



Etude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde

Camélia Ben Ramdane

► To cite this version:

Camélia Ben Ramdane. Etude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Bordeaux, 2014. Français. NNT : 2014BORD0077 . tel-01113148

HAL Id: tel-01113148

<https://hal.science/tel-01113148>

Submitted on 4 Feb 2015

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

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

THÈSE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR
SPÉCIALITÉ : MÉCANIQUE

Par Camélia BEN RAMDANE

**ÉTUDE ET MODÉLISATION DU COMPORTEMENT
MÉCANIQUE DE CMC OXYDE/OXYDE**

Sous la direction d'Éric MARTIN

Soutenue le 20 juin 2014

Membres du jury :

M. MARTIN, Éric
M. GUILLAUMAT, Laurent
M. BOUSSUGE, Michel
M. ROSSIGNOL, Fabrice
M. BOUILLON, Florent
Mme JANKOWIAK, Aurélie

Pr., LCTS, Université de Bordeaux
Pr., LAMPA
Maître de recherches, Mines ParisTech
DR, SPCTS
Ingénieur de recherche, Herakles
Ingénieure de recherche, Onera

Directeur de thèse
Président du jury
Rapporteur
Rapporteur
Examinateur
Examinatrice

Remerciements

Ce mémoire est l'aboutissement de trois ans de travaux que je n'aurais pu mener à bien sans la participation de nombreuses personnes. Cette thèse Cifre Herakles a été pour moi l'occasion de collaborer avec les personnels techniques et scientifiques de l'Onera, mon laboratoire d'accueil, et plus particulièrement ceux du Département des Matériaux et Structure Composites, ainsi que ceux de Herakles et, plus généralement, du groupe Safran. J'ai fait mes premiers pas dans le monde de la recherche et, dans une moindre mesure, dans celui de l'industrie, ce qui a été pour moi l'occasion de découvrir comment laboratoires et entreprises industrielles peuvent interagir, expérience enrichissante. Cette thèse m'a beaucoup appris, tant sur le plan scientifique que sur le plan humain, dans toute leur complexité, et je remercie donc l'ensemble des personnes ayant, chacune à sa manière, pris part à cette thèse, pour m'avoir aidée, guidée et m'avoir ainsi permis de progresser et d'atteindre la majorité des objectifs que je m'étais fixés.

Je remercie également les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer mes travaux et les rapporteurs pour le temps qu'ils ont accordé à la lecture de ce mémoire et à la rédaction de leurs rapports.

J'adresse des remerciements particuliers à mon directeur de thèse, Éric Martin, pour avoir accepté d'encadrer ce travail doctoral, s'être montré disponible et compréhensif et m'avoir prodigué de précieux conseils.

Ma gratitude va également à Aurélie Jankowiak (Onera, DMSC), qui m'a guidée et encouragée pendant ces trois années et a suivi l'évolution de cette thèse jour après jour, aléa après aléa, tout en me laissant la liberté nécessaire à mon épanouissement dans ce travail. Outre ses conseils scientifiques et ses qualités pédagogiques, elle s'est toujours montrée très disponible et a été, d'un point de vue personnel, d'un grand soutien moral, ce dont je lui suis reconnaissante.

Je remercie également mes encadrants Herakles, Pascal Diss et Florent Bouillon, pour l'intérêt qu'ils ont accordé à ma thèse et pour avoir su me montrer les enjeux industriels qu'elle représentait.

Ma thèse comporte une partie expérimentale et une partie numérique. La partie expérimentale est sans doute celle qui a nécessité l'intervention du plus grand nombre d'acteurs. Je tiens tout d'abord à remercier Michel Parlier (Onera, DMSC) et Roger Valle (Onera, DMSC), qui ont tous deux suivi l'évolution de cette thèse et m'ont fait bénéficier de leur grande expérience. Je remercie par ailleurs Marie-Hélène Ritti (Onera, DMSC) pour avoir partagé son savoir-faire, notamment dans l'élaboration des plaques de CMC oxyde/oxyde à renfort bidimensionnel, et Anne Mavel (Onera, DMSC) ainsi que Philippe Nuñez (Onera, DMSC) pour la réalisation, avec beaucoup de minutie, des essais mécaniques. Mes remerciements vont également à Jean-Michel Roche (Onera, DMSC) et Françoise Passilly (Onera, DMSC) pour le contrôle des plaques et le suivi d'endommagement des éprouvettes par thermographie infrarouge ainsi qu'à Benjamin Lamboul (Onera, DMSC) pour l'analyse des plaques par ultrasons. Je remercie également Vincent Herb (Herakles) pour l'aide qu'il m'a apportée dans le traitement des données d'émission acoustique.

Une partie importante et particulièrement intéressante de cette thèse a été de déterminer les mécanismes d'endommagement des CMC oxyde/oxyde étudiés, ce qui n'a pu se faire sans passer de longues heures derrière le MEB et, surtout, sans l'intervention de Denis Boivin, Yves Renollet et Nicolas Horezan (Onera, DMSM), sans qui la réalisation des essais de traction *in situ* dans un MEB n'aurait pas été possible. Plus d'un an a été nécessaire à la mise au point de ces essais et je leur suis reconnaissante de m'avoir accompagnée avec persévérance dans ma volonté de réaliser ces essais, de s'être montrés aussi pédagogues en ce qui concernait les techniques d'acquisition et de traitement des données et, enfin, de s'être toujours montrés sympathiques à mon égard. J'adresse également mes remerciements à Michel Bejet (Onera, DMSC) pour l'adaptation du montage d'essais de traction *in situ* aux matériaux étudiés dans cette thèse.

Je remercie par ailleurs Frédéric Laurin (Onera, DMSC) pour le développement d'une méthode d'analyse des données de microtomographie à rayons X adaptée aux CMC oxyde/oxyde qui a fourni de précieuses informations quant à la microstructure de ces matériaux.

Outres ces aspects expérimentaux, mes travaux de thèse comportent une importante partie numérique qui a été pour moi l'opportunité de découvrir avec intérêt la modélisation mécanique des matériaux composites. Je n'aurais pu mener à bien ce projet de modélisation sans l'aide précieuse de Cédric Julien (Onera, DMSC) qui a su se montrer patient et pédagogue. Je remercie également Jean-François Maire (Onera, DMSC) et Frédéric Laurin pour les réponses qu'ils ont apportées à mes questions concernant les modèles d'endommagement.

Enfin, je remercie l'ensemble des personnes ayant accepté de relire tout ou partie de mon manuscrit et d'avoir ainsi témoigné de leur intérêt pour mes travaux.

D'un point de vue plus personnel, cette thèse a été pour moi l'occasion de faire de belles rencontres et de nouer de nouvelles amitiés, et je remercie les équipes du 6^{ème} étage et du bâtiment E1 du centre Onera de Châtillon, sans oublier les doctorants qui m'ont précédée, notamment Elen, Carole, Gaël, Émilie, Jean-Michel, Thomas, et succédée, en particulier mes co-bureaux Antoine, Adrien et Alexis, pour leur bonne humeur et leur humour ravageur (abstraction faite des blagues sexistes). Je garderai un souvenir impérissable de certaines pauses !

Je terminerai en remerciant ma famille et mes amis, qui, malgré l'éloignement géographique de certain(e)s, m'ont toujours soutenue, et grâce à qui j'ai su persévérer.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 : ÉTAT DE L'ART SUR LES CMC OXYDE/OXYDE	5
1. CMC ET CHOIX DES COMPOSITES OXYDE/OXYDE.....	5
1.1. Motivation du choix de CMC oxyde/oxyde	5
1.2. CMC à interphase faible et à matrice poreuse.....	6
1.3. Critère d'élaboration d'un oxyde/oxyde performant	8
1.4. Fibres et matrices oxydes les plus fréquemment utilisées	9
1.4.1. Fibres et renforts tissés.....	10
1.4.2. Matrices	13
1.4.3. Revêtements de fibres.....	13
1.5. Procédés d'élaboration des CMC oxyde/oxyde	14
1.6. Influence du frittage sur le comportement mécanique.....	16
1.7. Comportement mécanique de composites oxyde/oxyde	18
1.8. Comportement en traction.....	19
1.9. Comportement en compression	22
1.10. Comportement en cisaillement	25
2. MODÈLES D'ENDOMMAGEMENT	26
3. SYNTHÈSE.....	26
CHAPITRE 2 : ÉLABORATION DES MATÉRIAUX ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES	29
1. PROCÉDÉS D'ÉLABORATION DES CMC OXYDE/OXYDE ÉTUDIÉS	29
1.1. Adaptation d'un procédé d'élaboration des CMC alumine/alumine à renfort bidimensionnel	29
1.2. Procédé d'élaboration des CMC alumine/alumine à renfort tridimensionnel	32
2. MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE DES MATÉRIAUX	32
2.1. Mesure et répartition du taux de porosité.....	33
2.1.1. Porosimétrie par poussée d'Archimède dans de l'eau	33
2.1.2. Porosimétrie par intrusion de mercure	34
2.1.3. Tomographie à rayons X	34
3. CONTRÔLE NON DESTRUCTIF DES MATÉRIAUX	35

3.1.	Thermographie infrarouge	35
3.2.	Contrôle de plaques après élaboration par ultrasons	38
4.	CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DES MATÉRIAUX ET INSTRUMENTATION DES ESSAIS	39
4.1.	Machines d'essais utilisées	39
4.2.	Instrumentation des essais	39
4.2.1.	Extensométrie	39
4.2.2.	Suivi d'endommagement par émission acoustique	44
4.2.3.	Microscopie optique	45
4.3.	Mise au point d'une technique d'essais de traction <i>in situ</i> dans un MEB	45
5.	MESURES DES DÉFORMATIONS THERMIQUES DE CMC OXYDE/OXYDE	49
CHAPITRE 3 : CARACTÉRISATION DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE ET ÉTUDE DES MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT D'UN CMC ALUMINE/ALUMINE À RENFORT TISSÉ BIDIMENSIONNEL		51
1.	CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE ET DES COEFFICIENTS DE DILATATION THERMIQUE D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TISSÉ BIDIMENSIONNEL APRÈS ÉLABORATION	53
1.1.	Caractérisation morphologique	53
1.1.1.	Microstructure du CMC Nextel™610/alumine après élaboration	53
1.1.2.	Détermination de la porosité et de la taille de pores	57
1.2.	Caractérisation mécanique de la matrice	59
1.3.	Mise en évidence de la présence d'endommagement initial par des techniques de CND	60
1.3.1.	Mise en évidence de la présence d'endommagement initial par thermographie IR	60
1.3.2.	Mise en évidence de la présence d'endommagement initial par tomographie X	61
1.4.	Détermination des coefficients de dilatation thermique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel	66
2.	DÉFINITION DU PLAN DE CARACTÉRISATION MÉCANIQUE	67
3.	CARACTÉRISATION MÉCANIQUE D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TISSÉ BIDIMENSIONNEL ET DÉTERMINATION DES MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT	69
3.1.	Variabilité des courbes de comportement en fonction de la méthode d'extensométrie utilisée et approximation des courbes de comportement	69
3.2.	Comportement en traction	71
3.2.1.	Dimensionnement des éprouvettes de traction	71
3.2.2.	Comportement en traction dans la direction des fibres	72
3.2.3.	Comportement mécanique en traction dans la direction hors-axes $\pm 45^\circ$	87
3.3.	Vérification des hypothèses sur les mécanismes d'endommagement d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel par comparaison avec des essais <i>in situ</i> dans un MEB ..	96

3.4. Proposition d'un scénario d'endommagement d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction	98
4. COMPORTEMENT EN COMPRESSION.....	100
4.1. Comportement en compression dans la direction des fibres (0°)	100
4.2. Comportement mécanique en compression dans la direction hors-axes $\pm 45^\circ$	108
4.3. Proposition d'un scénario d'endommagement d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression	113
5. COMPORTEMENT EN CISAILLEMENT	114
6. CONCLUSION	116

CHAPITRE 4 : CARACTÉRISATION DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE ET ÉTUDE DES MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TISSÉ TRIDIMENSIONNEL ET COMPARAISON AVEC LE CMC À RENFORT BIDIMENSIONNEL

119

1. CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TISSÉ TRIDIMENSIONNEL APRÈS ÉLABORATION	119
1.1. Caractérisation morphologique	119
1.2. Détermination de la porosité et de la taille de pores	122
2. MISE EN ÉVIDENCE DE LA PRÉSENCE D'ENDOMMAGEMENT INITIAL PAR THERMOGRAPHIE IR	124
3. DÉFINITION DU PLAN DE CARACTÉRISATION MÉCANIQUE	124
4. CARACTÉRISATION MÉCANIQUE D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TRIDIMENSIONNEL ET DÉTERMINATION DES MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT EN TRACTION	125
4.1. Comportement en traction dans la direction des fibres (0°)	125
4.2. Comportement en traction dans la direction hors-axes $\pm 45^\circ$	133
4.3. Comportement en cisaillement interlaminaire.....	136
4.4. Vérification des hypothèses sur les mécanismes d'endommagement du CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel par comparaison avec des essais <i>in situ</i> dans un MEB	136
4.5. Proposition d'un scénario d'endommagement d'un CMC alumine/alumine à renfort tridimensionnel sollicité en traction.....	137
5. CONCLUSION	138

CHAPITRE 5 : PROPOSITION D'UN MODÈLE D'ENDOMMAGEMENT POUR CMC OXYDE/OXYDE.....

141

1. GÉNÉRALITÉS SUR LES MODÈLES D'ENDOMMAGEMENT DE L'ONERA.....	142
1.1. Thermodynamique des milieux continus : équations générales.....	142
1.1.1. Potentiel thermodynamique et inégalité de Clausius-Duhem.....	142
1.1.2. Choix d'un potentiel thermodynamique.....	142
1.2. Modèles ODM et thermodynamique	144
2. SIMPLIFICATION DES MODÈLES EXISTANTS ET PROPOSITION D'UN MODÈLE ADAPTÉ AUX CMC OXYDE/OXYDE	147
2.1. Expression de la loi de comportement	147
2.2. Forces motrices de l'endommagement et variables d'endommagement	148
2.2.1. Forces motrices de l'endommagement	148
2.2.2. Déformations positives	151
2.2.3. Variables d'endommagement	152
2.3. Tenseurs des effets de l'endommagement	153
2.3.1. Indices d'activation de l'endommagement η_i , $i \in 1, 2, 3$	153
2.3.2. Tenseurs des effets de l'endommagement en traction et en compression	153
2.4. Tenseurs des rigidités.....	155
2.4.1. Tenseur des rigidités initiales	155
2.4.2. Tenseur des rigidités effectives C_{eff}	156
2.5. Partition des déformations.....	156
2.5.1. Déformation totale ϵ	156
2.5.2. Déformation thermique ϵ_{th}	156
2.5.3. Déformation de fermeture des fissures ϵ_0	156
2.5.4. Déformation résiduelle ϵ_r	157
2.6. Critère de rupture	159
3. IMPLÉMENTATION DU MODÈLE DANS UN CODE DE CALCUL.....	159
4. IDENTIFICATION DU MODÈLE	162
4.1. Identification des paramètres du modèle sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel	167
4.2. Identification du modèle sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel.....	171
5. CONCLUSION	174
CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES	175
ANNEXE : GÉNÉRALITÉS SUR LA THERMODYNAMIQUE.....	181
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	184
TABLE DES ILLUSTRATIONS.....	188

LISTE DES TABLEAUX	196
--------------------------	-----

Introduction

L'aéronautique est un domaine en constante évolution, étroitement lié aux prouesses technologiques et au développement économique. La dynamique de cette évolution ne peut cependant se faire sans tenir compte du contexte environnemental actuel. Afin de limiter l'impact de l'activité aéronautique sur l'environnement, le Conseil consultatif pour la recherche aéronautique en Europe (ACARE) a fixé, pour les nouveaux avions produits à l'horizon 2020, les objectifs de réduction suivants, par rapport aux niveaux de 2000 : une réduction de 50 % des émissions de dioxyde de carbone, une réduction de 80 % des émissions d'oxyde d'azote et une réduction de 50 % du bruit perçu. Le groupe Safran participe activement à plusieurs projets de recherche visant à mettre en œuvre les solutions permettant d'atteindre ces objectifs. Afin de réduire les émissions de gaz à effet de serre, la première solution est de diminuer la masse des aéronefs. La consommation de carburant est en effet directement reliée au poids de l'avion. Les avionneurs se sont ainsi orientés vers les matériaux composites, notamment pour l'élaboration de la structure des aéronefs de dernière génération. Les matériaux composites à matrice organique, utilisés notamment pour la voilure et le fuselage, sont en effet deux à trois fois plus légers que les alliages d'aluminium, tout en étant plus résistants et rigides. La deuxième solution permettant de réduire les émissions de gaz à effet de serre est d'augmenter le rendement des turboréacteurs, ce qui implique une augmentation de la température des gaz produits par la combustion du kérosène dans les réacteurs. Or, les matériaux métalliques, et plus particulièrement les alliages base nickel, utilisés actuellement dans les turbomachines, atteignent aujourd'hui leur limite, notamment en termes de température. Les pièces thermostructurales doivent en effet présenter de bonnes propriétés mécaniques se conservant dans des environnements sévères : de très hautes températures, des hautes pressions, ainsi que des atmosphères riches en vapeur d'eau et/ou oxydantes. Compte tenu des exigences mécaniques et environnementales, les matériaux céramiques semblent être d'excellents candidats pour remplacer, à terme, les pièces métalliques soumises à de très hautes températures (supérieures à 1200°C). Les céramiques monolithiques étant sensibles à la présence de défauts et présentant un mode de rupture fragile lié à la propagation catastrophique de fissures, les recherches actuelles portent sur les composites à matrice céramique (CMC), et plus particulièrement les composites céramiques à renfort de fibres longues (en anglais, *CFCC : Continuous Fiber Ceramic Composite*) [1], que l'on désignera par le terme plus général « CMC » dans le reste de ce mémoire. Les CMC, qui présentent en effet une meilleure résistance mécanique et, souvent, une déformation à rupture plus élevée, sont moins sensibles aux défauts et à la propagation de fissures que les céramiques monolithiques [2] [3] [4]. Ces matériaux, dont la densité est généralement comprise entre 2 et 3, ont, de plus, l'avantage d'être plus légers que les superalliages base nickel utilisés actuellement [2], dont la densité est comprise entre 7 et 8 [5]. C'est pour ces raisons que les CMC retiennent tout particulièrement l'attention des motoristes aéronautiques [2] [4]. L'utilisation de ces composites comme matériaux thermostructuraux pour les pièces soumises à des gaz à très haute température permettra une amélioration du rendement et une baisse des émissions polluantes [6]. Les CMC les plus avancés utilisés à ce jour sont composés de fibres et matrice de carbure (SiC/SiC) ou nitrure de silicium. Ces matériaux sont très robustes mais leur durée de vie est limitée à cause de leur faible résistance à l'oxydation [7] [8] pour des températures comprises entre 500 et 800°C.

Afin d'éviter les problèmes d'oxydation, certaines recherches actuelles portent sur l'utilisation de matrices oxydes associées à des renforts oxydes. Bien que les CMC oxydes résistent bien mieux à l'oxydation que les CMC à base de carbure de silicium, il faut noter que ces derniers présentent de meilleures propriétés mécaniques que les CMC oxydes [7]. Les CMC à base de carbure de silicium peuvent par ailleurs être utilisés pour des applications à très haute température (supérieure à 1200°C) tandis que l'usage des CMC oxydes est limité à des températures inférieures à 1000-1100°C, gamme de température au-delà de laquelle les fibres s'endommagent et les propriétés mécaniques de ces matériaux décroissent. Pour les températures d'application visées dans le cadre de cette thèse, aux alentours de 700-800°C, les CMC à base de carbure de silicium voient leurs propriétés

mécaniques dégradées par l'oxydation. Ainsi, le recours aux CMC oxydes semble être un choix pertinent pour cette gamme de température.

Pour ce qui est de la microstructure des CMC, il est aujourd'hui largement reconnu que, dans le but de pallier le mode de rupture fragile et d'améliorer leur résistance à l'endommagement, il est nécessaire d'avoir une interface fibre/matrice faible. Celle-ci sert dans un premier temps à dévier les fissures matricielles et permet ensuite d'accroître l'énergie de rupture lors de l'extraction des fibres [2] [3]. On distingue par ailleurs deux types de CMC : ceux à matrice faible (*Weak Matrix Composites, WMC*) et ceux à interface faible (*Weak Interface Composites, WIC*), pour lesquels on a souvent recours à un revêtement de fibres. Bien que les CMC présentent une meilleure tolérance à l'endommagement que les céramiques monolithiques, il faut noter que les structures stratifiées bidimensionnelles sont plus enclines à la rupture dans les zones interlaminaires riches en matrice. La rupture interlaminaire ou délaminage peut conduire à une perte de rigidité et accélérer la rupture structurale [9]. Le diagramme de He et Hutchinson, repris par Koch *et al.* [10] et présenté en Figure 1, présente la courbe délimitant les domaines de rupture fragile et non-fragile de CMC et illustre les principes précédemment décrits.

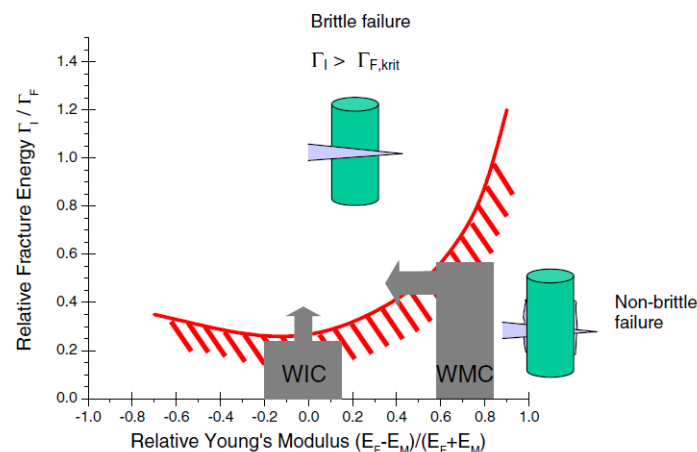


Figure 1 Courbe de He et Hutchinson délimitant les domaines de rupture fragile et non fragile dans des CMC en fonction des modules de Young des fibres (E_F) et de la matrice (E_M) et du rapport des énergies de rupture des interfaces et de la fibre [10].

On constate sur ce graphique que les CMC à interphase faible ont un rapport de modules $\frac{E_F - E_M}{E_F + E_M}$ compris entre -0,2 et environ 0,015, ce qui est par exemple le cas des CMC SiC/SiC. En revanche, dans le cas des composites à matrice faible, ce rapport est compris entre 0,6 et 0,85. Un tel rapport ne peut être atteint que lorsque le module de Young des fibres est beaucoup plus élevé que celui de la matrice ; une matrice microporeuse (faible) permet d'accentuer l'écart entre les modules de Young des fibres et de la matrice pour favoriser la déviation de fissures matricielles et ainsi parvenir à réaliser un CMC dont la rupture n'est pas de type fragile, conformément au diagramme de He et Hutchinson.

Les différents travaux menés sur le comportement mécanique de composites oxyde/oxyde à matrice faible ont montré qu'à température ambiante, sous des sollicitations en traction et en compression dans la direction des fibres, ces CMC présentent un comportement mécanique légèrement non linéaire. Des essais réalisés dans des environnements extrêmes (hautes températures et/ou environnements riches en vapeur d'eau) ou sur matériaux vieilliss ont montré que les propriétés mécaniques des CMC oxyde/oxyde étaient peu altérées par de hautes températures mais qu'une exposition prolongée à la vapeur d'eau avait un effet néfaste sur leur résistance mécanique. Il a également été rapporté dans la littérature que, afin d'optimiser la résistance

mécanique de CMC à matrice faible, le taux de porosité devait être compris entre 20 % et 40 %. Cependant, nombre d'essais mécaniques permettant de caractériser le comportement mécanique des CMC oxyde/oxyde sont absents des articles disponibles dans la littérature, tels que des essais de cisaillement interlaminaire et des essais de traction incrémentale. Concernant la modélisation du comportement mécanique des CMC oxyde/oxyde, elle ne semble avoir été l'objet d'aucune recherche publiée ; les seuls articles traitant de cette dernière ont été publiés par des scientifiques du DLR et ne concernent que les WHIPOX® développés dans leur laboratoire, à savoir des CMC oxyde/oxyde à matrice poreuse élaborés par enroulement filamentaire. De plus, les matériaux étudiés ont toujours un renfort tissé bidimensionnel et aucun résultat expérimental obtenu sur des CMC oxyde/oxyde à renfort tridimensionnel n'a été trouvé dans la littérature. Enfin, les mécanismes d'endommagement des CMC oxyde/oxyde n'ont pas été déterminés de manière précise.

Par ailleurs, dans l'optique de poursuivre le développement des CMC alumine/alumine, il est nécessaire de connaître les performances mécaniques de ces matériaux. Disposer d'un modèle d'endommagement s'avère également nécessaire, notamment pour évaluer l'impact de certaines propriétés d'un matériau sur son comportement mécanique. Un des objectifs principaux de cette thèse a donc été de proposer un modèle d'endommagement simplifié, fondé sur les modèles d'endommagement de l'Onera (ODM) développés depuis une vingtaine d'années. Les matériaux étudiés étant en cours de développement et par conséquent susceptibles d'évoluer, peu de matière est disponible et le modèle d'endommagement proposé doit être à la fois identifiable à partir d'un minimum d'essais de caractérisation mécanique et présenter la possibilité d'être mis en place à partir d'une connaissance partielle du matériau, amené à évoluer pour répondre aux exigences de son application future. Par ailleurs, afin de pouvoir, d'une part, comparer les matériaux en développement entre eux et, d'autre part, faire du calcul de structures, il était nécessaire de proposer un modèle tridimensionnel. Le modèle simplifié devait également être facilement compréhensible et utilisable par des chercheurs développant le matériau et qui ne sont pas coutumiers des modèles d'endommagement. Un tel modèle peut, par ailleurs, s'avérer utile pour dimensionner et analyser des essais mécaniques tels que, par exemple, des essais de flexion.

Ainsi, dans le but, d'une part, d'évaluer les performances mécaniques à température ambiante d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel élaboré à l'Onera et, d'autre part, de développer un modèle d'endommagement simplifié pour les matériaux oxyde/oxyde, des essais de caractérisation mécanique ont été réalisés à température ambiante sur ce matériau.

La caractérisation mécanique du matériau doit permettre de déterminer ses propriétés lorsqu'il est soumis à différents types de sollicitations mécaniques et de mettre en évidence ses limites. Une attention particulière a par ailleurs été apportée à la compréhension et à la détermination des mécanismes d'endommagement du matériau à renfort tissé bidimensionnel étudié. Les mécanismes d'endommagement de CMC oxyde/oxyde, dont la connaissance est nécessaire pour évaluer leurs performances et développer un modèle d'endommagement, sont en effet décrits de manière très peu précise dans la littérature. La matrice d'essais utilisée dans cette thèse a ainsi principalement été dictée par la mise en œuvre d'un modèle d'endommagement.

Le but de cette thèse est d'étudier et de modéliser le comportement mécanique de composites oxyde/oxyde, et plus particulièrement celui de CMC alumine/alumine à renforts tissés Nextel™610 bidimensionnel et tridimensionnel et à matrice faible, les composites possédant une fraction volumique de fibres d'environ 50 % et un taux de porosité d'environ 25 %. Les essais de caractérisation ainsi que la détermination des mécanismes d'endommagement de composites à renforts bidimensionnel et tridimensionnel ont permis de développer un modèle d'endommagement capable de prévoir le comportement mécanique de ces matériaux à température ambiante et qui permettra, à terme, de réaliser des calculs de structure. Cette étude a également permis d'identifier les points faibles des matériaux étudiés et de proposer des pistes d'amélioration. Le modèle d'endommagement simplifié proposé dans cette thèse est destiné à faciliter la poursuite des travaux sur les matériaux oxyde/oxyde développés par Herakles. Cette thèse s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche concertée, le PRC Composites, entre le groupe Safran (Herakles, Snecma et

Aircelle) et l'Onera, et financé par la Direction Générale de l'Aviation Civile (DGAC). Ce projet, d'une durée de quatre ans et qui a commencé le 1^{er} septembre 2010, traite de la modélisation mécanique et de la modélisation de la durabilité de composites à matrices organiques et céramiques, ainsi que de la modélisation des procédés de fabrication de pièces composites. Une partie de ce projet se focalise sur l'évaluation de solutions innovantes pour élargir le domaine, et plus particulièrement sur des CMC à coût d'élaboration réduit, tels que les oxyde/oxyde.

La démarche a consisté, dans un premier temps, à déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau alumine/alumine à renfort bidimensionnel pour les comparer à celles disponibles dans la littérature (Chapitre 3). Pour cela, les matériaux à renfort bidimensionnel, réalisés à l'Onera, ont été soumis dans plusieurs directions à différents types de sollicitations mécaniques, tels que de la traction monotone, de la traction incrémentale, de la compression, du cisaillement interlaminaire ainsi que de la torsion. Des techniques de contrôle non destructif ont été utilisées afin d'évaluer les matériaux et les essais mécaniques ont été richement instrumentés (Chapitre 2).

Afin de comparer les résultats obtenus grâce aux campagnes d'essais réalisées dans le cadre de cette thèse aux résultats disponibles dans la littérature, une étude bibliographique approfondie portant sur les matériaux oxyde/oxyde a été nécessaire (Chapitre 1). Les mécanismes d'endommagement des composites oxyde/oxyde n'étant pas connus de manière précise, la deuxième étape de cette thèse a été d'identifier plus finement les mécanismes d'endommagement du matériau alumine/alumine à renfort bidimensionnel étudié. Pour ce faire, des éprouvettes sollicitées en traction et en compression à différents niveaux de contrainte ont été observés au microscope électronique à balayage (MEB) afin d'émettre des hypothèses quant aux mécanismes d'endommagement du matériau. Afin de confirmer ces hypothèses, des essais de traction *in situ* ont été réalisés dans un MEB. Ces deux étapes ayant montré que le principal mode d'endommagement du matériau à renfort bidimensionnel était le délaminage, nos recherches se sont alors orientées vers l'étude d'un matériau à renfort tridimensionnel élaboré par Herakles. De par sa structure, ce type de renfort est censé conférer au composite une meilleure tenue au délaminage. Un matériau alumine/alumine à renfort tridimensionnel a ainsi été étudié, en utilisant la même démarche que pour l'étude du matériau à renfort bidimensionnel (Chapitre 4). Le comportement mécanique du matériau à renfort tridimensionnel a ainsi été caractérisé en traction et comparé à celui du matériau à renfort bidimensionnel. Les mécanismes d'endommagement du matériau à renfort tridimensionnel ont ensuite été étudiés et comparés à ceux obtenus dans le cas du composite à renfort bidimensionnel. Pour cela, des observations au MEB ont été réalisées sur des éprouvettes après élaboration et des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte. Enfin, les résultats obtenus sur les matériaux à renfort bi- et tridimensionnel ont permis de développer un modèle simplifié, identifiable à partir d'un minimum d'essais, permettant de prévoir le comportement mécanique de composites alumine/alumine et pouvant être généralisé au cas des oxyde/oxyde (Chapitre 5). Pour cela, une première étape d'appropriation des modèles d'endommagements développés à l'Onera pour les CMC et les CMO a été nécessaire. Cette étape a été suivie par la détermination des équations adéquates à implémenter dans le modèle. Compte tenu de la propension au délaminage du matériau à renfort bidimensionnel, le matériau à renfort tridimensionnel est celui qui a vraisemblablement le plus d'avenir et c'est pour cela que l'identification des paramètres du modèle a été réalisée sur ce matériau. Le modèle simplifié a néanmoins vocation à permettre la poursuite du développement des matériaux oxyde/oxyde de manière générale et n'est pas spécifique aux deux matériaux étudiés dans cette thèse.

Chapitre 1 : État de l'art sur les CMC oxyde/oxyde

De nombreuses recherches menées sur les CMC oxyde/oxyde dans les années 2000, notamment aux États-Unis, ont fait l'objet de publications. Les matériaux dont il est question dans ces travaux sont généralement des CMC à matrice d'alumine, d'alumine-silice ou d'alumine-mullite, tandis que les renforts sont dans la majorité des cas des fibres d'alumine ou d'aluminosilicate. Dans la littérature, les renforts étudiés sont, exclusivement, des renforts bidimensionnels. Les résultats publiés concernent des essais mécaniques réalisés à température ambiante ou à haute température sur des matériaux sains et/ou sur des matériaux ayant subi un vieillissement en température et/ou sous vapeur d'eau. Les essais mécaniques les plus fréquemment présentés sont les essais de traction. Rares sont les publications qui traitent de compression mais des articles présentant des essais de fluage et de cisaillement sont également disponibles. La synthèse bibliographique présentée dans les paragraphes suivants a pour vocation d'exposer les travaux en rapport avec le sujet de thèse, à savoir des essais de traction, de compression et de cisaillement interlaminaire réalisés à température ambiante sur des CMC oxyde/oxyde.

Les matériaux qui ont fait l'objet des recherches présentées dans ce chapitre sont des CMC oxyde/oxyde, mais il ne s'agit pas toujours des mêmes composites que ceux étudiés dans le cadre de cette thèse, à savoir des composites Nextel™610/alumine à matrice faible.

Les mécanismes d'endommagement des CMC oxyde/oxyde à matrice faible ne sont par ailleurs pas décrits de manière précise dans la littérature, tandis que la modélisation des composites oxyde/oxyde est quasiment absente de la littérature à ce jour.

Dans la suite du mémoire, les composites seront notés comme suit, en fonction de la nature de leurs constituants pour des applications thermostructurales à des températures moyennes : fibre/matrice et fibre/revêtement des fibres (interphase)/matrice.

1. CMC ET CHOIX DES COMPOSITES OXYDE/OXYDE

1.1. Motivation du choix de CMC oxyde/oxyde

Les CMC étudiés à ce jour pourraient être utilisés pour la réalisation de pièces d'arrière-corps sur des avions militaires ou civils. Leurs propriétés thermomécaniques devront satisfaire aux conditions d'utilisation de ces appareils et leur procédé d'élaboration ne devra pas être onéreux [11]. Les durées pendant lesquelles les CMC sont soumis à des températures extrêmes dépendent de l'application ; ces périodes peuvent aller de moins d'une heure, dans le cas de missiles, à une centaine d'heures dans le cas de réacteurs militaires, voire 100 000 heures dans le cas de turbines à gaz commerciales (ou autres applications commerciales) [11]. Dans les applications aéronautiques visées (arrière-corps, turbomachines, etc.), les composites sont soumis à l'oxydation, ce qui affecte par conséquent leur durabilité à long terme [12] [13]. Ces réactions oxydantes modifient les propriétés de la structure, diminuant de manière notable toutes les propriétés mécaniques. Les systèmes non oxydes sont peu résistants à l'oxydation, particulièrement à des températures intermédiaires avoisinant les 800°C. L'oxygène, en pénétrant dans les microfissures et en réagissant avec l'interphase de carbone ou de nitrure de bore, située entre les fibres et la matrice, peut fragiliser le matériau. L'oxydation du carbure de silicium est en effet active à ces températures (les oxydes de silice ne forment donc pas de couche passivante empêchant l'oxydation), ce qui justifie le recours aux oxyde/oxyde dans cette gamme de températures. La dégradation, qui implique l'oxydation des fibres et de leur revêtement, est accélérée en présence d'humidité [14]. Dans le cas du composite SiC/SiC, par exemple, ou d'autres composites non oxydes, une protection de surface limite ces effets. Une autre alternative face au problème d'oxydation survenant dans cette gamme de température est le recours aux oxydes [12]. Sous air, les composites oxyde/oxyde peuvent être stables jusqu'à de hautes températures (1000°C-1200°C) pour lesquelles les fibres seules

commencent normalement à se dégrader [15]. La nécessité d'utiliser des composites stables dans leurs conditions d'utilisation a motivé l'emploi d'oxydes stables pour la réalisation de CMC [3]. Le choix du type de CMC à utiliser s'est ainsi orienté vers des matrices oxydes associées à des renforts oxydes [12]. En effet, les combinaisons matrice oxyde/fibres non oxydes et matrice non oxyde/fibres oxydes ne permettent pas d'améliorer la résistance à l'oxydation à très haute température [3]. Les systèmes composites oxyde/oxyde devraient entrer dans la fabrication de composants à grande durée de vie soumis à des températures n'excédant pas 1000-1100°C, tandis que les matériaux à base de SiC seront utilisés pour des composants à durée de vie plus courte mais soumis à des températures plus élevées (jusqu'à 1200°C) [16]. Par ailleurs, la majorité des CMC contenant du SiC présentent une durée de vie plus longue sous chargement statique que sous chargement cyclique. Pour ces matériaux, la fatigue est bien plus endommageante que le fluage. À l'inverse, le fluage est bien plus dangereux que la fatigue pour des CMC oxyde/oxyde à matrice poreuse [17].

La Figure 2 présente des observations au microscope électronique à balayage (MEB) d'un CMC oxyde/oxyde réalisé à partir d'un renfort tissé de fibres Nextel™610 (alumine) et d'une matrice de mullite (silicate d'aluminium, $3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$) étudié par Simon [6]. Dans la préforme tissée, les torons de fibres sont orientés à 0°/90° et la matrice est poreuse. On remarque sur ces vues en coupe que la matrice a bien infiltré les torons de fibres et que les fibres sont réparties de manière dense et assez homogène, ce qui est nécessaire pour que le composite ait de bonnes propriétés mécaniques. Des vues à plus faibles grossissements révèlent la présence de macropores, qui correspondent à des bulles d'air et qui sont liés au procédé de moulage lors de la mise en œuvre. Ces vides apparaissent au niveau de l'intersection des plis. Les micrographies MEB révèlent une mince couche de matrice entre les différents plis du stratifié qui contribuent à obtenir une fraction volumique de fibres importante. Sur ces composites, après élaboration, on peut également observer un motif de fissures matricielles plus ou moins régulier, ce qui est caractéristique de la majorité des CMC oxyde/oxydes. Ces fissures apparaissent en raison d'un retrait différentiel entre le renfort fibreux et la matrice lors du frittage et sont concentrées dans les zones riches en matrice [6]. Les macropores présents dans les matériaux sains sont mentionnés mais pas caractérisés dans la littérature.

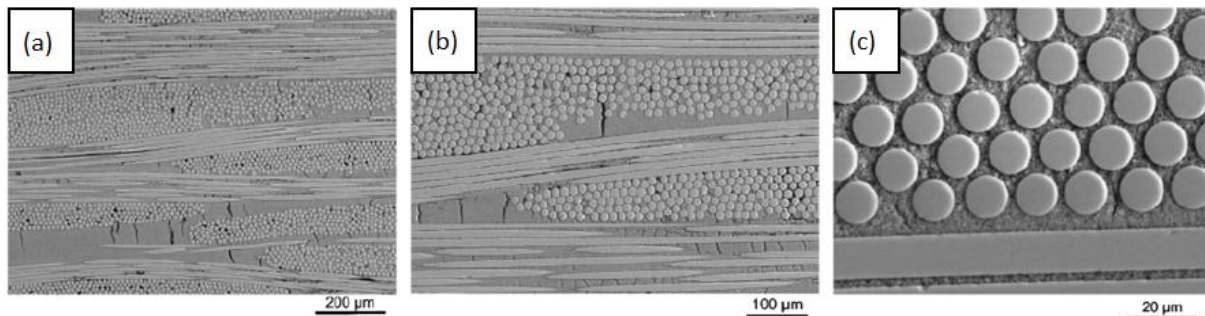


Figure 2 Vues en coupe (MEB) d'un composite Nextel™610/mullite à matrice poreuse. a. Microstructure homogène avec fissures dans les zones riches en matrice. b. Bonne infiltration de la matrice dans les torons de fibres. c. Arrangement régulier de fibres au sein d'un toron (6).

1.2. CMC à interphase faible et à matrice poreuse

Aujourd'hui, la difficulté à surmonter dans le développement des CMC oxydes est de réussir à leur conférer la même résistance à l'endommagement et la faible sensibilité aux entailles caractéristiques des systèmes non oxydes plus répandus. Afin d'atteindre ces objectifs, deux approches visant à limiter l'ampleur des ruptures de fibres localisées, ainsi qu'à favoriser la dissipation d'énergie pendant la rupture, ont été étudiées [18].

La première approche, la plus traditionnelle, est fondée sur le contrôle de la faible liaison entre les fibres et la matrice. Les propriétés mécaniques des CMC à matrice dense, telles que la résistance à la traction, au fluage et à la rupture, dépendent en effet de la nature de l'interface entre les fibres et la matrice [12]. Cette première approche consiste donc à déposer une interphase sur les fibres [18]. Ce revêtement des fibres (interphase), est réalisé de manière à ce que les interfaces soient peu résistantes. Il favorise la déviation des fissures et le glissement des fibres au niveau de l'interface entre les fibres revêtues, ou à l'intérieur de l'interphase elle-même, et la matrice. Ces mécanismes permettent le développement de nombreuses fissures matricielles, qui sont à l'origine de déformations inélastiques lorsque le composite est sollicité en traction. Une faible interphase permet de ne pas propager les fissures matricielles aux fibres en les déviant. Qui plus est, elles permettent un isolement (non contact) des fibres ; ainsi, la rupture d'une fibre est indépendante de celle des autres. Ce phénomène joue un rôle important dans la résistance des torons de fibres et la dissipation d'énergie pendant l'extraction des fibres (*pull-out*) rompues [19]. Le principe des CMC à interphase faible est présenté en Figure 3.

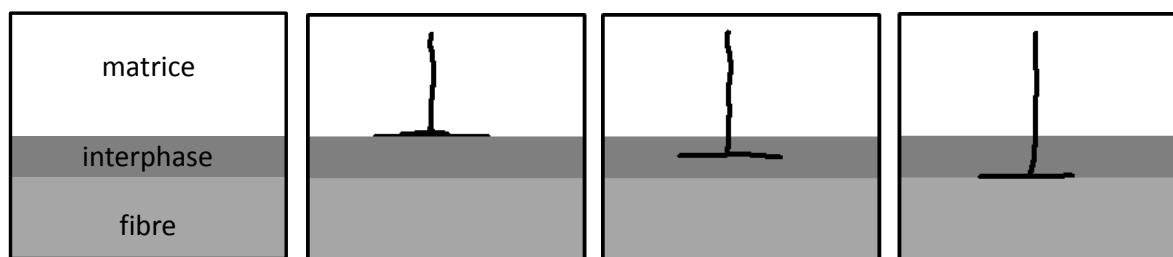


Figure 3 Schéma du principe des CMC à interphase faible.

Ce concept, initialement établi pour les systèmes non oxydes, a été étendu avec succès aux systèmes oxydes. La monazite (LaPO_4), la scheelite (CaWO_4) et l'hibonite (CaAl_2O_9) font partie des interphases dignes d'intérêt [2] [18] [15] [20]. La monazite présente les avantages d'avoir une température de fusion supérieure à 2000°C et d'être stable lorsqu'elle est associée à d'autres oxydes tels que l'alumine [7]. Des revêtements de zircone (ZrO_2) et d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3), tous deux de porosité élevée, ont également été étudiés.

Les propriétés mécaniques des composites oxydes telles que la rigidité, la résistance à la rupture et la résistance au fluage sont gouvernées par l'interface entre les fibres et la matrice. Une approche à privilégier dans le développement de ces composites est de contrôler les propriétés de ces interfaces à partir des propriétés mécaniques des revêtements de fibres déposés avant l'incorporation de la matrice [12].

La deuxième approche, plus récente, consiste à contrôler la porosité de la matrice. Ceci évite d'avoir recours à un revêtement. Des composites oxyde/oxyde résistants (γ compris à l'endommagement) peuvent en effet être réalisés sans avoir recours à un revêtement de fibres [11]. L'absence de revêtement de fibres représente un avantage : le revêtement est à l'origine de coûts supplémentaires et complexifie les procédés d'élaboration des composites [15].

Une matrice poreuse permet d'obtenir le même phénomène de déviation de fissures matricielles qu'une interphase faible entre les fibres et la matrice. Ce modèle de microstructure admet l'existence d'une interface forte entre les fibres et la matrice [2] [4] [6] [7] [12] [21] (localement, aux points de contact entre les fibres et la matrice microporeuse). Cette approche peut être vue comme une extension du principe de revêtement poreux, pour lequel la faible résistance de l'interphase poreuse entre les fibres et la matrice est à l'origine de la déviation des fissures matricielles à l'interface entre les fibres et la matrice [2] [18] [15] [20]. Les fissures qui se propagent sont déviées au niveau de l'interface fibre/matrice. Cette décohésion permet de dissiper une partie de l'énergie de fissuration et permet l'extraction des fibres de la matrice lors de la rupture ultime du matériau. Bien que ce concept ait été étudié sur de nombreux CMC oxydes, ces matériaux sont moins bien connus que ceux possédant une matrice relativement dense et une interphase faible entre les

fibres et la matrice [19]. Les CMC oxyde/oxyde à matrice poreuse présentent un comportement mécanique différent de ceux observés pour des CMC traditionnels ayant une interphase fibre/matrice [17]. Le principe des CMC à matrice faible est présenté en Figure 4.

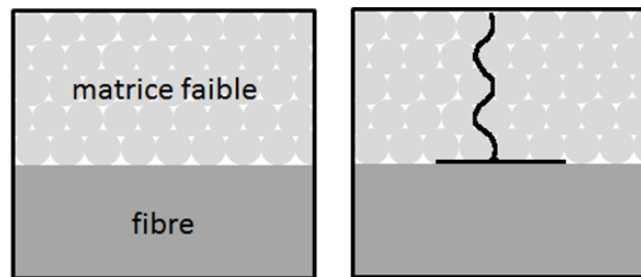


Figure 4 Schéma du principe des CMC à matrice faible.

On peut aussi associer une interphase faible à une matrice poreuse. Ceci permet d'orienter la propagation des fissures vers l'interface ; les fissures se propagent ainsi le long de l'interphase (ce qui correspond à l'interface entre les fibres et la matrice) et non dans les fibres. On observe dans ce cas une extraction des fibres de la matrice. Les composites associant interphase faible et matrice poreuse sont plus résistants à l'endommagement et moins fragiles [4] [15]. Le caractère poreux de la matrice semble jouer un rôle crucial dans la résistance aux entailles et dans la déformation à rupture [15]. Ce comportement est surprenant compte tenu de la fragilité de la matrice et des fibres considérées séparément et est totalement différent de celui des céramiques monolithiques, qui présentent un comportement fragile [22].

1.3. Critère d'élaboration d'un oxyde/oxyde performant

Au cours de cette thèse, des composites oxyde/oxyde à matrice poreuse pour lesquels il n'y a aucune interphase entre les fibres et la matrice ont été étudiés. Ces matériaux présentent un comportement mécanique différent de celui des CMC pour lesquels existe une interphase [15] [23]. Les matériaux étudiés dans cette thèse sont par ailleurs destinés à être utilisés à des températures avoisinant 700°C.

La porosité est la caractéristique microstructurale majeure qui confère au composite sa tolérance à l'endommagement [16]. Ce modèle de composite requiert, afin de limiter les réactions avec la matrice, l'utilisation de fibres et de matrices très stables et peu réactives entre elles. Ce type de composites, pour lequel un revêtement des fibres n'est pas nécessaire, est en plein essor, notamment grâce à son coût inférieur à celui d'autres systèmes [24]. La pertinence de ce concept a déjà été prouvée pour des composites oxyde/oxyde ; les CMC élaborés à partir de ce principe présentent une bonne tolérance à l'endommagement, à l'oxydation ainsi qu'aux entailles [2] [4] [6] [12] [21]. Leur résistance à la fatigue et aux chocs thermiques est par ailleurs satisfaisante [6]. Afin que la matrice remplisse pleinement son rôle de déviateur de fissures, il est nécessaire que les porosités soient finement distribuées [12] [21]. La microstructure doit être conçue telle que la résistance de la matrice soit assez faible pour permettre une déviation de fissures dans la matrice tout en demeurant suffisamment résistante pour conserver les propriétés hors-axes et interlaminaires du composite [25]. Ces exigences apparemment contradictoires peuvent être remplies en contrôlant la porosité de la matrice.

Afin d'obtenir une matrice aux performances satisfaisantes, il est nécessaire que les particules constituant la matrice soient bien liées entre elles et que le taux de porosité du composite soit compris entre, environ, 25 % et 40 % pour un taux de porosité matricielle de l'ordre de 30 - 40 % ; il est par ailleurs nécessaire que la microporosité matricielle soit uniformément répartie [7] [19] [20] [25]. On observe en effet une perte de tolérance à l'endommagement et de résistance à la traction dans la direction des fibres lorsque la porosité de la matrice est réduite [19]. La création d'un modèle de matrice est une tâche ardue qui doit combiner des exigences contradictoires. D'un côté, la matrice doit être réalisée à partir d'une poudre constituée de fines particules. Ceci permet en effet une

infiltration maximale de la matrice au sein des fibres et permet le frittage des composites à des températures modérées, évitant ainsi une dégradation des fibres qui survient à environ 1200°C, selon leur nature [6] [20]. L'utilisation de fines particules accroît la compacité de la matrice et l'uniformité au sein de la préforme fibreuse ainsi que la résistance de la matrice. Cependant, l'utilisation de fines particules a également pour effet de réduire la stabilité de la matrice lors de la densification pendant l'utilisation de la pièce (réduction du taux de porosité induite par le frittage) [25]. De plus, le phénomène de retrait est plus important dans le cas de la matrice que dans celui des fibres, ce qui est à l'origine d'une contrainte mécanique des fibres sur la matrice et qui a pour effet de favoriser le développement de défauts. D'un autre côté, la matrice doit présenter une fine porosité, répartie de manière homogène. Cette porosité doit, de plus, conserver cette répartition structurale lorsque le composite sera soumis à de hautes températures sur de longues périodes [6] (phénomène de frittage pour une pièce en service). La performance à long terme des CMC à matrice poreuse dépend, pour des températures d'utilisation comprises entre 1000 et 1200°C, de la stabilité de la microstructure des fibres et de celle de la matrice. Dans les fibres, la croissance cristalline entraîne une dégradation de la rigidité et une perte de la contrainte maximale à rupture. Dans la matrice, la perte de tolérance à l'endommagement est due au frittage [20]. Ce phénomène induit en effet une baisse de la porosité matricielle ainsi qu'une augmentation de la cohésion entre les fibres et la matrice, ce qui va à l'encontre du phénomène de déviation des fissures à l'interface entre les fibres et la matrice (et ainsi à la dissipation de l'énergie de fissuration) et entraîne une perte de résistance à l'endommagement du composite. Le frittage peut également avoir un autre effet délétère pour les CMC : la création de fissures matricielles dues au retrait de frittage.

Dans les CMC à matrice poreuse, on observe, après sollicitation mécanique du matériau, un phénomène d'extraction des fibres de la matrice. Ainsi, elles sont isolées de la matrice, ce qui empêche les fissures matricielles d'endommager les fibres. Les torons, qui ne sont alors plus solidaires de la matrice, se comportent comme s'ils étaient seuls. De plus, au sein d'un toron, les fibres ne sont pas en contact et sont indépendantes les unes des autres. Ainsi, la rupture d'une fibre du toron n'aura pas pour effet d'endommager directement les autres fibres et le report de charge sur ces fibres. Le composite présentera alors une résistance aussi élevée que celle des torons secs [26].

1.4. Fibres et matrices oxydes les plus fréquemment utilisées

Les matériaux oxydes les plus utilisés pour la réalisation des constituants fibres et matrice sont l'alumine, la mullite, la silice, la zircone, ainsi que des mélanges alumine-silice, mullite-silice et mullite-alumine.

D'autres types d'oxydes sont plus rarement utilisés. Dans les systèmes denses, deux types d'oxydes permettant une décohérence des fibres de la matrice ont été identifiés. Le premier type comprend des structures cristallines stratifiées telles que le mica, l'alumine, la magnétoplombite et la pérovskite. Ces structures présentent des plans de clivage intrinsèquement faibles. Le deuxième type d'oxydes est un groupe de mélanges d'oxydes réfractaires tels que : des orthophosphates de terres rares associés à de la monazite ou de la xénotime (YPO_4), des tungstates et des vanadates. Ces matériaux forment en effet des interfaces faibles avec d'autres oxydes tels que l'alumine, le grenat d'yttrium et d'aluminium (YAG , $\text{Y}_5\text{Al}_3\text{O}_{12}$), la zircone, et la mullite. Une stabilité à long terme a été observée pour des matrices de La-monazite (LaPO_4) associées à des fibres de saphir, à 1600°C. Ce résultat incite à développer des composites à matrice dense décrits comme étant plus stables que ceux à matrice poreuse [18]. Le système alumine-silice s'est avéré être un matériau prometteur de par ses propriétés, sa facilité d'élaboration ainsi que sa résistance environnementale [11]. Parmi les CMC à matrice poreuse développés à ce jour, ceux présentant la meilleure stabilité thermique à long terme sont ceux à matrice d'alumine-mullite [20].

1.4.1. Fibres et renforts tissés

Les fibres oxydes les plus utilisées sont les fibres de la famille Nextel™, commercialisées par 3M, et les fibres Altex, commercialisées par la société japonaise *Sumitomo Chemical*. Parmi les fibres de la famille Nextel™, les plus répandues sont les fibres Nextel™610, Nextel™650 et Nextel™720.

Dans le Tableau 1 figurent la composition ainsi que les principales propriétés mécaniques à température ambiante et à haute température (sous air) des fibres Nextel™610, Nextel™650, Nextel™720 et Altex.

Propriété		Nextel™ 610	Nextel™ 650	Nextel™ 720	Altex
Diamètre moyen (µm) [46]		11,52 ± 0,22	11,56 ± 0,35	12,22 ± 0,23	16
Composition chimique (pourcentage massique)		>99% alumine	89% alumine	85% alumine	85% alumine
		0,2-0,3% silice	10% zircone	15% silice	15% silice
		0,4-0,7% oxyde de fer	1% oxyde d'yttrium		
Phases cristallines		alumine en phase alpha	alumine en phase alpha et zircone cubique	alumine en phase alpha et mullite	
Contrainte à rupture (traction) (GPa)	Température ambiante	3,63	2,75	2,49	1,45
	Haute température	70% x 3,63 (2,54) jusqu'à 1000°C	70% x 2,75 (1,93) jusqu'à 1200°C	70% x 2,49 (1,74) jusqu'à 1300°C	
Module d'Young (traction) (GPa)	Température ambiante	373	358	260	280
Masse volumique (g/cm ³)		3,9	4,1	3,4	3,2
Coefficient de dilatation thermique (25-1000°C) (ppm/°C)		7,9	8	6	
Température maximale d'utilisation (à 1% de la déformation, 69 MPa, pendant 1000 heures) (°C)		1000	1080	1150	

Tableau 1 Composition et principales propriétés des fibres Nextel™610, Nextel™650, Nextel™720 et Altex, à température ambiante et à haute température, sous air [27] [28].

Les fibres Nextel™610 présentent une haute résistance à la rupture pour des températures allant jusqu'à 1000°C, et les fibres Nextel™720 présentent une bonne résistance à la rupture pour des températures atteignant 1200°C [20].

Les fibres Nextel™720 ont été développées dans le but de résister à des chargements à des températures dépassant 1000°C. Les fibres de la famille Nextel™ offrent une haute résistance (2-4 GPa), et ce grâce à leurs grains de taille submicrométrique [29]. La mullite contenue dans les fibres Nextel™720 leur confère, à haute température, une résistance au fluage supérieure à celle des autres fibres de la famille Nextel™, notamment les fibres Nextel™610 constituées d'alumine à plus de 99 % [28]. La fibre Nextel™720 est connue pour être à ce jour la fibre commerciale la plus résistante au fluage [15]. La mullite résiste en effet bien mieux au fluage que l'alumine. Les fibres Nextel™720 sont constituées de grains de mullite sphériques de 0,5 µm de diamètre et de grains d'alumine en phase alpha. Ce diamètre est cinq fois plus important que celui des grains d'alumine des fibres Nextel™610. Dans les oxydes constitués de grains fins, la vitesse de fluage est inversement proportionnelle à la taille des grains. La présence de grains aciculaires et sphériques réduit le glissement aux joints de grains. Ces caractéristiques microstructurales qui permettent d'améliorer la résistance au fluage sont néanmoins néfastes pour la résistance à la rupture des matériaux. Afin d'obtenir des fibres

hautement résistantes, il est préférable d'avoir recours à des grains fins de taille uniforme. L'alumine étant plus résistante à la rupture que la mullite, il est préférable d'utiliser de l'alumine si l'on veut obtenir une fibre résistante. Les fibres Nextel™650 ont été développées dans le but d'être utilisées pour la réalisation de composites soumis à de hautes températures dans lesquels la présence de mullite et de phases contenant du silicium n'était pas souhaitée. Ces fibres sont par ailleurs plus résistantes et plus stables chimiquement que les fibres Nextel™720 et plus résistantes au fluage que les fibres Nextel™610. Dans de nombreux environnements, comme, par exemple, en milieux basiques, ceux contenant des alcalins, les fibres constituées en majeure partie d'alumine sont plus résistantes à la corrosion que les autres fibres, telles que celles contenant de la silice, par exemple. Les fibres Nextel™720 peuvent se dégrader dans des environnements dans lesquels règne de la vapeur d'eau sous haute pression à des températures supérieures à 1100°C, comme par exemple dans les chambres de combustion de turbines à gaz. Les fibres Nextel™720 présentent une résistance à la rupture de seulement 2 GPa, valeur nettement inférieure à celle des fibres Nextel™610. Ceci est dû à la présence (formation) de plus gros grains dans les fibres Nextel™720. Par ailleurs, des recherches ont montré que le fait de doper l'alumine avec des oxydes de terre rare, comme par exemple de l'oxyde d'yttrium, a pour effet de réduire le fluage de l'alumine de un, voire deux, ordres de grandeur.

L'alumine est, parmi les céramiques oxydes, le matériau présentant la microstructure la plus avantageuse. Cet oxyde possède une excellente résistance à la rupture, un haut module d'élasticité et une grande stabilité thermomécanique. De manière générale, les fibres cristallines constituées principalement d'alumine alpha, sans phase vitreuse, sont chimiquement très stables, y compris dans des atmosphères corrosives [27]. Ainsi, les fibres Nextel™610, de par leur composition et leur microstructure, sont très résistantes. Afin que leur microstructure soit dense et uniforme, avec une taille de grains moyenne de 0,1 µm, des agents de nucléation sont utilisés lors de leur élaboration [24]. Des fibres Nextel™610 d'un CMC Nextel™610/alumine élaboré à l'Onera dans le cadre de cette thèse sont visibles en Figure 5.

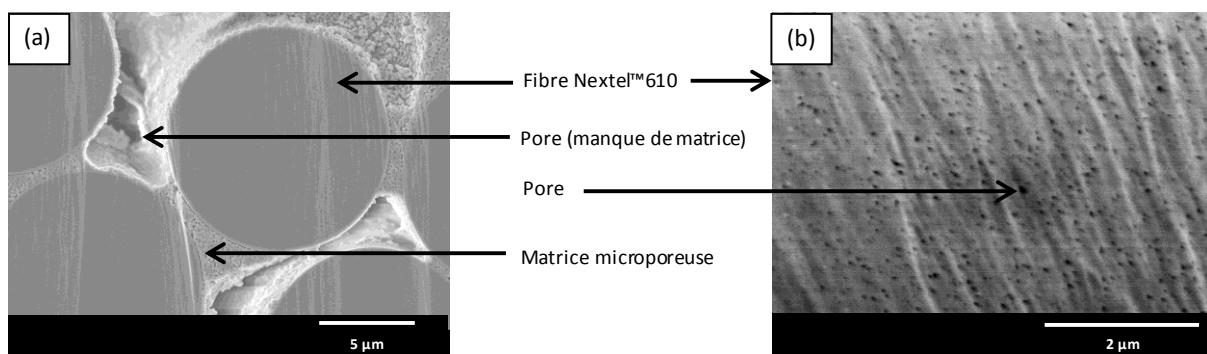


Figure 5 a. Fibres Nextel™610 dans une matrice microporeuse d'alumine (CMC Nextel™610/alumine élaboré à l'Onera). Les fibres ont une microstructure dense et uniforme. b. Vue en coupe d'une fibre Nextel™610. Les stries visibles en surface sont dues au polissage ionique.

Les fibres Nextel™610, utilisées pour la réalisation des composites étudiés au cours de cette thèse, sont constituées à plus de 99 % d'alumine pure en phase alpha et possèdent un diamètre moyen de 11,5 µm. Le module d'élasticité et la masse volumique sont néanmoins un peu inférieurs aux valeurs théoriques (400 GPa, 3,98 g.cm⁻³, respectivement). Ceci peut, d'une part, être dû à la présence d'autres espèces dans les fibres (SiO₂ et Fe₂O₃) et, d'autre part, témoigner d'une légère porosité des fibres. Le coefficient de dilatation est très proche des valeurs mesurées pour de l'alumine monolithique (7,9 10⁻⁶/°C). Les fibres constituées d'alumine pure, telles que les fibres Nextel™610, sont particulièrement sujettes à une croissance cristalline et à une perte de résistance à des températures supérieures à 1000°C. Des observations au MEB de fibres Nextel™610 après élaboration et après avoir été soumises à différentes températures, présentées en Figure 6, ont mis en évidence cette croissance de grains.

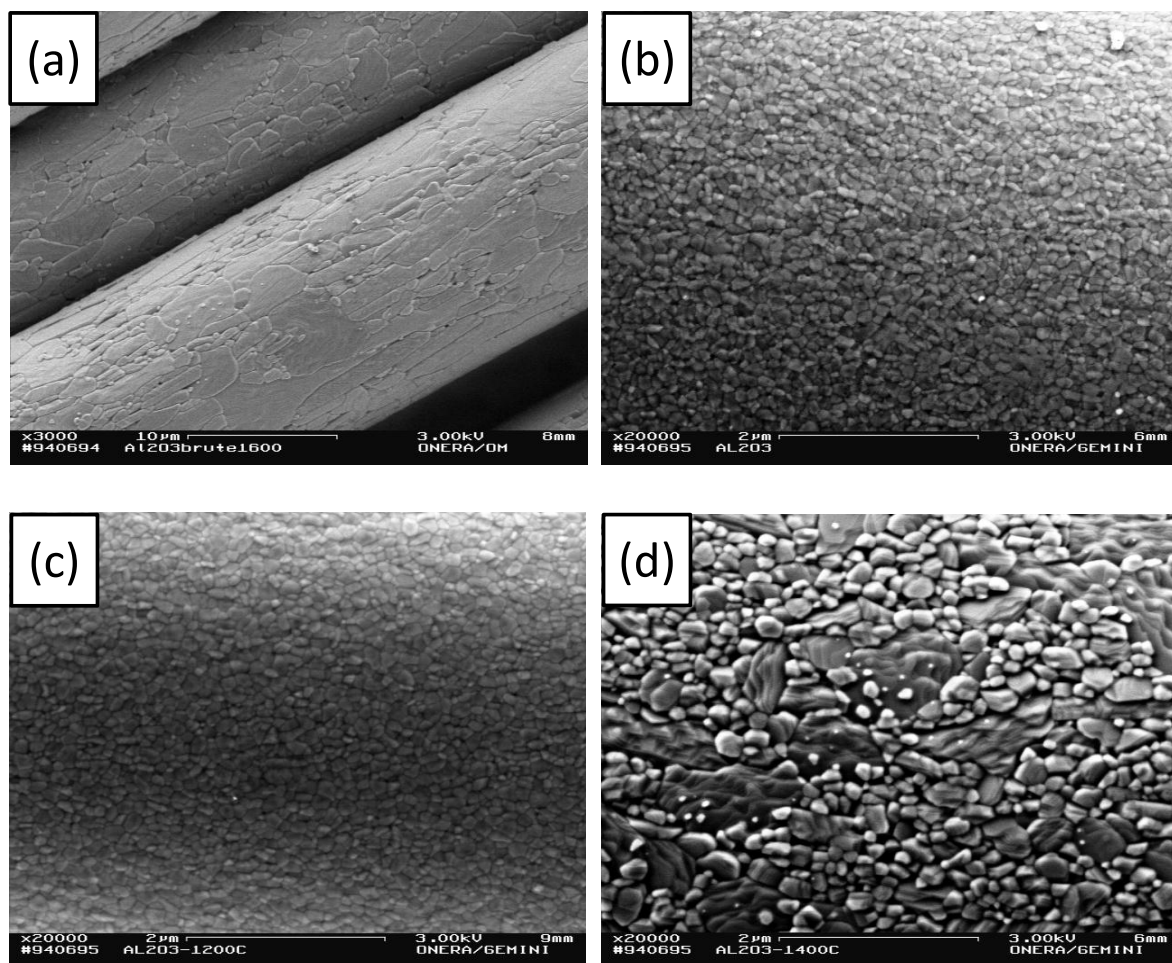


Figure 6 Fibres Nextel™610 a. après élaboration et après traitement thermique à b. 1200°C, c. 1400°C, d. 1600°C.

Ce problème est moins marqué dans des fibres d'alumine-mullite, telles que les fibres Nextel™720. Ceci est dû au fait que la mullite limite la croissance des grains [20]. Dans les fibres Nextel™610 soumises pendant 10 heures à des températures atteignant 1200°C, on observe une croissance des grains, ce qui diminue leur résistance à la traction [27]. Un fil de fibres Nextel™610 a une résistance moyenne de 2,6 GPa et une déformation à rupture correspondante de 0,7 %. La résistance à la rupture calculée est quasiment identique à la valeur calculée à partir des données des monofilaments (entre 2,3 et 2,7 GPa). Ceci indique que les fibres ne sont que peu dégradées par le tissage [25]. Par ailleurs, une dégradation des propriétés des fibres soumises à haute température a été observée pour les générations précédentes de Nextel™610. Ainsi, la contrainte à rupture des torons passait de 1,6 à 1,1 GPa après 4 heures à 1200°C et 0,97 GPa après 1 heure à 1300°C, la déformation associée chutant à 0,3 % [25].

Les fibres Nextel™650 sont constituées de 89 % d'alumine, 10 % de zircone et 1 % d'oxyde d'yttrium. Pour ce qui est de la microstructure, les fibres Nextel™650 présentent des grains d'alumine alpha d'environ 0,1 µm et des grains de zircone d'environ 5-30 nm. Les grains de zircone sont présents au niveau des joints de grains et parmi les grains d'alumine. L'élément clé dans les fibres Nextel™650 est l'oxyde d'yttrium, ajouté dans le but d'augmenter la résistance au fluage de ces fibres et de stabiliser la zircone. La zircone est, quant à elle, utilisée pour réduire la croissance cristalline, accélérée par le dopage en oxyde d'yttrium. L'ajout de zircone n'a que très peu d'influence sur les vitesses de fluage, que ce soit lorsqu'on l'ajoute à de l'alumine pure ou à de l'alumine dopée à l'oxyde d'yttrium.

Les fibres Nextel™720 sont constituées de 85 % d'alumine et 15 % de silice sous forme de mullite. La mullite représente entre 55 et 60 % du volume des fibres Nextel™720. Cette teneur en mullite permet de diminuer la densité des fibres et la dilatation de 13 et 30 %, respectivement. Ces deux

critères représentent un avantage pour des applications aérospatiales dans lesquelles les matériaux subissent des chargements sous haute température [28]. La résistance au fluage des fibres Nextel™720 est, en partie, due à une taille de grains plus importante que dans les autres fibres, notamment les fibres Nextel™610 [14]. Contrairement aux fibres Nextel™610, les fibres Nextel™720 voient leurs propriétés mécaniques dégradées par le tissage. En effet, la contrainte et la déformation à rupture des fils valent respectivement 0,9 GPa et 0,3 %, ce qui correspond à environ la moitié des valeurs calculées à partir des données (disponibles pour les monofilaments) pour les fibres non tissées (1,6 GPa et 0,7 %) [25].

Les fibres Altex (grains de 0,02 µm, diamètre moyen de 16 µm) sont, comme les fibres Nextel™720, constituées de 85 % d'alumine et 15 % de silice. Des études ont montré que des traitements thermiques à des températures dépassant 1127°C transforment la silice amorphe et l'alumine en mullite. Les fibres Altex brutes d'élaboration testées à 1000-1200°C présentent une vitesse de fluage bien plus importante que les fibres Nextel™610, pour la même gamme de températures [27].

1.4.2. Matrices

Différentes matrices poreuses ont été étudiées dans le but de réaliser des composites oxydes résistants à l'oxydation à long terme. Des composites réalisés avec des matrices $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$, Al_2O_3 , Al_2O_3 -mullite ou AlPO_4 présentent, à température ambiante, des propriétés mécaniques très proches de celles des composites carbone/carbone (C/C) [18] [20].

La mullite apparaît comme étant une matrice intéressante. Elle a en effet une excellente résistance au fluage et une cinétique de frittage très faible en dessous de 1300°C. La cinétique de frittage laisse penser que la mullite a une microstructure stable, ce qui fait d'elle un matériau de choix pour des applications dans les turbines à gaz de réacteurs, dans lesquelles les températures de parois sont situées entre 1000 et 1200°C. Cependant, la faible cinétique de frittage est un défi pour le processus d'élaboration. Le frittage de la mullite se fait en effet essentiellement à des températures supérieures à 1300°C, or, à ces températures, la microstructure de la majorité des fibres oxydes commercialisées se détériorent [25]. Un frittage à des températures inférieures (1100°C-1200°C) suffit à créer des ponts de matières entre les particules de mullite. Certaines matrices sont réalisées à partir d'un mélange d'alumine et de mullite. L'alumine est frittée très rapidement. Ainsi, dans les mélanges d'alumine et de mullite, l'alumine sert à lier les particules de mullite aux fibres du composite, améliorant ainsi les propriétés du composite dépendant de la matrice, comme par exemple la résistance interlaminaire (propriétés hors-plan) et la résistance hors-axes dans le plan des fibres. Cependant, si l'alumine atteint un degré de frittage trop élevé, le composite peut perdre sa résistance à l'endommagement. Il est donc important de choisir les bonnes proportions de mullite et d'alumine [13].

L'alumine présente l'intérêt d'être frittée rapidement à des températures inférieures à la température de dégradation des fibres (1100°C pour des fibres Nextel™610, par exemple), ce qui rend l'usage de l'alumine comme matrice très intéressant.

D'autres matrices largement répandues sont les matrices à base d'alumine et de silice. Par exemple, la société *COI Ceramics* (États-Unis) produit des matrices dérivées d'aluminosilicates à partir d'un procédé sol-gel. Ces matrices peuvent être associées à de nombreux renforts fibreux tels que les fibres Nextel™650, Nextel™610 et Nextel™720 [11].

1.4.3. Revêtements de fibres

Les fibres des composites CMC non oxydes sont généralement revêtues de carbone ou de nitrure de bore qui constituent une interphase faible [18] [30]. Ces matériaux résistent donc peu à l'oxydation [18]. Dans le cas des composites oxyde/oxyde, le revêtement de fibre le plus répandu est la monazite (LaPO_4). Il a en effet été démontré que la monazite, de par sa compatibilité chimique avec l'alumine à haute température, constituait une bonne interphase pour les composites oxydes à

base d'alumine [14]. Les composites à matrice d'alumine, fibres oxydes et revêtement de monazite présentent une résistance à l'endommagement et une tenue à l'entaille bien plus élevées que les composites à matrice poreuse pour lesquels les fibres sont liées à la matrice. Ceci montre que l'interphase de monazite améliore les propriétés mécaniques des composites [31]. Cependant, tous les précurseurs de monazite étudiés dégradent les fibres Nextel™610 et Nextel™720 pendant le traitement thermique. L'uniformité du revêtement est par ailleurs difficile à contrôler [31]. La Figure 7 est une vue en coupe, au MEB, d'un composite Nextel™610/monazite/alumine. On peut observer un revêtement de monazite (en blanc) sur des fibres Nextel™610 ainsi que des fissures dues au retrait de la matrice dans le composite sain, après d'élaboration.

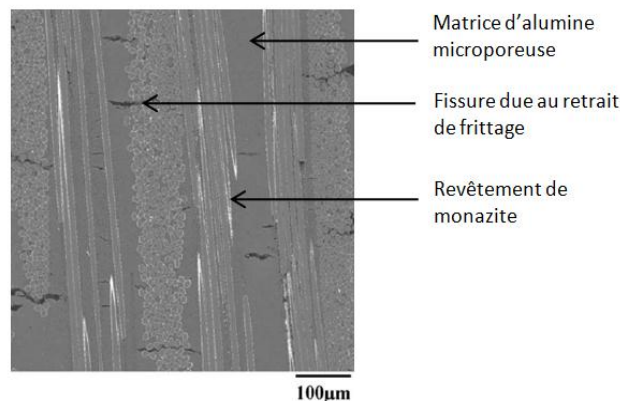


Figure 7 Micrographie (MEB) d'un composite Nextel™610/monazite/alumine. On distingue les microfissures de la matrice dues au phénomène de retrait pendant l'élaboration du composite et le revêtement de monazite (en blanc) [17].

Un revêtement de carbone peut également être utilisé dans le cas des composites oxyde/oxyde. Il s'agit dans ce cas d'un revêtement qualifié de « fugitif » : le revêtement de carbone disparaît par oxydation lors de l'élaboration des composites. Ceci a pour effet de créer une interface faible entre les fibres et la matrice sans endommager les constituants oxydes. La maîtrise de l'épaisseur du revêtement de carbone est très importante dans ce type de composites.

D'autres revêtements, beaucoup moins utilisés, existent, tels que Al_2TiO_5 , CeO_2 , AlN , TiO_2 , $\text{ZrO}_2\text{-SiO}_2$ et des diborures [7].

1.5. Procédés d'élaboration des CMC oxyde/oxyde

Les CMC oxyde/oxyde peuvent être élaborés de différentes manières. L'une des plus simples consiste à immerger les renforts tissés dans une suspension de poudre qui, après frittage, constituera la matrice. Dans le cas d'une matrice alumine-silice, les renforts tissés sont immergés dans une suspension contenant des particules d'alumine et des polymères destinés à former de la silice. On obtient ainsi des pré-imprégnés qui seront ensuite utilisés pour former des stratifiés et subiront des traitements thermiques : une pyrolyse et un frittage. Une fois ce procédé d'élaboration terminé, on obtient une phase nanoporeuse de silice à l'intérieur du réseau de particules d'alumine [20].

Un autre procédé est l'infiltration d'une préforme fibreuse par une suspension de matrice. Le composite est dans ce cas réalisé par infiltration (pression contrôlée) d'une préforme fibreuse par une suspension de matrice de composition et rhéologie appropriées. Cette étape est suivie d'un séchage, puis d'un frittage. Ce procédé peut être suivi d'une imprégnation de précurseurs et d'une pyrolyse. Ceci a pour but d'augmenter l'intégrité structurale de la matrice. Ce procédé est utilisé par *COI Ceramics* qui commercialise des CMC oxyde/oxyde, et plus particulièrement des composites Nextel™610/alumine-silice, Nextel™650/alumine-silice et Nextel™720/alumine. Les matériaux développés par COI sont, parmi les oxyde/oxyde décrits dans la littérature, ceux qui ont les

propriétés mécaniques et les caractéristiques morphologiques les plus semblables à celles du CMC Nextel™610/alumine développé à l'Onera. Un exemple d'application de CMC oxyde/oxyde produit par *COI Ceramics* est présenté en Figure 8. Il s'agit d'une tuyère d'échappement de turboréacteur conçue pour *Boeing Research & Technology* ; c'est la structure en CMC oxyde/oxyde présentant le plus grand diamètre élaborée à ce jour [32].



Figure 8 Tuyère de turboréacteur conçue par *COI Ceramics* pour *Boeing Research & Technology* [32].

Une autre méthode d'infiltration de suspension dans les fibres est l'intrusion d'une matrice humide dans une préforme fibreuse par vibration [20].

Un autre procédé permettant d'obtenir un réseau de particules solidement liées entre elles est l'évaporation/condensation [20] [15], qui a lieu dans des atmosphères réactives. Les matrices obtenues grâce à ce procédé ont la particularité d'être composées d'un réseau de particules liées les unes aux autres et présentent des porosités de taille comparable à celle des particules. Il est bon de rappeler que le taux de porosité matricielle nécessaire à l'obtention d'un composite résistant à l'endommagement est de l'ordre de 30 à 40 % et que, afin que le composite garde sa tolérance à l'endommagement lors de son utilisation à long terme, il est nécessaire que la porosité garde la même structure [20].

En pratique, lors de l'élaboration des composites, on observe toujours des phénomènes de retrait liés au séchage, à la pyrolyse ou au frittage. Ceci entraîne la formation de fissures matricielles, principalement dans la direction normale à celle des fibres. Des fissures similaires apparaissent dans la majorité des composites à matrice de carbone et à fibres de C ou de SiC. Cependant, ces fissures ne semblent pas détériorer de manière notable les propriétés mécaniques de ces composites. Ce résultat confirme le fait que les fissures matricielles ne se propagent pas aux fibres. L'ampleur du phénomène dépend de la nature de la matrice [20]. Ces fissures sont visibles en Figure 7. Afin d'éviter ce phénomène de retrait, ou du moins de le minimiser, il est préférable d'utiliser de la mullite et non de l'alumine comme phase principale. La mullite présente en effet une cinétique de frittage bien plus lente que l'alumine. Par conséquent, aux températures d'élaboration habituelles (inférieures à 1300°C), le phénomène de retrait est moindre dans le cas de la mullite.

Une autre méthode d'élaboration des CMC est le procédé sol-gel [6], pour lequel le phénomène de retrait de la matrice est généralement très important.

Pour ce qui est des revêtements de fibres, ils peuvent soit être produits par réaction chimique *in situ* entre les fibres et la matrice, soit être déposés sur les fibres avant l'étape d'infiltration de la matrice [30].

Les WHIPOX® (*Wound Highly Porous Oxide*) sont des composites oxyde/oxyde développés au DLR (cf. Figure 9). Il s'agit d'enroulements filamenteux de fibres Nextel™610 ou Nextel™720 [7] associés à des matrices oxydes à base d'alumine et/ou de mullite. Ces composites ont un taux de porosité compris entre 30 et 50 % du volume du composite. Il s'agit donc de composites à matrice poreuse qui présentent une faible adhésion entre les fibres et la matrice, ce qui confère au composite, comme cela a déjà été expliqué, une résistance à l'endommagement et un mode de rupture non fragile. La

technique d'enroulement filamenteux permet d'obtenir des pièces de forme présentant une symétrie de révolution. Cependant, il est nécessaire de réitérer les essais de caractérisation mécanique des composites à chaque fois qu'un changement intervient dans ce processus d'enroulement filamenteux.

Les matrices des WHIPOX® sont constituées d'un réseau hétérogène de particules frittées dont les diamètres varient entre 0,1 et 1 μm . Les diamètres des pores varient entre 0,1 μm et quelques dizaines de micromètres. Les propriétés microstructurales des WHIPOX® dépendent de leur procédé d'élaboration. Celui-ci consiste à enrouler des filaments de fibres Nextel™ imprégnés d'une suspension de matrice. Une fois le processus d'enroulement filamenteux terminé, les composites sont frittés sous air à environ 1300°C [33].



Figure 9 Pièces en CMC WHIPOX® développées au DLR [34].

1.6. Influence du frittage sur le comportement mécanique

Les résultats présentés dans ce paragraphe permettent de mettre en évidence la nécessité de maîtriser le frittage des CMC.

La matrice des composites alumine/alumine étudiés par Kamino *et al.* [35] a été réalisée à partir d'une poudre composée à 99,95 % d'alumine et 0,05 % de MgO (pourcentages massiques), produite par *Sumitomo Aluminium Smelting Co., Ltd.* La fraction volumique de fibres du composite vaut 22 %. La taille des particules matricielles est d'environ 0,5 μm . Les composites alumine/alumine après élaboration ont été frittés pendant une heure à des températures comprises entre 1000 et 1400°C, sous air et sous vide. La densité de ces composites a ensuite été mesurée par porosimétrie dans de l'eau. La Figure 10 représente la densité de l'alumine (monolithique) ainsi que celle de composites alumine/alumine en fonction de la température de frittage, sous air et sous vide. On peut noter une densification de l'alumine et du composite à des températures supérieures à 1200°C. La capacité de frittage des deux matériaux est par ailleurs plus élevée sous air que sous vide [35].

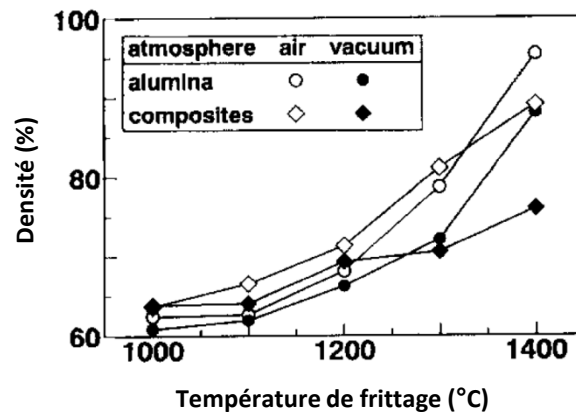


Figure 10 Densité (en %) de l'alumine et des composites alumine/alumine en fonction de la température de frittage (en °C), sous air et sous vide [35].

Des essais de flexion ont également été réalisés sur ces matériaux soumis à différentes températures de frittage. Ces essais ont permis de mettre en évidence le fait que la déformation à rupture diminue lorsque la température de frittage augmente. Les composites ayant subi une température de frittage supérieure à 1100°C soumis à des essais de flexion présentent des modules et des contraintes à rupture plus élevés ainsi que des déformations plus faibles que les composites frittés à des températures inférieures. La Figure 11 présente les courbes contrainte-déformation pour des températures de frittage comprises entre 1000 et 1400°C. La surface de rupture de l'alumine frittée à 1400°C témoigne d'une propagation de fissures à travers des joints de grains. Le comportement à rupture et la résistance des composites alumine/alumine varie selon la température de frittage. Les composites frittés à 1000-1100°C, peu denses, présentent un comportement à rupture non linéaire associé à une extraction de fibres. Une augmentation de la température de frittage dépassant 1200°C a pour effet de provoquer un comportement fragile. La résistance du composite en fonction de la température de frittage a été comparée à celle de l'alumine monolithique ; pour des températures de 1000-1100°C, le composite est plus résistant que l'alumine monolithique [35].

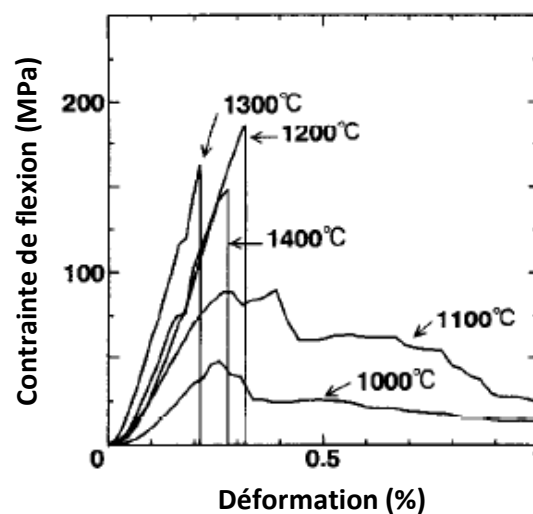


Figure 11 Courbes contrainte-déformation d'un composite alumine/alumine sollicité en flexion, pour des températures de frittage allant de 1000 à 1400°C, sous air [35].

Une comparaison de la résistance à la flexion de ces composites alumine/alumine avec ou sans revêtement de nitrure de bore (BN), toujours selon la température de frittage, a également été réalisée. La Figure 12 représente l'évolution de la résistance à la flexion en fonction de la température de frittage de composites alumine/alumine et de composites alumine/BN/alumine (revêtement des fibres de BN).

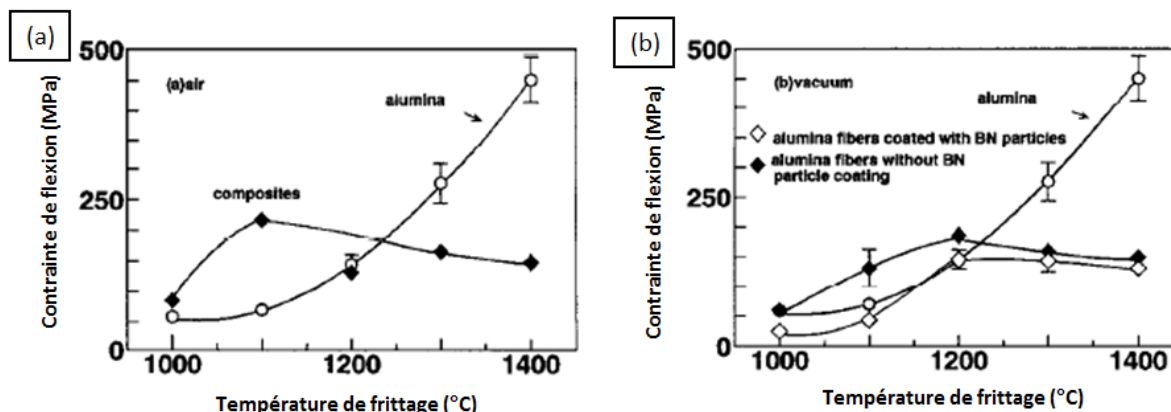


Figure 12 Résistance à la flexion, à température ambiante, de composites alumine/alumine et alumine/BN/alumine, en fonction de la température de frittage a. sous air et b. sous vide [35].

On remarque que, sous air, la résistance à la flexion des composites diminue lorsque les températures de frittage excèdent 1100°C. Le même phénomène a pu être observé sur des composites avec et sans revêtement de nitrure de bore, pour des températures supérieures à 1200°C, cette fois. Dans le cas des essais sous vide, pour des températures de frittage supérieures à 1000°C, on remarque par ailleurs que le revêtement de nitrure de bore a pour effet de diminuer la résistance à la flexion des composites.

Cette étude a permis de mettre en évidence le comportement à rupture non linéaire de ces composites de faible densité lorsqu'ils sont frittés à des températures inférieures à 1100°C. La résistance du composite est, dans ce cas, supérieure à celle de la matrice monolithique correspondante. Une augmentation de la température de frittage augmente la résistance de la matrice mais induit un mode de rupture fragile. Kamino *et al.* [35] attribuent cela à une forte cohésion entre les fibres et la matrice, induite par le frittage, ce qui a pour effet d'empêcher tout mouvement des fibres dans la matrice.

Les composites frittés à 1300-1400°C se sont avérés être moins résistants que la matrice seule. Cela peut être attribué à un endommagement des fibres dans cette gamme de températures ; on sait par exemple que les fibres Nextel™610 s'endommagent à des températures supérieures à 1100°C. Un revêtement des fibres avec du nitrure de bore a pour effet d'augmenter la non-linéarité du comportement à rupture des composites, pour des températures de frittage allant jusqu'à 1300°C. Cela peut s'expliquer par le fait que le revêtement de nitrure de bore empêche la cohésion entre les fibres et la matrice induite par le frittage dans le cas précédent (CMC sans revêtement de fibres) [35].

1.7. Comportement mécanique de composites oxyde/oxyde

Les paragraphes suivants synthétisent des résultats d'essais mécaniques disponibles dans la littérature et réalisés sur différents types de composites tissés bidimensionnels. Afin de déterminer les propriétés des matériaux dans les conditions d'utilisation correspondant à leur usage potentiel en aéronautique, il est nécessaire d'étudier le comportement mécanique des composites à haute température, éventuellement sous vapeur d'eau (atmosphère oxydante). La thèse ne portant que sur le comportement mécanique de composites oxyde/oxyde à température ambiante, les résultats

d'essais réalisés dans des conditions différentes de celle étudiée ne seront pas présentés en détail dans la suite de cette synthèse bibliographique.

Les essais mécaniques mentionnés dans la suite du document permettent d'obtenir les propriétés des composites dans le plan des fibres et hors plan. Il est bon de noter que les propriétés mécaniques des composites dépendent principalement du type de fibres utilisées comme renfort [20]. Parmi les essais dans le plan des fibres, on trouvera des informations concernant la traction uniaxiale et la compression des composites. Parmi les essais hors plan, on peut citer la flexion et des essais de cisaillement interlaminaire. Les essais mentionnés ont été réalisés dans la direction des fibres (direction trame ou direction chaîne) ou dans la direction hors-axes $\pm 45^\circ$. Les essais effectués dans les directions 0° et 90° permettent d'étudier le comportement mécanique du composite lorsque celui-ci est dominé par les fibres, tandis que ceux réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ permettent d'étudier le comportement mécanique du composite lorsque celui-ci est dominé par le comportement mécanique de la matrice. Les propriétés interlaminaires sont quant à elles obtenues grâce à des essais de cisaillement et/ou de traction hors-plan.

1.8. Comportement en traction

Des essais de traction réalisés par Zok et Levi [20] et par Levi *et al.* [25] sur des composites Nextel™720/mullite-alumine et Nextel™610/mullite-alumine dans les directions 0° et 90° ont montré que le comportement de ces composites est essentiellement linéaire [20] [25], avec quelques déformations inélastiques semblables à celles observées sur des composites SiC/C [25]. Le fait que la non linéarité ne soit pas plus prononcée est dû à l'important taux de porosité de la matrice, ce qui la rend peu résistante. Le comportement mécanique des composites dépend ainsi principalement de celui des fibres. Les matériaux composites étudiés présentent un comportement dominé par les fibres [3]. L'apport de la matrice en termes de résistance du composite étant faible, une perte de résistance de la matrice due à un endommagement n'a que peu d'effet sur la résistance du composite. Le module de Young de la matrice poreuse d'alumine-mullite vaut environ 20-25 GPa, valeur inférieure d'un ordre de grandeur à celle des fibres Nextel™610. L'absence de non linéarité dans la réponse du composite en traction peut également être due à la présence de fissures matricielles préexistantes qui ont pour effet de réduire la résistance de la matrice et par conséquent sa contribution à la résistance du composite [20].

Bien que les fibres Nextel™720 soient plus stables à haute température que les fibres Nextel™610, des essais de traction sur composites à matrice d'alumine ont montré que ceux réalisés avec des fibres Nextel™610 étaient plus résistants que ceux réalisés avec des fibres Nextel™720. La contrainte à rupture des composites Nextel™610/alumine-mullite dépassait 200 MPa tandis que celle des Nextel™720/alumine-mullite ne s'élevait qu'à 140 MPa. Ces résultats sont le reflet des propriétés des fibres : les fibres Nextel™720 sont moins résistantes que les fibres Nextel™610 et ces dernières conservent leur résistance après le processus d'élaboration des composites.

Les surfaces de rupture des composites sollicités en traction dans les directions 0° et 90° présentent un faciès accidenté. Les torons de fibres ne cassent pas au même niveau et la distance entre la rupture de deux torons peut atteindre 1 cm. Au sein d'un toron, les fibres le constituant ne se rompent pas non plus au même niveau. La distance entre la rupture de deux fibres d'un même toron peut atteindre 1 mm. Ces observations mettent en évidence le rôle de déviateur de fissures que joue la matrice entre les torons mais également au sein des torons eux-mêmes, entre les fibres. Les faciès de rupture de composites Nextel™610/alumine-mullite sont présentés en Figure 13. Malgré la décohésion fibre/matrice observée (*cf.* Figure 13.c), les fragments de matrice restés sur les fibres extraites témoignent de liaisons chimiques entre les fibres et la matrice [25].

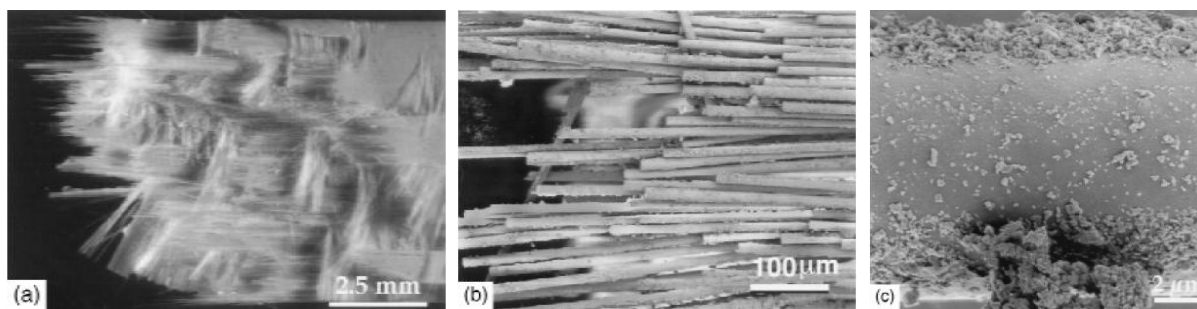


Figure 13 Faciès de rupture de composites Nextel™610/alumine-mullite sollicités en traction dans la direction 0°/90°. On remarque notamment: a. Une extraction de fibres ainsi que b. et c. des résidus de matrice attachés à la surface des fibres [25].

Simon [6] a par ailleurs comparé le comportement mécanique en traction de ses composites Nextel™610/mullite et Nextel™720/mullite avec ceux développés dans différents laboratoires, et plus particulièrement ceux étudiés par Levi *et al.* [25] et Carelli *et al.* [13]. Les matériaux ont été testés à température ambiante dans la direction 0°/90° [6]. La Figure 14 permet de comparer les courbes contrainte-déformation obtenues dans ces différentes études. Les composites Nextel™610/mullite avaient une fraction volumique de fibres de $48 \pm 1\%$ et un taux de porosité de $23 \pm 1\%$; les composites Nextel™720/mullite avaient une fraction volumique de fibres de $45 \pm 1\%$ et un taux de porosité de $25 \pm 1\%$. On peut constater une dispersion des résultats, que Simon [6] explique par le fait qu'il ait eu recours à une matrice de mullite et par la différence de microstructure des matrices. Les composites présentant les propriétés les plus élevées seraient ceux présentant la microstructure la plus homogène [6]. On remarque que les CMC à renfort Nextel™610 présentent des modules plus élevés que ceux à renfort Nextel™720. Compte tenu de la supériorité des modules des fibres Nextel™610 par rapport à ceux des fibres Nextel™720, ce résultat semble logique. Par ailleurs, quel que soit le type de renfort, les CMC à matrice alumine-mullite présentent des modules inférieurs à ceux dont la matrice ne contient que de la mullite.

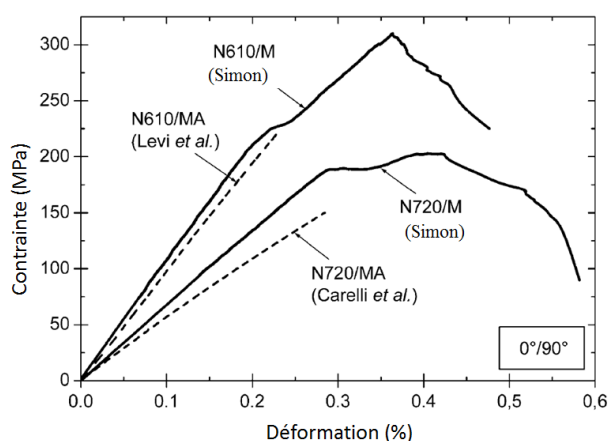


Figure 14 Courbes contrainte-déformation de composites Nextel™610/mullite et Nextel™720/mullite obtenues dans différentes études [6] [25] [13].

Des essais de traction réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ permettent d'obtenir la résistance hors-axes de ces mêmes composites. Ces essais ont montré que la résistance à la traction ainsi que le module de Young sont inférieurs dans la direction $\pm 45^\circ$ à ceux obtenus dans la direction 0°/90°. On observe cependant une déformation inélastique plus importante. La faible résistance observée dans la direction $\pm 45^\circ$ peut s'expliquer par le fait que, dans cette direction, c'est principalement la matrice que l'on sollicite.

Des éprouvettes entaillées ont également été testées dans la direction $\pm 45^\circ$. La Figure 15 présente les faciès de rupture des composites testés dans la direction $\pm 45^\circ$, avec et sans entaille. On

observe le même phénomène de décollement à l'interface fibre/matrice et d'extraction des fibres (*pull out*).

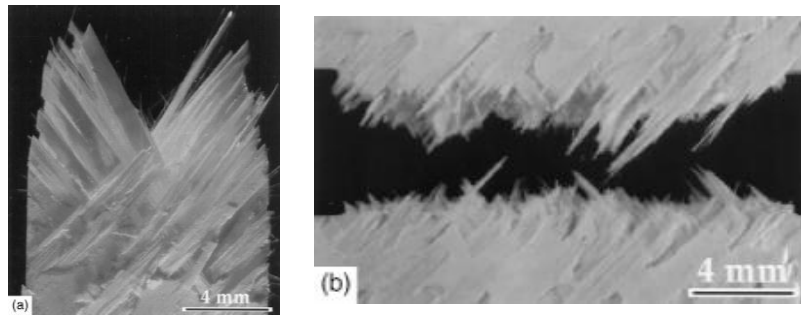


Figure 15 Faciès de rupture de composites Nextel™610/alumine-mullite sollicités en traction dans la direction $\pm 45^\circ$: extraction de fibres a. Éprouvette non entaillée sur laquelle peu de fibres ont cédé. b. Éprouvette entaillée (diamètre trou/largeur de l'éprouvette = 0,25) sur laquelle une quantité importante de fibres a cédé [25].

La Figure 16 présente les faciès de rupture de composites Nextel™610/alumine-mullite sous deux vues différentes [20]. La vue sur chant (Figure 16.b) montre clairement le délaminage et l'extraction des fibres.

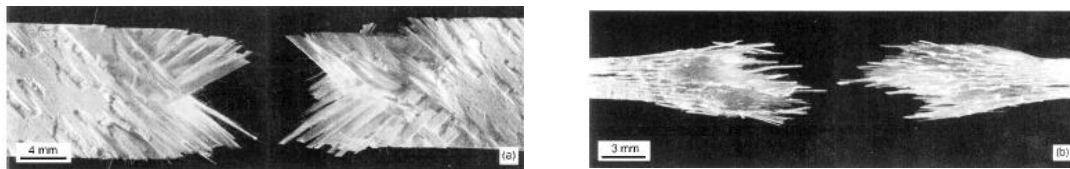


Figure 16 Deux vues orthogonales d'éprouvettes de traction sollicitées dans la direction $\pm 45^\circ$. Composite Nextel™610/alumine-mullite [20].

Dans la direction $\pm 45^\circ$, des essais de traction effectués sur des composites à matrice d'alumine-mullite ou d'alumine-silice ont permis de mesurer des modules de Young compris entre 45 et 50 GPa, des contraintes à rupture (traction) comprises entre 50 et 60 MPa et des déformations à rupture comprises entre 0,2 et 0,4 % [20].

D'autres études, menées par Simon [6] et portant sur des composites à matrice de mullite et à renfort Nextel™610 ou Nextel™720, ont permis d'obtenir les principales propriétés de ces composites sollicités en traction dans la direction $0^\circ/90^\circ$ à température ambiante.

Les principaux résultats d'essais de traction disponibles dans la littérature sont résumés dans le Tableau 2.

	Contrainte max (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Module de Young (GPa)	Taux de fibres (V_f) et de porosité (V_p)
Fibres Nextel™ 610				
Nextel™610/alumine-mullite (Levi <i>et al.</i> , 1998)	> 200	0,27	100	$V_f = 36 \pm 4 \%$
Nextel™610/alumine (Ruggles-Wrenn <i>et al.</i> , 2006)	117	0,09	129	$V_f = 51,6 \%$
Nextel™610/mullite (Simon, 2005)	290 - 310	0,25 - 0,32	104 - 110	$V_f = 48 \pm 1 \%$ $V_p = 23 \pm 1 \%$
Nextel™610/alumine-silice (Jurf <i>et al.</i> , 2000)	366,1	non communiquée	124,1	$V_f = 51 \%$
Nextel™610/monazite/alumine (Jackson <i>et al.</i> , 2007)	105	0,2	64	$V_f = 37 \pm 7 \%$ $V_p = 35 \%$
Fibres Nextel™ 720				
Nextel™720/alumine <i>COI Ceramics</i> (Ruggles-Wrenn <i>et al.</i> , 2006)	169	0,35	60	$V_f = 44 \%$ $V_p = 24 \%$
Nextel™720/alumine <i>COI Ceramics</i> (Mall <i>et al.</i>)	145	0,25	70	$V_f = 44 \%$ $V_p = 24 \%$
Nextel™720/alumine-mullite (Levi <i>et al.</i> , 1998)	140	non communiquée	60	$V_f = 36 \pm 4 \%$
Nextel™720/alumine-mullite (Carelli <i>et al.</i> , 2002)	145 ± 8	$0,26 \pm 0,03$	60	$V_f = 39 \%$ $V_p = 38 \%$
Nextel™720/mullite (Simon, 2005)	195 - 205	0,35 - 0,6	68 - 74	$V_f = 45 \pm 1 \%$ $V_p = 25 \pm 1 \%$
Nextel™720/alumine-silice (Jurf <i>et al.</i> , 2000)	179	0,3	76,5	$V_f = 48 \%$

Tableau 2 Propriétés mécaniques en traction de CMC oxyde/oxyde à renforts Nextel™610 et Nextel™720 sollicités dans la direction des fibres [6] [14] [21] [11] [13] [20] [25] [36].

1.9. Comportement en compression

Jackson *et al.* [14] ont étudié le comportement en compression de composites Nextel™610/alumine et Nextel™610/monazite (LaPO_4)/alumine à 23°C, 900°C et 1100°C sollicités dans la direction des fibres (empilement $[(0^\circ/90^\circ)_{25}]$). Ces CMC présentaient, respectivement, des taux volumiques de fibres de $42 \pm 10 \%$ et $37 \pm 7 \%$; le taux de porosité était de 35 % pour un taux de porosité matricielle compris entre 45 et 50 %.

Comme on peut le voir sur la Figure 17, les courbes contrainte-déformation des composites Nextel™610/monazite/alumine sollicités en compression sont quasiment linéaires jusqu'à rupture. Ceci indique que l'endommagement puis la rupture dus à la compression interviennent successivement et rapidement. Les modules de Young, contraintes à rupture et déformations associées obtenus à différentes températures sont résumés dans le Tableau 3.

Température (°C)	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Module de Young (GPa)
Nextel™610/monazite(LaPO ₄)/alumine $V_f = 37 \pm 7\%$ $V_p = 35\%$			
23	-113	-0,19	74
900	-107	-0,18	53
1100	-97	-0,16	63
Nextel™610/alumine $V_f = 42 \pm 10\%$ $V_p = 35\%$			
900	-230	-0,29	72
1100	-240	-0,59	73

Tableau 3 Propriétés mécaniques de CMC Nextel™610/alumine et Nextel™610/monazite (LaPO₄)/alumine sollicités en compression dans la direction des fibres à différentes températures [14].

A 23°C et 900°C, le module et la contrainte à rupture en compression sont semblables aux valeurs obtenues en traction (*cf.* Figure 17). Cependant, à 1100°C, la résistance en compression est un peu inférieure à la résistance en traction. On remarque également que, pour cette température, la courbe n'est plus linéaire. Ceci témoigne d'une fissuration de la matrice et d'une déviation de fissures, ce qui peut expliquer que les contrainte et déformation à rupture soient plus importantes à cette température qu'aux températures inférieures. Pour des températures allant jusqu'à 1100°C, la courbe contrainte-déformation des composites Nextel™610/monazite/alumine sollicités en compression est quasiment linéaire jusqu'à rupture ; il en est de même pour le composite Nextel™610/alumine. Cependant, à 1100°C, la courbe est constituée de deux parties linéaires. La pente décroît lorsque la contrainte atteint 157 MPa. La résistance en compression du composite Nextel™610/alumine est trois à quatre fois plus élevée que celle en traction. Le module demeure identique. Le fait d'utiliser un revêtement de monazite entraîne une perte de 55-60 % de la résistance et une perte de 20-27 % du module en compression [14].

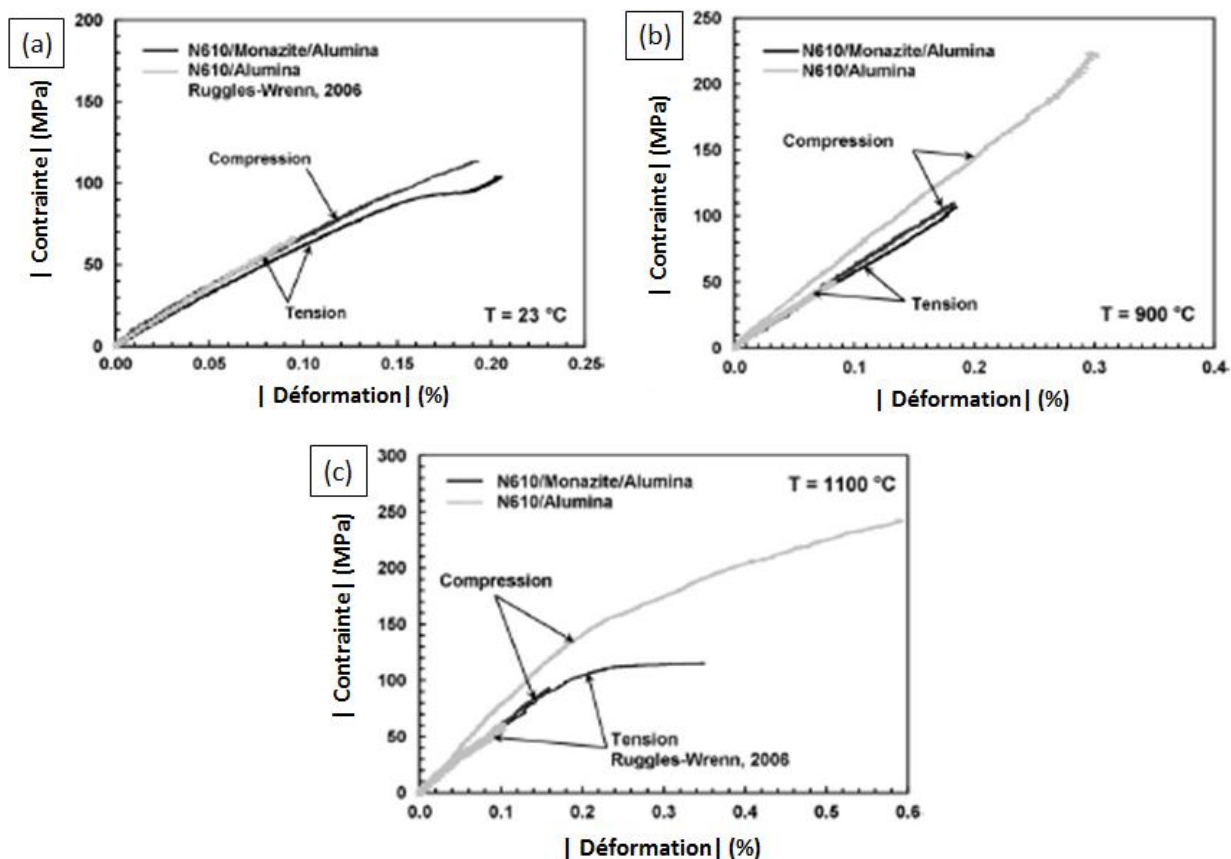


Figure 17 Courbes contrainte-déformation obtenues pour des sollicitations en traction et compression de composites Nextel™610/alumine et Nextel™610/monazite/alumine à a. 23°C, b. 900°C et c. 1100°C. Les valeurs obtenues ont été corrigées et ramenées à une fraction volumique de fibres de 29 % [14].

Ruggles-Wrenn *et al.* [37] se sont intéressés au comportement en compression, dans la direction des fibres, d'un CMC Nextel™720/alumine développé par *COI Ceramics* et présentant un taux volumique de fibres de 44 % et un taux de porosité de 22 %.

Des essais de compression réalisés sous air, à 1200°C, à la vitesse de 25 MPa.s⁻¹ ont permis de déterminer un module moyen de 74 GPa. Cette valeur est très proche de celle obtenue en traction dans la direction des fibres, soit 70 GPa. Inversement, la résistance moyenne à la compression (-128 MPa) est plus faible que celle obtenue en traction (181 MPa). De même, la déformation à rupture en compression (-0,20 %) est nettement plus faible que celle obtenue en traction (0,38 %) [37].

Ruggles-Wrenn *et al.* [37] expliquent par ailleurs la perte de linéarité des courbes contrainte-déformation obtenues en compression par le fait que l'endommagement entraîne un délaminage, ce qui permet aux torons longitudinaux, désolidarisés de la matrice et donc libres de se déformer, de s'onduler, et donc de flamber, sous l'effet de la contrainte en compression. Finalement, l'éprouvette se rompt lorsque les fibres longitudinales cèdent par flambage.

Heathcote *et al.* [16] se sont intéressés au comportement en compression d'un CMC Nextel™610/alumine-mullite sollicité dans la direction ±45°. Le CMC étudié présentait un taux volumique de fibres de 37,5 %, un taux de porosité de 24,6 % et un taux de porosité matricielle de 39,3 %. La contrainte maximale à rupture et la déformation associées valent, respectivement, - 55 MPa et -0,3 %, pour un module de Young de 50 GPa [16].

Les résultats d'essais de compression menés à température ambiante et présentés ci-dessus sont résumés dans le Tableau 4.

	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Module de Young (GPa)
Sollicitation dans la direction des fibres			
Nextel™610/monazite(LaPO ₄)/alumine (Jackson <i>et al.</i> , 2007) $V_f = 37 \pm 7\%$ $V_p = 35\%$	-113	-0,19	74
Nextel™720/alumine (Ruggles-Wrenn <i>et al.</i> , 2008) $V_f = \pm\%$ $V_p = \%$	-128	-0,20	74
Sollicitation dans la direction $\pm 45^\circ$			
Nextel™610/alumine-mullite (Heathcote <i>et al.</i> , 1999) $V_f = 37,5\%$ $V_p = 24,6\%$	-55	-0,3	50

Tableau 4 Propriétés mécaniques en compression de CMC oxyde/oxyde à renforts Nextel™610 sollicités dans la direction des fibres et dans la direction $\pm 45^\circ$.

1.10. Comportement en cisaillement

Le comportement des composites en cisaillement hors-plan (*ILSS = InterLaminar Shear Strength*) est souvent étudié à partir d'essais de cisaillement ou d'essais de compression sur éprouvettes doublement entaillées [20].

Levi *et al.* [25] ont étudié le comportement hors plan de composites Nextel™610/alumine-mullite et Nextel™720/alumine-mullite en réalisant des essais de flexion trois points entre appuis rapprochés afin de déterminer la réponse interlaminaire de ces matériaux. La fraction volumique de fibres des composites étudiés s'élevait à $36 \pm 4\%$. Les composites ont été testés dans la direction $0^\circ/90^\circ$. Les courbes contrainte-déformation obtenues lors de ces essais sont données en Figure 18.

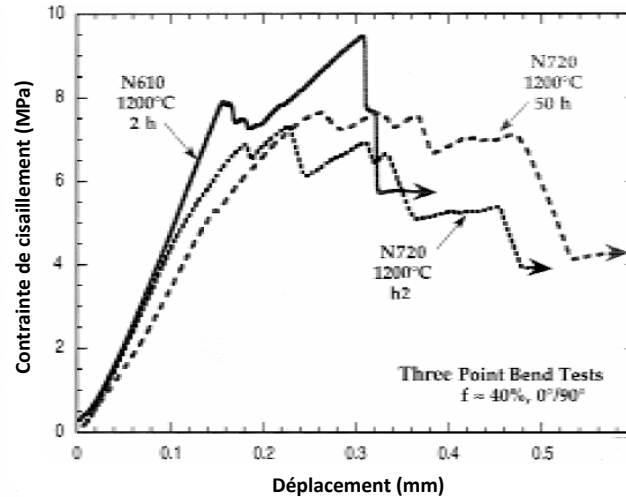


Figure 18 Comportement en cisaillement de composites Nextel™610/alumine-mullite et Nextel™720/alumine-mullite dans la direction $0^\circ/90^\circ$, pour un taux volumique de fibres de 40 %. Les essais 2h/1200°C représentent les composites après élaboration. Les courbes 50h/1200°C correspondent à des composites vieillis 50 heures à 1200°C [25].

Pour le composite Nextel™610/alumine-mullite, la première non linéarité apparaît pour une contrainte d'environ 8 MPa. La courbe est ensuite irrégulière, avec des baisses soudaines de contrainte correspondant à des délaminages successifs. Le délaminage survient principalement dans les régions matricielles situées entre les plis de fibres. La rupture des fibres est minime et les éprouvettes conservent leur capacité de résistance pour des déformations supérieures à 1 mm. Même pour des déformations aussi importantes, les fissures dues au délaminage se referment lorsque le composite n'est plus sous contrainte et la déformation est réduite.

Le même comportement a été observé sur les matériaux Nextel™720/alumine-mullite. La courbe perd sa linéarité pour des contraintes légèrement inférieures, mais la résistance au cisaillement est comparable à celle des composites Nextel™610/alumine-mullite (environ 8 MPa).

L'influence de la durée du traitement thermique de ces matériaux sur leur résistance au cisaillement a également été étudiée. Les courbes de la Figure 18 permettent de constater que le fait de prolonger le traitement thermique à 1200°C de 2 à 50 heures n'a pas d'influence notable sur le comportement interlaminaire des composites. Ceci témoigne de la stabilité de la microstructure de la matrice alumine-mullite. Il faut néanmoins noter qu'il s'agit ici de très courtes durées de vieillissement.

La faible résistance au cisaillement interlaminaire de ces composites par rapport à d'autres CMC est due à l'important taux de porosité de la matrice. Une stratégie permettant d'améliorer cette propriété serait d'ajouter des cycles d'imprégnation de précurseurs et de pyrolyses. Cela aurait pour effet d'augmenter la densité de la matrice. Cependant, une densité trop importante empêcherait une déviation des fissures matricielles et diminuerait considérablement la résistance des composites à la traction dans la direction des fibres. Une autre solution permettant d'améliorer la résistance au cisaillement de ces matériaux serait d'utiliser des préformes tissées 3D [25].

Des études précédemment mentionnées (Simon [6]) dans le paragraphe sur la traction ont également permis de déterminer la résistance au cisaillement interlaminaire de composites Nextel™610/mullite, comprise entre 12,5 et 14 MPa, et celle de composites Nextel™720/mullite, comprise entre 10 et 11,5 MPa.

Les résistances au cisaillement de ces matériaux sont résumées dans le Tableau 5.

	Résistance au cisaillement (MPa)
Nextel™610/alumine-mullite $V_f = 36 \pm 4\%$ (Levi <i>et al.</i> , 1998)	8
Nextel™720/alumine-mullite $V_f = 36 \pm 4\%$ (Levi <i>et al.</i> , 1998)	8
Nextel™610/mullite $V_f = 48 \pm 1\%$ $V_p = 25 \pm 1\%$ (Simon <i>et al.</i> , 2005)	12,5 - 14
Nextel™720/mullite $V_f = 45 \pm 1\%$ $V_p = 25 \pm 1\%$ (Simon <i>et al.</i> , 2005)	10 - 11,5

Tableau 5 Résistance au cisaillement interlaminaire de CMC oxyde/oxyde à renforts Nextel™610 et Nextel™720 [6] [25].

2. MODÈLES D'ENDOMMAGEMENT

La modélisation du comportement mécanique des CMC oxyde/oxyde est quasiment absente de la littérature. De plus, les mécanismes d'endommagement, et par conséquent leur modélisation, ne semblent pas avoir été l'objet d'une analyse fine. Ainsi, dans le cadre de cette thèse, un modèle d'endommagement simplifié fondé sur les modèles d'endommagement de l'Onera (modèles ODM) est proposé. Les caractéristiques de ce modèle seront présentées et explicitées dans le Chapitre 5.

3. SYNTHÈSE

Cette synthèse bibliographique se focalise sur les composites à renforts et matrices oxydes. Ces matériaux présentent en effet l'avantage de conserver leurs propriétés mécaniques dans les environnements oxydants dans lesquels ils sont destinés à être utilisés. Seuls des résultats sur des

CMC oxyde/oxyde à renforts bidimensionnels sont disponibles dans la littérature et sont cités dans cette synthèse.

On distingue deux types de CMC : les composites à interface faible et les composites à matrice faible. Les procédés d'élaboration des composites à interface faible sont plus complexes et plus onéreux à mettre en œuvre que ceux des composites à matrice faible. Dans ce second type de CMC, l'important taux de porosité de la matrice (autour de 30 %) permet de dissiper l'énergie grâce à la propagation de fissures entre les pores, principalement, et au niveau de l'interface entre les fibres et la matrice. La porosité de la matrice doit être uniformément répartie afin que les matériaux présentent une bonne tolérance à l'endommagement, à l'oxydation et aux entailles. Le comportement de ces composites dépend principalement de celui des fibres. Ainsi, un endommagement matriciel n'a que peu d'effet sur la résistance du composite.

Les oxydes les plus utilisés pour la réalisation de CMC sont l'alumine, la mullite, la silice, la zircone ainsi que des mélanges alumine-silice, mullite-silice et mullite-alumine. L'oxyde le plus utilisé comme revêtement de fibres (*i.e.* interface faible) est la monazite. Les composites élaborés à partir de ces oxydes présentent, à température ambiante, des propriétés mécaniques proches de celles des composites C/C.

Comme cela a déjà été mentionné, les composites étudiés dans le cadre de cette thèse sont des composites alumine/alumine avec une fraction volumique de fibres d'environ 50 % et un taux de porosité d'environ 25 %. Un taux de fibres élevé permet en effet d'accroître les propriétés mécaniques des CMC. Les fibres utilisées sont des fibres Nextel™610. Les fibres de la famille Nextel™ présentent une haute résistance mécanique jusqu'à 1000°C pour les fibres Nextel™610 et 1200°C pour les fibres Nextel™720. Ces dernières présentent un meilleur comportement en fluage que les fibres Nextel™610, grâce à la mullite qu'elles contiennent. À des températures supérieures à 1000°C, les fibres Nextel™610 sont sujettes à une croissance cristalline, ce qui a pour effet de dégrader leurs propriétés mécaniques. Le comportement à rupture et la résistance des composites alumine/alumine varient selon la température de frittage. Un frittage trop long ou à trop haute température peut en effet densifier la matrice, qui se rigidifie, mais également être à l'origine d'une forte cohésion entre les fibres et la matrice, ce qui entrave le phénomène de décohésion des fibres de la matrice et diminue par conséquent la résistance du composite. Ce phénomène peut également être observé après un vieillissement à haute température. Il est ainsi indispensable d'utiliser des fibres thermostables.

Des essais de traction réalisés à température ambiante sur des composites Nextel™720/mullite et Nextel™610/mullite-alumine ont montré que ces matériaux présentent un comportement relativement linéaire jusqu'à la rupture, dans les directions des fibres. Le fait que la non linéarité ne soit pas plus prononcée est dû à l'important taux de porosité de la matrice, ce qui la rend peu résistante. Des essais de traction réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ sur des composites Nextel™610/alumine-mullite ont montré que les composites sont moins résistants dans cette direction que dans celle des fibres. Ce résultat est logique étant donné que dans la direction $\pm 45^\circ$ c'est principalement la matrice qui est sollicitée. Au-delà du domaine élastique, la déformation est alors plus importante. Une étude visant à déterminer l'influence à haute température d'un revêtement de monazite dans des composites Nextel™610/alumine a montré que (i) les courbes de traction perdent leur linéarité à haute température et (ii) l'ajout d'un revêtement de monazite a pour effet d'augmenter la contrainte à rupture et de diminuer le module de Young du composite. Enfin, des matériaux Nextel™610/monazite/alumine vieillis 1000 heures à 1200°C présentent une meilleure résistance à la traction que les composites sans revêtement. Une étude menée sur des composites Nextel™720/alumine-silice a montré qu'une exposition prolongée de ces matériaux à des températures inférieures à 1100°C n'avait que très peu d'influence sur leur comportement en traction. Le comportement en déformation de ce composite est dicté par celui des fibres ; les températures limites d'utilisation du composite dépendent des propriétés de la matrice et des fibres.

Pour ce qui est de la compression, les courbes contrainte-déformation obtenues à des températures inférieures à 1100°C pour des composites Nextel™610/monazite/alumine sont quasiment linéaires jusqu'à rupture. Ceci indique que l'endommagement arrive tardivement et est

rapidement suivi de la rupture. La perte de linéarité des courbes contrainte-déformation peut s'expliquer par le fait que les fibres, désolidarisées de la matrice du fait de la propagation de fissures à l'interface fibre/matrice, sont libres de se déplacer et, plus particulièrement de flamber. En compression, la rupture peut être attribuée au micro-flambage des fibres.

En traction comme en compression, les faciès de rupture présentent une forte extraction de fibres, due à la déviation des fissures matricielles à l'interface fibre/matrice.

De manière générale, les composites oxyde/oxyde présentent une faible résistance au cisaillement interlaminaire. Ceci est dû à la faible tenue de la matrice résultant de son important taux de porosité. Il a également été mis en évidence qu'un vieillissement sous vapeur d'eau à haute température n'avait pas d'effet notable sur la réponse des composites sollicités en cisaillement. Cependant, pour des essais réalisés sous vapeur d'eau (sans vieillissement préalable), les composites sont moins résistants au cisaillement que sous air. Ceci laisse penser que la vapeur d'eau, couplée à l'endommagement, a un effet néfaste sur la résistance mécanique des CMC oxyde/oxyde. La vapeur d'eau diminue considérablement la résistance au cisaillement, à la fatigue et au fluage des composites oxyde/oxyde. Dans ce dernier cas, la perte de résistance est plus marquée en compression qu'en traction.

Il faut par ailleurs noter que, bien que de nombreux auteurs évoquent les problèmes de fissuration matricielle sur les matériaux sains, peu d'entre eux mentionnent la présence de macropores ainsi que les problèmes de délaminage.

Concernant les seuils d'endommagement des matériaux, ils ne sont pas mentionnés dans la littérature. Or, cette caractéristique est nécessaire au développement d'un matériau performant et disposer des valeurs des modules de Young et des propriétés à rupture n'est souvent pas suffisant.

Chapitre 2 : Élaboration des matériaux et techniques expérimentales

Les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de cette thèse sont présentées dans ce chapitre. Il s'agit plus particulièrement des procédés d'élaboration des matériaux à renfort bi- et tridimensionnel, des techniques de contrôle non destructif, ainsi que des techniques de caractérisation mécanique et de l'instrumentation associée. Pour la majorité des techniques décrites dans ce chapitre, aucune adaptation particulière au cas des matériaux oxyde/oxyde n'a été nécessaire. On peut par exemple citer les méthodes d'extensométrie et de contrôle non destructif par scans ultrasonores parmi ces méthodes. D'autres techniques ont cependant dû être adaptées au cas des CMC oxyde/oxyde étudiés dans cette thèse : le procédé d'élaboration des composites à renfort bidimensionnel ainsi que le montage pour des essais de traction *in situ* dans un MEB.

Le procédé d'élaboration, développé à l'Onera, a été légèrement modifié. Le montage pour des essais de traction *in situ* dans un MEB, prévu initialement pour d'autres types de matériaux, a quant à lui subi d'importantes modifications et de nombreux essais ont été nécessaires à sa mise au point.

1. PROCÉDÉS D'ÉLABORATION DES CMC OXYDE/OXYDE ÉTUDIÉS

Les matériaux à renforts bi- et tridimensionnels étudiés sont constitués de fibres Nextel™610 et d'une matrice d'alumine dont les grains sont de taille submicrométrique.

Les fibres Nextel™610, commercialisées par 3M, sont des fibres cristallines constituées à plus de 99 % d'alumine en phase alpha et d'un peu moins de 1 % de silice. La taille des grains d'alumine constituant les fibres est d'environ 0,1 µm ; les fibres présentent une densité de 3,9. Les monofilaments Nextel™610 ont un diamètre compris entre 10 et 12 µm. Les fils (1500 denier / 167 tex) ont une contrainte à rupture avoisinant les 3,1 GPa et un module de Young proche de 380 GPa [38]. Leur température maximale d'utilisation est de 1100°C pour une application longue durée. Au-delà, une croissance des grains est observée, ce qui a pour effet de détériorer les fibres et d'abaisser leurs propriétés mécaniques.

Les matrices d'alumine associées aux renforts bi- et tridimensionnels sont constituées de grains de taille submicrométrique. Pour des raisons de confidentialité, il n'est pas possible de communiquer plus de détails sur les matrices utilisées.

Les directions chaîne et trame correspondent, respectivement, aux directions 0° et 90°.

1.1. Adaptation d'un procédé d'élaboration des CMC alumine/alumine à renfort bidimensionnel

Le matériau à renfort bidimensionnel et à matrice faible devait répondre aux spécifications suivantes, requises par Herakles et justifiées par les données disponibles dans la littérature :

- taux de porosité : 25 %,
- taux volumique de fibres : 50 %,
- taux volumique de matrice : 25 %.

Le renfort bidimensionnel utilisé est un satin de 8 avec un pas de 8 mm. Les torons sont constitués de 400 monofilaments. Le renfort tissé utilisé est présenté en Figure 19.

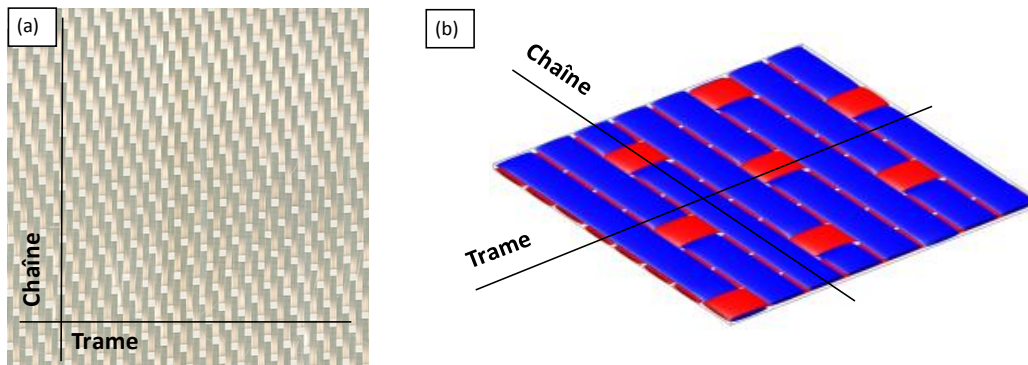


Figure 19 a. Renfort tissé Nextel™610. b. Schéma d'un satin de 8.

Il y a 11 fils.cm^{-1} dans les directions chaîne et trame. Les charges à rupture, sans ensimage et à température ambiante, mesurées sur des bandes de tissu orientées suivant la chaîne ou la trame, et rapportées à l'unité de largeur, valent respectivement 402 N.cm^{-1} et 451 N.cm^{-1} . Le matériau est orthotrope, puisqu'il s'agit d'un satin, mais il n'est pas symétrique. Cela est certainement dû au procédé de tissage (ondulation des fils de chaîne plus importante que celle des fibres de trame).

Le CMC étudié est constitué de 12 plis. La totalité des plaques à renfort bidimensionnel a été élaborée à l'Onera pour cette étude et a été réalisée avec des renforts provenant du même lot. Une vingtaine de plaques a été nécessaire pour cette thèse, dont j'ai élaboré la quasi-totalité.

L'élaboration des plaques de composite Nextel™610/alumine se fait en cinq étapes :

- imprégnation des plis de suspension d'alumine,
- séchage et stockage des plis,
- imprégnation des plis d'eau,
- moulage dans un sac à vide et pressage,
- traitement thermique à une température de 1200°C (frittage à pression atmosphérique).

Des photographies du moule utilisé et d'une plaque destinée à être sollicitée dans la direction des fibres sont présentées en Figure 20. Les dimensions intérieures du moule sont $170 \text{ mm} \times 190 \text{ mm}$.

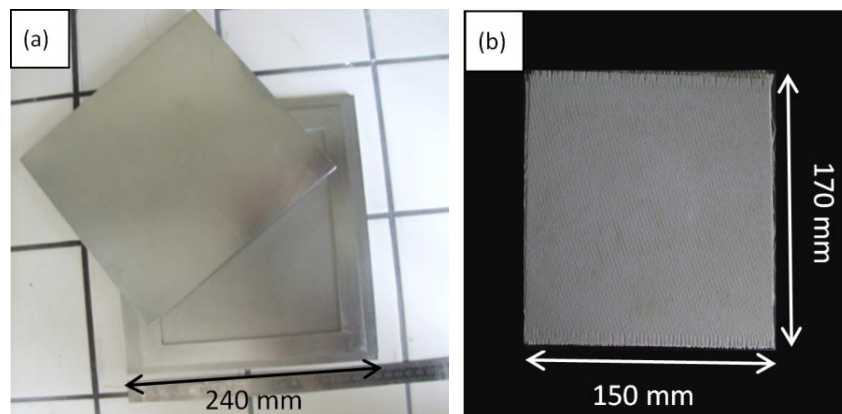


Figure 20 a. Moule en acier inoxydable utilisé pour la réalisation des plaques à renfort bidimensionnel. b. Plaque à renfort bidimensionnel Nextel™610/alumine réalisée à l'Onera ($170 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$).

La composition de la suspension d'alumine a été déterminée avant le début de cette thèse et n'a pas été sujette à modification.

Lors de l'étape d'imprégnation des plis par de la poudre d'alumine, les bandes de renforts tissés sont tendues à l'horizontale et, l'une après l'autre, chacune des faces des bandes est manuellement

imprégnée d'une suspension d'alumine à l'aide d'un pinceau. L'imprégnation de la deuxième face n'est réalisée qu'une fois la première face sèche.

Lorsque les deux côtés des bandes de renfort tissés imprégnés de suspension sont secs, les plis qui constitueront le composite sont découpés dans ces bandes, aux dimensions des plaques. Pour réaliser des essais dans les directions 0° et 90° , les plaques élaborées mesuraient 150 mm x 170 mm alors que, pour des essais dans la direction $\pm 45^\circ$, les plaques mesuraient 170 mm x 170 mm. Ces dimensions sont dues à la fois aux dimensions des éprouvettes, à la largeur du rouleau de fibres tissées disponible et aux dimensions du moule utilisé lors de la phase de pressage sous vide.

Une fois les plis découpés, ils sont pesés afin de vérifier que la quantité de poudre imprégnée est bien suffisante pour obtenir les taux volumiques de fibres et de matrice requis pour ces composites. Si l'un des plis présente un déficit en poudre, une application supplémentaire de suspension d'alumine est réalisée, soit sur la totalité d'une des faces soit sur les zones où il semble, à première vue, évident qu'il manque de la poudre. Après ces différentes étapes, les masses de chacun des plis, bien qu'elles soient assez proches, ne sont cependant jamais égales.

Une fois les plis imprégnés et découpés, ils constituent des pré-imprégnés et peuvent être stockés, si nécessaire.

L'ordre dans lequel les plis sont empilés est déterminé par leur teneur en poudre d'alumine : les plis sont empilés de manière à obtenir une superposition de plis riches et pauvres en poudre, afin d'homogénéiser la répartition de cette dernière lors du pressage. Il convient donc d'établir un classement des plis selon leur teneur en poudre avant de les superposer. Ainsi, le pli le plus riche en poudre et le pli le plus pauvre en poudre sont en contact au centre de la plaque. Chacun de ces deux plis sont eux-mêmes en contact (*i*) avec le deuxième pli le plus riche en poudre dans le cas du pli le plus pauvre en poudre et (*iii*) avec le deuxième pli le plus pauvre en poudre dans le cas du pli le plus riche en poudre, et ainsi de suite. Les plis extérieurs ont ainsi des teneurs en poudre très proches. Les plis sont par ailleurs empilés de manière à obtenir une symétrie miroir par rapport aux plis centraux.

Dans le cas où les éprouvettes sont destinées à être sollicitées dans les directions 0° ou 90° , les plis sont superposés les uns sur les autres en veillant à ce que les fils de trame et de chaîne des différents plis soient, respectivement, toujours dans la même direction. Dans le cas où les éprouvettes sont destinées à être sollicitées dans la direction $\pm 45^\circ$, les plis sont disposés de manière à ce que les fils de trame de deux plis successifs forment un angle de 90° entre eux, afin d'avoir une succession de plis orientés à $+45^\circ$ et -45° .

Les plis ordonnés sont ensuite, un par un, disposés dans le moule et imprégnés d'eau. Cette étape permet de remettre en suspension la poudre d'alumine imprégnée dans les renforts tissés, ce qui permettra d'avoir une meilleure mobilité de la poudre, et ainsi une répartition plus homogène de la matrice et d'augmenter la cohésion entre les différents plis lors de la phase de pressage. Sur chacun des plis, l'eau est déposée sous forme de gouttelettes qui sont ensuite étalées avec une spatule afin d'homogénéiser la répartition de matrice à la surface du pli.

Le moule est ensuite placé dans un sac à vide puis mis sous presse, à 100°C . Le pressage des plis permet, d'une part, d'assurer la cohésion entre les différents plis et, d'autre part, d'atteindre le taux volumique de fibres souhaité (environ 50 %) en contrôlant l'épaisseur des plaques. La température a pour effet de faire évaporer l'eau présente dans les plis qui est ensuite aspirée par la pompe à vide. Afin que le procédé d'élaboration soit reproductible en autoclave, les pressions appliquées étaient inférieures à 10 MPa.

Enfin, une fois la plaque sèche, elle est démoulée et placée dans un four pour un traitement thermique dont le cycle a été optimisé avant le début de la thèse et n'a pas été modifié. Il permet à la fois de fritter suffisamment la matrice pour qu'elle ait la structure microporeuse désirée et de ne pas endommager les fibres, soumises à des températures supérieures à 1100°C pendant une durée suffisamment courte.

Les premières plaques réalisées dans le cadre de cette thèse présentaient un important délaminage, dès le démoulage. Ce manque de cohésion entre les plis laissait penser que la quantité d'eau imprégnée sur les plis avant la phase de pressage n'était pas suffisante. Cette quantité d'eau avait en effet été déterminée pour des plaques de dimensions (100 mm x 150 mm) inférieures à celles élaborées dans le cadre de cette thèse. Un ajustement de la quantité d'eau, et donc de la

viscosité de la suspension d'alumine, a donc été nécessaire. Le taux de porosité final du composite correspondant plus ou moins à la quantité d'eau évaporée (et dépend du niveau de frittage de la matrice) et devant être le plus proche possible du taux volumique de matrice (25 %), le volume d'eau total à imprégner sur les plis avant pressage a été défini comme devant être égal à celui de poudre imprégnée sur les renforts tissés.

Les plaques utilisées dans le cadre de cette thèse avaient une épaisseur comprise entre environ 2,3 et 2,6 mm d'épaisseur. De par le caractère manuel de ce procédé d'élaboration, on observe des hétérogénéités d'épaisseur et de taux de porosité entre les différentes plaques, mais aussi sein d'une même plaque. Le procédé d'élaboration des CMC à renfort bidimensionnel pose des problèmes de répétabilité.

1.2. Procédé d'élaboration des CMC alumine/alumine à renfort tridimensionnel

Le renfort tridimensionnel utilisé est une préforme multicouche (interlock) de 15 fils dans la direction trame et 14 fils dans la direction chaîne, renforcée dans la troisième direction par des fils de chaîne qui passent d'une couche à l'autre. Il y a 8 fils.cm^{-1} dans la direction de la chaîne et $7,5 \text{ fils.cm}^{-1}$ dans la direction de la trame. Les plaques à renfort tridimensionnel utilisées dans cette thèse ont toutes été élaborées par Herakles. Le procédé d'élaboration utilisé est un procédé d'infiltration sous vide-pression, ou *Aspiration de Poudre Submicrométrique* (APS), développé à l'Onera pour la fabrication de pièces CMC [39]. Il s'agit d'une méthode d'infiltration d'une suspension de poudre céramique dans un renfort fibreux.

Dans ce procédé, le renfort fibreux est placé sur un filtre, puis une suspension d'alumine, qui constituera la matrice, est versée sur la surface supérieure du renfort. Une pression est alors appliquée sur la surface libre de la suspension alors que le vide est fait sous le filtre sur lequel est posé le renfort. Cette différence de pression permet d'évacuer l'eau contenue dans la suspension, le filtre assurant le maintien des particules d'alumine dans le renfort. Les plaques obtenues mesuraient 110 mm x 200 mm.

Les plaques à renfort tridimensionnel ont toutes été réalisées avec le même type de renfort interlock dont la quantité disponible pour la réalisation de plaques dans le cadre de cette thèse était limitée ; c'est ce qui a conduit à limiter la caractérisation mécanique du matériau à des essais de traction dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$.

Les plaques utilisées dans le cadre de cette thèse mesuraient environ 3,8 mm d'épaisseur. Ce procédé d'élaboration présente l'avantage de permettre une imprégnation plus homogène que celui utilisé pour la réalisation de plaques à renfort bidimensionnel. Les plaques à renfort tridimensionnel obtenues par APS sont ainsi plus homogènes et semblables entre elles que les plaques à renfort bidimensionnel. Les taux volumiques de fibres des plaques élaborées par APS sont néanmoins inférieurs à ceux des plaques élaborées selon le procédé Onera et sont définis par le renfort sec utilisé.

2. MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE DES MATÉRIAUX

Selon l'information relative à la microstructure des matériaux recherchée, différentes méthodes de caractérisation peuvent être utilisées. La microscopie électronique à balayage permet d'observer des coupes d'échantillons polies et permet ainsi d'avoir des informations quant à la microstructure des matériaux. Ces informations sont cependant qualitatives, bien qu'on puisse effectuer des mesures dimensionnelles, puisqu'elles ne fournissent des informations que sur la surface 2D observée. Cette méthode a été utilisée dans la détermination des mécanismes d'endommagement des matériaux.

La porosimétrie permet quant à elle d'obtenir une information quantitative : le taux de porosité des échantillons analysés. On peut également en déduire le taux volumique de fibres. Selon la méthode utilisée, la précision des mesures et les informations que l'on peut en tirer ne sont pas les mêmes. Les deux méthodes de porosimétrie utilisées dans cette thèse, à savoir la porosimétrie par poussée d'Archimède dans de l'eau et la porosimétrie par intrusion de mercure, sont présentées dans les paragraphes suivants. Une méthode plus innovante a également été utilisée pour caractériser la microstructure des matériaux étudiés : la tomographie à rayons X. Les résultats obtenus par cette méthode ont été comparés aux résultats obtenus avec les autres méthodes d'analyse.

2.1. Mesure et répartition du taux de porosité

2.1.1. Porosimétrie par poussée d'Archimède dans de l'eau

La porosimétrie à l'eau permet de déterminer le taux de porosité ouverte d'un échantillon. Il s'agit d'une méthode intrusive mais non destructive, l'échantillon pouvant être séché une fois les mesures effectuées. Cette technique permet d'investir des pores ayant un diamètre supérieur ou égal à 0,5 nm, ce qui correspond à la taille de deux molécules d'eau [40]. Afin de déterminer le taux de porosité de l'échantillon, il est nécessaire d'effectuer des pesées :

- de l'échantillon sec : m_{sec} ,
- de l'échantillon totalement saturé en eau : $m_{saturé}$,
- de l'échantillon immergé dans l'eau : $m_{hydrostatique}$.

On obtient ainsi les grandeurs suivantes :

La masse d'eau contenue dans les pores accessibles à l'eau :

$$m_{eau} = m_{saturé} - m_{sec} \quad \text{Équation 1}$$

Le volume des pores :

$$V_{pores} = \frac{m_{eau}}{\rho_{eau}} \quad \text{Équation 2}$$

où ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau à la température de mesure

Le volume apparent de l'échantillon :

$$V_{échantillon} = \frac{m_{saturé} - m_{hydrostatique}}{\rho_{alumine}} \quad \text{Équation 3}$$

La porosité totale accessible à l'eau :

$$p_{totale} = \frac{V_{eau}}{V_{échantillon}} \quad \text{Équation 4}$$

Cette méthode nécessite de bien sécher les échantillons avant de les peser (m_{sec}) et de faire le vide dans les échantillons avant de les immerger dans l'eau afin d'optimiser la pénétration de l'eau dans les pores ($m_{saturé}$). Pour les mesures, réalisées à l'Onera, les échantillons ont été séchés dans une étuve à 95°C pendant 24h avant d'être pesés. Avant d'être plongés dans l'eau pour les mesures de $m_{saturé}$ et $m_{hydrostatique}$, les échantillons ont été placés dans une cloche à vide afin d'éliminer l'air des porosités. Il est par ailleurs important de noter que les échantillons baignant dans l'eau doivent être essuyés avec un tissu mouillé avant d'être pesés pour la mesure de $m_{saturé}$. La quantité d'eau essuyée, et par conséquent la mesure de porosité, dépend ainsi de l'opérateur et pose des problèmes de reproductibilité. L'erreur de mesure est généralement de l'ordre de 1 % avec cette méthode.

Cette méthode simple, peu coûteuse et non destructive ne permet cependant de déterminer qu'un taux de porosité global, sans aucune indication quant à la distribution des pores selon leur taille. Pour accéder à cette information, il est nécessaire d'avoir recours à la porosimétrie par intrusion de mercure. La porosimétrie à l'eau présente néanmoins l'avantage de pouvoir être appliquée à des échantillons de taille nettement supérieure à celle des échantillons utilisés dans le cas de la porosimétrie par intrusion de mercure.

2.1.2. Porosimétrie par intrusion de mercure

Comme la porosimétrie à l'eau, la porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) est une méthode intrusive. Il s'agit néanmoins cette fois d'une technique destructive. Elle permet non seulement de mesurer le taux de porosité d'un échantillon, dans la mesure où le diamètre des pores est compris entre 3 nm et 400 µm, mais elle donne également accès au spectre des tailles de pores [40] [41]. Le mercure étant un fluide non mouillant vis-à-vis de la quasi-totalité des solides, il est nécessaire d'appliquer une pression pour le faire pénétrer dans un échantillon, préalablement séché puis placé dans un pénétromètre mis sous vide. En émettant l'hypothèse qu'un pore est cylindrique, la relation entre la pression exercée P_{Hg} et le rayon du pore considéré r_p est donnée par l'équation de Washburn :

$$P_{Hg} = \frac{2 \gamma_{Hg} \cos \theta}{r_p} \quad \text{Équation 5}$$

où γ_{Hg} est la tension superficielle du mercure (en N.m⁻¹) et θ l'angle de contact entre le mercure et la surface du pore. Ainsi, connaissant le volume de mercure injecté dans l'échantillon en fonction de la pression, il est possible de déterminer le taux de porosité ainsi que la répartition en taille de pores en fonction de la taille du col d'accès aux pores (r_p) [40].

Bien que cette méthode de porosimétrie apporte plus d'informations que la porosimétrie à l'eau, elle a également ses limites. On peut notamment citer le fait qu'il est nécessaire d'émettre l'hypothèse que les pores sont cylindriques, ce qui est rarement le cas ; de plus, l'intrusion de mercure peut, du fait de la pression appliquée, endommager le matériau. Enfin, la qualité des mesures dépend de la gamme de pression que l'on peut appliquer avec le porosimètre utilisé et du séchage des éprouvettes.

Les mesures de porosité par intrusion de mercure ont été réalisées à l'Institut des Sciences Moléculaires (ISM) de Bordeaux grâce à un appareil *Micromeritics Autopore IV 9500* permettant de déterminer la distribution de la taille des pores de 3 nm à environ 360 µm [42]. Les éprouvettes analysées sont les mêmes que celles ayant fait l'objet de porosimétrie à l'eau. Cependant, la taille du pénétromètre ne permettant pas d'y introduire les échantillons entiers, il a été nécessaire de découper des échantillons de 5 mm x 5 mm x épaisseur. Pour chacune des éprouvettes, un seul échantillon découpé a été analysé. Le fait de disposer des mesures obtenues par porosimétrie à l'eau et par porosimétrie à intrusion de mercure a permis de comparer les résultats obtenus avec les deux méthodes. Les valeurs de l'angle de mouillage entre le mercure et l'alumine et de la tension superficielle du mercure ont été fixées, respectivement, à 130° et 0,485 N.m⁻¹. Il s'agit des valeurs par défaut lorsque, pour un matériau donné, les données sont indisponibles.

2.1.3. Tomographie à rayons X

Cette technique née dans les années 1970 et destinée initialement à un usage médical est aujourd'hui utilisée dans l'industrie. Il s'agit d'une technique non destructive qui permet la reconstruction d'images en coupe d'un objet à trois dimensions ; les images tridimensionnelles sont obtenues à partir d'une série de radiographies X. Le principe de la tomographie à rayons X repose sur l'analyse multidirectionnelle de l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière, par détection du rayonnement transmis après traversée d'un objet [43]. Les données acquises lors des mesures permettent de reconstruire, mathématiquement, une image en niveaux de gris du matériau. Pour

chaque point d'acquisition, les niveaux de gris de l'image reconstruite correspondent au coefficient d'atténuation local du faisceau incident. Après étalonnage, les coefficients d'atténuation peuvent être traduits en échelle de densité, ce qui permet d'avoir des informations sur la microstructure du matériau analysé.

Les coefficients d'atténuation dépendent du matériau traversé et de la longueur d'onde du faisceau. Chaque radiographie obtenue est une projection des informations d'atténuation le long du trajet des photons. Grâce à la mise en rotation de l'échantillon, des radiographies sont acquises sous différents angles. Ces acquisitions permettent ensuite, par un algorithme, de reconstituer des images en coupe de l'échantillon. La superposition de ces images permet de reconstruire l'échantillon en 3D. La Figure 21 illustre ce principe.

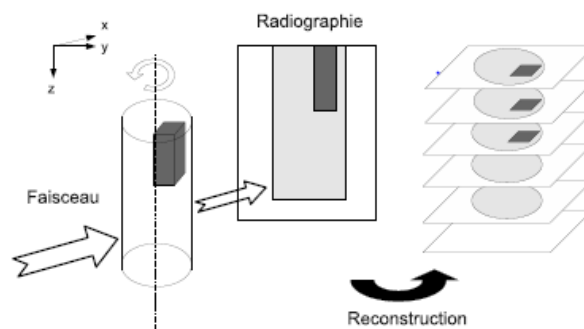


Figure 21 Principe de la tomographie à rayons X [44].

Quelques éprouvettes à renforts bi- et tridimensionnel sont été scannées après élaboration, chez Safran Composites, qui dispose d'un microtomographe à rayons X *phoenix v/tome|x L 300* commercialisé par *General Electric Sensing and Inspection Technologies*.

3. CONTRÔLE NON DESTRUCTIF DES MATÉRIAUX

3.1. Thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge (IR, longueurs d'ondes comprises entre 0,8 et 20 μm) est une technique de CND qui peut être utilisée à la fois pour le contrôle de plaques ou d'éprouvettes, saines ou endommagées, et pour le suivi d'endommagement lors d'essais mécaniques. On distingue deux types de thermographie : la thermographie *active* et la thermographie *passive*.

La thermographie active nécessite d'exciter la structure à contrôler par une source de chaleur externe. Elle peut être exploitée qualitativement, pour détecter la présence éventuelle de défauts (délaminages) ou d'hétérogénéités locales (porosités), et quantitativement, pour estimer la profondeur de ces défauts ou des propriétés thermiques de la structure (telles que la diffusivité).

Dans le cas de la thermographie passive, seule la caméra infrarouge est requise. Il s'agit de faire un suivi de la température de la structure, afin de détecter l'apparition éventuelle de sources de chaleur internes, générées par exemple lors de la création d'un endommagement pendant un essai mécanique.

Dans le cadre de cette thèse, les deux types de thermographie ont été utilisés : la thermographie active pour le contrôle et la caractérisation des plaques oxyde/oxyde après élaboration et la thermographie passive pour le suivi d'endommagement en cours d'essais mécaniques.

La méthode de thermographie IR active utilisée est la thermographie impulsionnelle. Elle nécessite l'excitation de la surface étudiée par une source extérieure, plus précisément un flash thermique. La surface considérée est de ce fait éclairée par un flash de lumière blanche intense. Cela

induit une forte élévation de la température du matériau sur la face éclairée, de l'ordre de plusieurs dizaines de degrés Celsius. Le retour à température ambiante est extrêmement rapide (inférieur à 5 s, selon les propriétés de conduction du matériau) : la procédure est donc non-endommageante. En outre, cette technique présente deux avantages par rapport au scan ultrasonore : (i) la thermographie IR est moins intrusive que le scan ultrasonore classique, pour lequel il est nécessaire d'immerger la structure dans de l'eau, et (ii) la mise en œuvre de la thermographie IR est beaucoup plus rapide, ce qui permet de scanner des plaques de grandes dimensions après élaboration. Notons en revanche que le contrôle par thermographie flash n'est adapté qu'à des échantillons de faible épaisseur (inférieure à 5 mm).

Selon la surface pour laquelle les variations de température sont enregistrées, on distingue deux types de thermographie active : la thermographie en réflexion et la thermographie en transmission. Comme on peut le voir sur les schémas de la Figure 22, dans le cas de la thermographie en réflexion, on enregistre les variations du flux réfléchi par la surface éclairée, alors que, dans le cas de la thermographie en transmission, on enregistre les variations du flux transmis par l'éprouvette, c'est-à-dire les variations du flux thermique émis par la face opposée à celle qui est éclairée.

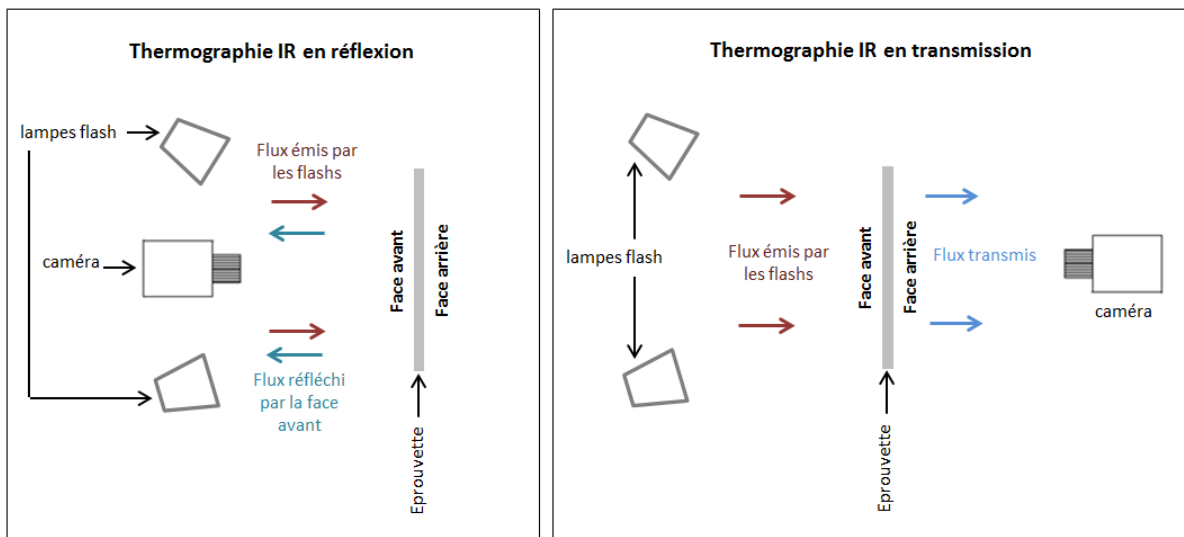


Figure 22 Schéma des montages de thermographie active en réflexion et en transmission.

Afin de procéder à une inspection du matériau, la technique retenue a été la thermographie stimulée en réflexion, dite "face avant" : la caméra infrarouge est positionnée du même côté que l'excitateur flash et la variation temporelle de la température de la face éclairée est enregistrée pendant l'essai (cf. Figure 22). Le flux thermique se propage ensuite à travers le matériau, ce qui fait baisser la température de la face éclairée. L'évolution de la température de cette surface en fonction du temps est alors enregistrée. La présence d'un défaut, tel qu'un délaminage, réduit la vitesse de diffusion du flux thermique à travers l'épaisseur du matériau. Les défauts induisent en effet une baisse de la diffusivité, ce qui entraîne un phénomène d'accumulation d'énergie juste au-dessus de ces défauts. Les défauts apparaissent alors comme des zones de température plus élevée que les zones périphériques. Si les défauts localisés et peu profonds sont identifiables directement sur les cartographies thermiques, ce n'est pas le cas pour des défauts plus profonds ou proches du fond de l'éprouvette [45]. La relation suivante permet d'avoir une approximation du temps t (en s) nécessaire à la détection d'un défaut en fonction de la profondeur du défaut z (en m) et de la diffusivité thermique D (en $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) du matériau :

$$t \approx \frac{z^2}{2\pi D} \quad \text{Équation 6}$$

Cette relation fait intervenir la diffusivité thermique D , grandeur caractérisant la capacité du matériau à transmettre un flux de chaleur, définie comme le rapport de la conductivité et du produit de la masse volumique par la capacité thermique massique du matériau inspecté.

Afin d'évaluer cette grandeur D , des essais en transmission, dits "face arrière" (cf. Figure 22), ont également été mis en œuvre. Cette fois, la caméra infrarouge est positionnée du côté de la face opposée et l'augmentation progressive de sa température en fonction du temps est suivie. La diffusivité thermique du matériau peut être déterminée à partir du temps de demi-montée $t^{1/2}$ de la température normalisée et de l'épaisseur e du matériau :

$$D \approx \frac{0,139 e^2}{t^{1/2}} \quad \text{Équation 7}$$

Notons toutefois que les hétérogénéités d'épaisseur, non négligeables dans le cas de matériaux poreux tels que des oxyde/oxyde, rendent difficile la détermination de cette valeur.

La thermographie passive, utilisée pour faire du suivi d'endommagement lors de certains essais de compression, ne nécessite pas d'exciter thermiquement la surface des éprouvettes. En effet, lorsque le matériau s'endommage sous l'effet d'une sollicitation mécanique, l'énergie mécanique libérée par l'endommagement (tel que du délaminage ou de la fissuration) se transforme en énergie thermique. Il est ainsi possible de localiser les endommagements dans le plan. La détermination de leur profondeur n'est pas immédiate et n'a pas été étudiée dans cette thèse.

La caméra thermique utilisée lors des essais (en transmission ou en réflexion) permet d'enregistrer la luminance spectrale de la surface émettrice. Il est ensuite possible de déterminer, à partir de cette grandeur, la température de cette surface. Pour chaque pixel des images enregistrées, on peut alors connaître l'évolution de la température en fonction du temps. La méthode suivante, fondée sur la méthode TSR (*Thermographic Signal Reconstruction*) développée par Shepard dès le début des années 2000, est alors appliquée à chaque pixel [45] [46] :

- tracé de l'évolution de la variation de température ΔT entre le moment de la mesure et le moment initial en fonction du temps (obtention d'un thermogramme), tracée dans un diagramme en échelles log-log,
- approximation de cette courbe par un polynôme d'ordre n (où n est généralement compris entre 5 et 8).

On obtient ainsi, pour chaque pixel, un jeu de $n+1$ coefficients polynomiaux. La méthode développée à l'Onera consiste tout d'abord à normaliser les variations de température par les températures obtenues sur la première image. Les deux premières étapes de la méthode TSR sus-citées sont ensuite appliquées. Puis, pour chaque coefficient polynomial, une image sur laquelle sont représentées les valeurs des coefficients selon une échelle de couleur est reconstruite. Les $n+1$ cartes obtenues permettent alors de mettre en évidence les défauts du matériau analysé.

Cette méthode ne permet cependant d'obtenir que des informations qualitatives ; on ne peut, par exemple, pas déterminer la profondeur des défauts.

La caméra thermique IR utilisée est une caméra *CEDIP Jade LWIR (Long Wave InfraRed)* fonctionnant pour des longueurs d'onde comprises entre 7 et 9 μm . Sa matrice est constituée de 320 x 240 pixels et sa sensibilité thermique est de 20 mK. Les mesures ont été acquises à une fréquence de 200 Hz. En thermographie IR active, afin d'homogénéiser la répartition de chaleur sur la surface éclairée, deux lampes flash de type *Elinchrom Style RX 600* ont été utilisées. La durée de l'impulsion thermique est estimée à 4 ms. Par ailleurs, afin d'éviter la propagation de rayonnement IR par les lampes après les flashes, des plaques de plexiglas, matériau opaque pour les IR, sont disposées entre les lampes et les plaques, le réglage du générateur permettant de compenser l'atténuation correspondante du flash.

D'autre part, afin d'augmenter l'émissivité du matériau, la surface éclairée est recouverte de noir de fumée ou d'une peinture noire pelable.

3.2. Contrôle de plaques après élaboration par ultrasons

Le contrôle des plaques par ultrasons a été utilisé dans le but de déterminer des défauts (notamment des zones de porosités macroscopiques, voire des délaminages) présents sur certaines plaques après élaboration. Cette technique de contrôle non destructif, fondée sur l'analyse de la propagation d'ondes ultrasonores, nécessite un milieu intermédiaire de couplage des ultrasons à la pièce inspectée. Elle peut être mise en œuvre soit au contact avec un gel couplant (cas des matériaux métalliques), soit en utilisant un couplage en immersion (cas le plus fréquemment rencontré avec les matériaux composites). Dans ce dernier cas, la technique nécessite que les échantillons analysés soient en immersion dans une cuve remplie d'eau (à noter qu'il existe également dans l'industrie des techniques de couplage par jet d'eau, permettant d'éviter une immersion complète de la pièce). On peut encore distinguer deux types de scans par ultrasons en immersion : les scans en réflexion (classiquement utilisés pour la détection de délaminages dans des plaques de composites stratifiés à matrice organique) et les scans en transmission (utilisés pour la détection de porosités, notamment dans les matrices céramiques). Dans le cadre de cette thèse, seule la méthode en transmission a été utilisée et sera détaillée dans ce manuscrit. La méthode consiste à analyser l'atténuation d'un signal ultrasonore ayant traversé la plaque. Pour cela, deux transducteurs (dispositifs qui permettent de transformer un signal électrique en un signal acoustique, et inversement) sont nécessaires. Ils sont situés de part et d'autre de la plaque, orientés normalement à celle-ci, et positionnés à une distance de la plaque correspondant à leur zone de travail (± 5 mm autour de la distance focale). L'un des transducteurs sert d'émetteur, l'autre de récepteur. Les deux transducteurs sont immobiles tandis que la plaque suit des mouvements de translation dans le plan (xOy) afin que la totalité de sa surface soit balayée. Le montage utilisé est présenté en Figure 23 :

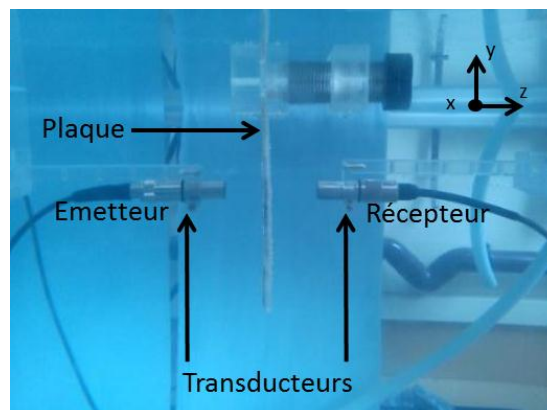


Figure 23 Montage pour scan ultrasonore en transmission.

Le transducteur émetteur envoie une onde ultrasonore longitudinale, à une fréquence de 5 MHz, sous forme de « pulse ». En traversant la plaque, cette onde est modifiée et le signal est ensuite enregistré grâce au transducteur récepteur. Lorsqu'en traversant la plaque, l'onde ultrasonore incidente rencontre une hétérogénéité, telle qu'une zone poreuse, une partie de son énergie est réfléchi ou diffusée, ce qui diminue l'amplitude de l'onde transmise enregistrée par le capteur récepteur. Le balayage de la totalité de la plaque, avec un pas de 1 mm, permet ainsi d'avoir une cartographie des zones de la plaque présentant de fortes hétérogénéités, en contraste avec les zones saines, où la totalité de l'énergie de l'onde incidente est transmise. Différents types de représentations des données sont classiquement utilisées en CND pour mettre en évidence les défauts, tels que le C-scan en pulse-écho-réflexion, présentant une cartographie de l'amplitude maximale locale du signal réfléchi. Dans notre cas (configuration en transmission), nous nous sommes intéressés à une cartographie de l'énergie du signal transmis (moyenne du carré de l'amplitude du signal) afin de mettre en évidence qualitativement des zones de présomption de forte porosité macroscopique dans les échantillons.

Les transducteurs utilisés sont de marque *Panametrics* ; les modèles utilisés en émission et en réception sont, respectivement, les modèles *M309* et *V309*. Les transducteurs utilisés comme émetteur et récepteur sont focalisés et ont, respectivement, des distances focales de 50,8 mm et 40 mm et sont donc espacés d'environ 90 mm. Une carte d'acquisition *PicoScope 4227* (commercialisée par *Pico Technology*) permet de numériser et d'enregistrer les signaux ultrasonores, avant leur traitement sous Matlab®.

4. CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DES MATÉRIAUX ET INSTRUMENTATION DES ESSAIS

4.1. Machines d'essais utilisées

L'ensemble des essais a été réalisé à température ambiante.

Les premiers essais de traction monotone ont été réalisés avec une machine *Adamel Lhomargy DY 26* (capacité maximale de 100 kN). Par la suite, une machine *Zwick Z150* (capacité maximale de 150 kN) a été utilisée pour les essais de traction et de compression, et ce pour les deux types de renfort. La totalité des essais a été réalisée à une vitesse de sollicitation de $0,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$.

Lors des premiers essais de traction réalisés sur des oxyde/oxyde, et plus précisément sur le matériau à renfort bidimensionnel, les éprouvettes avaient tendance à rompre, ou du moins à s'endommager, dans les mors. Après avoir fait varier les couples de serrage des vis permettant de maintenir les éprouvettes dans les mors, il s'est avéré nécessaire d'utiliser un feuillard d'aluminium recuit de 0,2 mm d'épaisseur, en guise de talon, afin de ne pas endommager les éprouvettes, tout en appliquant un couple de serrage assez important pour éviter le glissement des éprouvettes dans les mors. L'aluminium recuit présente en effet la particularité d'être très ductile : il épouse ainsi la forme de l'éprouvette sans l'endommager et évite que les cales de serrage en acier ne soient en contact direct avec les éprouvettes céramiques fragiles. Il permet ainsi une répartition homogène de la force de serrage sur toute la surface de l'éprouvette en contact avec le feuillard. La totalité des essais de traction et de compression a, ensuite, été réalisée en introduisant de l'aluminium recuit entre les éprouvettes et les mors.

Les essais de flexion trois points entre appuis rapprochés (essais de cisaillement interlaminaire) ont été réalisés avec une machine d'essai *Zwick Z010* (capacité maximale de 10 kN) à une vitesse de sollicitation de $0,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$, comme dans le cas des essais de traction et de compression.

4.2. Instrumentation des essais

4.2.1. Extensométrie

L'étude du comportement mécanique de matériaux exige une mesure précise des déformations des éprouvettes sous l'effet d'une sollicitation mécanique. Afin de déterminer de telles déformations, plusieurs méthodes ont été utilisées. Parmi ces méthodes, on distingue les méthodes avec contact, telles que l'usage d'un extensomètre et de jauges de déformation, de la méthode sans contact qu'est la corrélation d'images numériques.

La totalité des essais de traction et de compression a été instrumentée à l'aide d'un système de corrélation d'images numériques. Une partie des essais de traction a également été instrumentée par un extensomètre et quelques éprouvettes ont également été dotées d'une jauge de déformation sur la face opposée à celle du mouchetis de la corrélation d'images numériques. La surface utile des éprouvettes de compression (30 mm x 30 mm) n'étant pas suffisante pour permettre la fixation de l'extensomètre de base 25 mm disponible à l'Onera (qui aurait par ailleurs été endommagé lors des essais), les essais de compression n'ont pu être instrumentés que par de la corrélation d'images

numériques et, pour certains, des jauges de déformation ont également été collées sur la face opposée à celle du mouchetis de la corrélation d'images numériques.

4.2.1.1. Mesures de déformations par corrélation d'images numériques

La corrélation d'images numériques (CIN) est une technique fondée sur la comparaison entre une image de référence, prise à l'état initial, et des images enregistrées successivement lorsque le matériau est soumis à une sollicitation mécanique. On peut distinguer deux types de corrélation d'images numériques : la corrélation 2D, qui permet de déterminer les déformations dans le plan de l'éprouvette, et la stéréo-corrélation (3D), qui donne, en plus accès, aux déplacements dans la troisième direction. Contrairement à la corrélation 2D, qui ne nécessite l'usage que d'une seule caméra CCD pour enregistrer les images numériques, la stéréo-corrélation nécessite l'usage de deux caméras, positionnées selon un angle bien précis. La méthode utilisée dans le cadre de cette thèse est la stéréo-corrélation. Le logiciel de CIN utilisé est *Vic-3D*. Les trois principales étapes consécutives de la CIN sont les suivantes :

- la préparation de l'éprouvette,
- l'enregistrement d'images à l'état initial et lorsque l'éprouvette est soumise à une sollicitation mécanique,
- le traitement des images afin d'obtenir les champs de déplacement et de déformation de l'éprouvette.

Le schéma de la Figure 24 présente le montage-type de stéréo-corrélation d'images. On pourra noter la présence de deux lampes qui assurent une luminosité constante et homogène au cours du temps.

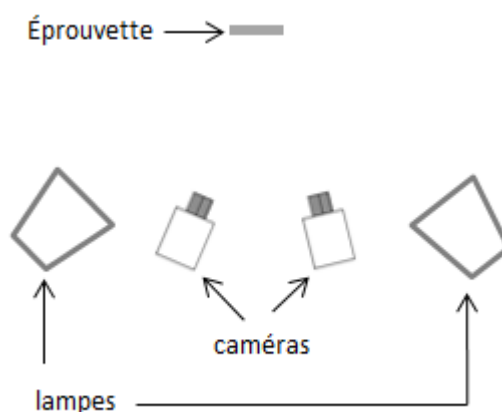


Figure 24 Schéma d'un montage-type de CIN 3D comprenant deux caméras CCD et deux lampes éclairant la surface de l'éprouvette à analyser.

La préparation de l'éprouvette consiste à déposer un mouchetis (aléatoire) sur la zone utile observée. Les éprouvettes alumine/alumine étant de couleur très claire (presque blanche), un mouchetis de couleur noire mate (appliqué grâce à un spray) est clairement visible sur la zone utile. Une éprouvette de traction à renfort bidimensionnel dont une partie de la surface, incluant la zone utile de 70 mm de long, a été couverte d'un mouchetis, est présentée en Figure 25.

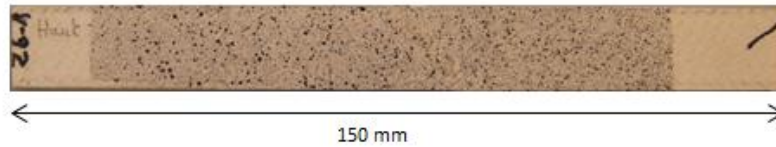


Figure 25 Mouchetis de peinture noire sur la surface d'une éprouvette de traction à renfort bidimensionnel.

La surface de l'éprouvette n'étant pas perpendiculaire aux axes optiques des deux caméras, le mouchetis apparaît déformé sur les images enregistrées. Il est donc nécessaire d'étalonner les caméras afin que les mesures de déplacements correspondent bien aux déplacements réels. Pour cela, une mire composée de points régulièrement espacés est utilisée. Des images de cette mire soumise à différentes rotations dans les trois directions de l'espace sont alors enregistrées et permettent l'étalonnage des caméras. Les caméras CCD permettent d'enregistrer des images avant le début de l'essai, *i.e.* sur l'éprouvette « saine », et pendant toute la durée de l'essai. Les caméras utilisées dans le cadre de cette thèse sont des caméras *Limess*. La précision est de 0,02 % pour des mesures de déformation.

La CIN consiste ensuite à comparer les points de chaque image avec ceux de l'image de référence. Pour cela, il faut d'abord déterminer la zone d'intérêt de l'image de référence qui servira à réaliser les calculs de corrélation. La sélection de la zone d'intérêt d'une éprouvette de traction à renfort tridimensionnel est donnée à titre d'exemple en Figure 26.

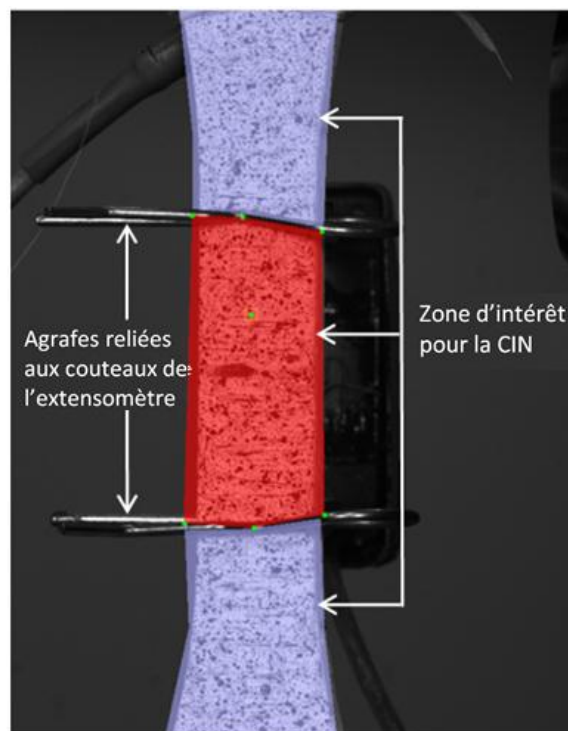


Figure 26 Sélection de la zone d'intérêt sur une éprouvette de traction à renfort tridimensionnel.

Un sous-ensemble (*subset*), dont la taille est fixée par l'utilisateur en fonction des dimensions de l'éprouvette et du mouchetis, est ensuite créé virtuellement. Le principe fondamental de la CIN est de retrouver la distribution des niveaux de gris d'un sous-ensemble d'une image donnée sur une autre image, après déformation. Ce principe est illustré sur la Figure 27 [47]. Les déplacements sont ensuite calculés pour des points de ce sous-ensemble afin d'obtenir le vecteur déplacement de ce sous-ensemble.

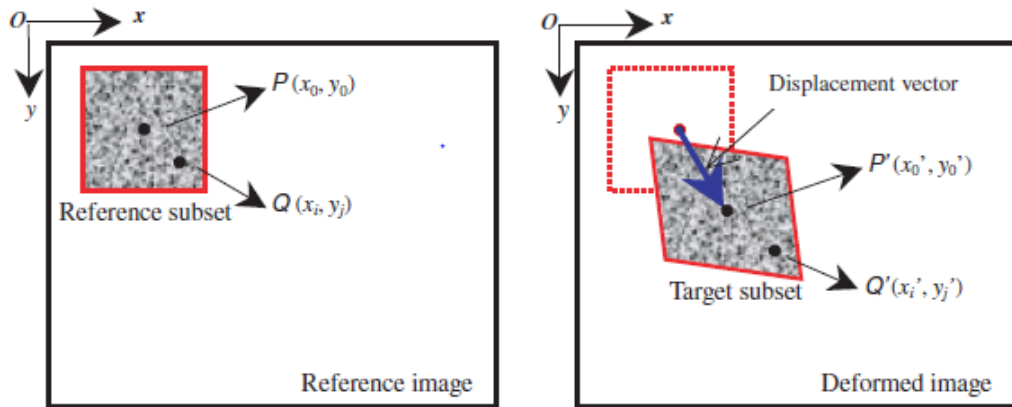


Figure 27 Détermination du déplacement par comparaison entre un sous-ensemble de référence (*reference subset*, à gauche) et le même sous-ensemble après déformation (*target subset*, à droite) [47].

La raison pour laquelle un sous ensemble est utilisé, alors qu'il pourrait sembler plus naturel d'utiliser un pixel, réside dans la plus grande complexité des niveaux de gris d'un sous-ensemble par rapport à un pixel. Un tel sous-ensemble est donc considéré comme unique et il est ainsi plus aisé de l'identifier sur une image déformée. Le sous-ensemble subit ensuite des translations de proche en proche dans chacune des directions du plan, de manière à ce que la totalité de la zone d'intérêt soit balayée. La distance de déplacement de chaque pixel est appelée pas (*step*). Dans notre cas, la taille des sous-ensembles a été fixée à $21 \times 21 \text{ pixel}^2$ et le pas à 5 pixels.

Afin de déterminer le degré de similarité entre le sous-ensemble de référence et le sous-ensemble déformé, différents critères de corrélation peuvent être utilisés. Le sous-ensemble déformé est défini comme étant le sous-ensemble pour lequel le coefficient de corrélation est maximal. Le vecteur déplacement est alors déterminé comme étant le vecteur reliant le point central du sous-ensemble de référence au point central du sous-ensemble déformé correspondant. Ce vecteur déplacement est représenté en bleu sur la Figure 27. L'ensemble des vecteurs de déplacement calculés pour une éprouvette donnée mentionnée dans la littérature est donnée à titre d'exemple en Figure 28.

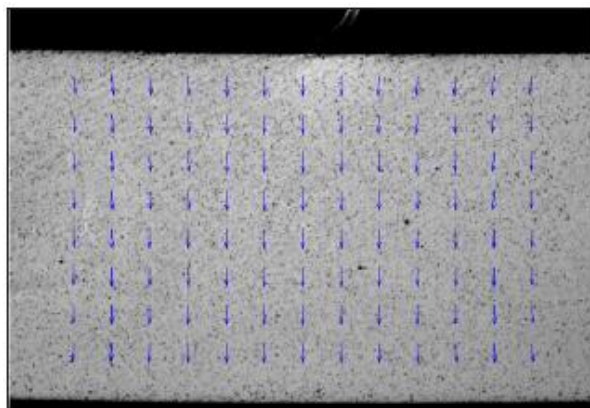


Figure 28 Vecteurs de déplacement calculés par CIN [47].

Dans le cas des éprouvettes oxyde/oxyde sollicitées en traction ou en compression, les champs de déplacements sont calculés pour une zone correspondant à la quasi-totalité de la zone utile de l'éprouvette. Afin de ne pas tenir compte des effets de bord, les bords d'éprouvettes ne sont pas pris en compte dans la définition de cette zone. La stéréo-corrélation consiste ensuite à « croiser » les informations enregistrées simultanément par chacune des deux caméras. La présence de deux caméras orientées différemment par rapport à la surface à observer permet de mesurer les déplacements dans la troisième direction.

Une fois le champ de déformation calculé pour toute la zone prédéfinie, il est possible de créer une jauge virtuelle ou un extensomètre virtuel.

Dans le cas d'une jauge virtuelle, il est possible de définir une jauge aux dimensions souhaitées, en tenant compte du volume élémentaire représentatif des renforts tissés utilisés (8 mm x 8 mm dans le cas du matériau à renfort bidimensionnel). Des déformations moyennes sont alors calculées pour la zone correspondant à cette jauge. Dans le cas des éprouvettes étudiées, les jauges avaient une largeur légèrement inférieure à celle de l'éprouvette et une longueur (i) inférieure à la distance inter-couteaux lorsqu'un extensomètre a été utilisé ou (ii) légèrement inférieure à celle de l'éprouvette.

Dans le cas d'un extensomètre virtuel, il faut choisir deux points entre lesquels la déformation est calculée. Dans le cadre de cette thèse, un extensomètre virtuel a été utilisé dans le cas d'essais de traction. Il s'agit en effet des seuls essais pour lesquels un extensomètre à couteaux (cf. 4.2.1.3) a été utilisé et, afin de pouvoir comparer les valeurs de déformations obtenues avec les deux techniques, la longueur de l'extensomètre virtuel était comprise entre 23 et 24 mm, longueur légèrement inférieure à la base de l'extensomètre à couteaux utilisé (25 mm). Ceci permettait en effet de placer l'extensomètre virtuel « entre » les deux agrafes maintenant les couteaux de l'extensomètre physique, dans le cas où les deux méthodes ont été utilisées.

La Figure 29 représente une éprouvette de traction à renfort tridimensionnel sur laquelle une jauge virtuelle et un extensomètre virtuel ont été créés, après calcul des champs de déplacement par le logiciel de stéréo-corrélation.

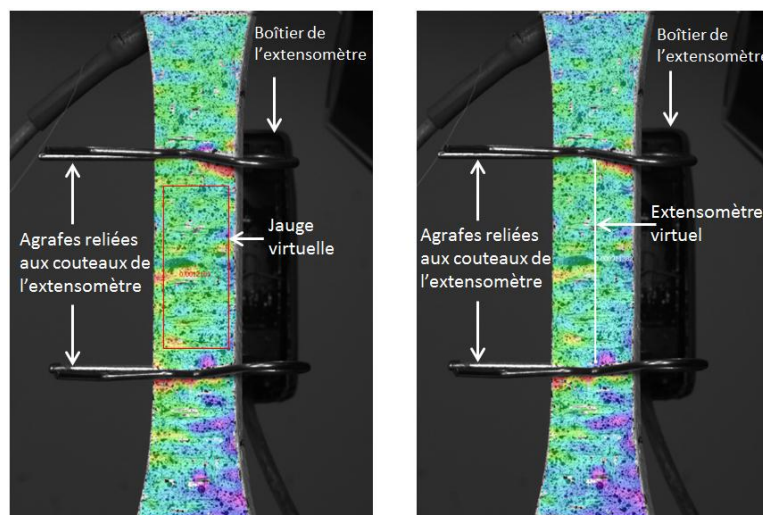


Figure 29 Jauge virtuelle et extensomètre virtuel définis sur une éprouvette de traction à renfort tridimensionnel, après calcul des champs de déplacement.

4.2.1.2. Mesures de déformation avec une jauge de déformation

La technique des extensomètres à fils résistants, appelés également *jauges à résistance électrique* ou, plus communément, *jauges de déformation*, est une méthode d'extensométrie indirecte. Les jauges de déformation, collées directement sur la surface dont on cherche à mesurer les déformations, sont constituées d'un fil fin résistif enroulé selon une direction préférentielle sous forme de spires et fixé sur un isolant électrique. Sous l'effet d'une sollicitation mécanique, le fil se déforme de la même manière que l'éprouvette, ce qui modifie sa résistance électrique.

L'équation permettant de relier la déformation et la variation de résistance est la suivante :

$$S = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\frac{\Delta L}{L_0}} = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\varepsilon} \quad \text{Équation 8}$$

où S est la sensibilité du matériau (également appelée *facteur de jauge*), R_0 et L_0 sont, respectivement les résistance et longueur initiales, et $\frac{\Delta R}{R_0}$ et $\frac{\Delta L}{L_0} = \varepsilon$ sont, respectivement, les variations relatives de résistance et de longueur (*i.e.* la déformation). La sensibilité du matériau, S , dépend de plusieurs facteurs, notamment de la température.

Les jauges de déformation ne permettant d'accéder qu'aux déformations dans une seule direction, il est important de veiller à ce qu'elles soient bien collées et orientées sur les éprouvettes. Les jauges de déformation à un seul élément sont, par ailleurs, à usage unique. Il existe différentes tailles et différents types de jauges de déformation, réalisées à partir de matériaux différents. Dans le cadre de cette thèse sont utilisées des jauges CEA-06-250UW-350 en constantan fixées aux éprouvettes par une colle M-Bond 200. Ces deux produits sont commercialisés par *Vishay Precision Group*. Des jauges de déformation dont les grilles mesuraient 6,35 mm x 4,57 mm ont été utilisées. Malgré la petite taille de la grille, inférieure au volume élémentaire représentatif des renforts tissés utilisés (8 mm x 8 mm dans le cas du matériau à renfort bidimensionnel), les résultats obtenus avec les jauges de déformation sont en accord avec les résultats obtenus par corrélation d'images numériques ou avec un extensomètre.

4.2.1.3. Mesure de déformation avec un extensomètre de contact

L'extensomètre utilisé, de base 25 mm, commercialisé par *Schenck*, est de type *DSA 25/10M*. Il permet de déterminer des allongements axiaux de $\pm 1,25$ mm.

L'extensomètre utilisé est muni d'un ressort de précision en forme de U sur lequel sont fixées des jauges de déformation : la déformation du ressort entraîne celle des jauges. L'extensomètre est fixé sur l'éprouvette sollicitée à l'aide de deux agrafes reliées aux couteaux, comme présenté en Figure 29, chacun des couteaux étant relié à l'une des extrémités du ressort de précision. L'allongement de l'éprouvette entraîne donc le déplacement des couteaux, qui entraînent eux-mêmes le ressort de précision : on peut ainsi mesurer les déformations de l'éprouvette.

4.2.2. Suivi d'endommagement par émission acoustique

L'émission acoustique (EA) est définie dans la norme NF A 09-350 comme étant un « phénomène de libération d'énergie élastique sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein d'un matériau durant des processus dynamiques de déformation ». En effet, sous l'effet d'une sollicitation mécanique, les matériaux sont sujets à des modifications internes, en général de l'endommagement, qui s'accompagnent d'émission acoustique. La technique d'EA consiste à détecter les ondes qui se forment pour en extraire des informations sur le comportement mécanique des matériaux [48]. L'analyse des signaux et la connaissance des mécanismes d'endommagement peuvent permettre d'établir un lien entre les signaux et les mécanismes d'endommagement qui leur correspondent. On distingue deux types de signaux : l'émission *continue*, qui n'est pas utilisée en milieu industriel, et l'émission *discrète*. Cette dernière est constituée de salves transitoires de courte durée, aléatoires, de faible énergie, faible amplitude et de contenu en fréquence très large.

Il est à noter que l'émission acoustique est un phénomène irréversible : après une sollicitation mécanique, l'activité acoustique est nulle (ou très faible) tant que le niveau local de contrainte ne dépasse pas le niveau de contrainte précédemment atteint. Ce phénomène est connu sous le nom d'effet Kaiser. Les mécanismes d'endommagement des matériaux composites sources d'émission acoustique sont principalement : la fissuration de la matrice, les décohésions fibre/matrice, les ruptures de fibres et le délaminage. L'émissivité d'une structure peut être influencée par les caractéristiques intrinsèques du matériau (telles que les porosités, la taille des grains, l'orientation des fibres, etc.) ainsi que les conditions de sollicitation (effet Kaiser, vitesse de chargement, etc.). Les phénomènes sources d'activité acoustique peuvent être à l'origine d'ondes longitudinales ou transversales. Les capteurs convertissent les grandeurs vibratoires en signaux électriques. Afin d'être traités, ces signaux sont préamplifiés une première fois, et éventuellement filtrés afin d'éliminer les signaux parasites, puis amplifiés pour être analysés. D'autres filtres peuvent ensuite être appliqués.

Dans le cadre de cette thèse, les éprouvettes ont été instrumentées avec un ou deux capteurs de type *Nano30* (*Physical Acoustics Corporation*) de 8 mm de diamètre, couplés au matériau par de la graisse silicone. Un ruban de Teflon™ enroulé autour de l'éprouvette permet de maintenir le capteur contre l'éprouvette. Les acquisitions ont été effectuées à l'aide du système d'acquisition *AEwin™*, avec une préamplification de 20 dB. Le seuil de détection a été fixé à 20 dB et les vitesses de propagation des ondes ont été déterminées dans les directions 0°, 90° et $\pm 45^\circ$ sur les matériaux à renfort bi- et tridimensionnel. La présence d'un second capteur sur l'éprouvette permet, connaissant la vitesse de propagation des ondes, de localiser les salves acoustiques (appelées dans ce cas *événements*) et, par là même, l'endommagement.

4.2.3. Microscopie optique

Un microscope optique, relié à une caméra CCD, a été utilisé lors des essais pour balayer la tranche des éprouvettes sous sollicitation mécanique dans le but de détecter de l'endommagement, notamment des fissures. Cette méthode, couramment utilisée à l'Onera pour les CMO, n'a malheureusement pas été concluante dans le cas des oxyde/oxyde : des fissures n'ont été observées que sur très peu d'éprouvettes, qui plus est en fin d'essai, alors que nous espérons que cette méthode nous permettrait d'avoir une indication quant au seuil d'endommagement du matériau.

4.3. Mise au point d'une technique d'essais de traction *in situ* dans un MEB

Des observations *post mortem* réalisées sur des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte ont permis d'émettre des hypothèses quant aux mécanismes d'endommagement des matériaux à renforts bi- et tridimensionnels. Le MEB utilisé pour de telles observations est un MEB *DSM962* commercialisé par *Zeiss*. Afin de vérifier la validité des hypothèses émises à partir de ces observations au MEB, notamment celles concernant la chronologie des événements, des essais de traction ont été réalisés *in situ* dans un MEB. Cette technique permet en effet d'observer en temps réel la propagation de l'endommagement dans une éprouvette sollicitée mécaniquement. De plus, l'enregistrement des micrographies de la zone d'observation par une caméra permet de réaliser un film.

Les essais et les travaux concernant le traitement informatique des images ont été réalisés au laboratoire de microscopie du Département des Matériaux et Structures Métalliques (DMSM) de l'Onera, par l'équipe de microscopie de ce même département.

La platine de sollicitation mécanique, de type *MICROTEST 2KN* et développée par *Deben*, a été utilisée dans un MEB *Zeiss DSM960*. La platine permet une sollicitation symétrique : les deux mors sont mis en mouvement par une double vis qui assure la symétrie du déplacement de chaque mors. La capacité maximale de la platine est de 2 kN. Cette platine permet des sollicitations horizontales en traction, compression et flexion 3 et 4 points. Les éprouvettes doivent être de petites dimensions : leur longueur doit être de l'ordre de 40 mm. La longueur maximale quand les mors sont écartés est de 45 mm. La longueur d'éprouvette dépend de la déformation que l'on souhaite imposer tandis que la section de l'éprouvette définit le niveau de contrainte que l'on souhaite atteindre. Dans le cadre de cette thèse, seuls des essais de traction ont été réalisés. En effet, le parallélisme des faces des éprouvettes étant particulièrement important pour des essais de compression, il n'a pas été possible de réaliser ce type d'essai *in situ* compte-tenu des petites dimensions des éprouvettes.

Le montage d'origine sur cette platine était initialement prévu pour des essais sur des matériaux métalliques et il a été nécessaire de l'adapter au cas des CMC. Le montage préexistant nécessitait en effet d'utiliser des éprouvettes de type haltère doublement percées dans chacune des têtes (Figure 30). L'usinage d'éprouvettes de type haltère de si petite taille, et surtout leur perçage, risque d'endommager les éprouvettes CMC. Qui plus est, un tel montage de la platine de sollicitation mécanique dans le MEB ne permet d'observer que la surface des éprouvettes. Or, dans le cas d'un matériau composite, il est nécessaire de pouvoir réaliser une observation sur chant lorsque l'on s'intéresse aux mécanismes d'endommagement inter- et intra-plis.

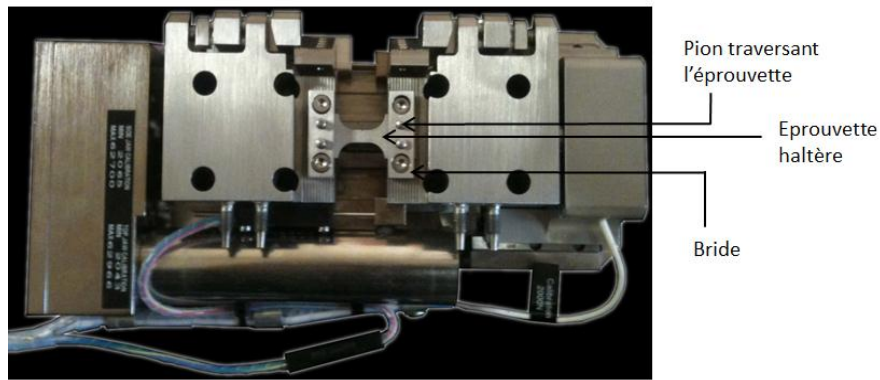


Figure 30 Montage initial pour essais de traction *in situ* dans un MEB.

Le montage a été mis au point grâce aux essais macroscopiques réalisés sur le matériau à renfort bidimensionnel. De nouveaux mors ont été étudiés et réalisés afin de pouvoir solliciter des éprouvettes de type barreau observées sur chant. Le schéma de l'ensemble mors-éprouvette est présenté en Figure 31.

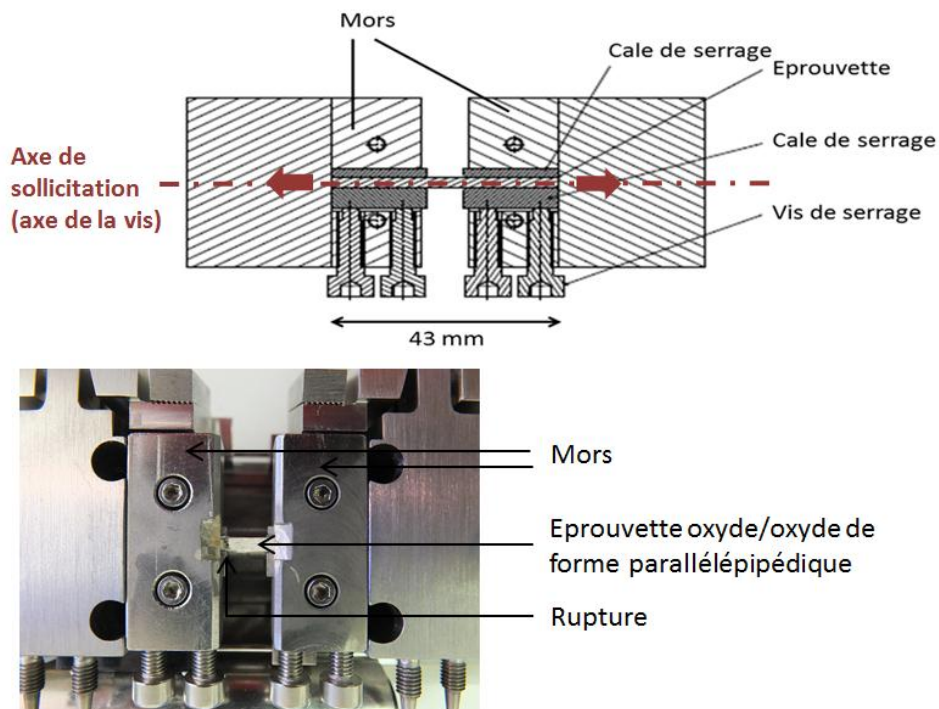


Figure 31 Montage pour essais de traction *in situ* dans un MEB pour des oxyde/oxyde. Coupe à mi-hauteur de l'éprouvette observée sur chant (Bureau d'études Onera, DMSC) et photo du montage.

Afin de pouvoir atteindre la rupture, compte-tenu de la dimension des mors, de la capacité maximale de la platine et de l'épaisseur des plaques à renfort bidimensionnel, les éprouvettes sollicitées en traction mesuraient environ 3 mm de large, 43 mm de long et environ 2,3 mm d'épaisseur (selon l'épaisseur des plaques).

Des cales de serrage aux dimensions adaptées à notre montage ont été utilisées pour assurer le centrage de l'éprouvette sollicitée par rapport à la vis de mise en mouvement des mors. Pour chacun des deux mors, deux vis de serrage permettent de maintenir les éprouvettes dans les mors et de leur transmettre la sollicitation mécanique exercée par ces derniers. Une des cales de serrage (Figure 31) a la particularité d'être plus épaisse que large : cela permet d'éviter les phénomènes de déformations sous l'effet du serrage des vis, qui sollicite la cale en flexion.

Afin d'éviter d'endommager les éprouvettes dans les mors, des feuillards d'aluminium recuit de 0,15 mm d'épaisseur, identiques à ceux utilisés pour les essais « macroscopiques », ont été utilisés. Ces feuillards, qui ont la particularité d'être très ductiles, permettent en effet de serrer sans abîmer le composite. Qui plus est, ils assurent une répartition homogène des forces de serrage sur les têtes d'éprouvettes.

Des phénomènes de glissement ayant été observés sur les premiers essais réalisés, le couple de serrage a été légèrement augmenté, mais cela a endommagé les éprouvettes qui cassaient alors dans les mors, sous une vis de serrage, et ce malgré la présence de l'aluminium recuit. Le matériau céramique étudié est en effet peu résistant à une sollicitation en compression dans le sens de l'épaisseur (sollicitation hors plan). Ainsi, afin de pouvoir appliquer un couple de serrage qui soit à la fois suffisamment élevé pour éviter le glissement et qui n'endommage pas les éprouvettes, nous avons décidé de renforcer la partie des éprouvettes située dans les mors.

La première étape a été de coller des talons d'aluminium de 1,5 mm d'épaisseur directement sur les éprouvettes, ce qui aurait permis d'augmenter le couple de serrage, et ainsi d'éviter le glissement, sans endommager les éprouvettes. La colle utilisée est une colle époxyde structurale *Scotch-Weld™ 9323 BA* commercialisée par 3M. L'ajout de talons collés, augmentant la section au niveau des têtes, a également pour effet d'induire une concentration de contrainte au niveau de la zone utile de l'éprouvette, ce qui aurait pu éviter la rupture de l'éprouvette dans les mors. Plusieurs essais ont été réalisés mais cela n'a pas été concluant. Les éprouvettes se sont en effet rompues au ras des mors, ce qui correspondait également au ras des talons et à la zone de concentration de contrainte. Il a alors été décidé de renforcer les têtes d'éprouvettes destinées à être serrées dans les mors, par un enrobage de nickel par dépôt électrolytique. Cette technique a déjà été utilisée à l'Onera dans le cadre d'une étude sur les SiC/SiC. Seule la zone utile des éprouvettes, d'une longueur de 10 mm, n'est pas recouverte de nickel. Une éprouvette avec enrobage de nickel, après élaboration, est présentée en Figure 32.

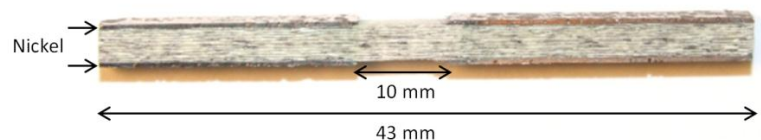


Figure 32 Éprouvette de traction *in situ* à renfort bidimensionnel avec dépôt de nickel (environ 0,4 mm d'épaisseur).

L'enrobage de nickel se fait en deux étapes : la première consiste à faire un dépôt chimique de cuivre et la seconde à effectuer un dépôt de nickel par électrolyse. Le dépôt préalable de cuivre permet d'assurer la formation d'un dépôt conducteur sur le composite pour pouvoir réaliser le dépôt de nickel. Cette dernière étape nécessite de laisser les éprouvettes environ une nuit dans un bain électrolytique. Des observations au MEB, dont l'une est présentée en Figure 33, ont montré que le nickel pénétrait peu, voire pas du tout, dans les éprouvettes.

Par ailleurs, la planéité des éprouvettes avec dépôt de nickel est assurée par un polissage mécanique.

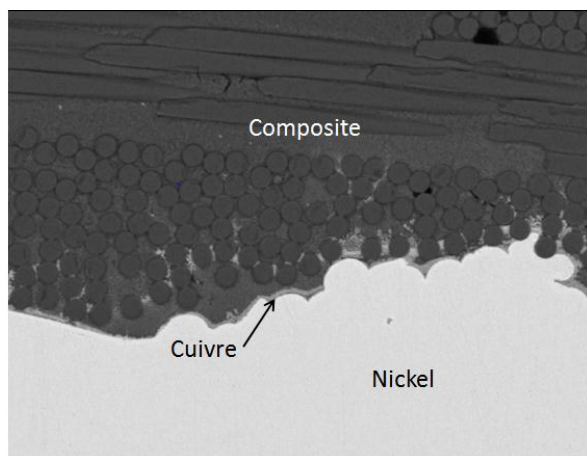


Figure 33 Observation au MEB d'une coupe d'éprouvette et d'un dépôt de nickel : le nickel pénètre peu dans l'éprouvette.

Lors des premiers essais réalisés sur les éprouvettes avec enrobage de nickel, un couple de serrage trop faible a été à l'origine de glissement dans les mors. Afin de déterminer le couple maximal de serrage permettant à la fois d'éviter le glissement et l'endommagement des éprouvettes, une éprouvette a été soumise à différents couples de serrage ; pour chaque couple de serrage, des observations au MEB ont été réalisées afin de déterminer le couple maximal applicable avant de commencer à endommager le matériau. Il a ainsi été possible d'atteindre la rupture des éprouvettes dans la zone utile. Par ailleurs, malgré la faible pénétration du nickel au sein de l'éprouvette (cf. Figure 33), il n'y a pas eu de glissement de l'éprouvette dans son manchon de nickel. Par ailleurs, afin de limiter le risque de glissement des éprouvettes enrobées de nickel dans les mors, des stries perpendiculaires à la direction de sollicitation des éprouvettes ont été réalisées par polissage. Des feuillards d'aluminium ont également été utilisés avec ce type d'éprouvette afin d'éviter de les endommager par le serrage. Malgré la présence de nickel, des problèmes de glissement sont survenus sur certaines éprouvettes. Nous avons alors eu recours à l'usage de talons en aluminium recuit, d'épaisseur (0,3 mm) deux fois plus importante que celle utilisée lors des premiers essais. Le couple de serrage appliqué, valant la valeur maximale avant endommagement déterminée par les essais avec nickel (2,2 N.m), associé aux talons d'aluminium recuit, a permis de réaliser des essais sans problème de glissement.

Une fois le montage de sollicitation mécanique mis au point, il a été nécessaire de choisir les paramètres d'observation et d'acquisition du MEB adaptés à notre cas, à savoir le suivi d'endommagement en temps réel.

Comme nous souhaitions observer toute la largeur de l'éprouvette (ce qui correspond à la hauteur sur les micrographies), nous avons choisi un grandissement compris entre $\times 40$ et $\times 50$. Un tel grandissement est disponible sur un microscope optique, mais seule la profondeur de champ élevée d'un MEB permet de faire des observations de bonne qualité et exploitables. Pour un grandissement de cet ordre, la zone observée mesurait ainsi environ 2,5 mm x 2,5 mm. Afin de bien visualiser les contrastes sur les images, ces dernières ont été réalisées en utilisant les électrons rétrodiffusés (*Back Scattered Electrons, BSE*).

La résolution des images a par ailleurs été conditionnée par la taille des fibres : comme nous souhaitions pouvoir suivre l'endommagement, et notamment la propagation de fissures autour des fibres, il a été décidé que le diamètre des fibres, d'une dizaine de micromètres, devait être « couvert » par au moins 10 pixels. Cela nous a amenés à avoir une résolution d'environ $1 \text{ pixel} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ et la taille des images a été fixée à $2000 \times 2000 \text{ pixel}^2$.

Le temps d'acquisition des images étant de $1 \mu\text{s} \cdot \text{pixel}^{-1}$, il faut 4 s pour acquérir une image. Ce temps d'acquisition a permis de définir une vitesse de sollicitation mécanique qui permette

d'observer continuellement la zone sollicitée. La vitesse de sollicitation a ainsi été fixée à $33 \mu\text{m}.\text{min}^{-1}$ (soit $0,55 \mu\text{m}.\text{s}^{-1}$).

Le logiciel de pilotage de la platine (*MICROTEST*), ainsi que les logiciels qui permettent d'acquérir les images auxquels il est couplé (*Diasem* et *Camelot*, logiciels internes Onera), permettent de définir différents niveaux de contrainte auxquels la sollicitation mécanique est maintenue à une force constante ; cela permet de balayer et d'acquérir des images de la totalité de la zone utile de l'éprouvette. Une image « grand champ » est ensuite reconstruite à partir des différentes images enregistrées (logiciel interne Onera, *Adia+*). La comparaison entre une image à l'état initial et les images acquises à différents niveaux de contrainte permet ensuite de suivre l'endommagement de l'éprouvette. Il est également possible, comme cela a déjà été mentionné, de suivre l'endommagement « en direct » de la zone d'observation du MEB au cours de l'essai.

Enfin, comme pour toutes les observations au MEB réalisées dans le cadre de cette thèse, il est nécessaire de polir la tranche de l'éprouvette à observer. Le matériau étant très poreux, le polissage a pour effet de creuser la matrice poreuse, et donc peu dense, sans pour autant bien polir les fibres plus denses. D'une part, cela peut endommager le matériau, et, d'autre part, la surface obtenue n'est pas parfaitement plane. Le polissage peut également avoir pour effet d'arracher de la matière, en général de la matrice. Afin de pallier ces problèmes, dans le cas d'éprouvettes observées après élaboration ou *post mortem*, les matériaux ont été enrobés d'une résine polymère. Cela a pour effet de « figer » le matériau, qu'il est ensuite possible de polir sans endommager la matrice. Cependant, dans le cas d'essais *in situ*, il n'est évidemment pas possible d'enrober les éprouvettes de résine avant sollicitation mécanique. Ces éprouvettes ont donc été polies sans enrobage, avec un soin particulier. Dans les deux cas, avec et sans enrobage de résine, sept étapes de polissage successives ont été nécessaires.

Dans le cas d'observations au MEB *post mortem* et sur éprouvettes après élaboration, le matériau n'étant pas conducteur, un dépôt de carbone permet d'assurer la circulation des électrons. Dans le cas d'essais de traction *in situ*, c'est un dépôt d'or, d'épaisseur avoisinant les 27 nm, qui est réalisé sur la face à observer. Nous avons préféré faire un dépôt d'or plutôt qu'un dépôt de carbone car, sous l'effet de la sollicitation mécanique, le dépôt d'or présente l'avantage de se déformer en même temps que l'éprouvette, contrairement au dépôt de carbone qui se craquèle. Ainsi, même sous sollicitation mécanique, la conductivité électrique est assurée par le dépôt d'or.

Il faut noter que, la largeur des éprouvettes étant inférieure à celle d'un pas de renfort tissé dans le sens de la largeur (8 mm), les résultats obtenus doivent être traités avec précaution. Ils pourraient en effet ne pas être représentatifs de ceux obtenus sur le matériau à l'échelle macroscopique. Ce type d'essai reste néanmoins intéressant, notamment pour déterminer la chronologie des divers endommagements.

5. MESURES DES DÉFORMATIONS THERMIQUES DE CMC OXYDE/OXYDE

La dilatométrie, ou *ThermoMechanical Analysis*, a été utilisée pour mesurer, d'une part, les retraits de frittage du matériau lors de son élaboration et, d'autre part, l'évolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température. Cette dernière information est en effet nécessaire à la construction d'un modèle d'endommagement simplifié qui sera capable de prévoir, à terme, le comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde à des températures élevées (pour rappel, la température d'utilisation visée des CMC Nextel™610/alumine se situe aujourd'hui autour de 700-800°C). Le retrait de la matrice au cours du frittage a également été mesuré. Le cycle de frittage imposé lors des mesures est identique au traitement thermique utilisé lors de la phase d'élaboration des CMC étudiés.

Le dilatomètre disponible à l'Onera est un dilatomètre vertical muni d'un capteur de déplacement LVDT de type *Setsys Evolution 18 SETARAM*. Cet appareil permet d'effectuer des mesures dans des atmosphères d'argon, d'azote, d'air (statique ou balayage). Suivant les températures que l'on souhaite imposer, deux montages sont disponibles. L'un, en silice, permet d'effectuer des mesures à des températures pouvant aller jusqu'à 1000°C tandis que le second montage, en alumine, permet d'atteindre 1700°C.

Une analyse dilatométrique consiste à placer un échantillon sous un palpeur relié à un capteur de déplacement LVDT. Ces deux éléments sont en contact (cf. Figure 34.a). Sous l'effet de la température, le matériau se dilate ou se contracte, ce qui entraîne un déplacement du palpeur, mesuré par le capteur LVDT. Il est ainsi possible de déterminer le coefficient de dilatation thermique ou le retrait de frittage d'un échantillon en fonction de la température (ou du cycle thermique) imposée. Des déplacements des échantillons de ± 2 mm peuvent être mesurés avec une précision de $0,01 \mu\text{m}$.

Un schéma du dilatomètre est présenté en Figure 34.b.

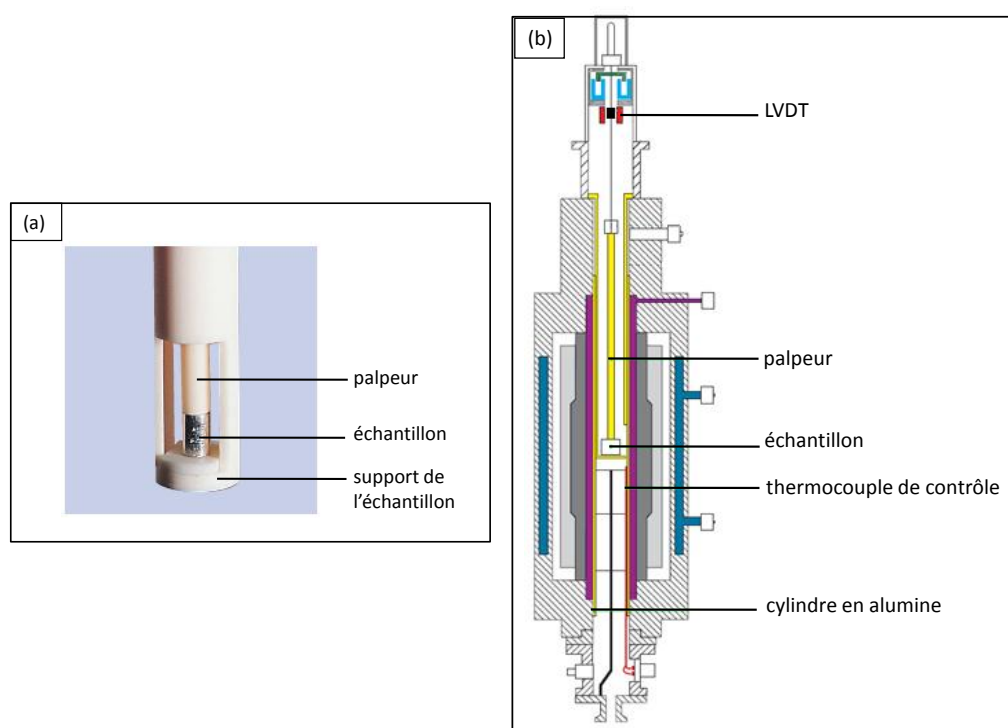


Figure 34 a. Échantillon posé sur son support et en contact avec le palpeur. b. Schéma du dilatomètre Setsys Evolution 18 SETARAM disponible à l'Onera [49].

Les échantillons doivent avoir un diamètre maximal de 10 mm et une hauteur maximale de 20 mm. Afin de déterminer le coefficient de dilatation thermique des CMC dans la direction des fibres, des échantillons parallélépipédiques de dimensions (10-15) mm x (4-5) mm x *épaisseur* ont été utilisés. La vitesse de chauffe imposée peut varier entre $0,01^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$ et $100^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$. Dans notre cas, la vitesse pour les mesures de coefficient de dilatation thermique valait $5^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$. Les mesures ont été effectuées sous balayage d'air (20 ou $40 \text{ ml}.\text{min}^{-1}$).

Chapitre 3 : Caractérisation du comportement mécanique et étude des mécanismes d'endommagement d'un CMC alumine/alumine à renfort tissé bidimensionnel

Comme mentionné dans l'introduction de ce mémoire de thèse, des essais de caractérisation mécanique d'un CMC alumine/alumine à renfort tissé bidimensionnel ont été réalisés dans le but, d'une part, d'évaluer les performances de ce matériau développé à l'Onera et, d'autre part, de développer un modèle d'endommagement simplifié qui permette d'en poursuivre le développement.

Le comportement mécanique d'un matériau dépendant de sa microstructure, une étude morphologique a été réalisée sur le matériau après élaboration.

Afin, notamment, de vérifier que le taux de porosité du matériau soit bien dans l'intervalle de porosité requis pour avoir un CMC à matrice faible, des mesures de porosité par poussée d'Archimède dans de l'eau et par intrusion de mercure ont été réalisées. La porosimétrie par intrusion de mercure présente l'avantage de renseigner sur la distribution des pores selon leur taille, information pouvant être utile lorsque l'on cherche à déterminer les mécanismes d'endommagement d'un matériau.

Nous avons en outre eu recours à des techniques de CND, et plus particulièrement des analyses par thermographie IR et ultrasonore pour contrôler les plaques après élaboration (avant découpe d'éprouvettes) et détecter un éventuel endommagement initial des matériaux.

Le comportement mécanique du matériau Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel a été caractérisé pour des sollicitations en traction, en compression et en cisaillement interlaminaire. Dans ce dernier cas, des essais de flexion trois points entre appuis rapprochés ainsi que des essais de torsion ont été réalisés.

La compréhension des mécanismes d'endommagement a pu se faire grâce à des observations au MEB. Afin de déterminer les mécanismes d'endommagement du matériau soumis à une sollicitation en traction ou en compression, il a été nécessaire de comparer des micrographies réalisées sur le matériau après élaboration et sur des coupes d'éprouvettes soumises à différents niveaux de contraintes. L'analyse de la microstructure a également pour vocation de mettre en évidence les points faibles du matériau et ainsi fournir d'éventuels axes d'amélioration. Dans le but de vérifier les hypothèses émises sur les mécanismes d'endommagement, et plus particulièrement leur chronologie, des essais de traction ont été réalisés *in situ* dans un MEB.

Enfin, une comparaison entre les propriétés mécaniques du matériau Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel élaboré à l'Onera et celles disponibles dans la littérature a permis de situer le matériau développé à l'Onera par rapport à d'autres CMC oxyde/oxyde à matrice microporeuse ayant fait l'objet de publications.

Dans la suite du mémoire, les éprouvettes sont référencées comme suit : P-E où P et E correspondent, respectivement, au numéro de la plaque dans laquelle l'éprouvette a été découpée et au numéro de l'éprouvette. Lorsqu'une seule référence est donnée, il s'agit du numéro de la plaque.

Les différents modules mentionnés dans ce mémoire, à savoir les modules de Young, apparent, tangent et sécant sont représentés sur la Figure 35. Le module de Young, ou module initial, est la pente à l'origine de la courbe contrainte-déformation. Le changement de pente initial indique le seuil d'endommagement du matériau et la sortie du domaine élastique. Le module sécant est utilisé

notamment pour déterminer les pertes de module entre deux cycles dans le cas d'essais de traction incrémentale.

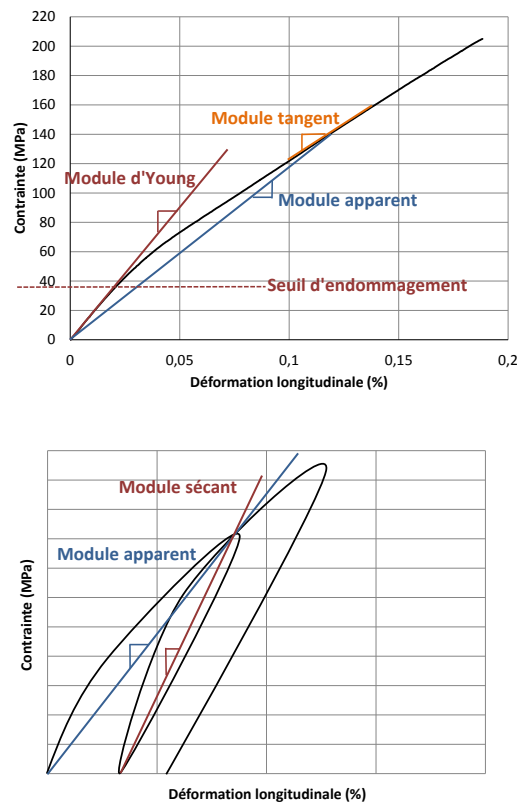


Figure 35 Représentation des modules de Young, apparent, tangent et sécant.

Les modules de cisaillement plan G_{xy} , déterminés à partir d'essais dans la direction $\pm 45^\circ$, sont par ailleurs calculés à partir de la formule suivante :

$$G_{xy} = \frac{F_{yy}}{2 \, el \, (\varepsilon_{yy} - \varepsilon_{xx})} \quad \text{Équation 9}$$

où F_{yy} est la force unidirectionnelle appliquée dans la direction de sollicitation (Oy) (direction verticale), e et l sont, respectivement, l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette, ε_{yy} et ε_{xx} sont, respectivement, les déformations longitudinale et transversale de l'éprouvette. Ces déformations doivent appartenir au domaine élastique commun entre les courbes contrainte-déformation longitudinale et contrainte-déformation transversale.

1. CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE ET DES COEFFICIENTS DE DILATATION THERMIQUE D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TISSÉ BIDIMENSIONNEL APRÈS ÉLABORATION

Les résultats obtenus par des techniques de caractérisation morphologique ainsi que les endommagements initiaux présents sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel après élaboration sont présentés dans les paragraphes suivants.

1.1. Caractérisation morphologique

1.1.1. Microstructure du CMC Nextel™610/alumine après élaboration

Des observations au MEB réalisées sur des matériaux Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel ont permis de mettre en évidence la microstructure de ce matériau.

Sur ce CMC, on distingue deux types de porosité : la macroporosité et la microporosité matricielle. La macroporosité est constituée de macropores (cf. Figure 36.a), qui correspondent en fait à des « vides », tandis que la microporosité (cf. Figure 36.b) est constituée de micropores interconnectés situés entre les grains de matrice (et concerne toutes les zones matricielles). C'est cette microporosité qui octroie à la matrice son caractère « faible » et confère au CMC une contrainte à rupture assez élevée (cf. 1.2). La taille des microporosités dépend principalement de la taille des grains d'alumine ainsi que du traitement thermique (frittage) subi par cette poudre.

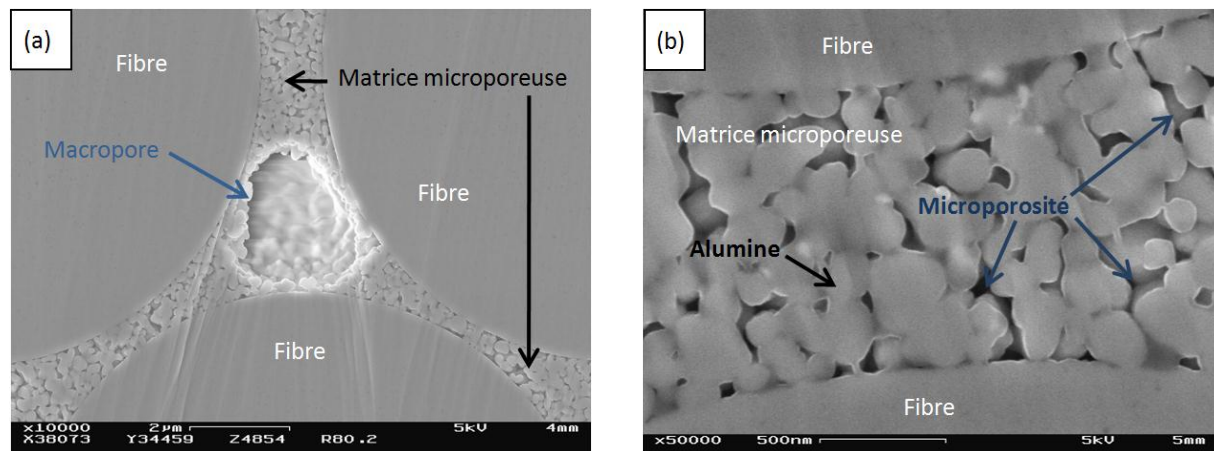


Figure 36 Observations au MEB, après polissage ionique, de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel. a. Macropore entre des fibres. b. Microporosité matricielle.

On distingue deux types de macropores dans le matériau, inter-plis et intra-plis, situés principalement dans les zones riches en matrice. Les macropores inter-plis, visibles en Figure 38.a, risquent, sous l'effet d'une sollicitation mécanique, de faciliter et d'accroître le délaminage du matériau. Ces macropores sont dus au procédé d'élaboration et ont des formes et des dimensions très variables, pouvant aller de 2 µm (cf. Figure 36.a) à plusieurs millimètres (cf. Figure 38.a et Figure 38.b). Des observations à des grossissements supérieurs ont montré que, malgré la présence de nombreux macropores inter-plis et intra-plis, les torons sont, de manière générale, bien imprégnés de matrice, comme en témoignent les micrographies présentées en Figure 38.b et Figure 38.d. On observe cependant des manques de matrice au sein de quelques torons, comme cela est visible en Figure 38.c.

On observe par ailleurs de nombreuses fissures matricielles dans le matériau, dues au séchage et au pressage lors de la phase d'élaboration des plaques de composites ainsi qu'au retrait de frittage de l'alumine lors du traitement thermique du matériau. La distance entre les lèvres des fissures est

comprise entre 3 et 16 μm avec une valeur moyenne d'environ 6 μm . Les courbes de frittage de la matrice seule ainsi que du CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel, dans le sens de l'épaisseur et dans la direction des fibres, obtenues à partir d'un traitement thermique identique à celui subi par le matériau lors de l'élaboration, sont présentées en Figure 37. Un important retrait de frittage est observé suite au traitement thermique de la matrice seule et du composite (dans le sens de l'épaisseur). Un retrait de frittage, moins important, est également observé dans une direction perpendiculaire à celle des plis.

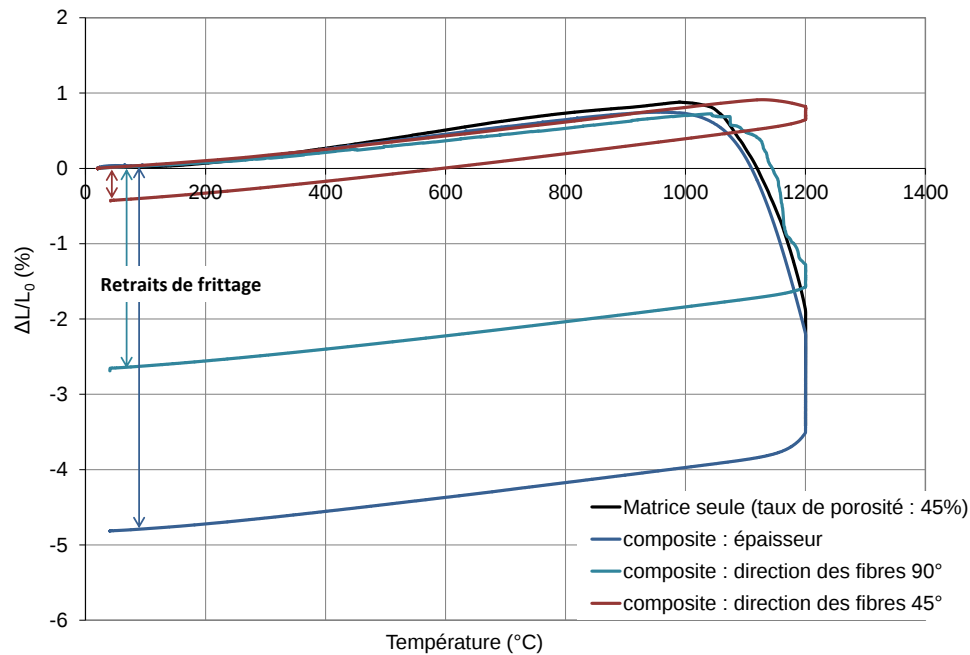


Figure 37 Courbes de frittage, obtenues pour un traitement thermique identique à celui utilisé lors de l'élaboration de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel. $\Delta L = L - L_0$ est la variation de longueur de l'éprouvette, où L_0 est sa longueur initiale et L la longueur mesurée lors du traitement thermique.

Les fissures matricielles observées sur le matériau après élaboration peuvent également être dues à la différence entre les coefficients de dilatation thermique des fibres et de la matrice (phase de traitement thermique) : les fibres vont, en se refroidissant, exercer une contrainte sur la matrice, ce qui peut provoquer l'apparition de fissures dans cette dernière. Cela est souvent le cas lorsque les fibres et la matrice sont de natures différentes. Cependant, dans le cas des matériaux étudiés dans le cadre de cette thèse, les fibres Nextel™610, constituées à plus de 99 % d'alumine, et la matrice d'alumine ont des coefficients de dilatation très proches ; les fissures matricielles observées sur le matériau après élaboration peuvent ainsi être attribuées principalement au retrait de frittage. Dans les deux cas, le traitement thermique imposé lors du procédé d'élaboration est responsable de contraintes et déformations résiduelles thermiques. Une approximation de ces dernières peut être réalisée à partir d'essais de traction incrémentale, tel que décrit par Steen [50]. Cette méthode sera explicitée par la suite.

Les fissures matricielles sont majoritairement perpendiculaires au plan des plis, mais il en existe aussi certaines dans un plan parallèle à celui des plis. La présence de fissures matricielles perpendiculaires au plan des plis, dans le matériau sain, a été rapportée par certains auteurs. On peut par exemple citer Simon [6], qui s'est intéressé à un CMC Nextel™610/mullite. De telles fissures sont dues au retrait de frittage ; le retrait de frittage est en effet un phénomène volumique. Or, dans les zones matricielles des CMC, le retrait est souvent « limité » par les fibres en contact avec la matrice (des liaisons fibres/matrice sont créées lors du frittage). Ainsi, la matrice se rétracte dans les directions où les fibres ne peuvent empêcher ce retrait, ce qui induit une fissuration matricielle dans des directions perpendiculaires à celles des plis.

Les fissures matricielles observées sur le matériau développé à l'Onera sont principalement situées dans les zones riches en matrice : les zones matricielles inter-plis et intra-plis. Dans ce dernier cas, on distingue deux types de fissures matricielles : les fissures inter-torons, situées dans les zones riches en matrice entre les torons d'un même pli, et les fissures intra-torons, situées dans des zones pauvres en matrice, entre les fibres d'un même toron. L'ensemble de ces fissures matricielles est visible sur les micrographies en Figure 38.e et Figure 38.d.

Par ailleurs, dans le matériau après élaboration, des fissures matricielles semblent se propager à partir de certains macropores (*cf.* Figure 38.b). On peut ainsi s'attendre à ce que, sous l'effet d'une sollicitation mécanique, ces fissures s'ouvrent et/ou se propagent.

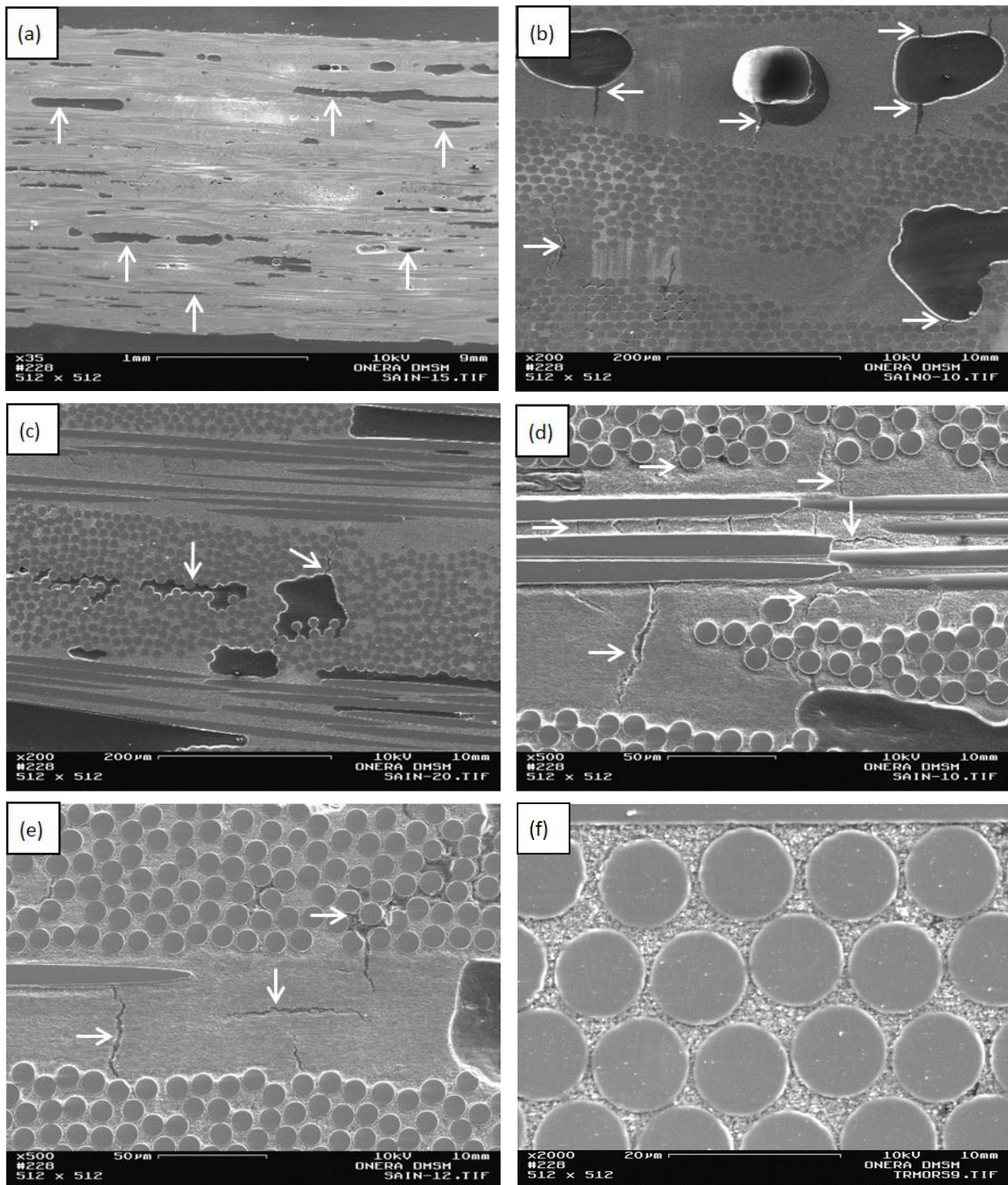


Figure 38 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel après élaboration. a. Macropores risquant de faciliter le délaminage. b. Fissures amorcées au niveau de macropores. c. Mauvaise infiltration de la matrice dans les torons. d. Fissures matricielles inter- et intra-torons, majoritairement perpendiculaires au plan des plis. e. Manque de matrice dans un toron et fissures matricielles perpendiculaires et parallèle au plan des plis. f. Microporosité de la matrice.

Le matériau après élaboration est schématisé en Figure 39.

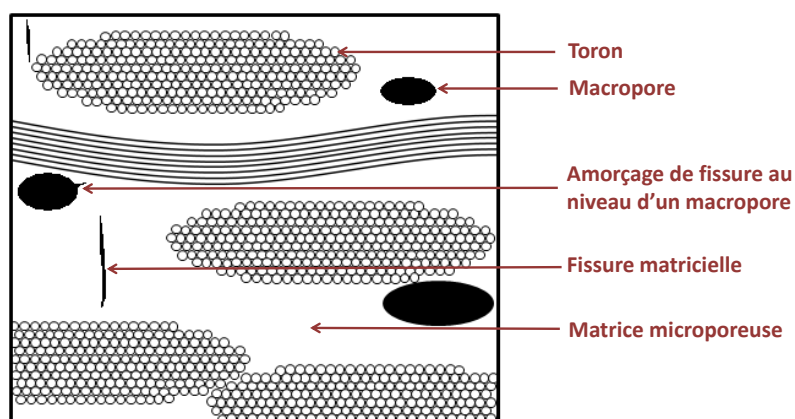


Figure 39 Schéma d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel après élaboration.

1.1.2. Détermination de la porosité et de la taille de pores

Les mesures de porosité par poussée d'Archimède ont été réalisées sur des échantillons d'environ 20 mm x 15 mm x *épaisseur*. Pour rappel, les plaques de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel élaborées à l'Onera avaient une épaisseur d'environ 2,3 mm. Au total, sept éprouvettes provenant de six plaques différentes ont été utilisées pour évaluer le taux de porosité moyen des composites étudiés.

Les mesures de porosité à l'eau ont permis de calculer un taux de porosité moyen de $27 \pm 3 \%$; on en déduit un taux volumique de fibres moyen de $48 \pm 2 \%$. Ces valeurs sont proches des spécifications imposées par Herakles (taux de porosité de 25 % et taux volumique de fibres de 50 %).

Des mesures de porosité par intrusion de mercure ont ensuite été réalisées sur six éprouvettes, dont trois avaient fait l'objet de mesures de porosité à l'eau. La porosimétrie par intrusion de mercure est, d'une part, une méthode plus précise que la porosimétrie par poussée d'Archimède, et présente, d'autre part, l'avantage de fournir la répartition des pores selon leur taille. De plus, réaliser des mesures de porosité par deux méthodes différentes sur une même éprouvette permet de comparer les valeurs obtenues dans les deux cas. Les échantillons utilisés pour les mesures de porosité à l'eau étant de dimensions trop élevées pour la porosimétrie au mercure, il a été nécessaire de découper des échantillons de section 5 mm x 5 mm dans les échantillons initiaux pour que ces plus petits échantillons puissent être introduits dans le pénétromètre à mercure. Les matériaux réalisés à l'Onera n'étant pas homogènes d'un point de vue morphologique, comme cela sera détaillé par la suite, on peut penser que de si petits échantillons (un seul par échantillon initial) ne soient pas représentatifs du matériau. Cependant, les mesures par intrusion de mercure ont permis de calculer un taux de porosité moyen de $24 \pm 2 \%$, valeur proche de celle obtenue par poussée d'Archimède ($27 \pm 3 \%$) sur des échantillons de dimensions supérieures. La Figure 40 représente la distribution des pores selon leur taille dans le matériau Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.

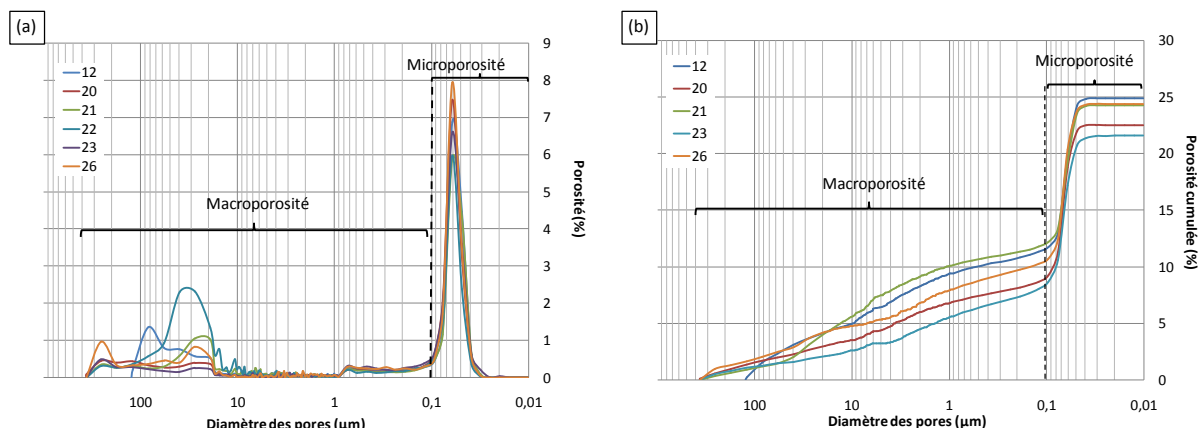


Figure 40 Distribution des pores selon leur taille pour des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel en fonction : a. de la porosité, b. de la porosité cumulée.

Cette répartition est similaire d'un échantillon à l'autre, malgré les très petites dimensions des éprouvettes.

Sur les graphiques présentés en Figure 40, on distingue deux catégories de pores : ceux dont le diamètre est inférieur à 0,1 μm et ceux dont le diamètre est supérieur à 0,1 μm . En corrélant ce résultat avec les observations au MEB, on pose comme postulat que cette première catégorie de porosité correspond à la microporosité tandis que la seconde correspond à la macroporosité.

La distribution des micropores est centrée sur 0,05 μm . Elle représente $12,5 \pm 0,6 \%$ de la porosité du composite. Cela correspond à un taux de porosité moyen de $32 \pm 1 \%$ dans la matrice seule.

La macroporosité est quant à elle constituée de pores dont la taille varie entre 0,1 μm et 400 μm et représente $11,8 \pm 0,9 \%$ de la porosité du composite. La limite maximale de 400 μm correspond à la taille maximale mesurable par le porosimètre utilisé ; ainsi, les pores de taille supérieure ou égale à 400 μm apparaissent sur le graphique comme étant des pores de cette dimension.

Concernant les trois éprouvettes soumises aux deux méthodes de porosimétrie, on calcule dans les deux cas un taux de porosité de $26 \pm 2 \%$. La porosimétrie à l'eau semble donc être une méthode adaptée au cas des matériaux étudiés et, bien que les échantillons utilisés pour la porosimétrie au mercure soient de taille inférieure au volume élémentaire représentatif du matériau, les taux de porosité mesurés à partir de ces échantillons semblent être représentatifs des taux de porosité du matériau. L'ensemble des résultats obtenus par porosimétrie par poussée d'Archimède et par intrusion de mercure est résumé dans le Tableau 6.

	Taux de porosité dans le composite (%)	Taux volumique de fibres (%)	Taux de macroporosité (%)	Taux de microporosité (%)	Taux de porosité dans la matrice seule (%)
Porosimétrie par intrusion de mercure (6 plaques, 6 éprouvettes)	24 ± 2	49	$11,8 \pm 0,9$	$12,5 \pm 0,6$	32 ± 1
Porosimétrie par la méthode d'Archimède (6 plaques, 7 éprouvettes)	27 ± 3	48 ± 2			

Tableau 6 Taux volumiques de fibres et de porosité de CMC Nextel™610/alumine, mesurés par poussée d'Archimède et par porosimétrie par intrusion de mercure (ISM, Bordeaux).

Les résultats obtenus par porosimétrie au mercure, bien qu'ils semblent précis, doivent cependant être considérés avec précaution : (i) la théorie permettant d'obtenir la distribution des pores se fonde en effet sur l'hypothèse selon laquelle les pores sont de forme cylindrique et (ii) le « diamètre d'un pore » correspond en fait au diamètre du col d'entrée du mercure dans le pore, ce qui ne correspond donc pas toujours au diamètre du pore. On peut, par exemple, imaginer que le mercure pénètre dans un macropore au niveau duquel une fissure est amorcée, tel que celui

présenté en Figure 38.b ; dans ce cas, le « diamètre du macropore » correspondra en fait à celui de la fissure, là où elle est amorcée, en périphérie du macropore.

De plus, les fissures sont « comptées » comme des macropores par cette technique de porosimétrie.

1.2. Caractérisation mécanique de la matrice

Afin d'avoir une approximation du seuil d'endommagement de la matrice, et ainsi une estimation de celui du matériau composite, des essais de flexion quatre points ont été réalisés sur des éprouvettes de matrice pure. Un schéma du montage est présenté en Figure 41.

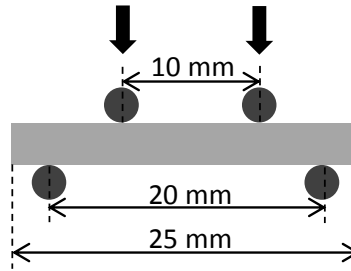


Figure 41 Schéma du montage d'un essai de flexion quatre points.

La difficulté de ces essais résidait principalement dans la réalisation de plaques de matrice dont le taux de porosité correspondait à celui de la matrice des composites. Le taux de porosité global des composites inclut en effet le taux de porosité des macropores et celui des micropores matriciels. La porosimétrie au mercure a permis de calculer un taux de porosité matricielle moyen de $32 \pm 1 \%$ dans les composites à renfort bidimensionnel élaborés à l'Onera. Des essais de flexion quatre points réalisés sur neuf éprouvettes provenant de plaques dont les taux de porosité étaient compris entre 10,1 et 38,7 % (porosimétrie par poussée d'Archimède) ont permis de calculer une approximation de la contrainte à rupture de l'alumine pour des taux de porosité de $32 \pm 1 \%$. Pour cela, nous avons eu recours à une loi de type [51] :

$$\sigma_{flexion} = \sigma_0(1 - p)^m \quad \text{Équation 10}$$

où $\sigma_{flexion}$ est la contrainte à rupture en flexion, σ_0 une contrainte de référence, p le taux de porosité et m le module de Weibull [51]. La contrainte à rupture en traction $\sigma_{traction}$ d'une matrice dont le taux de porosité serait de $32 \pm 1 \%$ a ensuite été calculée à partir du rapport

$$\frac{\sigma_{flexion}}{\sigma_{traction}} = 1,49 \quad \text{Équation 11}$$

valable pour un module de Weibull $m = 9$ pour l'alumine [52]. Ainsi, pour un taux de porosité de $32 \pm 1 \%$, la contrainte à rupture en traction calculée vaut $18 \pm 2 \text{ MPa}$.

Le seuil d'endommagement du composite peut ensuite être estimé en appliquant la loi des mélanges sur le composite. Cependant, cette loi n'est applicable que dans le cas d'un renfort unidirectionnel. Il a ainsi été nécessaire de faire des approximations. On peut appliquer la loi des mélanges dans le cas d'une sollicitation dans la direction des fibres en considérant que la matrice et les fibres transversales constituent une « matrice équivalente ». On a alors :

$$E_l = E_{fl}V_{fl} + (1 - V_{fl} - V_{macroporosité}) E_{m\acute{e}q} \quad \text{Équation 12}$$

avec :

$$\frac{1}{E_{m\acute{e}q}} = \frac{V_{f\ m\acute{e}q}}{E_{ft}} + \frac{1 - V_{f\ m\acute{e}q} - V_{macroporosité}}{E_m} \quad \text{Équation 13}$$

où E_l est le module de Young longitudinal du composite, $E_{fl} = E_{ft}$ sont, respectivement, les modules de Young longitudinal et transversal des fibres, considérés comme égaux en supposant les fibres isotropes, $V_{fl} = V_{ft}$ sont, respectivement, les taux volumiques de fibres dans les directions longitudinale et transversale, soit 50 % du taux volumique de fibres dans le composite, $V_{macroporosité}$ est le taux volumique de macroporosité, déterminé par porosimétrie au mercure, $E_{m\acute{e}q}$ est le module de la matrice équivalente composée de la matrice et des fibres transversales, $V_{f\ m\acute{e}q}$ est le taux volumique de fibres dans la matrice équivalente, E_m est le module de Young de la matrice. Pour un taux de porosité matricielle de 32 ± 1 %, le module de Young de la matrice calculé vaut 111 ± 7 GPa.

Le taux volumique de fibres dans la matrice équivalente est calculé de la manière suivante [53] :

$$V_{f\ m\acute{e}q} = \frac{V_{ft}}{V_{ft} + V_m + V_{macroporosité}} \quad \text{Équation 14}$$

Le seuil d'endommagement du composite, sollicité dans la direction des fibres, est ensuite calculé en partant de l'hypothèse selon laquelle, jusqu'en fin de domaine élastique, le composite se déforme de manière homogène :

$$\varepsilon_{composite} = \varepsilon_m = \varepsilon_{fl} \quad \text{Équation 15}$$

où $\varepsilon_{composite}$ est la déformation longitudinale du composite, ε_m celle de la matrice et ε_{fl} celle des fibres longitudinales. On a alors, d'après la loi de Hooke :

$$\sigma_{seuil} = E_l \varepsilon_{seuil} \quad \text{Équation 16}$$

où σ_{seuil} et ε_{seuil} sont, respectivement, les contrainte et déformation au seuil d'endommagement. En supposant que le premier endommagement du composite corresponde à une fissuration de la matrice microporeuse, on a alors :

$$\varepsilon_{seuil} = \varepsilon_{r\ matrice} = \frac{\sigma_{traction}}{E_m} \quad \text{Équation 17}$$

où E_m , le module de Young de la matrice sollicitée en traction, a été déterminé à partir de différentes formules de la littérature permettant d'exprimer le module de Young d'une céramique en fonction de son taux de porosité [54] [55], ainsi que par des essais expérimentaux. Ces derniers ont permis de déterminer, pour un taux de microporosité matricielle de 32 ± 1 %, des contrainte et déformation au seuil d'endommagement valant, respectivement, 28 ± 2 MPa et 0,2 %.

1.3. Mise en évidence de la présence d'endommagement initial par des techniques de CND

1.3.1. Mise en évidence de la présence d'endommagement initial par thermographie IR

Les méthodes de CND par thermographie IR et ultrasons ont été utilisées pour caractériser le matériau après élaboration. Ces méthodes permettent de mettre en évidence les hétérogénéités des plaques analysées, telles qu'un délaminage, et ainsi d'éviter de découper des éprouvettes déjà endommagées. Sur la totalité des plaques, des hétérogénéités étaient visibles sur les bords, comme

on peut le constater sur la cartographie présentée en Figure 42.a. Ce résultat était prévisible et les bords de plaques ont été éliminés. On remarque par ailleurs que la plaque dont la cartographie est présentée en Figure 42.a semble être homogène, contrairement à celle dont la cartographie est présentée en Figure 42.b. Cette dernière présente en effet une forte hétérogénéité, qui a également été mise en évidence par un C-Scan présenté en Figure 42.c. Il peut s'agir d'un délaminage dû à un mauvais pressage, par exemple, ou de macropores de taille importante, comme ceux visibles en Figure 38.a. L'analyse de cette plaque met en évidence la corrélation entre les résultats obtenus par thermographie IR et par analyse ultrasonore.

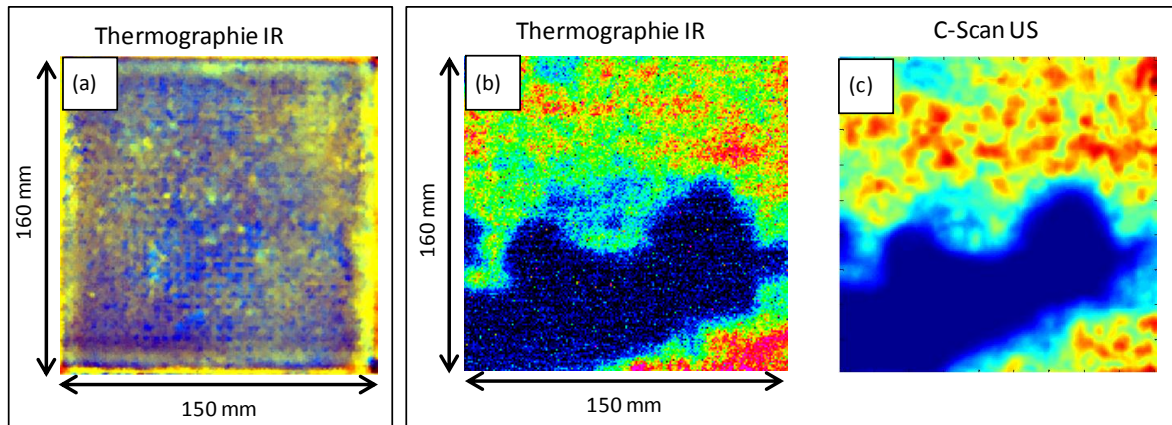


Figure 42 CND de plaques Nextel™610/alumine (après élaboration) dont le taux de porosité est d'environ 25 %. a. Cartographie thermique IR d'une plaque homogène, dont le contour (bords) est cependant hétérogène. b. Cartographie thermique IR (en transmission) d'une plaque fortement hétérogène. Il peut s'agir de délaminage ou de macropores. c. C-Scan (en transmission) de la plaque dont la cartographie est présentée en (b). Les résultats de thermographie IR et de C-Scan sont en corrélation.

1.3.2. Mise en évidence de la présence d'endommagement initial par tomographie X

Un échantillon du CMC Nextel™610/alumine non endommagé a été scanné en tomographie X. La reconstruction des images permet de visualiser le matériau en trois dimensions ; le matériau à renfort bidimensionnel étudié présentait de nombreux macropores, détectés notamment grâce aux observations au MEB et à la porosimétrie par intrusion de mercure. Il est intéressant de corréler les observations faites à partir de ces différentes méthodes pour augmenter la confiance dans les différents moyens de mesure.

La résolution de cette tomographie est d'environ 10,2 μm (1 voxel = 10,2 μm x 10,2 μm x 10,2 μm). Compte tenu de cette valeur, seule la macroporosité (telle que définie dans la section 2.1.2, *i.e.* diamètre des pores de plus de 0,1 μm) peut être détectée par tomographie X.

Une zone d'intérêt de 9,19 mm x 9,16 mm x 2,2 mm, légèrement supérieure au VER (8 mm x 8 mm x 2,2 mm), est représentée en Figure 43.

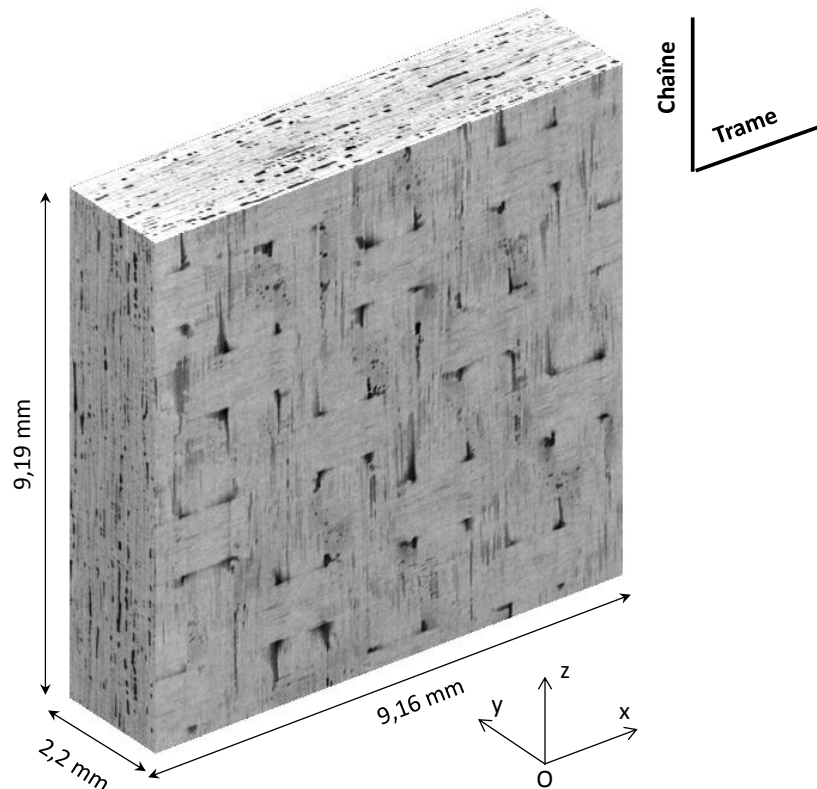


Figure 43 Zone d'intérêt : reconstruction d'un volume de 9,19 mm x 9,19 mm x 2,2 mm d'un CMC Nextel™610/alumine non endommagé.

La méthode de détection de la porosité utilisée dans cette thèse a été développée à l'Onera. Cette méthode consiste à détecter le contour des macropores à l'aide de techniques avancées de segmentation d'images, présentant l'avantage de ne pas nécessiter, contrairement aux méthodes de seuillage, l'intervention de l'utilisateur (réglage de certains paramètres de détection).

La méthode de segmentation sans seuil retenue est la segmentation par ligne de partage des eaux (*watershed* [56]), et est appliquée au gradient de l'image pour détecter les contours des porosités. Le principe de cette méthode consiste à considérer une image à niveaux de gris comme un relief topographique. Par cette analogie, les macropores seraient des vallées. Ainsi, en simulant une montée des eaux (à partir de points situés dans ces vallées), il est possible de déterminer les arêtes qui délimitent ces vallées, empêchant l'eau de passer de l'une à l'autre par débordement. Dans le cas des images à niveaux de gris, ces arêtes constituent le contour des macropores. Cette méthode permet donc de détecter les contours de macropores au sein d'une couche de la tomographie sans intervention de l'utilisateur. Le principe de cette méthode est illustré en Figure 44.

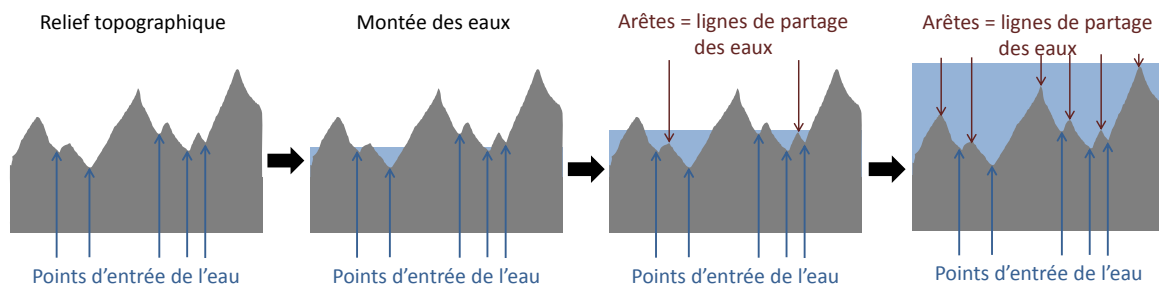


Figure 44 Principe de la méthode de ligne de partage des eaux.

Toutefois, en raison du bruit contenu dans l'image, l'application directe de cette méthode sur le gradient de l'image entraîne une sur-segmentation des objets détectés ; certains macropores

pouvant être scindés en plusieurs macropores. Pour pallier ce problème de sur-segmentation, une solution possible consiste à imposer les points d'entrée de l'eau utilisés dans la technique du *watershed* qui, dans le cas de la détection de porosité, doivent être contenus dans les différents macropores. La détection de ces points est effectuée à l'aide d'une méthode de *clustering* (tri en agglomérats) supervisée (méthode des *K-means* [57]) à trois familles qui est appliquée sur l'histogramme des niveaux de gris de l'image considérée. Les trois familles sont définies sachant qu'il y a (i) des macropores, (ii) des fibres et de la matrice qui, compte-tenu de leurs niveaux de gris, ne peuvent être « confondues » avec des macropores, et (iii) une troisième famille dont on ne peut affirmer avec certitude qu'elle appartient ou non à l'une des deux familles précédentes. L'érosion ultime [58] de l'ensemble des points détectés au sein de chaque macropore constitue un point d'entrée de l'eau. Une fois les points d'entrée de l'eau définis, les contours de chaque macropore sont déterminés par la méthode du *watershed*, comme illustré sur la Figure 43.

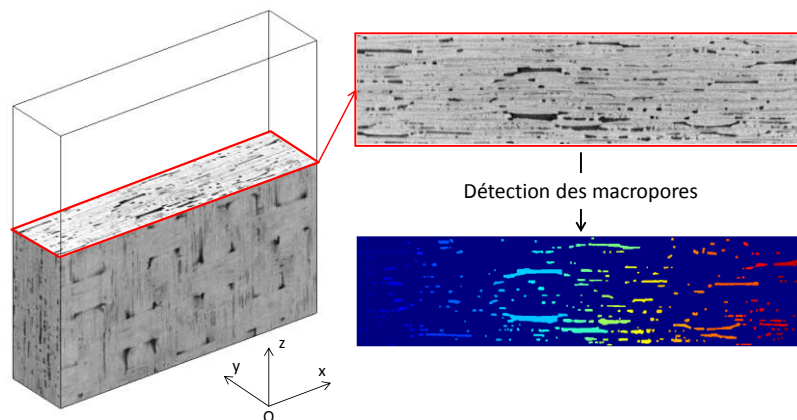


Figure 45 Détection de la macroporosité dans chacune des couches de la tomographie X d'un CMC Nextel™610/alumine.

Cette méthode de détection permet de déterminer le taux de porosité surfacique d'une couche au sein de la tomographie. En l'appliquant ensuite à chacune des couches de la zone d'intérêt, il est possible de calculer le taux de porosité volumique de cette zone. En effet, le taux de porosité volumique est calculé à partir des résultats obtenus pour l'ensemble des couches de la zone d'intérêt et est défini comme étant le rapport entre le nombre de voxels correspondant à de la porosité et le nombre total de voxels.

Afin de déterminer une incertitude sur cette mesure, le taux de porosité volumique a été mesuré en balayant les couches de la tomographie selon les trois directions (Ox) (couches parallèles au plan (yOz)), (Oy) (couches parallèles au plan (xOz)) et (Oz) (couches parallèles au plan (xOy)). Pour la zone d'intérêt de 9,19 mm x 9,16 mm x 2,2 mm présentée en Figure 43, le taux volumique de macroporosité s'élève à 7,8 % en moyenne, évoluant entre 7,7 % et 7,9 % en fonction de la direction de balayage. L'incertitude de mesure associée à cette technique reste donc faible et égale à $\pm 0,1\%$.

Ces mesures ont été faites pour différentes tailles de zone d'intérêt présentant le même barycentre. Les résultats obtenus sont présentés en Figure 46. On constate sur ce graphique que, pour des volumes de petites dimensions par rapport au VER, (i) la direction de balayage des couches a une influence non négligeable sur le taux de porosité volumique et (ii) le taux de macroporosité semble être plus important que dans des volumes proches du VER. Cette dernière observation peut être attribuée aux hétérogénéités du matériau, dans lequel la macroporosité n'est pas répartie de manière homogène. En revanche, pour des volumes proches du VER (8 mm x 8 mm x 2,2 mm), le taux de macroporosité semble se stabiliser au voisinage de 7,8 %. Ainsi, il est important de considérer des zones de dimensions au moins égales à celles du VER pour analyser un matériau. Pour la zone d'intérêt de 9,19 mm x 9,16 mm x 2,2 mm présentée ci-dessus, le taux volumique de macroporosité s'élève à $7,8 \pm 0,1\%$. Des calculs de taux volumique de macroporosité réalisés sur six zones d'intérêt, de dimensions égales à celle du VER et centrées en différents points d'un même

échantillon, ont démontré que les taux de porosité calculés étaient très similaires ($8,0 \pm 0,4 \%$), ce qui conforte la précision de la méthode.

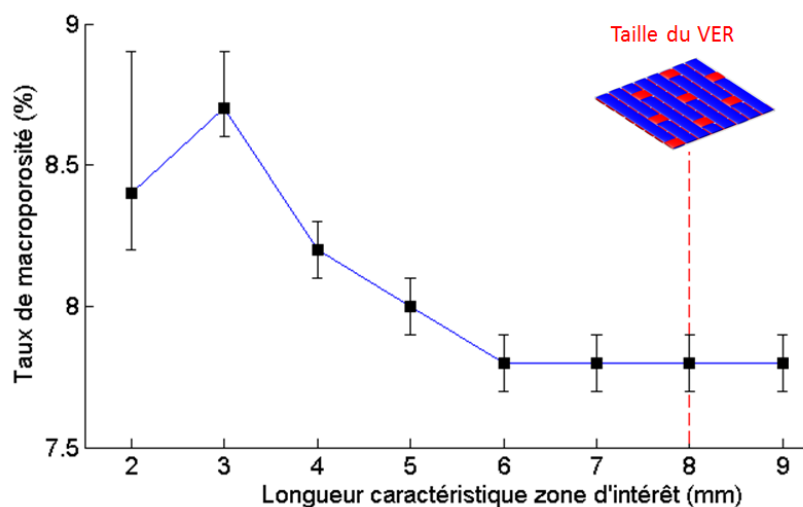


Figure 46 Évolution du taux de porosité en fonction du volume considéré : le taux de porosité détectée semble se stabiliser pour des volumes proches du VER géométrique du CMC Nextel™610/alumine.

Afin de s'assurer de la qualité de l'estimation du taux de macroporosité, les mesures effectuées ont été comparées aux taux de macroporosité obtenues avec d'autres moyens de mesures tel que (i) l'analyse d'images prises au MEB ou (ii) la porosimétrie par intrusion de mercure.

En appliquant cette méthode de détection des porosités sur une micrographie MEB, on peut déterminer le taux surfacique de macroporosité et contrôler optiquement la qualité des détectations. De plus, on peut s'assurer que le taux de macroporosité estimé à partir d'une micrographie MEB est compris dans l'intervalle des taux de porosité surfacique mesurés sur chacune des couches de la tomographie suivant la même direction. Pour la zone d'intérêt présentée en Figure 43, le taux de porosité surfacique, mesuré par tomographie, pour un balayage dans la direction (Oz) des couches situées dans des plans parallèles au plan (xOy), évolue entre 4,8 % et 10,8 %, la macroporosité étant intimement liée à l'architecture du matériau. Il est alors possible de juger de la représentativité de la micrographie par rapport au matériau étudié.

On peut également comparer la mesure du taux volumique de macroporosité obtenue par cette méthode à celle obtenue par porosimétrie par intrusion de mercure. Le taux de macroporosité mesuré à partir de la tomographie est inférieur à celui mesuré par porosimétrie au mercure ($11,8 \pm 0,9 \%$). Cela est principalement dû à la taille des voxels ($10,2 \mu\text{m}$ d'arête), qui ne permet pas de détecter des macropores de taille nettement inférieure à celle d'un voxel. De plus, bien que la répartition des pores en fonction de leur taille obtenue par porosimétrie par intrusion de mercure soit intéressante, cette méthode n'est pas infaillible. En effet, comme cela a déjà été mentionné, cette méthode permet de déterminer, sous l'hypothèse de pores cylindriques, le diamètre des canaux par lesquels le mercure pénètre dans les pores. Ainsi, si le mercure pénètre dans un macropore par un très petit canal, la dimension du macropore apparaissant sur la courbe de répartition obtenue par porosimétrie par intrusion de mercure (cf. Figure 40) ne correspondra pas à la taille réelle du macropore. C'est pour cette raison que, lorsque l'on s'intéresse aux macropores, les informations obtenues par tomographie X semblent bien plus précises que celles obtenues par porosimétrie au mercure. Il est cependant nécessaire de recourir à ces deux méthodes, ainsi qu'à des observations au MEB, pour analyser finement la microstructure d'un matériau. Ces méthodes paraissent complémentaires.

La méthode de traitement des tomographies développée à l'Onera présente par ailleurs l'avantage de labelliser chacune des porosités détectées dans la tomographie (cf. Figure 47). Chaque pore est alors identifié par sa position, son élançement, son orientation et son volume.

L'analyse de la microstructure par des observations au MEB et par porosimétrie par intrusion de mercure a mis en évidence la présence de deux catégories de macropores : les plus « petits », dont le diamètre est compris entre $0,1\ \mu\text{m}$ et environ $10\ \mu\text{m}$, et les plus « importants », de diamètre supérieur à environ $10\ \mu\text{m}$ (cf. Figure 40). Ce résultat nous a ainsi amenés à classer les pores détectés dans les tomographies en deux familles, en utilisant une méthode des *K-means* en fonction des volumes et des élançements maximaux des macropores. Cette clusterisation semble être absente de la littérature et présente une innovation dans le traitement de la tomographie X. Dans le cas du CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel, il est ainsi possible de distinguer deux catégories de macropores : les macropores de « petites » dimensions, plutôt sphériques et répartis de manière aléatoire dans le VER, et les macropores de « grandes » dimensions, situés principalement aux interfaces entre les plis du CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel (cf. Figure 47).

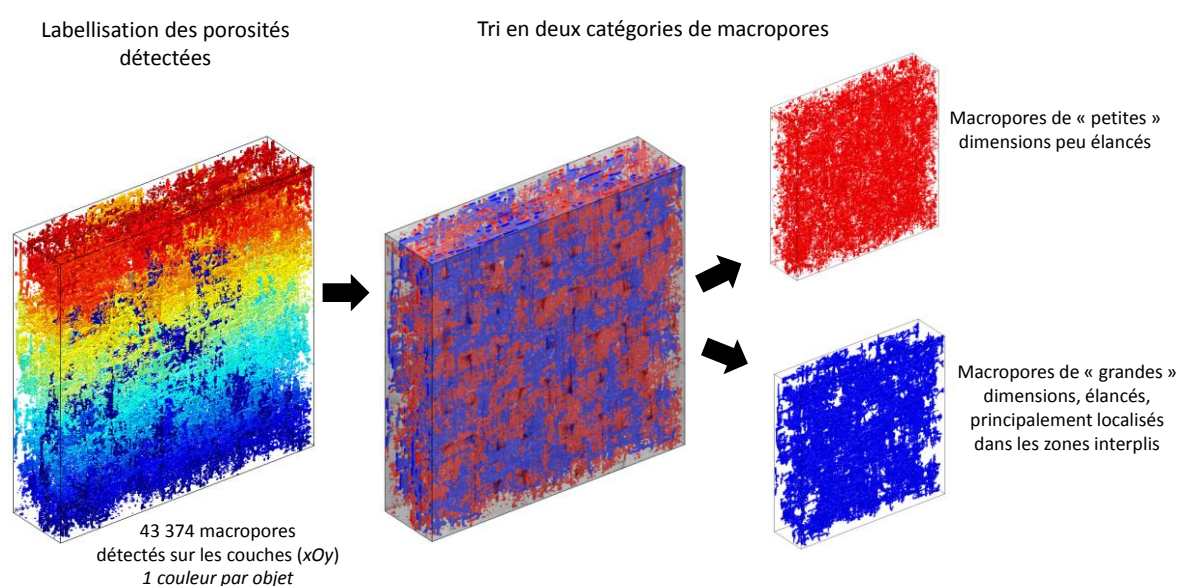


Figure 47 Labellisation des macropores et tri en deux catégories de macropores, en fonction de leur volume et de leur élançement.

Cette deuxième catégorie de macropores, visible en Figure 48, est constituée de macropores interlaminaires interconnectés et constituant des macropores de taille importante. Pour comparaison, dans la zone d'intérêt étudiée, les macropores de « grandes » dimensions représentaient 65 % du taux de porosité alors qu'ils représentent seulement 1 % du nombre total de macropores détectés. On peut s'attendre à ce que ces macropores, compte tenu de leur géométrie, soient les plus nocifs pour le matériau, favorisant le délaminage. Cela corréle les observations au MEB et sera développé plus en détail dans la suite de ce mémoire.

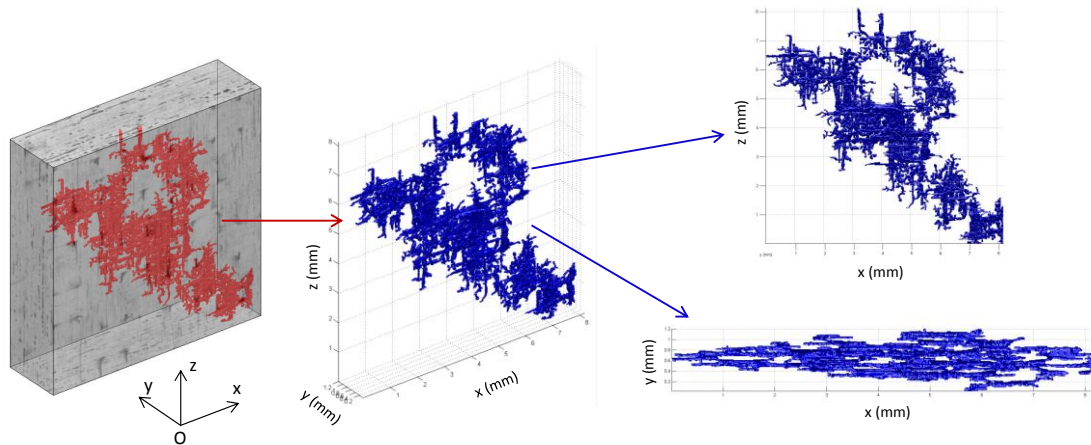


Figure 48 Visualisation du plus grand macropore d'un VER (8mm x 8 mm x 2,2 mm), susceptible de favoriser le délaminage sous l'effet d'une sollicitation mécanique.

1.4. Détermination des coefficients de dilatation thermique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel

Des essais de dilatométrie ont permis de déterminer les coefficients de dilatation thermique du CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel dans différentes directions. La connaissance de ces données peut s'avérer utile pour modéliser le comportement mécanique du matériau lorsque ce dernier est soumis à des sollicitations anisothermes. Dans ce cas, il est en effet nécessaire de tenir compte de la dilatation thermique du matériau qui vient s'ajouter aux déformations induites par un chargement mécanique. Les courbes obtenues lors de montées en température jusqu'à 1200°C sont présentées en Figure 49.

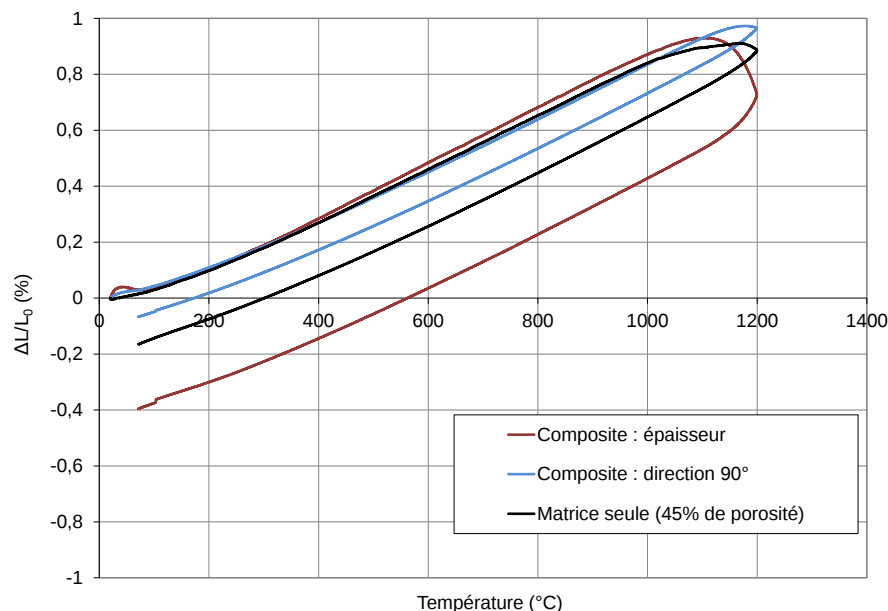


Figure 49 Dilatation d'un CMC Nextel™610/alumine, dans différentes directions, soumis à des températures atteignant 1200°C.

On constate sur ces courbes que, après élaboration, les composites soumis à une température de 1200°C (température de frittage) ont tendance à friter, ce qui induit un retrait supplémentaire. Il est néanmoins surprenant que le retrait de frittage observé sur le composite, dans l'épaisseur, soit

supérieur à celui observé sur la matrice seule. Le phénomène de retrait de la matrice n'est, dans l'épaisseur, pas limité par les fibres. Cependant, dans les autres directions, les fibres, déjà frittées et non soumises à ce phénomène, limitent le retrait de la matrice, ce qui induit des fissures dans des directions perpendiculaires au plan des plis.

2. DÉFINITION DU PLAN DE CARACTÉRISATION MÉCANIQUE

Les essais mécaniques réalisés sur le matériau à renfort tissé bidimensionnel ont été faits à la fois dans le but d'évaluer les performances de ce matériau, et ainsi être capable de le situer par rapport à d'autres composites de la même famille, et pour servir de support de développement d'un modèle d'endommagement simplifié identifiable à partir d'un minimum d'essais.

Pour cela, des essais de traction et de compression ont été réalisés. Les matériaux ont été soumis à des sollicitations dans la direction des fibres ainsi que dans la direction $\pm 45^\circ$. Dans la direction des fibres, ce sont ces dernières, bien plus résistantes que la matrice, qui supportent la charge mécanique, tandis que dans la direction $\pm 45^\circ$, c'est principalement la matrice qui est sollicitée. Les essais dans cette direction induisent par ailleurs du cisaillement entre les fibres de trame et de chaîne ; cet essai permet ainsi de déterminer les modules de cisaillement dans le plan des fibres.

Des essais de traction incrémentale ont également été réalisés, dans les mêmes directions que dans le cas de la traction monotone, afin d'évaluer les déformations résiduelles. Ces essais consistent à solliciter les éprouvettes à des niveaux de contrainte croissants, en revenant à une contrainte nulle entre deux sollicitations.

Des essais de traction et de compression interrompus ont également été réalisés dans le but de déterminer les mécanismes d'endommagement du matériau. L'objectif était de comparer, par des observations au MEB, la microstructure d'éprouvettes soumises à différents niveaux de contrainte, et ainsi pouvoir visualiser l'évolution de l'endommagement afin d'en comprendre les mécanismes. Les valeurs des contraintes d'arrêt des essais ont été déterminées en fonction des valeurs des contraintes à rupture moyennes du matériau, de manière à ce que les observations soient judicieusement réparties sur les courbes de comportement du matériau sollicité jusqu'à rupture.

De plus, le matériau étant un CMC à renfort tissé bidimensionnel, il semblait important d'évaluer sa résistance au cisaillement interlaminaire. Le point faible des stratifiés réside en effet dans leur faible résistance au cisaillement hors-plan. Nous avons ainsi été amenés à réaliser des essais de flexion trois points entre appuis rapprochés ainsi que des essais de torsion sur barreaux. Ces derniers ont été réalisés à l'Université de Technologie de Compiègne par Nicolas Tableau, doctorant également impliqué dans le PRC Composites.

Pour chaque type d'essai, les éprouvettes sollicitées provenaient de plaques différentes. Les observations au MEB ainsi que le contrôle des plaques par CND ont en effet montré que les plaques élaborées à l'Onera n'avaient pas une microstructure homogène et qu'elles différaient entre elles. Ainsi, pour nous assurer d'obtenir des résultats représentatifs du matériau, il semblait important d'utiliser des éprouvettes découpées dans des plaques différentes, et si possible qui n'avaient pas été découpées côte à côte dans une même plaque.

Dans le but d'extraire le maximum d'informations des différents essais mécaniques, ces derniers ont été richement instrumentés.

Afin d'obtenir des courbes de comportement mécanique fiables et précises, différentes méthodes d'extensométrie ont été employées. La CIN a été utilisée sur la totalité des essais de traction et de compression. Sur certaines éprouvettes, nous avons également collé une jauge de déformation longitudinale sur la face opposée à celle de la CIN. Enfin, un extensomètre à couteaux a

été employé sur certaines éprouvettes sollicitées en traction. Cette méthode n'a pas été utilisée sur les premiers essais car nous craignons que les couteaux n'endommagent les éprouvettes en les sollicitant en compression dans l'épaisseur. Après avoir fait des essais sur quelques éprouvettes, cette méthode s'est avérée ne pas être endommageante pour les éprouvettes et nous y avons eu recours pour la suite des essais. Compte tenu des faibles dimensions de la zone utile des éprouvettes de compression (30 mm x 30 mm), la mise en place d'un extensomètre de base 25 mm n'a pas été possible.

Enfin, des observations sur chants ainsi que des méthodes de thermographie IR et d'émission acoustique ont été utilisées pour faire du suivi d'endommagement, dans le but de faciliter la compréhension des mécanismes d'endommagement du matériau.

Des observations sur chants d'éprouvettes ont été réalisées sur la majorité des essais afin de détecter l'apparition et l'évolution de l'endommagement à différents niveaux de contrainte. Pour cela, les essais ont été interrompus et les éprouvettes maintenues à une sollicitation mécanique constante pendant quelques minutes afin d'enregistrer des micrographies optiques de la tranche de l'éprouvette. Une fois les images enregistrées, nous poursuivions l'essai à partir de la contrainte d'arrêt.

Le suivi d'endommagement par émission acoustique a été utilisé pour la majorité des essais. Sur les premiers essais, nous n'utilisions qu'un seul capteur d'émission acoustique. Nous en avons utilisé deux par la suite. Cela permet en effet de localiser les événements acoustiques et de s'assurer qu'ils ont bien eu lieu dans la zone utile des éprouvettes.

Le suivi d'endommagement par thermographie IR a quant à lui été réalisé sur certaines éprouvettes de traction et de compression à rupture.

Pour rappel, la totalité de cette campagne d'essais a été menée à température ambiante.

Les plans de découpe des éprouvettes pour les observations *post mortem* au MEB sont présentés en Figure 50 : les coupes longitudinales sont réalisées dans le plan médian des éprouvettes, parallèle à la direction de sollicitation, tandis que les coupes transversales sont situées dans des plans perpendiculaires à la direction de sollicitation.

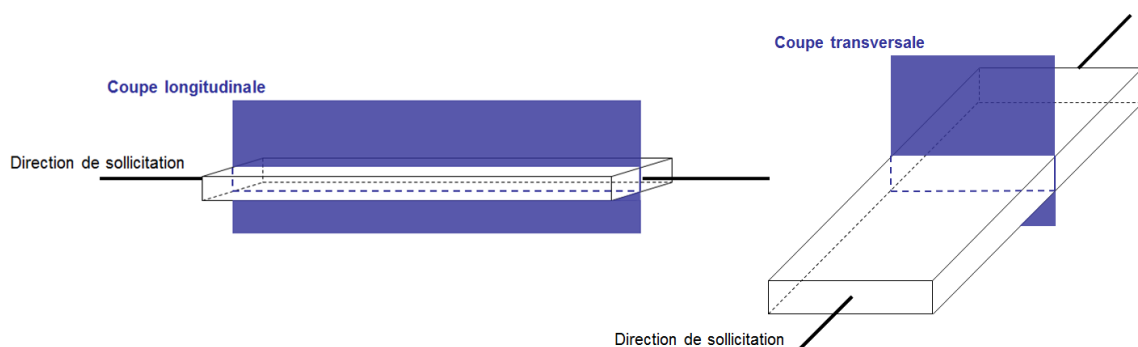


Figure 50 Schéma des plans de découpe des éprouvettes pour des coupes longitudinales et transversales.

3. CARACTÉRISATION MÉCANIQUE D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TISSÉ BIDIMENSIONNEL ET DÉTERMINATION DES MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT

3.1. Variabilité des courbes de comportement en fonction de la méthode d'extensométrie utilisée et approximation des courbes de comportement

La différence qui a pu être observée entre les courbes obtenues avec des méthodes d'extensométrie différentes, et plus particulièrement la CIN et l'extensomètre à couteaux, a été source de questionnement sur l'exploitation des courbes de comportement obtenues. Ce phénomène n'a été observé que sur certaines éprouvettes, pour différents types d'essais. Les courbes de comportement obtenues avec un extensomètre virtuel (CIN) et avec un extensomètre à couteaux lors de la sollicitation en traction monotone à rupture dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$ sont présentées en Figure 51. Une courbe obtenue avec une jauge de déformation longitudinale est également présentée dans le cas de l'essai dans la direction $\pm 45^\circ$.

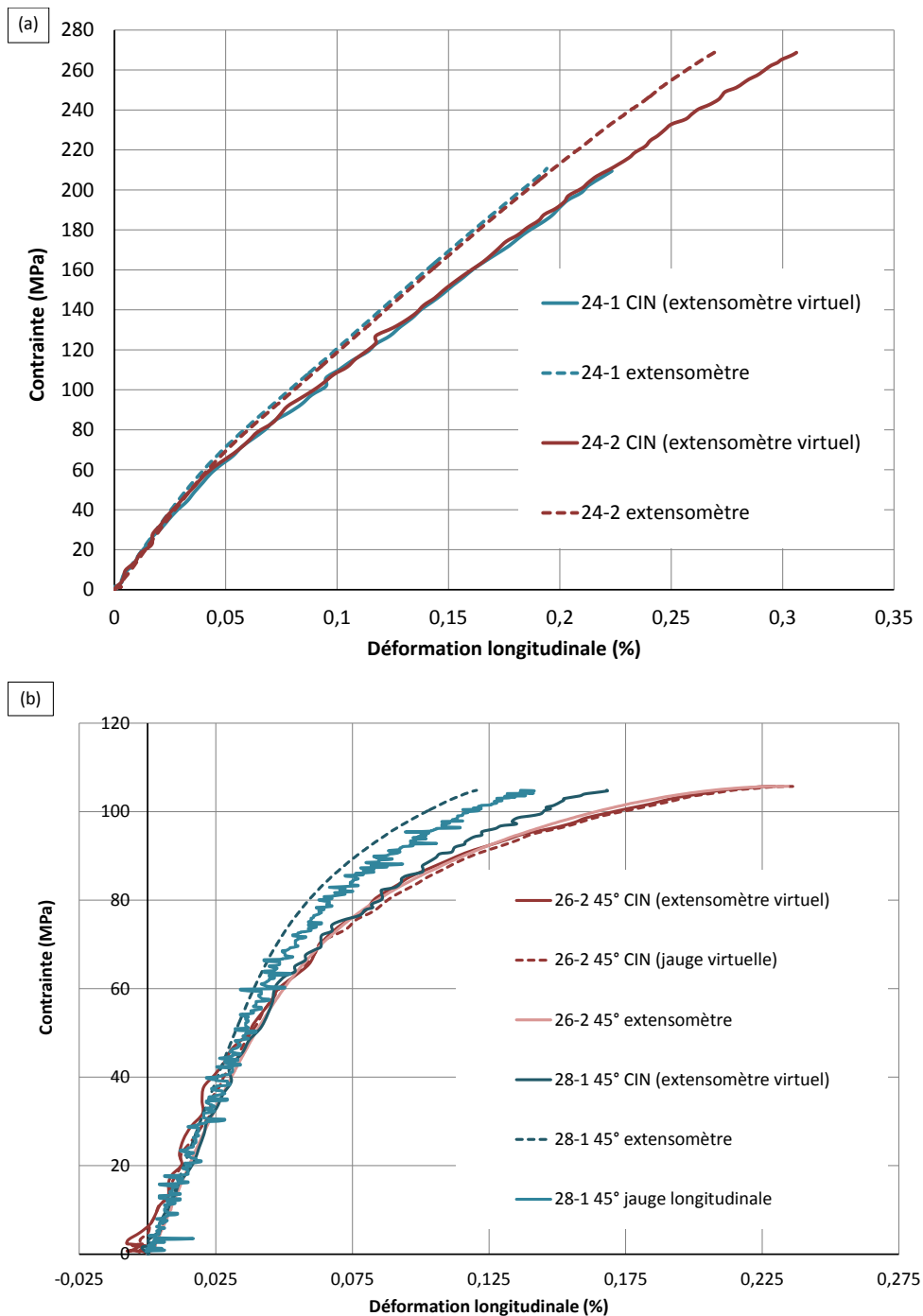


Figure 51 Comparaison entre les courbes de comportement obtenues avec différentes méthodes d'extensométrie pour des sollicitations en traction dans les directions a. 0° et b. ±45°.

On constate sur ces courbes que les déformations mesurées avec l'extensomètre à couteaux sont inférieures à celles mesurées par CIN. Les images de CIN, sur lesquelles les agrafes reliées aux couteaux de l'extensomètre sont visibles, ont révélé que ces dernières avaient tendance à glisser en surface de l'éprouvette, ce qui explique la sous-estimation des déformations. Les courbes de comportement exploitées dans la suite de ce mémoire sont donc celles obtenues avec la CIN, qui semblent être les plus fiables.

Ces courbes permettent par ailleurs de mettre en évidence le fait que les déformations mesurées par CIN à partir d'un extensomètre virtuel et d'une jauge virtuelle (occupant la majeure partie de la surface utile) sont quasiment égales, ce qui laisse penser que, sur la surface de sa zone utile, le matériau se déforme de manière homogène. D'autre part, les déformations mesurées avec une jauge

de déformation ne sont pas toujours égales à celles mesurées par CIN, ce qui peut s'expliquer par le fait que seule une petite surface, inférieure à celle du pas du renfort tissé, soit prise en compte.

Les courbes de comportement mesurées par CIN, et qui servent de référence dans ce mémoire, sont par ailleurs fortement bruitées Ceci s'explique principalement par le fait que les déformations mesurées sont très faibles (inférieures à 0,5 %). De plus, pour les premiers essais, la fréquence d'acquisition des données n'était pas assez élevée et nous ne disposions que de peu de points.

Ainsi, dans le but de « lisser » les courbes de comportement et, notamment, d'être capable de déterminer les variations de modules, une méthode de régularisation des courbes expérimentales a été mise en place. Cette méthode consiste, dans un premier temps, à déterminer le seuil d'endommagement et le module initial de la courbe et, dans un second temps, à interpoler le reste de la courbe de comportement par une spline cubique. Les splines sont strictement croissantes ; elles sont de plus régularisées par l'imposition de contraintes physiques : l'évolution de la déformation est strictement croissante et sa dérivée seconde est nulle (concavité de la courbe contrainte-déformation). Par ailleurs, la grandeur mesurée pour laquelle l'incertitude de mesure est la plus faible étant la contrainte, la grandeur « ajustée » est la déformation, pour une contrainte donnée.

Les seuils d'endommagement définis grâce à cette méthode, visibles notamment sur les courbes de variation de modules présentées dans la suite de ce manuscrit, sont plus faibles que ceux mesurés sur les courbes contrainte-déformation non régularisées. C'est également souvent le cas pour les modules de Young. Cette méthode de régularisation est cependant nécessaire à la détermination des modules initiaux, les points expérimentaux étant souvent trop bruités.

Sauf mention contraire, l'ensemble des courbes de comportement et de variation de module présentée dans la suite de ce manuscrit ont été obtenues par cette méthode de régularisation.

3.2. Comportement en traction

Dans le but d'étudier le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement du CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel développé à l'Onera, le matériau a été soumis à des sollicitations en traction monotone à rupture, traction incrémentale et traction interrompue, comme mentionné dans le paragraphe précédent. Ces essais ont été réalisés dans la direction des fibres ainsi que dans la direction hors-axes $\pm 45^\circ$. Une étape préalable de dimensionnement des éprouvettes a été nécessaire.

3.2.1. Dimensionnement des éprouvettes de traction

La première étape de la campagne d'essais de traction a été de dimensionner les éprouvettes. Ce dimensionnement a été réalisé en tenant compte à la fois du volume élémentaire représentatif du matériau (8 mm x 8 mm x *épaisseur*), des dimensions des mors disponibles à l'Onera et des valeurs de contrainte à rupture disponibles dans la littérature pour ce type de matériau. Les matériaux céramiques étant, en général, difficiles à usiner, nous avons opté pour une géométrie parallélipédique, une géométrie de type haltère nécessitant en effet un usinage susceptible d'endommager le matériau. Une géométrie parallélipédique présente de plus l'avantage de faciliter le polissage. Compte tenu du pas du renfort tissé (8 mm) nous avons sollicité en traction des éprouvettes de 10, 12 et 25 mm de large et 120 mm de long et comparé leur comportement mécanique. La longueur des éprouvettes a initialement été prise comme égale à celle des éprouvettes de type haltère utilisées chez Herakles pour la caractérisation mécanique en traction d'éprouvettes CMC. Les essais sur les éprouvettes de largeur 10 et 12 mm ont été réalisés à l'Onera tandis que ceux réalisés sur les éprouvettes de 25 mm de large ont été réalisés au LCTS, les mors disponibles à l'Onera ne permettant pas de tester de telles éprouvettes.

Les courbes de comportement de ces différentes éprouvettes avaient la même allure et des propriétés mécaniques très proches, comme en témoignent les résultats présentés dans le Tableau 7. Les modules de Young ont été calculés en mesurant la pente à l'origine des courbes contrainte-

déformation pour lesquelles les déformations ont été obtenues par CIN (sans approximation des courbes selon la méthode présentée précédemment).

Largeur des éprouvettes (mm)	Contrainte maximale (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Module de Young * (GPa)
10 (4 éprouvettes)	281 ± 10	0,39 ± 0,08	124 ± 17
12 (6 éprouvettes)	272 ± 33	0,34 ± 0,09	117 ± 26
25 (4 éprouvettes)	281 ± 9	0,37 ± 0,07	130 ± 8

* détermination graphique

Tableau 7 Influence de la largeur des éprouvettes Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sur la contrainte à rupture. Pour chaque largeur d'éprouvettes, les éprouvettes ont été découpées dans une même plaque.

La largeur des éprouvettes ne semble pas avoir d'influence sur le comportement mécanique du composite, du moins tant qu'elle est supérieure au pas du renfort tissé. Nous avons ainsi décidé d'utiliser des éprouvettes parallélépipédiques de 16 mm de large (soit deux fois le pas du renfort) et de 150 mm de long. Cette longueur permettait ainsi d'allonger la zone utile, qui mesurait dès lors 70 mm de long (soit plus de huit fois le pas du renfort dans le sens de la longueur).

La largeur des éprouvettes de traction, à longueur de zone utile constante, a par ailleurs une influence sur le faciès de rupture des éprouvettes. Le phénomène d'extraction de fibres (*pull out*) est visible dans tous les cas ; cependant, dans le cas des éprouvettes de 25 mm de large, la longueur de fibres « extraites » est beaucoup plus importante que dans le cas des éprouvettes de 10 mm de large. Les faciès de rupture obtenus sur des éprouvettes de 10 mm et 25 mm de large sont présentés en Figure 52.

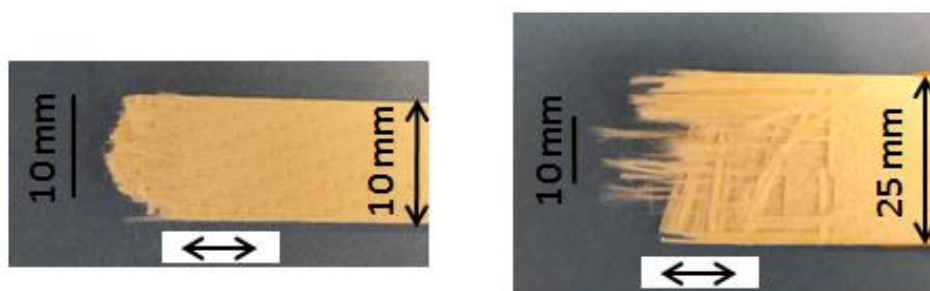


Figure 52 Faciès de rupture de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction dans la direction 0° (direction chaîne) pour des éprouvettes de largeurs 10 mm et 25 mm.

Cette étude de dimensionnement n'a été réalisée que sur des éprouvettes de traction sollicitées dans la direction des fibres. Peu de matière étant disponible, les éprouvettes de traction sollicitées dans la direction $\pm 45^\circ$ étaient de mêmes dimensions que les éprouvettes sollicitées dans la direction des fibres. La rupture des éprouvettes étant toujours survenue dans la zone utile, il n'a pas été nécessaire de modifier les dimensions.

3.2.2. Comportement en traction dans la direction des fibres

Dans cette partie, les résultats des essais de traction monotone à rupture, traction interrompue et traction incrémentale réalisés dans la direction des fibres sont présentés et analysés dans le but de déterminer les propriétés mécaniques du matériau ainsi que ses mécanismes d'endommagement lorsqu'il est sollicité dans une direction où les fibres assurent sa résistance mécanique.

Les essais de traction monotone à rupture ont été réalisés dans les directions 0° (direction chaîne) et 90° (direction trame). Dans la direction 0°, neuf éprouvettes provenant de six plaques

différentes ont été sollicitées tandis que, dans la direction 90°, cinq éprouvettes provenant d'une même plaque ont été sollicitées.

Les essais de traction monotone à rupture réalisés dans la direction des fibres ont permis de déterminer des contraintes à rupture et des seuils d'endommagement (et leurs déformations associées) ainsi que des modules de Young et des coefficients de Poisson dont les valeurs moyennes sont récapitulées dans le Tableau 8.

	Contrainte maximale (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Contrainte seuil d'endommagement * (MPa)	Déformation longitudinale au seuil d'endommagement (%)	Module de Young * (GPa)	Coefficient de Poisson ν_{12}
Traction 2D 0° : 9 essais, 6 plaques	260 ± 37	0,30 ± 0,09	48 ± 8	0,04 ± 0,01	134 ± 19	0,19 ± 0,04
Traction 2D 90° : 5 essais, 1 plaque	207 ± 30	0,19 ± 0,03	44 ± 6	0,03 ± 0,01	147 ± 9	

* détermination graphique

Tableau 8 Propriétés mécaniques d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel sollicité en traction monotone à rupture dans les directions chaîne (0°) et trame (90°).

Les contrainte et déformation au seuil d'endommagement déterminées graphiquement sont nettement supérieures aux valeurs estimées à partir de la loi des mélanges (28 ± 2 MPa et 0,2 %) appliquée à partir des propriétés des fibres et de la matrice. Cette différence peut s'expliquer par les nombreuses approximations qui sont faites dans le cas du calcul, normalement applicable à des plis unidirectionnels, ce qui n'est pas le cas du CMC oxyde/oxyde à renfort bidimensionnel étudié.

La comparaison entre les propriétés mécaniques du CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel élaboré à l'Onera et celles de CMC à renforts tissés bidimensionnels Nextel™610 et Nextel™720 et à matrices d'alumine, alumine-silice et alumine-mullite, synthétisées dans le Tableau 9, montre que le CMC étudié présente, de manière générale, des propriétés mécaniques plus élevées que celles des matériaux décrits dans la littérature.

	Contrainte max (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Module de Young (GPa)	Taux de fibres (V_f) et de porosité (V_p)
Nextel™610/alumine (Onera) (0°)	260 ± 37	0,30 ± 0,09	134 ± 19	$V_f = 50 \%$ $V_p = 24 \pm 2 \%$
Fibres Nextel™610				
Nextel™610/alumine-mullite (Levi <i>et al.</i> , 1998)	> 200	0,27	100	$V_f = 36 \pm 4 \%$
Nextel™610/alumine (Ruggles-Wrenn <i>et al.</i> , 2006)	117	0,09	129	$V_f = 51,6 \%$
Nextel™610/mullite (Simon, 2005)	290 - 310	0,25 - 0,32	104 - 110	$V_f = 48 \pm 1 \%$ $V_p = 23 \pm 1 \%$
Nextel™610/alumine-silice (Jurf <i>et al.</i> , 2000)	366,1	non communiquée	124,1	$V_f = 51 \%$
Nextel™610/monazite/alumine (Jackson <i>et al.</i> , 2007)	105	0,2	64	$V_f = 37 \pm 7 \%$ $V_p = 35 \%$
Fibres Nextel™720				
Nextel™720/alumine COI Ceramics (Ruggles-Wrenn <i>et al.</i> , 2006)	169	0,35	60	$V_f = 44 \%$ $V_p = 24 \%$
Nextel™720/alumine COI Ceramics (Mall <i>et al.</i>)	145	0,25	70	$V_f = 44 \%$ $V_p = 24 \%$
Nextel™720/alumine-mullite (Levi <i>et al.</i> , 1998)	140	non communiquée	60	$V_f = 36 \pm 4 \%$
Nextel™720/alumine-mullite (Carelli <i>et al.</i> , 2002)	145 ± 8	0,26 ± 0,03	60	$V_f = 39 \%$ $V_p = 38 \%$
Nextel™720/mullite (Simon, 2005)	195 - 205	0,35 - 0,6	68 - 74	$V_f = 45 \pm 1 \%$ $V_p = 25 \pm 1 \%$
Nextel™720/alumine-silice (Jurf <i>et al.</i> , 2000)	179	0,3	76,5	$V_f = 48 \%$

Tableau 9 Comparaison entre les propriétés mécaniques du CMC Nextel™610/alumine développé à l'Onera et celles de composites oxyde/oxyde à renforts tissés bidimensionnels Nextel™ et à matrice à base d'alumine sollicités dans la direction des fibres [6] [14] [21] [11] [13] [20] [25] [36].

Les seuils d'endommagement ne sont pas indiqués dans la littérature. Une approximation graphique de ce seuil à partir des courbes de comportement communiquées permet néanmoins d'estimer que les contraintes seuils sont comparables (mais avec des modules de Young différents).

Le matériau présentant le plus de similarités avec le matériau étudié est un CMC Nextel™610/monazite/alumine décrit par Jackson *et al.* [14] et composé d'un empilement $[(0^\circ/90^\circ)]_{25}$. Le taux volumique de fibres du CMC est de $37 \pm 7 \%$, son taux de porosité de 35% et celui de la matrice seule se situe entre 45 et 50% . Le revêtement de monazite permet d'accroître considérablement les propriétés mécaniques du matériau [14]. Ces valeurs sont différentes de celles mesurées sur le CMC élaboré à l'Onera et qui valent, respectivement, 49% , $24 \pm 2 \%$ et $32 \pm 1 \%$ (porosimétrie au mercure). La faible valeur du module de Young du CMC étudié par Jackson *et al.* [14] par rapport au CMC élaboré à l'Onera peut s'expliquer par un taux volumique de fibres plus faible et un taux de porosité matricielle plus élevé, associé à une interphase de monazite : on peut supposer qu'à faible contrainte, dès le début de la sollicitation en traction, les fibres se désolidarisent de la matrice, ce qui permet aux torons longitudinaux de s'allonger. Ce phénomène, associé à la fissuration matricielle, entraîne un allongement de l'éprouvette plus important que si les fibres, restées solidaires de la matrice, ne pouvaient se redresser, et le module de Young est donc moins important.

Les courbes de comportement mécanique obtenues pour des sollicitations dans les directions 0° (direction chaîne) et 90° (direction trame) sont présentées en Figure 53. On remarque que la dispersion des résultats est plus importante dans le cas de la traction à 0° que dans le cas de la traction à 90°. Ceci est certainement dû au fait que, dans la direction 90°, seules cinq éprouvettes, qui plus est, provenant de la même plaque, ont été sollicitées alors que, dans le cas de la traction à 0°, un nombre plus important d'éprouvettes (neuf) provenant de six plaques différentes a été testé. Il est cependant important de noter que des résultats obtenus sur des éprouvettes découpées côte à côte dans une même plaque peuvent être différents. Ces deux observations permettent de mettre en évidence que (i) les propriétés mécaniques en traction dans la direction des fibres d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel varient d'une plaque à l'autre et (ii) les propriétés mécanique du matériau varient au sein d'une même plaque (cf. Figure 55 éprouvettes 10-1 et 10-2). Cette hétérogénéité des propriétés mécaniques reflète celle de la microstructure du matériau et est probablement imputable au procédé d'élaboration, à l'origine de nombreux macropores. Compte tenu de ces observations, il semble pertinent de préconiser un examen CND (thermographie IR ou C-Scan) sur les plaques réalisées, avant découpe.

Par ailleurs, les bonnes propriétés mécaniques du matériau Onera peuvent s'expliquer par son taux de fibres élevé.

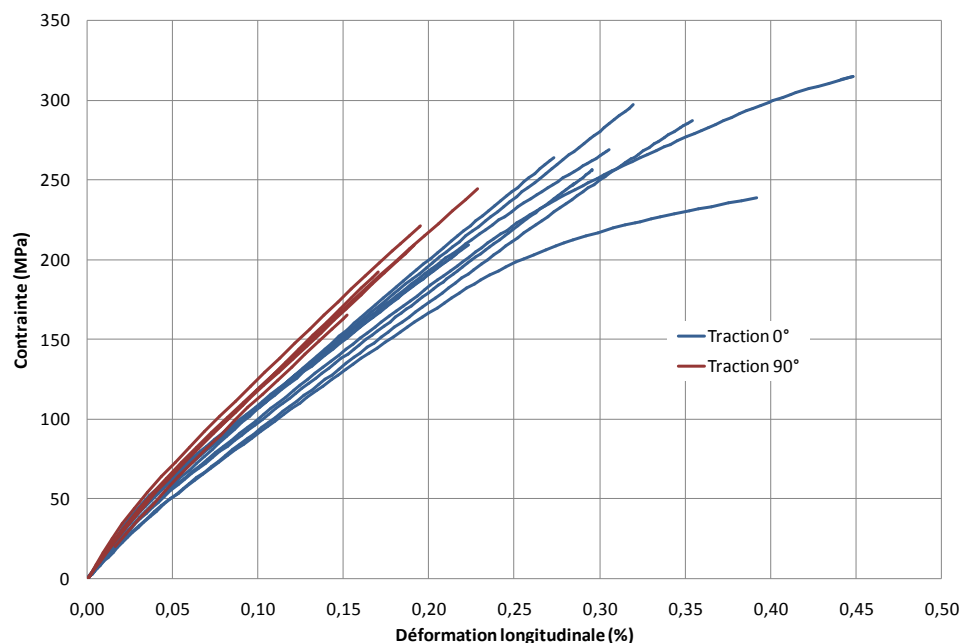


Figure 53 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction dans les directions 0° (direction chaîne) et 90° (direction trame).

Les modules de Young obtenus dans la direction 90° (147 ± 9 GPa) sont légèrement plus élevés que ceux obtenus dans la direction 0° (134 ± 19 GPa). La contrainte à rupture moyenne (contrainte maximale moyenne) dans la direction 90° (207 ± 30 MPa) est par ailleurs bien plus faible que celle obtenue dans la direction 0° (260 ± 37 MPa). Cela indique que le matériau n'est pas symétrique. Cette différence peut être attribuée à un tissage asymétrique et à l'ondulation des fibres dans la direction 90°, plus marquée que dans la direction 0°. Sous l'effet de la sollicitation mécanique, les torons longitudinaux ne peuvent ainsi pas se « redresser » et supportent donc moins bien le chargement mécanique que s'ils étaient moins ondulés. Une schématisation du redressement des fibres longitudinales sous l'effet d'une sollicitation en traction est représentée en Figure 54. Concernant l'ondulation des fibres, il faut noter que, en se redressant, les torons longitudinaux accroissent l'ondulation des torons transversaux. Ce phénomène peut par conséquent mener au délaminage.

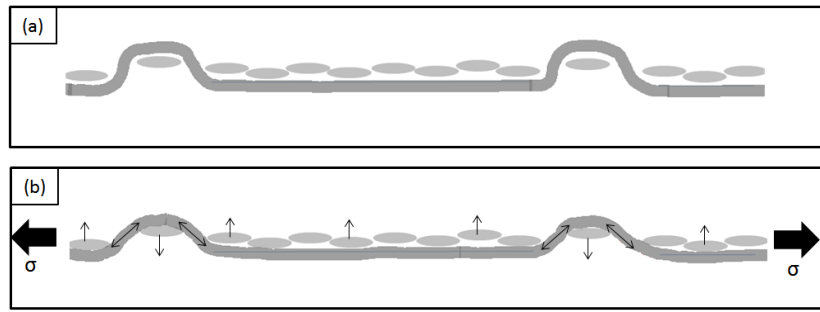


Figure 54 Schématisation du redressement des torons longitudinaux sous l'effet d'une sollicitation en traction. a. Matériau « au repos ». b. Redressement d'un toron longitudinal sollicité en traction.

Une autre explication plausible est que les éprouvettes sollicitées dans la direction 90° proviennent toutes de la même plaque : la faible déformation à rupture observée sur ces éprouvettes peut être due à la mauvaise qualité de cette plaque, n'étant ainsi pas représentative du matériau.

On remarque par ailleurs qu'il est possible de distinguer trois domaines sur ces courbes de comportement. Un tel fractionnement est représenté en Figure 55. Sur la totalité des courbes, on observe un premier domaine linéaire, qui correspond au domaine élastique, et un deuxième domaine quasi-linéaire. Le troisième domaine des courbes peut être quasi-linéaire ou non linéaire, avec une concavité plus ou moins marquée. Entre chacun de ces domaines, la concavité des courbes est marquée. Le terme quasi-linéaire est utilisé ici pour décrire une portion de courbe dont la tangente semble constante.

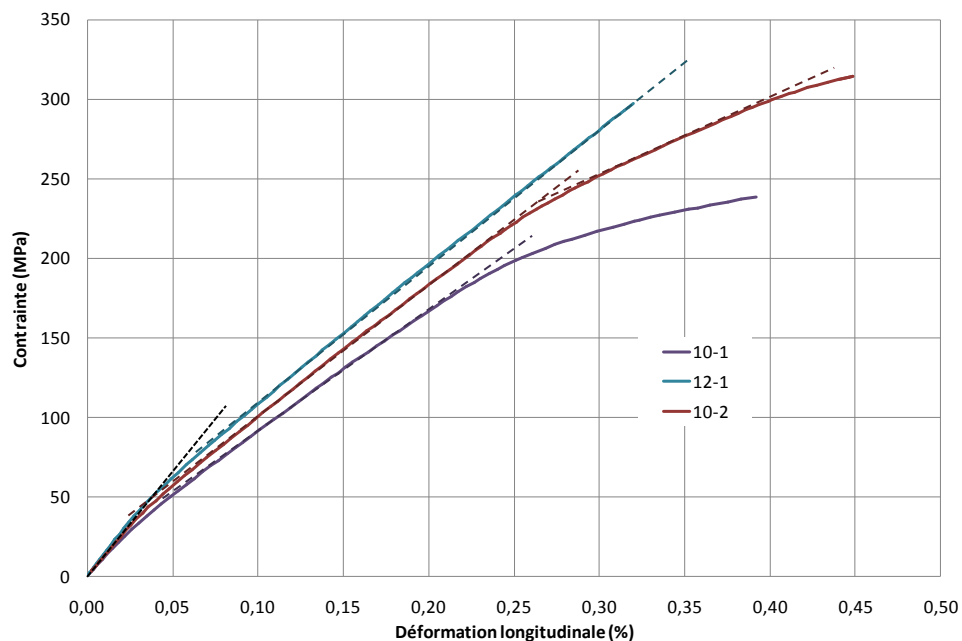


Figure 55 Fractionnement en trois domaines des courbes de comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction dans la direction 0°.

La fin du domaine élastique marque en général le seuil d'endommagement du matériau (cf. Figure 35). À ce stade, les premiers endommagements matriciels apparaissent. Il peut par exemple s'agir de fissuration de la matrice, de propagation de fissures préexistantes dans le matériau après élaboration ou de décohésion fibre/matrice. Le premier endommagement peut varier d'une éprouvette à l'autre et il est difficile de savoir précisément à quoi il correspond. Ce premier endommagement peut également survenir à une contrainte inférieure à celle correspondant à la fin

du domaine élastique mais ne pas avoir d'impact sur le comportement mécanique du matériau. Il est alors difficile de savoir quand il survient exactement. On considèrera donc que le seuil d'endommagement correspond à la fin du domaine élastique.

La seconde concavité de la courbe, en fin du deuxième domaine quasi-linéaire, marque un deuxième seuil d'endommagement. On peut supposer qu'il s'agit (i) du seuil d'endommagement des fibres ou (ii) d'un début de délaminage. Dans le cas de la première hypothèse, les premières fibres commenceraient alors à se rompre sous l'effet du chargement mécanique.

Enfin, avant la rupture finale du matériau, les courbes de comportement de certaines éprouvettes perdent leur quasi-linéarité. Ceci témoigne d'une forte augmentation de l'endommagement avant la rupture.

La portion des courbes de comportement correspondant au domaine élastique est difficile à déterminer sur le composite Nextel™610/alumine étudié. Que les déformations soient mesurées par CIN ou avec un extensomètre à couteaux, les premiers points de mesure semblent souvent aberrants et il n'est pas toujours aisé de reconnaître ceux qui correspondent à des artefacts dus aux conditions d'essais et qui peuvent ainsi être éliminés. Contrairement aux normes disponibles pour l'étude des CMO, la norme ASTM C 12475-00 traitant des essais de traction sur CMC ne définit pas clairement quelle partie des courbes contrainte-déformation il est possible d'éliminer pour délimiter précisément le domaine élastique (première partie linéaire de la courbe). Dans cette thèse, le domaine élastique est délimité par le tracé d'une droite tangente à la courbe et passant par l'origine, en supprimant les points aberrants de début d'essai si nécessaire. Une régression linéaire est ensuite réalisée sur les points de la courbe de comportement correspondant au domaine élastique. Le module de Young est alors défini comme étant la pente de cette droite. Dans le cas où la tangente à la courbe de comportement ne passe pas par l'origine, une régression linéaire affine est réalisée et le module correspond à la pente de cette droite. Cette méthode est subjective et les propriétés mécaniques qui en découlent, en particulier le seuil d'endommagement, peuvent donc différer d'une mesure à l'autre. Afin de vérifier la pertinence de ces calculs de modules de Young, une autre méthode de calcul des modules a été utilisée : des régressions linéaires ont été réalisées sur les points des courbes de comportement compris entre 10 MPa et 35 MPa. Cette gamme de contrainte est en effet incluse dans le domaine élastique de la totalité des éprouvettes. Les modules obtenus par cette méthode sont très proches de ceux obtenus avec la première méthode et on peut en déduire que la méthode graphique est pertinente.

Afin de nous assurer de l'exactitude des seuils d'endommagement déterminés graphiquement à partir des courbes de comportement, les évolutions des modules tangents en fonction de la contrainte appliquée ont été analysées.

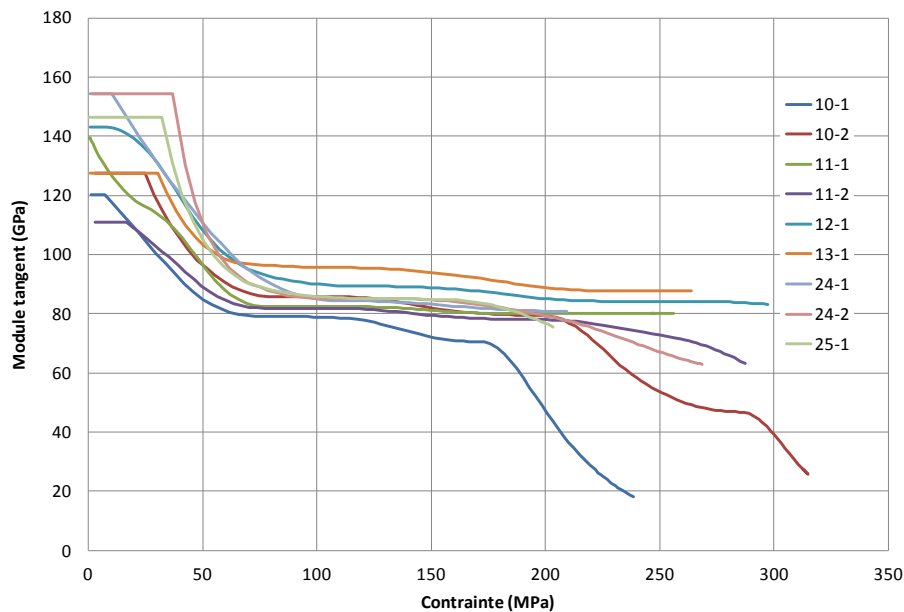


Figure 56 Évolution des modules tangents pour des essais de traction monotone à rupture réalisés dans direction 0° sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.

Les brusques pertes de module suivies d'un palier puis, dans certains cas, d'une seconde perte de module importante semblent confirmer l'hypothèse selon laquelle le matériau s'endommage fortement en sortie de domaine élastique. Entre environ 70 MPa et 200 MPa, l'endommagement semble évoluer de manière linéaire. Une légère décroissance est cependant à noter. Enfin, sur certaines éprouvettes, une importante perte de module survient avant la ruine du matériau, témoignant d'une augmentation soudaine de l'endommagement.

Le suivi d'endommagement par EA n'a, dans le cas des CMC oxyde/oxyde étudiés, pas été concluant. Il n'a en effet pas été possible de corréler les variations de l'énergie acoustique cumulée avec les courbes de comportement ou les variations de modules (y compris pour le seuil d'endommagement). L'adaptation des paramètres d'acquisition des signaux acoustiques aux matériaux étudiés sera nécessaire pour les études futures portant sur ces matériaux.

Dans le but de suivre l'endommagement du matériau, et notamment de déterminer le seuil d'endommagement pour une sollicitation en traction, un suivi d'endommagement passif par thermographie IR a été réalisé sur certaines éprouvettes. Comme on peut le constater sur la Figure 57, l'endommagement ne peut être détecté que très tardivement, à une contrainte correspondant à 99,4 % de la contrainte à rupture de l'éprouvette, et il n'a ainsi pas été possible de déterminer les seuils d'endommagement des éprouvettes. Les acquisitions des données de thermographie IR et de contrainte n'étant pas synchronisées pour ces essais, la correspondance entre l'instant de détection de l'endommagement en thermographie IR et la contrainte correspondante a été établie en post-traitement.

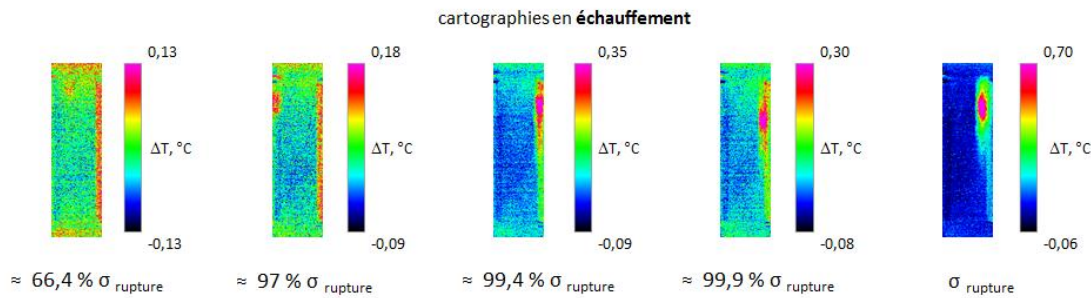


Figure 57 Suivi d'endommagement passif par thermographie IR lors d'un essai de traction monotone à rupture dans la direction 0° : l'endommagement n'a pu être détecté qu'à 99,30 % de la contrainte à rupture (σ_{rupture}) de l'éprouvette.

Enfin, toujours dans le but d'estimer le seuil d'endommagement et de suivre les mécanismes d'endommagement du matériau soumis à une sollicitation mécanique, des observations sur chant ont été réalisées à différentes contraintes de sollicitation sur la totalité des éprouvettes. Cette méthode permet en effet de détecter et suivre l'endommagement, en particulier la fissuration, qui apparaît sur la tranche de l'éprouvette. Il est ainsi possible d'avoir une approximation du seuil d'endommagement. Cette approximation n'est cependant pas précise étant donné qu'elle ne concerne que la tranche des éprouvettes et qu'elle ne donne accès à aucune information concernant l'endommagement apparaissant au sein de l'éprouvette. Lorsque cette méthode est utilisée, les chants d'éprouvettes sont en général polis afin de faciliter les observations. Cependant, dans le cas des CMC oxyde/oxyde (à renfort bi- ou tridimensionnel), le polissage n'a pas été possible pour les raisons mentionnées dans le chapitre précédent. Les observations, réalisées au grandissement maximal permettant d'observer la tranche des éprouvettes à différentes contraintes, n'ont pas permis de détecter le seuil d'endommagement du matériau : très peu de fissures, voire aucune, sont apparues sur le chant des éprouvettes entre le début de la sollicitation et la rupture.

Ces observations au microscope optique réalisées lors des essais n'ayant pas permis de suivre l'endommagement ni d'en comprendre les mécanismes, il a été nécessaire d'avoir recours à des observations au MEB.

Ainsi, des essais de traction interrompue ont été réalisés dans le but de déterminer l'évolution de l'endommagement dans des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte dans la direction 0° . Les contraintes d'arrêt ont été fixées à partir des courbes de comportement obtenues sur des éprouvettes sollicitées en traction monotone à rupture. Le but était de pouvoir réaliser des observations au MEB sur des éprouvettes sollicitées à une contrainte légèrement supérieure au seuil d'endommagement afin d'observer les premiers endommagements, à une contrainte légèrement inférieure à la contrainte à rupture pour observer un endommagement quasi-maximal, ainsi que des éprouvettes sollicitées à une, voire plusieurs, contrainte(s) intermédiaire(s) dans le but de « suivre » l'évolution de cet endommagement. L'analyse morphologique d'éprouvettes sollicitées à des contraintes inférieures à la contrainte à rupture présente néanmoins un désavantage dont il faut tenir compte : il est possible, et même très probable, que des fissures se referment lors du retour à une contrainte nulle. Les endommagements causés par la sollicitation mécanique peuvent alors ne pas être visibles.

Cinq éprouvettes provenant de quatre plaques ont ainsi été sollicitées à des niveaux de contrainte différents. Les contraintes d'arrêt valent, dans la direction 0° , 58 MPa, 154 MPa, 165 MPa et 220 MPa et correspondent, respectivement, à 22 %, 59 %, 63 % et 85 % de la contrainte à rupture moyenne calculée à partir des essais de traction monotone à 0° .

Afin de nous assurer de la pertinence du choix des éprouvettes sollicitées en traction interrompue, les courbes de comportement obtenues lors de ces essais ont été comparées à celles obtenues lors des essais de traction monotone à rupture. Comme on peut le constater sur le graphique de la Figure 58, les courbes de traction interrompue se fondent dans le faisceau de courbes de traction monotone à rupture. Le module de Young moyen des éprouvettes sollicitées en traction interrompue vaut 140 ± 7 GPa et est très proche de celui obtenu en traction monotone à

rupture (134 ± 19 GPa). Ces informations laissent penser que l'observation au MEB de ces éprouvettes est en mesure de fournir des informations pertinentes quant à l'évolution de l'endommagement dans le matériau Nextel™610/alumine sollicité en traction.

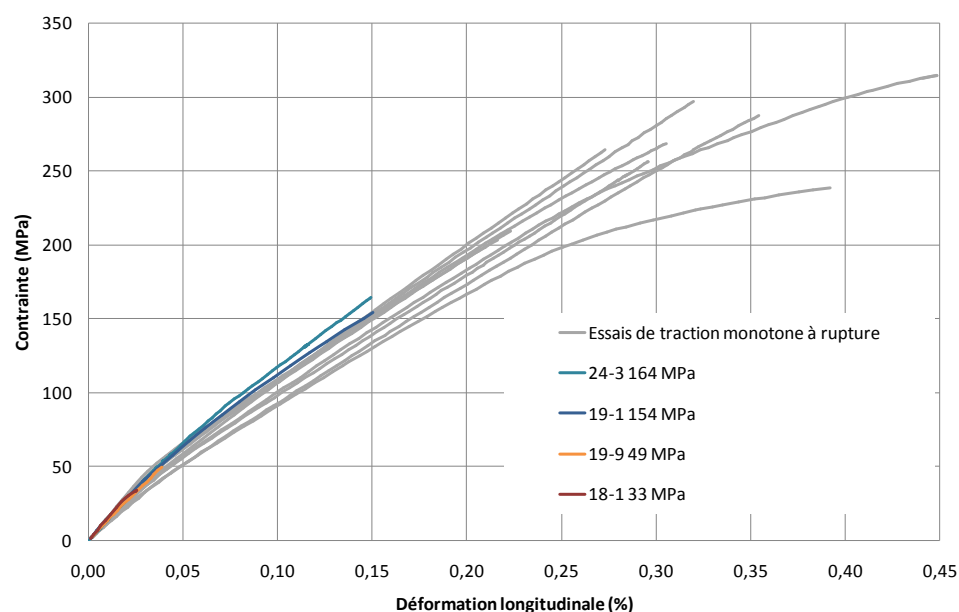


Figure 58 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes sollicitées en traction monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction 0°.

Sur les éprouvettes sollicitées à une contrainte inférieure à 220 MPa, les observations au MEB n'ont révélé que peu d'endommagement. La zone utile des éprouvettes ne présentait pas d'endommagement flagrant. Des fissures perpendiculaires au plan des plis, situées principalement dans les zones riches en matrice, étaient visibles sur la totalité des éprouvettes. En réalisant des observations *post mortem*, il n'est pas possible de savoir si les fissures matricielles que l'on observe sont dues à la propagation de fissures matricielles préexistantes sur le matériau après élaboration (dues au procédé d'élaboration, Figure 38.e) ou si elles résultent de la sollicitation mécanique. Comme on peut le constater sur la micrographie présentée en Figure 59.a, les fissures ne semblent pas se propager autour des fibres lorsqu'elles sont en contact avec des torons, ce qui va à l'encontre du principe même des CMC à matrice faible. De plus, les nombreux macropores ne semblent pas, à ces contraintes, être le point de départ de fissures. Cela laisse penser que, bien que le seuil d'endommagement moyen du matériau ait été dépassé, l'éprouvette observée semble n'avoir été que peu endommagée par la sollicitation mécanique. On peut également émettre l'hypothèse que les fissures créées par la sollicitation mécanique se sont refermées lors du retour à une contrainte nulle.

Sur l'éprouvette sollicitée à 220 MPa, une zone endommagée était facilement repérable dans la zone utile de l'éprouvette, contrairement aux éprouvettes sollicitées à des contraintes inférieures. Plusieurs types d'endommagement sont visibles en Figure 59.b. Il s'agit plus particulièrement de la propagation de fissures le long de torons longitudinaux et autour de torons transversaux, ainsi que la propagation de fissures matricielles à travers des torons transversaux. On remarque aussi de nombreuses fissures reliées à des macropores. Ces observations sont semblables à celles réalisées sur les éprouvettes sollicitées en traction monotone à rupture dans la même direction. On peut penser que la zone endommagée repérée dans la zone utile de l'éprouvette sollicitée à 220 MPa est celle où la rupture aurait pu survenir.

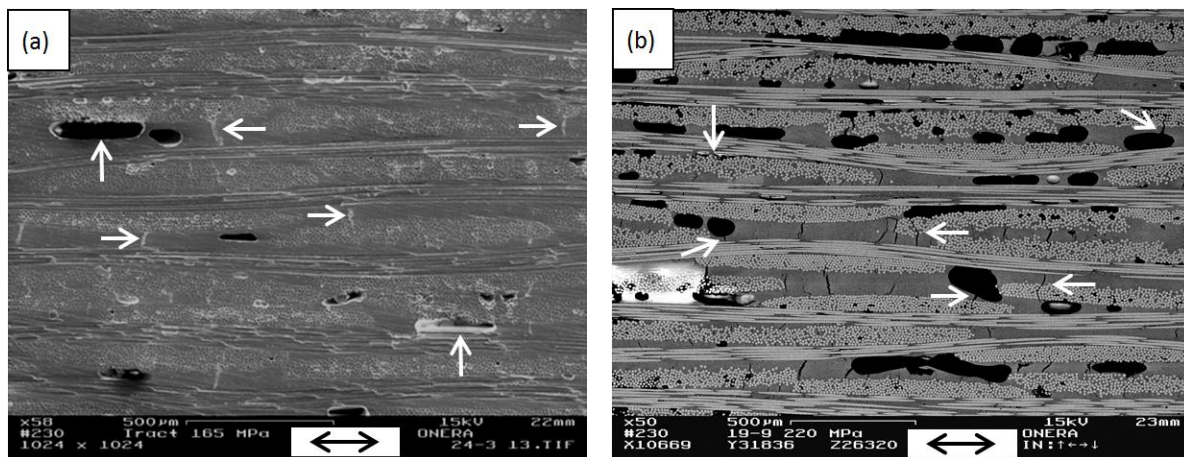


Figure 59 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction, à différentes contraintes, dans la direction 0°. a. À 165 MPa : Fissures matricielles inter-torons, perpendiculaires à la direction de sollicitation et qui ne se propagent pas le long des torons. Macropores qui ne semblent pas être à l'origine de la propagation de fissures. b. À 220 MPa : fissures matricielles inter-torons, perpendiculaires à la direction de sollicitation, certaines se propagent à travers des torons transversaux. Propagation de fissures à partir de macropores.

Comme dans le cas des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte, des observations au MEB de coupes longitudinales et transversales ont été réalisées sur des éprouvettes sollicitées jusqu'à rupture dans le but de comprendre les mécanismes d'endommagement du matériau sollicité dans la direction des fibres.

Le matériau Nextel™610/alumine présente une forte tendance au délaminage. Ce phénomène touche principalement les plis externes. Selon les éprouvettes observées, les zones endommagées sont plus ou moins étendues. Lorsque l'on s'éloigne de la zone de rupture, certaines zones semblent « saines » et ne présentent aucun endommagement. Cela pourrait s'expliquer par un léger manque de matrice sur les plis externes. Lors de l'élaboration des plaques, ces plis sont en effet en contact direct avec un tissu drainant permettant d'éliminer le surplus de matrice ainsi que l'eau lors de la phase de pressage. Le phénomène de délaminage pour une sollicitation dans la direction $\pm 45^\circ$ a notamment été rapporté par Zok *et al.* [20].

Des fissures inter-plis, causes de délaminage, sont visibles sur les Figure 60.a. et Figure 60.b. Les fissures se propagent le long des torons longitudinaux et autour des torons transversaux, comme on peut le constater sur les micrographies présentées en Figure 60.c. et Figure 60.d. Sur certaines éprouvettes, la propagation des fissures en périphérie des torons se fait jusqu'aux mors, alors que sur d'autres éprouvettes ce type d'endommagement s'étend beaucoup moins le long de la zone utile et n'est visible que près de la rupture. De manière générale, les fissures se propagent principalement dans des directions parallèles au plan des plis, en périphérie des torons longitudinaux et transversaux. On observe également des fissures au sein des torons longitudinaux et transversaux ; elles semblent trouver leur origine dans la propagation des fissures qui se propageaient initialement en périphérie des torons. Il s'agit principalement de fissures parallèles à la direction de sollicitation, comme dans le cas des fissures se propageant autour des torons longitudinaux et transversaux. Les fissures suivent néanmoins le contour des fibres et des torons et ne sont pas rigoureusement parallèles à la direction de sollicitation.

Dans les zones riches en matrice, entre les torons d'un même pli ainsi qu'entre les torons de plis différents, les fissures se propagent dans des directions perpendiculaires à celle des plis. On peut penser que les fissures se propageant en périphérie des torons longitudinaux et transversaux résultent de la propagation de fissures matricielles (principe des CMC à matrice faible). Cependant, comme cela a déjà été mentionné, il n'est pas possible de savoir si ces fissures matricielles étaient déjà présentes dans le matériau après élaboration ou si elles résultent de la sollicitation mécanique. On observe également des fissures matricielles perpendiculaires au plan des plis (et à la direction de sollicitation mécanique) qui, au contact de torons longitudinaux et/ou transversaux, ne se propagent pas autour de ces torons. Comme dans le cas précédent, il n'est pas possible de savoir si ces fissures sont dues au procédé d'élaboration ou à la sollicitation mécanique. Certaines fissures semblent par

ailleurs se propager à partir des macropores (*cf.* Figure 60.a et Figure 60.e). Des amorçages de fissures à partir de certains macropores étaient en effet déjà visibles sur le matériau après élaboration (*cf.* Figure 38.b). Les macropores pourraient cependant avoir l'effet inverse : ils pourraient stopper la propagation des fissures.

Enfin, près de la zone de rupture, de nombreuses fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation se propagent dans les torons transversaux. Il semble évident que ces fissures sont dues à la sollicitation mécanique.

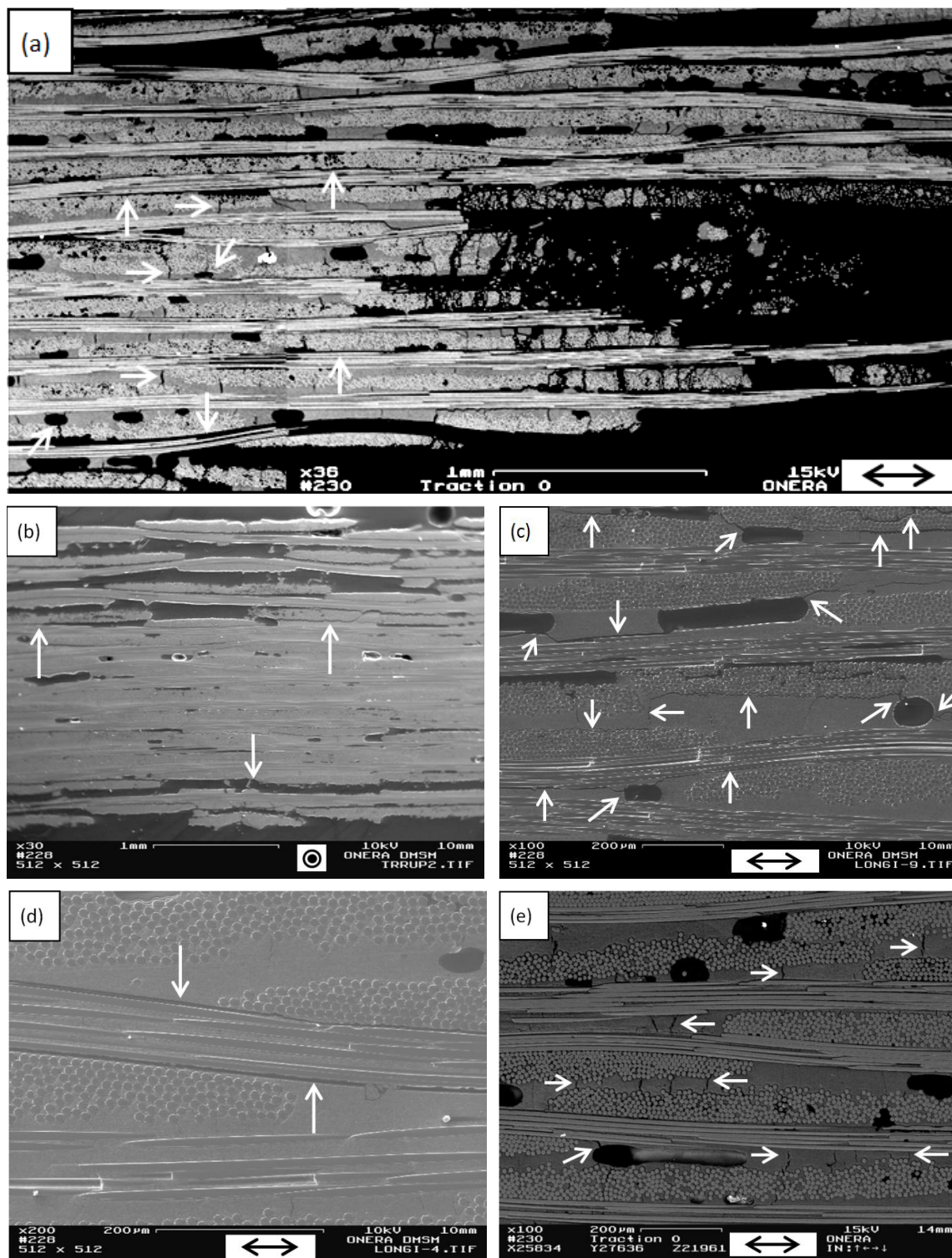


Figure 60 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction à rupture dans la direction 0° . a. Zone de rupture : délamination, fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation, notamment dans les zones matricielles inter-torons et propagation de fissures à partir des macropores. b. Délamination des plis extérieurs observé sur une coupe transversale : la zone centrale de l'éprouvette semble peu endommagée. c. Propagation de fissures en périphérie des torons transversaux et le long des torons longitudinaux. Ces fissures traversent les zones matricielles inter-torons dans des directions perpendiculaires à celle de la sollicitation. d. Propagation de fissures le long d'un toron longitudinal. e. Fissures matricielles inter-torons, perpendiculaires à la direction de sollicitation, et propagation de fissures à partir de macropores.

Les éprouvettes sollicitées en traction dans la direction des fibres (0° et 90°) présentent une importante extraction de fibres (*cf.* Figure 61.a) et, pour certaines, du délamination. Le phénomène

d'extraction de fibres était prévisible : il est en effet intrinsèquement lié au concept de CMC à matrice faible, fondé sur la déviation des fissures matricielles à l'interface fibre/matrice. L'extraction de fibres concerne des torons entiers mais également les fibres d'un même toron (cf. Figure 61.c). Ceci est dû au fait que la déviation de fissures au niveau des interfaces fibre/matrice se fait autour des torons (cf. Figure 61.b) mais également au sein des torons (cf. Figure 61.d), comme cela a pu être observé *post mortem* sur des coupes d'éprouvettes sollicitées jusqu'à rupture. On remarque ainsi que, au sein d'un même toron, les fibres, désolidarisées les unes des autres, ne cassent pas toutes au même niveau (cf. Figure 61.c). Ce phénomène a été rapporté par Levi *et al.* [25] pour des composites Nextel™610/alumine-mullite (cf. Tableau 9 pour comparaison des propriétés).

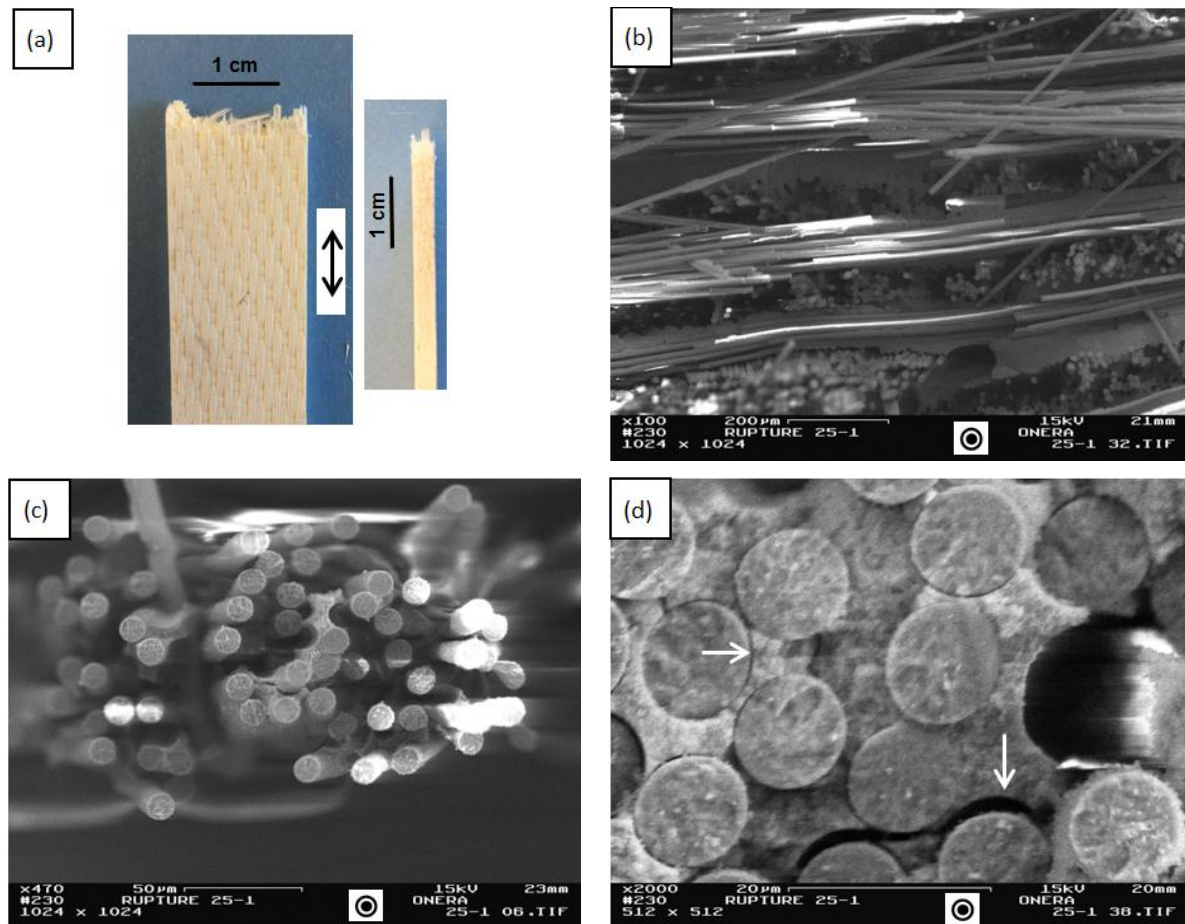


Figure 61 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction dans la direction 0°. a. Vues de face et de côté d'une éprouvette rompue : extraction de fibres. b. Extraction de fibres (MEB) et propagation de fissure à partir d'un macropore. c. Extraction d'un toron et rupture des fibres à différents niveaux (MEB). d. Décohésions fibres/matrice au sein d'un même toron (MEB).

Les observations au MEB ont permis de mettre en évidence la présence de particules de matrice qui restent collées aux fibres, après rupture du matériau. Ce phénomène, déjà observé sur les faciès de rupture des éprouvettes sollicitées dans la direction 0°, a, entre autres, été observé par Levi *et al.* [25] sur des CMC Nextel™610/alumine-mullite sollicités dans la direction des fibres. La présence de matrice en surface des fibres témoigne de la liaison forte qui existe entre ces deux constituants.

Le phénomène de délaminage peut être en partie attribué à l'ondulation des fibres. Sous l'effet d'une sollicitation mécanique en traction, les torons longitudinaux, désolidarisés de la matrice par la propagation de fissures, ont tendance à se redresser ; cela a pour effet d'accroître l'ondulation des torons transversaux, ce qui conduit à l'écartement des plis et donc au délaminage.

Des essais de traction incrémentale ont par ailleurs été réalisés dans le but de déterminer le comportement du matériau sous l'effet d'une sollicitation cyclique. Trois éprouvettes provenant de trois plaques ont été sollicitées en traction incrémentale dans la direction 0° ; une seule éprouvette a été sollicitée jusqu'à rupture. Les incréments de contrainte auxquels les trois éprouvettes ont été sollicitées sont 60 MPa, 120 MPa, 180 MPa et 240 MPa (sauf dans le cas de l'éprouvette 21-1 qui a atteint la rupture à 227 MPa). Ces contraintes correspondent, respectivement, à 23 %, 46 %, 69 % et 92 % de la contrainte à rupture moyenne obtenue lors des essais de traction monotone. Un exemple de courbe de comportement obtenue lors d'un essai de traction incrémentale est donné en Figure 62. Afin de vérifier la pertinence des résultats obtenus avec ces essais, les enveloppes des courbes de traction incrémentale ont été comparées aux courbes de comportement mécanique obtenues lors des essais de traction monotone à rupture dans la direction 0°. Comme on peut le constater sur le graphique de la Figure 62.b, les enveloppes des courbes de traction incrémentale sont en adéquation avec celles obtenues en traction monotone à rupture et les résultats sont donc exploitables.

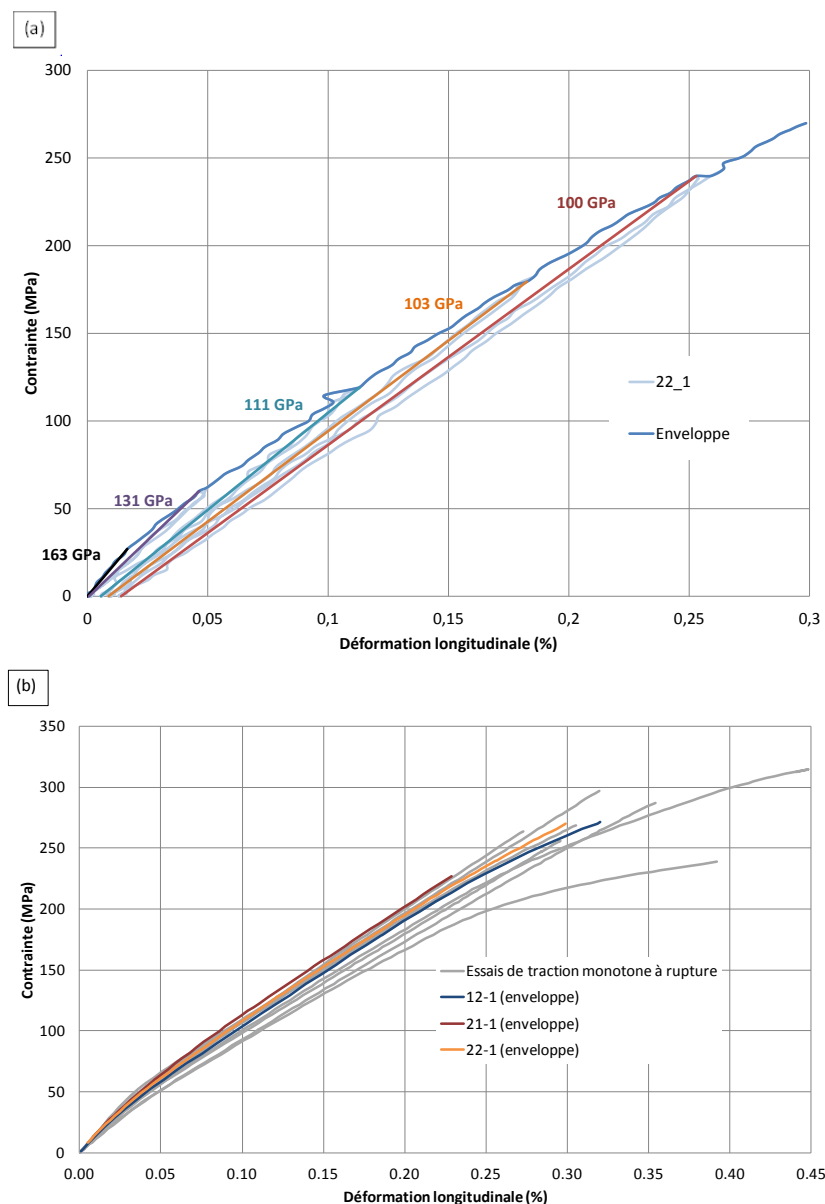


Figure 62 a. Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction incrémentale dans la direction 0° (courbe non régularisée) et évolution des modules sécants. b. Enveloppe des courbes de traction incrémentale.

Les boucles d'hystérésis observées lors de ces chargements cycliques sont dues aux forces de frottement et de cisaillement qui s'exercent entre les fibres et la matrice, tel que décrit, par exemple, par Baste [59] et Camus *et al.* [60]. En effet, le matériau étudié étant un CMC à matrice faible, les fissures matricielles sont déviées à l'interface fibre/matrice, comme cela a été observé *post mortem*, et, une fois désolidarisées de la matrice, les fibres glissent dans la matrice lors des charges et décharges, ce qui engendre des forces de frottement et se traduit par des boucles d'hystérésis. Dans la majorité des cas, en ce qui concerne les CMC, l'amplitude des déformations inélastiques ainsi que la surface des boucles d'hystérésis sont dues à la fois à un important phénomène de décohésion entre les fibres et la matrice et au frottement entre ces deux composants après décohésion, lors du glissement des fibres dans la matrice. Des boucles d'hystérésis de faible ampleur, comme c'est le cas ici, témoignent d'un faible frottement entre les fibres et la matrice associé à une forte décohésion fibre/matrice [59]. Lors des décharges, les fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation et qui ont été engendrées par une sollicitation en traction ont tendance à se refermer. Camus *et al.* [60] expliquent que, dans les CMC, les déformations résiduelles peuvent résulter de la combinaison de plusieurs phénomènes, à savoir : (i) la relaxation des contraintes résiduelles longitudinales dues au procédé d'élaboration, (ii) le glissement irréversible des fibres dans la matrice et (iii) l'impossibilité des fissures à se refermer totalement suite à un déplacement des lèvres des fissures.

Les contraintes résiduelles thermiques et les déformations associées sont souvent attribuées à la différence de coefficient de dilatation thermique des fibres et de la matrice apparaissant lors du procédé d'élaboration, et plus particulièrement lors du refroidissement du matériau [61] [62]. Cependant, comme cela a déjà été mentionné, il est peu probable, dans le cas des matériaux étudiés dans le cadre de cette thèse, que les fissures matricielles préexistantes sur le matériau après élaboration soient dues à ce phénomène. Les valeurs des contraintes et déformations résiduelles thermiques peuvent être évaluées, à partir d'essais de traction incrémentale, par la méthode dite *Common Intersection Point (CIP)* proposée par Steen [50] et reprise par Dassios [61] et Mei [62].

La méthode CIP consiste à tracer, lors des chargements, les modules tangents aux parties linéaires des courbes contrainte-déformation obtenues lors des montées en charge, tel que présenté en Figure 63. Les droites obtenues à partir des différents cycles sont sécantes en un point (dit *Common Intersection Point*) dont les coordonnées correspondent (i) à la contrainte résiduelle thermique moyenne multipliée par le taux volumique de fibres et (ii) à la déformation résiduelle thermique dans les fibres (moyennée sur la longueur utile de l'éprouvette) [50].

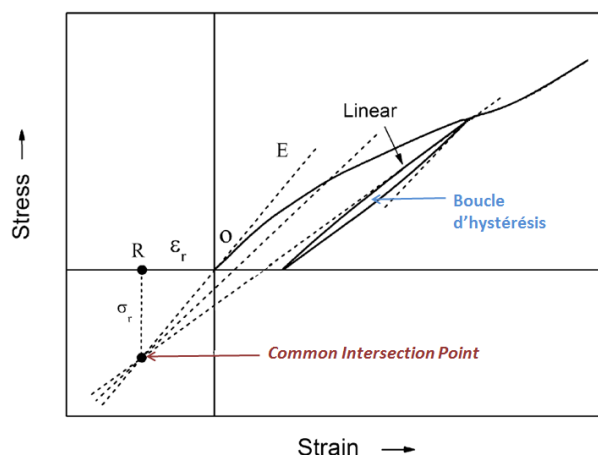


Figure 63 Méthode de détermination du CIP [62].

Dans le cas du matériau CMC Nextel™610/alumine développé à l'Onera, la détermination du CIP pour trois éprouvettes a permis de déterminer des coordonnées moyennes de -30 ± 4 MPa et $-0,03$ %. Ainsi, pour un taux volumique de fibres de 48 ± 2 %, la contrainte résiduelle thermique s'élève à environ 63 MPa et la déformation associée à 0,03 %. Cette contrainte positive correspond à une contrainte résiduelle en traction de la matrice [62], ce qui explique en partie les fissures observées dans le matériau après élaboration. Elle peut être attribuée au frittage des matériaux lors

de leur élaboration. Dans le cas des CMC Nextel™610/alumine, il est difficile de délimiter la partie linéaire des courbes contrainte-déformation lors des montées en charge et la détermination du CIP est par conséquent difficile. Cette méthode permet néanmoins d'avoir une approximation des contrainte et déformation résiduelles thermiques.

Si la méthode du CIP permet d'avoir une approximation des contrainte et déformation résiduelles thermiques longitudinales, les contraintes résiduelles thermiques radiales (autour des fibres) ne peuvent être obtenues par cette méthode. Ces dernières ont une influence sur le transfert de charge entre les fibres et la matrice ainsi que sur la dissipation d'énergie par frottement au niveau de l'interface fibre/matrice (qui se traduit par des boucles d'hystérésis). Cependant, ces contraintes radiales n'ont, d'après Steen [50], pas d'influence sur l'enveloppe des courbes de comportement obtenues à partir des essais de traction incrémentale.

Par ailleurs, comme on peut le constater sur la Figure 62, les déformations résiduelles après chacun des incréments de contrainte sont très faibles. Ce résultat est valable pour les trois éprouvettes. En moyenne, les déformations résiduelles valent, à contrainte nulle, 0,4 %, 2,0 %, 3,1 % et 5,6 % de la déformation à rupture moyenne après des incréments de 23 %, 46 %, 69 % et 92 % de la contrainte à rupture moyenne. On remarquera par ailleurs que, après le premier incrément de contrainte à 60 MPa, soit une valeur supérieure au seuil d'endommagement moyen déterminé précédemment (0° : 48 ± 8 MPa, 90° : 44 ± 6 MPa), la contrainte résiduelle est non nulle, bien que très faible. Cela indique que l'éprouvette a dépassé son domaine élastique et que le seuil d'endommagement doit effectivement être inférieur à 60 MPa.

Enfin, bien que les déformations résiduelles soient faibles, il faut en toute rigueur en tenir compte dans la modélisation du comportement mécanique du matériau, en particulier si l'on souhaite évaluer correctement l'évolution des modules élastiques.

Le calcul des modules sécants à partir des essais de traction incrémentale permet par ailleurs d'évaluer l'évolution de l'endommagement. La Figure 62.a présente l'évolution des modules sécants pour des essais de traction incrémentale dans la direction 0° . On remarque que ces modules décroissent tout au long de l'essai ; cela met en évidence une augmentation constante de l'endommagement, comme cela a été mis en évidence par l'étude des variations de modules sur les essais de traction monotone à rupture.

3.2.3. Comportement mécanique en traction dans la direction hors-axes $\pm 45^\circ$

Les résultats des essais de traction monotone à rupture, traction incrémentale et traction interrompue réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ sont présentés et analysés dans cette partie. Le but de ces essais était de déterminer les propriétés mécaniques du matériau ainsi que ses mécanismes d'endommagement lorsqu'il est sollicité dans une direction où la matrice, microporeuse et peu résistante, s'endommage rapidement, tandis que les fibres, sollicitées dans une direction qui n'est pas la leur, ne peuvent assurer la résistance mécanique du CMC.

Dans la direction $\pm 45^\circ$, les essais de traction monotone à rupture ont été réalisés sur sept éprouvettes provenant de trois plaques différentes.

Ces essais ont permis de déterminer les valeurs moyennes de la contrainte maximale à rupture et du seuil d'endommagement (et des déformations associées) ainsi que du module de Young, résumées dans le Tableau 10. Ces essais de traction monotone dans la direction $\pm 45^\circ$ ont par ailleurs permis de calculer un module de cisaillement plan moyen de 46 ± 12 GPa, calculé pour des contraintes comprises entre 10 MPa et 35 MPa. Cet intervalle de contrainte est en effet inclus dans les domaines élastiques des courbes contrainte-déformation longitudinale et contrainte-déformation transversale de la totalité des essais utilisés pour calculer cette moyenne.

	Contrainte maximale (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Contrainte seuil d'endommagement * (MPa)	Déformation longitudinale au seuil d'endommagement (%)	Module de Young * (GPa)	G ₁₂ (GPa)
Traction 2D ±45°: 7 essais, 3 plaques	89 ± 19	0,19 ± 0,07	41 ± 11	0,04 ± 0,02	122 ± 28	46 ± 12

* détermination graphique

Tableau 10 Propriétés mécaniques d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel sollicité en traction monotone à rupture dans la direction ±45°.

Les courbes de comportement mécanique obtenues dans la direction ±45° sont présentées en Figure 64. On distingue une première partie linéaire (domaine élastique) suivie d'une partie non linéaire, jusqu'à rupture.

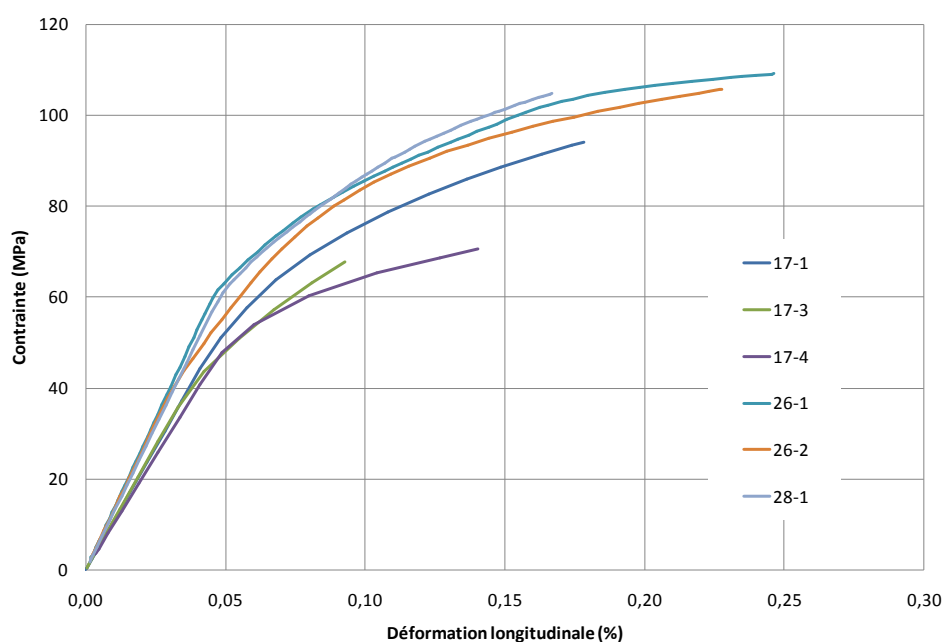


Figure 64 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction monotone à rupture dans la direction ±45°.

Une comparaison entre les résultats obtenus dans les directions 0° et ±45° permet de constater que les valeurs des contraintes et déformations maximales à rupture sont moins élevées dans le cas d'une sollicitation à ±45° que dans le cas d'une sollicitation dans la direction 0° (260 ± 37 MPa et 0,30 ± 0,09 %). La sollicitation à ±45° étant une sollicitation hors-axes, bien que les fibres participent à la résistance du matériau et supportent une partie du chargement mécanique, c'est principalement la matrice qui est sollicitée et ce résultat était prévisible.

En ce qui concerne le seuil d'endommagement du matériau sollicité dans différentes directions, on constate que les contraintes et déformations au seuil d'endommagement obtenues dans la direction ±45° (41 ± 11 MPa, 0,04 ± 0,02 %) sont légèrement inférieures à celles obtenues dans les directions 0° (48 ± 8 MPa, 0,04 ± 0,01 %) et 90° (44 ± 6 MPa, 0,03 ± 0,01 %). La similitude entre ces valeurs consolide l'hypothèse selon laquelle la matrice est le premier élément à s'endommager dans ce CMC et dont l'endommagement est responsable de la perte d'élasticité du matériau.

Comme dans le cas des essais dans la direction des fibres, l'évolution des modules tangents en fonction de la contrainte appliquée (cf. Figure 65) a été analysée afin d'évaluer l'évolution de l'endommagement du matériau au cours des essais. On remarque que, dès la sortie du domaine élastique, les modules tangents ne cessent de décroître, ce qui peut témoigner d'une augmentation rapide de l'endommagement. Une fois de plus, le suivi d'endommagement par EA n'a pu être corrélé aux courbes de comportement ni aux variations de module.

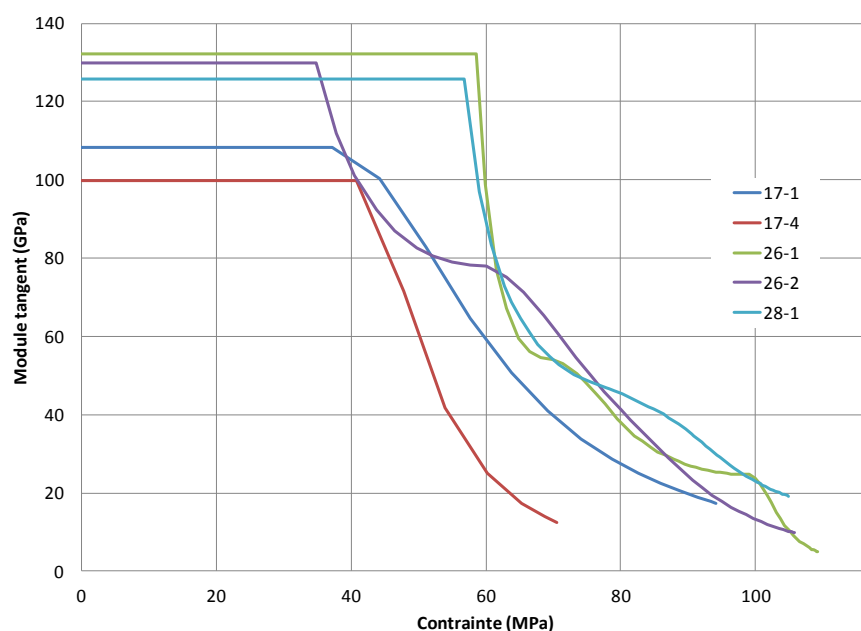


Figure 65 Évolution des modules tangents pour des essais de traction monotone à rupture réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.

Comme pour certains essais de traction monotone à rupture réalisés dans la direction 0° , un suivi d'endommagement passif par thermographie IR a été réalisé sur certaines éprouvettes sollicitées dans la direction $\pm 45^\circ$, afin, notamment, de déterminer le seuil d'endommagement du matériau pour cette sollicitation. Comme on peut le constater sur la Figure 66, l'endommagement ne peut être détecté que très tardivement, à une contrainte correspondant à 87 % de la contrainte à rupture de l'éprouvette. Ce résultat est identique à celui obtenu dans le cas d'une traction dans la direction 0° . On en déduit que la méthode de thermographie IR utilisée dans cette thèse est peu adaptée au suivi d'endommagement du matériau étudié sollicité en traction.

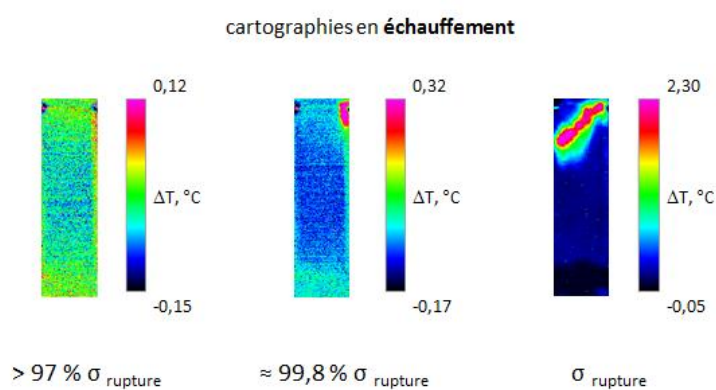


Figure 66 Suivi d'endommagement passif par thermographie IR lors d'un essai de traction monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$: l'endommagement n'a pu être détecté qu'à 87,21 % de la contrainte à rupture de l'éprouvette.

Comme dans le cas des essais de traction monotone réalisés dans la direction 0° , des observations sur chants (microscope optique) ont été réalisées lors des essais de traction dans la direction $\pm 45^\circ$ mais n'ont pas permis de suivre l'endommagement du matériau.

Afin de déterminer les mécanismes d'endommagement du matériau sollicité dans la direction $\pm 45^\circ$, des essais de traction interrompue ont été réalisés à des contraintes de 23 MPa, 30 MPa et 60 MPa correspondant, respectivement, à 26 %, 34 % et 67 % de la contrainte à rupture moyenne

calculée à partir des essais de traction monotone à $\pm 45^\circ$. Cinq éprouvettes découpées dans quatre plaques différentes ont été sollicitées.

Comme dans le cas des essais de traction interrompue réalisés dans la direction 0° , les courbes de comportement mécanique obtenues pour des sollicitations de traction interrompue dans la direction $\pm 45^\circ$ ont été comparées à celles obtenues dans le cas d'essais de traction monotone à rupture. Comme on peut le constater sur le graphique de la Figure 67, les courbes de comportement des essais de traction interrompue semblent être en adéquation avec celles de traction à rupture. Le module de Young moyen calculé à partir des essais de traction interrompue, valant 134 ± 15 GPa, est par ailleurs légèrement supérieur à celui obtenu lors des essais de traction monotone à rupture, qui vaut 122 ± 28 MPa. Compte-tenu de la valeur de l'écart-type obtenu dans ce second cas, on peut considérer que les résultats obtenus en traction interrompue sont exploitables.

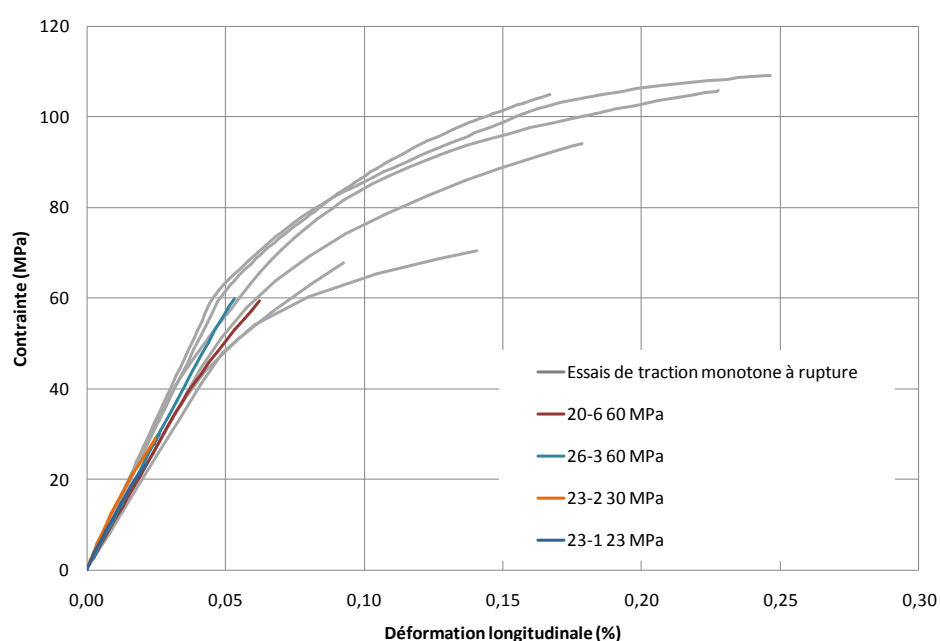


Figure 67 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes sollicitées en traction monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction $\pm 45^\circ$.

Les éprouvettes sollicitées à 23 MPa et 30 MPa ne semblent pas présenter d'endommagement autre que les fissures dues au procédé d'élaboration (*cf.* Figure 68.a) ; on ne distingue aucune zone d'endommagement sur la zone utile de ces éprouvettes. Cela est en accord avec une approximation du seuil d'endommagement moyen à 41 ± 11 MPa obtenu grâce à des essais de traction monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$.

À 60 MPa, cependant, la zone endommagée de la zone utile est clairement visible : le matériau présente de nombreuses fissures, identiques à celles que l'on peut observer sur les éprouvettes sollicitées jusqu'à rupture. Il s'agit notamment de fissures se propageant autour des torons, voire dans certains cas au sein des torons, dans des plans parallèles à celui des plis, et de fissures perpendiculaires au plan des plis, se propageant dans les zones inter-torons riches en matrice (*cf.* Figure 68.b). Comme dans les cas précédemment cités, il est difficile de savoir si, à ce niveau de sollicitation, les fissures matricielles observées sont dues à la propagation de fissures préexistantes ou si elles sont dues à la sollicitation mécanique. Il semble néanmoins évident que ce sont ces fissures qui, en atteignant la périphérie des torons voisins, se propagent autour de ces torons.

On remarque par ailleurs, une fois de plus, que certaines fissures semblent s'amorcer au niveau des macropores (*cf.* Figure 68.d).

Enfin, lorsque l'on s'éloigne de la zone fortement endommagée, une zone moins endommagée présente des fissures matricielles perpendiculaires au plan des plis ainsi que des fissures autour des torons, mais pas au sein des torons eux-mêmes. Cela amène à penser que les fissures intra-torons sont des fissures qui résultent de la propagation de fissures se propageant initialement en périphérie

des torons. On peut également noter que certaines fissures matricielles ne se propagent pas autour des torons voisins, à leur contact. Ces fissures semblent pourtant être dues à la sollicitation mécanique ; on peut ainsi penser que les fissures en périphérie des torons sont issues de la propagation de fissures matricielles, comme cette hypothèse a déjà été avancée. De manière générale, les fissures se propageant autour des torons semblent avoir deux origines possibles : les fissures matricielles, perpendiculaires au plan des plis, et les fissures se propageant à partir des macropores, eux-mêmes en contact avec les torons.

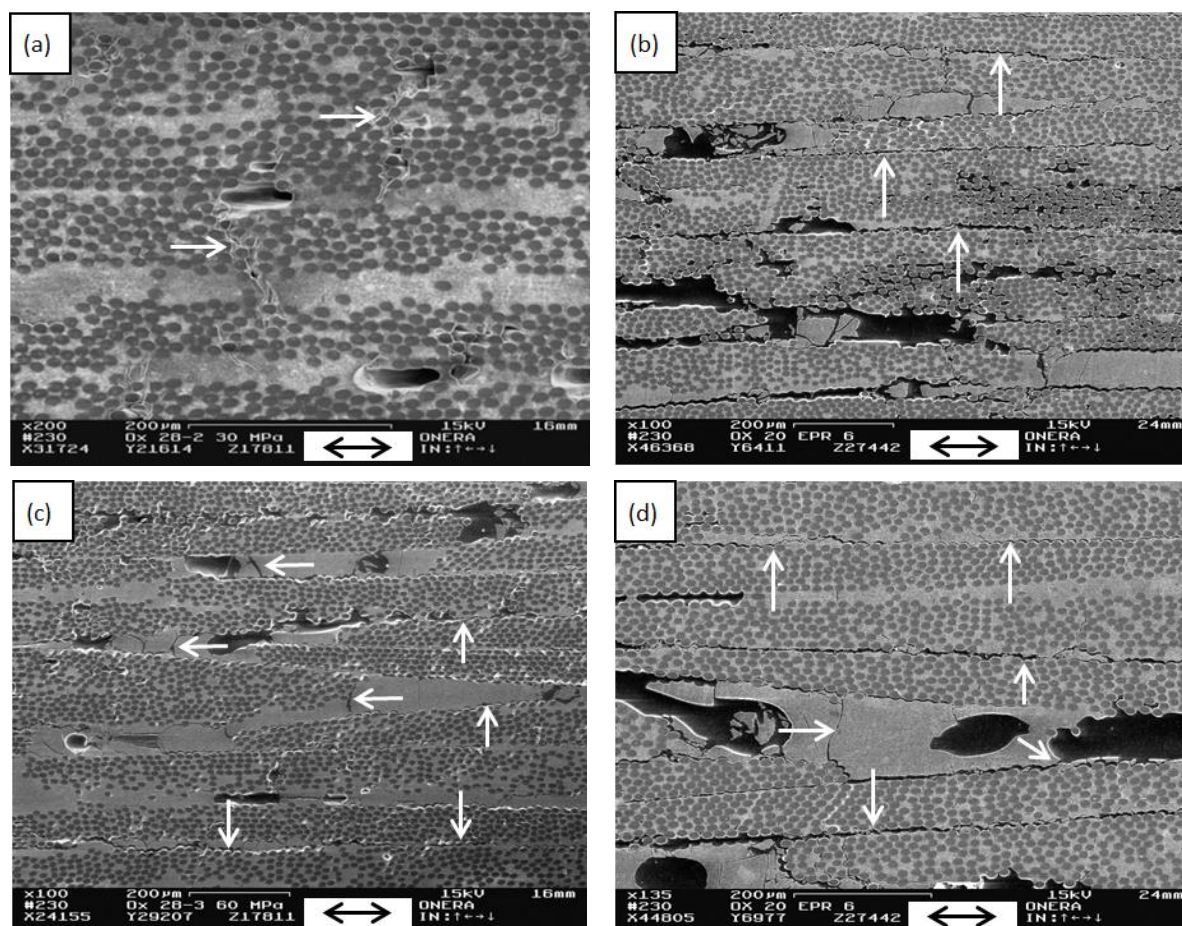


Figure 68 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction à différentes contraintes dans la direction $\pm 45^\circ$. a. À 30 MPa : fissures reliées à des macropores. Il semble s'agir de fissures préexistantes sur le matériau après élaboration. b et c. À 60 MPa : propagation de fissures en périphérie des torons ; fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation dans les zones matricielles inter-torons. d. À 60 MPa : propagation de fissures à partir de macropores.

Des observations *post mortem* au MEB de coupes d'éprouvettes sollicitées en traction monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$ ont permis de mettre en évidence une tendance du matériau au délaminage. On remarque en effet une importante propagation de fissures dans une direction parallèle à celle des plis, en périphérie des torons (*cf.* Figure 69.a, Figure 69.b et Figure 69.d). Des fissures parallèles au plan des plis se propagent également au sein des torons, notamment près de la surface de rupture.

Les observations ont aussi révélé la présence de nombreuses fissures perpendiculaires au plan des plis dans les zones riches en matrice, *i.e.* entre les torons appartenant à des plis différents ainsi qu'entre les torons d'un même pli (*cf.* Figure 69.b, Figure 69.c et Figure 69.d). Certaines de ces fissures se propagent jusque dans les torons environnants (*cf.* Figure 69.c). On remarque par ailleurs la présence de fissures matricielles perpendiculaires au plan des plis qui semblent s'arrêter au contact de torons avoisinants. Une fois de plus, comme dans le cas de la traction dans la direction des fibres, il est difficile de savoir si ces fissures résultent de la sollicitation mécanique ou s'il s'agit de

la propagation de fissures préexistantes dans le matériau après élaboration. Il est cependant évident, sur les éprouvettes sollicitées dans la direction $\pm 45^\circ$, que la sollicitation mécanique est responsable de la création de fissures matricielles (*cf.* Figure 69.b), beaucoup plus nombreuses que sur le matériau après élaboration.

Enfin, certaines fissures semblent se propager à partir des macropores (*cf.* Figure 69.c, Figure 69.d et Figure 69.e). Comme cela a été expliqué précédemment, bien que les observations au MEB laissent penser que les fissures se propagent à partir de ces macropores, il est possible que ces macropores jouent le rôle inverse et aient pour effet de stopper la propagation de fissures. La présence de fissures amorcées au niveau des macropores dans des zones du matériau qui, outre ces fissures, semblent « saines », sont en faveur de l'hypothèse selon laquelle les fissures se propagent à partir des macropores.

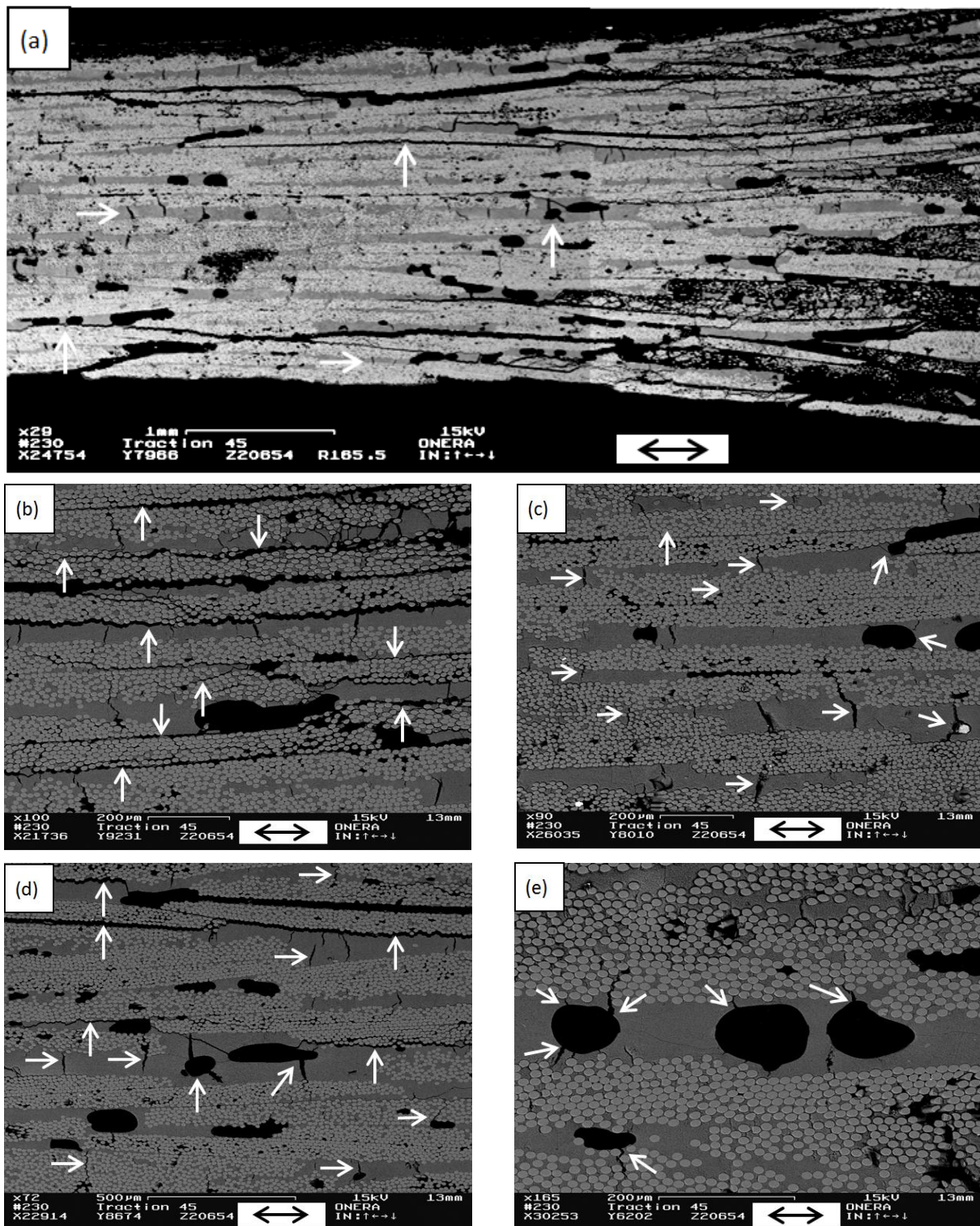


Figure 69 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicitée en traction dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Zone de rupture : délaminage, fissures matricielles inter-torons perpendiculaires à la direction de sollicitation et propagation de fissures à partir de macropores. b. Propagation de fissures en périphérie des torons. ces fissures sont reliées à des fissures se propageant dans les zones matricielles inter-torons, dans une direction perpendiculaire à celle de la sollicitation mécanique. c. Fissures matricielles intra- et inter-torons, perpendiculaires à la direction de sollicitation. d. Propagation de fissures en périphérie des torons et fissuration matricielle perpendiculaire à la direction de sollicitation (régions inter-torons riches en matrice). e. Amorçage de fissures au niveau de macropores.

Comme dans le cas des essais de traction dans la direction des fibres, le faciès de rupture des éprouvettes sollicitées dans la direction $\pm 45^\circ$ présente une forte extraction de fibres. Un tel faciès, présenté en Figure 70, résulte des mécanismes présentés précédemment. On remarque également

que des particules de matrices restent collées aux fibres (*cf.* Figure 70), après rupture du matériau. Ce phénomène a déjà été observé sur les faciès de rupture des éprouvettes sollicitées dans la direction 0° .

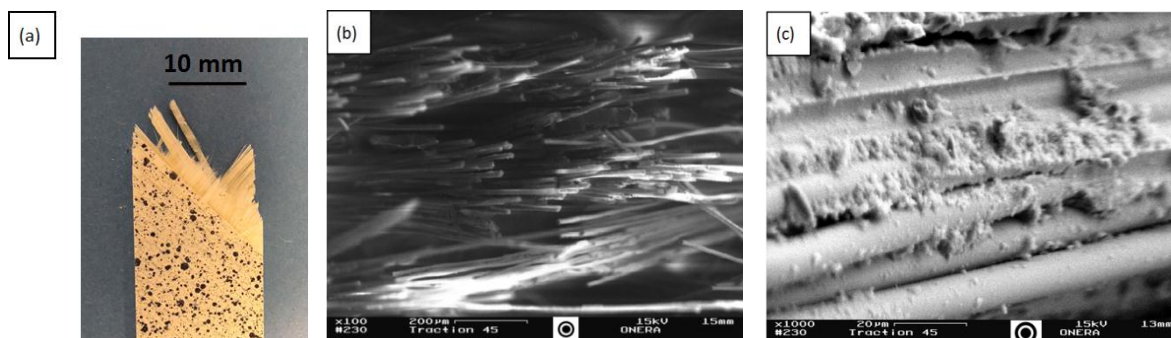


Figure 70 Faciès de rupture de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Vue de face d'une éprouvette rompue : importante extraction de fibres. b. Observation au MEB de la zone de rupture : extraction de fibres au sein de mêmes torons. c. Particules de matrice collées aux fibres.

Le délaminage et l'importante extraction de fibres observés sur des éprouvettes sollicitées dans la direction $\pm 45^\circ$ sont semblables à ceux observés par Zok *et al.* [20] et Levi *et al.* [25] sur des matériaux Nextel™610/alumine-mullite présentant un taux volumique de fibres ($48 \pm 1\%$) et de porosité ($23 \pm 1\%$) proches de ceux du CMC Nextel™610/alumine développé à l'Onera.

Des essais de traction incrémentale ont par ailleurs été réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ sur trois éprouvettes provenant de deux plaques. Pour les essais dans la direction $\pm 45^\circ$, une jauge de déformation longitudinale a été collée sur la face opposée à la face sur laquelle la CIN a été réalisée. Une seule éprouvette a été sollicitée jusqu'à rupture.

Les incréments de contrainte auxquels les trois éprouvettes ont été sollicitées sont 15 MPa, 30 MPa, 45 MPa, 60 MPa, 75 MPa, et 90 MPa (sauf dans le cas de l'éprouvette 25-2 qui a atteint la rupture à 99 MPa après l'incrément à 75 MPa). Ces contraintes correspondent, respectivement, à 17 %, 34 %, 51 %, 67 %, 84 % et 101 % de la contrainte à rupture moyenne obtenue lors des essais de traction monotone. Un exemple de courbe de comportement obtenue lors d'un essai de traction incrémentale est donné en Figure 71. Comme dans le cas des essais de traction interrompue et de traction incrémentale dans la direction 0° , les enveloppes des courbes de traction incrémentale ont été comparées aux courbes de comportement mécanique obtenues lors des essais de traction monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$. On peut constater sur le deuxième graphique de la Figure 71 que les enveloppes des courbes de traction incrémentale se fondent dans le faisceau de courbes obtenues en traction monotone à rupture : les résultats sont donc exploitables.

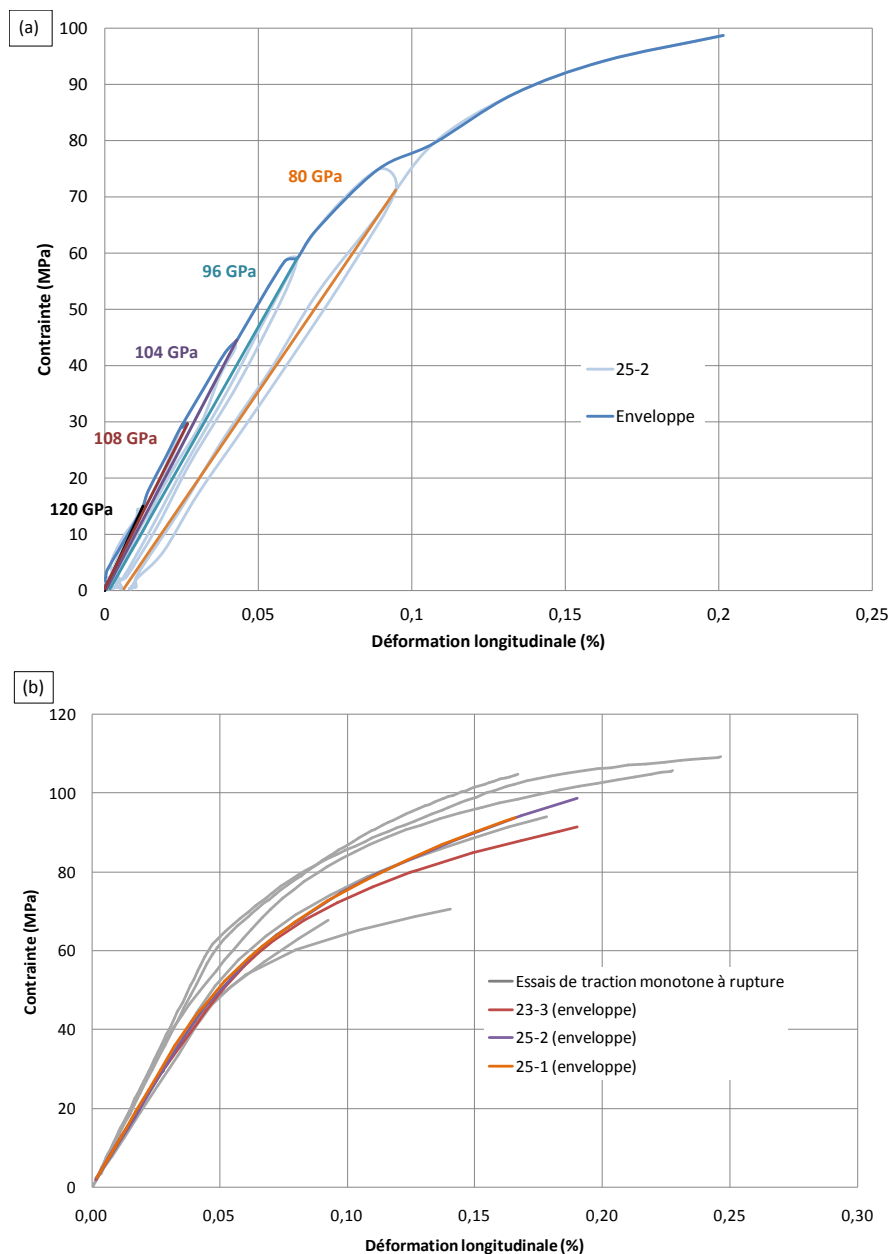


Figure 71 a. Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction incrémentale dans la direction $\pm 45^\circ$ (courbe de traction incrémentale obtenue par CIN, non régularisée). Évolution des modules sécants. b. Enveloppes des courbes de traction incrémentale.

Comme dans le cas des essais de traction incrémentale dans la direction 0° , les boucles d'hystérésis observées lors de ces chargements cycliques sont dues aux forces de frottement et de cisaillement qui s'exercent entre les fibres et la matrice lors des charges et décharges.

Une fois de plus, les déformations résiduelles sont très faibles. Après les deux premiers incréments de contrainte à 15 MPa et 30 MPa, les déformations résiduelles sont nulles. Cela amène à penser que, dans cette gamme de contraintes, le matériau est toujours dans son domaine élastique. Ainsi, la détermination graphique du seuil d'endommagement à partir des courbes de comportement des essais de traction monotone à rupture pour laquelle, dans la direction $\pm 45^\circ$, ce seuil vaut 44 ± 10 MPa, semble être valable. Pour les incréments suivants, les déformations résiduelles valent, en moyenne et à contrainte nulle, 0,7 %, 2,1 % et 5,1 % de la déformation à rupture moyenne après des incréments de 51 % (45 MPa), 67 % (60 MPa), 84 % (75 MPa) et 101 % (90 MPa) de la contrainte à rupture moyenne. On remarque que, après l'incrément de contrainte à 45 MPa, la déformation résiduelle est très faible (0,7 %). Compte tenu du seuil d'endommagement moyen, on peut penser que l'éprouvette vient de franchir son seuil d'endommagement. La valeur de la déformation étant

très faible, il pourrait s'agir d'une imprécision de mesure mais, la CIN permettant de déterminer des déformations à 0,02 % près, cela ne semble pas être le cas.

Enfin, ces essais de traction incrémentale réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ amènent à la même conclusion que ceux réalisés dans la direction 0° : il est nécessaire de tenir compte des déformations résiduelles dans la modélisation du comportement mécanique du matériau.

Le calcul des modules sécants à partir des essais de traction incrémentale réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ permettent par ailleurs d'évaluer l'évolution de l'endommagement (cf. Figure 71.a). Comme dans le cas des essais de traction dans la direction 0° , les modules sécants décroissent tout au long de l'essai ; cela témoigne d'une augmentation constante de l'endommagement, comme cela a été mis en évidence par l'étude des variations de module sur les essais de traction monotone à rupture.

Des observations au MEB réalisées dans un plan parallèle à celui des plis ont permis de mettre en évidence le fait que l'endommagement était principalement orienté par la microstructure. Les fissures se propagent en effet dans des directions parallèles ou perpendiculaires aux torons et non dans des directions perpendiculaires à la direction de sollicitation, comme en témoigne la micrographie présentée en Figure 72.

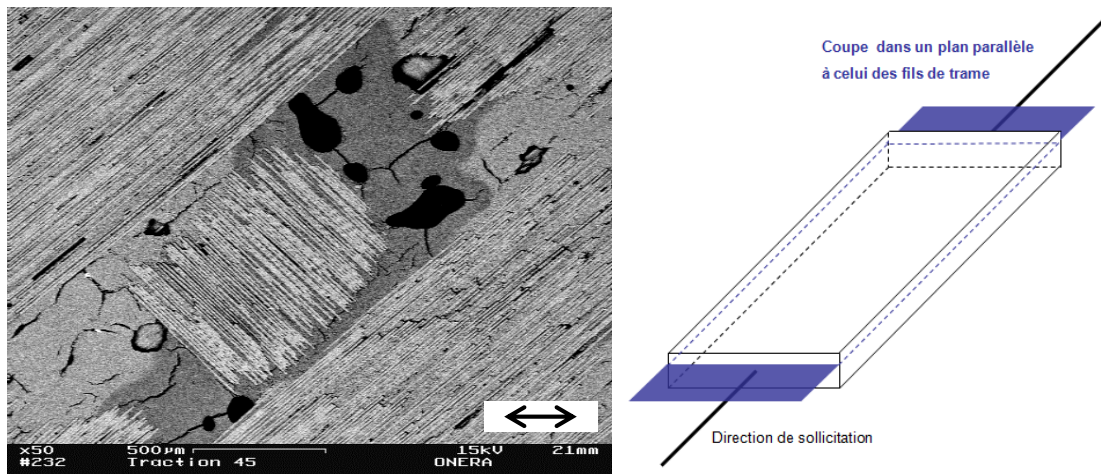


Figure 72 Observation au MEB d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$: endommagement orienté par la microstructure. On remarque en effet que les fissures sont parallèles ou perpendiculaires aux fibres et non à la direction de chargement.

3.3. Vérification des hypothèses sur les mécanismes d'endommagement d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel par comparaison avec des essais *in situ* dans un MEB

Des essais de traction *in situ* ont été réalisés dans un MEB dans le but, d'une part, de vérifier les hypothèses émises quant aux mécanismes d'endommagement du matériau et, d'autre part, d'obtenir des informations sur la chronologie des événements. Cette technique permet notamment d'observer des éprouvettes sous charge, ce qui permet de s'affranchir des problèmes de fermeture de fissures lors d'un retour à contrainte nulle, comme dans le cas d'observations *post mortem* d'éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte.

La section de la zone utile des éprouvettes utilisées (3 mm x épaisseur) étant inférieure à celle du VER du matériau (8 mm x épaisseur), les résultats sont à considérer avec précaution. De plus, compte tenu de la force maximale applicable lors de ces essais (2 kN), il n'a pas été possible d'atteindre la rupture dans la totalité des cas.

Les essais de traction *in situ* ont notamment permis de constater que, dès 20 % de la contrainte maximale à rupture, des fissures matricielles inter-torons apparaissent. Dans certains cas, ces fissures se propagent à partir de torons transversaux mal imprégnés de matrice (macropores intra-torons), ce qui laisse penser que la porosité de ces torons est à l'origine de fissures inter-torons (inter- ou intra-plis). La fissuration matricielle inter-torons, qui semble être amorcée dans la matrice ou dans les macropores transversaux, est un phénomène présent jusqu'à la rupture du matériau.

À de telles contraintes, des fissures préexistantes dans le matériau en sortie d'élaboration s'ouvrent et des fissures matricielles inter-torons apparaissent, comme on peut le constater sur les micrographies de la Figure 73.

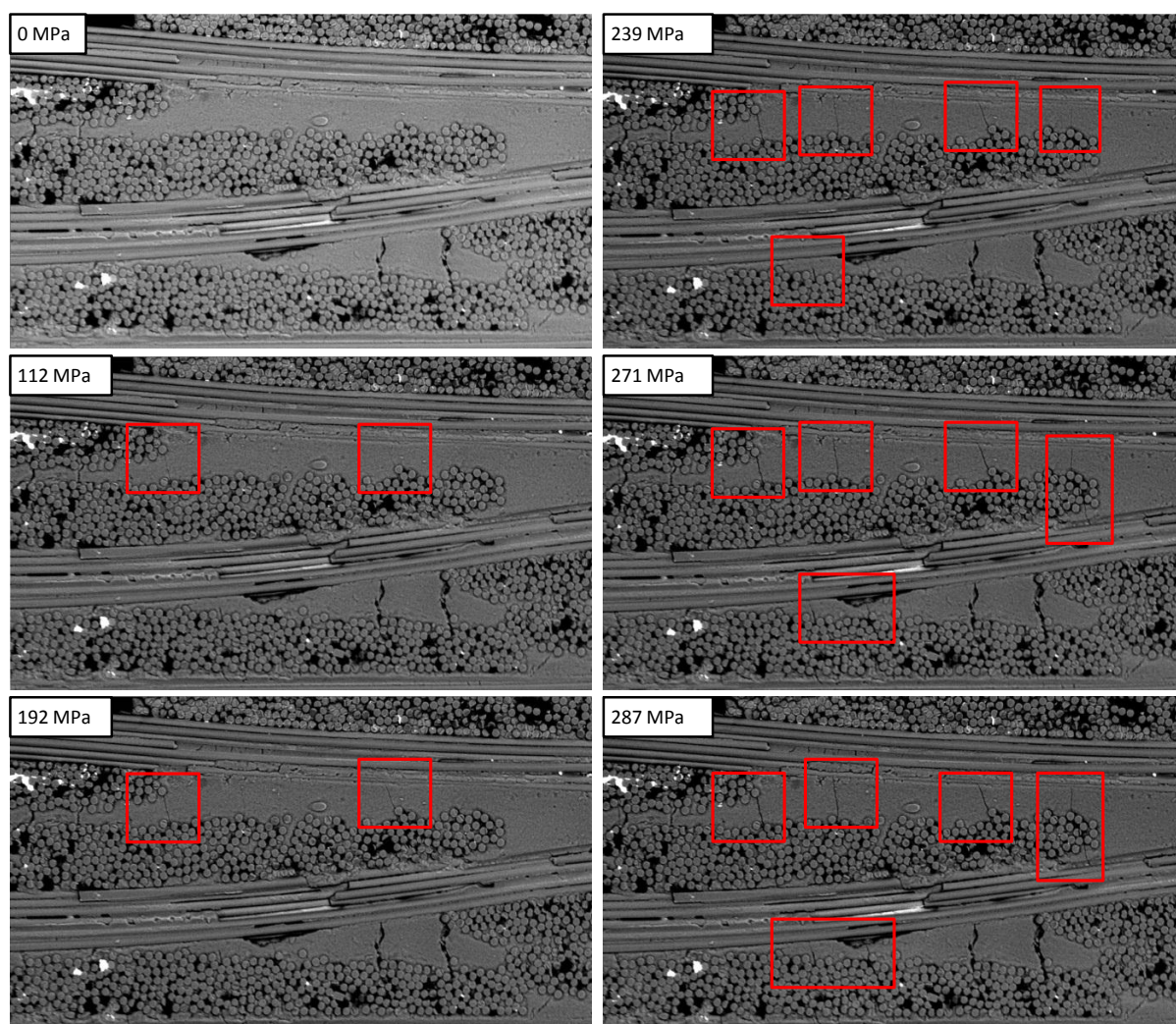


Figure 73 Observations sur chant lors d'un essai de traction *in situ* dans un MEB : apparition de fissures matricielles, à partir des macropores de torons transversaux.

Par ailleurs, dès 6 % de la contrainte maximale à rupture, certains torons longitudinaux commencent à se redresser. A d'aussi faibles contraintes, ce phénomène n'a été observé que sur des torons autour desquels des macropores et des torons transversaux mal imprégnés de matrice étaient présents. Cette « mobilité » peut s'expliquer par le manque de matrice, censée assurer la cohésion des torons.

À 30 % de la contrainte à rupture, sur certaines éprouvettes, les torons longitudinaux situés sur les faces externes des éprouvettes se redressent, provoquant des décohésions fibres/matrice autour des torons longitudinaux mais aussi autour et dans des torons transversaux accolés à ces torons longitudinaux. En évoluant, ce phénomène peut conduire au délaminage. Ce phénomène est visible en Figure 74. Ce redressement induit un rapprochement des fibres du toron, signalé par des flèches.

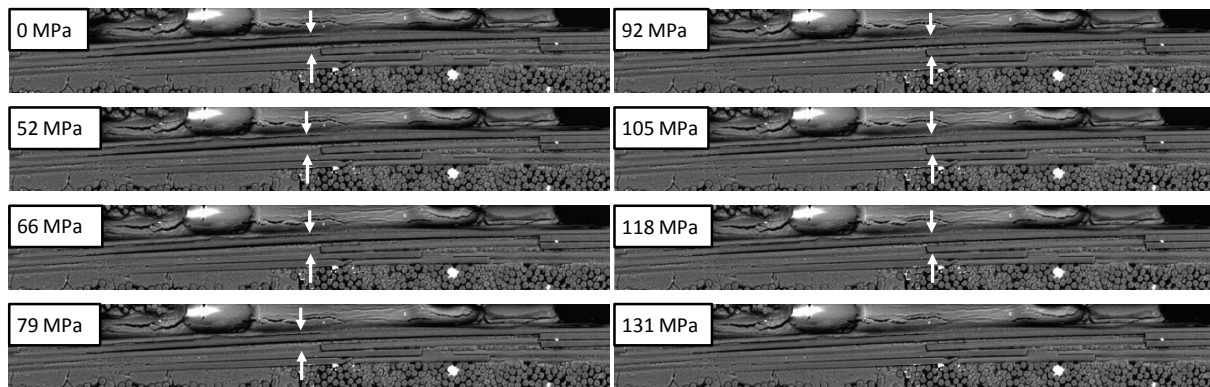


Figure 74 Observations sur chant lors d'un essai de traction *in situ* dans un MEB : redressement d'un toron.

Il faut par ailleurs noter que, la largeur des éprouvettes étant faible (3 mm), ce phénomène de redressement des torons longitudinaux est plus susceptible de survenir dans ces éprouvettes que dans des éprouvettes macroscopiques. En effet, dans ces dernières, la mobilité des torons transversaux est très limitée, ce qui par conséquent empêche les torons longitudinaux de se redresser. *A contrario*, dans les éprouvettes d'essais *in situ* de faible largeur observées sur chant, donc dans un état de contrainte plane, les torons transversaux peuvent s'onduler plus facilement sous l'effet du redressement des torons longitudinaux.

Enfin, à 75 % de la contrainte à rupture, des phénomènes de délaminage sont visibles : des fissures se propagent le long de torons longitudinaux et s'ouvrent.

3.4. Proposition d'un scénario d'endommagement d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction

Sous l'effet d'une sollicitation mécanique en traction, le principal mode de dégradation des CMC Nextel™610/alumine est le délaminage. Les différentes observations au MEB réalisées *post mortem* sur des éprouvettes sollicitées jusqu'à rupture, ainsi que sur des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte, ont permis de proposer le scénario d'endommagement suivant : sous l'effet d'un chargement en traction, les fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation situées dans les zones inter-torons riches en matrice se propagent tout d'abord jusqu'aux torons avoisinants (cf. Figure 75.b et Figure 75.c), dans une direction perpendiculaire à celle de la sollicitation mécanique. Il en va de même des fissures amorcées au niveau des macropores. Il peut s'agir de fissures préexistantes dans le matériau après élaboration (cf. Figure 75.a) ou de fissures engendrées par le chargement mécanique. Au contact des fibres situées en périphérie des torons, ces fissures matricielles sont déviées au niveau de l'interface fibre/matrice (cf. Figure 75.c). Elles se propagent alors en périphérie des torons en suivant le contour des fibres (cf. Figure 75.d).

Ces fissures se propagent ainsi le long des torons longitudinaux et autour des torons transversaux, dans le cas d'une sollicitation dans la direction des fibres, et en périphérie de la totalité des torons dans le cas d'une sollicitation hors-axes. Les fissures se propagent d'un toron à un autre soit (i) en suivant le contour de torons qui sont en contact direct, la propagation se faisant dans ce cas le long de l'interface fibre/matrice, soit (ii) par une propagation dans les zones matricielles inter-torons, suite à quoi la fissure sera de nouveau déviée en atteignant la périphérie d'un autre toron.

Ces fissures « périphériques » se propagent ensuite au sein des torons transversaux, dans le cas d'une sollicitation dans la direction des fibres, et dans la totalité des torons, dans le cas d'une sollicitation hors-axes. Ces fissures intra-torons se propagent dans des directions parallèles à celles du chargement, au niveau de l'interface fibre/matrices de fibres accolées d'un même toron (cf. Figure 75.e et Figure 76.b).

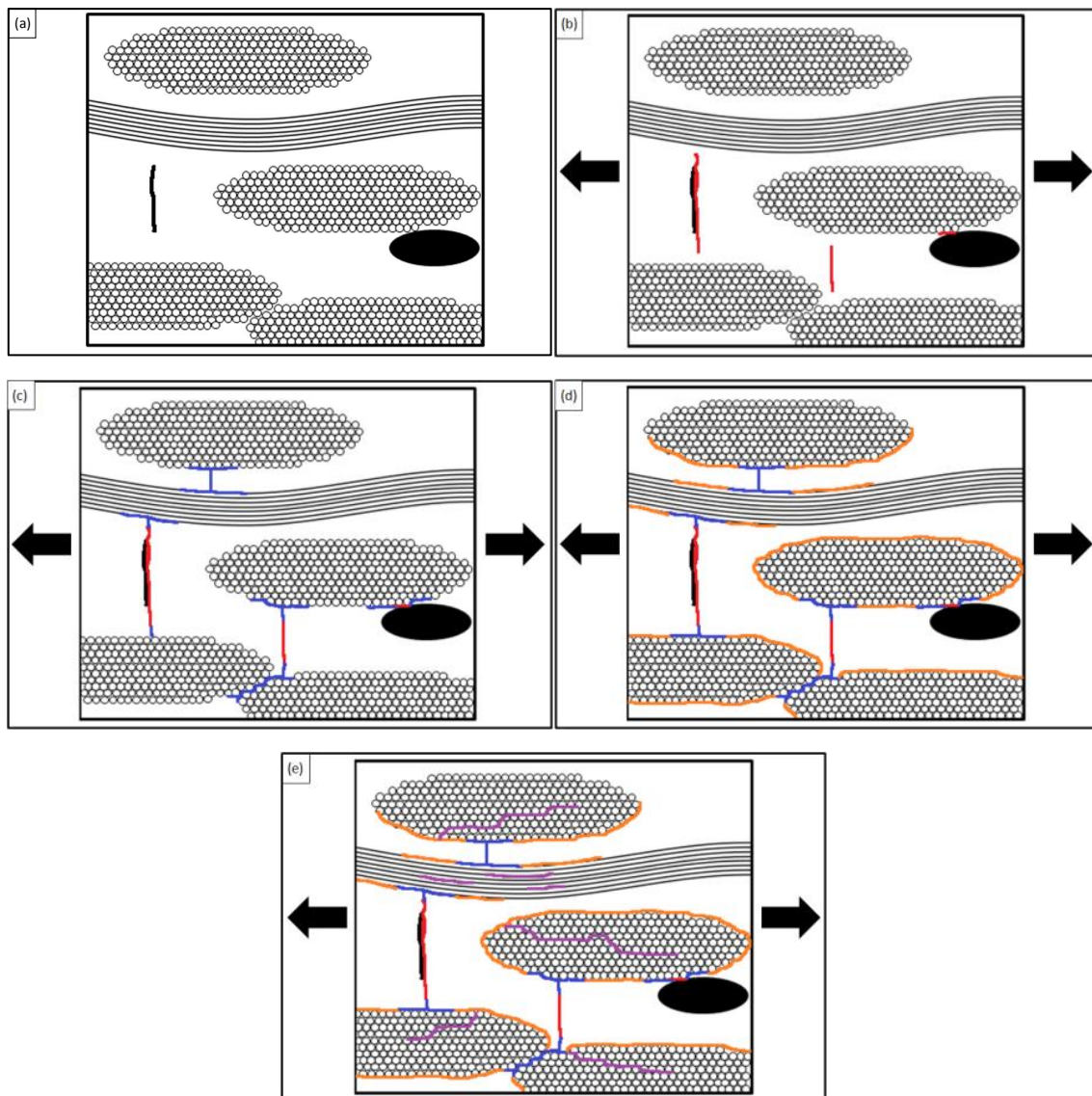


Figure 75 Schématisation des mécanismes d'endommagement successifs d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction. a. Matériau après élaboration. b. Ouverture et propagation d'une fissure préexistante et création de nouvelles fissures matricielles en périphérie des macropores. c. Au contact des fibres, les fissures matricielles sont déviées à l'interface fibre/matrice. d. Propagation des fissures en périphérie des torons longitudinaux et transversaux. e. Propagation de fissures au sein des torons longitudinaux et transversaux.

Certaines fissures perpendiculaires au plan des plis, situées initialement dans les zones inter-torons riches en matrices, se propagent par ailleurs au sein des torons, dans une direction perpendiculaire à celle du chargement, sans se propager autour des torons. Cela semble se produire lorsque les fibres du toron sur lequel « arrive » une fissure sont éloignées les unes des autres (*cf.* Figure 76.b). Dans ce cas, les fibres situées en périphérie du toron ne sont pas assez proches les unes des autres pour que la fissure soit déviée de proche en proche au niveau de l'interface fibre/matrice de fibres voisines. La fissure pénètre ainsi au sein du toron et se propage dans une direction perpendiculaire au chargement, de fibre en fibre, une fois encore au niveau de l'interface fibre/matrice.

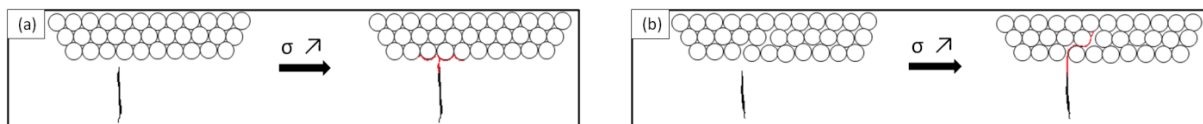


Figure 76 Propagation d'une fissure « arrivant » sur un toron lorsque : a. les fibres sont en contact, b. les fibres ne sont pas en contact.

Les fissures situées dans les zones matricielles intra-torons longitudinales, perpendiculaires à la direction de sollicitation, sont déviées au contact de l'interface fibre/matrice. Comme dans le cas des fissures matricielles inter-torons mentionnées précédemment, les fissures matricielles intra-torons peuvent être dues au procédé d'élaboration ou à la sollicitation mécanique. Au contact de l'interface fibre/matrice, ces fissures se propagent alors le long des fibres des torons longitudinaux. Les fibres d'un même toron sont dès lors indépendantes les unes des autres. Ainsi, lorsqu'une fibre casse, cela n'entraîne pas la rupture des autres fibres du toron auquel elles appartiennent.

Dans le cas d'une sollicitation dans la direction des fibres, les torons longitudinaux sont ceux qui assurent la résistance mécanique du CMC. Sous l'effet du chargement mécanique, la propagation de fissures au niveau de l'interface fibre/matrice, autour et dans les torons longitudinaux, conduit à une désolidarisation des fibres de la matrice. Les fibres longitudinales sont alors les seules à supporter le chargement mécanique.

Dans le cas d'une sollicitation dans une direction hors-axes, les fibres ne sont pas sollicitées dans leur direction et ne peuvent supporter un chargement mécanique aussi important que dans le cas d'une sollicitation dans leur direction. Comme dans le cas précédent, la propagation de fissures à l'interface fibre/matrice conduit à une désolidarisation des fibres de la matrice et seules les fibres supportent le chargement mécanique.

Dans les deux cas, le matériau cède lorsque le nombre de fibres supportant le chargement mécanique devient insuffisant.

4. COMPORTEMENT EN COMPRESSION

Le comportement mécanique ainsi que les mécanismes d'endommagement du matériau soumis à une sollicitation mécanique en compression ont été étudiés par l'intermédiaire d'essais de compression monotone à rupture et de compression interrompue dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$, comme dans le cas de la traction.

Les essais de traction monotone à rupture réalisés sur le CMC Nextel™610/alumine dans la direction 0° et 90° ayant mis en évidence une tendance du matériau au délaminage, la suite de l'étude sur ce matériau a été réalisée dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$ uniquement, dans le but de limiter le nombre d'essais, bien qu'une différence de comportement en traction ait été observée dans les directions 0° et 90° . La sollicitation mécanique du matériau dans une seule direction de fibres est en effet suffisante pour avoir une vision globale de la qualité du matériau et c'est pour cette raison que seul le comportement mécanique du matériau sollicité dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$ a été étudié dans le cas de la compression.

4.1. Comportement en compression dans la direction des fibres (0°)

Des essais de compression monotone à rupture ont été réalisés, dans la direction 0° , sur huit éprouvettes provenant de six plaques. Les valeurs moyennes de la contrainte maximale à rupture et de la déformation associée sont données dans le Tableau 11. Comme dans le cas des essais de traction, il est difficile de délimiter précisément le domaine élastique de chacune des courbes de comportement, et par là même de déterminer les seuils d'endommagement. Une détermination graphique, identique à celle utilisée en traction monotone à rupture, permet d'estimer les valeurs

moyennes du module de Young et du seuil d'endommagement du matériau sollicité en compression (cf. Tableau 11).

Par ailleurs, comme dans le cas des essais de traction, les chants d'éprouvettes ont été observés à différents niveaux de contrainte, mais cela n'a pas permis de suivre l'endommagement.

	Contrainte maximale (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Contrainte seuil d'endommagement * (MPa)	Déformation longitudinale au seuil d'endommagement (%)	Module de Young * (GPa)	Coefficient de Poisson ν_{12}
Compression 2D 0° : 8 essais, 6 plaques	-291 ± 69	-0,19 ± 0,04	-123 ± 31	-0,08 ± 0,02	161 ± 11	0,11 ± 0,04

* détermination graphique

Tableau 11 Propriétés mécaniques d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel sollicité en compression monotone à rupture dans la direction chaîne (0°).

Très peu de résultats de compression sont disponibles dans la littérature. Pour des essais de compression dans la direction des fibres, Jackson *et al.* [14] rapportent, pour un matériau Nextel™610/monazite/alumine, une contrainte maximale à rupture de -113 MPa, une déformation associée de -0,19 % et un module de Young de 74 GPa (cf. Tableau 3). Ces valeurs sont nettement inférieures à celles obtenues sur le matériau Nextel™610/alumine étudié dans cette thèse. Les auteurs ont par ailleurs mesuré des contrainte à rupture et module de Young équivalents en traction et en compression, ce qui n'est pas le cas du CMC Nextel™610/alumine étudié.

Les courbes de comportement mécanique obtenues à partir d'essais de compression réalisés dans la direction 0° sont présentées en Figure 77.

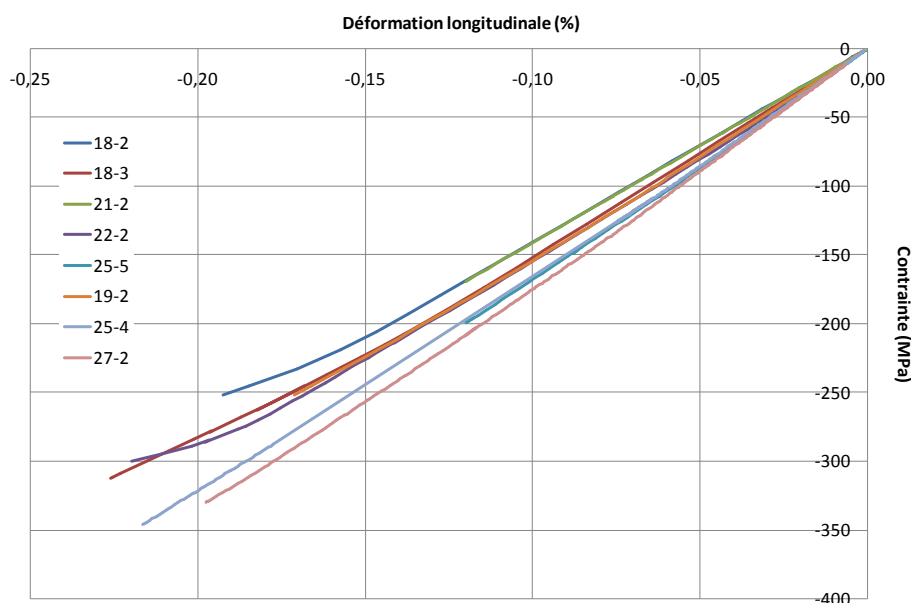


Figure 77 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction 0° (direction chaîne).

En éliminant les premiers points de mesure, dus à des artefacts expérimentaux, les courbes de comportement peuvent être décomposées en une première partie linéaire (domaine élastique) suivie d'une deuxième partie linéaire, tel que présenté en Figure 78 ; les courbes présentent une première non-linéarité entre le domaine élastique et la deuxième partie linéaire et s'achèvent, dans la majorité des cas, par une partie non linéaire.

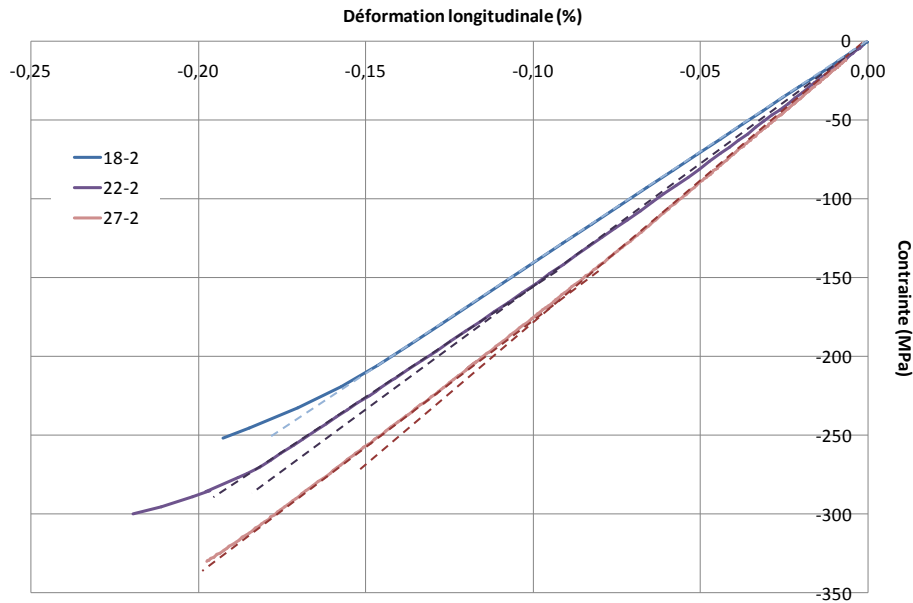


Figure 78 Fractionnement en trois domaines des courbes de comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction 0°.

Comme dans le cas des essais de traction, nous nous sommes intéressés à l'évolution des modules tangents et de l'énergie acoustique cumulée en fonction de la contrainte appliquée. Comme on peut le constater sur la Figure 79, les courbes d'évolution des modules tangents présentent un palier après le premier domaine linéaire correspondant au domaine élastique. On remarque également que certaines courbes sont quasi-linéaires jusqu'à rupture, tandis que le module de certaines éprouvettes décroît (sans palier) après le domaine élastique. Contrairement à ce qui a pu être observé dans le cas de la traction, l'évolution des modules, et donc de l'endommagement, est très variable d'une éprouvette à l'autre et il est difficile d'en déduire une tendance générale.

Enfin, comme dans le cas des essais de traction dans les directions 0° et 90°, le suivi d'endommagement par émission acoustique n'a pas été concluant.

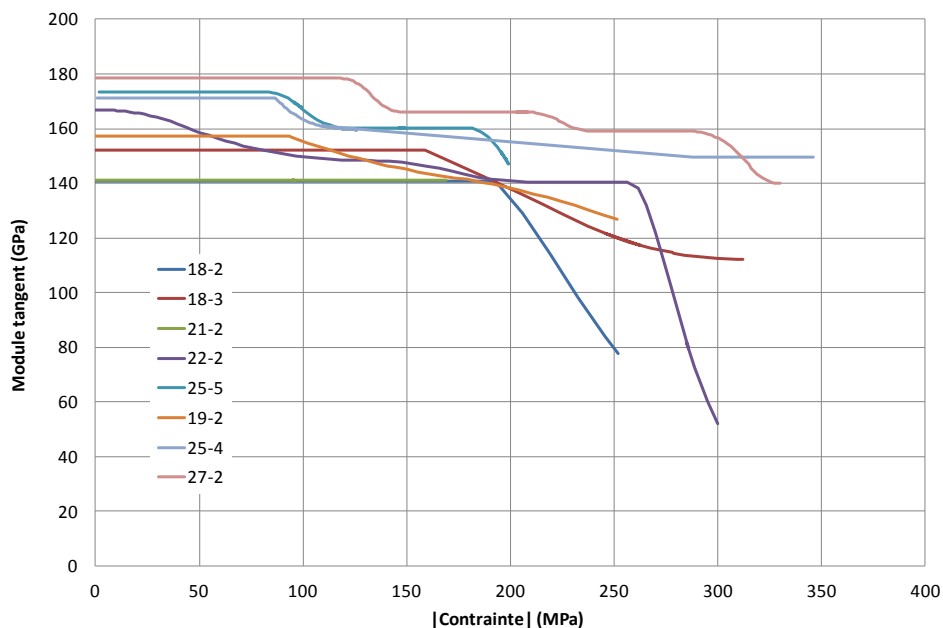


Figure 79 Évolution des modules tangents pour des essais de compression monotone à rupture réalisés dans direction 0° sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.

Comme dans le cas de la traction, des essais de compression interrompue ont par ailleurs été réalisés dans le but de déterminer l'évolution de l'endommagement dans des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte. Les contraintes d'arrêt ont été fixées, dans la direction 0°, à -100 MPa, -175 MPa et -206 MPa et correspondent, respectivement, à 34 %, 60 % et 71 % de la contrainte à rupture moyenne calculée à partir des essais de compression monotone à 0°. Quatre éprouvettes provenant de trois plaques différentes ont ainsi été sollicitées dans la direction 0°.

Afin de vérifier la pertinence des résultats obtenus à partir de ces essais de traction interrompue, les courbes de comportement ont été comparées à celles obtenues à partir des essais de compression monotone à rupture. Comme on peut le constater sur le graphique de la Figure 80, les courbes de compression interrompue ont la même allure que celles de compression à rupture et on peut donc exploiter les résultats.

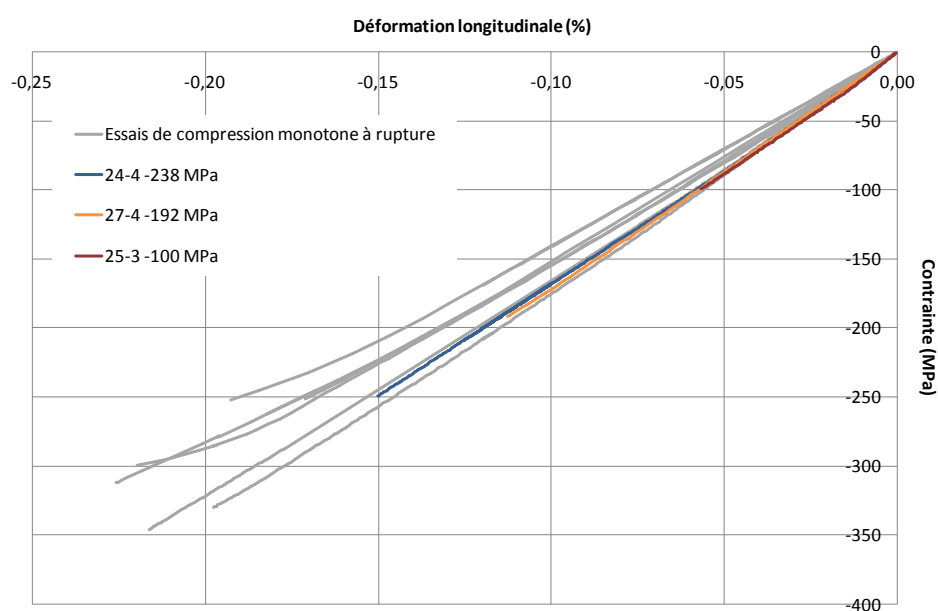


Figure 80 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes sollicitées en compression monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction 0°.

Les observations au MEB des éprouvettes sollicitées à différentes contraintes ont montré que, dès -100 MPa, le matériau semble être endommagé. Cela est en accord avec une estimation graphique du seuil d'endommagement à -123 ± 31 MPa pour une sollicitation dans la direction 0°. À -100 MPa, on observe notamment des fissures perpendiculaires au plan des plis, dans les zones inter-torons riches en matrice (cf. Figure 81.b), des fissures semblant se propager à partir des macropores (cf. Figure 81.c) et, observation plus rare, des fissures parallèles au plan des plis se propageant dans une zone matricielle. Au contact de torons transversaux, certaines fissures matricielles les traversent (cf. Figure 81.b). Les fissures ont tendance à se propager le long des torons longitudinaux (cf. Figure 81.c), comme cela a été constaté sur les éprouvettes de traction sollicitées dans cette direction. Enfin, sur l'éprouvette sollicitée à -175 MPa, aucun endommagement autre que celui observé sur le matériau après élaboration n'était visible, malgré la présence de nombreux macropores (cf. Figure 81.c). Cela laisse penser que (i) le seuil d'endommagement de cette éprouvette n'a pas été dépassé ou (ii) l'endommagement est bien existant mais il n'est pas survenu dans la zone utile de l'éprouvette.

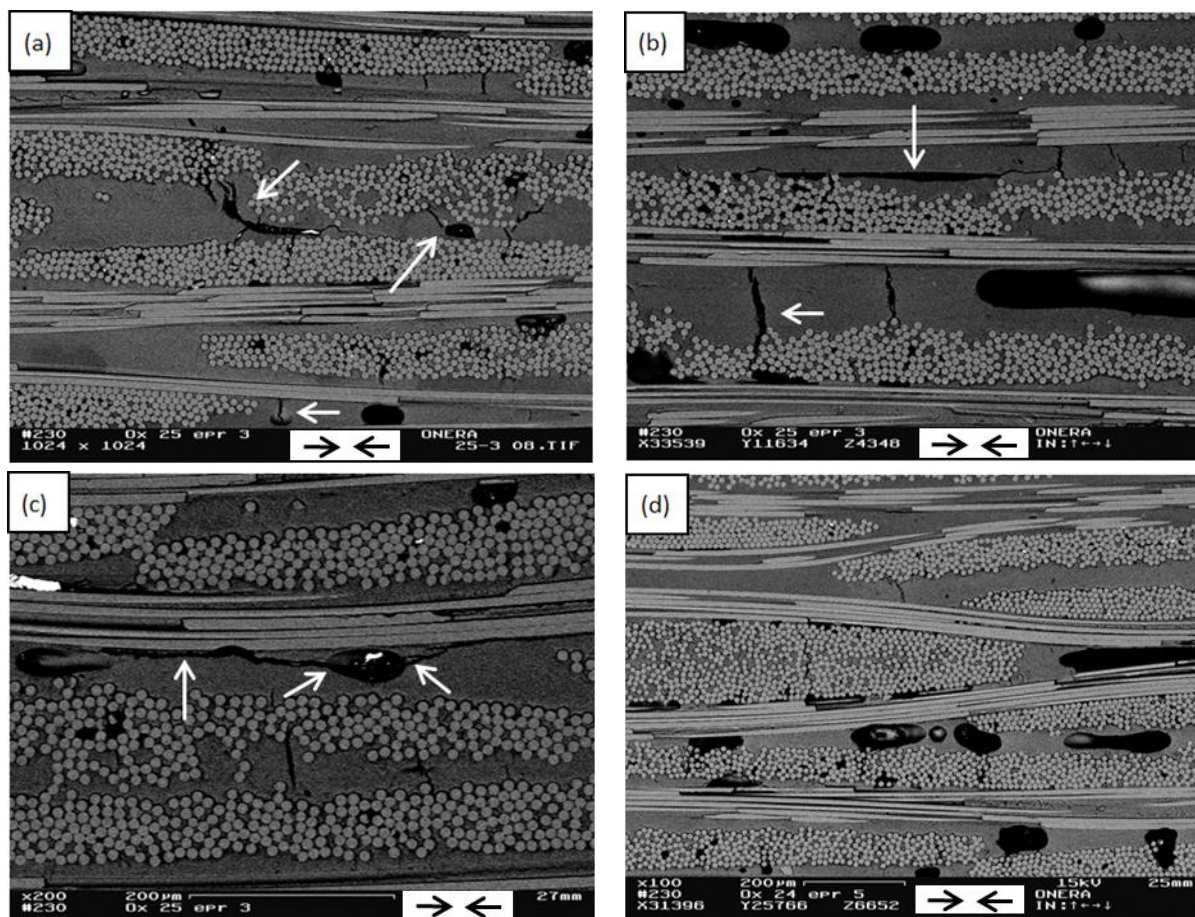


Figure 81 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicitées en compression, à différentes contraintes, dans la direction 0°. a. À -100 MPa : propagation de fissures à partir de macropores. b. À -100 MPa : fissuration des zones matricielles inter-torons dans des directions perpendiculaires et parallèles à celle de la sollicitation mécanique. c. À -100 MPa : propagation de fissures à partir d'un macropore, le long d'un toron longitudinal. d. À -175 MPa : zone de l'éprouvette, située à quelques millimètres de la rupture, qui ne semble pas avoir été endommagée par la sollicitation mécanique.

Des observations *post mortem* au MEB d'éprouvettes sollicitées jusqu'à rupture ont montré que, contrairement à ce qu'on peut observer en traction, la zone d'endommagement est très localisée sur les éprouvettes de compression. Lorsque l'on s'éloigne de quelques millimètres de la rupture (entre 2 et 5 mm), le matériau semble « sain » (*i.e.* comme après élaboration) et ne présente que très peu d'endommagement (*cf.* Figure 82.a). Compte-tenu des observations réalisées sur le matériau après élaboration, on peut penser que les fissures visibles en dehors de la zone de rupture sont dues au procédé d'élaboration et ne résultent pas de la sollicitation mécanique (*cf.* Figure 82.d et Figure 82.e).

Des observations de coupes longitudinales et transversales du matériau ont par ailleurs permis de constater, près de la zone de rupture, une importante décohésion fibre/matrice autour des torons longitudinaux et transversaux (*cf.* Figure 82.c). Des fissures se propagent également au sein de ces torons, principalement dans des directions parallèles à celle des plis. Ces fissures semblent avoir deux origines possibles : (i) les fissures se propageant en périphérie des torons et (ii) les fissures matricielles perpendiculaires au plan des plis.

On constate, une fois de plus, que des fissures semblent se propager à partir des macropores situés dans les zones matricielles inter-torons (*cf.* Figure 82.b), mais aussi au sein des torons eux-mêmes, lorsqu'ils n'ont pas été totalement imprégnés de poudre d'alumine lors de l'élaboration (*cf.* Figure 82.c). Lorsque l'on s'éloigne de la zone de rupture, le matériau ne semble pas avoir été endommagé par le chargement mécanique et, malgré la présence de nombreux macropores, aucune fissure ne semble s'en échapper ni même s'y être amorcée.

Comme cela a déjà été mentionné dans les paragraphes traitant des essais de traction, les fissures se propageant en périphérie des torons longitudinaux et transversaux semblent provenir soit de la propagation de fissures situées dans les zones inter-torons riches en matrice, soit de la propagation de fissures amorcées au niveau des macropores. Dans le premier cas, il est difficile de savoir si les fissures sont dues au chargement mécanique ou si elles étaient préexistantes dans le matériau après élaboration. On peut penser que les fissures préexistantes ont tendance à se refermer sous l'effet d'une sollicitation en compression et que l'énergie est dissipée par la propagation de ces mêmes fissures le long des torons longitudinaux, dans des directions parallèles à celles du chargement. Ce scénario semble plus plausible que la création de fissures matricielles perpendiculaires au chargement, qui se propageraient ensuite de la même manière.

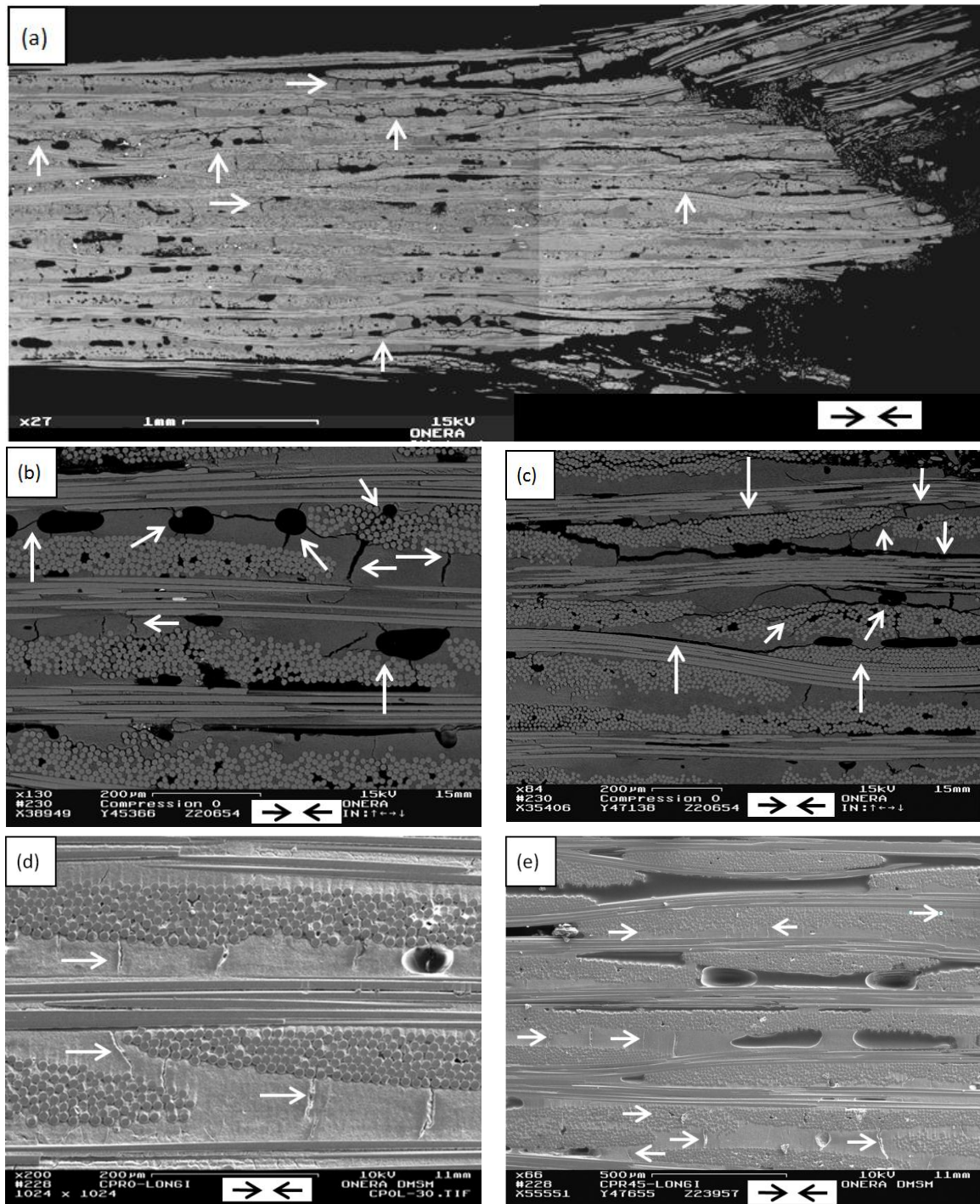


Figure 82 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en compression à rupture dans la direction 0°. a. Délaminage. b. Propagation de fissures à partir de macropores, en périphérie des torons avoisinants et dans les zones matricielles inter-torons. c. Propagation de fissures dans des directions parallèles à celle des plis, le long des torons longitudinaux et autour des torons transversaux, mais également au sein de certains torons transversaux. d. Fissures matricielles qui semblent dues au procédé d'élaboration. e. Zone d'une éprouvette rompue qui ne semble pas avoir été endommagée par la sollicitation mécanique, malgré de nombreux macropores.

Enfin, comme sous l'effet d'une sollicitation en traction, le CMC Nextel™610/alumine présente une tendance au délaminage lorsqu'il est soumis à un chargement en compression, ce qui s'explique, dans ce dernier cas, par le fait que les torons longitudinaux, ondulés, se trouvent ainsi dans un état de pré-flambage. La propagation des fissures le long de ces torons les rend en effet indépendants de la matrice, ce qui permet d'accentuer le flambage et ainsi d'accommoder la déformation en compression. L'accroissement de l'amplitude de l'ondulation des torons longitudinaux (ondulés et

donc pré-flambés) sous l'effet de la sollicitation en compression conduit à l'écartement des plis et donc au délaminage.

Le faciès de rupture présente une forte extraction de fibres, comme on peut le constater sur les photos et la micrographie présentées en Figure 83. Ce résultat est en accord avec les observations au MEB réalisées sur des coupes d'éprouvettes sollicitées en compression jusqu'à rupture.

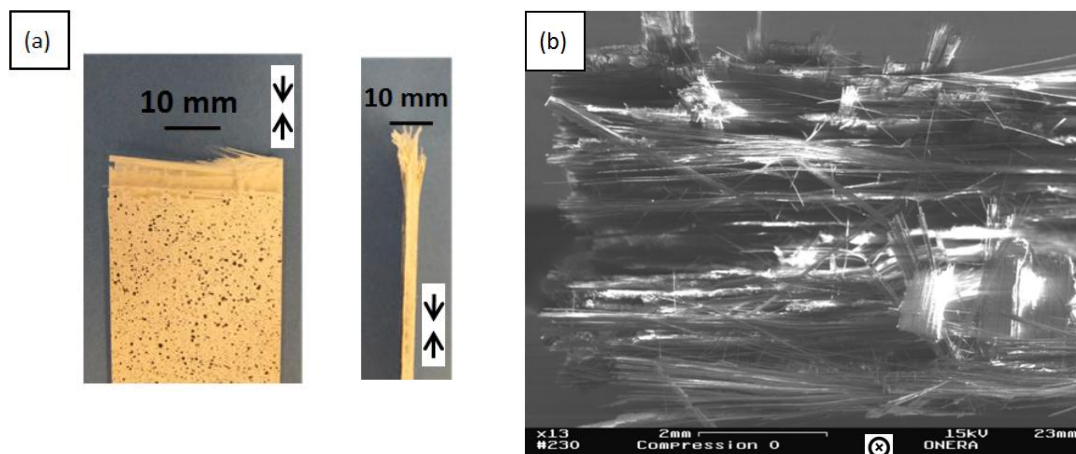


Figure 83 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction 0° (direction chaîne) : Importante extraction de fibres. a. Vues de face et de côté d'une éprouvette rompue. b. Observation au MEB de la zone de rupture.

Les phénomènes de délaminage et d'extraction de fibres observés sur le CMC Nextel™610/alumine développé à l'Onera ont également été observés sur des matériaux Nextel™610/alumine-mullite étudiés par Jackson *et al.* [14].

En ce qui concerne le mode d'amorçage des fissures lors d'un essai de compression, il est possible d'appréhender le rôle particulier des macropores en effectuant une analogie avec les concentrations de contrainte apparaissant en bord de trou dans une plaque plane percée (milieu élastique et isotrope) [63] soumise à un effort de traction (*cf.* Figure 84.a et Figure 84.b) ou de compression (*cf.* Figure 84.c et Figure 84.d).

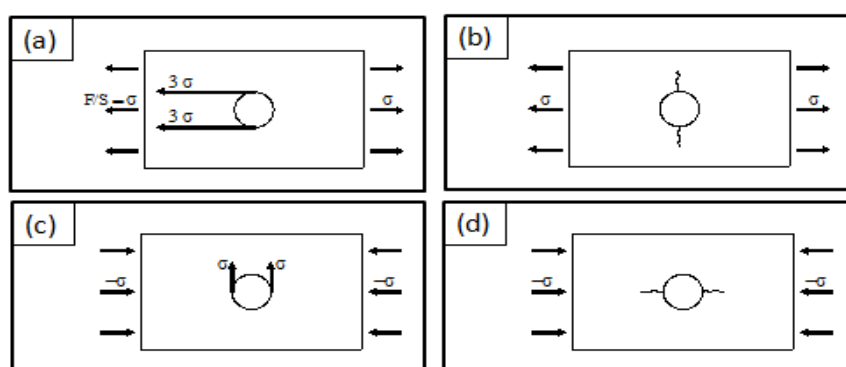


Figure 84 Rôle des macropores dans l'amorçage des fissures sous l'effet d'une sollicitation en traction ou en compression. Analogie avec les concentrations de contrainte en bord de trou dans une plaque plane percée soumise à un effort a-b. de traction ou c-d. de compression.

Dans ce modèle simple, le macropore est assimilé à un cylindre d'axe perpendiculaire à la direction de sollicitation. Dans les deux cas, traction ou compression, apparaissent des concentrations de contrainte, composantes tangentielles de traction, donc susceptibles de conduire à la nucléation de fissures. En traction, la concentration de contrainte atteint un facteur 3 en bord de trou, suivant un diamètre perpendiculaire à l'axe des efforts (*cf.* Figure 84.a). En compression, une composante de

traction, de valeur opposée à la sollicitation, apparaît en bord de trou, sur un diamètre parallèle à l'axe des efforts (cf. Figure 84.c). Ces concentrations de contrainte peuvent conduire à l'amorçage de fissures dans des directions perpendiculaires (traction, cf. Figure 84.b) ou parallèles (compression, cf. Figure 84.d) à l'axe des efforts.

Le rôle des macropores dans l'amorçage des fissures est donc totalement différent selon le sens de la sollicitation. Ainsi, en traction, la concentration de contrainte conduit à l'amorçage de fissures transversales parallèles aux fissures résultant de la dilatation thermique différentielle et du retrait de frittage. Par contre, en compression, ce phénomène pourrait jouer un rôle déterminant dans l'amorçage de fissures longitudinales intra ou surtout inter-plis, fissures conduisant au délaminage. Dans le cas d'un macropore sphérique, ces types de concentrations de contrainte sont conservés, bien que de valeurs plus faibles [64].

4.2. Comportement mécanique en compression dans la direction hors-axes $\pm 45^\circ$

Des essais de compression monotone à rupture ont été réalisés sur sept éprouvettes provenant de cinq plaques dans la direction $\pm 45^\circ$.

Les valeurs moyennes de la contrainte maximale à rupture et de la déformation associée sont indiquées dans le Tableau 12. Les courbes de comportement obtenues sont présentées en Figure 85. En éliminant les premiers points de mesure, dus à des artefacts expérimentaux, comme cela a déjà été mentionné, il est possible de décomposer les courbes de comportement en une première partie linéaire (domaine élastique) suivie d'une partie non-linéaire. Le module de Young et le seuil d'endommagement du matériau sont ainsi déterminés graphiquement et valent, respectivement, 121 ± 13 GPa et -94 ± 19 MPa, avec une déformation associée de $-0,10 \pm 0,07$ %. Ces essais de compression à rupture réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ ont également permis de calculer un module moyen de cisaillement plan de 48 ± 9 GPa, valeur proche de celle obtenue en traction (46 ± 12 GPa), calculé pour des contraintes comprises entre -20 MPa et -85 MPa. Cet intervalle de contrainte est en effet inclus dans les domaines élastiques des courbes contrainte-déformation longitudinale et contrainte-déformation transversale de la totalité des essais utilisés pour calculer cette moyenne.

	Contrainte maximale (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Contrainte seuil d'endommagement * (MPa)	Déformation longitudinale au seuil d'endommagement (%)	Module de Young * (GPa)	G_{12} (GPa)
Compression 2D $\pm 45^\circ$: 7 essais, 5 plaques	-149 ± 22	$-0,14 \pm 0,02$	-94 ± 19	$-0,10 \pm 0,07$	121 ± 13	48 ± 9

* détermination graphique

Tableau 12 Propriétés mécaniques d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel sollicité en compression monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$.

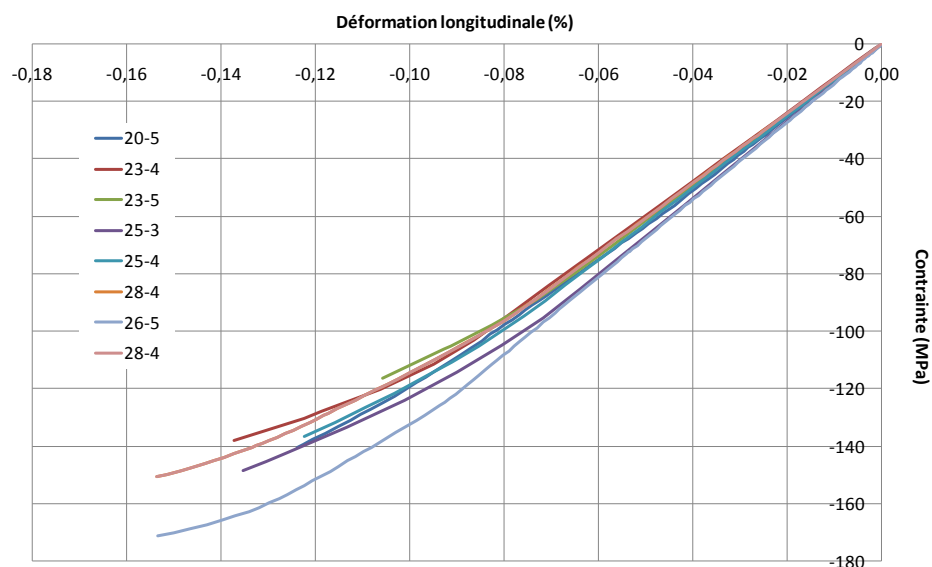


Figure 85 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction $\pm 45^\circ$.

Comme pour les essais précédemment décrits, l'évolution des modules tangents et de l'énergie acoustique cumulée en fonction de la contrainte appliquée ont été analysés. Comme dans le cas de la traction, le domaine élastique (module constant) est suivi d'une rapide perte de module, ce qui témoigne d'un endommagement important et croissant du CMC. Une fois de plus, les signaux acoustiques n'ont pas permis de suivre l'endommagement.

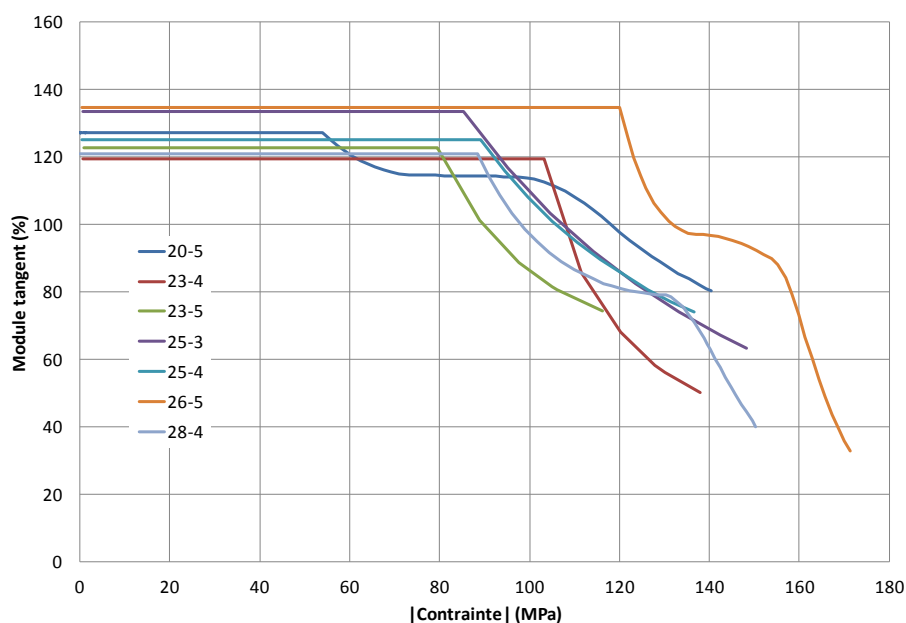


Figure 86 Évolution des modules tangents pour des essais de compression monotone à rupture réalisés dans direction $\pm 45^\circ$ sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.

Comme pour certains essais de traction monotone à rupture, un suivi d'endommagement passif par thermographie IR a été réalisé sur certaines éprouvettes sollicitées dans la direction $\pm 45^\circ$. Une fois de plus, l'endommagement n'a pu être constaté que très tardivement, à une contrainte supérieure à 93 % de la contrainte à rupture de l'éprouvette. Des cartographies de l'éprouvette réalisées en fin d'essai sont présentées en Figure 87.

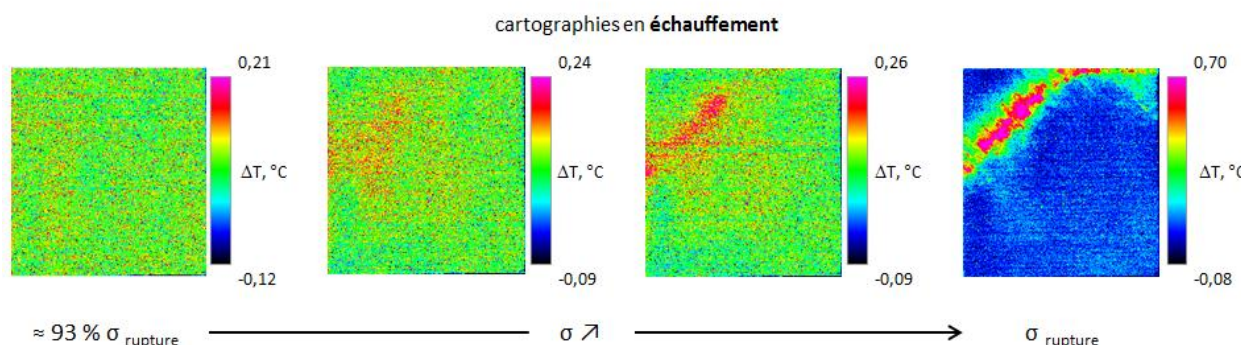


Figure 87 Suivi d'endommagement passif par thermographie IR lors d'un essai de compression monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$: l'endommagement n'a pu être détecté qu'à une contrainte supérieure à 93 % de la contrainte à rupture de l'éprouvette.

Des essais de compression interrompue ont été réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ dans le but de déterminer les mécanismes d'endommagement du matériau. Les contraintes d'arrêt valent -27 MPa, -54 MPa et -108 MPa et correspondent, respectivement, à 18 %, 36 % et 72 % de la contrainte à rupture moyenne calculée à partir des essais de compression monotone à $\pm 45^\circ$. Les trois éprouvettes proviennent de deux plaques différentes. La comparaison entre les courbes de comportement obtenues lors de ces essais et celles obtenues lors des essais de compression monotone à rupture atteste que les résultats sont bien exploitables (cf. Figure 88).

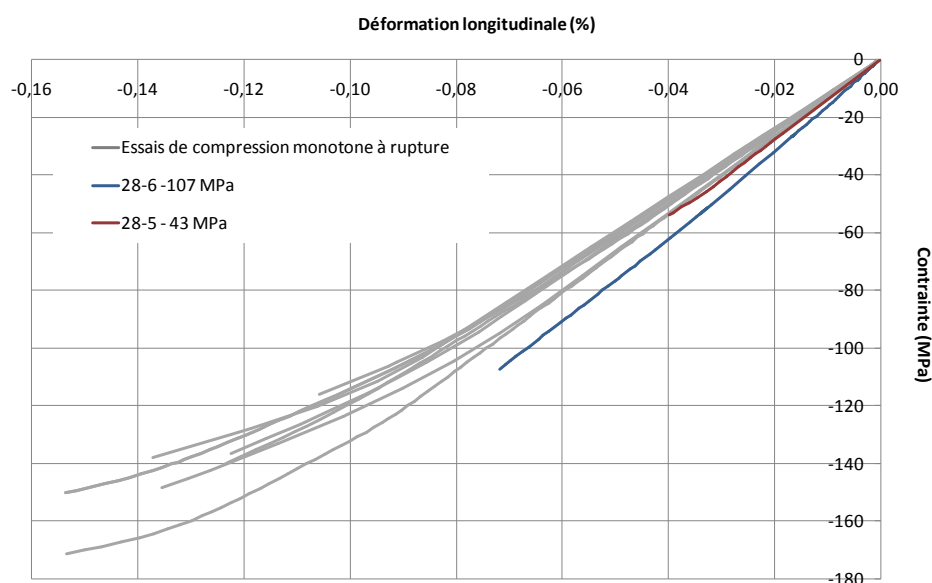


Figure 88 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes sollicitées en compression monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction $\pm 45^\circ$.

Les observations au MEB réalisées sur les éprouvettes sollicitées à différentes contraintes ont permis de révéler la présence de nombreuses fissures perpendiculaires au plan des plis, principalement dans les régions matricielles inter-torons (cf. Figure 89.a et Figure 89.d). Il est cependant difficile de localiser une partie de la zone utile des éprouvettes qui soit plus endommagée que le reste.

On remarque, une fois de plus, la propagation de fissures à partir des macropores (cf. Figure 89.b et Figure 89.d). Comme dans les cas précédents, il est difficile de savoir si ces fissures sont dues à la sollicitation mécanique ou si elles étaient préexistantes dans le matériau après élaboration. Cependant, la majorité des éprouvettes ayant été sollicitée à des contraintes inférieures au seuil

d'endommagement déterminé graphiquement (94 ± 19 MPa), on peut penser que ces éprouvettes n'ont pas été sollicitées en dehors de leur domaine élastique et que ces fissures étaient préexistantes. Une autre hypothèse envisageable est que certaines fissures soient générées par la sollicitation mécanique mais que leur propagation n'ait pas d'influence majeure sur la résistance du matériau, ce qui expliquerait que les éprouvettes semblent rester dans leur domaine élastique.

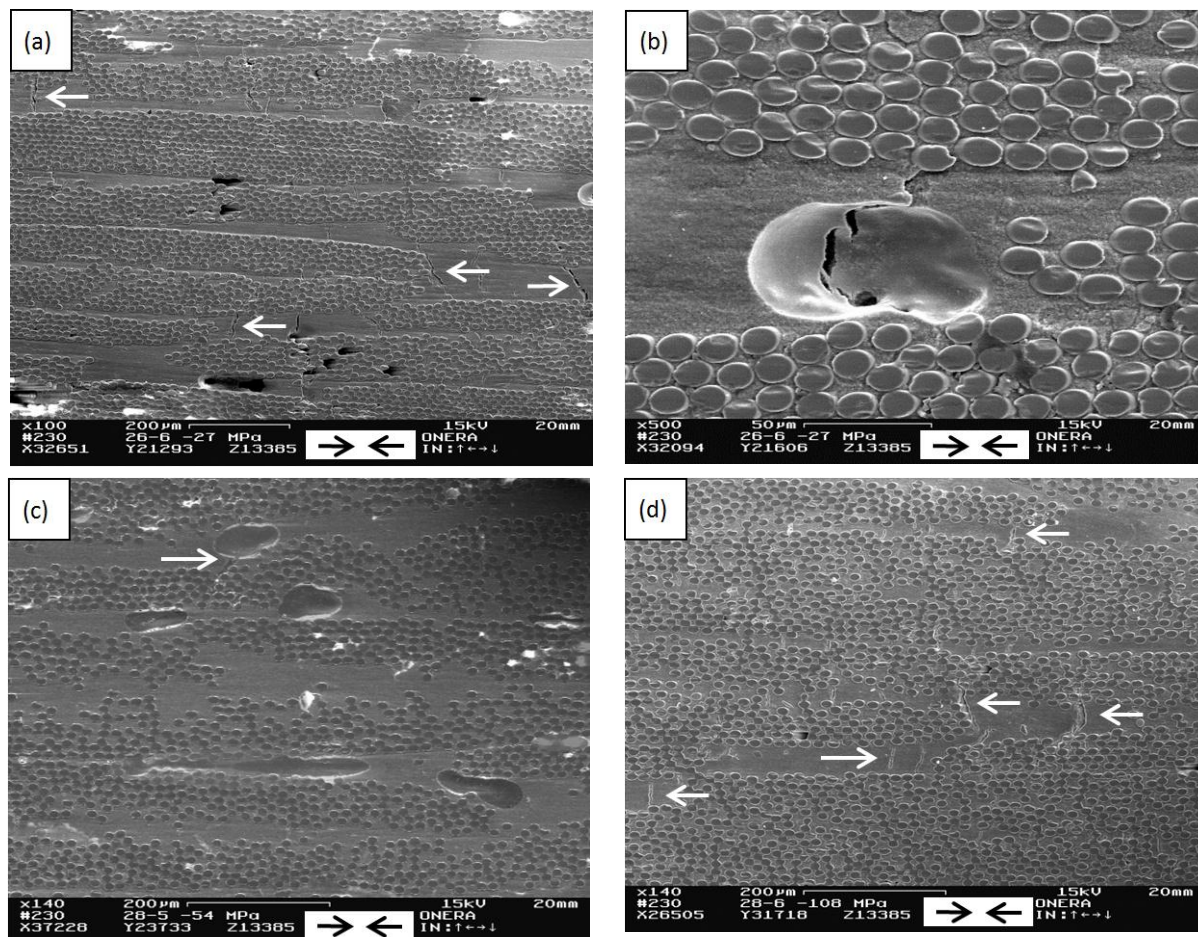


Figure 89 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction $\pm 45^\circ$. a. À -27 MPa : fissures matricielles qui semblent dues au procédé d'élaboration. b. À -27 MPa : amorçage de fissure au niveau d'un macropore. c. À -54 MPa : amorçage de fissure au niveau d'un macropore. La zone semble par ailleurs « saine ». d. À -108 MPa : fissures perpendiculaires au plan des plis dans les zones matricielles inter-torons.

Par ailleurs, des observations *post mortem* au MEB de coupes longitudinales et transversales d'éprouvettes sollicitées en compression à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$ ont montré que, comme dans le cas d'une sollicitation dans la direction 0° , la zone endommagée est localisée près de la rupture et ne s'étend pas dans la zone utile des éprouvettes, contrairement à ce qui peut être observé dans le cas d'essais de traction. On observe un délaminage au niveau de la zone de rupture (peu étendu) (cf. Figure 90.a).

Le principal endommagement est la propagation de fissures autour des torons (cf. Figure 90.a et Figure 90.b) ; près de la zone de rupture, ces fissures se propagent jusque dans les torons. Les fissures se propageant en périphérie des torons semblent avoir deux origines, tel qu'évoqué précédemment : (i) la propagation de fissures matricielles inter-torons qui, au contact des fibres, sont déviées et se propagent ainsi autour des torons (cf. Figure 90.a), et (ii) la propagation de fissures amorcées au niveau des macropores (cf. Figure 90.b), qui peuvent soit se propager initialement dans la matrice puis en périphérie des torons, soit se propager immédiatement en périphérie des torons lorsque les macropores jouxtent les torons.

Enfin, en dehors de la zone fortement endommagée, on observe de nombreuses fissures matricielles perpendiculaires au plan des plis. On peut penser qu'une sollicitation en compression a

pour effet de fermer des fissures situées dans des plans perpendiculaires à la sollicitation et on peut ainsi émettre l'hypothèse, déjà mentionnée dans le paragraphe sur les essais de compression à 0°, que ces fissures sont dues au procédé d'élaboration et non à la sollicitation mécanique.

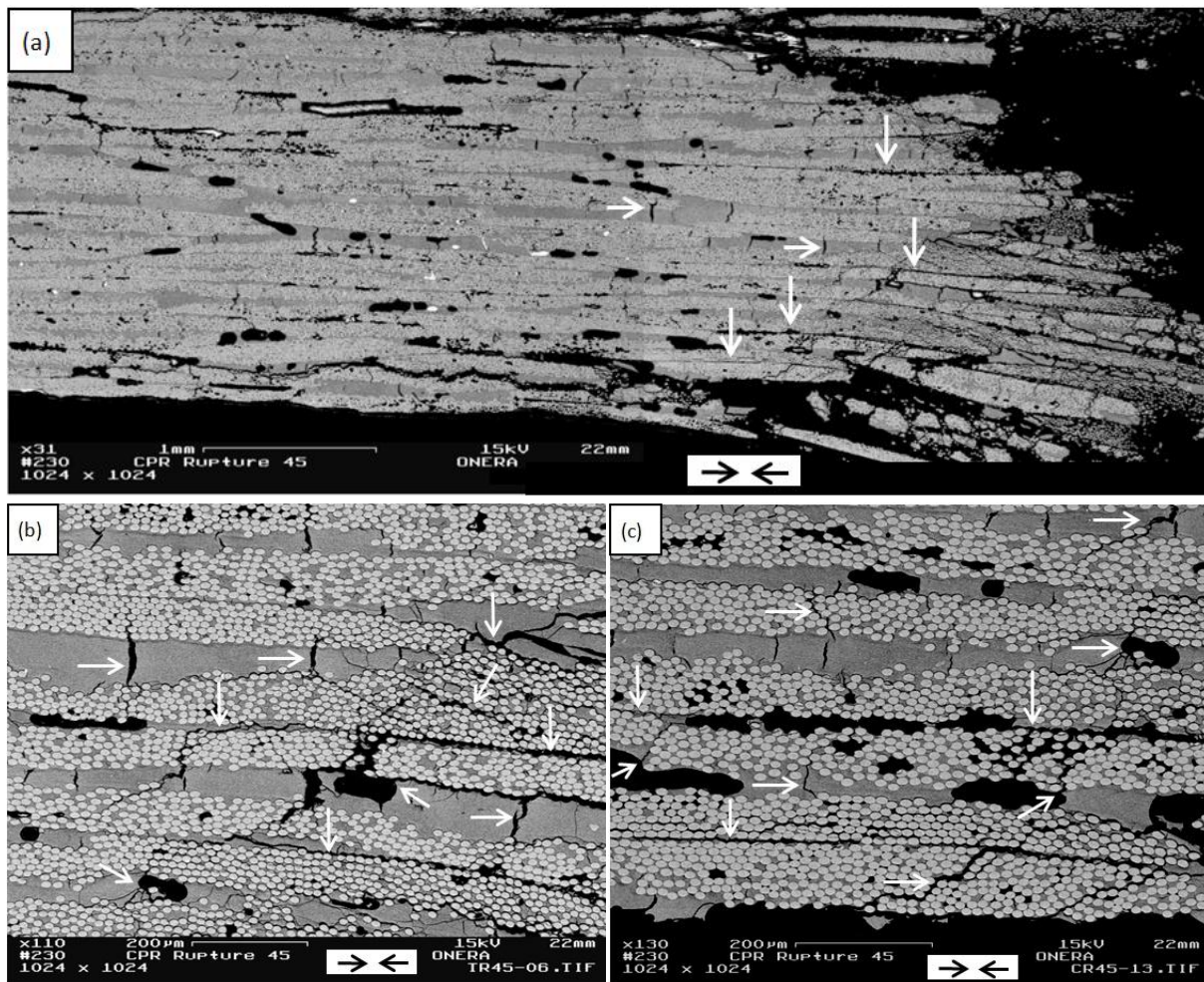


Figure 90 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en compression à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Délaminage et fissures perpendiculaires au plan des plis. b. Propagation de fissures à partir de fissures matricielles inter-torons, en périphérie et dans des torons avoisinants. c. Propagation de fissures à partir de macropores, en périphérie des torons avoisinants. d. Propagation de fissures dans des torons.

Une fois de plus, le matériau sollicité jusqu'à rupture présente une forte extraction de fibres, comme on peut le constater sur la Figure 91. Cela est en corrélation avec les observations au MEB et les mécanismes d'endommagement précédemment décrits. Toutes les éprouvettes ont cédé dans la direction des fibres, mais la rupture est rectiligne, contrairement ce qui a pu être observé dans le cas des essais de traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$.

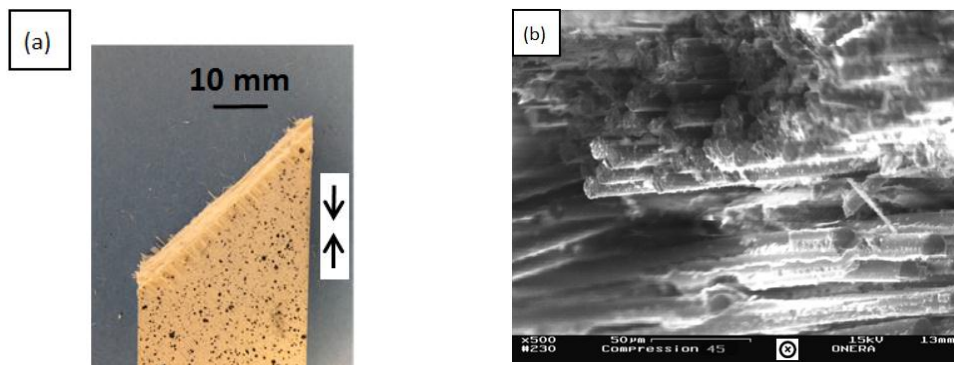


Figure 91 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Vue de face d'une éprouvette rompue. b. Observation au MEB de la zone de rupture : extraction de fibres.

4.3. Proposition d'un scénario d'endommagement d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression

Comme dans le cas d'une sollicitation mécanique en traction, le principal mode de dégradation des CMC Nextel™610/alumine soumis à un chargement en compression est le délaminage. Cet endommagement reste localisé au voisinage de la zone de rupture. Les observations au MEB réalisées *post mortem* sur des éprouvettes sollicitées jusqu'à rupture et sur des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte ont permis de mettre en évidence la similitude entre les mécanismes d'endommagement en traction et en compression de ce matériau, et ainsi de proposer le scénario d'endommagement suivant : un chargement en compression a pour effet de refermer les fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation situées dans les zones inter-torons riches en matrice. En se refermant, ces fissures se propagent tout d'abord jusqu'aux torons avoisinants, dans une direction perpendiculaire à celle de la sollicitation mécanique (*cf.* Figure 92.b). Le scénario est ensuite le même que dans le cas de la traction : au contact des fibres situées en périphérie des torons, ces fissures matricielles sont déviées au niveau de l'interface fibre/matrice (*cf.* Figure 92.c). Elles se propagent alors en périphérie des torons en suivant le contour des fibres (*cf.* Figure 92.c), puis dans les torons (*cf.* Figure 92.d et Figure 92.e). Il en va de même pour les fissures amorcées au niveau des macropores (*cf.* Figure 92.b) et les fissures intra-torons, qu'il s'agisse de fissures préexistantes dans le matériau après élaboration ou de fissures créées par la sollicitation mécanique.

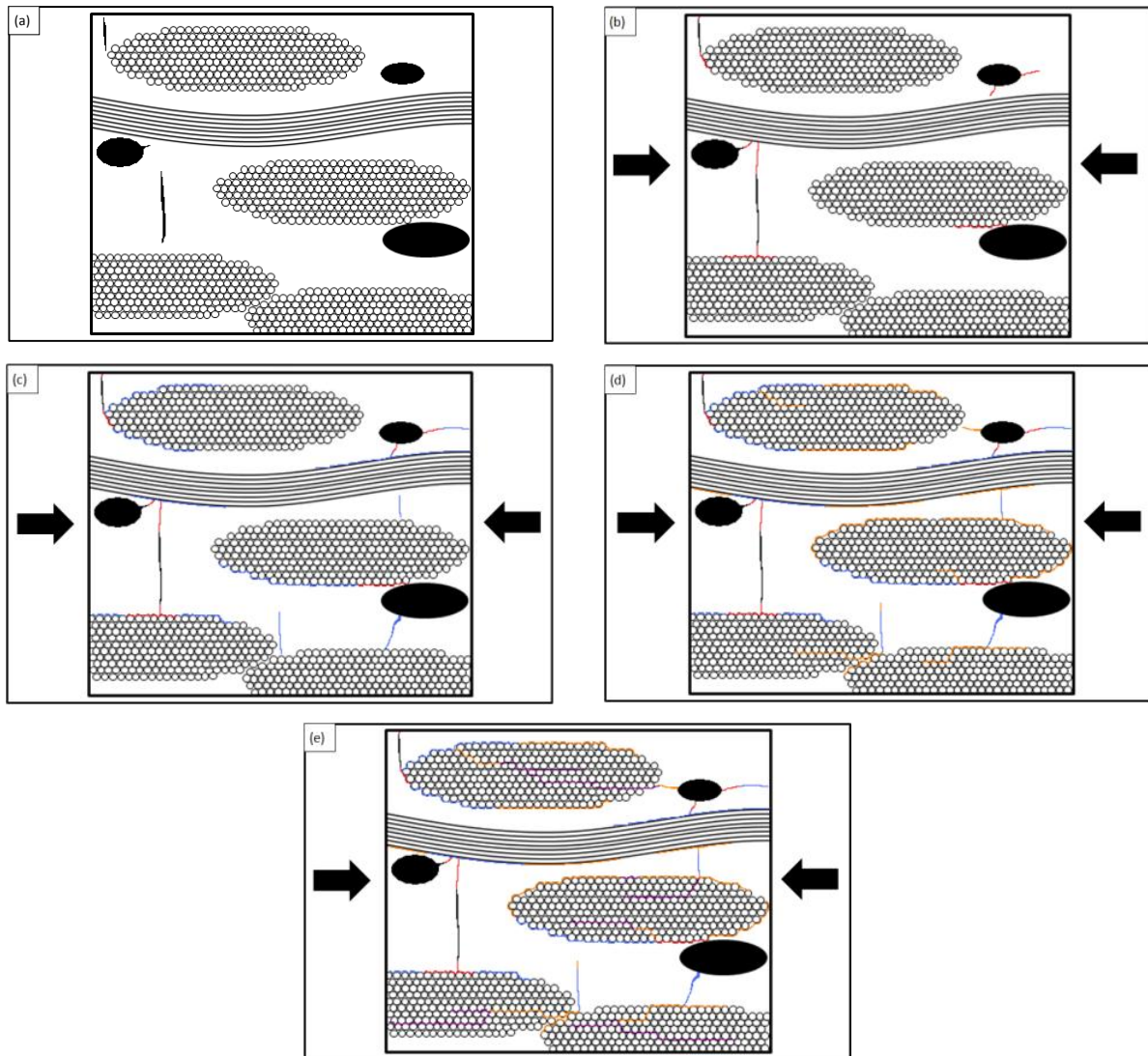


Figure 92 Schématisation des mécanismes d'endommagement successifs d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression.

Dans le cas d'une sollicitation en compression, c'est principalement la matrice, et non les fibres (ondulées et donc pré-flambées), qui assure la résistance du matériau. Sous l'effet du chargement, la matrice se comprime, et c'est lorsqu'elle ne supporte plus cette compression que le matériau cède, la rupture de la matrice entraînant celle des fibres qui rompent par micro-flambage [14].

5. COMPORTEMENT EN CISAILLEMENT

Des essais de flexion trois points entre appuis rapprochés ont été réalisés afin d'évaluer la résistance au cisaillement interlaminaire du CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel. La norme BS EN 658-5:2002 a été utilisée pour ces essais. Conformément à cette norme, les dimensions de ces éprouvettes sont de 25 mm x 10 mm x *épaisseur* pour une distance entre appuis de 15 mm. Le schéma du montage est présenté en Figure 93.

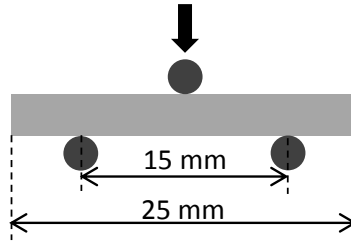


Figure 93 Schéma du montage d'un essai de flexion trois points entre appuis rapprochés.

L'essai de flexion trois points permet d'évaluer la résistance au cisaillement interlaminaire car, contrairement à l'essai de flexion 4 points qui conduit à un champ de flexion pure entre les deux appuis centraux, il permet d'obtenir un champ de flexion simple, *i.e.* une combinaison de flexion et de cisaillement [65]. En effet, le moment fléchissant M_f varie linéairement depuis les appuis, où il est nul, jusqu'au centre, où il atteint la valeur maximale $\frac{F L}{4}$, où F est la force appliquée sur le rouleau central et L la distance entre appuis. Ainsi, l'effort tranchant $\frac{dM_f}{dx}$ est constant en valeur absolue, vaut $\frac{F}{2}$ et change de signe au niveau du point de chargement central. Cet effort tranchant non nul génère une contrainte de cisaillement hors-plan (cission) τ_{xy} dans la section transversale, ici le plan (yOz) , d'une éprouvette de direction longitudinale orientée suivant l'axe (Ox) . Dans le cas présent, à savoir une éprouvette de section rectangulaire (milieu élastique homogène), la répartition de la cission τ_{yx} en fonction de l'épaisseur suit une loi parabolique (*cf.* Figure 94.a et Figure 94.b). Cette cission, nulle sur les surfaces inférieure et supérieure, est maximale au niveau du plan médian et atteint la valeur $\frac{3 F}{4 e l}$. Par réciprocité des cissions (condition d'équilibre), la cission interlaminaire τ_{xy} est égale à la cission hors-plan τ_{yx} définie dans la section transversale (*cf.* Figure 94.c).

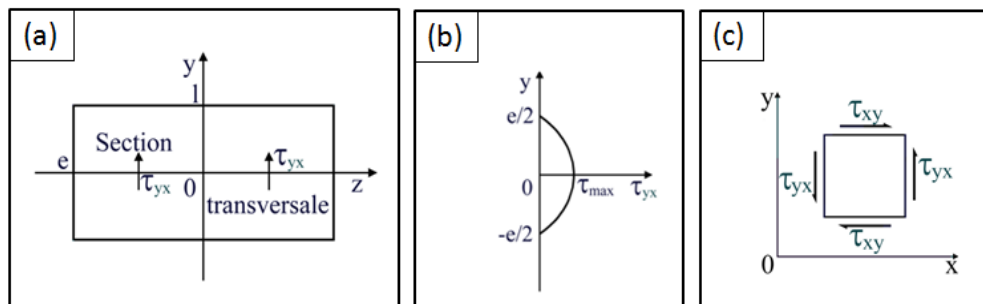


Figure 94 a. Essai de flexion trois points sur une éprouvette d'épaisseur e et de largeur l . b. La cission τ_{yx} dans la section transversale, nulle sur les surfaces inférieure et supérieure, est maximale au niveau du plan médian. c. Par réciprocité des cissions (condition d'équilibre), on a : $\tau_{xy} = \tau_{yx}$.

La valeur moyenne de la contrainte maximale de cisaillement interlaminaire, ainsi déterminée à partir de cinq essais vaut 20 ± 2 MPa. Compte tenu des problèmes de délaminage rencontrés lors des essais de traction et de compression, cet essai était évidemment plus destiné à quantifier cette résistance qu'à mettre en évidence sa faible valeur.

La contrainte de cisaillement atteignant sa valeur maximale au niveau du plan médian, c'est normalement au voisinage de ce plan que doit se produire le premier délaminage dû au cisaillement engendré par cet essai de flexion trois points entre appuis rapprochés. Le cisaillement interlaminaire résulte en effet de la flexion simple qui associe flexion et cisaillement.

Cependant, lors des essais de flexion trois points, la partie supérieure de l'éprouvette, située au-dessus de la fibre neutre, est sollicitée en compression tandis que la partie inférieure de l'éprouvette, située sous la fibre neutre, est sollicitée en traction.

Comme on peut le constater sur la Figure 95, ces deux parties présentent un délaminage, notamment du côté de l'éprouvette où les macropores sont nombreux. Ce résultat est en corrélation avec les observations faites sur les éprouvettes sollicitées en traction ou en compression.

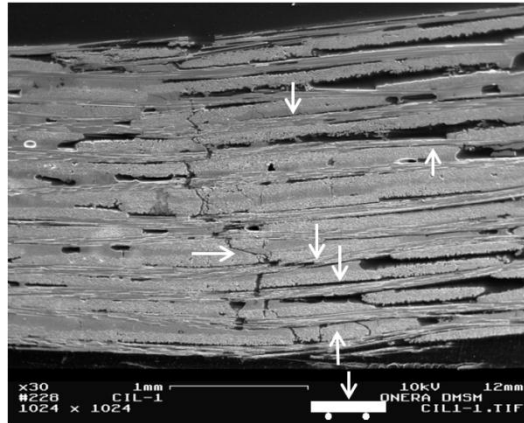


Figure 95 Zone de rupture d'une éprouvette sollicitée en flexion trois points entre appuis rapprochés : les parties sollicitées en compression et en traction, situées respectivement sur et sous la fibre neutre, présentent du délaminage.

Dans la partie en compression, on notera cependant que l'accroissement de l'amplitude de l'ondulation des torons longitudinaux (ondulés du fait du tissage et donc pré-flambés), sous l'effet de l'effort de compression, conduit à l'écartement des plis et donc au délaminage. Ce phénomène pourrait, en partie, expliquer la faible valeur de la résistance au cisaillement interlaminaire déterminée par un tel essai de flexion simple.

Une autre explication pourrait être un endommagement prématuré des éprouvettes au contact des rouleaux ; compte tenu de la faible résistance du matériau, on peut penser que des fissures s'amorcent aux points de contact avec les rouleaux, ce qui entraînerait une ruine prématurée des éprouvettes.

Les essais de torsion sur barreaux réalisés à l'UTC sur douze éprouvettes ont par ailleurs permis de déterminer des valeurs moyennes de cisaillement interlaminaire et de cisaillement plan valant, respectivement, 19,7 GPa et 44,1 GPa. Ces valeurs sont en accord avec celles obtenues à partir des essais de traction et compression dans la direction $\pm 45^\circ$ et des essais de flexion trois points entre appuis rapprochés. Ceci peut amener à penser que les rouleaux n'endommagent pas (ou peu) les éprouvettes lors des essais de flexion trois points.

Comme pour des sollicitations en traction dans la direction $\pm 45^\circ$ ainsi que des sollicitations en compression, peu de résultats de cisaillement interlaminaire sont disponibles dans la littérature. Simon [6], rapporte des valeurs de cisaillement interlaminaire comprises entre 12,5 et 14 MPa dans le cas de CMC Nextel™610/mullite et entre 10 et 11,5 MPa dans le cas de CMC Nextel™720/mullite. Le CMC Nextel™610/alumine développé à l'Onera semble donc présenter une meilleure résistance au cisaillement interlaminaire que d'autres CMC oxyde/oxyde décrits dans la littérature, malgré le phénomène de délaminage qui a pu être observé sur certaines éprouvettes.

6. CONCLUSION

Une analyse de la microstructure du matériau Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel après élaboration a révélé l'hétérogénéité du matériau, aux échelles macro- et microscopiques.

Le comportement mécanique de ce matériau soumis à des sollicitations en traction ou en compression, dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$, a été étudié. Les propriétés mécaniques du matériau sont résumées dans le Tableau 13.

	Contrainte maximale (MPa)	Déformation longitudinale à la contrainte max (%)	Contrainte seuil d'endommagement * (MPa)	Déformation longitudinale au seuil d'endommagement (%)	Module de Young * (GPa)	G ₁₂ (GPa)
Traction 2D 0° : 9 essais, 6 plaques	260 ± 37	0,30 ± 0,09	48 ± 8	0,04 ± 0,01	134 ± 19	
Traction 2D ±45°: 7 essais, 3 plaques	89 ± 19	0,19 ± 0,07	41 ± 11	0,04 ± 0,02	122 ± 28	46 ± 12
Traction 2D 90° : 5 essais, 1 plaque	207 ± 30	0,19 ± 0,03	44 ± 6	0,03 ± 0,01	147 ± 9	
Compression 2D 0° : 8 essais, 6 plaques	-291 ± 69	-0,19 ± 0,04	-123 ± 31	-0,08 ± 0,02	161 ± 11	
Compression 2D ±45°: 7 essais, 5 plaques	-149 ± 22	-0,14 ± 0,02	-94 ± 19	-0,10 ± 0,07	121 ± 13	48 ± 9

* détermination graphique

Tableau 13 Propriétés mécaniques en traction et en compression d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel, dans différentes directions de sollicitation, à température ambiante.

Les seuils d'endommagement ont été évalués graphiquement. La méthode de thermographie IR a également été utilisée dans le but de suivre l'endommagement du matériau sous sollicitation mécanique, et ainsi de détecter son seuil d'endommagement, mais elle ne semble pas adaptée à l'étude de notre matériau. Pour une sollicitation en traction, ce seuil est assez faible et va à l'encontre du développement du matériau tel qu'il est actuellement. Les essais de traction et de compression ont de plus permis de mettre en évidence la forte tendance au délaminage du matériau.

Les mécanismes d'endommagement ont par ailleurs été mis en évidence par des observations *post mortem* réalisées au MEB sur des éprouvettes soumises à différents niveaux de contrainte, ce qui a permis de proposer des scénarii d'endommagement pour des sollicitations en traction et en compression. Les deux principales causes d'endommagement du matériau sont les macropores et les fissures matricielles dus au procédé d'élaboration. Aucun scénario d'endommagement détaillé d'un CMC oxyde/oxyde à renfort bidimensionnel n'est, à ma connaissance, disponible à ce jour dans la littérature.

Il est important de noter que l'évaluation d'un matériau dépend à la fois du seuil d'endommagement et des propriétés mécaniques à rupture. Il est en effet nécessaire de tenir compte de ces deux caractéristiques pour juger de la pertinence d'un matériau pour une application visée.

Une étude comparative a montré que les propriétés mécaniques du matériau élaboré à l'Onera sont, pour une sollicitation en traction dans la direction des fibres, supérieures à celles de CMC oxyde/oxyde à renfort bidimensionnel disponibles dans la littérature. Peu de résultats sont disponibles pour des sollicitations en traction dans la direction ±45°, pour des sollicitations en compression ainsi que pour des essais de cisaillement interlaminaire.

Cependant, malgré les bonnes propriétés mécaniques à rupture et les modules de Young élevés de notre matériau, en comparaison avec les données de la littérature, le matériau Nextel™610/alumine actuel ne satisfait pas les exigences aéronautiques du fait de sa propension au délaminage et de son faible seuil d'endommagement. Ainsi, afin d'écarter les problèmes de délaminage rencontrés sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel, nous nous sommes orientés vers l'étude d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel. Un tel renfort possède la propriété intrinsèque de remédier aux problèmes de délaminage souvent rencontrés sur les matériaux à renfort bidimensionnel.

Chapitre 4 : Caractérisation du comportement mécanique et étude des mécanismes d'endommagement d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel et comparaison avec le CMC à renfort bidimensionnel

1. CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TISSÉ TRIDIMENSIONNEL APRÈS ÉLABORATION

1.1. Caractérisation morphologique

Des observations au MEB ainsi que des mesures de porosité par poussée d'Archimède et par intrusion de mercure ont été réalisées sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel afin de caractériser sa microstructure. Pour des raisons de confidentialité, les échelles ont été supprimées des micrographies MEB de ce matériau qui est en cours de développement chez Herakles.

Comme le CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel, le CMC à renfort tridimensionnel étudié présente une matrice microporeuse, visible en Figure 96, similaire à celle utilisée dans l'élaboration du CMC à renfort bidimensionnel. Comme cela sera précisé dans la suite du manuscrit, le taux volumique de fibres du CMC à renfort tridimensionnel est plus faible que celui du CMC à renfort bidimensionnel.

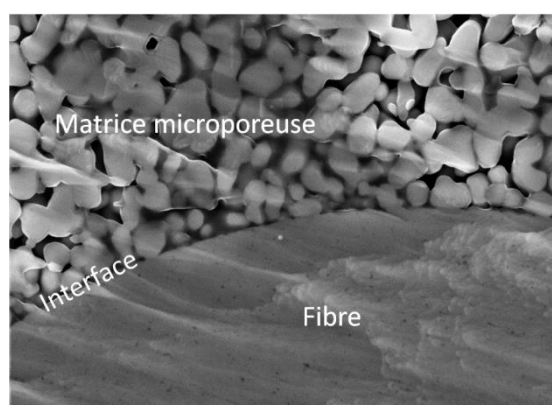


Figure 96 Microstructure d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel. Les traits visibles en surface sont dus au polissage ionique.

Des observations au MEB ont permis de mettre en évidence la présence de nombreuses fissures matricielles, principalement dans les zones inter-torons riches en matrice (*cf.* Figure 97.a et Figure 97.b), mais on remarque également la présence de quelques fissures entre les fibres d'un même toron (*cf.* Figure 97.c). Dans leur majorité, ces fissures sont perpendiculaires au plan des fils de trame et peuvent être attribuées au retrait de frittage, comme cela a déjà été expliqué. Les fissures présentes dans le matériau à renfort tridimensionnel après élaboration sont cependant plus

nombreuses et plus ouvertes sur ce matériau qu'au sein du matériau à renfort bidimensionnel. La distance entre les lèvres des fissures est en effet comprise entre 6 et 17 μm dans le matériau à renfort tridimensionnel (dans la majorité des cas, cette distance était proche de la borne haute), alors que cette distance était comprise entre 3 et 16 μm dans le matériau à renfort bidimensionnel (6 μm dans la majorité des cas). Les conditions de frittage étant normalement identiques pour les deux matériaux, ce résultat est surprenant. On peut penser que les fissures matricielles sont présentes dans le matériau cru, avant traitement thermique, ce qui n'aurait alors pour effet que de les ouvrir, mais il semble peu probable que les pressions appliquées lors du procédé d'élaboration (APS) (3-4 bars), inférieures à celles appliquées lors de l'élaboration des matériaux à renfort bidimensionnel (entre 7 et 10 bars), soient suffisamment élevées pour provoquer une fissuration de la matrice. Les fissures matricielles présentes sur le matériau cru peuvent néanmoins être dues à la phase de séchage lors du procédé d'élaboration. Les étapes de séchage des CMC à renforts bi- et tridimensionnels sont différentes (il y a plus d'eau à éliminer dans le cas du procédé APS), ce qui peut en partie expliquer une fissuration plus importante du CMC à renfort tridimensionnel.

Les fissures matricielles perpendiculaires au plan des fils de trame constituent un « pré-endommagement » important du matériau après élaboration : on peut s'attendre à ce que, sous l'effet d'une sollicitation mécanique en traction, ces fissures s'ouvrent et se propagent, même à de faibles contraintes.

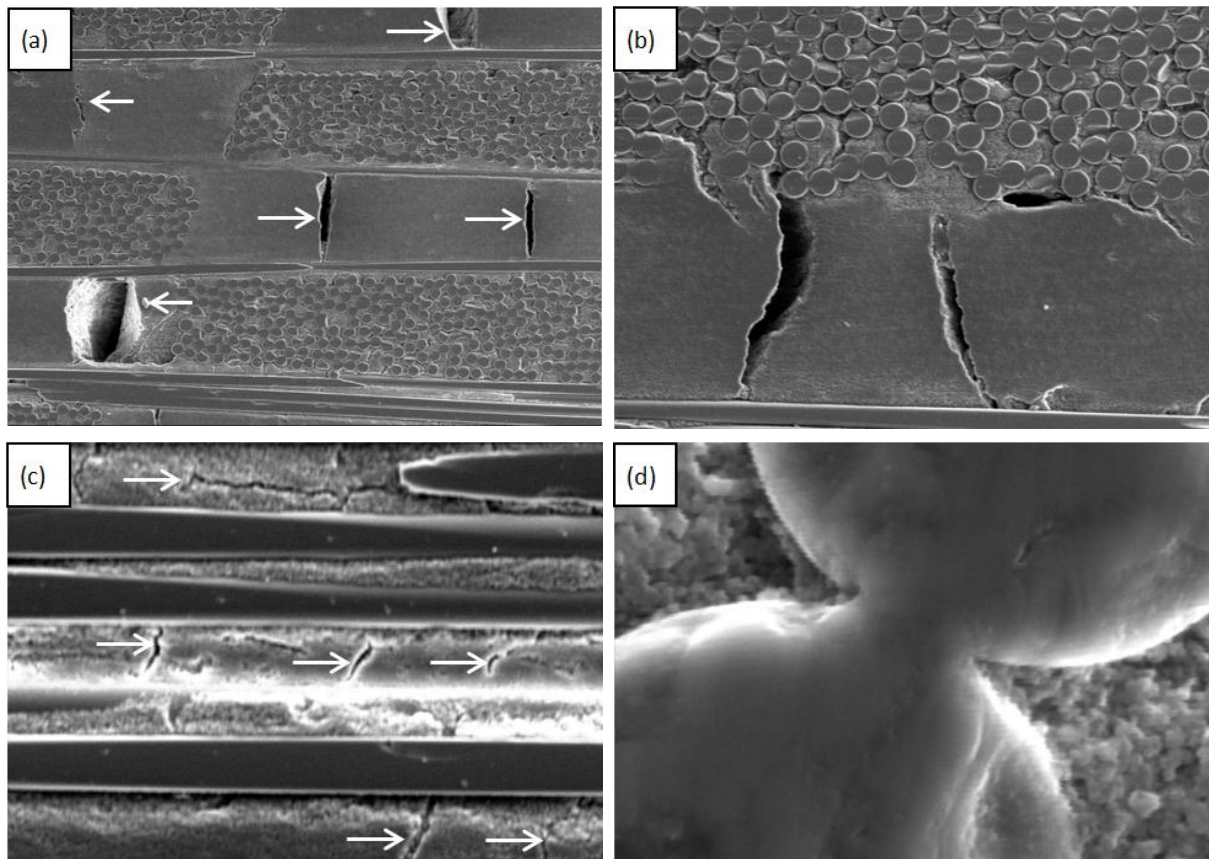


Figure 97 Observations au MEB d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel. Coupe dans un plan perpendiculaire à celui des fils de trame et parallèle aux fils de chaîne. a. Fissures matricielles perpendiculaires au plan des fils de trame, dues au retrait de frittage. b. Bonne imprégnation des torons de matrice et fissures matricielles. c. Fissures matricielles intra-torons principalement situées dans une direction perpendiculaire au plan des fils de trame. d. Pontage inter-fibres.

Les fissures matricielles observées sur le CMC à renfort tridimensionnel sont semblables à celles présentées dans les matériaux à renfort bidimensionnel Nextel™720/alumine-mullite étudiés par Carelli *et al.* [13], les matériaux Nextel™720/alumine étudiés par Ruggles-Wrenn *et al.* [3] (CMC produits par COI) et les matériaux Nextel™720/alumine-mullite étudiés par Holmquist *et al.* [66]. Ces

matériaux ont été élaborés à partir de procédés et de traitements thermiques (frittage) différents. La microstructure de ces matériaux est présentée en Figure 98.

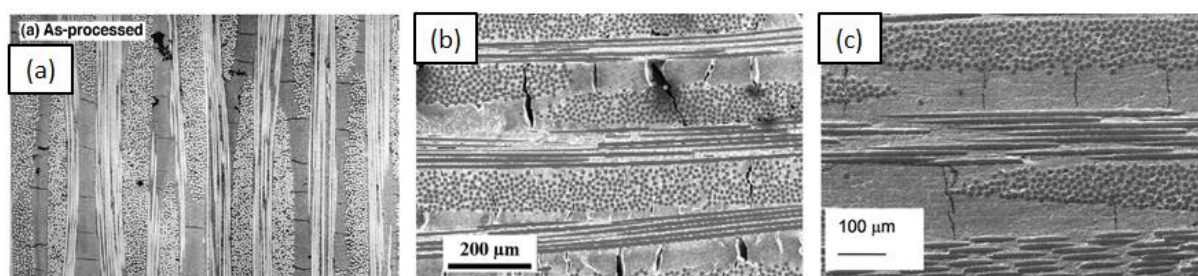


Figure 98 Microstructure de CMC oxyde/oxyde après élaboration. a. Nextel™720/alumine-mullite, Carelli *et al.* [13]. b. Nextel™720/alumine, Ruggles-Wrenn *et al.* [3], CMC produit par COI. c. Nextel™720/alumine-mullite, Holmquist *et al.* [66].

On remarque par ailleurs une bonne infiltration de la matrice dans les torons. Au sein des torons, les fibres n'ont pas toutes le même diamètre et certaines ont des sections oblongues, ce qui n'est pas le cas dans le matériau à renfort bidimensionnel. Les sections non-circulaires de fibres peuvent être attribuées (i) au procédé d'élaboration des fibres ou (ii) au procédé d'élaboration du CMC. Dans ce dernier cas, il faudrait que la pression et la température appliquées lors de l'APS soient suffisamment élevées pour déformer des fibres frittées, ce qui nécessiterait une pression et une température particulièrement importantes, ce qui n'est pas le cas. Compte-tenu de la variabilité des diamètres des fibres observée, on peut être amené à penser que c'est le procédé d'élaboration des fibres qui est à l'origine de la diversité des sections de fibres.

Outre ces observations sur les fibres, on remarque dans certains torons un phénomène de pontage inter-fibres (*cf.* Figure 97.d et Figure 99.c). Ce phénomène est plutôt rare mais bien présent, alors qu'il semble être totalement absent sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel. Le pontage des fibres peut être attribué au procédé d'élaboration par APS ou au tissage tridimensionnel : ils induisent tous deux plus de contact entre les fibres qui ont alors, lors du traitement thermique, tendance à se lier les unes aux autres, pendant la phase de frittage. Il est néanmoins surprenant que ce phénomène n'ait été observé que sur le CMC à renfort tridimensionnel. En effet, les deux matériaux sont normalement soumis au même traitement thermique et, dans les deux cas, les fibres d'un même toron sont en contact les unes avec les autres. Le procédé d'élaboration par APS favorise néanmoins le contact entre les fibres, du fait de la pression appliquée, ce qui facilite le phénomène de pontage inter-fibres lors du frittage.

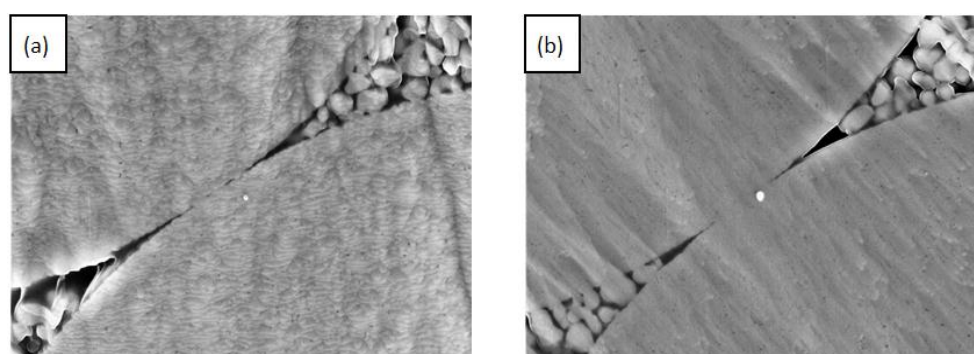


Figure 99 Observations au MEB d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel après élaboration (polissage ionique). a. Fibres en contact mais non pontées. b. Pontage inter-fibres.

Enfin, très peu de macropores ont été observés sur les CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel (*cf.* Figure 97.a), contrairement à ce qui a pu être observé sur le matériau à renfort bidimensionnel. Le procédé d'élaboration par APS utilisé pour ces matériaux permet en effet

d'obtenir des CMC de microstructure plus homogène que ceux obtenus avec la méthode utilisée pour la réalisation des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel élaborés à l'Onera.

Un schéma du matériau Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel après élaboration est proposé en Figure 100.

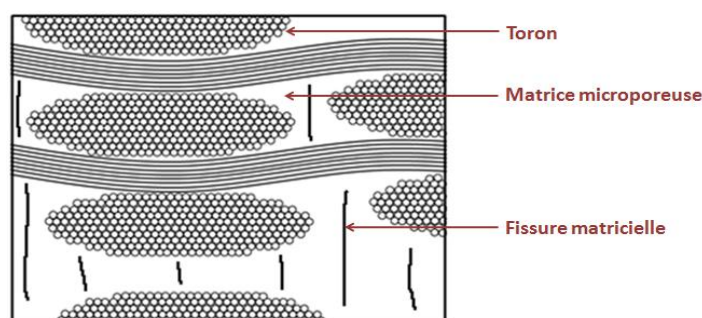


Figure 100 Schéma d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel après élaboration.

1.2. Détermination de la porosité et de la taille de pores

Comme dans le cas du matériau à renfort bidimensionnel, des mesures de porosité par poussée d'Archimède et par intrusion de mercure ont été réalisées sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel afin, d'une part, de vérifier que le taux de porosité, et par conséquent le taux de fibres, étaient satisfaisants pour un CMC à matrice faible et, d'autre part, de déterminer la distribution des pores en fonction de leur dimension.

Les mesures de porosité ont été réalisées sur six éprouvettes provenant de cinq plaques différentes. Pour la porosimétrie par poussée d'Archimède, les éprouvettes mesuraient environ 15 mm x 10 mm x épaisseur ; des éprouvettes de 5 mm x 5 mm x épaisseur ont par la suite été découpées dans ces éprouvettes pour la porosimétrie au mercure. Pour rappel, les éprouvettes de CMC à renfort tridimensionnel élaborées à Herakles avaient une épaisseur d'environ 3,8 mm.

Les mesures de porosité par poussée d'Archimède ont permis de déterminer un taux de porosité moyen de $19 \pm 3 \%$ ($27 \pm 3 \%$ pour le CMC à renfort bidimensionnel) et un taux volumique de fibres de $41 \pm 1 \%$ ($48 \pm 2 \%$ pour le CMC à renfort bidimensionnel). Les résultats obtenus par porosimétrie par intrusion de mercure sont, une fois de plus, en accord avec ceux obtenus par poussée d'Archimède : on obtient un taux de porosité moyen de $20 \pm 1 \%$ et le même taux volumique de fibres de $41 \pm 1 \%$. Cette technique a par ailleurs permis de déterminer la distribution des pores en fonction de leur taille, présentée en Figure 101.

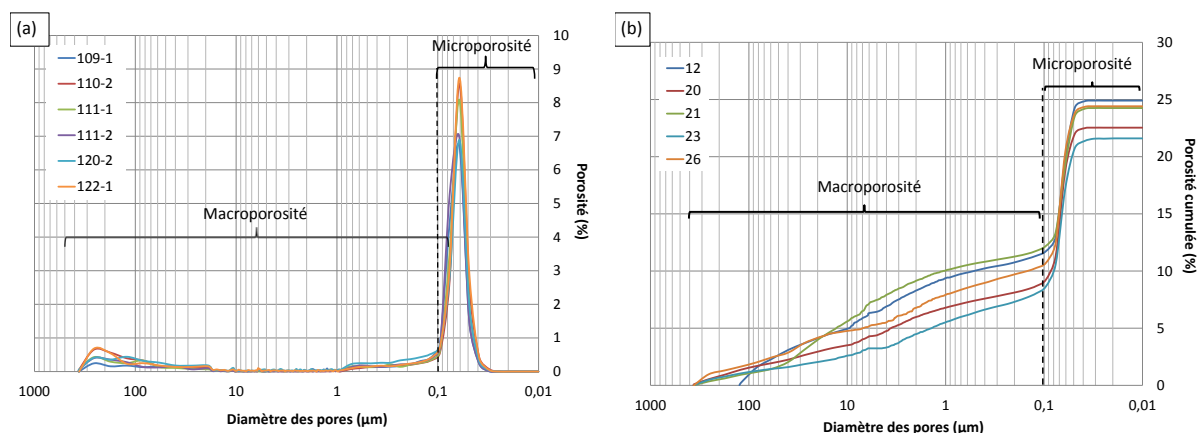


Figure 101 Distribution des pores selon leur taille pour des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel en fonction a. de la porosité, b. de la porosité cumulée.

Comme dans le cas du CMC à renfort bidimensionnel, on distingue deux catégories de pores : les macropores et les micropores. La limite entre macroporosité et microporosité, toujours fixée à 0,1 μm , a permis de déterminer un taux de macroporosité de $6 \pm 1 \%$ et un taux de microporosité matricielle de $14 \pm 1 \%$, ce qui équivaut à un taux de porosité dans la matrice seule s'élevant à $26 \pm 2 \%$. Les valeurs obtenues par porosimétrie au mercure sur les CMC à renforts bi- et tridimensionnels sont résumées dans le Tableau 14, pour comparaison.

	2D	3D
Taux de fibres (%)	49 ± 0	41 ± 1
Taux de porosité (%)	24 ± 2	20 ± 1
Taux de macroporosité (%)	12 ± 3	6 ± 1
Taux microporosité matricielle (%)	13 ± 1	14 ± 1
Taux de porosité dans la matrice seule (%)	32 ± 1	26 ± 2

Tableau 14 Comparaison entre les taux volumiques de porosité et de fibres obtenus sur les CMC Nextel™610/alumine à renforts tissés bi- et tridimensionnels par porosimétrie par intrusion de mercure.

Les taux volumiques de fibres et de porosité mesurés sur le CMC à renfort tridimensionnel sont inférieurs à ceux mesurés sur le CMC à renfort bidimensionnel. L'écart le plus important concerne cependant les taux volumiques de macroporosité (facteur 2). Le taux de porosité de la matrice seule du CMC à renfort tridimensionnel est inférieur à 30 %, valeur minimale du taux de porosité de la matrice seule nécessaire pour obtenir un CMC à matrice faible [20]. La différence de répartition entre les différentes porosités des deux CMC étudiés est mise en évidence sur les graphiques de la Figure 102, sur lesquels sont représentées les distributions de pores en fonction de leur taille, pour les deux CMC étudiés.

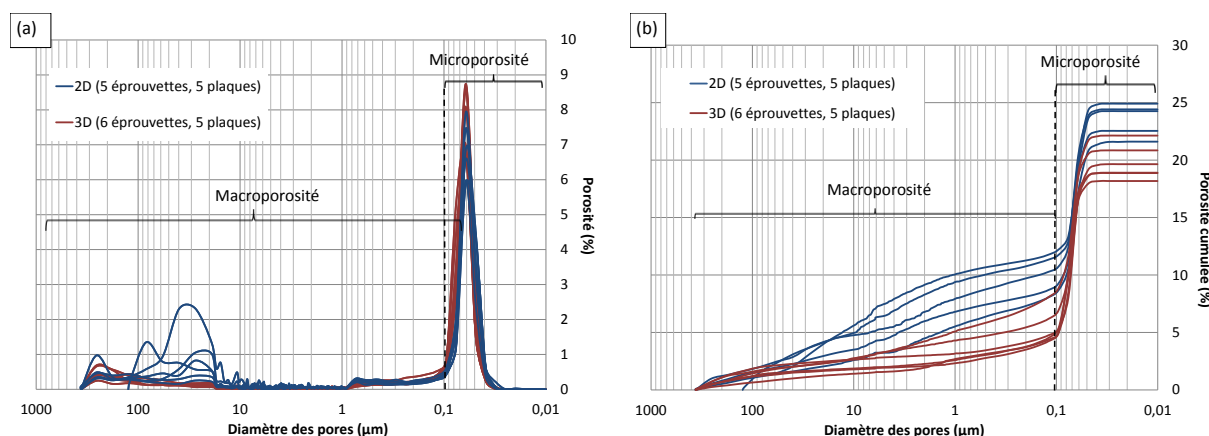


Figure 102 Comparaison entre les distributions des pores selon leur taille mesurées sur des CMC Nextel™610/alumine à renforts tissés bi- et tridimensionnels en fonction a. de la porosité, b. de la porosité cumulée.

Le faible taux de macroporosité mesuré sur le CMC à renfort tridimensionnel est en accord avec les observations au MEB. Cependant, bien que peu de macropores aient été observés, de nombreuses fissures ouvertes sont visibles sur le matériau après élaboration. On peut donc supposer que ces fissures, en quantité importante, apparaissent comme de la macroporosité sur les graphiques précédents.

Finalement, les observations au MEB et la porosimétrie par intrusion de mercure ont mis en évidence la présence de nombreuses fissures matricielles de taille importante et la faible part des macropores dans la porosité totale. Ainsi, bien que les endommagements présents sur les CMC à renfort bi- et tridimensionnels soient différents, ces deux CMC sont « pré-endommagés » après élaboration.

2. MISE EN ÉVIDENCE DE LA PRÉSENCE D'ENDOMMAGEMENT INITIAL PAR THERMOGRAPHIE IR

Certaines éprouvettes de traction (de type barreau) du CMC à renfort tridimensionnel étudié ont été analysées par thermographie IR. Les cartographies thermiques en échauffement de deux éprouvettes sont présentées en Figure 103.

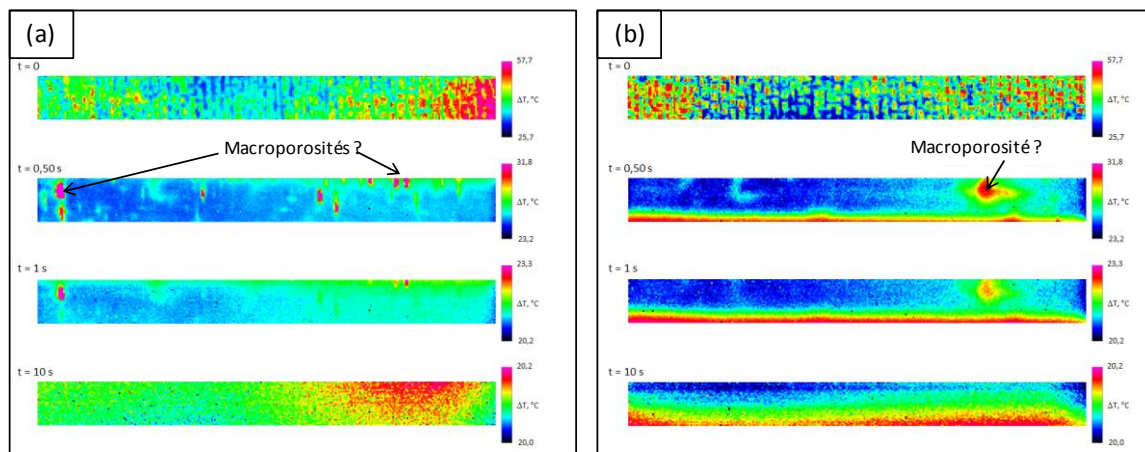


Figure 103 Cartographies thermiques en échauffement de deux éprouvettes (de type barreau) d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel, après élaboration. On distingue des défauts qui semblent être des macroporosités, de tailles plus ou moins importantes.

Des hétérogénéités sont visibles sur les deux éprouvettes. Compte-tenu des observations au MEB, on peut penser qu'il s'agit de macropores. On remarque également que l'éprouvette de la Figure 103.a présente plusieurs hétérogénéités de « faibles » dimensions tandis que sur la seconde éprouvette, présentée en Figure 103.b, on distingue une hétérogénéité de taille bien plus importante. On peut en déduire que, bien que le procédé d'élaboration par APS permette d'obtenir des plaques plus homogènes que le procédé d'imprégnation et pressage utilisé à l'Onera, les plaques obtenues par APS sont hétérogènes, même à l'échelle d'une seule éprouvette.

3. DÉFINITION DU PLAN DE CARACTÉRISATION MÉCANIQUE

Le plan de caractérisation du matériau à renfort tridimensionnel est identique à celui du matériau à renfort bidimensionnel, présenté dans le chapitre précédent. Ces matériaux sont en effet tous deux destinés à être caractérisés en vue de développer et d'identifier un modèle d'endommagement simplifié. Cependant, le CMC à renfort tridimensionnel étant en cours de développement chez Herakles, seule une faible quantité de ce matériau était disponible et seul son comportement mécanique et ses mécanismes d'endommagement sous une sollicitation en traction ont été étudiés. Des essais de traction monotone à rupture et de traction incrémentale ainsi que des essais de traction interrompue (pour la détermination des mécanismes d'endommagement) ont été réalisés, dans la direction chaîne (0°) et dans la direction $\pm 45^\circ$.

Comme pour les essais réalisés sur le CMC à renfort bidimensionnel, les éprouvettes de CMC à renfort tridimensionnel ont été instrumentées par de la CIN et un extensomètre à couteaux pour les mesures de déformations. Du suivi d'endommagement par EA ainsi que des observations sur chants au microscope optique ont également été réalisés. La caméra thermique n'étant pas disponible lors de la campagne d'essais sur le CMC à renfort tridimensionnel, il n'a pas été possible de faire du suivi d'endommagement par thermographie IR.

Enfin, des essais de flexion trois points entre appuis rapprochés ont été réalisés afin d'évaluer la résistance au cisaillement interlaminaire du matériau.

4. CARACTÉRISATION MÉCANIQUE D'UN CMC NEXTEL™610/ALUMINE À RENFORT TRIDIMENSIONNEL ET DÉTERMINATION DES MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT EN TRACTION

Les courbes de comportement et de variation de module présentées dans la suite de ce chapitre sont, sauf mention contraire, obtenues avec des déformations mesurées par CIN puis régularisées selon la méthode présentée dans le chapitre précédent (*cf.* 3.1). Pour des raisons de confidentialité, les courbes sont normées par rapport aux propriétés moyennes à rupture obtenues pour les essais considérés. Les propriétés mécaniques du matériau sont disponibles en annexe confidentielle, non disponible dans cette version publique.

4.1. Comportement en traction dans la direction des fibres (0°)

Dans cette partie, les résultats des essais de traction monotone à rupture, traction interrompue et traction incrémentale réalisés dans la direction des fibres (chaîne, 0°) sont présentés et analysés. Ces essais ont permis de déterminer les propriétés mécaniques du matériau ainsi que ses mécanismes d'endommagement lorsqu'il est sollicité dans une direction où les fibres assurent sa résistance mécanique.

Au total, sept éprouvettes de type haltère (zone utile : 10 mm x 40 mm x *épaisseur*) et cinq éprouvettes de type barreau (zone utile : 16 mm x 70 mm x *épaisseur*), provenant de six plaques différentes, ont été sollicitées. De nombreuses éprouvettes se sont rompues au ras des mors. Ceci est considéré comme une rupture prématurée et les propriétés à rupture ne devraient pas être prises en compte. Les courbes de comportement de ces éprouvettes demeurent cependant exploitables et la détermination des modules de Young sur ces courbes reste pertinente.

Deux éprouvettes de type haltère, provenant de deux plaques différentes, et quatre éprouvettes de type barreau, provenant de quatre plaques différentes, ont été sollicitées en traction monotone à rupture dans la direction 0°. Trois éprouvettes, provenant de trois plaques différentes, ont été sollicitées en traction incrémentale. Pour chaque type d'essai, seules deux éprouvettes se sont rompues dans la zone utile. Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques à rupture du CMC à renfort tridimensionnel sollicité dans la direction des fibres ont été calculées à partir des propriétés mécaniques de ces quatre éprouvettes et sont résumées dans le Tableau 18 de l'annexe confidentielle.

Les différents essais réalisés ont montré que la géométrie des éprouvettes n'avait pas d'influence sur leur comportement mécanique.

Les courbes de comportement normées obtenues sur ces différentes éprouvettes sont présentées en Figure 104. Pour les essais de traction incrémentale, seule l'enveloppe des courbes de comportement est représentée.

Comme on peut le constater sur la Figure 104, les résultats sont très dispersés et il est difficile, sur certaines courbes, de distinguer un domaine élastique. Il a ainsi été difficile de mesurer les modules de Young avec la méthode graphique présentée dans le chapitre précédent.

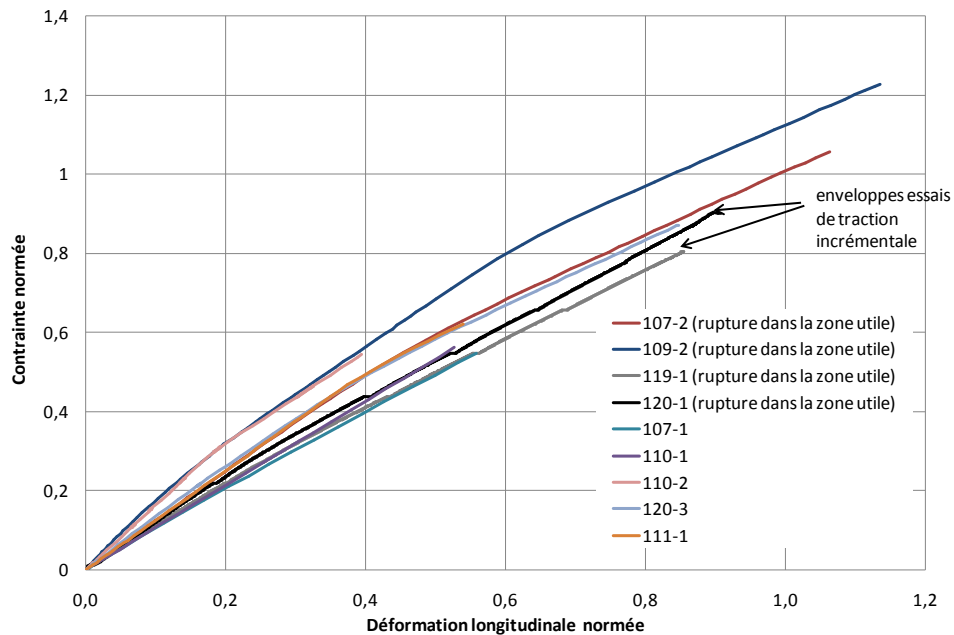


Figure 104 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité dans la direction 0° (direction chaîne).

Une comparaison entre les courbes de comportement des CMC Nextel™610/alumine à renforts bi- et tridimensionnels ainsi qu'un tableau comparatif des propriétés mécaniques en traction dans la direction 0° sont présentés en Annexe confidentielle (cf. Figure 135 et Tableau 18).

Bien que les valeurs moyennes des contrainte et déformation à rupture du CMC à renfort tridimensionnel soient inférieures à celles du CMC à renfort bidimensionnel, les modules de Young des deux matériaux ont des valeurs similaires. Les résultats sont néanmoins plus dispersés dans le cas du CMC à renfort tridimensionnel.

Le fait d'obtenir des contraintes et déformations maximales à rupture plus faibles dans le cas du CMC à renfort tridimensionnel que dans celui du CMC à renfort bidimensionnel peut en partie s'expliquer par le tissage. Les fils de chaîne, sollicités ici, sont en effet plus ondulés lorsqu'il s'agit d'un renfort tridimensionnel et, surtout, ils traversent plusieurs « plis » de fils de trame. Sous l'effet d'une sollicitation mécanique, les fils de chaîne ont tendance à se redresser (tel que cela a été expliqué dans le chapitre précédent). Or, dans le cas d'un tissage tridimensionnel, ce phénomène est fortement limité par les fils de trame (il est même quasiment impossible). Les fils de chaîne d'un tissage tridimensionnel ne peuvent donc pas supporter une charge aussi importante que dans le cas d'un tissage bidimensionnel, où les fibres sont peu ondulées et peuvent se redresser.

Contrairement à ce qui a été observé sur le CMC à renfort bidimensionnel, les courbes de comportement du CMC à renfort tridimensionnel ne présentent pas de tendance générale. Les deux éprouvettes dont la rupture est survenue dans la zone utile (107-2 et 109-2) présentent une partie quasi-linéaire avant la rupture, comme on peut le constater sur la Figure 105 présentant l'évolution des modules tangents. Comme dans le cas du CMC à renfort bidimensionnel, la faible perte de module tangent avant la rupture, visible en Figure 105.b, témoigne d'une légère augmentation de l'endommagement avant la rupture, alors qu'on pourrait s'attendre à ce que l'endommagement augmente brusquement, comme c'est le cas en sortie de domaine élastique. Ce phénomène est également présent sur les éprouvettes 110-2 et 120-3 qui se sont rompues prématurément dans les mors. Il est néanmoins possible, dans ces deux derniers cas, que la rupture dans les mors soit due à un endommagement initié lors de la mise en place des éprouvettes, et l'évolution des modules de ces éprouvettes n'est donc pas représentative du comportement du matériau. Il en va de même pour les autres éprouvettes s'étant rompues dans ou au ras des mors.

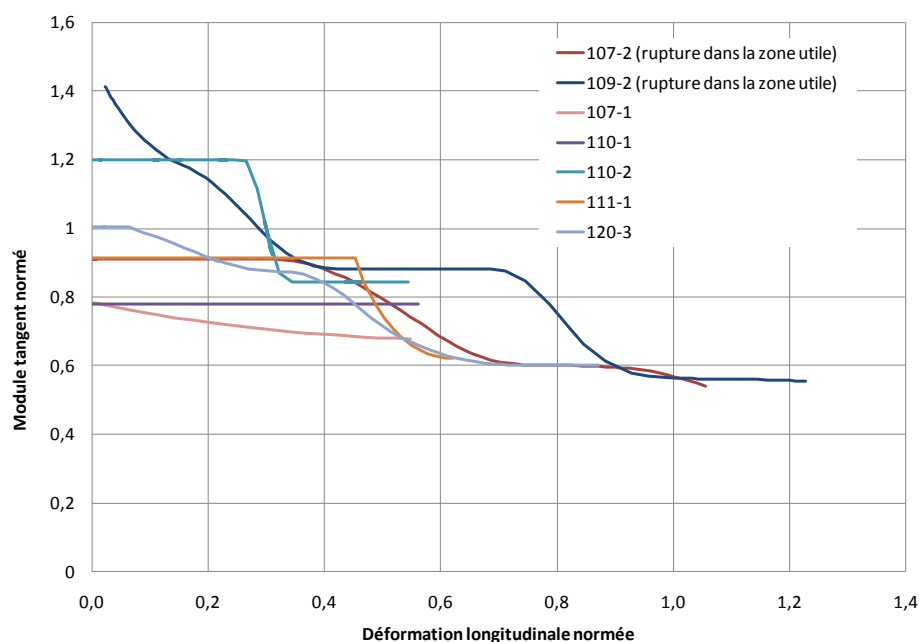


Figure 105 Évolution des modules tangents pour des essais de traction réalisés sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel dans la direction 0°.

Le suivi d'endommagement par EA a par ailleurs permis de corrélérer les seuils d'endommagement déterminés graphiquement sur les courbes contrainte-déformation de deux éprouvettes avec l'augmentation cumulée d'énergie acoustique enregistrée pendant les essais. Ces résultats sont présentés en Figure 106.

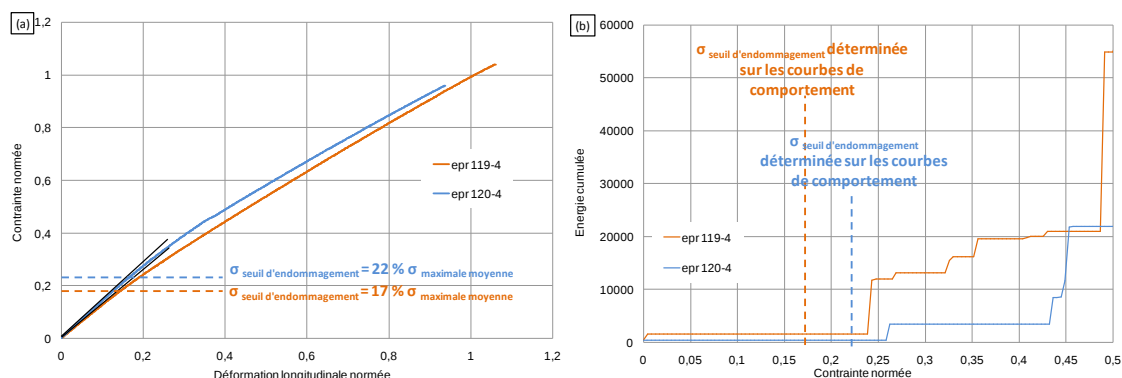


Figure 106 Surestimation du seuil d'endommagement déterminé par EA par rapport à la méthode graphique. a. Détermination graphique du seuil d'endommagement de deux éprouvettes de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction dans la direction 0°. b. Évolution de l'énergie cumulée en fonction de la contrainte. Essais Herakles.

On constate sur ce graphique que les valeurs de seuil d'endommagement obtenues avec chacune des deux méthodes ne sont pas identiques : pour les deux essais réalisés, l'énergie cumulée augmente pour une contrainte supérieure (d'environ 7 % de la contrainte maximale à rupture calculée pour ces deux éprouvettes) au seuil d'endommagement déterminé graphiquement sur la courbe contrainte-déformation. Cela amène à penser que des mécanismes d'endommagement ne produisant que peu d'énergie acoustique ont lieu en début d'essai. On peut supposer qu'il s'agit de l'ouverture de fissures préexistantes sur le matériau après élaboration. Les observations sur chant n'ont permis de détecter de l'endommagement que peu de temps avant la rupture et il est ainsi difficile de confirmer cette hypothèse. Quant aux images de CIN, il est souvent difficile de détecter des fissures en surface des éprouvettes à cause du mouchetis (de plus, seul l'endommagement surfacique pourrait être détecté). Des essais de traction *in situ* dans un MEB associés à du suivi d'endommagement par EA pourraient permettre de vérifier la validité de cette hypothèse.

Afin de comprendre les mécanismes d'endommagement du CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel, des essais de traction interrompue à différents niveaux de contrainte ont été réalisés ; les zones utiles des éprouvettes sollicitées à 44 %, 66 % et 88 % de la contrainte maximale à rupture ont ensuite été observées au MEB. Les courbes de comportement des trois éprouvettes, provenant de deux plaques différentes, ont été comparées aux courbes obtenues à partir d'essais de traction monotone. Comme on peut le constater sur le graphique présenté en Figure 107, les courbes de comportement des trois éprouvettes sollicitées en traction interrompue se fondent dans le faisceau des courbes obtenues à partir d'essais de traction monotone à rupture et peuvent donc bien être exploitées.

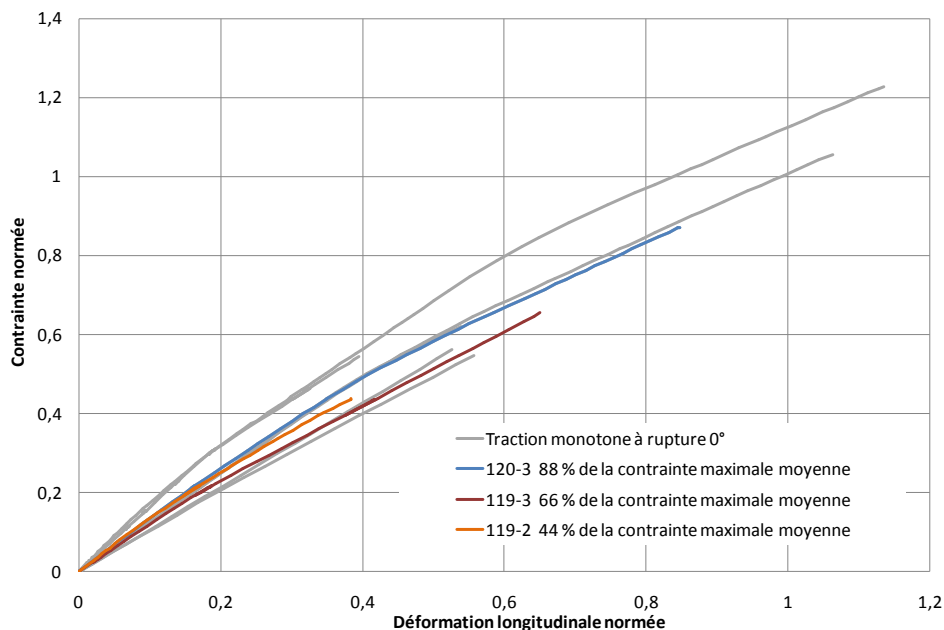


Figure 107 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes à renfort tridimensionnel sollicitées en traction monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction 0°.

Les zones d'endommagement des trois éprouvettes soumises à des niveaux de contrainte différents sont très facilement repérables (au MEB) dans les zones utiles des éprouvettes. Il est flagrant que plus la contrainte est élevée, plus le nombre de fissures matricielles perpendiculaires à la direction de sollicitation est élevé. Ainsi, outre la propagation et l'ouverture de fissures préexistantes dans le matériau après élaboration, de nouvelles fissures, perpendiculaires à la direction de sollicitation, sont créées tout au long de l'essai.

Pour des contraintes inférieures à 44 % de la contrainte à rupture moyenne, les fissures matricielles, situées dans les zones inter-torons riches en matrice et dans les zones matricielles inter-fibres d'un même toron, sont stoppées au contact des fibres. Il n'y a effectivement pas de déviation de fissure au niveau de l'interface fibre/matrice (cf. Figure 108.a). Ce phénomène ne semble avoir lieu que pour des contraintes de sollicitation supérieures. Il peut notamment être observé à 66 % de la contrainte maximale à rupture ; la longueur de décohésion semble néanmoins être très limitée, comme on peut le constater sur la Figure 108.b (longueur de décohésion inférieure à 30 μm). On remarque par ailleurs, sur cette même micrographie, que certaines fissures semblent avoir été amorcées au niveau des « macropores » qui correspondent à des manques de matrice dans certains torons. À ce niveau de contrainte, des fissures matricielles, initialement perpendiculaires au niveau des plis, se propagent au sein des torons transversaux, dans des directions perpendiculaire ou parallèle à la direction de sollicitation (cf. Figure 108.c). Les fissures qui, en se propageant, entrent en contact avec des fibres longitudinales (*i.e.* fils de chaîne « parallèles » à la direction de sollicitation) semblent toujours être stoppées ; très peu sont déviées au niveau de l'interface fibre/matrice. Enfin, à 88 % de la contrainte à rupture moyenne, les fissures matricielles perpendiculaires à la direction de

sollicitation sont plus ouvertes et certaines sont déviées au contact des fibres. Cependant, comme à des contraintes inférieures, les longueurs de décohesion entre les fibres et la matrice sont minimales (environ 100 μm) (cf. Figure 108.d) et les fibres restent solidaires de la matrice.

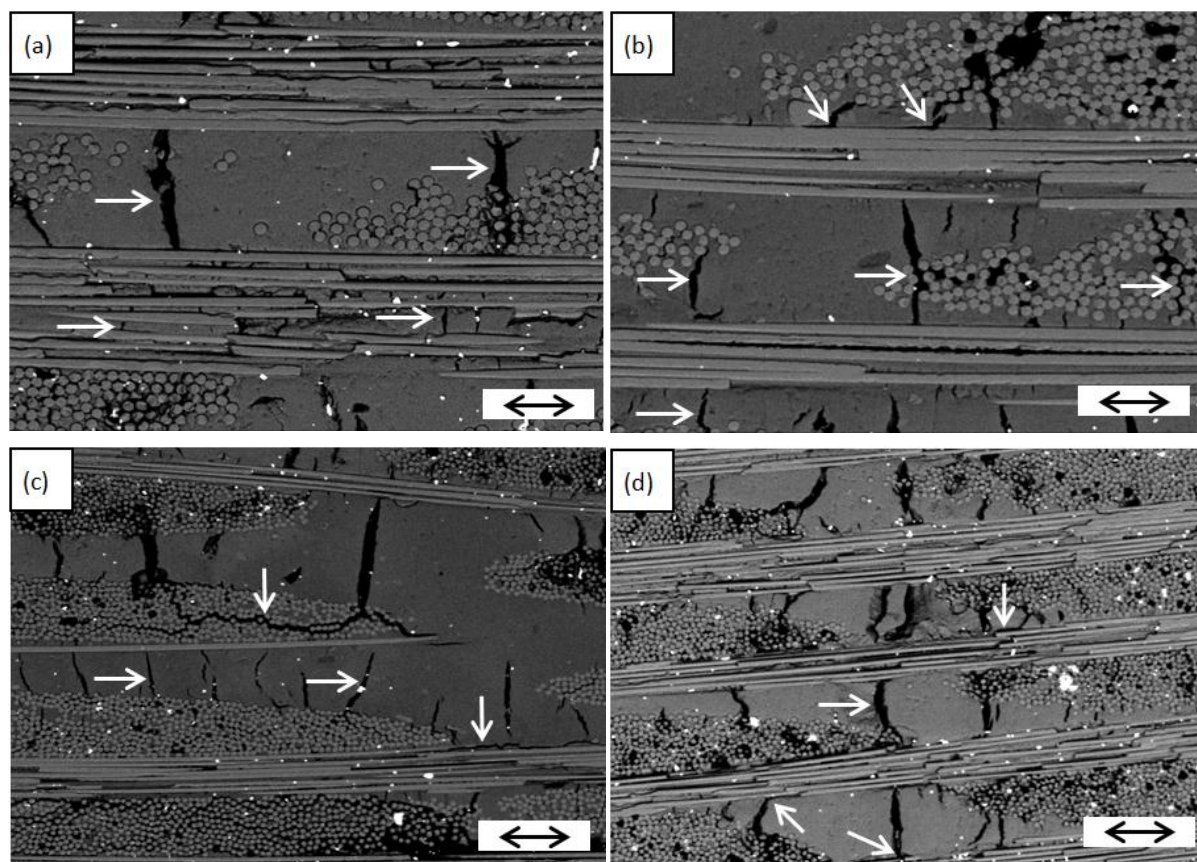


Figure 108 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicités en traction, à différentes contraintes, dans la direction 0°. Les taches blanches correspondent à des poussières sur la surface observée. a. À 44 % de la contrainte à rupture moyenne : fissures matricielles inter- et intra-torons, perpendiculaires au plan des fils de trame. Au contact des fibres, les fissures ne sont pas déviées à l'interface fibre/matrice. b. À 66 % de la contrainte à rupture moyenne : création de nouvelles fissures matricielles, dont certaines commencent à être déviées au niveau des interfaces fibre/matrice. Amorçage de fissures au niveau de macropores correspondant à des manques de matrice dans des torons. c. À 66 % de la contrainte à rupture moyenne : propagation de fissures au sein des torons transversaux et déviation de certaines fissures au contact des fibres. d. À 88 % de la contrainte à rupture moyenne : importante fissuration matricielle et propagation de fissures au sein des torons, peu de déviation de fissures au contact des fibres.

Des observations au MEB réalisées *post mortem* ont permis de constater que, même lorsque les CMC atteignent la rupture, le phénomène de déviation de fissures au niveau de l'interface fibre/matrice est quasi-absent (cf. Figure 109.b) et, lorsqu'il a lieu, les longueurs de décohesion sont très faibles (cf. Figure 109.c). Ainsi, les fibres restent solidaires de la matrice et la rupture de cette dernière entraîne la rupture du CMC, ce qui explique le faciès de rupture net du CMC à renfort tridimensionnel (cf. Figure 109.a) sollicité dans la direction chaîne. Ce type de rupture est totalement différent de celui observé sur le CMC à renfort bidimensionnel, qui présentait une très forte extraction de fibres, typique des CMC à matrice faible.

Par ailleurs, dans le CMC à renfort tridimensionnel, un phénomène de pontage inter-fibres a été observé (cf. Figure 109.d), absent dans le matériau à renfort bidimensionnel. Ce phénomène peut limiter la résistance du matériau : les fibres, solidaires les unes des autres, ne peuvent être séparées par la propagation d'une fissure. Ainsi, la rupture d'une fibre entraîne celle des fibres adjacentes avec lesquelles il existe un pontage. On assiste ainsi à un phénomène en chaîne : une fissure matricielle ne sera, au contact d'une fibre, pas déviée au niveau de l'interface fibre/matrice, ce qui entraîne la rupture d'une fibre, cette rupture entraînant elle-même la rupture des fibres adjacentes et ainsi la

rupture du toron tout entier. Le phénomène de pontage, bien que présent, reste cependant assez épars dans le CMC à renfort tridimensionnel et, bien qu'il puisse contribuer à la rupture du matériau, il n'en est pas la cause principale.

Enfin, même lorsque le CMC a atteint la rupture, peu de fissures matricielles perpendiculaires à la direction de sollicitation traversent les torons transversaux. Ce phénomène est visible principalement dans les torons présentant des manques de matrice (*i.e.* des macropores), et on peut penser qu'il s'agit de fissures amorcées au niveau de ces macropores, qui se propagent de part et d'autre, pour ensuite traverser la matrice.

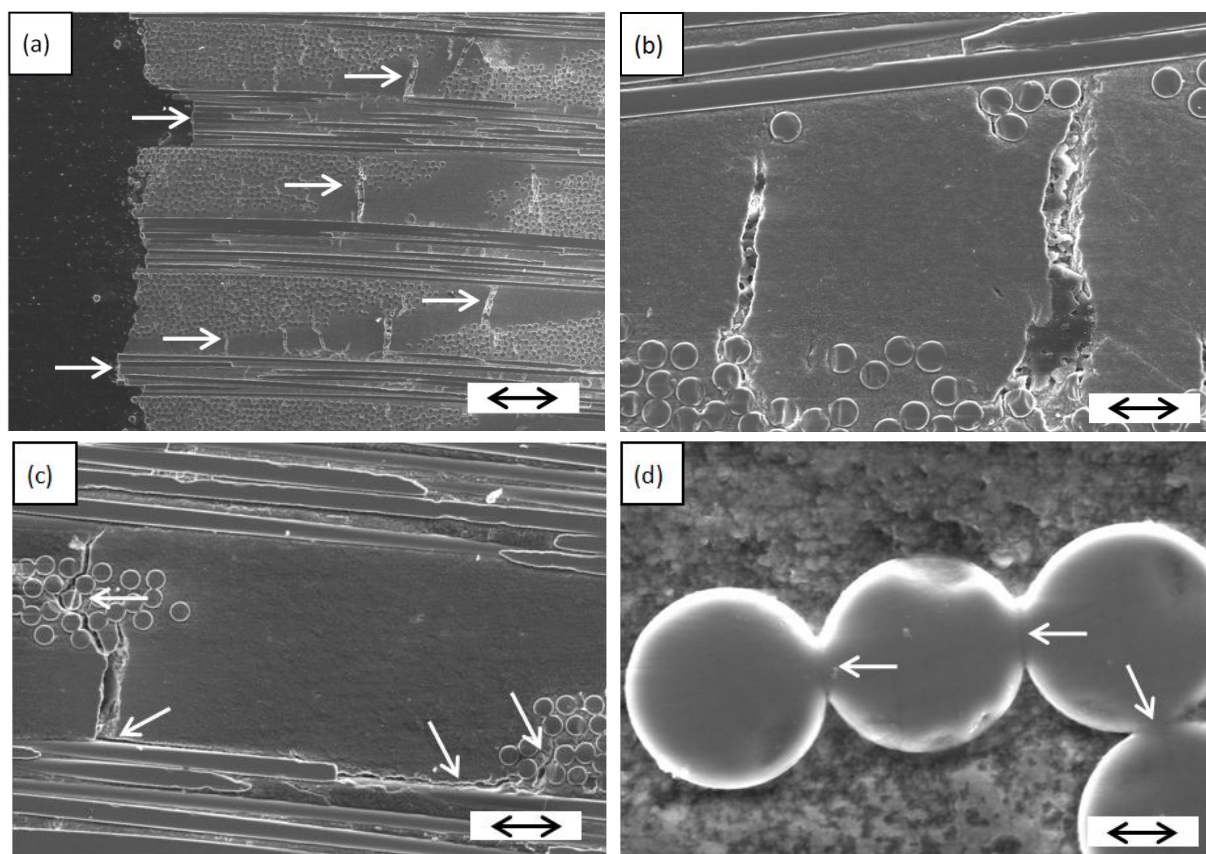


Figure 109 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicités en traction à rupture dans la direction 0°. a. Rupture nette, pas de *pull out*. Fissures matricielles dont la majorité ne traverse pas les torons transversaux et n'est pas déviée au niveau des interfaces fibre/matrice. b. Fissures matricielles inter-torons qui ne sont pas déviées au contact des fibres et ne se propagent pas au sein des torons. c. Propagation d'une fissure matricielle au sein d'un toron transversal : la fissure semble traverser le toron. Déviation de fissure au niveau de l'interface fibre/matrice. d. Pontage inter-fibres.

Le faciès de rupture du CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel est présenté en Figure 110. La géométrie des éprouvettes n'a pas d'influence sur le faciès de rupture des matériaux. Les courbes de comportement des éprouvettes de différentes géométries étant similaires, ce résultat semble logique. La rupture nette du CMC est visible en Figure 110.a. Des observations au MEB des faciès de rupture ont permis de mettre en évidence un phénomène de rupture par « paquets » au sein des torons longitudinaux (chaîne), comme on peut le constater en Figure 110.b. Il est en effet possible de distinguer, au sein d'un même toron, différents paquets de fibres s'étant rompues au même niveau (*cf.* Figure 110.c). Quelques micromètres séparent les niveaux de rupture de ces différents paquets. Ce phénomène de rupture par paquets peut en partie s'expliquer par les pontages inter-fibres, mais il ne peut s'agir de la seule raison. Des fibres non pontées peuvent en effet appartenir au même paquet, et il peut même y avoir eu des décohésions fibre/matrice dans certains paquets, tel qu'on peut le constater sur la Figure 110.d.

Finalement, la rupture nette observée sur le CMC Nextel™610/alumine semble, principalement, être due à la forte cohésion entre les fibres et la matrice. Cela empêche en effet la déviation des

fissures matricielles au niveau de l'interface fibre/matrice, la rupture de la matrice entraînant ainsi celle des fibres. Le pontage inter-fibres ne fait qu'amplifier ce phénomène. Enfin, le phénomène de déviation de fissures aux interfaces entre les fibres et la matrice étant quasi-inexistant, aucun délaminage n'a été observé sur les matériaux à renfort tridimensionnel.

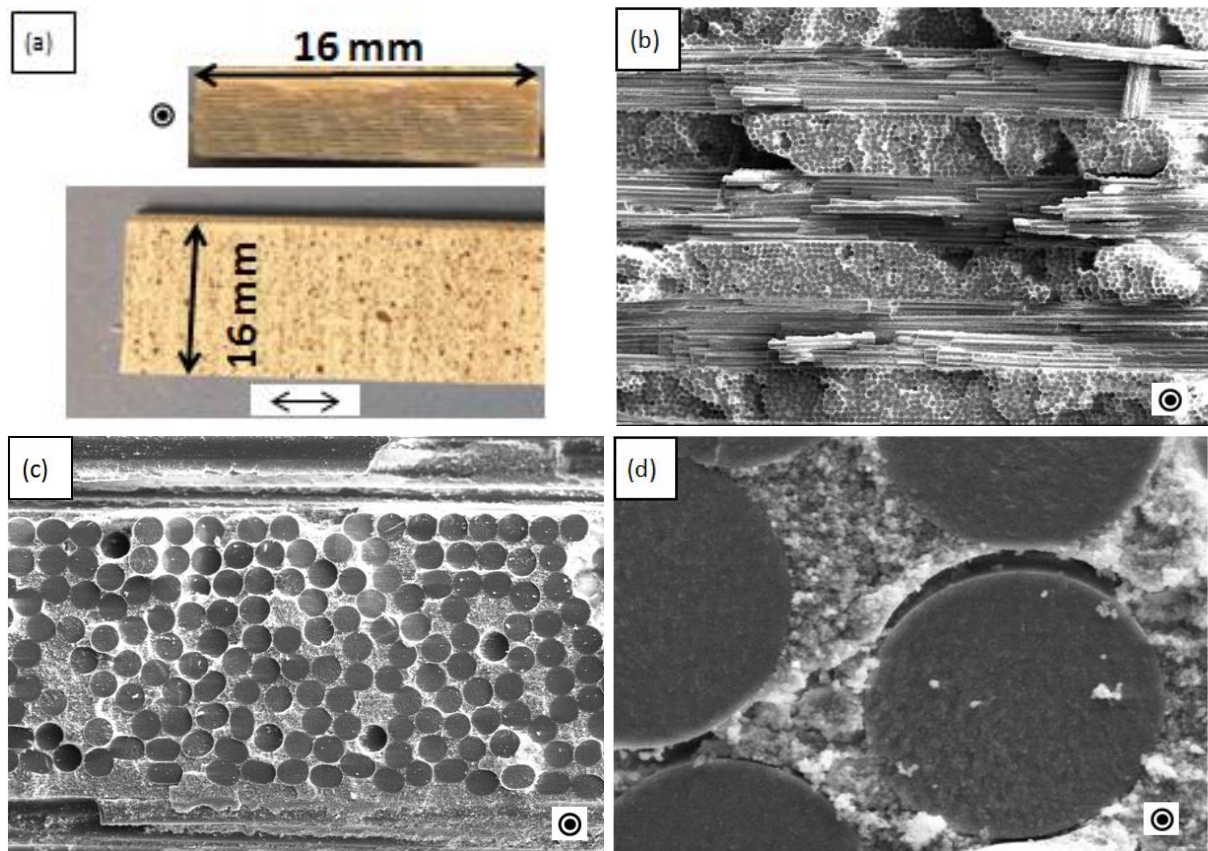


Figure 110 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction dans la direction 0°. a. Photographie de la surface de rupture : rupture nette sans *pull out*. Observations au MEB : b. Rupture par « paquets » : au sein des torons longitudinaux rompus, on peut distinguer différents « paquets » de fibres s'étant rompues au même niveau. c. Rupture d'un « paquet » de fibres : les fibres se sont quasiment toutes cassées au même niveau. On remarque par ailleurs que certaines fibres ont une section oblongue. d. Décohésion fibre/matrice autour de fibres longitudinales.

Afin d'évaluer les déformations résiduelles, des essais de traction incrémentale ont été réalisés sur trois éprouvettes provenant de trois plaques différentes. Les résultats sont présentés en Figure 111. Bien que les déformations résiduelles soient faibles, elles ne sont pas négligeables et il est nécessaire d'en tenir compte dans le modèle d'endommagement simplifié.

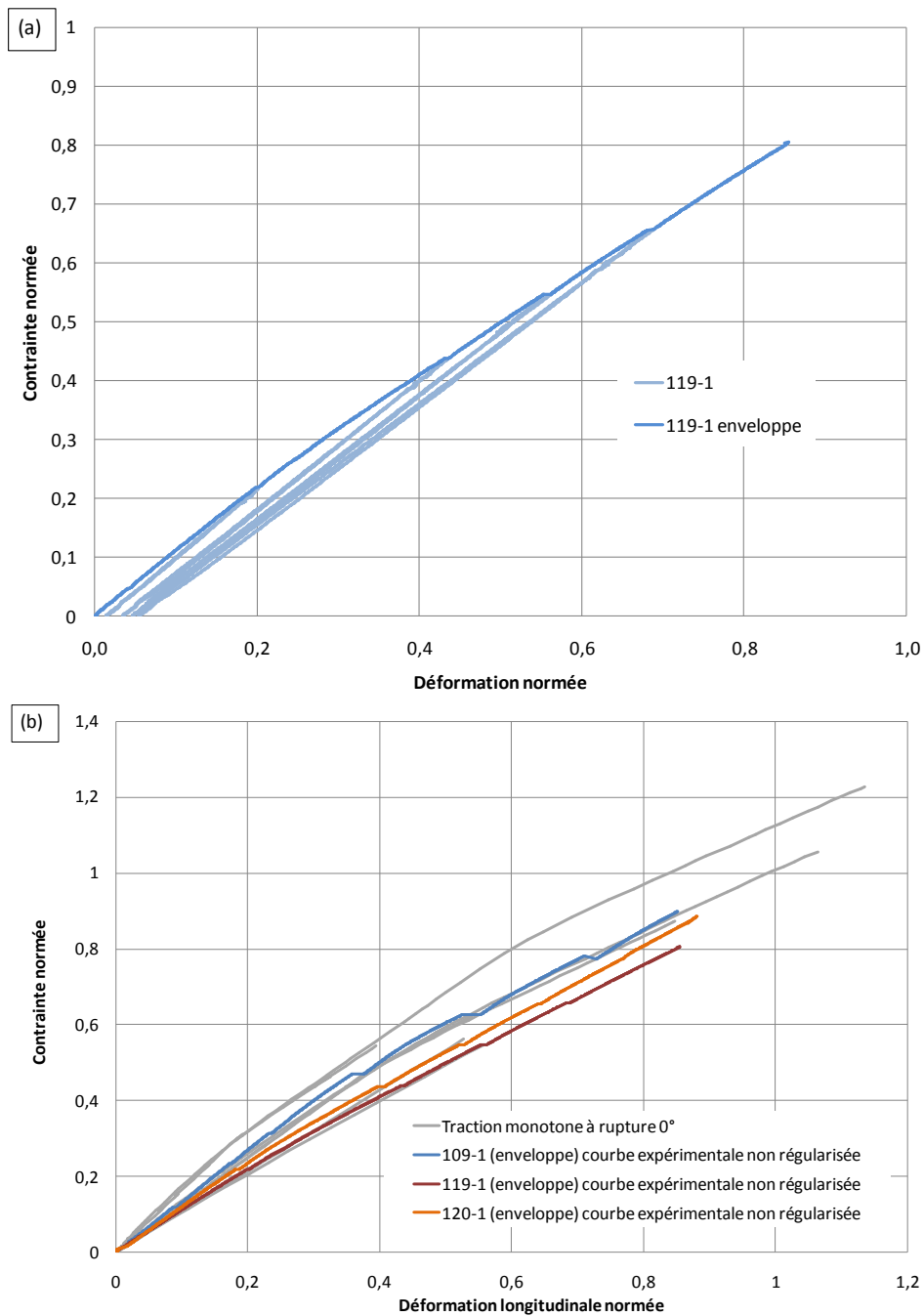


Figure 111 a. Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction incrémentale dans la direction 0°. b. Comparaison entre les enveloppes des courbes de traction incrémentale et les essais de traction monotone à rupture. Déformations mesurées avec un extensomètre à couteaux dans le cas de la traction incrémentale.

La méthode du CIP appliquée au CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel a permis d'obtenir une approximation des contrainte et déformation résiduelles thermiques de ce matériau et s'élevant, respectivement, à environ 82 MPa et 0,03 %. La contrainte résiduelle thermique est supérieure à celle du CMC à renfort bidimensionnel (63 MPa), les déformations résiduelles sont identiques. La valeur élevée de la contrainte résiduelle thermique du CMC à renfort tridimensionnel par rapport à celle du CMC à renfort bidimensionnel peut, en partie, expliquer que sa contrainte à rupture moyenne soit inférieure à celle du CMC à renfort bidimensionnel. Cela peut aussi expliquer le nombre plus important de fissures matricielles présentes dans le CMC à renfort tridimensionnel après élaboration.

On remarque par ailleurs que les aires des boucles d'hystérésis sont moins importantes que celles observées sur le CMC à renfort bidimensionnel. Cela peut s'expliquer par l'absence de décohésion fibre/matrice dans le CMC à renfort tridimensionnel, ce qui limite fortement le glissement des fibres dans la matrice.

4.2. Comportement en traction dans la direction hors-axes $\pm 45^\circ$

Les résultats des essais de traction monotone à rupture et traction incrémentale réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ sont présentés et analysés dans cette partie. Des sollicitations mécaniques dans cette direction hors-axes permettent d'étudier le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement du CMC dans une direction où la matrice, microporeuse et peu résistante, s'endommage rapidement, tandis que les fibres, sollicitées dans une direction qui n'est pas la leur, ne peuvent assurer la résistance mécanique du CMC.

Pour ces essais, nous ne disposons que de trois éprouvettes de type haltère découpées côte à côte dans une même plaque. Deux d'entre elles ont été sollicitées en traction monotone à rupture tandis que la dernière a été soumise à un chargement cyclique (traction incrémentale). Cette dernière n'a pas atteint la rupture (endommagement dans un mors, essai interrompu), mais l'enveloppe obtenue est comparable aux courbes de comportement des deux éprouvettes sollicitées en traction monotone à rupture, comme on peut le constater en Figure 112. Les propriétés moyennes à rupture ainsi que les modules de Young et de cisaillement obtenus à partir de ces trois essais sont résumées et comparées aux propriétés moyennes du CMC à renfort bidimensionnel dans le Tableau 19 de l'annexe confidentielle.

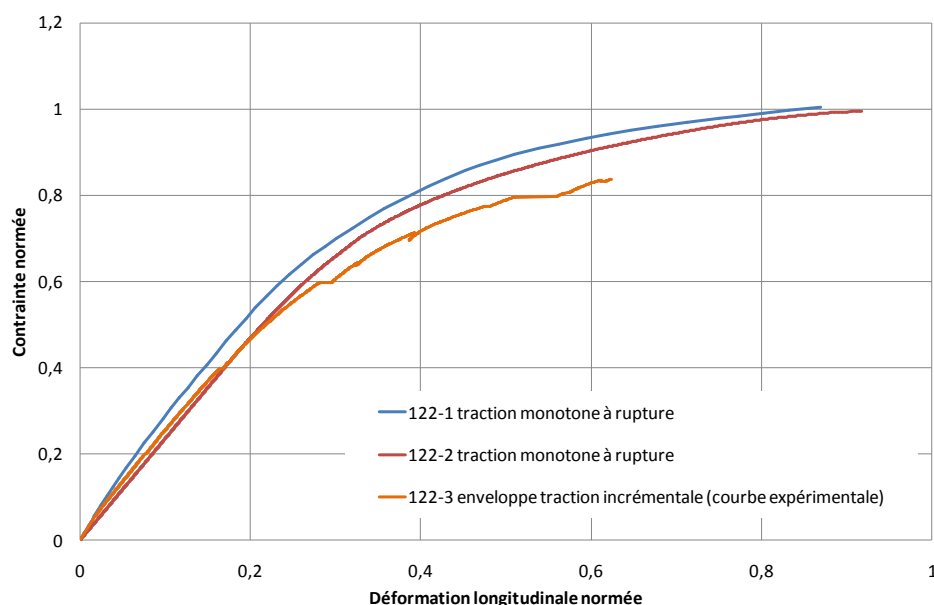


Figure 112 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité dans la direction $\pm 45^\circ$. Déformations mesurées avec un extensomètre à couteaux dans le cas de la traction incrémentale.

Les propriétés mécaniques des CMC à renforts tissés bi- et tridimensionnels sollicités dans la direction $\pm 45^\circ$ sont équivalentes. Les courbes de comportement des deux matériaux (*cf.* Figure 135 de l'annexe confidentielle), ainsi que l'évolution des modules tangents (*cf.* Figure 136 de l'annexe confidentielle) sont très similaires.

Dans cette direction, c'est principalement la matrice, et non les fibres, qui est sollicitée. Or, des essais de flexion réalisés sur des éprouvettes de matrice pure ayant des taux de porosité différents ont montré que la résistance à la traction de l'alumine microporeuse décroissait considérablement lorsque le taux de porosité augmentait. Ces essais ont permis de calculer des contraintes à rupture valant approximativement 20 MPa dans le cas de l'alumine dont le taux de porosité est de 32 % (cas

de la matrice du CMC à renfort bidimensionnel) et 40 MPa dans le cas de l'alumine dont le taux de porosité est de 26 % (cas de la matrice du CMC à renfort tridimensionnel). On pourrait ainsi s'attendre à ce que le seuil d'endommagement et les propriétés à rupture du CMC à renfort tridimensionnel soient supérieurs à ceux du CMC à renfort bidimensionnel. La similarité entre les propriétés mécaniques des deux CMC peut s'expliquer par la différence entre les mécanismes d'endommagement des deux CMC sollicités dans la direction chaîne : dans le CMC à renfort bidimensionnel, la matrice s'endommage à des contraintes inférieures à celle du CMC à renfort tridimensionnel, mais les fibres, désolidarisées de la matrice grâce au phénomène de déviation de fissures à l'interface fibre/matrice, peuvent se déformer et supporter le chargement mécanique. A contrario, dans le CMC à renfort tridimensionnel, les longueurs de décohésion fibre/matrice sont faibles, les fibres restent majoritairement solidaires de la matrice et ne peuvent se déformer pour supporter le chargement mécanique.

En conclusion, l'apport des fibres dans la résistance du CMC sollicité dans la direction $\pm 45^\circ$ semble être plus important dans le CMC à renfort bidimensionnel que dans le CMC à renfort tridimensionnel.

Des observations *post mortem* au MEB ont montré que, sous une sollicitation dans la direction $\pm 45^\circ$, le phénomène de déviation de fissures au niveau de l'interface fibre/matrice est plus important que dans le cas d'une sollicitation dans la direction 0° . On peut en effet constater, sur la Figure 113.a, que les nombreuses fissures matricielles (perpendiculaires à la direction de sollicitation) sont déviées au contact des fibres et se propagent autour de certains torons. Ce phénomène est identique à celui observé sur le CMC à renfort bidimensionnel. Il est surprenant qu'il soit plus présent dans la direction $\pm 45^\circ$ que dans la direction 0° . La déviation de fissures au niveau de l'interface fibre/matrice dépend en effet uniquement des propriétés de l'interface (cohésion plus ou moins importante entre les fibres et la matrice), qui devraient être les mêmes sur toutes les éprouvettes, étant donné que le même procédé d'élaboration et le même traitement thermique ont été utilisés pour la réalisation des différentes plaques. Les fissures déviées au contact des fibres et se propageant autour des torons ne semblent cependant pas se propager au sein des torons, contrairement à ce qui a été observé sur le CMC à renfort bidimensionnel. Ceci peut s'expliquer par le fait que les fissures sont, dans la majorité des cas, stoppées par les fibres et ne sont que rarement déviées à leur contact.

Enfin, des phénomènes de pontage inter-fibres (cf. Figure 113.a), pouvant limiter le phénomène de propagation de fissures au niveau de l'interface fibre/matrice, ainsi que des amorçages de fissures au niveau de macropores (cf. Figure 113.a), ont de nouveau été observés.

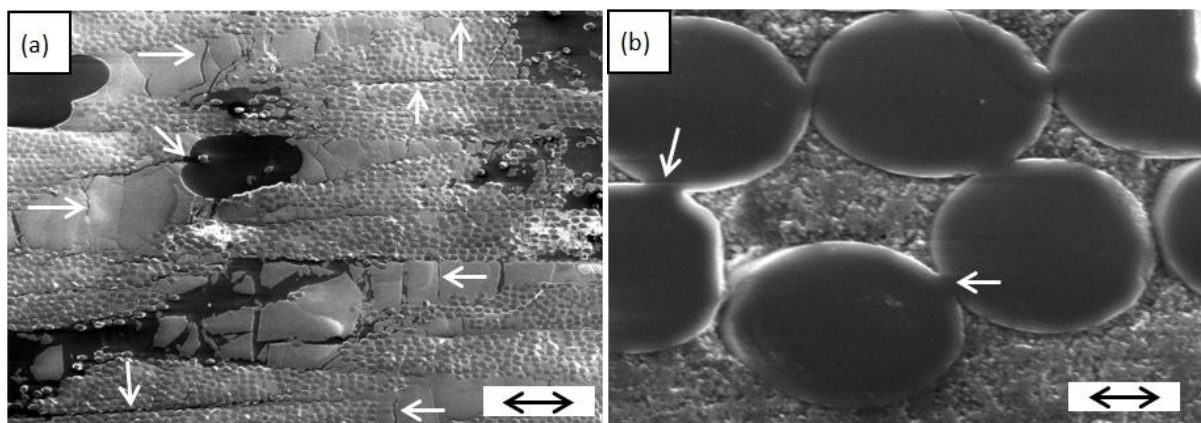


Figure 113 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicités en traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Importante fissuration matricielle inter-torons, principalement dans une direction perpendiculaire à celle des fils de trame. Propagation de fissures en périphérie de certains torons. Amorçage de fissures au niveau d'un macropore. b. Pontage inter-fibres.

La déviation de fissures matricielles au niveau de l'interface fibre/matrice explique le faciès de rupture du CMC à renfort tridimensionnel sollicité dans la direction $\pm 45^\circ$, moins net que dans le cas

d'une sollicitation dans la direction 0° . Le faciès de rupture, présentant un peu de *pull out*, est visible en Figure 114. La rupture forme un angle de 45° avec la direction de sollicitation (cf. Figure 114.a), elle est orientée par les fibres. Enfin, bien que le phénomène d'extraction de fibres soit présent sur le CMC à renfort tridimensionnel sollicité dans la direction $\pm 45^\circ$, il est nettement moins important que dans le cas du CMC à renfort bidimensionnel (cf. Figure 114.b). Cela peut s'expliquer par le fait que les longueurs de décohérence des fibres de la matrice (provoquée par la déviation de fissures au niveau de l'interface fibre/matrice) sont nettement moins importantes dans le cas du CMC à renfort tridimensionnel que dans le cas du CMC à renfort bidimensionnel. Enfin, le phénomène de rupture par « paquets » semble absent dans cette direction de sollicitation. Comme dans le cas d'une sollicitation dans la direction chaîne, aucun problème de délaminage n'a été observé.

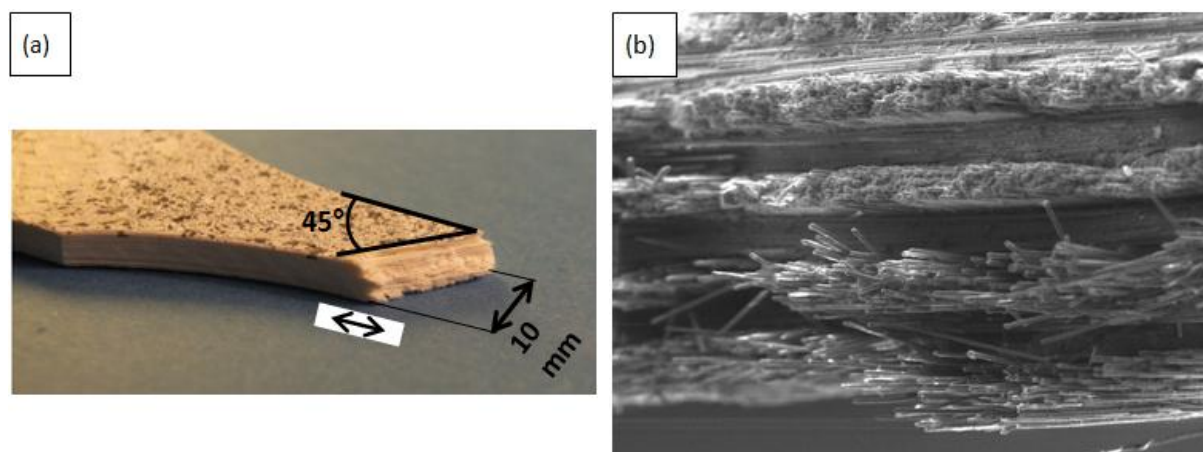


Figure 114 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Rupture formant un angle de 45° avec la direction de sollicitation. Rupture moins franche que dans le cas d'une sollicitation dans la direction 0° . b. Observation au MEB : *pull out*.

Des observations au MEB réalisées sur une coupe parallèle au plan des fils de trame ont mis en évidence l'orientation de l'endommagement par la microstructure, comme c'était le cas dans le matériau à renfort bidimensionnel. En effet, comme on peut le constater sur la micrographie présentée en Figure 115, les fissures matricielles sont parallèles ou perpendiculaires aux torons de fibres et pas à la direction de sollicitation.

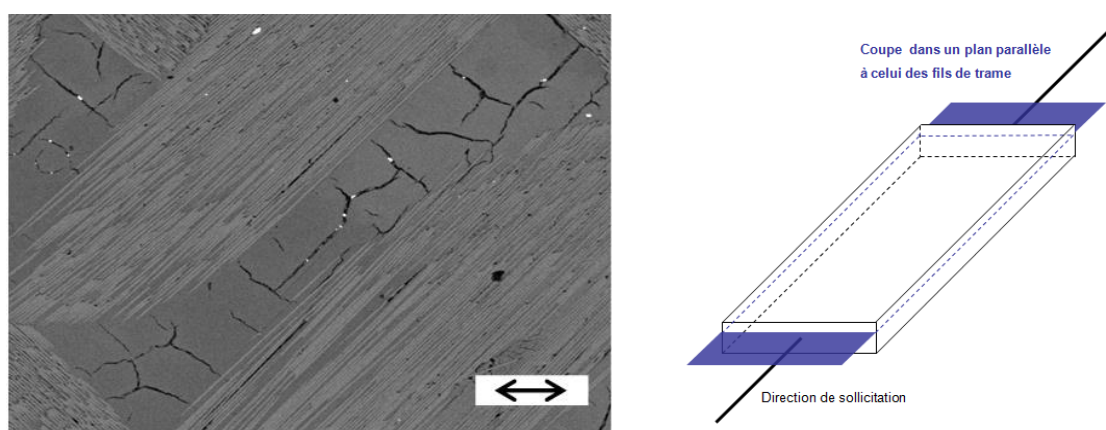


Figure 115 Observation au MEB d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$: endommagement orienté par la microstructure.

Enfin, des essais de traction incrémentale ont été réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ afin d'évaluer les déformations résiduelles. Les résultats sont présentés en Figure 116.

On constate que les déformations résiduelles sont faibles, mais néanmoins présentes, ce qui conforte le fait qu'il faille en tenir compte dans le modèle d'endommagement.

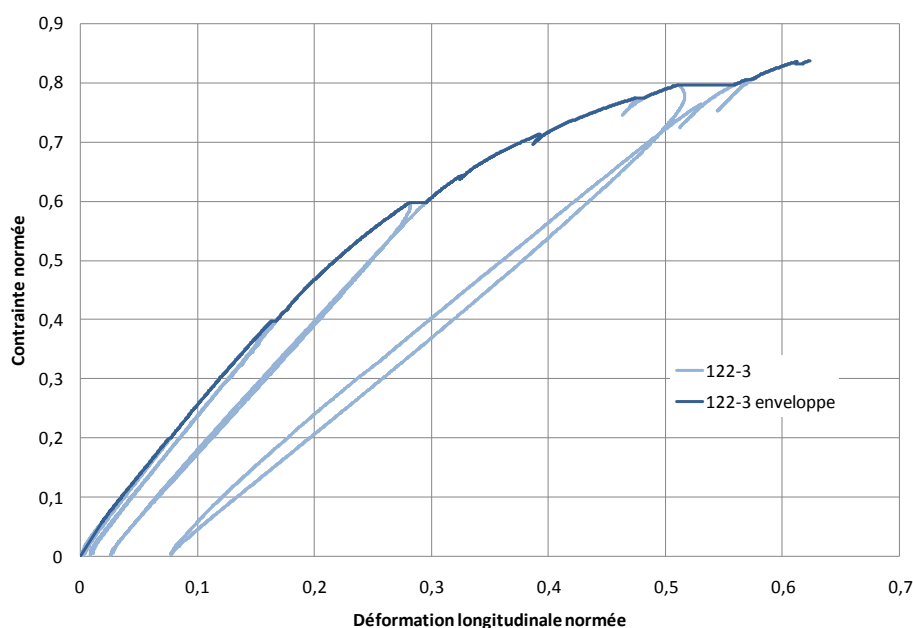


Figure 116 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction incrémentale dans la direction $\pm 45^\circ$. Déformations mesurées avec un extensomètre à couteaux.

Les aires des boucles d'hystérésis sont plus importantes dans le cas de la traction dans la direction $\pm 45^\circ$ que dans le cas d'une sollicitation dans la direction 0° . Ceci peut s'expliquer par des forces de frottements plus importantes dans la direction $\pm 45^\circ$. Les observations *post mortem* au MEB ont en effet mis en évidence un phénomène de décohésion fibre/matrice plus marqué dans cette direction que dans la direction chaîne.

4.3. Comportement en cisaillement interlaminaire

Des essais de flexion trois points ont été réalisés sur cinq éprouvettes provenant de trois plaques différentes. La norme utilisée est identique à celle utilisée pour caractériser la résistance au cisaillement interlaminaire du CMC à renfort bidimensionnel. Les résultats sont présentés dans le Tableau 20. La résistance au cisaillement interlaminaire du CMC à renfort tridimensionnel est très proche de celle du CMC à renfort bidimensionnel. On aurait pourtant pu s'attendre à ce que le CMC à renfort tridimensionnel soit, du fait de son tissage, plus résistant que celui à renfort bidimensionnel.

Dans le cas du CMC à renfort tridimensionnel, le fait que la rupture de la matrice entraîne celle des fibres (absence de déviation de fissures à l'interface fibre/matrice) est certainement responsable de cette faible résistance au cisaillement interlaminaire. On peut supposer que, s'il y avait une décohésion des fibres de la matrice, les fissures se propageraient le long des torons (voire, au sein des torons, le long des fibres), ce qui permettrait aux fissures de traverser l'épaisseur du matériau sans se propager le long d'un seul pli, comme c'est le cas dans le CMC à renfort bidimensionnel. Cela pourrait améliorer la résistance au cisaillement interlaminaire du CMC à renfort tridimensionnel.

4.4. Vérification des hypothèses sur les mécanismes d'endommagement du CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel par comparaison avec des essais *in situ* dans un MEB

Comme dans le cas du CMC à renfort bidimensionnel, des essais de traction *in situ* ont été réalisés dans un MEB. Les éprouvettes n'ont cependant pas atteint la rupture.

Entre 10 et 20 % de la contrainte maximale appliquée, des fissures amorcées dans des torons transversaux poreux se propagent dans la matrice. Ce phénomène, identique à celui observé sur le CMC à renfort bidimensionnel, se produit tout au long de l'essai. Entre 20 et 30 % de la contrainte maximale, certaines fissures situées dans des torons transversaux et préexistantes dans le matériau s'ouvrent. Ce phénomène est présent jusqu'à ce que la contrainte maximale soit atteinte mais ne semble concerner que les fissures matricielles préexistantes très peu ouvertes (difficilement discernables), alors que la majorité des fissures matricielles, dont les lèvres sont écartées de 6 à 17 μm , ne semblent pas s'ouvrir. Il est possible que (i) ce phénomène ne survienne que peu de temps avant la rupture ou que (ii) ce phénomène ait lieu au sein du matériau et n'ait pu être observé sur le chant de l'éprouvette.

Entre 55 et 60 % de la contrainte maximale à rupture, une fissure amorcée dans un macropore de toron transversal accolé à un toron longitudinal semble fissurer des fibres de ce toron longitudinal. Il n'a cependant pas été possible de déterminer si les fibres s'étaient rompues ou seulement fissurées.

Enfin, comme cela a déjà été observé sur des éprouvettes observées *post mortem*, il n'y a pas de décohésion aux interfaces fibre/matrice. On peut ainsi penser que les décohésions observées *post mortem* sur certaines éprouvettes surviennent à des contraintes très proches de la contrainte à rupture.

4.5. Proposition d'un scénario d'endommagement d'un CMC alumine/alumine à renfort tridimensionnel sollicité en traction

Les observations au MEB réalisées sur des éprouvettes s'étant rompues ainsi que sur des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte, dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$, ont permis de proposer un scénario d'endommagement pour le CMC à renfort tridimensionnel soumis à une sollicitation en traction.

Le matériau, après élaboration, présente de nombreuses fissures matricielles perpendiculaires au plan des fils de trame (cf. Figure 117.a). Ces fissures matricielles sont présentes à la fois dans les zones inter-torons riches en matrice, il s'agit alors de fissures déjà ouvertes, et dans les zones matricielles intra-torons, i.e. entre les fibres d'un même toron. Ces fissures sont principalement dues au retrait de frittage qui a lieu lors de l'élaboration du CMC. Sous l'effet d'une sollicitation mécanique en traction, ces fissures matricielles s'ouvrent et se propagent (cf. Figure 117.b). De nouvelles fissures matricielles apparaissent, dans une direction perpendiculaire à la direction de sollicitation (cf. Figure 117.b). Elles peuvent dans certains cas être amorcées au niveau des macropores, peu nombreux dans le matériau mais néanmoins présents. Au contact des fibres, les fissures matricielles sont stoppées : elles ne sont effectivement pas déviées au niveau de l'interface fibre/matrice, comme cela devrait être le cas dans un CMC à matrice faible. Au fur et à mesure que la contrainte de sollicitation augmente, le nombre de fissures matricielles croît et, lorsque la contrainte atteint un niveau suffisamment élevé, certaines fissures traversent les torons transversaux (fils de trame), tandis que d'autres sont déviées au niveau de l'interface fibre/matrice (cf. Figure 117.c). La longueur de décohésion est cependant très faible. Les fissures matricielles se propagent dans la matrice et à travers les torons transversaux, dans toute l'épaisseur du matériau. Finalement, le matériau cède lorsque la matrice est totalement fissurée dans un même plan, ce qui, du fait de la forte cohésion entre les fibres et la matrice, entraîne la rupture des torons. Au sein des torons rompus, on distingue plusieurs « paquets » de fibres s'étant rompues au même niveau. La différence entre les niveaux de rupture des différents « paquets » est faible et le faciès de rupture du matériau est net. Dans le cas d'une sollicitation dans la direction $\pm 45^\circ$, cependant, les fissures matricielles sont déviées au contact de certaines fibres et se propagent alors autour des torons, ce qui explique un faciès de rupture présentant du *pull out*. Bien que le phénomène d'extraction de fibres soit plus présent dans cette direction, les longueurs de décohésion fibre/matrice sont faibles et la longueur des fibres extraites l'est, par conséquent, aussi.

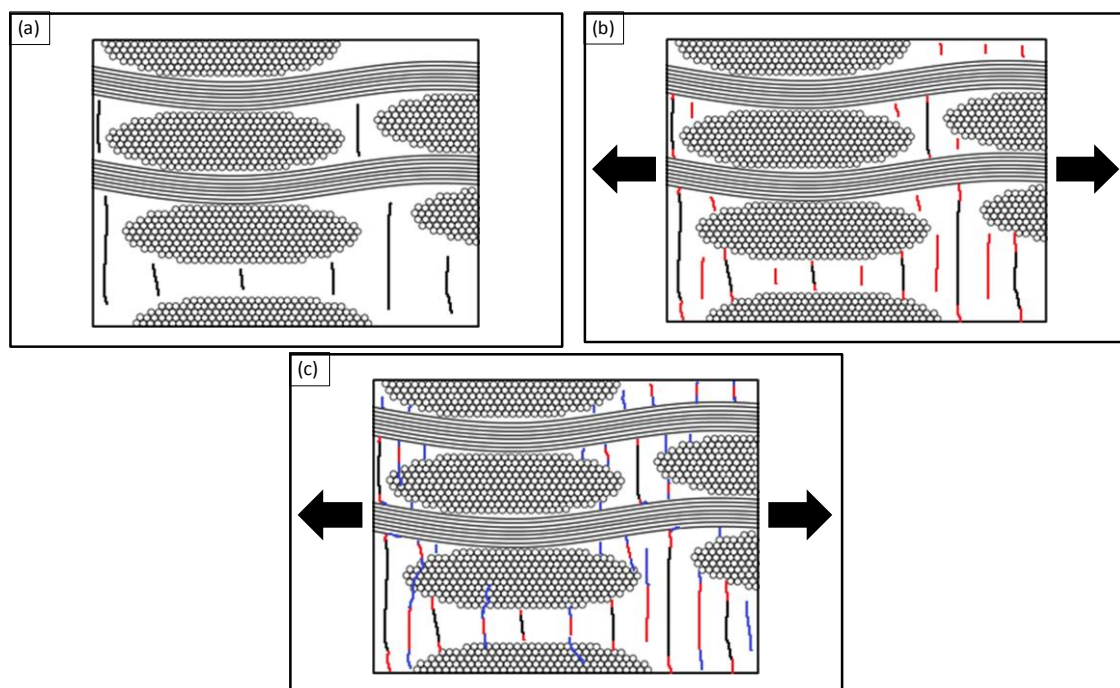


Figure 117 Schémas représentatifs des mécanismes d'endommagement successifs d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction. a. Matériau après élaboration : fissures matricielles perpendiculaires au plan des fils de trame. b. Sous l'effet d'une sollicitation en traction, propagation des fissures matricielles préexistantes dans le matériau après élaboration et apparition de nouvelles fissures matricielles. c. Propagation et ouverture des fissures matricielles, dont certaines traversent les torons transversaux. Au contact des fibres, certaines fissures sont déviées au niveau de l'interface fibre/matrice, mais, dans la majorité des cas, les fissures sont stoppées.

5. CONCLUSION

L'étude du comportement mécanique et des mécanismes d'endommagement d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel développé par Herakles a permis de déterminer les propriétés mécaniques du matériau soumis à une sollicitation en traction et de le comparer au CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel développé à l'Onera.

Les propriétés mécaniques à rupture du CMC à renfort tridimensionnel sont inférieures à celles du CMC à renfort bidimensionnel. Les modules de Young, de cisaillement plan et de cisaillement interlaminaires des deux matériaux sont équivalents. Les différences entre les propriétés mécaniques à rupture des deux matériaux peuvent s'expliquer par des microstructures différentes, responsables de mécanismes d'endommagement différents. Les deux matériaux, après élaboration, sont dans un état pré-endommagé. Les nombreux macropores du CMC à renfort bidimensionnel et la multifissuration du CMC à renfort tridimensionnel, notamment dans les zones inter-torons riches en matrice, constituent les principaux pré-endommagements de ces deux matériaux. Bien que les deux CMC soient normalement soumis au même traitement thermique, la matrice du CMC à renfort tridimensionnel est moins poreuse que celle du CMC à renfort bidimensionnel et la cohésion entre les fibres et la matrice semble être plus importante dans le cas du CMC à renfort tridimensionnel. Ainsi, au contact des fibres, les fissures matricielles ne sont pas déviées au niveau de l'interface fibre/matrice, ce qui est le principe même des CMC à matrice faible. La fissuration de la matrice entraîne donc une rupture des fibres à des contraintes bien inférieures à celles auxquelles les fibres cèderaient si elles étaient indépendantes de la matrice (cas du CMC à renfort bidimensionnel). Ainsi, afin d'améliorer les propriétés mécaniques du CMC à renfort tridimensionnel, il faudrait augmenter le taux de porosité matricielle. Bien qu'il s'agisse du même traitement thermique dans le cas des deux matériaux, il est possible que, pour des raisons techniques, le CMC à renfort tridimensionnel ait

été soumis à une température ou une durée de frittage plus élevée que le CMC à renfort bidimensionnel. En supposant que les traitements thermiques des deux matériaux soient effectivement identiques, le taux de porosité plus faible du CMC à renfort tridimensionnel par rapport à celui du CMC à renfort bidimensionnel peut s'expliquer par un taux de compaction en cru plus élevé dans le cas du procédé d'élaboration par APS, ce qui induit un taux de densification plus important pour un même traitement thermique.

Enfin, l'étude des mécanismes d'endommagement des matériaux à renforts bi- et tridimensionnels présentée dans les chapitres 3 et 4 laisse penser que les propriétés mécaniques des matériaux oxyde/oxyde étudiés peuvent être améliorées grâce une optimisation des procédés d'élaboration.

Chapitre 5 : Proposition d'un modèle d'endommagement pour CMC oxyde/oxyde

Les modèles d'endommagement adaptés aux CMC oxyde/oxyde à renfort tissé semblent, à notre connaissance, être absents de la littérature. Disposer d'un modèle d'endommagement capable de prévoir le comportement mécanique d'un matériau est cependant très utile dans la phase de développement d'un nouveau matériau. Le modèle proposé doit dans ce cas être simple et identifiable à partir d'un minimum d'essais. On dispose en effet, dans la majorité des cas, de peu de matière pour caractériser les propriétés mécaniques élémentaires du matériau. Le modèle proposé doit, ainsi, pouvoir être mis en place à partir d'une connaissance partielle du matériau étudié, amené à évoluer pour répondre aux exigences de son application.

Ainsi, dans le but de poursuivre le développement des CMC oxyde/oxyde, un modèle d'endommagement simplifié fondé sur les modèles d'endommagement de l'Onera (*ODM, Onera Damage Model*) a été proposé dans cette thèse. Ce modèle simplifié pourra également servir au développement d'autres types de matériaux, dans la mesure où ces matériaux présenteraient des mécanismes d'endommagement similaires à ceux des CMC oxyde/oxyde. Il s'agit d'un modèle 3D qui permettra de comparer des matériaux entre eux (phase de développement) et qui, implémenté dans un code de calcul par éléments finis, permettra également de faire du calcul de structure. Il sera alors possible, par exemple, de dimensionner certaines éprouvettes ou d'analyser des essais non homogènes tels que les essais de flexion, qui combinent traction, compression et cisaillement interlaminaire. Le modèle proposé n'a pas vocation à limiter les temps de calcul mais plutôt à réduire le nombre d'essais nécessaires à l'identification des paramètres du modèle et s'adresse à des scientifiques n'étant pas familiers de la modélisation mécanique.

Dans ce chapitre, les notations suivantes sont adoptées :

$\underline{\underline{X}}$: tenseur d'ordre 2
 $\underline{\underline{X}}$: tenseur d'ordre 4
 ${}^t\underline{\underline{X}}$: transposée d'un tenseur d'ordre 2

Les notations de Voigt sont par ailleurs utilisées ; ainsi, par convention, pour un tenseur symétrique $\underline{\underline{X}}$ d'ordre 2, on a :

$$\underline{\underline{X}} = \begin{bmatrix} x_{11} & x_{12} & x_{13} \\ x_{21} & x_{22} & x_{23} \\ x_{31} & x_{32} & x_{33} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \end{bmatrix} \quad \text{Équation 18}$$

où :

$$\begin{cases} 1 \leftrightarrow 11 \\ 2 \leftrightarrow 22 \\ 3 \leftrightarrow 33 \\ 4 \leftrightarrow 23 \\ 5 \leftrightarrow 13 \\ 6 \leftrightarrow 12 \end{cases} \quad \text{Équation 19}$$

Dans le repère d'orthotropie du matériau, les indices 1, 2 et 3 représentent, respectivement, les directions chaîne et trame du matériau (axes du renfort) et la direction hors-plan.

1. GÉNÉRALITÉS SUR LES MODÈLES D'ENDOMMAGEMENT DE L'ONERA

Les modèles ODM s'inscrivent dans le cadre de la mécanique des milieux continus, à l'échelle macroscopique. Les matériaux composites modélisés sont alors considérés comme des milieux homogènes et continus, sans distinction entre les plis (échelle mésoscopique) ni entre les constituants (fibres et matrice, échelle microscopique). Ces modèles ont été développés pour les composites tissés.

On se place sous l'hypothèse de l'état local : les variables d'état en un point sont considérées comme étant indépendantes des variables d'état des autres points du système.

Ces modèles sont thermodynamiquement admissibles, c'est-à-dire qu'ils sont construits de manière à respecter les principes fondamentaux de la thermodynamique. L'évolution des matériaux est décrite au travers de variables internes, et plus particulièrement des variables d'endommagement. Ces variables d'endommagement peuvent, de manière générale, être des scalaires, des tenseurs du deuxième ordre ou des tenseurs du quatrième ordre. Les versions successives des modèles ODM ont, par le passé, utilisé soit des variables scalaires, soit des variables prenant la forme d'un tenseur d'ordre deux. D'un point de vue physique, ces deux types de variables ne correspondent pas aux mêmes mécanismes d'endommagement.

Les variables scalaires ne contiennent en effet aucune information concernant la direction de l'endommagement. L'endommagement doit dans ce cas avoir une direction fixe et prédéfinie, qui peut par exemple correspondre aux orientations de la microstructure. C'est en général le cas pour les composites pour lesquels les fibres et la matrice ont des propriétés très différentes, comme par exemple les composites à matrice organique (CMO) à renfort tissé. On observe dans ce cas des fissures parallèles et perpendiculaires aux axes du renfort tissé.

Les variables tensorielles du deuxième ordre contiennent des informations relatives à la direction de l'endommagement. Il est intéressant d'utiliser de telles variables lorsque l'endommagement n'a pas de direction fixe, notamment lorsqu'il est orienté par le chargement, comme cela est le cas dans des composites SiC/SiC.

1.1. Thermodynamique des milieux continus : équations générales

1.1.1. Potentiel thermodynamique et inégalité de Clausius-Duhem

Dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus [67], les principes fondamentaux se traduisent classiquement par l'inégalité de Clausius-Duhem :

$$\underline{\sigma} : \underline{\dot{\epsilon}} - \rho(\dot{\Psi} + s\dot{T}) - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad \text{Équation 20}$$

où $\underline{\sigma}$ est le tenseur des contraintes auxquelles le solide considéré est soumis, $\underline{\dot{\epsilon}}$ la vitesse de déformation associée, ρ la masse volumique, T la température, Ψ l'énergie libre spécifique du matériau et $\vec{q}$ le flux de chaleur reçu.

Les équations permettant de décrire le comportement mécanique des matériaux à partir des principes fondamentaux de la thermodynamique sont détaillées en Annexe.

Lorsque l'inégalité de Clausius-Duhem est vérifiée, le modèle est cohérent d'un point thermodynamique. Pour vérifier cette inégalité, il est d'abord nécessaire de définir le potentiel thermodynamique Ψ .

1.1.2. Choix d'un potentiel thermodynamique

Le choix d'un potentiel thermodynamique et des variables d'état va, à partir des principes fondamentaux de la dynamique et de l'équation de Clausius-Duhem, permettre de déterminer la loi de comportement du matériau.

L'état thermodynamique du matériau est alors représenté localement par un potentiel thermodynamique dépendant de ces variables d'état. On a le choix ici entre l'énergie libre de Helmholtz, Ψ , et l'enthalpie libre de Gibbs, Ψ^* . Ces potentiels permettent de déterminer les équations d'état, en fonction du tenseur des déformations, dans le cas où l'on utilise l'énergie libre de Helmholtz, ou du tenseur des contraintes, dans le cas où l'on utilise l'enthalpie libre de Gibbs. L'avantage principal des modèles écrits en contrainte (*i.e.* découlant de l'enthalpie libre de Gibbs) est qu'ils sont plus simples à identifier que les modèles écrits en déformation (*i.e.* découlant de l'énergie libre de Helmholtz). Les essais sont, en effet, dans la majorité des cas, pilotés en contrainte. Les déformations sont, cependant, des variables observables. Elles constituent par ailleurs la grandeur d'entrée dans les codes de calcul de structure par éléments finis. On choisit donc ici l'énergie libre de Helmholtz Ψ . On fait désormais l'hypothèse que l'état thermomécanique du matériau est entièrement défini, en un point et un instant donnés, par la connaissance des variables d'état en ce point. La variation de ces variables au cours du temps n'intervient pas dans la définition de l'état du matériau à l'instant considéré. Différentes variables d'état peuvent être choisies. On choisit ici :

- le tenseur des déformations $\underline{\varepsilon}$,
- des variables d'endommagement d_i ,
- la température T .

L'évolution au cours du temps de l'énergie libre de Helmholtz $\Psi(\underline{\varepsilon}, d_i, T)$ s'écrit alors :

$$\dot{\Psi} = \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}} : \dot{\underline{\varepsilon}} + \sum_i \frac{\partial \Psi}{\partial d_i} \dot{d}_i + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} \quad \text{Équation 21}$$

Cette équation et l'inégalité de Clausius-Duhem (Équation 20) permettent alors d'écrire :

$$\left(\underline{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}} \right) : \dot{\underline{\varepsilon}} - \rho \sum_i \frac{\partial \Psi}{\partial d_i} \dot{d}_i - \rho \left(s + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \right) \dot{T} - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad \text{Équation 22}$$

L'inégalité de Clausius-Duhem doit être vraie pour tout type de transformation. Ainsi, pour une transformation élastique réversible isotherme, sans modification des variables d'endommagement, on a :

$$\underline{\sigma} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\varepsilon}} \quad \text{Équation 23}$$

Pour une transformation réversible, à température homogène, sans modification des variables internes, on a :

$$s = - \frac{\partial \Psi}{\partial T} \quad \text{Équation 24}$$

D'après l'Équation 23, le tenseur des contraintes correspond à la force thermodynamique associée au tenseur des déformations élastiques. Par analogie, on définit les forces thermodynamiques y_i associées aux variables internes d_i :

$$y_i = - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial d_i} \quad \text{Équation 25}$$

Le potentiel thermodynamique Ψ permet donc d'écrire les relations entre les variables d'état $(\underline{\varepsilon}, d_i, T)$ et leurs variables associées $(\underline{\sigma}, y_i, s)$ à un instant donné, mais ne permet pas de décrire l'évolution de ces variables au cours d'une transformation. Pour cela, il est nécessaire d'avoir recours à un potentiel de dissipation.

L'inégalité de Clausius-Duhem peut s'écrire sous la forme d'un terme de dissipation Φ :

$$\Phi = \sum_i y_i \dot{d}_i - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{grad}(T)}{T} \geq 0 \quad \text{Équation 26}$$

Ainsi, pour un modèle d'endommagement décrivant des transformations isothermes, la cohérence thermodynamique du modèle est assurée si, et seulement si :

$$\sum_i y_i \dot{d}_i \geq 0 \quad \text{Équation 27}$$

Le modèle doit donc être complété par les lois d'évolution des variables internes $\dot{d}_i$.

1.2. Modèles ODM et thermodynamique

Les modèles ODM découlent d'un potentiel de Helmholtz et sont donc écrits en déformation. Les deux types de modèles utilisés à ce jour permettent, pour l'un, de décrire le comportement mécanique de matériaux composites dont l'endommagement est dit « orienté par la microstructure » (c'est en général le cas des matériaux présentant un fort contraste de propriétés entre les fibres et la matrice) et, pour l'autre, de décrire le comportement mécanique de matériaux composites dont l'endommagement est dit « orienté par le chargement ». Les essais hors-axes sont déterminants pour le choix du type de modèle correspondant à un matériau. L'endommagement créé par une sollicitation dans la direction $\pm 45^\circ$ dans chacun des cas est représenté en Figure 118.

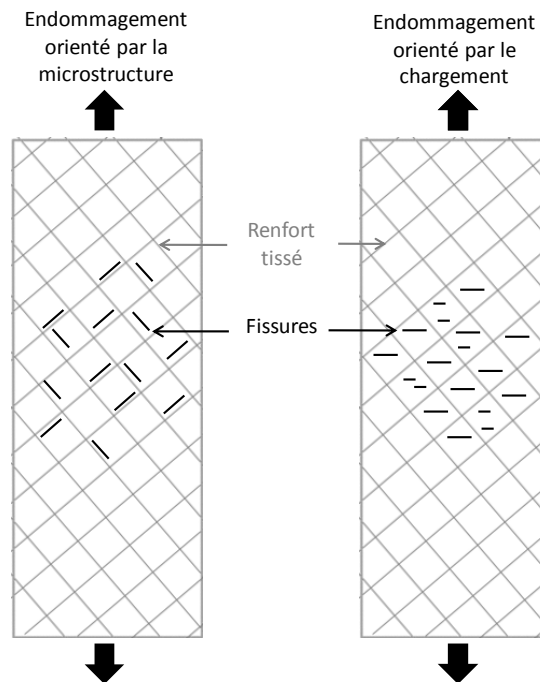


Figure 118 Schémas représentatifs des endommagements dans les cas d'endommagement orienté par la microstructure ou par le chargement, pour des essais hors-axes dans la direction $\pm 45^\circ$.

Trois variables d'endommagement sont utilisées dans le cas d'un endommagement orienté par la microstructure, cinq sont utilisées dans le cas d'un endommagement orienté par le chargement [68].

Les différentes variables d'endommagement associées à chacun des modèles sont présentées en Figure 119. Les indices 1, 2 et 3 se réfèrent, respectivement, aux directions chaîne (0°), trame (90°) et hors-plan.

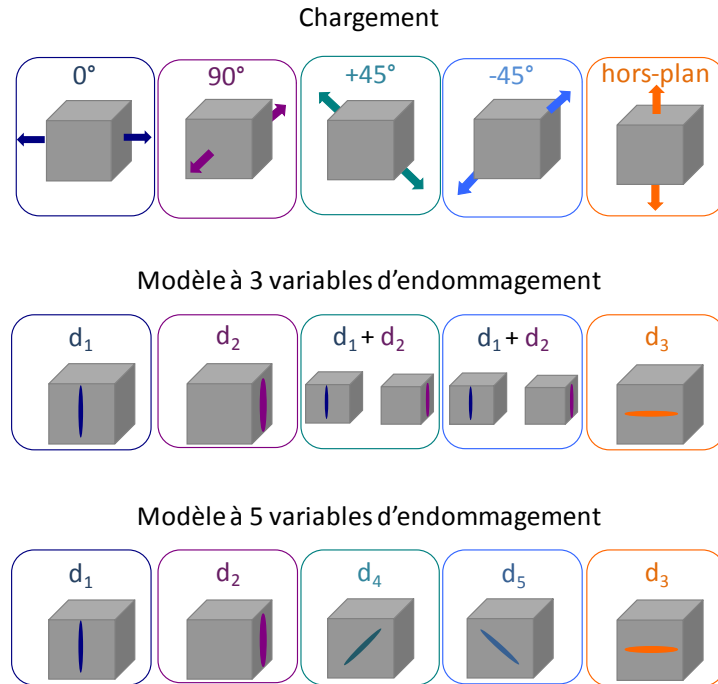


Figure 119 Schémas représentatifs des variables d'endommagement associées à différents types de chargement, pour les modèles ODM à trois et cinq variables d'endommagement.

On suppose par ailleurs, dans les modèles ODM, que l'endommagement ne peut que croître (caractère irréversible de l'endommagement). Ainsi :

$$\forall i, \quad \dot{d}_i \geq 0 \quad \text{Équation 28}$$

Hémon [69] et Rakotoarisoa [70] se sont fondées sur les modèles ODM proposés par Marcin [68] pour développer des modèles décrivant, respectivement, le comportement mécanique de CMC SiC/SiC (cinq variables d'endommagement), de type élastique endommageable, et CMO (trois variables d'endommagement), de type viscoélastique endommageable, les deux matériaux ayant des renforts tissés tridimensionnels de type interlock. Le potentiel thermodynamique utilisé dans les modèles ODM est le suivant :

$$\Psi = \frac{1}{2\rho} \left({}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^* : \underline{\underline{C}}^{eff} : {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^* \right) + \Psi^0 + \Psi^r + \Psi^s \quad \text{Équation 29}$$

où :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^* = \underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{th} - \underline{\underline{\varepsilon}}^0 \quad \text{Équation 30}$$

$$\begin{cases} \Psi^0 = \frac{1}{2\rho} \left({}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^* : \underline{\underline{C}}^0 : {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^0 + {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^0 : \underline{\underline{C}}^0 : {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^* \right) \\ \Psi^r = \frac{1}{2\rho} \left({}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^* : \underline{\underline{C}}^0 : {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^r + {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^r : \underline{\underline{C}}^0 : {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^* \right) \\ \Psi^s = \frac{1}{2\rho} \left({}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^* : \underline{\underline{C}}^0 : {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^s + {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^s : \underline{\underline{C}}^0 : {}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^* \right) \end{cases} \quad \text{Équation 31}$$

où :

- $\underline{\underline{\varepsilon}}$ est la déformation totale,
- $\underline{\underline{\varepsilon}}^*$ la déformation « mécanique » induite par une sollicitation,
- $\underline{\underline{\varepsilon}}^{th}$ la déformation due à la dilatation thermique,
- $\underline{\underline{\varepsilon}}^0$ la déformation correspondant à la fermeture complète des fissures. Cette déformation peut être due à la différence entre les coefficients de dilatation des fibres et de la matrice ou au retrait de frittage apparaissant lors du procédé d'élaboration,
- $\underline{\underline{\varepsilon}}^r$ la déformation résiduelle, liée à la création d'endommagement,
- $\underline{\underline{\varepsilon}}^s$ la déformation stockée,
- $\underline{\underline{C}}^0$ le tenseur des rigidités élastiques associé au tenseur des souplesses élastiques $\underline{\underline{S}}^0$,
- $\underline{\underline{C}}^{eff}$ le tenseur des rigidités effectives, tenant compte de l'endommagement de la matrice et des fibres.

Le tenseur $\underline{\underline{C}}^{eff}$ s'écrit :

$$\underline{\underline{C}}^{eff} = \left(\underline{\underline{S}}^{eff} \right)^{-1} \quad \text{Équation 32}$$

où $\underline{\underline{S}}^{eff}$, le tenseur des souplesses associé, est calculé comme suit :

$$\underline{\underline{S}}^{eff} = \underline{\underline{S}}^0 + \underline{\underline{\Delta S}} \quad \text{Équation 33}$$

Le tenseur $\underline{\underline{\Delta S}}$ traduit la variation de souplesse causée par l'endommagement de la matrice. Son expression sera détaillée par la suite.

Le tenseur des déformations stockées $\underline{\underline{\varepsilon}}^s$ permet d'assurer la continuité de la courbe contrainte-déformation au moment de fermeture des fissures. En effet, au moment de la désactivation de l'endommagement, on passe d'un tenseur des rigidités $\underline{\underline{C}}^{eff}$ au tenseur des rigidités élastiques $\underline{\underline{C}}^0$, ce qui induit une discontinuité de la réponse. Le tenseur des déformations stockées est donc un outil mathématique permettant d'éviter cette discontinuité indésirable.

En outre, dans le cas des CMO, un potentiel viscoélastique Ψ^{ve} est également pris en compte. Les lois de comportement utilisées dérivent de ce potentiel thermodynamique et s'expriment ainsi :

- ODM pour CMC, cinq variables d'endommagement :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}}^{eff} : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{th} - \underline{\underline{\varepsilon}}^0) - \underline{\underline{C}}^0 : (\underline{\underline{\varepsilon}}^r + \underline{\underline{\varepsilon}}^s - \underline{\underline{\varepsilon}}^0) \quad \text{Équation 34}$$

- ODM pour CMO, trois variables d'endommagement :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}}^{eff} : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{ve} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{th} - \underline{\underline{\varepsilon}}^0) - \underline{\underline{C}}^0 : (\underline{\underline{\varepsilon}}^r + \underline{\underline{\varepsilon}}^s - \underline{\underline{\varepsilon}}^0) \quad \text{Équation 35}$$

où :

- $\underline{\underline{\sigma}}$ est la contrainte,
- $\underline{\underline{\varepsilon}}^{ve}$ la déformation viscoélastique.

Les expressions de ces différents termes seront explicitées plus en détail dans les paragraphes suivants.

2. SIMPLIFICATION DES MODÈLES EXISTANTS ET PROPOSITION D'UN MODÈLE ADAPTÉ AUX CMC OXYDE/OXYDE

2.1. Expression de la loi de comportement

Les CMC oxyde/oxyde étudiés dans cette thèse présentent un comportement élastique endommageable et les modèles ODM sont donc adaptés à la description du comportement de ces matériaux. Les observations au MEB ont montré que l'endommagement de ces CMC, qu'il s'agisse d'un renfort bi- ou tridimensionnel, était orienté par la microstructure (cf. Figure 72 et Figure 115) : trois variables d'endommagement suffisent donc à décrire l'endommagement de ces CMC. Deux variables décrivent l'endommagement perpendiculaire à la direction des fibres (cf. d_1 et d_2 sur la Figure 119), la troisième décrit l'endommagement hors-plan (cf. d_3 sur la Figure 119). Ce choix, pertinent pour les deux matériaux oxyde/oxyde étudiés (à renforts bi- et tridimensionnels), peut s'avérer inadapté à d'autres matériaux oxyde/oxyde. Il sera ainsi nécessaire de réaliser des essais dans la direction $\pm 45^\circ$ à chaque fois que des changements majeurs surviennent dans la phase de développement de ces matériaux (modification du procédé d'élaboration, par exemple) et de s'assurer que l'endommagement soit bien orienté par la microstructure.

Le tenseur des déformations stockées a également été supprimé. Il est en effet difficile à identifier avec les essais élémentaires réalisés et alourdit le code. La suppression de ce tenseur engendre néanmoins un problème de discontinuité de la courbe de comportement. Afin de pallier ce problème, on suppose que les fissures s'ouvrent et se ferment instantanément. Ainsi, en émettant l'hypothèse qu'il n'y a pas de frottements entre les lèvres des fissures, on peut supposer que les effets de l'endommagement en cisaillement sont identiques en traction et en compression, ce qui permet d'assurer la continuité de la réponse du matériau.

Enfin, le but du modèle simplifié proposé dans cette thèse étant de permettre le développement des CMC oxyde/oxyde, voire d'autres matériaux ayant des modes d'endommagement similaires, il n'est pas nécessaire, à un stade précoce de développement des matériaux, de tenir compte de l'endommagement des fibres : on considère que la ruine du matériau survient à la première rupture de fibre, ce qui est le cas sur les éprouvettes simples. Un tel modèle est en effet suffisant dans la première phase de développement d'un matériau, lorsque les effets structuraux ne sont pas pris en considération. Le critère de rupture du matériau, qui correspond à la rupture du premier toron, est un critère en déformation. Finalement, le potentiel thermodynamique utilisé dans le modèle simplifié s'écrit (cf. Équation 29) :

$$\Psi = \frac{1}{2\rho} (\underline{\varepsilon}^* : \underline{\underline{C}}^{eff} : \underline{\varepsilon}^*) + \Psi^0 + \Psi^r \quad \text{Équation 36}$$

où $\underline{\underline{C}}^{eff}$ ne tient compte que de l'endommagement de la matrice (on ne tient plus compte de l'endommagement des fibres dans le modèle simplifié). Les potentiels Ψ^0 et Ψ^r demeurent quant à eux inchangés.

La loi de comportement dérivant de ce potentiel et utilisée dans le modèle simplifié s'exprime alors comme suit :

$$\underline{\sigma} = \underline{\underline{C}}^{eff} : (\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}^{th} - \underline{\varepsilon}^0) - \underline{\underline{C}}^0 : (\underline{\varepsilon}^r - \underline{\varepsilon}^0) \quad \text{Équation 37}$$

2.2. Forces motrices de l'endommagement et variables d'endommagement

2.2.1. Forces motrices de l'endommagement

Comme précisé précédemment, les modèles ODM sont thermodynamiquement admissibles, c'est-à-dire qu'ils sont construits de manière à respecter les premier et deuxième principes de la thermodynamique. L'évolution des matériaux est décrite au travers de variables internes, et plus particulièrement des variables d'endommagement d_i , indépendantes les unes des autres. On considère dans ces modèles que l'endommagement est la seule source de dissipation d'énergie (aucun flux thermique n'est pris en compte ici). Dans le modèle ODM à trois variables d'endommagement utilisé dans le cadre de cette thèse, ces variables sont des scalaires.

Les forces thermodynamiques y_i utilisées dans les modèles ODM sont définies dans un cadre non standard de la thermodynamique, *i.e.* telles que $y_i \neq -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial d_i}$. Elles ont été redéfinies de manière à ce que les modèles soient explicites (*i.e.* l'ensemble des variables calculées à un instant t ne dépend pas des variables calculées au pas de temps suivant).

Sous l'hypothèse du caractère irréversible de l'endommagement ($\dot{d}_i \geq 0$, Équation 28), on peut facilement démontrer, à partir du potentiel thermodynamique Ψ utilisé (Équation 37) que l'inégalité de Clausius-Duhem est bien respectée et que le modèle est thermodynamiquement admissible.

Les forces responsables de l'endommagement matriciel ne dérivant pas directement du potentiel thermodynamique Ψ , nous nous rapporterons à ces forces par les termes « forces motrices ». Ces forces, notées y_i , $i \in \{1,2,3\}$, sont calculées à partir des déformations positives (partie positive du tenseur des déformations) et du tenseur des rigidités initiales $\underline{C}^0$. On utilise ici les déformations positives parce que l'on considère que l'endommagement du matériau, *i.e.* l'ouverture de fissures dans les directions d'endommagement, n'a lieu que dans le cas d'une sollicitation en traction (pas en compression).

Pour chaque type d'endommagement selon les directions 1 (chaîne, 0°), 2 (trame, 90°) ou 3 (hors-plan), on distingue trois forces motrices correspondant chacune à un des trois modes de fissuration présentés en Figure 120. Ces forces sont notées y_{iI} , y_{iII} et y_{iIII} où $i \in \{1,2,3\}$ et où I , II , et III représentent les modes de fissuration associés.

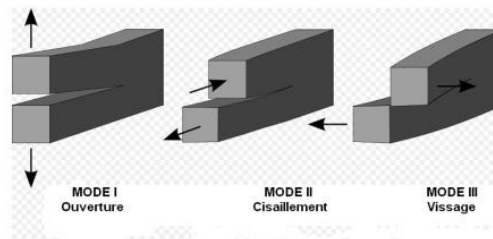


Figure 120 Modes de fissuration [71]

Ces forces motrices s'écrivent de la manière suivante :

$$\begin{cases} y_{iI} = \frac{1}{2} \varepsilon_{\perp}^{d_i^+} C_{\perp}^0 \varepsilon_{\perp}^{d_i^+} \\ y_{iII} = \frac{1}{2} \varepsilon_{\parallel}^{d_i^+} C_{\parallel}^0 \varepsilon_{\parallel}^{d_i^+} \\ y_{iIII} = \frac{1}{2} \varepsilon_{\parallel'}^{d_i^+} C_{\parallel'}^0 \varepsilon_{\parallel'}^{d_i^+} \end{cases} \quad \text{Équation 38}$$

où $\varepsilon_{\perp}^{d_i^+}$, $\varepsilon_{\parallel}^{d_i^+}$ et $\varepsilon_{\parallel'}^{d_i^+}$ sont les termes des déformations positives normales (indice $\perp$) et tangentiels (indices $\parallel$ et $\parallel'$) pour des endommagements créés par des sollicitations dans la direction i où $i \in \{1,2,3\}$. Le recours aux déformations positives permet de ne tenir compte que des déformations agissant sur l'endommagement dans la direction concernée. Le calcul des déformations positives sera détaillé par la suite.

2.2.1.1. Forces motrices planes

Les forces motrices y_i responsables de l'endommagement causé par des sollicitations dans les directions 1 et 2 s'expriment alors comme étant la somme des forces motrices correspondant à des endommagements normaux ($y_i^{\perp}$) et tangentiels ($y_i^{\parallel}$) par rapport à la direction de sollicitation :

$$y_i = y_i^{\perp} + y_i^{\parallel} + y_i^{\parallel'}, i \in \{1,2\} \quad \text{Équation 39}$$

Les forces d'endommagement matricielles pour des sollicitations dans le plan (directions 1 et 2) s'expriment alors de la manière suivante :

$$\begin{cases} y_1^{\perp} = \frac{1}{2} \varepsilon_1^+ C_{11}^0 \varepsilon_1^+ \\ y_1^{\parallel} = \frac{1}{2} a_{16} \varepsilon_6^+ C_{66}^0 \varepsilon_6^+ \\ y_1^{\parallel'} = \frac{1}{2} a_{15} \varepsilon_5^+ C_{55}^0 \varepsilon_5^+ \end{cases} \quad \text{Équation 40}$$

$$\begin{cases} y_2^{\perp} = \frac{1}{2} \varepsilon_2^+ C_{22}^0 \varepsilon_2^+ \\ y_2^{\parallel} = \frac{1}{2} a_{26} \varepsilon_6^+ C_{66}^0 \varepsilon_6^+ \\ y_2^{\parallel'} = \frac{1}{2} a_{24} \varepsilon_4^+ C_{44}^0 \varepsilon_4^+ \end{cases} \quad \text{Équation 41}$$

où les coefficients a_{16} , a_{15} , a_{26} , et a_{24} apparaissant devant les termes correspondant aux modes d'endommagement II et III, permettent de pondérer la part de chacun des modes d'endommagement tangentiels.

Finalement, les forces motrices s'écrivent, pour des sollicitations dans le plan :

$$\begin{cases} y_1 = \frac{1}{2} (\varepsilon_1^+ C_{11}^0 \varepsilon_1^+ + a_{16} \varepsilon_6^+ C_{66}^0 \varepsilon_6^+ + a_{15} \varepsilon_5^+ C_{55}^0 \varepsilon_5^+) \\ y_2 = \frac{1}{2} (\varepsilon_2^+ C_{22}^0 \varepsilon_2^+ + a_{26} \varepsilon_6^+ C_{66}^0 \varepsilon_6^+ + a_{24} \varepsilon_4^+ C_{44}^0 \varepsilon_4^+) \end{cases} \quad \text{Équation 42}$$

Les coefficients a_{16} , a_{15} , a_{26} , a_{24} , a_{34} , a_{35} sont déterminés à partir des valeurs des déformations seuils d'endommagement obtenues expérimentalement.

Pour le terme a_{16} , par exemple, qui sert à pondérer la part de la déformation de cisaillement ε_6^+ dans l'endommagement du matériau dans la direction 1, on se place au seuil d'endommagement du matériau. En notant ε_i^{se} les déformations aux seuils d'endommagement (déterminées expérimentalement) et en introduisant la force motrice au seuil d'endommagement y_1^0 , on distingue deux cas de figures :

- cas de chargement uniaxial (*i.e.* $y_1^{\parallel} = y_1^{\parallel'} = 0$) :

$$\begin{aligned} y_1^0 &= y_1^{\perp} \\ \Rightarrow y_1^0 &= \frac{1}{2}(\varepsilon_1^{se})^+ C_{11}^0 (\varepsilon_1^{se})^+ \end{aligned} \quad \text{Équation 43}$$

- cas de cisaillement pur (*i.e.* $y_1^{\perp} = y_1^{\parallel'} = 0$) :

$$\begin{aligned} y_1^0 &= y_1^{\parallel} \\ \Rightarrow y_1^0 &= \frac{1}{2}(\varepsilon_6^{se})^+ C_{66}^0 (\varepsilon_6^{se})^+ \end{aligned} \quad \text{Équation 44}$$

La résolution du système d'équation résultant des Équation 43 et Équation 44 (ainsi que les équations permettant de calculer les déformations positives présentées dans le paragraphe suivant) permet alors de calculer a_{16} :

$$a_{16} = \frac{C_{11}^0}{4 C_{66}^0} \left(16 \left(\frac{\varepsilon_1^{se}}{\varepsilon_6^{se}} \right)^2 - 1 \right) \quad \text{Équation 45}$$

2.2.1.2. Forces motrices hors-plan

Les forces motrices y_3 induisant de l'endommagement hors-plan s'expriment de la manière suivante :

$$y_3 = y_3^{\perp} + y_3^{\parallel} + y_3^{\parallel'} + y_3^{traction} + y_3^{compression} \quad \text{Équation 46}$$

où $y_3^{traction}$ et $y_3^{compression}$ sont les forces motrices de l'endommagement hors-plan induit par des sollicitations planes en traction et en compression, respectivement. En effet, comme l'ont révélé les observations au MEB présentées dans les chapitres précédents, les sollicitations planes sont responsables d'endommagement hors-plan, allant de décohésions fibre/matrice le long des torons longitudinaux et autour des torons transversaux à du délaminage. Les différentes forces responsables de l'endommagement hors-plan s'expriment ainsi :

$$\begin{cases} y_3^{\perp} = \frac{1}{2} \varepsilon_3^+ C_{33}^0 \varepsilon_3^+ \\ y_3^{\parallel} + y_3^{\parallel'} = \frac{1}{2} (a_{34} \varepsilon_4^+ C_{44}^0 \varepsilon_4^+ + a_{35} \varepsilon_5^+ C_{55}^0 \varepsilon_5^+) \end{cases} \quad \text{Équation 47}$$

$$\begin{cases} y_3^{traction} = \frac{1}{2} (c_1^t C_{11}^0 (\varepsilon_1)^2 + c_2^t C_{22}^0 (\varepsilon_2)^2 + c_6^t C_{66}^0 (\varepsilon_6)^2) \\ y_3^{compression} = \frac{1}{2} (c_1^c C_{11}^0 (\varepsilon_1)^2 + c_2^c C_{22}^0 (\varepsilon_2)^2 + c_6^c C_{66}^0 (\varepsilon_6)^2) \end{cases} \quad \text{Équation 48}$$

On remarque que, contrairement aux autres forces motrices correspondant à des endommagements normaux et tangentiels, les forces motrices de couplage plan/hors-plan en traction et en compression sont définies à partir des valeurs des déformations (pas des déformations positives) ; ce couplage plan/hors-plan peut en effet intervenir suite à des sollicitations planes (délaminage, par exemple) en compression.

Comme dans le cas des forces motrices de l'endommagement dans le plan, les coefficients a_{34} , a_{35} , c_1^t , c_2^t , c_6^t , c_1^c , c_2^c , c_6^c permettent de pondérer les différents termes à partir desquels les forces motrices sont calculées, les autres termes étant calculés de la même manière.

Finalement, la force motrice hors-plan s'écrit :

$$y_3 = \frac{1}{2} (\varepsilon_3^+ C_{11}^0 \varepsilon_3^+ + a_{34} \varepsilon_4^+ C_{44}^0 \varepsilon_4^+ + a_{35} \varepsilon_5^+ C_{55}^0 \varepsilon_5^+ + c_1^t C_{11}^0 (\varepsilon_1)^2 + c_2^t C_{22}^0 (\varepsilon_2)^2 + c_6^t C_{66}^0 (\varepsilon_6)^2 + c_1^c C_{11}^0 (\varepsilon_1)^2 + c_2^c C_{22}^0 (\varepsilon_2)^2 + c_6^c C_{66}^0 (\varepsilon_6)^2)$$
Équation 49

2.2.2. Déformations positives

L'écriture actuelle des déformations positives a été introduite dans les modèles ODM par Hémon [69] et Rakotoarisoa [70]. Pour chacune des directions d'endommagement, le tenseur des déformations ayant un effet sur cet endommagement est utilisé : il s'agit du tenseur des déformations effectives. Par exemple, les déformations ε_{22} , ε_{33} et ε_{23} ne créent pas de fissures normales à la direction 1. Le tenseur des déformations effectives relatif à la variable d'endommagement d_1 s'écrit alors :

$$\underline{\varepsilon}^{d_1} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} & 0 & 0 \\ \varepsilon_{13} & 0 & 0 \end{bmatrix}$$
Équation 50

Ainsi, en posant :

$$\lambda_{d_1} = \frac{1}{2} \left(\varepsilon_{11} + \sqrt{\varepsilon_{11}^2 + 4 (\varepsilon_{12}^2 + \varepsilon_{13}^2)} \right)$$
Équation 51

et

$$\Omega_{d_1} = (\lambda_{d_1})^2 + (\varepsilon_{12}^2 + \varepsilon_{13}^2)$$
Équation 52

on définit la déformation positive pour un endommagement dans la direction 1 :

$$\begin{cases} \varepsilon_{11}^{d_1^+} = \frac{(\lambda_{d_1})^3}{\Omega_{d_1}} \\ \varepsilon_{12}^{d_1^+} = \frac{\varepsilon_{12}(\lambda_{d_1})^2}{\Omega_{d_1}} \\ \varepsilon_{13}^{d_1^+} = \frac{\varepsilon_{13}(\lambda_{d_1})^2}{\Omega_{d_1}} \end{cases}$$
Équation 53

De la même manière, on définit les déformations positives pour les endommagements d_2 et d_3 et on a, pour $i, j, k \in \{1, 2, 3\}, i \neq j \neq k$:

$$\lambda_{d_i} = \frac{1}{2} \left(\varepsilon_{ii} + \sqrt{\varepsilon_{ii}^2 + 4 (\varepsilon_{ij}^2 + \varepsilon_{ik}^2)} \right)$$
Équation 54

$$\Omega_{d_i} = (\lambda_{d_i}^+)^2 + (\varepsilon_{ij}^2 + \varepsilon_{ik}^2)$$
Équation 55

$$\begin{cases} \varepsilon_{ii}^{d_i^+} = \frac{(\lambda_{d_i}^+)^3}{\Omega_{d_i}} \\ \varepsilon_{ij}^{d_i^+} = \frac{\varepsilon_{ij} (\lambda_{d_i}^+)^2}{\Omega_{d_i}} \\ \varepsilon_{ik}^{d_i^+} = \frac{\varepsilon_{ik} (\lambda_{d_i}^+)^2}{\Omega_{d_i}} \end{cases} \quad \text{Équation 56}$$

2.2.3. Variables d'endommagement

Les variables d'endommagement d_i , $i \in \{1,2,3\}$, sont indépendantes et peuvent avoir des cinétiques différentes. Ainsi, à chaque variable d'endommagement d_i est associée une fonction indicatrice de l'endommagement F_i dépendant de la variable d'endommagement considérée et de la force motrice associée y_i :

$$F_i(y_i, d_i) = g_i(y_i) - d_i, \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 57}$$

où la fonction $g_i(y_i)$ traduit la cinétique de l'endommagement. Les fonctions indicatrices sont définies telles que $F_i(y_i, d_i)$ soit négative ou nulle, avec :

$$\begin{cases} F_i(y_i, d_i) < 0 \Rightarrow \text{pas d'endommagement} \\ F_i(y_i, d_i) = 0 \Rightarrow \text{augmentation de l'endommagement} \end{cases} \quad \text{Équation 58}$$

Les fonctions cinétiques de l'endommagement g_i sont définies par :

$$g_i(y_i) = d_i^c \left(1 - e^{-\left(\frac{\langle \sqrt{y_i} - \sqrt{y_i^0} \rangle_+}{\sqrt{y_i^c}} \right)^{p_i^c}} \right), \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 59}$$

où d_i^c , y_i^c et p_i^c sont des paramètres du modèle. La valeur à saturation de l'endommagement est d_i^c , y_i^c est un paramètre qui influence la cinétique d'endommagement et p_i^c est un paramètre qui influence la forme de la cinétique d'endommagement g_i . Les crochets de Macaulay $\langle \rangle_+$ signifient :

$$\langle x \rangle_+ = \begin{cases} x & \text{si } x \geq 0 \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad \text{Équation 60}$$

Les forces motrices au seuil d'endommagement y_i^0 , $i \in \{1,2,3\}$, sont calculées en fonction des déformations aux seuils d'endommagement ε_i^{se} (déterminés expérimentalement), selon l'équation :

$$y_i^0 = y_i^\perp (\varepsilon_i^{se})^+ = \frac{1}{2} (\varepsilon_i^{se})^2 C_{ii}^0, \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 61}$$

Finalement, les variables d'endommagement d_i sont définies par :

$$d_i = \sup_{\tau < t} (g_i(y_i)), \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 62}$$

où t représente l'instant considéré et τ l'instant précédent. Il apparaît clairement dans cette expression que l'endommagement ne peut que croître.

2.3. Tenseurs des effets de l'endommagement

Les tenseurs des effets de l'endommagement, notés $\underline{\underline{H}}_i, i \in \{1,2,3\}$, traduisent les effets de l'endommagement associés à chacune des variables d_i . Ces tenseurs permettent de calculer le tenseur $\underline{\underline{\Delta S}}$, qui traduit la variation de souplesse causée par l'endommagement de la matrice et qui intervient dans l'expression du tenseur des souplesses effectives (Équation 33) :

$$\underline{\underline{S}}^{eff} = \underline{\underline{S}}^0 + \underline{\underline{\Delta S}}$$

Le tenseur $\underline{\underline{\Delta S}}$ est exprimé en fonction des variables d'endommagement $d_i, i \in \{1,2,3\}$ et des tenseurs des effets de l'endommagement $\underline{\underline{H}}_i, i \in \{1,2,3\}$:

$$\underline{\underline{\Delta S}} = \sum_{i=1}^3 d_i \underline{\underline{H}}_i \quad \text{Équation 63}$$

L'apparition de fissures dans le matériau a pour effet d'en augmenter la souplesse. Les tenseurs d'effet de l'endommagement sont définis comme suit :

$$\underline{\underline{H}}_i = \eta_i \underline{\underline{H}}_i^t + (1 - \eta_i) \underline{\underline{H}}_i^c, \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 64}$$

où η_i sont les indices d'activation de l'endommagement, $\underline{\underline{H}}_i^t$ et $\underline{\underline{H}}_i^c$ sont, respectivement, les tenseurs des effets de l'endommagement dans le cas d'un endommagement actif ou passif.

2.3.1. Indices d'activation de l'endommagement $\eta_i, i \in \{1, 2, 3\}$

Les indices d'activation de l'endommagement permettent de tenir compte du fait que les fissures sont ouvertes, l'endommagement est dans ce cas actif, ou fermées, l'endommagement est alors dit passif. L'indice d'activation prend alors la valeur 1 ou 0, respectivement :

$$\eta_i = \begin{cases} 1 & \text{si } \varepsilon_i \geq \varepsilon_i^0 \\ 0 & \text{sinon} \end{cases}, \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 65}$$

Dans les versions antérieures des modèles ODM, les indices η_i passaient progressivement d'un état à un autre, ce qui permettait d'éviter les problèmes de discontinuité de la matrice tangente provoqués par un passage brusque d'un état à un autre. Cette fermeture progressive des fissures, qui est physiquement plus plausible (les fissures ne se ferment pas toutes en même temps), a été supprimée dans le modèle proposé ici, d'une part, par souci de simplification, et, d'autre part, parce qu'il est difficile d'identifier les moments auxquels les fissures commencent à s'ouvrir ou se fermer.

2.3.2. Tenseurs des effets de l'endommagement en traction et en compression

Les tenseurs $\underline{\underline{H}}_i^t$ et $\underline{\underline{H}}_i^c$ sont, respectivement, les tenseurs des effets de l'endommagement matriciel actif ou passif. Ces tenseurs $\underline{\underline{H}}_i^x$, où $x = t$ ou c , sont homogènes à des tenseurs des souplesses et sont par conséquent symétriques. Ils peuvent être exprimés comme suit :

$$\underline{\underline{H_i^x}} = \begin{bmatrix} h_{11}^{ix} S_{11}^0 & h_{12}^{ix} S_{12}^0 & h_{13}^{ix} S_{13}^0 & h_{14}^{ix} S_{14}^0 & h_{15}^{ix} S_{15}^0 & h_{16}^{ix} S_{16}^0 \\ & h_{22}^{ix} S_{22}^0 & h_{23}^{ix} S_{23}^0 & h_{24}^{ix} S_{24}^0 & h_{25}^{ix} S_{25}^0 & h_{26}^{ix} S_{26}^0 \\ & & h_{33}^{ix} S_{33}^0 & h_{34}^{ix} S_{34}^0 & h_{35}^{ix} S_{35}^0 & h_{36}^{ix} S_{36}^0 \\ & & & h_{44}^{ix} S_{44}^0 & h_{45}^{ix} S_{45}^0 & h_{46}^{ix} S_{46}^0 \\ & \text{symétrie} & & & h_{55}^{ix} S_{55}^0 & h_{56}^{ix} S_{56}^0 \\ & & & & & h_{66}^{ix} S_{66}^0 \end{bmatrix} \quad \text{Équation 66}$$

L'endommagement des CMC oxyde/oxyde étant orienté par leur microstructure, comme cela a été mis en évidence par des observations au MEB, une fissure induite par une sollicitation mécanique dans la direction i , où $i \in \{1,2,3\}$, ne change pas l'orthotropie du matériau. Ainsi, pour une sollicitation dans la direction chaîne, par exemple, le tenseur $\underline{\underline{H_1^x}}$ s'écrit :

$$\underline{\underline{H_1^x}} = \begin{bmatrix} h_{11}^{1x} S_{11}^0 & h_{12}^{1x} S_{12}^0 & h_{13}^{1x} S_{13}^0 & 0 & 0 & 0 \\ & h_{22}^{1x} S_{22}^0 & h_{23}^{1x} S_{23}^0 & 0 & 0 & 0 \\ & & h_{33}^{1x} S_{33}^0 & 0 & 0 & 0 \\ & & & h_{44}^{1x} S_{44}^0 & 0 & 0 \\ & \text{symétrie} & & & h_{55}^{1x} S_{55}^0 & 0 \\ & & & & & h_{66}^{1x} S_{66}^0 \end{bmatrix} \quad \text{Équation 67}$$

En faisant l'hypothèse de fissures planes, les fissures engendrées par une sollicitation dans la direction 1 n'ont aucun effet dans la direction 2 et on en déduit que h_{22}^{1x} est nul. Afin d'assurer que les tenseurs d'élasticité soient définis positifs, il est nécessaire que les tenseurs $\underline{\underline{H_i^x}}$ soient eux-mêmes définis positifs. Ils doivent ainsi vérifier :

$$\forall \underline{\underline{\sigma}} \in \mathbb{R}^6, \quad {}^t \underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{\underline{H_i^x}} \cdot \underline{\underline{\sigma}} \geq 0 \quad \text{Équation 68}$$

Ainsi, pour une sollicitation dans la direction 1, telle que $\sigma_2 = \sigma_3 = \sigma_4 = \sigma_5 = \sigma_6 = 0$, montrer que le tenseur $\underline{\underline{H_1^x}}$ est défini positif revient donc à montrer que les valeurs propres de $\underline{\underline{H_1^x}}$ sont strictement positives, ce qui revient à montrer que :

$$\det \begin{pmatrix} h_{11}^{1x} S_{11}^0 & h_{12}^{1x} S_{12}^0 \\ h_{12}^{1x} S_{12}^0 & h_{22}^{1x} S_{22}^0 \end{pmatrix} = h_{11}^{1x} S_{11}^0 h_{22}^{1x} S_{22}^0 - (h_{12}^{1x} S_{12}^0)^2 \geq 0 \quad \text{Équation 69}$$

Or $h_{22}^{1x} = 0$. Ainsi :

$$(h_{12}^{1x} S_{12}^0)^2 \leq 0 \Rightarrow h_{12}^{1x} = 0 \quad \text{Équation 70}$$

De manière similaire, on montre que h_{33}^{1x} et h_{44}^{1x} sont nuls et que les termes h_{13}^{1x} et h_{23}^{1x} le sont aussi.

Le tenseur $\underline{\underline{H_1^x}}$ prend finalement la forme suivante :

$$\underline{\underline{H_1^x}} = \begin{bmatrix} h_{11}^{1x} S_{11}^0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ & & 0 & 0 & 0 & 0 \\ & & & 0 & 0 & 0 \\ & \text{symétrie} & & & h_{55}^{1x} S_{55}^0 & 0 \\ & & & & & h_{66}^{1x} S_{66}^0 \end{bmatrix} \quad \text{Équation 71}$$

Le terme h_{11}^{1mx} traduit l'effet d'une fissure sollicitée en mode I sur le comportement longitudinal, le terme h_{55}^{1mx} traduit l'effet d'une fissure sur le comportement en cisaillement hors-plan et le terme h_{66}^{1mx} traduit l'effet d'une fissure sur le comportement en cisaillement plan.

Par ailleurs, afin d'assurer la continuité de la réponse du matériau après suppression des déformations stockées, on néglige les frottements entre les lèvres des fissures, ce qui permet d'émettre l'hypothèse que les effets de l'endommagement en cisaillement sont identiques lorsque les fissures sont ouvertes et lorsqu'elles sont fermées. Les termes de cisaillement des tenseurs $\underline{\underline{H}}_i^t$ et $\underline{\underline{H}}_i^c$ sont donc égaux.

De plus, sous l'hypothèse du caractère irréversible de l'endommagement ($\dot{d}_i \geq 0$, Équation 28), l'inégalité de Clausius-Duhem est respectée si les forces thermodynamiques dérivant du potentiel $y_i = -\rho \frac{\partial \Psi}{\partial d_i}$, où $i \in \{1,2,3\}$ (Équation 25) sont positives ou nulles. En dérivant le potentiel Ψ utilisé dans ce modèle et défini par l'Équation 37, on montre que l'inégalité de Clausius-Duhem est respectée si le produit tensoriel $\underline{\underline{C}}^{eff} : \underline{\underline{H}}_i : \underline{\underline{C}}^{eff}$ est défini positif, ce qui est vérifié lorsque les tenseurs $\underline{\underline{H}}_i^x$ sont diagonaux.

2.4. Tenseurs des rigidités

Les deux tenseurs des rigidités utilisés dans la version simplifiée d'ODM sont le tenseur des rigidités initiales $\underline{\underline{C}}^0$ et le tenseur des rigidités effectives $\underline{\underline{C}}^{eff}$.

2.4.1. Tenseur des rigidités initiales

Ce tenseur est défini comme l'inverse du tenseur des souplesses élastiques $\underline{\underline{S}}^0$. On a donc :

$$\underline{\underline{C}}^0 = \left(\underline{\underline{S}}^0 \right)^{-1} \quad \text{Équation 72}$$

Les CMC oxyde/oxyde étudiés étant orthotropes, le tenseur des souplesses élastiques (symétrique) est composé de neuf coefficients indépendants et s'écrit :

$$\underline{\underline{S}}^0 = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{13}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{13}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{13}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \quad \text{Équation 73}$$

où E_1 , E_2 et E_3 sont, respectivement, les modules de Young dans les directions chaîne (direction 1, 0°), trame (direction 2, 90°) et hors-plan (direction 3), ν_{12} , ν_{13} et ν_{23} sont les coefficients de Poisson et G_{12} , G_{13} et G_{23} sont les modules de cisaillement.

2.4.2. Tenseur des rigidités effectives $\underline{\underline{C}}^{eff}$

Ce tenseur tient compte de l'endommagement de la matrice lorsque le composite est soumis à une sollicitation mécanique. Il est défini par l'Équation 32:

$$\underline{\underline{C}}^{eff} = \left(\underline{\underline{S}}^{eff} \right)^{-1}$$

où $\underline{\underline{S}}^{eff}$ est le tenseur des souplesses associé (cf. Équation 32) dont le calcul a été explicité dans les paragraphes précédents.

2.5. Partition des déformations

Les différentes déformations intervenant dans l'expression de la loi de comportement sont : la déformation totale $\underline{\underline{\varepsilon}}$, la déformation thermique $\underline{\underline{\varepsilon}}^{th}$, la déformation de fermeture des fissures $\underline{\underline{\varepsilon}}^0$ et la déformation résiduelle $\underline{\underline{\varepsilon}}^r$.

2.5.1. Déformation totale $\underline{\underline{\varepsilon}}$

Cette déformation correspond à la déformation totale du matériau, observable expérimentalement.

2.5.2. Déformation thermique $\underline{\underline{\varepsilon}}^{th}$

Cette déformation est due à la dilatation thermique du matériau survenant lorsque le matériau est soumis à des variations de température. Elle s'exprime comme suit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{th} = \underline{\underline{\alpha}} (T - T^0) \quad \text{Équation 74}$$

où $\underline{\underline{\alpha}}$ est le tenseur des coefficients de dilatation thermique, T est la température considérée et T^0 est la température de référence. Dans le cas où le modèle serait utilisé pour décrire le comportement mécanique de matériaux à une température $T \neq T^0$, des mesures de coefficients de dilatation thermique dans les différentes directions du matériau permettraient de tenir compte de cette dilatation dans la loi de comportement.

2.5.3. Déformation de fermeture des fissures $\underline{\underline{\varepsilon}}^0$

Elle correspond à la déformation à laquelle les fissures se referment. L'endommagement passe alors d'un état actif, où les fissures sont ouvertes, à un état passif, où les fissures sont fermées. Ces déformations sont normalement définies à partir d'essais de traction-compression. Il n'a pas été possible de réaliser ce type d'essais dans le cadre de cette thèse. En deçà de la déformation de fermeture, les modules des courbes de comportement sont égaux au module de Young en compression. La courbe de comportement présentée en Figure 121 et obtenue par simulation d'un essai de traction/compression dans la direction 1 permet de visualiser le point de fermeture des fissures ε_1^0 .

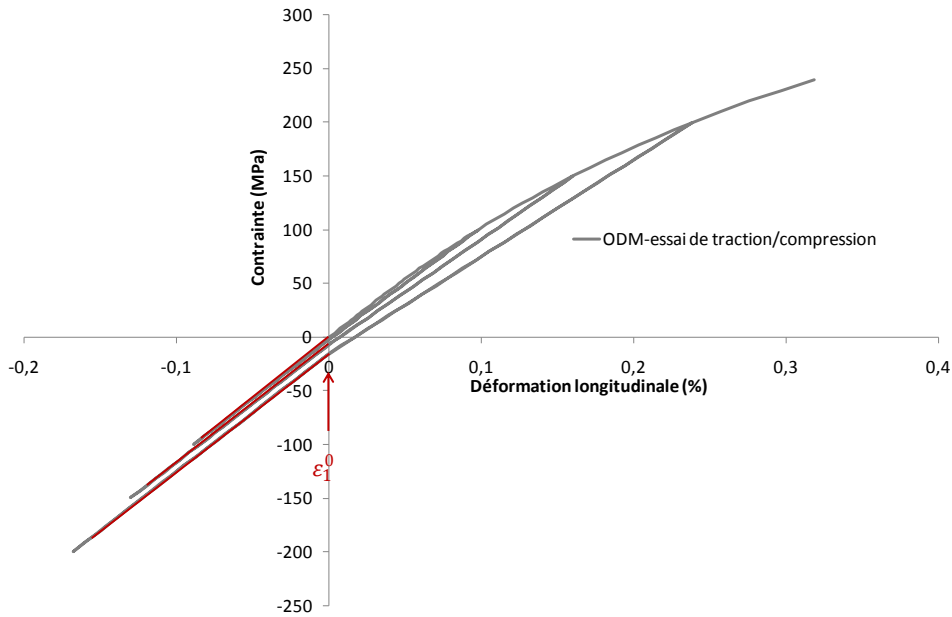


Figure 121 Simulation d'un essai de traction/compression dans la direction chaîne : mise en évidence du point de fermeture des fissures ε_1^0 .

2.5.4. Déformation résiduelle $\underline{\varepsilon}^r$

Il s'agit des déformations dues à l'endommagement du matériau, sous l'effet d'une sollicitation mécanique. Une fois le seuil d'endommagement du matériau dépassé, ce dernier ne peut retrouver sa souplesse initiale. Ainsi, lors d'une décharge, le module sera inférieur au module initial du matériau. Les déformations résiduelles des CMC oxyde/oxyde ont été mises en évidence par des essais de traction incrémentale (cf. Figure 62.a et Figure 71.a pour le matériau à renfort bidimensionnel et Figure 111.a et Figure 116 pour le matériau à renfort tridimensionnel). Les boucles d'hystérésis observées expérimentalement ne peuvent cependant être modélisées. En effet, pour une boucle donnée, le module mesuré lors de la charge est supérieur au module de décharge. Or, tels que les modèles ODM sont définis aujourd'hui, l'endommagement est irréversible (il ne peut décroître), ce qui implique l'égalité des modules en charge et en décharge.

Le tenseur des déformations résiduelles est donné par :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^r = \underline{\dot{\varepsilon}}^0 : \sum_{i=1}^3 \underline{\dot{\sigma}}_i^r \quad \text{Équation 75}$$

où les dérivées par rapport au temps des tenseurs des contraintes résiduelles $\underline{\dot{\sigma}}_i^r$, calculées pour chacune des directions d'endommagement i , sont définies comme suit :

$$\underline{\dot{\sigma}}_i^r = \chi_i \dot{d}_i \underline{K}_i^{eff} : \underline{\varepsilon} \quad \text{Équation 76}$$

où χ_i sont des paramètres du modèle à identifier et où les tenseurs $\underline{K}_i^{eff}$ sont définis par :

$$\underline{K}_i^{eff} = \underline{C}^{eff} : \underline{H}_i : \underline{C}^{eff}, \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 77}$$

Les tenseurs des effets de l'endommagement $\underline{H}_i$ sont calculés à partir de l'Équation 64.

Seules les expressions des dérivées des déformations résiduelles par rapport au temps sont connues ; les déformations résiduelles sont donc calculées en considérant que l'intégrale sur un pas de temps, *i.e.* entre deux incréments de déformation, des déformations résiduelles correspond à un incrément de déformation résiduelle $\underline{\Delta \varepsilon}^r$:

$$\int_{t-\Delta t}^t \underline{\underline{\varepsilon}}^r dt \approx \underline{\underline{\Delta \varepsilon}}^r \quad \text{Équation 78}$$

La déformation résiduelle à l'instant considéré, $\underline{\underline{\varepsilon}}^r$, est ensuite définie comme la somme de la déformation résiduelle à l'instant précédent, $\underline{\underline{\varepsilon}}_{t-\Delta t}^r$, et de l'incrément de déformation résiduelle $\underline{\underline{\Delta \varepsilon}}^r$:

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^r = \underline{\underline{\varepsilon}}_{t-\Delta t}^r + \underline{\underline{\Delta \varepsilon}}^r \quad \text{Équation 79}$$

Comme dans le cas des déformations résiduelles, les intégrales des tenseurs des contraintes résiduelles $\underline{\underline{\dot{\sigma}}}_i^r$ sont approchées par des incréments de contrainte $\underline{\underline{\Delta \sigma}}_i^r$, pour chacune des directions d'endommagement i . On a alors :

$$\underline{\underline{\Delta \varepsilon}}^r = \sum_{i=1}^3 \underline{\underline{S}}^0 : \underline{\underline{\Delta \sigma}}_i^r \quad \text{Équation 80}$$

Les incréments de contrainte $\underline{\underline{\Delta \sigma}}_i^r$, dépendant des dérivées des variables d'endommagement $\dot{d}_i$ et du tenseur des déformations $\underline{\underline{\varepsilon}}$, sont calculés par quadrature de Gauss (méthode de Gauss-Legendre) d'ordre 3. Cette méthode permet en effet de calculer une approximation des intégrales sur un pas de temps $\int_{t-\Delta t}^t \underline{\underline{\dot{\sigma}}}_i^r dt$.

Pour chacune des directions d'endommagement i , l'incrément de contrainte résiduelle $\underline{\underline{\Delta \sigma}}_i^r$ est ainsi déterminé selon l'équation suivante :

$$\underline{\underline{\Delta \sigma}}_i^r = \sum_{k=1}^3 \omega_k F_k(\underline{\underline{\varepsilon}}^k), \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 81}$$

où les paramètres ω_k de la quadrature de Gauss valent :

$$\omega_1 = \omega_3 = \frac{5}{9}, \omega_2 = \frac{8}{9} \quad \text{Équation 82}$$

et où la fonction F_k , déduite de l'Équation 76 et évaluée en chacune des trois déformations $\underline{\underline{\varepsilon}}^k$ de la quadrature de Gauss, est définie par :

$$F_k(\underline{\underline{\varepsilon}}^k) = \chi_i \underline{\underline{K}}_i^{eff} : \underline{\underline{\varepsilon}}^k \dot{d}_i, \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 83}$$

où chacune des variables $\dot{d}_i$ et $\underline{\underline{K}}_i^{eff}$ est calculée en fonction de la déformation $\underline{\underline{\varepsilon}}^k$ définie, en chaque point de la quadrature, de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^k = \frac{\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_{t-\Delta t}}{2} x_k + \frac{\underline{\underline{\varepsilon}} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{t-\Delta t}}{2} \quad \text{Équation 84}$$

où $\underline{\underline{\varepsilon}}$ est la déformation à l'instant considéré, $\underline{\underline{\varepsilon}}_{t-\Delta t}$ est la déformation à l'instant précédent et où les paramètres x_k de la quadrature de Gauss valent :

$$x_1 = x_3 = \sqrt{\frac{3}{5}}, x_2 = 0 \quad \text{Équation 85}$$

Dans l'Équation 83, la dérivée $\dot{d}_i$ est approchée par :

$$\dot{d}_i = \frac{\partial d_i}{\partial \underline{\varepsilon}}(\underline{\varepsilon}^k) \underline{\Delta \varepsilon}, \quad i \in \{1,2,3\} \quad \text{Équation 86}$$

où $\underline{\Delta \varepsilon}$ est l'incrément de déformation entre l'instant considéré et la déformation à l'instant précédent :

$$\underline{\Delta \varepsilon} = \frac{\underline{\varepsilon} - \underline{\varepsilon}_{t-\Delta t}}{2} \quad \text{Équation 87}$$

L'ensemble des variables est calculé pour la déformation $\underline{\varepsilon}^k$ considérée.

2.6. Critère de rupture

Le critère de rupture utilisé dans ce modèle est un critère de déformation maximale : lorsque la déformation atteint la déformation maximale dans la direction de sollicitation considérée, on considère que le matériau a atteint la rupture et le calcul est interrompu. Les déformations maximales sont déterminées expérimentalement. Le critère de rupture utilisé est plus précisément un critère de rupture des fibres. En effet, tel que cela a été mentionné précédemment, ce modèle a pour vocation de décrire le comportement du matériau jusqu'à la première rupture de fibres. En notant ε_i^{seft} et ε_i^{sefc} les seuils d'endommagement des fibres en traction et en compression, respectivement, le critère de rupture se traduit par :

$$\forall i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket, \quad \varepsilon_i^{sefc} \leq \varepsilon_i \leq \varepsilon_i^{seft} \quad \text{Équation 88}$$

$$\forall i \in \llbracket 4; 6 \rrbracket, \quad \|\varepsilon_i\| \leq \varepsilon_i^{seft} \quad \text{Équation 89}$$

On considère ici que l'éprouvette « lisse » (homogène) casse lorsque l'on atteint le seuil d'endommagement des fibres, c'est à dire que le matériau se rompt si cette inégalité n'est pas respectée.

3. IMPLÉMENTATION DU MODÈLE DANS UN CODE DE CALCUL

Comme cela a été mentionné précédemment, les modèles ODM sont écrits en déformation. Ainsi, lorsque toutes les composantes du tenseur des déformations sont connues, la résolution du modèle simplifié proposé est explicite. C'est par exemple le cas dans les codes de calcul par éléments finis. En revanche, pour les essais mécaniques courants, il semble irréaliste d'imposer toutes les composantes du tenseur des déformations. On se place donc dans le cas d'un chargement en contrainte ou d'un chargement mixte contrainte/déformation ; la résolution du modèle nécessite dans ce cas une approche itérative.

Nous utilisons ici la méthode de Newton-Raphson, qui consiste à déterminer le zéro de la fonction f telle que :

$$f: \underline{\varepsilon} \mapsto |\underline{\sigma}(\underline{\varepsilon}) - \underline{\sigma}^{imposé}| \quad \text{Équation 90}$$

où $\underline{\sigma}^{imposé}$ est le tenseur des contraintes imposées en entrée.

Dans la méthode de Newton-Raphson, dans laquelle on approche la dérivée de la fonction f par la tangente à la courbe au point considéré, les déformations successives pour lesquelles on évalue la fonction f sont calculées par :

$$\underline{\varepsilon}^{n+1} = \underline{\varepsilon}^n - f(\underline{\varepsilon}^n) : \left(\frac{\partial f}{\partial \underline{\varepsilon}}(\underline{\varepsilon}^n) \right)^{-1} \quad \text{Équation 91}$$

La première déformation imposée dans cet algorithme itératif est la déformation convergée au pas de chargement précédent. Le procédé est répété N fois jusqu'à ce que la différence $|\underline{\sigma}(\underline{\varepsilon}^n) - \underline{\sigma}^{imposé}|$ soit inférieure à un seuil de tolérance fixé (et tendant vers 0).

La méthode de Newton-Raphson est illustrée en Figure 122 :

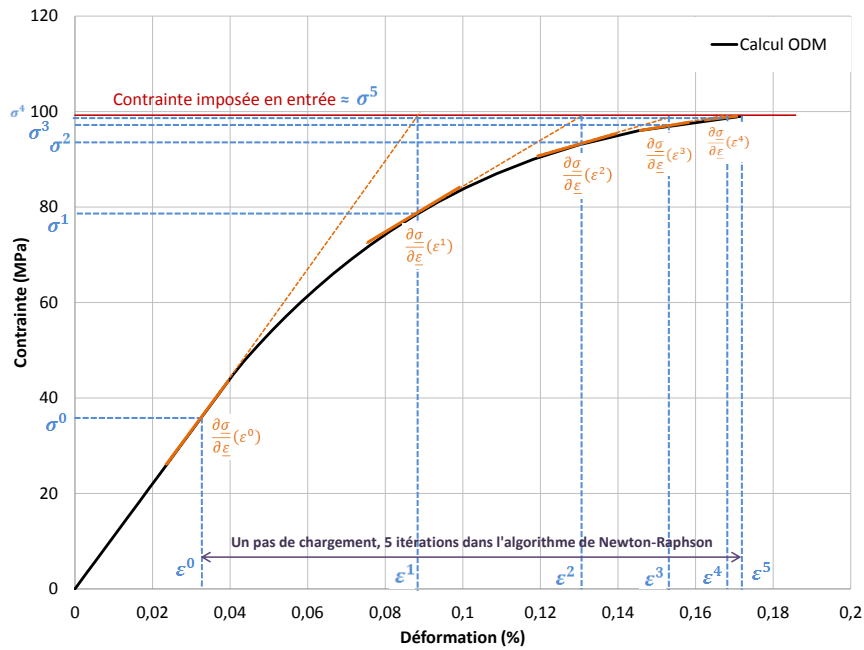


Figure 122 Illustration de la méthode de Newton-Raphson.

La dérivée de la fonction f correspond à la tangente à la courbe de comportement $\frac{\partial \sigma}{\partial \underline{\varepsilon}}$ et l'Équation 91 s'écrit alors :

$$\underline{\varepsilon}^{n+1} = \underline{\varepsilon}^n - f(\underline{\varepsilon}^n) : \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \underline{\varepsilon}}(\underline{\varepsilon}^n) \right)^{-1} \quad \text{Équation 92}$$

La méthode de Newton-Raphson nécessite donc, à chaque incrément de cet algorithme, le calcul de la matrice tangente $\frac{\partial \sigma}{\partial \underline{\varepsilon}}$ qui, d'après l'Équation 37, est définie par :

$$\frac{\partial \sigma}{\partial \underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{C}}^{eff} - \underline{\underline{C}}^{eff} : \frac{\partial \underline{\underline{C}}^{eff}}{\partial \underline{\varepsilon}} : \underline{\underline{C}}^{eff} - \underline{\underline{C}}^0 : \frac{\partial \underline{\varepsilon}^r}{\partial \underline{\varepsilon}} \quad \text{Équation 93}$$

Finalement, l'algorithme complet de calcul, implémenté dans un code Python™, est présenté en Figure 123 :

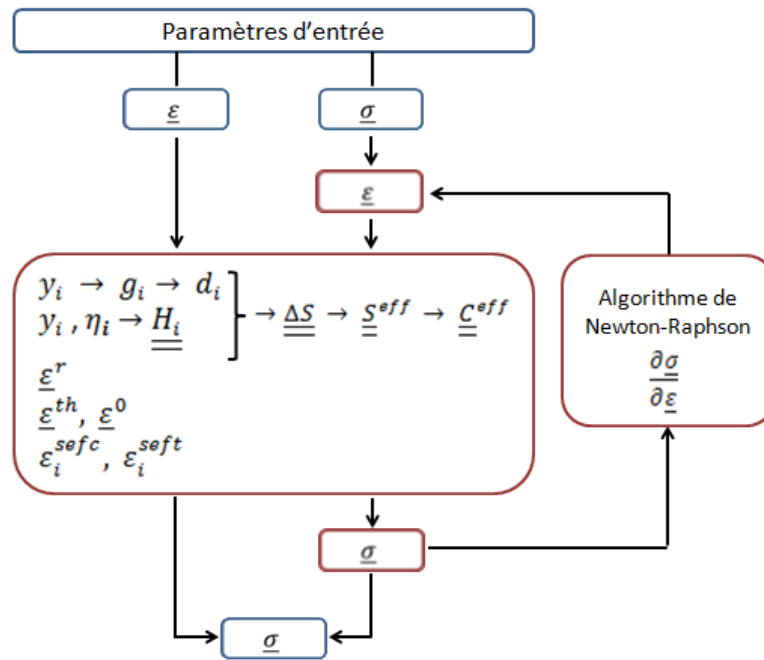


Figure 123 Algorithme de calcul du modèle simplifié.

4. IDENTIFICATION DU MODÈLE

Les paramètres du modèle simplifié proposé dans cette thèse ont été identifiés à partir des propriétés mécaniques en traction des CMC Nextel™610/alumine à renforts bi- et tridimensionnels. Les paramètres du modèle sont résumés dans le Tableau 15 :

Paramètres directement déduits des essais expérimentaux	Paramètres à identifier par comparaison entre les simulations et les courbes expérimentales
Seuils d'endommagement ε_i^{se} , $i \in \llbracket 1; 6 \rrbracket$	Cinétiques d'endommagement : d_i^c , y_i^c et p_i^c , $i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$
Modules : - de Young : E_1, E_2, E_3 - de cisaillement : G_{12}, G_{13}, G_{23}	Déformations résiduelles : χ_i , $i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$
Coefficients de Poisson : $\nu_{12}, \nu_{13}, \nu_{23}$	Termes des tenseurs des effets de l'endommagement $\underline{\underline{H}}_i^t$ et $\underline{\underline{H}}_i^c$, $i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$ (les termes de cisaillement de ces deux tenseurs étant égaux)
Déformations maximales à rupture ε_i^{seft} et ε_i^{sefc}	
Déformations de fermeture des fissures : ε_i^0 , $i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$	Termes de couplage plan/hors-plan : c_1^t, c_2^t, c_6^t c_1^c, c_2^c, c_6^c
Coefficients de dilatation thermique : α_i , $i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$	

Tableau 15 Paramètres du modèle.

Les essais mécaniques permettant de déterminer les différents paramètres du modèle sont présentés dans le Tableau 16 :

Essais expérimentaux	Paramètres identifiés
Traction ou compression monotone dans la direction $i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$	$E_i, \nu_{ij}, (i, j) \in \llbracket 1; 3 \rrbracket^2, i \neq j$ $\varepsilon_i^{se}, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$ $\varepsilon_i^{seft}, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$ h_{ii}^{it}, h_{ii}^{ic} $c_1^t, c_2^t, c_1^c, c_2^c$
Traction incrémentale dans la direction $i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$	$\chi_i, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$ $\varepsilon_i^0, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$ (méthode CIP, à vérifier par des essais)
Essais de cisaillement hors-plan (e.g. ILSS, torsion sur barreaux, dépliage de cornières)	G_{13}, G_{23} $h_{55}^{it} = h_{55}^{ic}, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$ $h_{44}^{it} = h_{44}^{ic}, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$ $\varepsilon_4^{se}, \varepsilon_5^{se}$
Traction ou compression monotone dans la direction $\pm 45^\circ$ (i.e. essais de cisaillement 12)	G_{12} ε_6^{se} $h_{66}^{it} = h_{66}^{ic}, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$ c_6^c, c_6^t
Essais cyclés de traction/compression dans la direction $i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$	$\varepsilon_i^0, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$
Mesure des coefficients de dilatation thermique	$\alpha_i, i \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$

Tableau 16 Essais mécaniques associés à l'identification des paramètres du modèle.

Dans le cadre de cette thèse, seuls des résultats d'essais de traction et compression monotone à rupture et de traction incrémentale dans la direction des fibres et dans la direction $\pm 45^\circ$ étaient disponibles.

Les essais de traction réalisés dans la direction chaîne (direction 1) ont permis de déterminer les valeurs moyennes ainsi que les écarts-types des modules de Young (E_1), des déformations au seuil d'endommagement (ε_1^{se}) et à rupture (ε_1^{seft} , qui correspond à la rupture des fibres), et un module de Poisson (ν_{12}) ; les essais de traction incrémentale ont par ailleurs permis de déterminer les valeurs du coefficient χ_1 intervenant dans le calcul des déformations résiduelles.

De même, lorsque des essais dans la direction trame (direction 2) étaient disponibles (matériau à renfort bidimensionnel), il a été possible de déterminer les valeurs du module de Young E_2 , des déformations $\varepsilon_2^{se}, \varepsilon_2^{seft}$ et du coefficient χ_2 .

Lorsqu'aucun résultat n'est disponible dans la direction 2, il est courant d'approcher les valeurs du module de Young E_2 , de la déformation ε_2^{se} et du coefficient χ_2 (essais incrémentaux) par celles obtenues par des essais dans la direction 1. Il est dans ce cas nécessaire de supposer que les propriétés dans les directions 1 et 2 sont équivalentes, ce qui n'est pas toujours le cas. Une telle approximation peut s'avérer utile mais, de manière générale, il est important de réaliser des essais dans les directions 1 et 2, les renforts tissés n'étant pas toujours symétriques. Dans le cas du matériau à renfort tridimensionnel étudié, par exemple, nous avons été contraints d'utiliser les propriétés dans la direction 1 pour déterminer celles dans la direction 2, alors que, compte tenu du tissage, il semble peu probable que les propriétés soient effectivement identiques.

Les modules de cisaillement G_{12} ont été déterminés à partir des essais dans la direction $\pm 45^\circ$, responsables d'endommagement perpendiculaire aux fibres (*i.e.* aux directions 1 et 2).

Il est par ailleurs important de noter que les propriétés mécaniques déduites directement des essais expérimentaux, telles que les modules de Young et de cisaillement, doivent parfois être ajustées lors de l'identification du modèle.

Les propriétés dans la direction 3 ne sont pas connues et il a été nécessaire de fixer des valeurs approximatives (parfois nulles) des paramètres E_3 , ν_{13} , ν_{23} , G_{13} , G_{23} , χ_3 , ε_3^S . Des essais de traction hors-plan et de cisaillement sont nécessaires à l'identification de ces paramètres mais il n'est pas toujours aisé de réaliser de tels essais. Dans le cadre de cette thèse, seul le module G_{13} , déterminé à partir d'essais de torsion sur barreaux sur le matériau à renfort bidimensionnel, a pu être déterminé.

Il est cependant important de connaître les propriétés hors-plan, souvent critiques dans le cas de renforts tissés. Ces propriétés sont néanmoins difficiles à déterminer. Dans le domaine élastique, il est possible d'estimer ces propriétés par des mesures ultrasonores, par des approches multiéchelles ou encore par des mesures directes, en réalisant des essais de compression hors-plan, par exemple. Par contre, les informations relatives à l'endommagement et à la rupture nécessitent des essais spécifiques auxquels il semble important d'avoir recours, même dans les phases de mise au point de nouveaux matériaux. Ces essais peuvent être, en fonction de la quantité de matière disponible, des essais de cisaillement interlaminaire (ILSS), de torsion sur barreaux ou de flexion quatre points sur cornière.

Les composantes du tenseur des déformations de fermeture ε_i^0 peuvent être obtenues par des essais cyclés de traction/compression. Ce type d'essais n'a pu être réalisé dans le cadre de cette thèse.

Les trois premières composantes du tenseur des dilatations thermiques α peuvent être déterminées à partir des essais de dilatation thermique. Ce tenseur ne présente néanmoins un intérêt que lorsque l'on souhaite modéliser un matériau soumis à des variations de température.

Pour ce qui est des termes des tenseurs des effets de l'endommagement en traction et compression, $\underline{H}_i^t$ et $\underline{H}_i^c$, leur composantes en cisaillement sont, pour chacune des directions d'endommagement, identiques, pour des raisons de continuité évoquées dans les paragraphes précédents. Les termes correspondant à la direction d'endommagement sont, pour chacun des tenseurs de traction, fixées à 1. Les composantes de cisaillement 12 h_{66}^{imt} peuvent être déterminées à partir des essais de traction dans la direction $\pm 45^\circ$. Les autres composantes de cisaillement ne peuvent être identifiées qu'à partir d'essais hors-plan (indisponibles). L'influence du terme h_{66}^{1mt} sur la réponse du matériau pour une sollicitation en traction à $\pm 45^\circ$ est présentée en Figure 124.

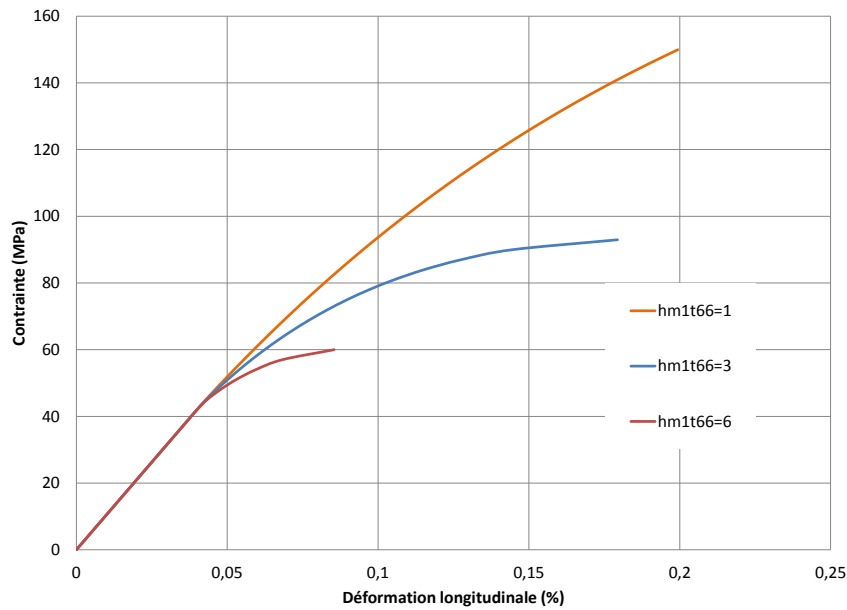


Figure 124 Simulation d'un essai dans la direction $\pm 45^\circ$: influence du coefficient de cisaillement h_{66}^{1mt} intervenant dans le tenseur des effets de l'endommagement $\underline{\underline{H}}_1^{mt}$.

On remarque que plus la valeur du terme de cisaillement est élevée, plus l'endommagement est important, ce qui se traduit par une convexité de plus en plus marquée de la courbe de comportement.

Les termes de couplage plan/hors-plan $c_1^t, c_2^t, c_6^t, c_1^c, c_2^c, c_6^c$ intervenant dans le calcul des forces motrices responsables d'endommagement dans la direction 3, ne sont pas identifiables avec les essais disponibles et ont été fixés à 1. Il faut néanmoins veiller à ce que, pour des sollicitations planes, les valeurs de la variable d'endommagement dans la direction 3 soient cohérentes avec celles obtenues dans la/les direction(s) de sollicitation.

Enfin, les termes d_i^c, y_i^c , et p_i^c intervenant dans les cinétiques d'endommagement de chacune des trois directions ne sont pas des grandeurs directement observables mais se déduisent de la comparaison entre les courbes calculées et les courbes expérimentales, pour des sollicitations uniaxiales.

À titre d'exemple, l'influence de chacun des paramètres d_1^c, y_1^c , et p_1^c sur l'évolution de la variable d'endommagement d_1 , ainsi que son influence sur la courbe de comportement, est présentée en Figure 125.

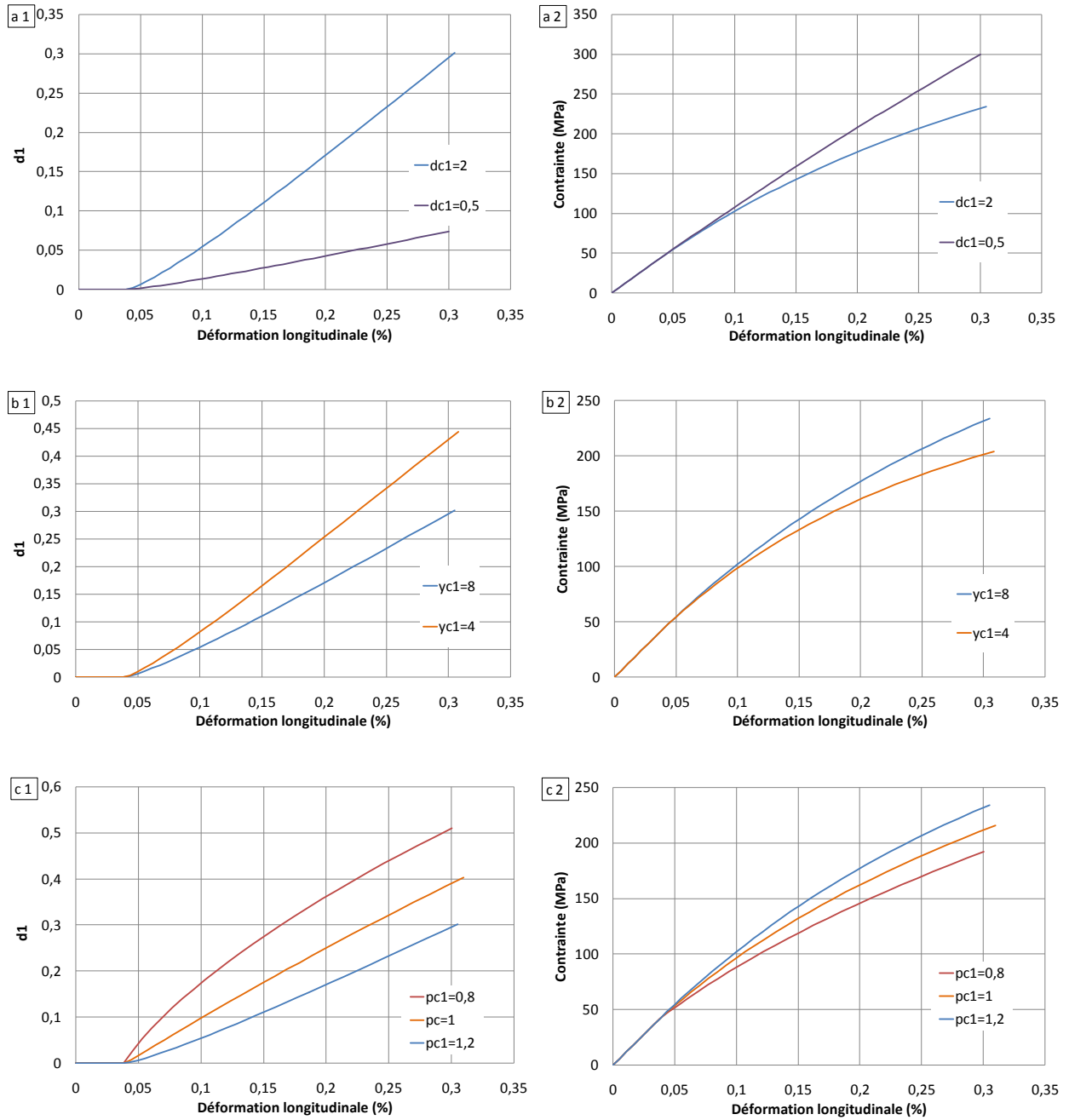


Figure 125 Influence des paramètres de la cinétique d'endommagement d_1^c , y_1^c , et p_1^c sur l'évolution de la variable d'endommagement d_1 (a1, b1 et c1, respectivement) et sur la courbe de comportement correspondante (a2, b2 et c2, respectivement).

On remarque notamment que le paramètre d_1^c accélère l'endommagement dès le seuil d'endommagement, sans avoir d'influence importante sur l'allure de la courbe de comportement. La concavité des courbes de comportement dépend principalement des termes p_1^c et y_1^c . Ce dernier terme influence principalement la vitesse d'endommagement, qui se traduit par des pertes de module plus ou moins importantes.

Les résultats de l'identification des paramètres du modèle pour les CMC Nextel™610/alumine à renforts bi- et tridimensionnels sollicités en traction sont présentés dans la suite de ce chapitre. La Figure 126 montre un exemple de graphiques utilisés pour représenter les seuils d'endommagement, les propriétés à rupture, en contrainte et en déformation, ainsi que les écarts-types associés. Pour chaque type de renfort étudié et pour chaque type de sollicitation imposée, les paramètres seront identifiés de sorte que, pour les propriétés à rupture et pour le seuil d'endommagement, les

propriétés obtenues par les simulations soient bien comprises dans les enveloppes définies par les valeurs moyennes et les écarts-types déterminés expérimentalement (zones grises de la Figure 126).

Enfin, il est important de noter que l'identification des paramètres du modèle n'est pas unique : plusieurs jeux de paramètres peuvent permettre de reproduire numériquement un même comportement mécanique. Ceci est dû à la fois au nombre limité d'essais dont on dispose et à la dispersion des résultats expérimentaux.

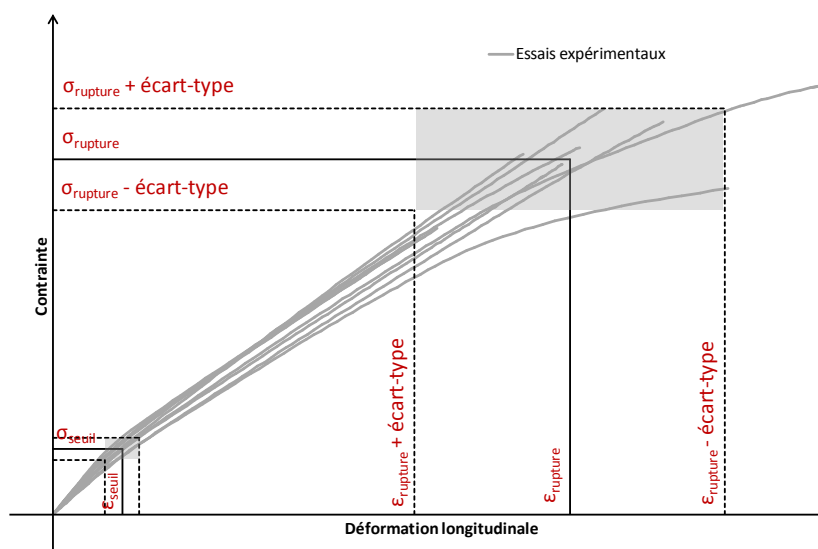


Figure 126 Représentations adoptées dans les graphiques : signalisation des propriétés mécaniques moyennes et des écarts-types correspondants.

4.1. Identification des paramètres du modèle sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel

Les essais de traction monotone à rupture réalisés sur le matériau Nextel™610/alumine dans les directions chaîne et trame ont permis d'identifier les différents paramètres relatifs à un endommagement causé par des sollicitations dans les directions 1 et 2 (endommagement orienté par la microstructure).

Le paramètre χ_1 a tout d'abord été identifié à partir des courbes de comportement en traction incrémentale dans la direction chaîne. Le matériau n'ayant pas été soumis à une telle sollicitation dans la direction trame, le paramètre χ_2 a été supposé égal à χ_1 . Le résultat de la simulation d'un essai de traction incrémentale dans la direction chaîne est présenté en Figure 127. Un jeu de paramètres du modèle a été spécifiquement identifié pour cette courbe de traction incrémentale, mais seule la valeur du paramètre χ_1 a été retenue par la suite pour l'identification des essais uniaxiaux.

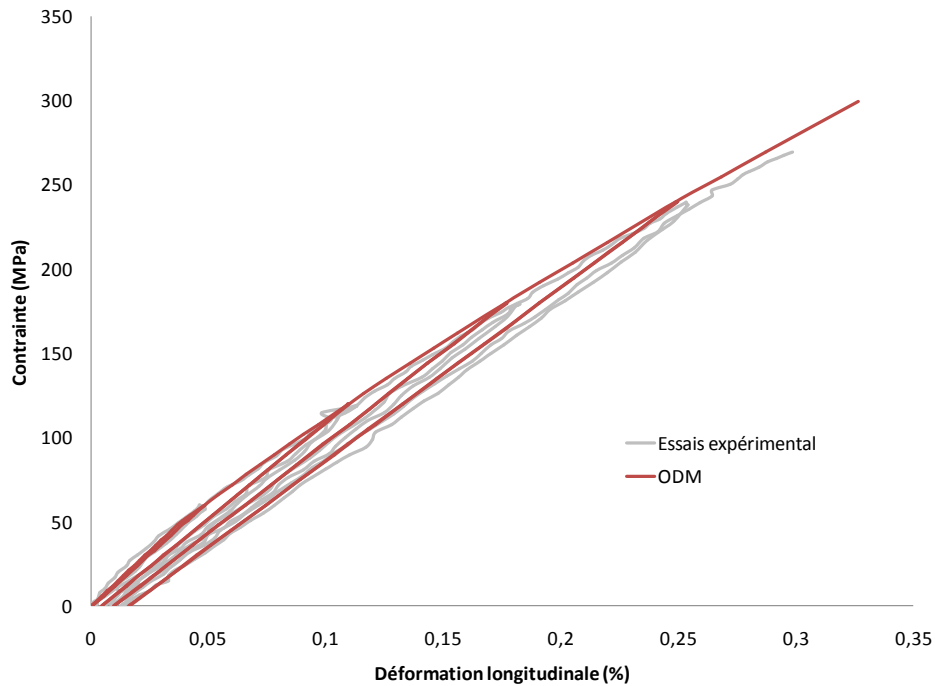


Figure 127 Identification du paramètre χ_1 à partir d'un essai de traction incrémentale dans la direction chaîne.

Afin de tenir compte de la dispersion observée expérimentalement, il est intéressant de disposer d'une courbe moyenne et de deux courbes formant une enveloppe ; l'identification de telles courbes est présentée, pour une sollicitation dans la direction chaîne, en Figure 128.a. Ces courbes ont été obtenues par seule modification du module de Young, l'ensemble des autres paramètres étant identique.

Par ailleurs, comme cela a pu être constaté dans le Chapitre 2, les courbes de comportement du matériau sollicité dans la direction des renforts présentent, outre la partie élastique, une partie quasi-linéaire. Afin de reproduire ce comportement, il est nécessaire de choisir des paramètres p_1^c et p_2^c inférieurs à 1 (cf. Figure 125.c). Or, comme cela peut être constaté en Figure 128, de tels coefficients ne permettent pas de reproduire le comportement du matériau pour une sollicitation dans la direction $\pm 45^\circ$. Le comportement du matériau dans la direction $\pm 45^\circ$ traduit en effet une cinétique d'endommagement plus élevée que dans le cas des sollicitations dans les axes du renfort. La valeur moyenne du module de Young identifiée par les essais de traction uniaxiale a été utilisée pour simuler le comportement dans la direction $\pm 45^\circ$.

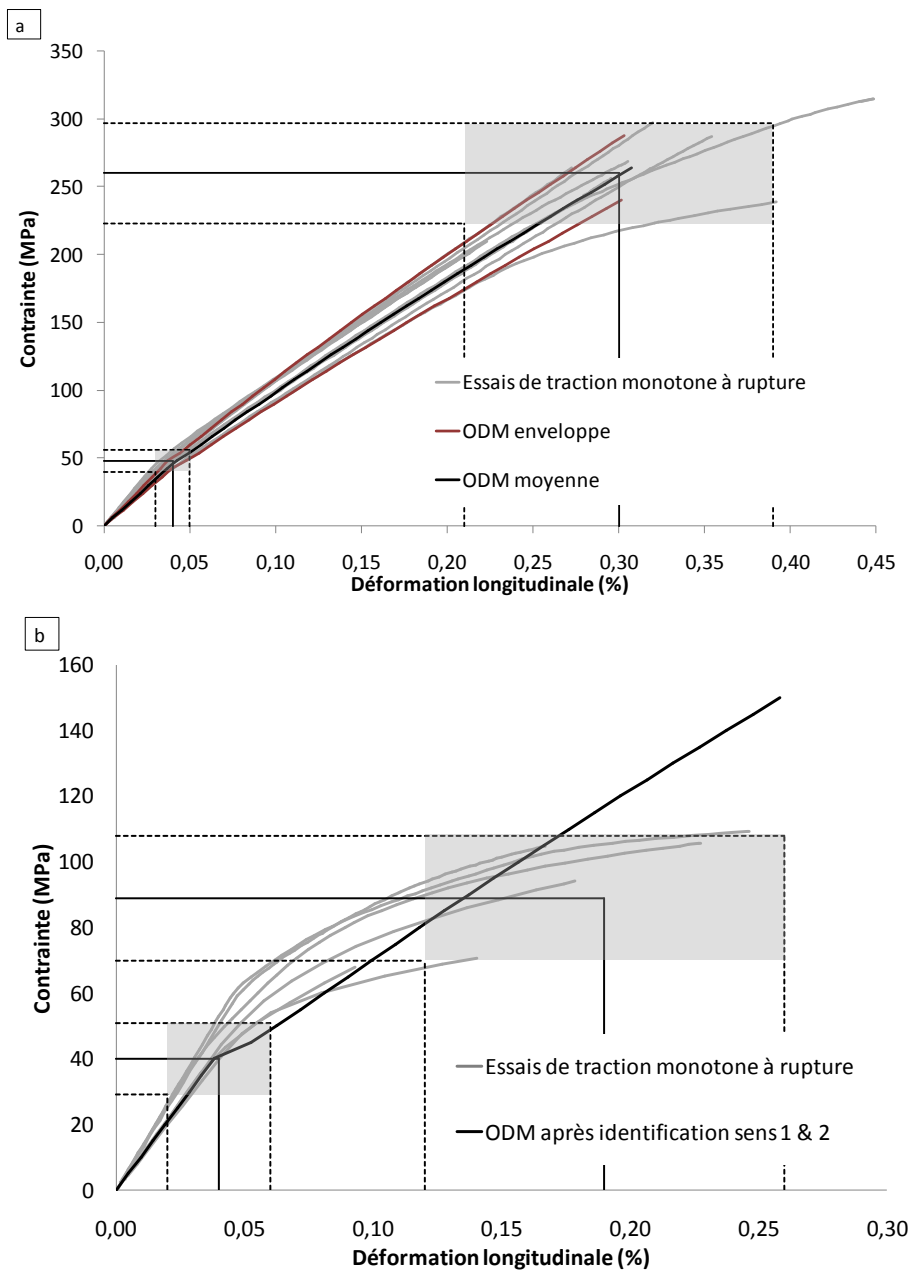


Figure 128 a. Identification des paramètres dans la direction 0°. b. Simulation d'un essai de traction dans la direction ±45° après identification des paramètres dans les directions 0° et 90° : mauvaise corrélation entre les résultats expérimentaux et la simulation.

Afin de déterminer les paramètres du modèle permettant de reproduire à la fois le comportement dans la direction des renforts et le comportement dans la direction ±45°, il a été nécessaire de trouver un compromis. La convexité des courbes de comportement à ±45° ne peut en effet être obtenue qu'avec des paramètres p_1^c et p_2^c supérieurs à 1, alors que, comme cela a été précisé, ces paramètres doivent être inférieurs à 1 pour reproduire le comportement dans la direction des axes du renfort. Il a ainsi été nécessaire de fixer des valeurs légèrement supérieures à 1 (et d'identifier les autres paramètres du modèle) afin que les simulations soient satisfaisantes, bien qu'imparfaites, pour les différents cas de sollicitation. Lorsqu'un paramètre est modifié, il est important de vérifier que les simulations correspondent bien aux différents essais disponibles et il est ainsi nécessaire de simuler plusieurs cas de sollicitation (0°, ±45°, traction incrémentale) pour s'assurer de la pertinence du jeu de paramètres.

Les courbes de comportement ainsi obtenues dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$ sont présentées, respectivement, en Figure 129.a et Figure 129.b :

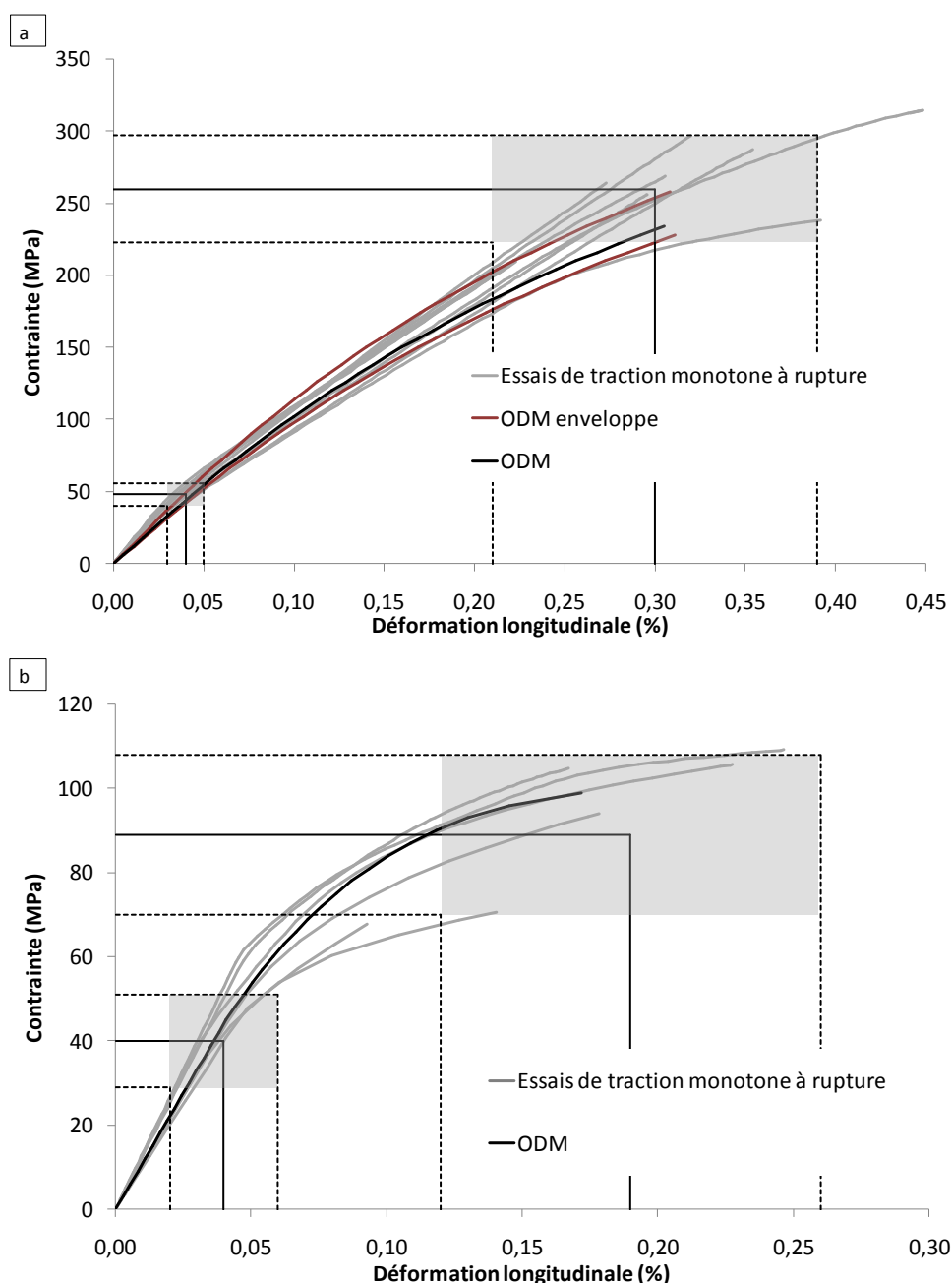


Figure 129 Ajustement des paramètres du modèle pour que les simulations soient satisfaisantes dans les directions a. 0° et b. $\pm 45^\circ$.

Une autre solution permettant d'obtenir des simulations reproduisant de manière plus précise le comportement du matériau dans différentes directions de sollicitation aurait été de disposer d'une fonction cinétique d'endommagement faisant apparaître deux cinétiques : l'une pour la composante normale et l'autre pour la composante tangentielle. Cela complexifie néanmoins à la fois le code et l'identification des paramètres du modèle, ce qui est contraire à la vocation de ce modèle simplifié.

Par ailleurs, bien que les déformations transversales n'aient pas été représentées ici (par soucis de lisibilité des courbes), il est important de s'assurer de la bonne corrélation entre les déformations transversales expérimentales et celles obtenues par simulation.

Le jeu de coefficients identifié pour le matériau à renfort bidimensionnel est présenté dans le Tableau 17 :

$E_1(\text{moyen})$ $E_2(\text{moyen})$	110 GPa 115 GPa
G_{12} $G_{13} = G_{23}$	46 GPa 30 GPa
ν_{12}	0,08
d_1^c d_2^c	2,0 2,0
y_1^c y_2^c	8,0 8,0
p_1^c p_2^c	1,2 1,2
$\chi_1 = \chi_2$	0,55
ε_1^{se} ε_2^{se} ε_6^{se}	0,04 % 0,04 % 0,07 %
h_{66}^{1mt}	3,0

Tableau 17 Paramètres du modèle identifiés pour le CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel.

4.2. Identification du modèle sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel

Les résultats obtenus sur le CMC Nextel™610/alumine à renfort tridimensionnel étant très dispersés, l'identification du modèle a été réalisée de manière à disposer d'une courbe moyenne et de deux courbes « enveloppant » les résultats expérimentaux, tel que présenté en Figure 130, comme dans le cas du CMC à renfort bidimensionnel.

Aucun essai n'ayant été réalisé dans la direction trame, l'identification du modèle a consisté, dans un premier temps, à identifier les paramètres du modèle dans la direction chaîne puis, dans un second temps, à identifier les paramètres du modèle intervenant dans les termes de cisaillement 12, à partir des essais dans la direction $\pm 45^\circ$.

Les paramètres du modèles dans la direction trame ont été fixés à partir des paramètres obtenus dans la direction chaîne, en émettant certaines hypothèses :

- le rapport chaîne/trame a été utilisé pour déterminer le module de Young dans la direction chaîne ($E_2 = \frac{7,5}{8} E_1$),
- le coefficient χ_2 est supposé égal à χ_1 ,
- les cinétiques d'endommagement sont supposées identiques dans les deux directions ($d_1^c = d_2^c, y_1^c = y_2^c, p_1^c = p_2^c$).

Dans la direction chaîne, des paramètres permettant d'approcher au mieux les trois courbes (moyenne et enveloppe) ont été identifiés. De telles courbes sont présentées en Figure 130. Le

paramètre χ_1 , qui permet de modéliser les déformations résiduelles, a été identifié à partir d'un essai de traction incrémentale.

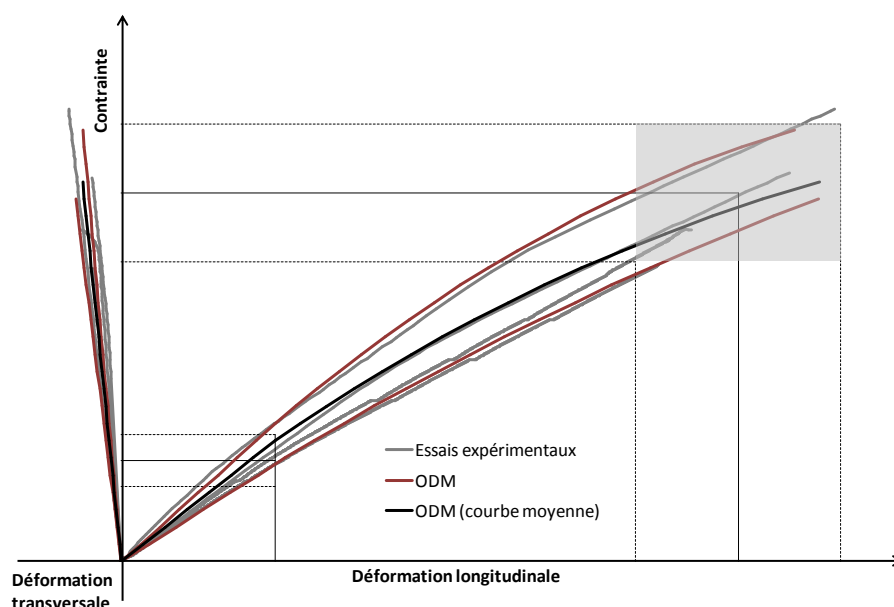


Figure 130 Identification des paramètres ODM : courbe moyenne et enveloppes. Des jeux de paramètres différents ont été utilisés pour chacune des courbes du modèle.

Les résultats obtenus avec le modèle, pour des sollicitations planes dans la direction chaîne, semblent satisfaisants. Néanmoins, pour que le modèle soit vraiment efficace, il semble important de pouvoir décrire le comportement de différentes éprouvettes en ne modifiant que le module initial. Les différents paramètres du modèle ont ainsi été ajustés afin qu'un seul jeu de paramètres permette, en ne modifiant que le module initial, de décrire la courbe moyenne et les deux courbes « enveloppes ».

Le matériau à renfort tridimensionnel présentant, comme celui à renfort bidimensionnel, une deuxième partie de courbe quasi-linéaire, il a été nécessaire, une fois de plus, de déterminer un jeu de paramètres permettant de reproduire le comportement mécanique du matériau pour des sollicitations dans les directions chaîne et $\pm 45^\circ$.

La courbe moyenne et les enveloppes, obtenues en ne modifiant que les modules initiaux, après identification des paramètres du modèle grâce à des essais dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$ sont présentées en Figure 131.a et Figure 131.b, respectivement. Comme pour l'identification des paramètres du modèle pour le matériau à renfort bidimensionnel, la valeur moyenne du module de Young identifiée par les essais de traction uniaxiale (dans la direction 1) a été utilisée pour simuler le comportement dans la direction $\pm 45^\circ$.

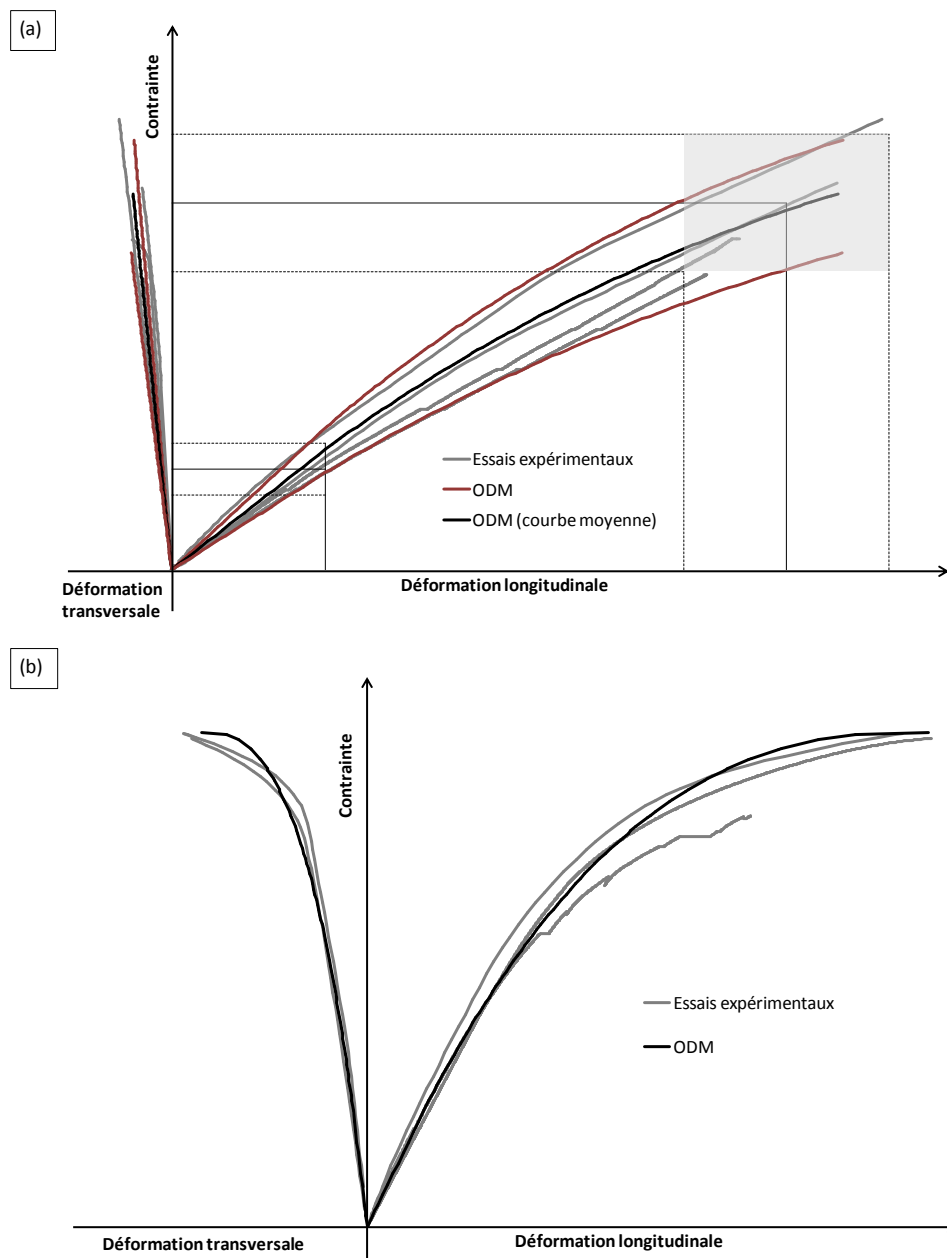


Figure 131 Ajustement des paramètres du modèle pour que les simulations soient satisfaisantes dans les directions a. 0° et b. ±45°.

Les paramètres du modèle identifiés pour le matériau à renfort bidimensionnel sont résumés en dans le Tableau 21 de l'annexe confidentielle.

5. CONCLUSION

Le modèle simplifié proposé dans cette thèse permet de modéliser le comportement mécanique des CMC Nextel™610/alumine à renforts bi- et tridimensionnels étudiés. La majorité des paramètres du modèle peut être identifiée à partir d'essais uniaxiaux dans les directions 0° et $\pm 45^\circ$, ces derniers permettant de déterminer les paramètres en cisaillement des matériaux. Les paramètres dans la direction 90° peuvent être approchés par ceux obtenus dans la direction 0° . Il semble néanmoins important de disposer d'essais uniaxiaux dans les directions 0° et 90° , les renforts tissés étant rarement symétriques, ainsi que dans la direction $\pm 45^\circ$.

Des essais hors-plan induisant des phénomènes de cisaillement, plus complexes que les essais uniaxiaux et plus délicats à mettre en œuvre et à analyser, permettraient de déterminer les paramètres du modèle relatif à un endommagement causé par une sollicitation hors-plan, ce qui est généralement le point faible des composites à renfort tissé. Ce type d'essai n'était pas disponible.

Bien que ce modèle ne permette pas de reproduire de manière précise le comportement mécanique des matériaux étudiés, il est suffisant dans la phase initiale de développement d'un matériau. Il est par ailleurs adapté à plusieurs types de matériau à condition que les mécanismes d'endommagement de ces matériaux soient tels que l'endommagement soit orienté par la microstructure.

Conclusion générale et perspectives

Le but de cette thèse, qui s'inscrit dans cadre du PRC Composites, était d'étudier et de modéliser le comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde.

Les composites étudiés sont des composites à matrice faible, la microporosité matricielle permettant de dissiper l'énergie associée à la propagation des fissures et de les dévier au niveau de l'interface fibre/matrice, ce qui permet d'accroître la résistance des composites. L'utilisation d'une matrice faible permet par ailleurs d'éviter d'avoir à introduire une interphase entre les fibres et la matrice, ce qui aurait pour conséquence à la fois de complexifier le procédé d'élaboration du CMC et d'en augmenter le coût. Le choix des renforts, de la matrice et de la microstructure de ces matériaux a été dicté par une étude bibliographique approfondie. Les taux volumiques de fibres et de matrice ainsi sélectionnés sont, respectivement, de 50 % et 25 % environ, la porosité dans la matrice seule s'élevant à 30-40 %. Les performances citées dans la littérature ont incité Herakles à considérer des CMC Nextel™610/alumine à renforts tissés comme des candidats potentiels pour une application aéronautique à des températures avoisinant 700-800°C. En effet, dans cette gamme de température, les fibres d'alumine Nextel™610 conservent leur haute résistance mécanique et la matrice, ne subissant aucune densification, conserve sa microstructure.

Cette thèse portait initialement sur un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel mais, le matériau étudié pendant cette thèse présentant une forte propension au délaminage, l'étude s'est ensuite orientée vers un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel. L'architecture d'un tel renfort confère en effet au matériau une meilleure résistance au délaminage. Le taux volumique de fibres préconisé (environ 50 %) est cependant plus difficile à atteindre. Les matériaux à renforts bi- et tridimensionnels ont été élaborés selon des procédés différents, mis au point, respectivement, par l'Onera et par Herakles. Dans les deux cas, l'introduction d'une poudre submicrométrique d'alumine dans le renfort est suivie de la densification partielle de cette dernière lors d'un traitement thermique à haute température (frittage).

La démarche a consisté, dans un premier temps, à étudier la microstructure des matériaux, puis, dans un second temps, à mettre en place une matrice d'essais et de caractérisation *post-mortem* afin d'obtenir les propriétés mécaniques élémentaires des matériaux, de comprendre les mécanismes d'endommagement et enfin de proposer un modèle d'endommagement simplifié. Ces deux derniers points font défaut dans la littérature.

Lors de la phase de développement d'un matériau, il est important de s'assurer de la qualité des plaques et des éprouvettes avant de les soumettre à une sollicitation mécanique. Ainsi, une étude de la microstructure des matériaux après élaboration, grâce notamment à de la porosimétrie, des observations au MEB, et, dans le cas du matériau à renfort bidimensionnel, l'analyse par tomographie X et le recours à d'autres techniques de CND, a mis en évidence, d'une part, l'hétérogénéité des matériaux à l'échelle des plaques, ainsi qu'à l'échelle d'une même éprouvette, et, d'autre part, la présence d'endommagement. Ces défauts initiaux sont principalement des macropores inter-plis ou intra-plis ainsi que des fissures matricielles dues au retrait de frittage. En combinant, plusieurs techniques, notamment la porosimétrie, la tomographie X et la thermographie IR, il apparaît possible de reconstruire la microstructure des composites et connaître la localisation et la distribution en taille des pores. La porosimétrie a permis de distinguer deux catégories de porosité : la microporosité matricielle (pores de moins de 0,1 μm de diamètre) et la macroporosit  (pores de plus de 0,1 μm de diamètre). Cette dernière est constitu e de « petits » macropores intra-plis, et de « grands » macropores inter-plis, qui constituent   eux seuls pr s de 65 % du taux de macroporosit  d tect  par tomographie X.

Les r sultats pr sent s dans cette th se ont montr  que le choix de la thermographie IR et de la tomographie X  tait pertinent pour la d tection de d fauts. La thermographie IR pr sente notamment l'avantage d' tre une m thode rapide et facile   mettre en  uvre. Elle permet de d tecter la porosit , notamment les d laminages, mais ne permet pas de la localiser dans l' paisseur

du matériau. Ainsi, bien que les défauts ne puissent être localisés de manière très précise, cette méthode permet de s'assurer de la qualité des plaques élaborées et il est pertinent d'y avoir recours.

La méthode de scans ultrasonores est également adaptée à ces matériaux pour la détection de défauts initiaux, mais les durées d'essais sont bien plus longues que celles nécessaires à la thermographie IR. Les résultats obtenus par ces deux méthodes étant similaires, le recours à la thermographie IR s'avère être le choix le plus pertinent.

Quant à la tomographie X, l'exploitation des données par la méthode développée à l'Onera dans le cadre du PRC Composites permet de localiser les défauts et de renseigner, avec précision, la distribution de la macroporosité, mais ne permet pas de détecter la microporosité. La tomographie X et la porosimétrie par intrusion de mercure apparaissent donc comme complémentaires. La tomographie X présente par ailleurs l'inconvénient, outre des temps d'acquisition élevés lorsque l'on souhaite obtenir des images de résolution satisfaisante (10 μm), d'être onéreuse.

De manière générale, il est important de combiner plusieurs de ces méthodes de contrôle santé et de s'assurer de la bonne corrélation entre les résultats obtenus.

Une fois la microstructure des matériaux étudiée après élaboration, des essais de traction, de cisaillement interlaminaire et, dans le cas du matériau à renfort bidimensionnel, des essais de compression, ont été réalisés afin de déterminer les propriétés élémentaires des matériaux.

Les propriétés à rupture, *i.e.* les contraintes et déformations à rupture, ainsi que le module de Young du matériau à renfort bidimensionnel développé à l'Onera sont supérieures à celles des matériaux à renforts bidimensionnels décrits dans la littérature. Les seuils d'endommagement, non communiqués mais déductibles des courbes de comportement, paraissent équivalents. Les essais mécaniques ont par ailleurs permis de montrer que, pour des sollicitations en traction, les propriétés mécaniques à rupture du matériau à renfort tridimensionnel étudié dans cette thèse étaient inférieures à celles du matériau à renfort bidimensionnel, les modules de Young étant similaires. Dans les deux cas, les résultats étaient dispersés. Cela peut s'expliquer par l'hétérogénéité microstructurale des matériaux.

Par ailleurs, afin d'extraire le maximum d'informations des essais de caractérisation mécanique, ces derniers ont été richement instrumentés. Les essais ont mis en évidence la nécessité d'associer plusieurs méthodes d'extensométrie : des problèmes de glissement de l'extensomètre à couteaux étant survenus, il est important de disposer, en plus, de mesures par CIN. La déformation des CMC étant très faible, le recours à au moins deux méthodes d'extensométrie paraît indispensable, afin de s'assurer de la fiabilité des mesures. Un extensomètre à couteaux, plus fiable que la CIN pour de très faibles déformations, peut par exemple permettre de vérifier la pertinence des mesures faites par CIN dans le domaine élastique, tandis que la CIN est plus fiable une fois que le matériau s'endommage.

L'étude des mécanismes d'endommagement des matériaux sollicités en traction (et en compression dans le cas du matériau à renfort bidimensionnel) a été possible à partir d'observations au MEB sur des éprouvettes sollicitées à différents niveaux de contrainte et grâce à des essais de traction *in situ* dans un MEB. Plusieurs méthodes de suivi d'endommagement ont par ailleurs été mises en place afin, notamment, de déterminer le seuil d'endommagement du matériau. Les observations sur chants d'éprouvettes, à l'aide d'un microscope optique, constituaient la méthode la plus simple. Du fait de la faible profondeur de champ des microscopes optiques, insuffisante pour la topologie des matériaux étudiés, cette méthode de suivi d'endommagement s'est finalement avérée peu adaptée aux CMC oxyde/oxyde et il ne paraît pas nécessaire d'y avoir recours à l'avenir. Les deux autres méthodes utilisées sont la thermographie IR et l'émission acoustique. La méthode de thermographie IR utilisée n'a permis de détecter l'endommagement des matériaux que très tard, à une contrainte proche de la contrainte à rupture. Quant aux signaux acoustiques enregistrés, il n'a pas été possible de les corrélérer aux courbes de comportement. Ces deux méthodes de suivi d'endommagement, bien qu'inefficaces telles qu'elles ont été utilisées dans le cadre de cette thèse, constituent néanmoins des techniques qu'il semble intéressant d'adapter au cas des matériaux

oxyde/oxyde. Dans le cas de l'émission acoustique, il faudrait notamment déterminer les paramètres d'acquisition optimaux permettant de détecter les différents endommagements, tel que cela a été fait dans d'autres laboratoires, dans le cadre d'études spécifiques sur l'émission acoustique appliquée au cas sur des oxyde/oxyde et sur d'autres types de CMC, tels que des SiC/SiC, par exemple.

Les techniques de suivi d'endommagement citées n'ayant pas permis de déterminer le seuil d'endommagement des matériaux, ce dernier a été défini à partir des courbes de comportement. Le seuil d'endommagement constitue un paramètre critique dans le développement des matériaux. Dans le cas de matériaux sujets à l'oxydation, il est important de déterminer le seuil d'apparition des premières fissures car elles favorisent la pénétration de l'oxygène au sein du matériau, ce qui, à certaines températures, détériore les constituants du composite et, par conséquent, dégrade ses propriétés mécaniques. Néanmoins, dans le cas de CMC oxyde/oxyde, ce problème ne se pose pas. Il reste néanmoins primordial de connaître le seuil d'endommagement des matériaux. En effet, afin d'assurer la durée de vie des pièces, il est courant de les dimensionner de sorte que le seuil d'endommagement ne soit pas dépassé.

Les essais de caractérisation mécanique ont par ailleurs permis de proposer un scénario d'endommagement pour chacun des matériaux étudiés, pour chaque type de sollicitation, à partir d'observations *post mortem* au MEB. Les matériaux présentant des microstructures différentes, leurs mécanismes d'endommagement sont par conséquent très différents. Ces observations ont permis d'identifier les défauts initiaux les plus nocifs pour les matériaux. Dans le cas du CMC à renfort bidimensionnel, il s'agissait des macropores inter-plis, qui favorisent le délaminage (les « grands » macropores). Dans le cas du CMC à renfort tridimensionnel, les nombreuses fissures matricielles dues au retrait de frittage, associées à la forte cohésion entre les fibres et la matrice, restreignent le phénomène de déviation de fissure, ce qui mène à une rupture fragile du matériau.

La méthode d'essais de traction *in situ* dans un MEB mise en place au cours de cette thèse a, par ailleurs, apporté des informations supplémentaires sur les mécanismes d'endommagement, en particulier concernant la chronologie et l'évolution de l'endommagement. L'observation des éprouvettes sous charge permet en effet de s'affranchir du problème de fermeture des fissures lors du retour à contrainte nulle présent sur les éprouvettes observées *post mortem*. Cette technique présente néanmoins l'inconvénient de n'être applicable qu'à des éprouvettes de petites dimensions, qui ne sont pas toujours représentatives du matériau, et de ne fournir que des informations de surface, *i.e.* dans un état de contrainte plane et sans pouvoir fournir d'information sur ce qu'il se passe au cœur du matériau. Il serait ainsi intéressant de pouvoir réaliser, en plus des essais *in situ* dans un MEB, des essais *in situ* dans un tomographe. La résolution serait moindre mais on disposerait d'informations « macroscopiques » et, surtout, tridimensionnelles, telles que des délaminages internes. Il serait particulièrement intéressant d'instrumenter des essais *in situ* dans un MEB et dans un tomographe par des capteurs d'émission acoustique afin de corréler les signaux acoustiques aux mécanismes d'endommagement déterminés à partir d'observations au MEB, ce qui permettrait de suivre précisément l'endommagement tout au long d'un essai et pourrait s'avérer très instructif pour des cas de chargement complexes. Les temps d'acquisition de la tomographie étant très longs, il faudrait se concentrer sur une partie de la zone utile des éprouvettes et choisir la résolution minimale permettant de détecter des délaminages, afin de réduire les temps d'acquisition. Les différents essais *in situ* permettraient alors de déterminer précisément les différents mécanismes d'endommagement des matériaux, ainsi que leur chronologie, et de les associer aux signaux acoustiques correspondants.

L'étude des mécanismes d'endommagement des matériaux a finalement permis de proposer un modèle d'endommagement. Ce modèle, fondé sur les modèles d'endommagement développés à l'Onera depuis une vingtaine d'années, a été simplifié afin d'être identifiable à partir d'un minimum d'essais et facilement utilisable par des chercheurs non spécialistes des modèles d'endommagement.

Les paramètres du modèle ont été identifiés à partir des résultats d'essais des deux matériaux étudiés. Les propriétés hors-plan ne peuvent être identifiées à partir de ces essais. Bien que les paramètres du modèle à identifier soient nombreux, ils peuvent être déterminés à partir d'un minimum d'essais. Lorsque peu de matière est disponible, il est important de choisir judicieusement les essais expérimentaux afin de déterminer le maximum de paramètres à partir d'un minimum d'essais. Il est nécessaire de réaliser, au minimum, des essais uniaxiaux dans les directions 0°, 90° et $\pm 45^\circ$ ainsi que des essais permettant de déterminer les propriétés hors-plan du matériau.

Ce modèle tridimensionnel, lorsqu'il sera implémenté dans un code de calcul par éléments finis, permettra de réaliser du calcul de structures et ainsi de poursuivre le développement des matériaux étudiés, mais également d'autres matériaux qui présenteraient des mécanismes d'endommagement similaires à ceux des CMC étudiés dans cette thèse ; il sera notamment possible de dimensionner des éprouvettes, ce qui représente un gain non négligeable de matière et de temps. Ce modèle permettra également, via des calculs par éléments finis, d'analyser des essais non homogènes tels que, par exemple, des essais de flexion, des essais de traction ou compression sur éprouvettes perforées ou entaillées.

Enfin, les résultats expérimentaux permettent de proposer des pistes d'amélioration des matériaux étudiés.

Dans le cas du matériau à renfort bidimensionnel, il est important de réduire le nombre de macropores inter-plis, qui favorisent le délaminage et sont donc nocifs. Pour un procédé de pressage, une solution consisterait à ne pas sécher les plis avant de les empiler puis de les imbiber d'eau, comme c'est le cas aujourd'hui. Empiler les plis imprégnés de suspension puis les presser permettrait une meilleure mobilité de la poudre d'alumine lors du pressage, ce qui limiterait les macropores interlaminaires. Ceci ne limitera probablement pas les macropores intra-plis, qui ne semblent pas nocifs pour le matériau. En effet, bien que ces macropores de « petites » dimensions (macropores essentiellement intra-plis) favorisent l'apparition de fissures, ils permettent aussi, par conséquent, de dissiper de l'énergie et d'assouplir le matériau. L'empilement des plis imprégnés de suspension nécessite néanmoins de contrôler la quantité de suspension appliquée sur chacun des plis, ce qui paraît difficile avec le procédé manuel d'imprégnation utilisé. Une mécanisation de ce procédé permettrait de contrôler la quantité de suspension imprégnée sur chacun des plis et d'en homogénéiser la répartition. Le procédé d'imprégnation par pressage reste néanmoins plus avantageux que le procédé par APS, ce dernier ne permettant pas d'atteindre le taux volumique de fibres souhaité (de l'ordre de 50 %).

Dans le cas du matériau à renfort tridimensionnel, il faudrait augmenter le taux de porosité matricielle afin que celui-ci soit dans la gamme de 30-40 % préconisée par plusieurs auteurs. Cela permettra de dévier les fissures matricielles au niveau des interfaces entre les fibres et la matrice. Il pourrait également être intéressant de diminuer la cohésion entre les fibres et la matrice. Peu de décohésion fibre/matrice a en effet été observée, ce qui va à l'encontre du principe des CMC à interface faible. L'optimisation des paramètres de frittage permettrait d'augmenter le taux de porosité matricielle et de diminuer la cohésion fibre/matrice, ces deux caractéristiques étant intimement liées. Il est néanmoins difficile de savoir s'il est plus avantageux d'augmenter le taux de microporosité ou de diminuer la cohésion entre les fibres et la matrice.

Une fois le procédé d'élaboration optimal déterminé, c'est-à-dire permettant d'obtenir la microstructure souhaitée, il conviendra d'approfondir l'étude du comportement mécanique des matériaux oxyde/oxyde. Cela implique de mener des campagnes de caractérisation mécanique des matériaux dans des environnements proches des conditions d'utilisation, *i.e.* riches en vapeur d'eau et à des températures avoisinant 700-800°C, sur des matériaux en sortie d'élaboration ainsi que sur des matériaux vieillissés en température et sous vapeur d'eau. Le choix des températures et taux d'humidité à appliquer, qu'il s'agisse de vieillissement ou de conditions d'essais, dépendra de l'environnement auquel le matériau sera soumis et devra donc être déterminé de manière ciblée.

D'après les résultats disponibles dans la littérature, les propriétés mécaniques des CMC oxyde/oxyde soumis à des températures inférieures à 900°C sont identiques à celles mesurées à

température ambiante. Pour des températures supérieures, des phénomènes tels que l'accroissement du niveau de frittage apparaissent, ce qui a pour effet de densifier la matrice (dont le taux de microporosité diminue), d'augmenter la cohésion entre les fibres et la matrice et, pour des températures supérieures à 1100°C, de dégrader les propriétés des fibres. Ces phénomènes modifient les mécanismes d'endommagement des matériaux et dégradent leurs propriétés mécaniques. Quant à l'effet de la vapeur d'eau sur le comportement mécanique des matériaux, elle semble être néfaste, qu'il s'agisse de vieillissement ou de condition d'essai. Cela est surprenant compte tenu du fait que les matériaux sont déjà oxydés. Il est donc indispensable, pour chaque type de sollicitation, *i.e.* sur matériaux vieillis ou non, pour des essais réalisés à température ambiante, à haute température et/ou sous vapeur d'eau, d'étudier les mécanismes d'endommagement du matériau. Cela permet, d'une part, de contrôler l'influence de l'environnement d'essais sur les mécanismes d'endommagement et, d'autre part, de s'assurer de la pertinence du modèle d'endommagement choisi.

Concernant le choix des essais de caractérisation mécanique, il est indispensable de réaliser, au minimum, des essais de traction, de compression et de cisaillement interlaminaire. La tenue au cisaillement interlaminaire est en effet un paramètre critique quand il s'agit de composites à renforts tissés. Afin d'identifier les paramètres du modèle d'endommagement, il est souhaitable de réaliser, en plus des essais élémentaires précédemment cités, des essais permettant de déterminer les propriétés hors-plan des matériaux (tels que des essais de torsion, par exemple). Une fois le matériau optimisé, il est nécessaire de réaliser des essais de caractérisation mécanique plus complexes (*e.g.* essais non homogènes, essais de fluage et de fatigue) et d'avoir recours à un modèle d'endommagement plus complet, tel que, par exemple, le modèle d'endommagement de l'Onera avec trois variables d'endommagement et prenant en compte l'endommagement du renfort. Une fois de plus, le type de sollicitation dépendra de l'application visée. Pour une tuyère d'échappement, par exemple, soumise, d'un point de vue mécanique, à des écoulements exerçant une pression sur la paroi, et, d'un point de vue thermique, à un gradient de température, il serait pertinent de simuler des essais combinant compression hors-plan et cisaillement interlaminaire (effets du fluide), ainsi qu'un gradient thermique dans l'épaisseur (voire, aussi, dans la longueur). Pour une telle pièce, potentiellement soumise à des chocs, la résistance à l'impact est également un paramètre dont il est important de tenir compte.

Une fois le matériau optimal déterminé pour une application visée, il faudra, à plus long terme, concevoir un prototype, le soumettre à des essais sur banc et, finalement, à des essais en vol, afin de le certifier.

Enfin, pour conclure, les deux matériaux étudiés semblent dignes d'intérêt pour des applications aéronautiques et le choix du renfort dépendra principalement de l'application visée. D'une façon générale, les travaux menés au cours de cette thèse ont permis de confirmer que l'intérêt porté, notamment aux États-Unis et en Allemagne, aux CMC oxyde/oxyde, au coût d'élaboration réduit, est pleinement justifié et que ces matériaux devraient s'imposer, à condition de pouvoir maîtriser, au plan industriel, leur microstructure, paramètre essentiel qui pilote leur comportement mécanique.

Annexe : Généralités sur la thermodynamique

Cette annexe permet de comprendre le lien entre la thermodynamique et la mécanique des milieux continus [67].

Considérons une partie Ω_A d'un solide Ω . Le volume Ω_A est soumis à des forces volumiques $\vec{f}_v$ et reçoit une densité volumique de chaleur r . La frontière de l'élément Ω_A , notée $\partial\Omega_A$, de normale unitaire $\vec{n}$, entre cette partie et le solide complet Ω , est soumise à un vecteur contrainte $\vec{t} = \underline{\sigma} \cdot \vec{n}$ (qui correspond aux actions mécaniques de Ω sur Ω_A) et est soumise à un flux de chaleur $\vec{q}$ (échanges thermiques par conduction entre Ω et Ω_A), tel que représenté en Figure 132 [67].

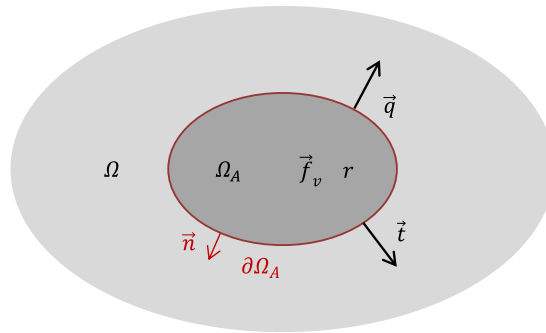


Figure 132 Représentation des sollicitations thermodynamiques appliquées à un solide Ω_A (d'après [67])

Les lois de conservation suivantes s'appliquent alors à Ω_A :

- Loi de conservation de la quantité de mouvement :

$$\frac{d}{dt} \int_{\Omega_A} \rho \vec{u} dV = \int_{\partial\Omega_A} \vec{t} dA + \int_{\Omega_A} \vec{f}_v dV \quad \text{Équation 94}$$

où ρ est la masse volumique du solide et $\vec{u}$ sa vitesse.

- Loi de conservation de la masse :

$$\frac{d}{dt} \int_{\Omega_A} \rho dV = 0 \quad \text{Équation 95}$$

- Loi de conservation de l'énergie, premier principe de la thermodynamique :

$$\frac{dE}{dt} + \frac{dK}{dt} = P_e + Q \quad \text{Équation 96}$$

où E est l'énergie interne du solide, K son énergie cinétique, P_e la puissance des efforts mécaniques et Q le taux de chaleur reçu. Les différents termes intervenant dans l'expression du premier principe de la thermodynamique peuvent être calculés à partir des équations suivantes :

- Variation d'énergie interne E :

$$\frac{dE}{dt} = \frac{d}{dt} \int_{\Omega_A} \rho e dV \quad \text{Équation 97}$$

où e est l'énergie interne spécifique du matériau ;

- Variation d'énergie cinétique K : à partir de l'équation de conservation de la masse (Équation 95), en définissant l'accélération $\vec{\gamma}$ telle que :

$$\vec{\gamma} = \frac{d\vec{u}}{dt} \quad \text{Équation 98}$$

il vient :

$$\frac{dK}{dt} = \frac{d}{dt} \int_{\Omega_A} \frac{1}{2} \rho \vec{u} \cdot \vec{u} dV = \int_{\Omega_A} (\rho \vec{\gamma}) \cdot \vec{u} dV \quad \text{Équation 99}$$

- La puissance des efforts mécaniques P_e : en utilisant les équations de conservation de la quantité de mouvement (Équation 94) et de la masse (Équation 95) ainsi que le théorème de la divergence, on a :

$$P_e = \int_{\partial\Omega_A} \vec{t} \cdot \vec{u} dA + \int_{\Omega_A} \vec{f}_v \cdot \vec{u} dV = \int_{\Omega_A} (\rho \vec{\gamma}) \cdot \vec{u} dV + \int_{\Omega_A} \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} dV \quad \text{Équation 100}$$

- Le taux de chaleur reçu Q : en utilisant le théorème de la divergence, il vient :

$$Q = \int_{\partial\Omega_A} -\vec{q} \cdot \vec{n} dA + \int_{\Omega_A} r dV = - \int_{\Omega_A} \text{div}(\vec{q}) dV + \int_{\Omega_A} r dV \quad \text{Équation 101}$$

Finalement, à partir du premier principe de la thermodynamique (Équation 96) et de l'ensemble des équations décrites (Équation 94 - Équation 101), qui doivent être vérifiées en tout point du solide Ω_A , on obtient l'expression de la variation de densité d'énergie interne du matériau en fonction de sa vitesse de déformation $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$, des contraintes associées $\underline{\underline{\sigma}}$, du flux de chaleur reçu $\vec{q}$ et de la densité de chaleur r :

$$\rho \dot{e} = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} + r - \text{div}(\vec{q}) \quad \text{Équation 102}$$

Par ailleurs, le deuxième principe de la thermodynamique stipule que la vitesse de variation de l'entropie S est toujours supérieure ou égale au taux de chaleur reçu divisé par la température. Ainsi, en introduisant la température T , le deuxième principe permet d'écrire :

$$\frac{dS}{dt} \geq \int_{\Omega_A} \frac{r}{T} dV - \int_{\partial\Omega_A} \frac{\vec{q} \cdot \vec{n}}{T} dA \quad \text{Équation 103}$$

En introduisant l'entropie spécifique S définie par :

$$S = \int_{\Omega_A} \rho s dV \quad \text{Équation 104}$$

il vient :

$$\int_{\Omega_A} \left(\rho \frac{ds}{dt} + \text{div} \left(\frac{\vec{q}}{T} \right) - \frac{r}{T} \right) dV \geq 0 \quad \text{Équation 105}$$

En multipliant cette dernière expression par T , en introduisant l'expression de r issue du premier principe (Équation 102) et en remarquant que :

$$\operatorname{div}\left(\frac{\vec{q}}{T}\right) = \frac{\operatorname{div} \vec{q}}{T} - \frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad}}(T)}{T^2}$$
Équation 106

il vient :

$$\underline{\sigma} : \underline{\dot{\varepsilon}} + \rho(T\dot{s} - \dot{e}) - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\operatorname{grad}}(T)}{T} \geq 0$$
Équation 107

En introduisant l'énergie libre spécifique du matériau Ψ définie par :

$$\Psi = e - Ts$$
Équation 108

on obtient l'inégalité de Clausius-Duhem :

$$\underline{\sigma} : \underline{\dot{\varepsilon}} - \rho(\dot{\Psi} + s\dot{T}) - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\operatorname{grad}}(T)}{T} \geq 0$$
Équation 109

Lorsque cette inégalité est vérifiée, le modèle est cohérent d'un point thermodynamique. Pour vérifier cette inégalité, il est d'abord nécessaire de définir le potentiel thermodynamique Ψ .

Références bibliographiques

- 1 Ohnabe H, Masaki S, Onozuka M, Miyahara K, Sasa T. Potential application of ceramic matrix composites to aero-engine components. *Composites Part A*. 1999;30:489-496.
- 2 Ruggles-Wrenn MB, Mall S, Eber CA, Harlan LB. Effects of steam environment on high-temperature mechanical behavior of Nextel™720/alumina (N720/A) continuous fiber ceramic composite. *Composites Part A*. 2006;37:2029-2040.
- 3 Ruggles-Wrenn MB, Radzicki AT, Baek SS, Keller KA. Effect of loading rate on the monotonic tensile behavior and tensile strength of an oxide-oxide ceramic composite at 1200°C. *Materials Science and Engineering A*. 2008;492:88-94.
- 4 Ruggles-Wrenn MB, Siegert GT, Baek SS. Creep behavior of Nextel™720/alumina ceramic composite with $\pm 45^\circ$ fiber orientation at 1200°C. *Composites Science and Technology*. 2008;68:1588-1595.
- 5 Eaton HE, Linsey GD, Sun EY, More KL, Kimmel JB, Price JR, Miriyala N. EBC Protection of SiC/SiC composites in the gas turbine combustion environment - Continuing evaluation and refurbishment considerations. In: *ASME TURBOEXPO 2001*; 2001; New Orleans, Louisiana, USA.
- 6 Simon RA. Progress in processing and performance of porous-matrix oxide-oxide composites. *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 2005;2:141-149.
- 7 Keller KA, Jefferson G, Kerans RJ. Oxide-Oxide composites. In: *Handbook of Ceramic Composites*. N.P. Bansal; 2005. p. 377-421.
- 8 DiCarlo JA, Yun HM. Non-oxide (Silicon Carbide) Fibers. In: *Handbook of Ceramic Composites*. N.P. Bansal; 2005. p. 33-52.
- 9 Ruggles-Wrenn MB, Laffey PD. Creep behavior in interlaminar shear of Nextel™720/alumina ceramic composite at elevated temperature in air and in steam. *Composites Science and Technology*. 2008;68:2260-2266.
- 10 Koch D, Tushtev K, Grathwohl G. Ceramic fiber composites: Experimental analysis and modeling of mechanical properties. *Composites Science and Technology*. 2008;68:1165-1172.
- 11 Jurf RA, Butner SC. Advances in Oxide-Oxide CMC. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*. 2000;122:202-205.
- 12 Lev LC, Argon AS. Oxide-fiber-oxide-matrix composites. *Materials Science and Engineering A*. 1995;195:251-261.
- 13 Carelli EAV, Fujita H, Yang JY, Zok FW. Effects of thermal aging on the mechanical properties of a porous-matrix ceramic composite. *Journal of the American Ceramic Society*. 2002;85:595-602.
- 14 Jackson PR, Ruggles-Wrenn MB, Baek SS, Keller KA. Compressive creep behavior of an oxide-oxide ceramic composite with monazite fiber coating at elevated temperatures. *Materials Science and Engineering A*. 2007;454-455:590-601.
- 15 Haslam JJ, Berroth KE, Lange FF. Processing and properties of an all-oxide composite with a porous matrix. *Journal of the European Ceramic Society*. 2000;20:607-618.
- 16 Heathcote JA, Gong XY, Yang JY, Ramamurty U, Zok FW. In-plane mechanical properties of an all-oxide ceramic composite. *Journal of the American Ceramic Society*. 1999;82:2721-2730.
- 17 Ruggles-Wrenn MB, Yeleser T, Fair GE, Davis JB. Effects of steam environment on creep behavior of Nextel™610/monazite/alumina composites at 1100°C. *Applied Composites Materials*. 2009;16:379-392.
- 18 Davis JB, Marshall DB, Morgan PED. Oxide composites of Al₂O₃ and LaPO₄. *Journal of the European Ceramic Society*. 1999;19:2421-2426.

- 19 Mattoni MA, Yang JY, Levi CG, Zok FW. Effects of matrix porosity on the mechanical properties of a porous-matrix, all-oxide ceramic composites. *Journal of the American Ceramic Society*. 2001;84:2594-2602.
- 20 Zok FW, Levi CG. Mechanical properties of porous-matrix ceramic composites. *Advanced Engineering Materials*. 2001;3:15-23.
- 21 Ruggles-Wrenn MB, Musil SS, Mall S, Keller, K.A. Creep behavior of Nextel™610/monazite/alumina composite at elevated temperatures. *Composites Science and Technology*. 2006;66:2089-2099.
- 22 Parlier M, Ritti MH. State of the art and perspectives for oxide/oxide composites. *Aerospace Science and Technology*. 2003;7:211-221.
- 23 Mehrman JM, Ruggles-Wrenn MB, Baek SS. Influence of hold times on the elevated-temperature fatigue behavior of an oxide–oxide ceramic composite in air and in steam environment. *Composites Science and Technology*. 2007;67:1425-1438.
- 24 Wilson DM, Visser LR. High performance oxide fibers for metal and ceramic composites. *Composites Part A*. 2001;32:1143-1153.
- 25 Levi CG, Yang JY, Dalgleish BJ, Zok FW, Evans AG. Processing and performance of an all-oxide ceramic composite. *Journal of the American Ceramic Society*. 1998;81:2077-2086.
- 26 Holmquist MG, Lange FF. Processing and properties of a porous oxide matrix composite reinforced with continuous oxide fibers. *Journal of the American Ceramic Society*. 2003;86:1733-1740.
- 27 Goldsby JC, Yun HM, Morscher GN, DiCarlo JA. Annealing effects on creep of polycrystalline alumina-based fibers. *Materials Science and Engineering A*. 1998;242:278-283.
- 28 Wilson DM. New high temperature oxide fibers. [Internet]. [cited 2013 Aug 13]. Available from: http://www.3m.com/market/industrial/ceramics/pdfs/New_High_Temp_Oxide_Fibers.pdf.
- 29 Schmücker M, Mechnich P. Microstructural coarsening of Nextel™ 610 fibers embedded in alumina-based matrices. *Journal of the American Ceramic Society*. 2008;91:1306-1308.
- 30 Radsick T, Saruhan B, Schneider H. Damage tolerant oxide/oxide fiber laminate composites. *Journal of the European Ceramic Society*. 2000;20:545-550.
- 31 Davis JB, Marshall DB, Morgan PED. Monazite-containing oxide/oxide composites. *Journal of the European Ceramic Society*. 2000;20:583-587.
- 32 Composites World. [Internet]. [cited 2014 Jan 03]. Available from: <http://www.compositesworld.com/articles/ceramic-matrix-composites-heat-up>.
- 33 Richter H, Bartsch M, Schmücker M. Microstructural modeling of WHIPOX® Oxide/Oxide CMC. In: *Proceedings of the 7th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites*; 2010; Bayreuth, Allemagne. p. 473-478.
- 34 DLR. [Internet]. [cited 2014 Jan 03]. Available from: http://www.dlr.de/wf/desktopdefault.aspx/tabid-2741/4140_read-6151/.
- 35 Kamino Y, Hirata Y, Kamata S. Preparation and mechanical properties of long alumina fiber/alumina matrix composites. *Materials Letters*. 1996;28:161-164.
- 36 Mall S, Ahn JM. Frequency effects on fatigue behavior of Nextel720/alumina at room temperature. *Journal of the European Ceramic Society*. 2008 2783-2789.
- 37 Ruggles-Wrenn MB, Szymczak NR. Effects of steam environment on compressive creep behavior of N720/alumina ceramic composite at 1200°C. *Composites Part A*. 2008;39:1829-1837.
- 38 3M. www.3m.com. [Internet]. [cited 2013 Aug 04]. Available from: http://www.3m.com/market/industrial/ceramics/pdfs/fabric_styles_properties_3.pdf.
- 39 Jamet J, Loubeau J, Demange D, inventors. Nouveaux composites alumine-alumine à rupture

- fortement dissipative et leur préparation. 1983. FR2526785.
- 40 Boher C. Thèse de l'INSA Toulouse "Etude expérimentale et modélisation de la diffusion gazeuse à travers des milieux poreux partiellement saturés en eau. Application aux Verres Vycor, géopolymères, et pâtes de ciment CEM V". 2012.
 - 41 Daian JF. Porométrie au mercure. Le modèle XDQ. 2007.
 - 42 Micromeritics. www.micromeritics.com. [Internet]. [cited 2013 Aug 04]. Available from: http://www.micromeritics.com/Repository/Files/AutoPore_IV_Series_Mercury_Porosimeters_Brochure.pdf.
 - 43 Thiery C, Gerstenmayer JL. Tomographie à rayons X. Techniques de l'Ingénieur. 2002.
 - 44 Carmona V. Thèse de l'INSA Lyon "Étude de l'endommagement de matériaux composites par tomographie X et émission acoustique". 2009.
 - 45 Balageas DL. Defense and illustration of time-resolved pulsed thermography for NDE. Quantitative InfraRed Thermography. 2012;9(1):3-32.
 - 46 Roche JM, Leroy FH, Balageas DL. Images of TSR coefficients: A simple way for a rapid and efficient detection of defects (article soumis). Materials Evaluation. 2013.
 - 47 Pan B, Qian K, Xie H, Asundi A. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review. Measurement Science and Technology. 2009;20(062001).
 - 48 Roget J. Emission acoustique. Techniques de l'Ingénieur. 1990.
 - 49 www.setaram.com. [Internet]. [cited 2014 Jan 14]. Available from: <http://www.setaram.com/files/documents/SETSYS-Evolution-A.pdf>.
 - 50 Steen M. Tensile mastercurve of ceramic matrix composites: significance and implications for modelling. Materials Science and Engineering A. 1998;A250:241-248.
 - 51 Tessier-Doyen N. Thèse de l'université de Limoges "Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles". 2003.
 - 52 Anné G, Hecht-Mijic S, Ruchter H, Van der Biest O, Vleugels J. Strength and residual stresses of functionally graded Al₂O₃/ZrO₂ discs prepared by electrophoretic deposition. Scripta Materialia. 2006;54:2053-2056.
 - 53 Jacquesson M, Girard A, Vidal-Sétif MH, Valle R. Tensile and fatigue behavior of Al-based metal matrix composites reinforced with continuous carbon or alumina fibers: Part I. Quasi-unidirectional composites. Metallurgical and Materials Transactions A. 2004 Octobre;35(10):3289-3305.
 - 54 Chang LS, Chuang TH, Wei WJ. Characterization of alumina ceramics by ultrasonic testing. Materials Characterization. 2000;45:221-226.
 - 55 Wang JC. Young's modulus of porous materials. Part 2: Young's modulus of porous alumina with changing pore structure. 1984;19:809-814.
 - 56 MathWorks. [Internet]. [cited 2014]. Available from: <http://www.mathworks.fr/fr/help/images/ref/watershed.html?searchHighlight=watershed>.
 - 57 MathWorks. [Internet]. [cited 2014]. Available from: <http://www.mathworks.fr/fr/help/stats/kmeans.html?searchHighlight=K+means>.
 - 58 MathWorks. [Internet]. Available from: <http://www.mathworks.fr/fr/help/images/ref/imerode.html?searchHighlight=erode>.
 - 59 Baste S. Inelastic behaviour of ceramic-matrix composites. Composites Science and Technology. 2001;61:2285-2297.
 - 60 Camus G, Guillaumat L, Baste S. Development of damage in a 2D woven C/SiC composite under mechanical loading: I. Mechanical characterization. Composites Science and Technology. 1996;56:1363-1372.
 - 61 Dassios KG, Aggelis DG, Kordatos EZ, Matikas TE. Cyclic loading of a SiC-fiber reinforced

- ceramic matrix composite reveals damage mechanisms and thermal residual stress state. *Composites: Part A*. 2013;44:105-113.
- 62 Mei H. Measurement and calculation of thermal residual stress in fiber reinforced ceramic matrix composites. *Composites Science and Technology*. 2008;68:3285-3292.
 - 63 Timoshenko SP, Goodier JN. *Theory of elasticity* (3rd edition). 1970 90-92.
 - 64 Southwell RV, Gough HJ. On the concentration of stress in the neighbourhood of a small spherical flaw; and on the propagation of fatigue fractures in "statistically isotropic" materials. *Philosophical Magazine* 1 (7th series). 1926 71-97.
 - 65 Courbon J. *Théorie des poutres*. *Techniques de l'Ingénieur*. 1980 2.
 - 66 Holmquist MG, Lange FF. Processing and properties of a porous oxide matrix composite reinforced with continuous oxide fibers. *Journal of the American Ceramic Society*. 2003;86(10):1733-1740.
 - 67 Fortunier R. <http://www.emse.fr/>. [Internet]. 2013 Available from: http://www.emse.fr/~fortunier/cours/Constitutive_Equations/poly.pdf.
 - 68 Marcin L. Thèse de doctorat de l'Université Bordeaux 1, "Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture de matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures". 2010.
 - 69 Hémon E. Thèse de doctorat de l'Université Bordeaux 1, "Modèles multi-niveaux de prévision des durées de vie en fatigue des structures composites à matrice céramique pour usage en turbomachines aéronautiques". 2013.
 - 70 Rakotoarisoa C. Thèse de doctorat de l'Université de Technologie de Compiègne "Prévision de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock". 2013.
 - 71 Wikipédia. [Internet]. 2013 Available from: http://fr.wikipedia.org/wiki/M%C3%A9canique_de_la_rupture.

Table des illustrations

Figure 1 Courbe de He et Hutchinson délimitant les domaines de rupture fragile et non fragile dans des CMC en fonction des modules de Young des fibres (E_f) et de la matrice (E_M) et du rapport des énergies de rupture des interfaces et de la fibre [10].	2
Figure 2 Vues en coupe (MEB) d'un composite Nextel™610/mullite à matrice poreuse. a. Microstructure homogène avec fissures dans les zones riches en matrice. b. Bonne infiltration de la matrice dans les torons de fibres. c. Arrangement régulier de fibres au sein d'un toron (6).	6
Figure 3 Schéma du principe des CMC à interphase faible.	7
Figure 4 Schéma du principe des CMC à matrice faible.	8
Figure 5 a. Fibres Nextel™610 dans une matrice microporeuse d'alumine (CMC Nextel™610/alumine élaboré à l'Onera). Les fibres ont une microstructure dense et uniforme. b. Vue en coupe d'une fibre Nextel™610. Les stries visibles en surface sont dues au polissage ionique.	11
Figure 6 Fibres Nextel™610 a. après élaboration et après traitement thermique à b. 1200°C, c. 1400°C, d. 1600°C.	12
Figure 7 Micrographie (MEB) d'un composite Nextel™610/monazite/alumine. On distingue les microfissures de la matrice dues au phénomène de retrait pendant l'élaboration du composite et le revêtement de monazite (en blanc) [17].	14
Figure 8 Tuyère de turboréacteur conçue par <i>COI Ceramics</i> pour <i>Boeing Research & Technology</i> [32].	15
Figure 9 Pièces en CMC WHIPOX® développés au DLR [34].	16
Figure 10 Densité (en %) de l'alumine et des composites alumine/alumine en fonction de la température de frittage (en °C), sous air et sous vide [35].	17
Figure 11 Courbes contrainte-déformation d'un composite alumine/alumine sollicité en flexion, pour des températures de frittage allant de 1000 à 1400°C, sous air [35].	17
Figure 12 Résistance à la flexion, à température ambiante, de composites alumine/alumine et alumine/BN/alumine, en fonction de la température de frittage a. sous air et b. sous vide [35].	18
Figure 13 Faciès de rupture de composites Nextel™610/alumine-mullite sollicités en traction dans la direction 0°/90°. On remarque notamment: a. Une extraction de fibres ainsi que b. et c. des résidus de matrice attachés à la surface des fibres [25].	20
Figure 14 Courbes contrainte-déformation de composites Nextel™610/mullite et Nextel™720/mullite obtenues dans différentes études [6] [25] [13].	20
Figure 15 Faciès de rupture de composites Nextel™610/alumine-mullite sollicités en traction dans la direction ± 45° : extraction de fibres a. Éprouvette non entaillée sur laquelle peu de fibres ont cédé. b. Éprouvette entaillée (diamètre trou/largeur de l'éprouvette = 0,25) sur laquelle une quantité importante de fibres a cédé [25].	21
Figure 16 Deux vues orthogonales d'éprouvettes de traction sollicitées dans la direction ±45°. Composite Nextel™610/alumine-mullite [20].	21
Figure 17 Courbes contrainte-déformation obtenues pour des sollicitations en traction et compression de composites Nextel™610/alumine et Nextel™610/monazite/alumine à a. 23°C, b. 900°C et c. 1100°C. Les valeurs obtenues ont été corrigées et ramenées à une fraction volumique de fibres de 29 % [14].	24
Figure 18 Comportement en cisaillement de composites Nextel™610/alumine-mullite et Nextel™720/alumine-mullite dans la direction 0°/90°, pour un taux volumique de fibres de 40 %. Les essais 2h/1200°C représentent les composites après élaboration. Les courbes 50h/1200°C correspondent à des composites vieillies 50 heures à 1200°C [25].	25
Figure 19 a. Renfort tissé Nextel™610. b. Schéma d'un satin de 8.	30
Figure 20 a. Moule en acier inoxydable utilisé pour la réalisation des plaques à renfort bidimensionnel. b. Plaque à renfort bidimensionnel Nextel™610/alumine réalisée à l'Onera (170 mm x 150 mm).	30
Figure 21 Principe de la tomographie à rayons X [44].	35
Figure 22 Schéma des montages de thermographie active en réflexion et en transmission.	36

Figure 23 Montage pour scan ultrasonore en transmission.	38
Figure 24 Schéma d'un montage-type de CIN 3D comprenant deux caméras CCD et deux lampes éclairant la surface de l'éprouvette à analyser.	40
Figure 25 Mouchetis de peinture noire sur la surface d'une éprouvette de traction à renfort bidimensionnel.	41
Figure 26 Sélection de la zone d'intérêt sur une éprouvette de traction à renfort tridimensionnel.	41
Figure 27 Détermination du déplacement par comparaison entre un sous-ensemble de référence (<i>reference subset</i> , à gauche) et le même sous-ensemble après déformation (<i>target subset</i> , à droite) [47].	42
Figure 28 Vecteurs de déplacement calculés par CIN [47].	42
Figure 29 Jauge virtuelle et extensomètre virtuel définis sur une éprouvette de traction à renfort tridimensionnel, après calcul des champs de déplacement.	43
Figure 30 Montage initial pour essais de traction <i>in situ</i> dans un MEB.	46
Figure 31 Montage pour essais de traction <i>in situ</i> dans un MEB pour des oxyde/oxyde. Coupe à mi-hauteur de l'éprouvette observée sur chant (Bureau d'études Onera, DMSC) et photo du montage.	46
Figure 32 Éprouvette de traction <i>in situ</i> à renfort bidimensionnel avec dépôt de nickel (environ 0,4 mm d'épaisseur).	47
Figure 33 Observation au MEB d'une coupe d'éprouvette et d'un dépôt de nickel : le nickel pénètre peu dans l'éprouvette.	48
Figure 34 a. Échantillon posé sur son support et en contact avec le palpeur. b. Schéma du dilatomètre Setsys Evolution 18 SETARAM disponible à l'Onera [49].	50
Figure 35 Représentation des modules de Young, apparent, tangent et sécant.	52
Figure 36 Observations au MEB, après polissage ionique, de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel. a. Macropore entre des fibres. b. Microporosité matricielle.	53
Figure 37 Courbes de frittage, obtenues pour un traitement thermique identique à celui utilisé lors de l'élaboration de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel. $\Delta L = L - L_0$ est la variation de longueur de l'éprouvette, où L_0 est sa longueur initiale et L la longueur mesurée lors du traitement thermique.	54
Figure 38 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel après élaboration. a. Macropores risquant de faciliter le délaminage. b. Fissures amorcées au niveau de macropores. c. Mauvaise infiltration de la matrice dans les torons. d. Fissures matricielles inter- et intra-torons, majoritairement perpendiculaires au plan des plis. e. Manque de matrice dans un toron et fissures matricielles perpendiculaires et parallèle au plan des plis. f. Microporosité de la matrice.	56
Figure 39 Schéma d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel après élaboration.	57
Figure 40 Distribution des pores selon leur taille pour des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel en fonction : a. de la porosité, b. de la porosité cumulée.	58
Figure 41 Schéma du montage d'un essai de flexion quatre points.	59
Figure 42 CND de plaques Nextel™610/alumine (après élaboration) dont le taux de porosité est d'environ 25 %. a. Cartographie thermique IR d'une plaque homogène, dont le contour (bords) est cependant hétérogène. b. Cartographie thermique IR (en transmission) d'une plaque fortement hétérogène. Il peut s'agir de délaminage ou de macropores. c. C-Scan (en transmission) de la plaque dont la cartographie est présentée en (b). Les résultats de thermographie IR et de C-Scan sont en corrélation.	61
Figure 43 Zone d'intérêt : reconstruction d'un volume de 9,19 mm x 9,19 mm x 2,2 mm d'un CMC Nextel™610/alumine non endommagé.	62
Figure 44 Principe de la méthode de ligne de partage des eaux.	62
Figure 45 Détection de la macroporosité dans chacune des couches de la tomographie X d'un CMC Nextel™610/alumine.	63

Figure 46 Évolution du taux de porosité en fonction du volume considéré : le taux de porosité détectée semble se stabiliser pour des volumes proches du VER géométrique du CMC Nextel™610/alumine.....	64
Figure 47 Labellisation des macropores et tri en deux catégories de macropores, en fonction de leur volume et de leur élanement.	65
Figure 48 Visualisation du plus grand macropore d'un VER (8mm x 8 mm x 2,2 mm), susceptible de favoriser le délaminage sous l'effet d'une sollicitation mécanique.....	66
Figure 49 Dilatation d'un CMC Nextel™610/alumine, dans différentes directions, soumis à des températures atteignant 1200°C.	66
Figure 50 Schéma des plans de découpe des éprouvettes pour des coupes longitudinales et transversales.	68
Figure 51 Comparaison entre les courbes de comportement obtenues avec différentes méthodes d'extensométrie pour des sollicitations en traction dans les directions a. 0° et b. ±45°.....	70
Figure 52 Faciès de rupture de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction dans la direction 0° (direction chaîne) pour des éprouvettes de largeurs 10 mm et 25 mm.	72
Figure 53 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction dans les directions 0° (direction chaîne) et 90° (direction trame).	75
Figure 54 Schématisation du redressement des torons longitudinaux sous l'effet d'une sollicitation en traction. a. Matériau « au repos ». b. Redressement d'un toron longitudinal sollicité en traction.	76
Figure 55 Fractionnement en trois domaines des courbes de comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction dans la direction 0°.....	76
Figure 56 Évolution des modules tangents pour des essais de traction monotone à rupture réalisés dans direction 0° sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.	78
Figure 57 Suivi d'endommagement passif par thermographie IR lors d'un essai de traction monotone à rupture dans la direction 0° : l'endommagement n'a pu être détecté qu'à 99,30 % de la contrainte à rupture (σ_{rupture}) de l'éprouvette.	79
Figure 58 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes sollicitées en traction monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction 0°.	80
Figure 59 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction, à différentes contraintes, dans la direction 0°. a. À 165 MPa : Fissures matricielles inter-torons, perpendiculaires à la direction de sollicitation et qui ne se propagent pas le long des torons. Macropores qui ne semblent pas être à l'origine de la propagation de fissures. b. À 220 MPa : fissures matricielles inter-torons, perpendiculaires à la direction de sollicitation, certaines se propagent à travers des torons transversaux. Propagation de fissures à partir de macropores.	81
Figure 60 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction à rupture dans la direction 0°. a. Zone de rupture : délaminage, fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation, notamment dans les zones matricielles inter-torons et propagation de fissures à partir des macropores. b. Délaminage des plis extérieurs observé sur une coupe transversale : la zone centrale de l'éprouvette semble peu endommagée. c. Propagation de fissures en périphérie des torons transversaux et le long des torons longitudinaux. Ces fissures traversent les zones matricielles inter-torons dans des directions perpendiculaires à celle de la sollicitation. d. Propagation de fissures le long d'un toron longitudinal. e. Fissures matricielles inter-torons, perpendiculaires à la direction de sollicitation, et propagation de fissures à partir de macropores.	83
Figure 61 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction dans la direction 0°. a. Vues de face et de côté d'une éprouvette rompue : extraction de fibres. b. Extraction de fibres (MEB) et propagation de fissure à partir d'un macropore. c. Extraction d'un toron et rupture des fibres à différents niveaux (MEB). d. Décohésions fibres/matrice au sein d'un même toron (MEB).	84

Figure 62 a. Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction incrémentale dans la direction 0° (courbe non régularisée) et évolution des modules sécants. b. Enveloppe des courbes de traction incrémentale.....	85
Figure 63 Méthode de détermination du CIP [62].	86
Figure 64 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$	88
Figure 65 Évolution des modules tangents pour des essais de traction monotone à rupture réalisés dans la direction $\pm 45^\circ$ sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.	89
Figure 66 Suivi d'endommagement passif par thermographie IR lors d'un essai de traction monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$: l'endommagement n'a pu être détecté qu'à 87,21 % de la contrainte à rupture de l'éprouvette.....	89
Figure 67 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes sollicitées en traction monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction $\pm 45^\circ$	90
Figure 68 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction à différentes contraintes dans la direction $\pm 45^\circ$. a. À 30 MPa : fissures reliées à des macropores. Il semble s'agir de fissures préexistantes sur le matériau après élaboration. b et c. À 60 MPa : propagation de fissures en périphérie des torons ; fissures perpendiculaires à la direction de sollicitation dans les zones matricielles inter-torons. d. À 60 MPa : propagation de fissures à partir de macropores.	91
Figure 69 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Zone de rupture : délaminage, fissures matricielles inter-torons perpendiculaires à la direction de sollicitation et propagation de fissures à partir de macropores. b. Propagation de fissures en périphérie des torons. ces fissures sont reliées à des fissures se propageant dans les zones matricielles inter-torons, dans une direction perpendiculaire à celle de la sollicitation mécanique. c. Fissures matricielles intra- et inter-torons, perpendiculaires à la direction de sollicitation. d. Propagation de fissures en périphérie des torons et fissuration matricielle perpendiculaire à la direction de sollicitation (régions inter-torons riches en matrice). e. Amorçage de fissures au niveau de macropores.....	93
Figure 70 Faciès de rupture de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Vue de face d'une éprouvette rompue : importante extraction de fibres. b. Observation au MEB de la zone de rupture : extraction de fibres au sein de mêmes torons. c. Particules de matrice collées aux fibres.	94
Figure 71 a. Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction incrémentale dans la direction $\pm 45^\circ$ (courbe de traction incrémentale obtenue par CIN, non régularisée). Évolution des modules sécants. b. Enveloppes des courbes de traction incrémentale.	95
Figure 72 Observation au MEB d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$: endommagement orienté par la microstructure. On remarque en effet que les fissures sont parallèles ou perpendiculaires aux fibres et non à la direction de chargement.	96
Figure 73 Observations sur chant lors d'un essai de traction <i>in situ</i> dans un MEB : apparition de fissures matricielles, à partir des macropores de torons transversaux.	97
Figure 74 Observations sur chant lors d'un essai de traction <i>in situ</i> dans un MEB : redressement d'un toron.....	98
Figure 75 Schématisation des mécanismes d'endommagement successifs d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en traction. a. Matériau après élaboration. b. Ouverture et propagation d'une fissure préexistante et création de nouvelles fissures matricielles en périphérie des macropores. c. Au contact des fibres, les fissures matricielles sont déviées à l'interface fibre/matrice. d. Propagation des fissures en périphérie des torons longitudinaux et transversaux. e. Propagation de fissures au sein des torons longitudinaux et transversaux.	99
Figure 76 Propagation d'une fissure « arrivant » sur un toron lorsque : a. les fibres sont en contact, b. les fibres ne sont pas en contact.	100

Figure 77 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction 0° (direction chaîne).....	101
Figure 78 Fractionnement en trois domaines des courbes de comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction 0°..	102
Figure 79 Évolution des modules tangents pour des essais de compression monotone à rupture réalisés dans direction 0° sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.	102
Figure 80 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes sollicitées en compression monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction 0°. ...	103
Figure 81 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en compression, à différentes contraintes, dans la direction 0°. a. À -100 MPa : propagation de fissures à partir de macropores. b. À -100 MPa : fissuration des zones matricielles inter-torons dans des directions perpendiculaires et parallèles à celle de la sollicitation mécanique. c. À -100 MPa : propagation de fissures à partir d'un macropore, le long d'un toron longitudinal. d. À -175 MPa : zone de l'éprouvette, située à quelques millimètres de la rupture, qui ne semble pas avoir été endommagée par la sollicitation mécanique.....	104
Figure 82 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en compression à rupture dans la direction 0°. a. Délaminage. b. Propagation de fissures à partir de macropores, en périphérie des torons avoisinants et dans les zones matricielles inter-torons. c. Propagation de fissures dans des directions parallèles à celle des plis, le long des torons longitudinaux et autour des torons transversaux, mais également au sein de certains torons transversaux. d. Fissures matricielles qui semblent dues au procédé d'élaboration. e. Zone d'une éprouvette rompue qui ne semble pas avoir été endommagée par la sollicitation mécanique, malgré de nombreux macropores.....	106
Figure 83 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction 0° (direction chaîne) : Importante extraction de fibres. a. Vues de face et de côté d'une éprouvette rompue. b. Observation au MEB de la zone de rupture.	107
Figure 84 Rôle des macropores dans l'amorçage des fissures sous l'effet d'une sollicitation en traction ou en compression. Analogie avec les concentrations de contrainte en bord de trou dans une plaque plane percée soumise à un effort a-b. de traction ou c-d. de compression.	107
Figure 85 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction $\pm 45^\circ$	109
Figure 86 Évolution des modules tangents pour des essais de compression monotone à rupture réalisés dans direction $\pm 45^\circ$ sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel.	109
Figure 87 Suivi d'endommagement passif par thermographie IR lors d'un essai de compression monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$: l'endommagement n'a pu être détecté qu'à une contrainte supérieure à 93 % de la contrainte à rupture de l'éprouvette.....	110
Figure 88 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes sollicitées en compression monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction $\pm 45^\circ$.	110
Figure 89 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction $\pm 45^\circ$. a. À -27 MPa : fissures matricielles qui semblent dues au procédé d'élaboration. b. À -27 MPa : amorçage de fissure au niveau d'un macropore. c. À -54 MPa : amorçage de fissure au niveau d'un macropore. La zone semble par ailleurs « saine ». d. À -108 MPa : fissures perpendiculaires au plan des plis dans les zones matricielles inter-torons.	111
Figure 90 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicités en compression à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Délaminage et fissures perpendiculaires au plan des plis. b. Propagation de fissures à partir de fissures matricielles inter-torons, en périphérie et dans des torons avoisinants. c. Propagation de fissures à partir de macropores, en périphérie des torons avoisinants. d. Propagation de fissures dans des torons.....	112
Figure 91 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Vue de face d'une éprouvette rompue. b. Observation au MEB de la zone de rupture : extraction de fibres.....	113
Figure 92 Schématisation des mécanismes d'endommagement successifs d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sollicité en compression.....	114

Figure 93 Schéma du montage d'un essai de flexion trois points entre appuis rapprochés.	115
Figure 94 a. Essai de flexion trois points sur une éprouvette d'épaisseur e et de largeur l . b. La cission τ_{xy} dans la section transversale, nulle sur les surfaces inférieure et supérieure, est maximale au niveau du plan médian. c. Par réciprocité des cissions (condition d'équilibre), on a : $\tau_{xy} = \tau_{yx}$	115
Figure 95 Zone de rupture d'une éprouvette sollicitée en flexion trois points entre appuis rapprochés : les parties sollicitées en compression et en traction, situées respectivement sur et sous la fibre neutre, présentent du délaminage.	116
Figure 96 Microstructure d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel. Les traits visibles en surface sont dus au polissage ionique.....	119
Figure 97 Observations au MEB d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel. Coupe dans un plan perpendiculaire à celui des fils de trame et parallèle aux fils de chaîne. a. Fissures matricielles perpendiculaires au plan des fils de trame, dues au retrait de frittage. b. Bonne imprégnation des torons de matrice et fissures matricielles. c. Fissures matricielles intra-torons principalement situées dans une direction perpendiculaire au plan des fils de trame. d. Pontage inter-fibres.....	120
Figure 98 Microstructure de CMC oxyde/oxyde après élaboration. a. Nextel™720/alumine-mullite, Carelli <i>et al.</i> [13]. b. Nextel™720/alumine, Ruggles-Wrenn <i>et al.</i> [3], CMC produit par <i>COI</i> . c. Nextel™720/alumine-mullite, Holmquist <i>et al.</i> [66].....	121
Figure 99 Observations au MEB d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel après élaboration (polissage ionique). a. Fibres en contact mais non pontées. b. Pontage inter-fibres.	121
Figure 100 Schéma d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel après élaboration.	122
Figure 101 Distribution des pores selon leur taille pour des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel en fonction a. de la porosité, b. de la porosité cumulée.	122
Figure 102 Comparaison entre les distributions des pores selon leur taille mesurées sur des CMC Nextel™610/alumine à renforts tissés bi- et tridimensionnels en fonction a. de la porosité, b. de la porosité cumulée.	123
Figure 103 Cartographies thermiques en échauffement de deux éprouvettes (de type barreau) d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel, après élaboration. On distingue des défauts qui semblent être des macroporosités, de tailles plus ou moins importantes.....	124
Figure 104 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité dans la direction 0° (direction chaîne).....	126
Figure 105 Évolution des modules tangents pour des essais de traction réalisés sur des CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel dans la direction 0°.	127
Figure 106 Surestimation du seuil d'endommagement déterminé par EA par rapport à la méthode graphique. a. Détermination graphique du seuil d'endommagement de deux éprouvettes de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction dans la direction 0°. b. Évolution de l'énergie cumulée en fonction de la contrainte. Essais Herakles.....	127
Figure 107 Comparaison entre les courbes de comportement mécanique d'éprouvettes à renfort tridimensionnel sollicitées en traction monotone à rupture et à différents niveaux de contrainte, dans la direction 0°.	128
Figure 108 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicités en traction, à différentes contraintes, dans la direction 0°. Les taches blanches correspondent à des poussières sur la surface observée. a. À 44 % de la contrainte à rupture moyenne : fissures matricielles inter- et intra-torons, perpendiculaires au plan des fils de trame. Au contact des fibres, les fissures ne sont pas déviées à l'interface fibre/matrice. b. À 66 % de la contrainte à rupture moyenne : création de nouvelles fissures matricielles, dont certaines commencent à être déviées au niveau des interfaces fibre/matrice. Amorçage de fissures au niveau de macropores correspondant à des manques de matrice dans des torons. c. À 66 % de la contrainte à rupture moyenne : propagation de fissures au sein des torons transversaux et déviation de certaines fissures au contact des fibres. d. À 88 % de la contrainte à rupture moyenne : importante	

fissuration matricielle et propagation de fissures au sein des torons, peu de déviation de fissures au contact des fibres. 129

Figure 109 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicités en traction à rupture dans la direction 0°. a. Rupture nette, pas de *pull out*. Fissures matricielles dont la majorité ne traverse pas les torons transversaux et n'est pas déviée au niveau des interfaces fibre/matrice. b. Fissures matricielles inter-torons qui ne sont pas déviées au contact des fibres et ne se propagent pas au sein des torons. c. Propagation d'une fissure matricielle au sein d'un toron transversal : la fissure semble traverser le toron. Déviation de fissure au niveau de l'interface fibre/matrice. d. Pontage inter-fibres. 130

Figure 110 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction dans la direction 0°. a. Photographie de la surface de rupture : rupture nette sans *pull out*. Observations au MEB : b. Rupture par « paquets » : au sein des torons longitudinaux rompus, on peut distinguer différents « paquets » de fibres s'étant rompues au même niveau. c. Rupture d'un « paquet » de fibres : les fibres se sont quasiment toutes cassées au même niveau. On remarque par ailleurs que certaines fibres ont une section oblongue. d. Décohésion fibre/matrice autour de fibres longitudinales. 131

Figure 111 a. Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction incrémentale dans la direction 0°. b. Comparaison entre les enveloppes des courbes de traction incrémentale et les essais de traction monotone à rupture. Déformations mesurées avec un extensomètre à couteaux dans le cas de la traction incrémentale. 132

Figure 112 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité dans la direction $\pm 45^\circ$. Déformations mesurées avec un extensomètre à couteaux dans le cas de la traction incrémentale. 133

Figure 113 Observations au MEB de CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicités en traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Importante fissuration matricielle inter-torons, principalement dans une direction perpendiculaire à celle des fils de trame. Propagation de fissures en périphérie de certains torons. Amorçage de fissures au niveau d'un macropore. b. Pontage inter-fibres. 134

Figure 114 Faciès de rupture d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction dans la direction $\pm 45^\circ$. a. Rupture formant un angle de 45° avec la direction de sollicitation. Rupture moins franche que dans le cas d'une sollicitation dans la direction 0°. b. Observation au MEB : *pull out*. 135

Figure 115 Observation au MEB d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$: endommagement orienté par la microstructure. 135

Figure 116 Comportement mécanique d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction incrémentale dans la direction $\pm 45^\circ$. Déformations mesurées avec un extensomètre à couteaux. 136

Figure 117 Schémas représentatifs des mécanismes d'endommagement successifs d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort tissé tridimensionnel sollicité en traction. a. Matériau après élaboration : fissures matricielles perpendiculaires au plan des fils de trame. b. Sous l'effet d'une sollicitation en traction, propagation des fissures matricielles préexistantes dans le matériau après élaboration et apparition de nouvelles fissures matricielles. c. Propagation et ouverture des fissures matricielles, dont certaines traversent les torons transversaux. Au contact des fibres, certaines fissures sont déviées au niveau de l'interface fibre/matrice, mais, dans la majorité des cas, les fissures sont stoppées. 138

Figure 118 Schémas représentatifs des endommagements dans les cas d'endommagement orienté par la microstructure ou par le chargement, pour des essais hors-axes dans la direction $\pm 45^\circ$ 144

Figure 119 Schémas représentatifs des variables d'endommagement associées à différents types de chargement, pour les modèles ODM à trois et cinq variables d'endommagement. 145

Figure 120 Modes de fissuration [71] 148

Figure 121 Simulation d'un essai de traction/compression dans la direction chaîne : mise en évidence du point de fermeture des fissures ε_{10} .	157
Figure 122 Illustration de la méthode de Newton-Raphson.	160
Figure 123 Algorithme de calcul du modèle simplifié.	161
Figure 124 Simulation d'un essai dans la direction $\pm 45^\circ$: influence du coefficient de cisaillement h_{661mt} intervenant dans le tenseur des effets de l'endommagement $H1mt$.	165
Figure 125 Influence des paramètres de la cinétique d'endommagement $d1c$, $y1c$, et $p1c$ sur l'évolution de la variable d'endommagement $d1$ ($a1$, $b1$ et $c1$, respectivement) et sur la courbe de comportement correspondante ($a2$, $b2$ et $c2$, respectivement).	166
Figure 126 Représentations adoptées dans les graphiques : signalisation des propriétés mécaniques moyennes et des écarts-types correspondants.	167
Figure 127 Identification du paramètre χ_1 à partir d'un essai de traction incrémentale dans la direction chaîne.	168
Figure 128 a. Identification des paramètres dans la direction 0° . b. Simulation d'un essai de traction dans la direction $\pm 45^\circ$ après identification des paramètres dans les directions 0° et 90° : mauvaise corrélation entre les résultats expérimentaux et la simulation.	169
Figure 129 Ajustement des paramètres du modèle pour que les simulations soient satisfaisantes dans les directions a. 0° et b. $\pm 45^\circ$.	170
Figure 130 Identification des paramètres ODM : courbe moyenne et enveloppes. Des jeux de paramètres différents ont été utilisés pour chacune des courbes du modèle.	172
Figure 131 Ajustement des paramètres du modèle pour que les simulations soient satisfaisantes dans les directions a. 0° et b. $\pm 45^\circ$.	173
Figure 132 Représentation des sollicitations thermodynamiques appliquées à un solide ΩA (d'après [67])	181

Liste des tableaux

Tableau 1 Composition et principales propriétés des fibres Nextel™610, Nextel™650, Nextel™720 et Altex, à température ambiante et à haute température, sous air [27] [28].	10
Tableau 2 Propriétés mécaniques en traction de CMC oxyde/oxyde à renforts Nextel™610 et Nextel™720 sollicités dans la direction des fibres [6] [14] [21] [11] [13] [20] [25] [36].	22
Tableau 3 Propriétés mécaniques de CMC Nextel™610/alumine et Nextel™610/monazite (LaPO ₄)/alumine sollicités en compression dans la direction des fibres à différentes températures [14].	23
Tableau 4 Propriétés mécaniques en compression de CMC oxyde/oxyde à renforts Nextel™610 sollicités dans la direction des fibres et dans la direction $\pm 45^\circ$.	25
Tableau 5 Résistance au cisaillement interlaminaire de CMC oxyde/oxyde à renforts Nextel™610 et Nextel™720 [6] [25].	26
Tableau 6 Taux volumiques de fibres et de porosité de CMC Nextel™610/alumine, mesurés par poussée d'Archimède et par porosimétrie par intrusion de mercure (ISM, Bordeaux).	58
Tableau 7 Influence de la largeur des éprouvettes Nextel™610/alumine à renfort tissé bidimensionnel sur la contrainte à rupture. Pour chaque largeur d'éprouvettes, les éprouvettes ont été découpées dans une même plaque.	72
Tableau 8 Propriétés mécaniques d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel sollicité en traction monotone à rupture dans les directions chaîne (0°) et trame (90°).	73
Tableau 9 Comparaison entre les propriétés mécaniques du CMC Nextel™610/alumine développé à l'Onera et celles de composites oxyde/oxyde à renforts tissés bidimensionnels Nextel™ et à matrice à base d'alumine sollicités dans la direction des fibres [6] [14] [21] [11] [13] [20] [25] [36].	74
Tableau 10 Propriétés mécaniques d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel sollicité en traction monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$.	88
Tableau 11 Propriétés mécaniques d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel sollicité en compression monotone à rupture dans la direction chaîne (0°).	101
Tableau 12 Propriétés mécaniques d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel sollicité en compression monotone à rupture dans la direction $\pm 45^\circ$.	108
Tableau 13 Propriétés mécaniques en traction et en compression d'un CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel, dans différentes directions de sollicitation, à température ambiante.	117
Tableau 14 Comparaison entre les taux volumiques de porosité et de fibres obtenus sur les CMC Nextel™610/alumine à renforts tissés bi- et tridimensionnels par porosimétrie par intrusion de mercure.	123
Tableau 15 Paramètres du modèle.	162
Tableau 16 Essais mécaniques associés à l'identification des paramètres du modèle.	163
Tableau 17 Paramètres du modèle identifiés pour le CMC Nextel™610/alumine à renfort bidimensionnel.	171

Etude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde

Les CMC oxyde/oxyde sont de bons candidats pour des applications thermosturales. Le comportement mécanique et les mécanismes d'endommagement de deux composites alumine/alumine à renforts tissés bi- et tridimensionnels ont été étudiés et comparés. La microstructure de ces CMC à matrice faible a été caractérisée à partir de porosimétrie et de CND, tel que thermographie IR, scan ultrasonore et tomographie X, ce qui a permis de mettre en évidence la présence de défauts initiaux. Le comportement mécanique en traction, ainsi qu'en compression dans le cas du CMC à renfort bidimensionnel, dans la direction des fibres ainsi que dans la direction $\pm 45^\circ$, a été étudié à température ambiante. Afin d'exploiter pleinement ces essais, nous avons eu recours à plusieurs méthodes d'extensométrie et de suivi d'endommagement, telles que la thermographie IR et l'émission acoustique. Les propriétés mécaniques à rupture ainsi que le module de Young du CMC à renfort bidimensionnel développé à l'Onera se sont avérées supérieures à celles disponibles dans la littérature. Les mécanismes d'endommagement des matériaux ont été déterminés à partir d'observations post mortem au MEB et d'essais in situ dans un MEB, ce qui a permis d'évaluer la nocivité des défauts initiaux. Enfin, l'étude du comportement mécanique de ces composites a permis de proposer un modèle d'endommagement tridimensionnel qui permettra de poursuivre le développement de ces matériaux grâce à du calcul de structure. A l'issue de cette thèse, des pistes d'amélioration des procédés d'élaboration et de choix d'instrumentation à utiliser pour les futures études, notamment en ce qui concerne le suivi d'endommagement, ont également été proposées.

Mots-clés : COMPOSITES A MATRICE CERAMIQUE (CMC) ; OXYDE ; RENFORTS TISSES ; MATRICE FAIBLE ; MICROSTRUCTURE ; CARACTERISATION MECANIQUE ; CND ; MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT ; ESSAIS DE TRACTION IN SITU ; MODELE D'ENDOMMAGEMENT.

Study and modelling of the mechanical behaviour of oxide/oxide CMCs

Oxide/oxide CMCs are good candidates for thermosturcal applications. The mechanical behaviour and damage mechanisms of two alumina/alumina composites with two and three dimensional woven reinforcements were studied and compared. The microstructure of these weak matrix CMCs was characterized by porosimetry and NDT methods, such as IR thermography, ultrasound scanning and X-ray tomography, which highlighted initial defects. The mechanical behaviour was studied through tensile tests, as well as compression tests in the case of the twodimensional reinforced CMC. These tests were conducted at room temperature, in the fibres directions and in the $\pm 45^\circ$ direction. In order to fully exploit these tests, several extensometry and damage monitoring methods, such as IR thermography and acoustic emission, were used. Young's moduli and maximum stresses and strains of the two-dimensional reinforced CMC developed at Onera appeared to be higher than those available in the literature. The damage mechanisms of the materials were determined by post mortem SEM observations and in situ testing in a SEM, which made it possible to assess the nocivity of initial defects. Studying the mechanical behaviour of these composites finally enabled the development of a three-dimensional damage model that will facilitate the further development of such materials, through finite element analysis. Finally, some improvements regarding the manufacturing processes and the instrumentation for damage monitoring were suggested for future studies.

Keywords : CERAMIC MATRIX COMPOSITES (CMCS) ; OXIDE ; WOVEN FABRIC REINFORCEMENTS ; WEAK MATRIX ; MICROSTRUCTURE ; MECHANICAL CHARACTERIZATION ; NDT ; DAMAGE MECHANISMS ; IN SITU TENSILE TESTING ; DAMAGE MODEL