



**HAL**  
open science

# Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multiéchelle

Jalal El Yagoubi

► **To cite this version:**

Jalal El Yagoubi. Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multiéchelle. Physique [physics]. Université Bordeaux 1, 2011. Français. NNT : . tel-03610635

**HAL Id: tel-03610635**

**<https://hal.science/tel-03610635v1>**

Submitted on 16 Mar 2022

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

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

Numéro d'ordre : 4297

# THÈSE

présentée à

## L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1

École Doctorale des Sciences Physiques et de l'Ingénieur

par

### Jalal EL YAGOUBI

Ingénieur de l'École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique

pour obtenir le grade de

### DOCTEUR

Spécialité : Mécanique et ingénierie

## Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multiéchelle

Soutenue le 19 Juillet 2011

#### Après avis de :

MM.	D. BALAGEAS	Conseiller Scientifique HDR à l'ONERA Châtillon	<b>Rapporteur</b>
	D. HALM	Professeur à l'ENSMA Poitiers	<b>Rapporteur</b>

#### Devant la commission d'examen formée de :

M.	A. CHRYSOCHOOS	Professeur des Universités à Montpellier	<b>Président</b>
M.	D. BALAGEAS	Conseiller Scientifique HDR à l'ONERA Châtillon	<b>Rapporteur</b>
M.	C. CLUZEL	Maître de Conférence à l'ENS Cachan	<b>Examineur</b>
MME.	M. LEFLEM	Ingénieur de Recherche au CEA Saclay	<b>Examinatrice</b>
M.	J.-C. BATSALE	Professeur à l'ENSAM Bordeaux	<b>Directeur de thèse</b>
M.	J. LAMON	Directeur de Recherche au MATEIS Lyon	<b>Directeur de thèse</b>



# Remerciements

La thèse est une formidable expérience personnelle. Entre succès et difficultés, cette entreprise aboutit par le concours de nombreuses personnes auxquelles je tiens à exprimer ma profonde gratitude.

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire ont été conduits au Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS). Je remercie le Directeur du laboratoire, M. Francis Teyssandier, pour l'accueil et les conditions de travail que j'ai pu trouvé au LCTS. Je remercie aussi le CNRS et le CEA qui ont conjointement financé ces travaux.

Cette thèse a bénéficié de l'excellent encadrement et de l'expertise de mes deux directeurs de thèse, M. Jacques Lamon, Directeur de Recherche au CNRS, et M. Jean-Christophe Batsale, Professeur à l'ENSAM. Ils m'ont accompagné avec pédagogie et enthousiasme des premières réflexions jusqu'à l'écriture de ce présent mémoire. Ils m'ont accordé leur confiance et une grande liberté de travail. Les échanges que nous avons eu n'ont été qu'enrichissement scientifique et personnel. Je leur adresse ici mes sincères remerciements et leur témoigne ma profonde reconnaissance.

Cette thèse a été menée en partenariat avec le centre du CEA Saclay. J'ai ainsi profité du soutien précieux de Mme. Marion Le Flem, Ingénieur de Recherche au Département des Matériaux pour le Nucléaire. J'ai eu un grand plaisir à travailler avec elle. Je tiens à lui faire part de mes sincères remerciements pour son investissement, ses conseils judicieux et les nombreux et fructueux échanges que nous avons eu. Je remercie également le Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux et en particulier M. Jean-Luc Béchade, Chef du Laboratoire.

M. Daniel Balageas, Conseiller Scientifique à l'ONERA Chatillon, et M. Damien Halm, Professeur à l'ENSMA Poitiers, m'ont fait le grand honneur d'être les rapporteurs de ce travail. Je leur témoigne mes plus vifs remerciements pour l'intérêt qu'ils y ont porté, le temps qu'ils y ont accordé, les questions et les remarques constructives qu'ils ont soulevé. J'adresse mes sincères remerciements à M. André Chrycochoos, Professeur à l'Université de Montpellier, pour avoir présider le jury de thèse et porter son regard critique sur le travail qui a été présenté. J'ai été sensible à l'intérêt qu'il a exprimé et à ses encouragements. Mes remerciements vont aussi à M. Christophe Cluzel, Maître de Conférences à l'ENS Cachan, pour avoir examiné ce travail.

J'adresse mes remerciements amicaux et chaleureux à M. Guillaume Couégnat, Chercheur au LCTS, pour son soutien, ses conseils avisés et les bons moments que nous avons partagé. Je remercie sincèrement M. Bruno Humez, Assistant Ingénieur au CNRS, pour son expertise et son aide dans le travail expérimental. Je remercie également M. Jeremy Dhôte Ingénieur de l'ENSAE Toulouse, pour son travail soigné qu'il a accompli durant son stage de fin d'étude.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à l'ensemble du personnel du LCTS qui ont partagé avec moi cette expérience humaine.

Je remercie également les membres du TREFLE avec qui j'ai eu le plaisir de découvrir la caractérisation thermique, et particulièrement M. Christophe Pradère, Chargé de Recherche au CNRS, M. Lilian Clerjaud et M. Vigen Ayvazian.

A ma Famille enfin, je leur dédie ce mémoire. A mes parents, Fatna et Mohamed, qui ont tout fait pour nous. Ils m'ont donné l'envie et les moyens de réussir. Leurs enseignements ont été, sont et seront pour moi des piliers. A mes soeurs, Zahra, Halima, Saida, Fatiha et Dalal, qui, chacune à leur manière me soutiennent et me donnent la force d'avancer. A mon épouse, Maryame, qui m'a accompagné avec patience et détermination, dans les meilleurs moments et dans les difficultés. A mes beaux-parents, mes beaux-frères, mes belles-soeurs, mes oncles et tantes, mes neveux et nièces et tous mes proches ... Merci.

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>9</b>
<b>1 Synthèse bibliographique</b>	<b>13</b>
1.1 Introduction aux Composites à Matrice Céramique (CMC) SiC/SiC . . . . .	13
1.1.1 Morphologie et élaboration des CMCs . . . . .	13
1.1.2 Endommagement des CMCs . . . . .	15
1.2 Comportement des matériaux et relation entre la thermique et la mécanique . . . . .	19
1.2.1 La caractérisation thermique des matériaux . . . . .	19
1.2.2 Analyse thermomécanique du comportement des matériaux . . . . .	19
1.2.3 Comportement non linéaire induit par l'endommagement Mécanique : Analogie entre la Thermique et la Mécanique . . . . .	21
1.3 Objectifs et plan de travail . . . . .	23
<b>2 Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple</b>	<b>25</b>
2.1 Présentation du matériau étudié : minicomposite SiC/PyC/SiC . . . . .	25
2.1.1 Description morphologique et microstructurale . . . . .	25
2.1.2 Intérêt du minicomposite . . . . .	28
2.1.3 Temps caractéristiques associés aux transferts thermiques . . . . .	29
2.2 Modèles pour l'estimation de la diffusivité thermique longitudinale de minicomposites	29
2.2.1 Le modèle d'Angström et les méthodes d'estimation associées . . . . .	29
2.2.2 Le cas d'un matériau enrobé . . . . .	32
2.2.3 Le cas d'un matériau fissuré . . . . .	33
2.3 Le banc expérimental développé pour la caractérisation thermique et mécanique de minicomposites en traction . . . . .	35
2.3.1 Description du montage expérimental . . . . .	35
2.3.2 Procédure d'estimation de la diffusivité thermique longitudinale . . . . .	35
2.3.3 Estimation de la diffusivité thermique longitudinale : application à des matériaux homogènes de référence . . . . .	37
2.4 Le comportement mécanique du minicomposite en traction . . . . .	40
2.4.1 Comportement élastique endommageable . . . . .	40
2.4.2 Cinétiques d'endommagement . . . . .	40
2.5 Le comportement thermique du minicomposite en traction . . . . .	46
2.5.1 Caractérisation du comportement thermique dans la direction du renfort . . . . .	46
2.5.2 Caractérisation du comportement thermique dans la direction transverse . . . . .	46
2.6 Conclusions . . . . .	48

<b>3</b>	<b>Modèle de comportement thermique d'un composite unidirectionnel en traction monotone</b>	<b>51</b>
3.1	De l'expérience ... au modèle de comportement	51
3.1.1	Aspects phénoménologiques du comportement du minicomposite	51
3.1.2	Représentation micro de l'endommagement : approche micromécanique et microthermique	54
3.1.3	Une revue succincte des modèles d'endommagement d'un unidirectionnel	56
3.1.4	Démarche proposée	59
3.2	Modèles pour la prévision des cinétiques d'endommagement	59
3.2.1	Endommagement matriciel	59
3.2.2	Ruptures de fibres	61
3.3	Simulation de la courbe de comportement mécanique	64
3.4	Prévision de l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques du minicomposite	68
3.4.1	Modèle de calcul de l'effet de l'endommagement sur la conductivité thermique longitudinale	68
3.4.2	Modèle de calcul de l'effet de l'endommagement sur la conductivité thermique transverse	70
3.5	Discussion	73
<b>4</b>	<b>Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple</b>	<b>77</b>
4.1	Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires	77
4.1.1	Problème général	77
4.1.1.1	Les équations de la thermique	78
4.1.1.2	Caractérisation des propriétés thermophysiques locales	80
4.1.2	Estimation de la diffusivité thermique transverse locale	81
4.1.2.1	Méthodes d'estimation de la diffusivité thermique transverse par la méthode flash	82
4.1.2.2	Transfert unidimensionnel : approche physique	85
4.1.2.3	Cas général : approche statistique	88
4.1.3	Estimation de la diffusivité thermique longitudinale	95
4.1.3.1	Éléments de bibliographie	98
4.1.3.2	Découplage des transferts thermiques dans le plan et hors-plan	101
4.1.4	Mise en oeuvre des méthodes d'estimation des diffusivités thermiques transverse et longitudinale appliquées à des matériaux homogènes connus	101
4.2	Présentation du matériau étudié : composite tissé stratifié HNS/PyC/SiC-CVI	103
4.2.1	Description de la Micro-Mésosstructure	103
4.2.2	Mise en relation de la mésostructure avec la distribution des diffusivités thermiques transverses locales	106
4.3	Comportement mécanique du composite en traction	109
4.3.1	Comportement mécanique élastique endommageable	109
4.3.2	Suivi de l'endommagement mécanique du composite au cours d'un essai de traction	112
4.4	Caractérisation du comportement thermique du composite en traction	113
4.4.1	Instrumentation de l'essai pour la caractérisation thermique	116

4.4.2	Comportement thermique global du composite tissé stratifié . . . . .	116
4.4.3	Analyse locale du comportement du matériau composite . . . . .	123
4.5	Conclusions . . . . .	123
<b>5</b>	<b>Modélisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un CMC tissé</b>	<b>127</b>
5.1	Calcul des propriétés effectives d'un composite tissé : Éléments de bibliographie . . .	127
5.1.1	Représentation géométrique . . . . .	128
5.1.2	Analyses multiéchelle du comportement des CMCs tissés . . . . .	128
5.1.3	Démarche proposée . . . . .	132
5.2	Module d'homogénéisation pour le calcul des propriétés thermiques effectives . . . .	133
5.2.1	Rappel au sujet de l'homogénéisation périodique par la méthode des éléments finis . . . . .	133
5.2.2	Application à deux cas simples . . . . .	133
5.2.3	Application aux cas de composites tissés . . . . .	135
5.3	Introduction de l'endommagement mécanique . . . . .	137
5.4	Effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques de la cellule de référence . .	138
5.5	Evolution de la conductivité thermique au cours d'un essai de traction . . . . .	139
5.5.1	Prise en compte de l'endommagement à l'état initial . . . . .	139
5.5.2	Comportement thermique au cours d'un essai de traction . . . . .	142
5.6	Conclusions . . . . .	145
	<b>Conclusion générale</b>	<b>147</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>159</b>



# Introduction

Le progrès technique a constamment fait partie des préoccupations humaines. Au fil du temps, il a permis à l'Homme de répondre à des besoins matériels grandissants et d'élargir ses champs de connaissance. Dans des domaines très divers (médecine, sciences de la Terre et de l'Univers, communication, transport, énergie, etc.) les Hommes se sont employés à découvrir et inventer en faisant sauter les verrous techniques qu'ils rencontrent sur leur chemin. Dans ce processus d'innovation, la Science des Matériaux est une discipline incontournable. Des matériaux aux propriétés tout à fait étonnantes ont été découverts et des travaux fondamentaux ont permis de tirer profit de ces spécificités afin de développer des matériaux aux propriétés maîtrisées. C'est ainsi que l'ingénieur devra faire un choix parmi un très large éventail de matériaux afin de satisfaire l'ensemble des critères technico-économiques auxquels il est soumis.

Le développement des réacteurs nucléaires du futur (IVème Génération) est un projet qui s'inscrit dans un contexte interétatique mobilisant 12 pays. Le Forum International Génération IV (GIF) définit les axes de Recherche et Développement et coordonne les travaux des 13 membres qui le constituent dont le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) représentant la contribution française. Des comités d'experts ont retenu six orientations technologiques<sup>1</sup> destinées à remplir les objectifs fixés conjointement qui sont : respect de l'environnement, compétitivité économique, sécurité, fiabilité et réduction des risques de prolifération. Les travaux dirigés par les membres du GIF portent actuellement sur l'assurance de la faisabilité des différentes solutions proposées. En effet, avec la définition d'objectifs de performances ambitieux, de nouveaux critères de sélection de matériaux sont ainsi formulés. C'est le cas en particulier des éléments constituant le coeur du réacteur nucléaire et notamment du gainage du combustible constituant la première barrière de confinement de la matière fissile.

Parmi les systèmes nucléaires envisagés, le CEA a porté une attention particulière aux réacteurs à caloporteur gaz (Helium) et à neutrons rapides *Gas-cooled Fast Reactor* (GFR). Le gaz à haute température en mouvement dans un circuit fermé assure l'acheminement de la quantité de chaleur produite par la réaction nucléaire et traversant la gaine du combustible. Cette dernière est un élément structural qui, malgré les conditions de fonctionnement très sévères (température, chargement, irradiation), doit contenir le combustible et garantir le transfert thermique.

Depuis plus d'une décennie, les Composites à Matrice Céramique (CMC) du type SiC/SiC sont examinés en tant que candidat pour la réalisation d'une gaine réfractaire associant tenue mécanique, résistance à l'irradiation et à l'oxydation, et conductibilité thermique élevée (Jones et al., 1997) (Youngblood et al., 2002a) (Dumaz et al., 2007) (Meyer et al., 2007) (Zinkle and Busby, 2009). Cette thèse contribue à ce travail en analysant plus particulièrement les propriétés thermiques d'un composite SiC/SiC sollicité mécaniquement.

---

1. <http://www.gen-4.org/>

Les Composites à Matrice Céramique (CMC) sont des matériaux avancés dont les propriétés sont particulièrement intéressantes pour des applications structurales aux hautes températures (spatial, défense, aéronautique, nucléaire). Associant un renfort céramique et une matrice céramique, ils développent néanmoins un comportement mécanique élastique endommageable avec une ténacité bien supérieure aux céramiques. Sous sollicitations thermomécaniques le matériau se fissure et cette perte de cohésion de la matière se traduit à la fois par une perte de rigidité et de conductibilité thermique<sup>2</sup>. Ce dernier point est essentiel pour les applications telles que le gainage du combustible car il faut s'assurer que la structure soit suffisamment conductrice thermique (conductivité thermique élevée) quel que soit son état d'endommagement.

Les difficultés associées au dimensionnement de pièces composites sont nombreuses. Des activités de recherche spécifiques aux CMC visent à développer des modèles plus fiables basés sur une approche multiéchelle et une représentation physique de l'état d'endommagement du matériau. Les travaux pionniers menés notamment au LCTS ont permis d'établir des corrélations entre les différentes échelles caractéristiques des CMCs et de tenir compte des propriétés élémentaires des constituants.

Sur un plan parallèle, la relation entre les propriétés thermiques et l'endommagement contribue au développement des méthodes de contrôle de santé des matériaux et des structures par la voie de la thermique. Cela suscite l'intérêt de nombreux industriels, néanmoins l'une des difficultés réside actuellement dans l'interprétation physique des mesures. Une approche consiste à analyser finement la dépendance du comportement thermique à la progression de l'endommagement afin de dégager les voies de développement les plus pertinentes.

L'objectif de cette thèse est d'examiner selon une approche multiéchelle la relation entre l'évolution de l'endommagement et la dégradation des propriétés thermiques à la fois sur le plan expérimental et sur le plan théorique. Cela nous a conduit à développer des procédures expérimentales pour chacune des échelles significatives afin de palier le manque de données expérimentales et de consolider la compréhension des phénomènes observés. Ce travail s'est également concrétisé par l'écriture de modèles de comportement thermique aux différentes échelles. Une démarche générale est suggérée dans ce mémoire pour la prévision des propriétés thermiques d'un composite tissé dont les modes et les cinétiques d'endommagement sont connus. Par ailleurs c'est par le biais de ces modèles que des interprétations physiques des mesures thermiques sont proposées.

Dans ce manuscrit, le parti a été pris de ne pas dresser au premier chapitre un état de l'art exhaustif sur l'endommagement des CMCs. Ces connaissances ont fait l'objet de synthèse dans divers ouvrages, chapitres de livre, mémoires de thèse ou articles. Le Chapitre 1 fait une brève synthèse bibliographique des connaissances sur leur comportement thermique et mécanique. A la lumière de ces premiers éléments issus de la littérature, les objectifs et le plan de travail seront reformulés. Par ailleurs, le lecteur trouvera dans les chapitres 2 à 5, les éléments de bibliographie spécifiques. Le Chapitre 2 est consacré à l'analyse expérimentale des comportements mécanique et thermique d'un composite modèle unidirectionnel (minicomposite) représentatif d'une échelle fine du matériau composite. Une démarche expérimentale originale est présentée. Elle associe des moyens de caractérisation microstructurale, mécanique et thermique.

Au Chapitre 3, un modèle de comportement thermique reposant sur une représentation micro-

---

2. L'herméticité du gainage est quant à elle assurée par une couche métallique intégrée au CMC.

mécanique est proposé. Des simulations sont confrontées aux résultats expérimentaux exposés au précédent chapitre.

Le Chapitre 4 est consacré à l'étude expérimentale des comportements thermique et mécanique d'un composite 2D tissé stratifié. L'évolution des propriétés thermiques est mise en relation avec les mécanismes d'endommagement identifiés.

Enfin, le Chapitre 5 expose une stratégie de calcul numérique de l'effet de l'endommagement mécanique sur la conductivité thermique. En identifiant le modèle, une interprétation physique (en terme de densité de fissure) est extraite des mesures thermiques du Chapitre 4.



# Chapitre 1

## Synthèse bibliographique

*Ce chapitre fait une synthèse bibliographique concise des connaissances sur le comportement et l'élaboration des Composites à Matrice Céramique (CMC) SiC/SiC. L'analogie entre la thermique et la mécanique quant à la non linéarité du comportement induit par l'endommagement est aussi discutée. Enfin, l'approche proposée dans la suite du travail est présentée en détails.*

### 1.1 Introduction aux Composites à Matrice Céramique (CMC) SiC/SiC

Les Composites à Matrice Céramique (CMCs) permettent de remédier à la fragilité intrinsèque et au manque de fiabilité des céramiques, afin d'en faire des matériaux à même de remplir des rôles structuraux dans des conditions de température sévères ou très sévères. Ils trouvent principalement des applications dans les secteurs stratégiques de l'aéronautique, du spatial, de la défense ou encore de l'énergie nucléaire. Le Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (LCTS) a fait des CMCs sa principale activité de recherche.

#### 1.1.1 Morphologie et élaboration des CMCs

Les Composites à Matrice Céramique sont constitués de trois phases fonctionnelles (renfort, interphase et matrice) que nous détaillons dans la suite puis d'une quatrième phase formée par la porosité à différentes échelles (microporosité, mésoporosité). L'existence de cette dernière est étroitement liée au procédé d'élaboration.

#### **Le Renfort**

Le renfort est l'élément qui supporte la charge appliquée lorsque les deux autres phases s'endommagent. C'est aussi la phase qui subit l'endommagement en dernier et celle qui dicte la rupture ultime du composite (Lissart and Lamon, 1997) (Lamon, 2002). Le renfort est le plus souvent réalisé à base de fibres longues dont le diamètre est inférieur à  $15\mu m$  pour les fibres récentes (Hi-Nicalon, Hi-Nicalon S, Tyranno SA3, Sylramic, etc). Elles peuvent être obtenues par la transformation d'un précurseur (Polycarbosilane par exemple). Des éléments précis concernant les aspects structuraux, les propriétés et les procédés d'élaboration des fibres, pourront être trouvés dans (Clauß, 2008). Parmi les principaux enjeux liés au développement de ces fibres, nous pouvons citer la tenue à l'oxydation, la contrainte à rupture ou encore le coût de production.

Plusieurs centaines de fibres sont assemblés formant ce qui est appelé un fil. Ces derniers sont tissés selon des architectures de complexité variable (2D, 2.5D, 3D, etc.) donnant ainsi forme au squelette du composite. Les préformes textiles sont traitées en détails dans (Gries et al., 2008).

### L'interphase

Dans le composite, cette phase est en proportion négligeable mais n'en reste pas moins un élément clé assurant un rôle crucial dans le comportement des CMCs (Lamon, 2008). Lorsque l'interphase est dimensionnée et élaborée avec justesse, elle est le lieu de déviations de fissures, évitant ainsi la propagation des fissures dans la fibre conduisant à la rupture prématurée du composite. Les fissures matricielles peuvent alors se multiplier générant à chaque fois des décohésions interfaciales, lesquelles participent au transfert de charge de la matrice au renfort. C'est ainsi que le matériau s'endommage au lieu de rompre brutalement.

L'interphase est le plus souvent déposée à la surface des fibres par voie gazeuse. Elle peut consister en une fine couche de pyrocarbone (PyC) de quelques dizaines de nanomètres. Des développements ont conduit à la mise au point d'interphases avancées (i) contenant du Nitrure de Bore (Rebillat et al., 2000) pour améliorer la résistance à l'oxydation (ii) des interphases multiséquencées  $(\text{PyC}/\text{SiC})_n$  (Fig. 1.1) pour accroître leur capacité à transférer l'effort vers le renfort (Bertrand et al., 2000).

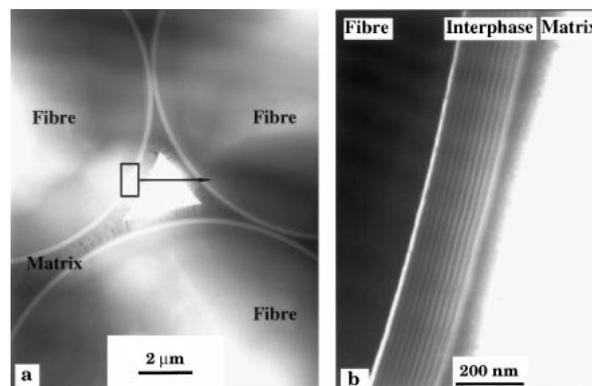


FIGURE 1.1 – Interphase nanoséquencée  $(\text{PyC}/\text{SiC}/\text{PyC})_n$  selon (Bertrand et al., 2000).

### La matrice

La dernière phase fonctionnelle au sein des CMCs est la matrice. Elle participe, avec le renfort, à supporter le chargement jusqu'à être atteinte par l'endommagement. Ensuite, son rôle est essentiel quant à la protection du renfort contre l'environnement, notamment vis-à-vis de l'oxydation aux hautes températures ( $>500^\circ\text{C}$ ).

Ainsi, le composite est finalement obtenu lorsque la préforme fibreuse revêtue d'une interphase est densifiée par la matrice. L'étape de densification consiste à remplir au mieux le volume laissé vide autour du renfort. L'élaboration de la matrice a suscité de nombreux travaux de recherche qui ont conduit à la mise au point de procédés industriels. Plusieurs voies ont été explorées : la voie liquide (*Liquid Polymer Infiltration* - LPI - et *Liquid Silicon Infiltration* - LSI), la voie solide

(*Nano-powder Infiltration Transient Eutectic* - NITE), et la voie gazeuse (*Isobare Chemical Vapor Infiltration* - I-CVI). Des détails quant aux divers procédés et aux propriétés des matrices obtenues sont disponibles dans ((Bansall, 2005), (Heidenreich, 2008), (Mozt et al., 2008), (Leuchs, 2008)).

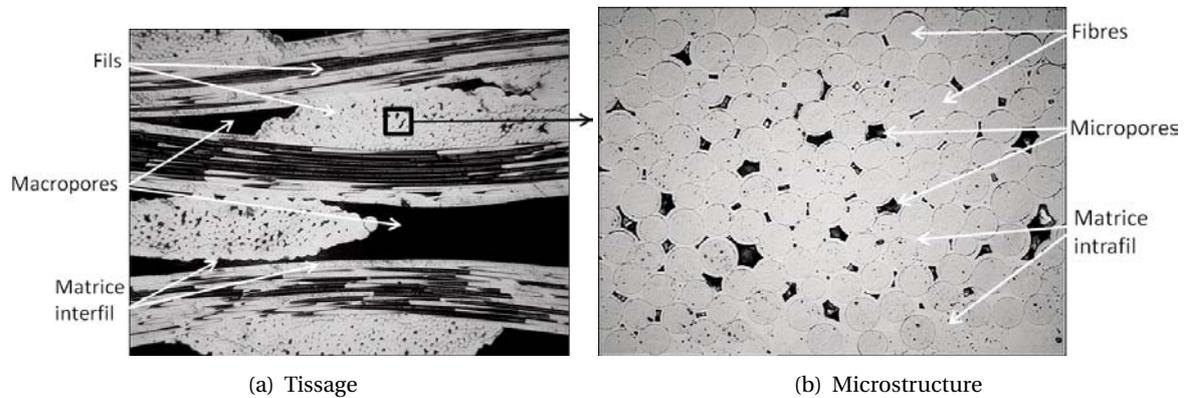


FIGURE 1.2 – Composite à Matrice Céramique SiC/PyC/SiC élaboré par densification d'une pré-forme tissé 2D par voie gazeuse (CVI) - Observations par Microscopie optique (ce travail).

### 1.1.2 Endommagement des CMCs

En réponse à un chargement thermomécanique, les Composites à Matrice Céramique développent un comportement non-linéaire à seuil du type *élastique endommageable*. Les mécanismes physiques responsables de la non-linéarité du comportement sont des fissures qui se forment dans les différentes phases précédemment citées selon un schéma que l'on appelle *scenario* d'endommagement. Ce dernier peut varier selon la texture, le mode de chargement, la nature de la fibre, celle de l'interphase et celle de la matrice. Les travaux menés depuis ceux de (Aveston et al., 1971) ont contribué à l'identification des modes d'endommagement affectant la matrice, l'interphase et le renfort fibreux, et de leur lien avec la microstructure (Guillaumat and Lamon, 1996a), (Lissart and Lamon, 1997), (Calard, 1998).

Avec l'apparition des différents systèmes de fissuration, une partie de l'énergie fournie au matériau est dissipée :

- sous la forme de création de surface (fissuration à proprement dite) ;
- sous forme de chaleur induit par des phénomènes de frottement.

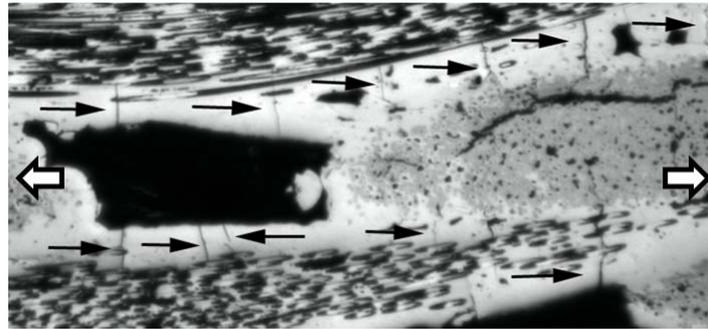
#### Endommagement matriciel

Les fissures matricielles sont les premières à se manifester au sein du composite. Elles constituent trois familles qui sont indiquées ci-dessous dans l'ordre de leur apparition avec l'augmentation de la charge (Guillaumat and Lamon, 1993) :

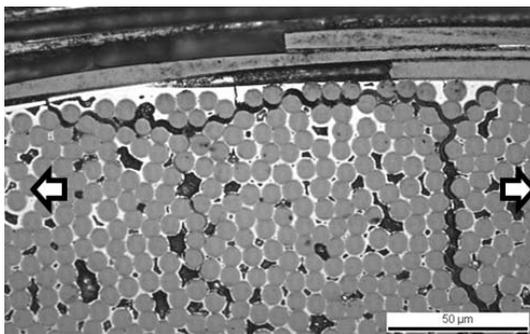
1. *Les fissures interfil*. La Fig. 1.3a montre que ce sont celles qui apparaissent dans le dépôt matriciel entourant le renfort tissé.
2. *Les fissures des fils transversaux*. Elles affectent les fils orientés perpendiculairement à la direction de chargement macroscopique. Elles se propagent initialement en mode I puis sont

déviées en mode II (Fig. 1.3b), le plus souvent au voisinage de l'interface entre deux fils. Cela peut donner lieu à des décohésions interplis ou à des phénomènes de délaminage.

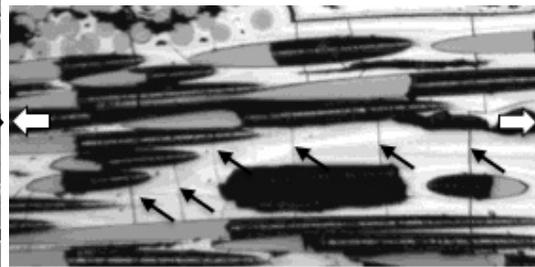
3. *Les fissures intrafil*. Elles se forment à l'intérieur des fils longitudinaux - au sein de la matrice qui recouvre les fibres. Comme en témoigne la Fig. 1.3c, les lèvres de la fissure sont normales à la direction des fibres.



(a) Fissure interfil (selon (Couégnat, 2008))



(b) Fissure des fils transversaux (selon (Couégnat, 2008))

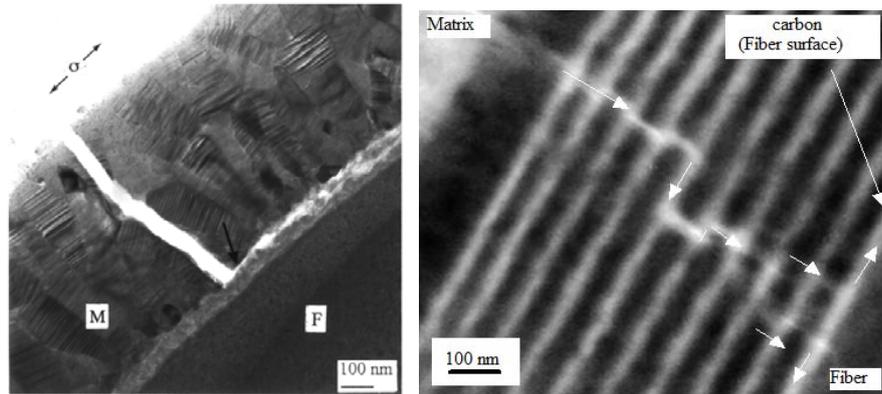


(c) Fissure intrafil (selon (Guillaumat, 1994))

FIGURE 1.3 – Fissuration matricielle : différents mécanismes d'endommagement de la matrice.

### Endommagement interfacial

Les fissures qui d'abord se propagent dans la matrice sont déviées dans l'interphase générant des décohésions interfaciales. C'est le lieu où les transferts de charge vers la fibre s'opèrent. Les décohésions parcourent des longueurs variables conditionnées par la capacité de transfert de l'interphase. Ainsi, les fissures interfaciales sont courtes lorsque le transfert mécanique à l'interface est intense, et elles sont longues dans le cas contraire (Guillaumat and Lamon, 1993) (Lamon, 2008). La Fig. 1.4 illustre deux formes de fissuration interfaciale par déviation de fissure matricielle, selon la nature de l'interphase (a) une couche de pyrocarbone (Boitier et al., 2002) (b) une interphase multiséquencée avec de multiples déviations (Bertrand et al., 2000).



(a) Interphase PyC selon (Boitier et al., 2002) (b) Interphase nanoséquencée selon (Bertrand et al., 2000)

FIGURE 1.4 – Fissuration interfaciale : différents mécanismes de déviation de fissure à l’interface fibre/matrice

### Endommagement du renfort

Avant d’atteindre le renfort, l’endommagement s’est étendu dans la matrice et dans l’interphase, entraînant un transfert de charge vers le renfort. Lorsque la contrainte subie par les fibres excède la résistance de celles-ci, elles se rompent. Les ruptures de fibres se multiplient jusqu’à ce que cela touche un nombre de fibres suffisant pour qu’une instabilité survienne et mène à la ruine du matériau (Fig. 1.5) (Lissart and Lamon, 1997) (Lamon, 2002). Les différents modes de recharge-ment des fibres (*Local Load Sharing* et *Global Load Sharing*) et leur lien avec la rupture ultime du composite sont discutés dans (Calard and Lamon, 2004).

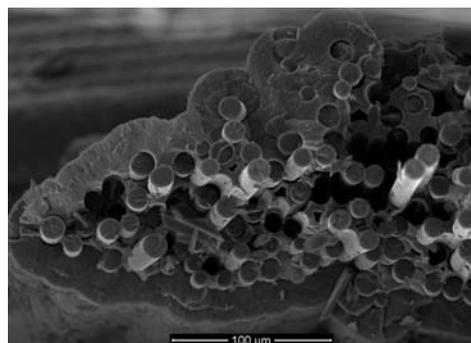


FIGURE 1.5 – Endommagement du renfort : rupture de fibres précédant la rupture ultime du composite.

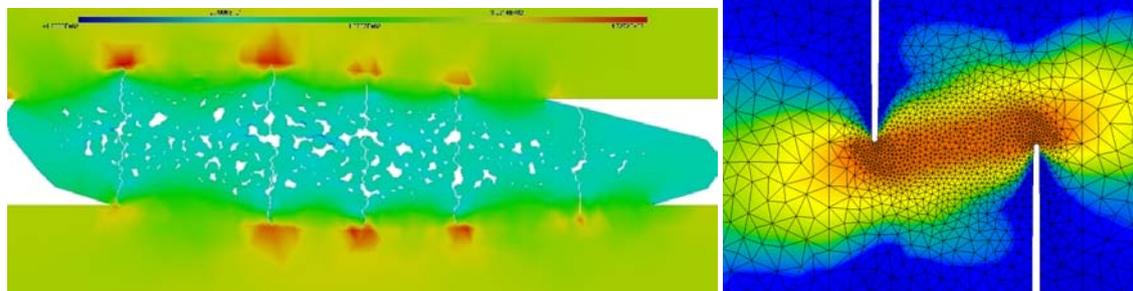
### Quelques éléments sur la modélisation de l’endommagement

La modélisation de l’endommagement des CMCs et de son effet sur les propriétés des matériaux, fait appel à différentes disciplines :

- La mécanique de la rupture est celle qui, considérant explicitement les fissures, permet d’écrire les conditions d’apparition et de progression des fissures.

- Les approches probabilistes permettent de prédire l'apparition des fissures en fonction des propriétés des constituants. Les aspects stochastiques sont un fait inhérent au caractère fragile de ces derniers.
- La mécanique de l'endommagement est la discipline qui permet de traiter l'endommagement en tant que processus continu dans un formalisme macroscopique. Des lois de comportement peuvent alors être formulées et implantées dans des codes de calcul de structures.

Avec un point de vue plus global, les travaux concernant les CMCs (Fig. 1.6) aspirent à associer ces deux approches dans le but de développer des *modèles de comportement au caractère prédictif capable de traiter des problèmes de calcul de structures de nature multiphysique avec un niveau de confiance élevé*. Les approches multiéchelles décrivant l'état d'endommagement par des grandeurs physiques offrent une alternative aux modèles phénoménologiques dont le caractère prédictif et l'aptitude à traiter des problèmes multiphysiques sont limités. Les analyses multiéchelles de l'endommagement des CMCs se distinguent par une représentation physique de l'état de fissuration à des échelles pertinentes. Des développements dans ce sens ont permis (i) la modélisation du comportement mécanique avec notamment la prévision de l'endommagement de cellules tissées (Guillaumat and Lamon, 1996b)(Lamon et al., 1998)(Pineau and Lamon, 2009) et le calcul de structures dans un formalisme macroscopique (Couégnat, 2008) (ii) l'étude de la durée de vie des CMCs avec en particulier la modélisation des mécanismes d'oxydation (Loseille, 2010)(Genet, 2010) et enfin (iii) l'étude de l'effet de l'endommagement sur la conductivité thermique (Farooki and Sheikh, 2006).



(a) Prédiction de la multifissuration transverse des fils dans un CMC selon (Pineau and Lamon, 2009) (b) Densités locales de fissuration matricielle dans une éprouvette à double entaille pour un composite 2.5D-C/SiC selon (Couégnat, 2008)

FIGURE 1.6 – Travaux récents en vue du développement d'un modèle de comportement prédictif pour les CMCs.

### Les échelles caractéristiques

Dans une stratégie multiéchelle, la définition des échelles caractéristiques est essentielle. Un choix pertinent pour ces échelles doit tenir compte à la fois de la taille caractéristique des hétérogénéités et des mécanismes d'endommagement (Michel et al., 2001). A la lumière des paragraphes précédents décrivant les CMCs et les modes de fissuration associés, deux échelles apparaissent significatives (Lamon, 2002) :

1. **L'échelle Micro** (échelle de la fibre) (Fig. 1.2b) rend compte de la présence de la matrice intrafil, des fibres et des micropores. Les mécanismes d'endommagement actifs à cette échelle sont la fissuration de la matrice intrafil et les microdécohésions associées.
2. **L'échelle Méso** (échelle du tissé) (Fig. 1.2a) rend compte de l'aspect tissé et de la présence de la matrice interfil et des macropores. Les mécanismes d'endommagement actifs à cette échelle sont la fissuration de la matrice interfil, la fissuration transverse et les décohésions associées.

### *1.2 Comportement des matériaux et relation entre la thermique et la mécanique*

L'un des intérêts majeurs du travail exposé ici est de lier intimement l'étude des comportements mécaniques et thermiques. Cette section traite (i) de l'analyse des lois de comportement thermomécanique des matériaux par des bilans d'énergie au moyen de la métrologie thermique (ii) de l'analogie entre la thermique et la mécanique au regard du comportement non linéaire induit par l'endommagement mécanique. Dans les deux cas, la caractérisation thermique des matériaux constitue un outil indispensable pour appréhender la relation entre la thermique et la mécanique.

#### *1.2.1 La caractérisation thermique des matériaux*

L'ensemble des matériaux est concerné par cette thématique de recherche : matériaux homogènes et hétérogènes, isotropes et anisotropes, alliages métalliques, polymères organiques, céramiques, composites, etc. L'ouvrage (Hladik, 1990) propose un panorama des techniques relatives à la métrologie des propriétés thermiques des matériaux. Par ailleurs, cette thématique constitue une composante principale des travaux de l'équipe *Thermocinétique* au sein du laboratoire TREFLE.

Plus particulièrement, les CMC ont fait l'objet de plusieurs travaux à différentes échelles et gammes de température, parmi eux citons (Pradère, 2004) (Cabrerero, 2009) à l'échelle de la fibre, (Hasselman and Johnson, 1989) (Bhatt et al., 1990) à l'échelle du fil et (Youngblood et al., 2002a) (Youngblood et al., 2002b) (Krapez et al., 2004) (Farooki and Sheikh, 2006) (Lorrette, 2006) (Bamford, 2007) à l'échelle du composite tissé. Ces développements ont contribué à la validation des modèles de prévision des propriétés thermiques et à la mise en évidence de l'effet des facteurs extérieurs (Température, irradiation, endommagement, etc.). Le Tableau 1.1 synthétise les propriétés thermophysiques et les modules de Young de la matrice SiC CVI et des fibres à base de SiC (Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S).

#### *1.2.2 Analyse thermomécanique du comportement des matériaux*

La notion de couplage thermomécanique renvoie à des phénomènes associant intimement des effets thermiques et mécaniques. Les exemples suivants illustrent deux types de couplage fréquemment rencontrés dans l'étude des matériaux :

	Air	Matrice SiC CVI	Fibre Hi-Nicalon	Fibre Hi-Nicalon S
Densité $\rho$ ( $kg/m^3$ )	1	3200 <sup>a</sup>	3100 <sup>d</sup>	2740 <sup>d</sup>
Chaleur massique $C_p$ ( $J/kg.K$ )	1000	690 <sup>a</sup>	670 <sup>e</sup>	700 <sup>e</sup>
Conductivité thermique $\lambda$ ( $W/m.K$ )	0.025	67 <sup>b</sup>	8 <sup>b</sup>	18 <sup>b</sup>
Module de Young $E$ (GPa)	–	420 <sup>c</sup>	270 <sup>d</sup>	408 <sup>d</sup>

TABLE 1.1 – Propriétés thermophysiques et Module de Young de la matrice SiC CVI, des fibres Hi-Nicalon et des fibres Hi-Nicalon S - <sup>a</sup>(Pierson, 1996) <sup>b</sup>(Yamada et al., 2002) <sup>c</sup>(Lissart and Lamon, 1997) <sup>d</sup>(Dong et al., 2001) <sup>e</sup>(Sauder, 2004)

1. *Thermoélasticité.* C'est le cas en particulier de la déformation d'un matériau lorsqu'il est chauffé ou encore de la variation de température observée lorsqu'un matériau est soumis à une contrainte mécanique dans le domaine élastique.
2. *Thermoplasticité.* Ce couplage se manifeste notamment dans la situation où un échauffement se produit dans un matériau métallique sollicité au delà de sa limite d'élasticité.

D'un point de vue plus formel, l'écriture des équations de la mécanique et de la thermique fait apparaître des termes de couplage. La Thermodynamique des Processus Irréversibles offre un cadre particulièrement intéressant pour les appréhender. Les équations de base sont rappelées dans la suite.

L'Eq. 1.1 s'obtient par la combinaison du théorème de l'énergie cinétique et du premier principe de la thermodynamique :

$$\rho \frac{de}{dt} = \bar{\sigma} : \frac{d\bar{\varepsilon}}{dt} - \text{div}(\vec{\varphi}) + r \quad (1.1)$$

avec  $\rho$  la masse volumique,  $e$  l'énergie interne spécifique,  $\sigma$  la contrainte,  $\varepsilon$  la déformation,  $\varphi$  la densité volumique de flux de chaleur conduit, et  $r$  la densité volumique de flux de chaleur reçue.

L'inégalité fondamentale traduisant le second principe de la thermodynamique s'écrit sous la forme suivante Eq. 1.2 :

$$\rho T \frac{ds}{dt} + \text{div}\left(\frac{\vec{\varphi}}{T}\right) - r = d \geq 0 \quad (1.2)$$

avec  $T$  la température,  $s$  l'entropie spécifique et  $d$  la dissipation volumique due aux irréversibilités intérieurs d'origines mécaniques et thermiques.

En introduisant le potentiel thermodynamique (Energie libre de Helmholtz  $\psi = e - TS$ ) fonction des variables d'état que sont la déformation, la température et les variables  $\alpha^k$ , l'inégalité fondamentale s'écrit Eq. 1.3 :

$$\underbrace{\rho C_{\varepsilon\alpha} \frac{dT}{dt}}_{\text{Energie thermique stockée}} - \underbrace{\text{div}(\vec{\varphi})}_{\text{Conduction thermique}} = \underbrace{d_1}_{\text{Dissipation intrinsèque}} + \underbrace{r}_{\text{Source thermique ext.}} + \underbrace{\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \bar{\varepsilon}} : \frac{d\bar{\varepsilon}}{dt} + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \alpha^k} : \frac{d\alpha^k}{dt}}_{\text{Couplages thermomécaniques}} \quad (1.3)$$

Dans le cas particulier d'une transformation purement élastique, l'Eq. 1.3 conduit à la relation 1.4 utilisée en thermoélasticimétrie<sup>1</sup>.

$$\Delta T = -T_0 K_m \Delta(\text{trace}(\sigma)) \quad (1.4)$$

avec  $T_0$  la température initiale et  $K_m$  le coefficient de couplage thermoélastique.

Dans le cas général, l'Eq. 1.3 donne la possibilité de mener des bilans d'énergie complets afin d'analyser les lois de comportement thermomécanique des matériaux sur le plan de la validité énergétique (Chrysochoos et al., 1989).

Les travaux récents, (Berthel et al., 2008), (Chrysochoos et al., 2008), (Chrysochoos et al., 2010) entre autres, mettent l'accent sur l'association de techniques de mesure de champs de déformation et de champs de température. Ces approches permettent alors de traiter des situations complexes (i) où le matériau est hétérogène (ii) ou alors le devient dans le cas de phénomène de localisation (iii) où les processus mis en jeu sont non isothermes. La formulation des lois de comportement des matériaux peut alors être discutée sous un regard différent (Chrysochoos et al., 2010).

Notez que dans l'Eq. 1.3, il est essentiel de caractériser les propriétés thermiques afin d'estimer le terme de conduction, en particulier lorsque le matériau est hétérogène ou lorsque les propriétés thermiques sont dépendantes du chargement mécanique. C'est le cas, en particulier, lorsque le matériau s'endommage, induisant ainsi une chute de conductivité thermique avec l'augmentation de la déformation.

Enfin, à notre connaissance, la littérature ne fait pas état de travaux mettant en évidence d'effets de couplages thermomécaniques lors d'essais mécaniques sur des CMCs. Cela est certainement à relier au comportement fragile des constituants qui dissipent principalement l'énergie sous forme de création de surface. Signalons que dans les essais mécaniques qui sont exposés au Chapitre 4, un échauffement thermique localisé au voisinage de la macrofissure est observé quelques secondes avant la rupture ultime du composite.<sup>2</sup>

### 1.2.3 Comportement non linéaire induit par l'endommagement Mécanique : Analogie entre la Thermique et la Mécanique

Dans cette section nous abordons la dépendance des propriétés thermiques au chargement et plus particulièrement à l'état d'endommagement induit par le chargement. Cette dimension constitue l'axe principal des travaux de recherche qui seront présentés dans ce mémoire. A plusieurs reprises, certaines analogies entre la Thermique et la Mécanique seront mises à profit. Elles seront un outil principal et certaines sont rappelées dans ce qui suit.

La Fig. 1.7 illustre la distorsion et la constriction des lignes de force et de flux de chaleur induites par la présence d'un défaut. En Mécanique des solides, ce phénomène se caractérise par un facteur de *concentration de contrainte* et en Thermique c'est une résistance de constriction qui lui est associée. Sur le plan des propriétés effectives, cela se traduit respectivement par une perte de raideur et une perte de conductibilité thermique. Au travers de cet exemple élémentaire, une première similarité est dégagée entre l'effet de l'endommagement mécanique sur le champ de contrainte et

1. La relation établie par *Lord Kelvin* est le cas particulier où le matériau est sollicité en traction simple (Thomson, 1853)

2. Dans la suite, ces observations ne sont pas détaillées car elles ne concernent pas le sujet de ce travail.

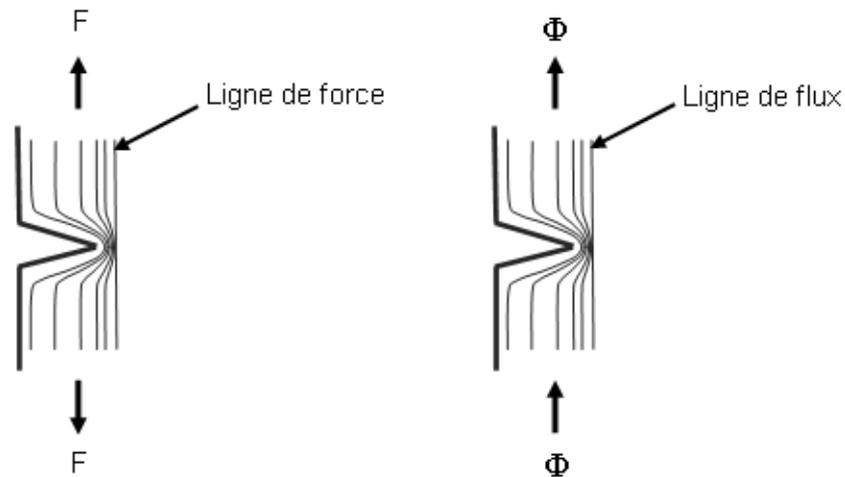


FIGURE 1.7 – Concentration de contrainte et constriction des lignes de flux de chaleur.

sur le champ de température. Dans la continuité, l'examen des équations d'équilibre et des lois phénoménologiques de la thermique et de la mécanique appuie ces propos.

### Equations d'équilibre et lois phénoménologiques

Dans les conditions de stationnarité, les équilibres mécanique et thermique s'écrivent sous la forme suivante (Eq. 1.5) :

$$\overline{div}(\overline{\sigma}) = 0 \quad div(\overline{\varphi}) = 0 \quad (1.5)$$

Notez que la première équation est vectorielle tandis que l'équilibre thermique se réduit à une équation scalaire.

Les lois phénoménologiques prennent la forme suivante (Eq. 1.6) :

$$\overline{\sigma} = \overline{\overline{C}} : \overline{\varepsilon} \quad \overline{\varphi} = -\overline{\chi} \cdot \overline{h} \quad \overline{\varphi} = -\overline{\lambda} \cdot \overline{\nabla} T \quad (1.6)$$

avec  $C$  le tenseur de rigidité,  $\chi$  le tenseur de conductibilité thermique et  $h$  le vecteur gradient de température.

### Lois de comportements non-linéaires

Sous l'effet de sollicitations thermomécaniques, les CMCs développent plusieurs réseaux de fissuration. La perte de cohésion au sein du matériau induit des perturbations des transferts thermiques et mécaniques. C'est ainsi que lorsque le matériau s'endommage, les comportements thermique et mécanique perdent leur caractère linéaire avec en particulier une altération de la rigidité et de la conductibilité thermique du matériau.

La non linéarité résulte de l'évolution des tenseurs de rigidité  $C$  et de conductibilité thermique  $\chi$  avec l'endommagement. L'état interne du matériau s'exprime par des variables d'endommagement  $d_i$  qui traduisent physiquement l'état de fissuration. Les relations Eq. 1.7.a et Eq. 1.7.b décrivent dans un formalisme analogue les comportements thermique et mécanique.

$$(a) \quad \bar{\sigma} = \bar{C}_{(d_i)}^{hom} : \bar{\varepsilon} \quad (b) \quad \bar{\varphi} = -\bar{\chi}_{(d_i)}^{hom} \cdot \bar{h} \quad \bar{\varphi} = -\bar{\lambda}_{(d_i)}^{hom} \cdot \bar{\nabla} T \quad (1.7)$$

avec  $d_i$  les variables d'endommagement traduisant l'état de fissuration du matériau.

L'Eq. 1.7.b exprime une dépendance du comportement thermique vis à vis de l'état d'endommagement. Deux voies permettent de tirer parti de cette relation :

- Le premier axe qui est aussi le plus exploré consiste à extraire des données relatives à l'état d'endommagement à partir de mesures thermiques. Les applications les plus élémentaires se contentent de mettre à profit les contrastes thermiques induit par l'endommagement (dé-laminage, (Balageas et al., 1987)) (chocs, (Bhatt et al., 2008)). La caractérisation des propriétés thermiques de matériaux sous sollicitations permet d'entreprendre un examen plus complet de l'état de fissuration. Les travaux suivants (Bhatt et al., 1990) (Hasselmann et al., 1991b) (Krapez et al., 2004) (Yilmaz, 2007) (Bamford et al., 2008) ont montré que des mesures de diffusivité thermique rendent compte de la progression de l'endommagement. Néanmoins, la principale carence de ces derniers est l'insuffisance dans l'interprétation physique (densité de fissures par exemple) des mesures thermiques. Un effort dans ce sens contribuera au développement de méthodes robustes dans le Contrôle et l'Évaluation Non Destructifs des matériaux et des structures.
- Le problème peut être considéré sous un angle différent. Il s'agit alors de prévoir l'évolution des propriétés thermiques à partir de la connaissance du scénario d'endommagement (progression de l'endommagement). Cette thématique n'a été traité que par peu d'auteurs, parmi eux (Lu and Hutchinson, 1995) (Del Puglia et al., 2004) (Farooki and Sheikh, 2006) (Tomkova et al., 2008). La mise en place de modèles de prévision est essentielle en vue du dimensionnement des structures telles que le gainage du combustible nucléaire. Par ailleurs, la construction d'un modèle de comportement thermique formulé sur la base d'une description physique de l'endommagement peut participer à l'identification ou à la validation des cinétiques d'endommagement.

### 1.3 Objectifs et plan de travail

L'objectif est d'examiner la relation entre l'endommagement mécanique des CMCs et l'évolution de leurs propriétés thermiques par la voie expérimentale et celle de la modélisation. Ces travaux, au caractère amont, aspirent (i) à mettre en place les bases d'une stratégie pour la prévision du comportement thermique non linéaire induit par l'endommagement (ii) à participer à la mise au point de techniques fiables pour l'Évaluation Non Destructive des Matériaux (END).

La démarche suivie doit tenir compte des particularités bien connues des CMCs, rappelées dans le section 1.1, avec notamment leur caractère multiéchelle. Par ailleurs, comme cela a été suggéré dans la section 1.2.3, il est avantageux d'exploiter au mieux les analogies entre la Mécanique et la Thermique.

La réalisation de ces finalités suppose tout d'abord une analyse approfondie des mécanismes d'endommagement, du comportement mécanique et du comportement thermique. Des moyens expérimentaux combinant des techniques de caractérisation mécanique et thermique ont alors été développés pour chacune des échelles caractéristiques (micro et meso). Cela est indispensable pour la compréhension de la base physique nécessaire à l'établissement de modèles pertinents.

Ainsi, sur la base des observations expérimentales, il est proposé de construire un modèle de com-

portement thermique non linéaire. L'état d'endommagement est explicité physiquement par des variables traduisant directement l'état de fissuration du matériau. Ce choix contribue notamment à faciliter l'interprétation physique des résultats.

Dans le déroulement proposé deux étapes importantes sont à relever :

- D'abord aux Chapitres 2 et 3 l'échelle micro sera examinée par le biais de matériaux composites modèles unidirectionnels que l'on appelle Minicomposite. Cette étape fondamentale a pour but (i) de formaliser l'approche dans un cadre simple où la géométrie est élémentaire et les mécanismes d'endommagement sont bien connus (ii) puis d'établir une base solide en vue de l'étude d'un composite tissé.

Le Chapitre 2 présente en détails les minicomposites, puis expose les outils de caractérisation développés dans le cadre de cette thèse et enfin décrit le comportement thermique et mécanique de ces matériaux. L'altération de la conductibilité thermique est finement analysée à la lumière du scénario d'endommagement identifié.

Au Chapitre 3, un modèle de comportement thermique d'un composite unidirectionnel en traction monotone est proposé. Il est montré dans ce Chapitre que la prévision de l'évolution des propriétés thermiques est envisageable avec la démarche suggérée. Par ailleurs, le modèle est exploité afin d'identifier les paramètres ayant les plus d'incidence sur l'évolution des propriétés thermiques. Une attention particulière est portée sur l'influence des propriétés interfaciales.

- C'est ensuite aux Chapitres 4 et 5 que ce travail aboutit à la caractérisation et la modélisation du comportement thermique d'un matériau composite<sup>3</sup> tissé<sup>4</sup> stratifié en traction simple. Bien que cette échelle ne soit pas encore celle de la structure, elle est représentative du comportement du point matériel. Cette échelle permet notamment d'introduire certains effets de structure.

Le Chapitre 4 est consacré à l'analyse expérimentale du composite tissé. Les outils expérimentaux sont introduits, puis mis en oeuvre en vue de l'identification des modes d'endommagement et de la caractérisation des comportements thermique et mécanique. Les résultats expérimentaux sont analysés à la lumière des observations établies au Chapitre 2.

Enfin, le Chapitre 5 synthétise les travaux de modélisation réalisés à l'échelle méso. Un modèle numérique de comportement thermique basé sur une analyse multiéchelle et sur une approche physique est présenté. Il est notamment alimenté avec le modèle établi au Chapitre 3. Ce chapitre illustre la mise en oeuvre de l'approche proposée dans un cas de chargement simple. L'effet de chacun des modes d'endommagement est évalué par des calculs numériques. Enfin, les cinétiques d'endommagement sont identifiées à partir des mesures thermiques exposées au Chapitre 4.

---

3. SiC/PyC/SiC

4. 0/90°

## Chapitre 2

# *Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple*

*Ce chapitre est consacré à l'étude expérimentale du minicomposite. De forme simple, ce matériau modèle est d'une grande utilité dans la compréhension des mécanismes d'endommagement et de leur effet sur les propriétés mécanique et thermique. Il permet d'établir des relations directes entre les propriétés des constituants (fibre/matrice/interface) et le comportement de l'assemblage. Néanmoins, la revue bibliographique montre qu'aucune étude expérimentale n'a porté sur les propriétés thermiques de minicomposite sollicité mécaniquement.*

*Une description détaillée du minicomposite est proposée dans une première section. Ensuite, ce chapitre présente la démarche expérimentale originale associant des outils de caractérisation mécanique, thermique et microstructurale. Finalement, les comportements thermique et mécanique des minicomposites étudiés sont décrits et discutés.*

### *2.1 Présentation du matériau étudié : minicomposite SiC/PyC/SiC*

#### *2.1.1 Description morphologique et microstructurale*

Le minicomposite est un composite unidirectionnel (Fig. 2.1) élaboré par infiltration en phase gazeuse (Chemical Vapour Infiltration - CVI (Christin, 1979)). Ainsi, un fil constitué de 500 fibres de carbure de silicium (SiC) est densifié par dépôt d'une interphase de pyrocarbone (PyC) puis d'une matrice SiC-CVI. Une section du minicomposite est montrée par la Fig. 2.2a. La micrographie de la Fig. 2.3a illustre en détail la microstructure d'un minicomposite.

Dans la suite, deux matériaux, se distinguant par les fibres utilisées, sont présentés et étudiés. Nous nommerons **M1** le minicomposite élaboré à partir de monofilaments Hi-Nicalon S (Hi-Ni-S), et **M2** celui constitué de monofilaments Hi-Nicalon (Hi-Ni). Le Tab. 2.1 rappelle quelques propriétés des fibres Hi-Ni-S et Hi-Ni.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple

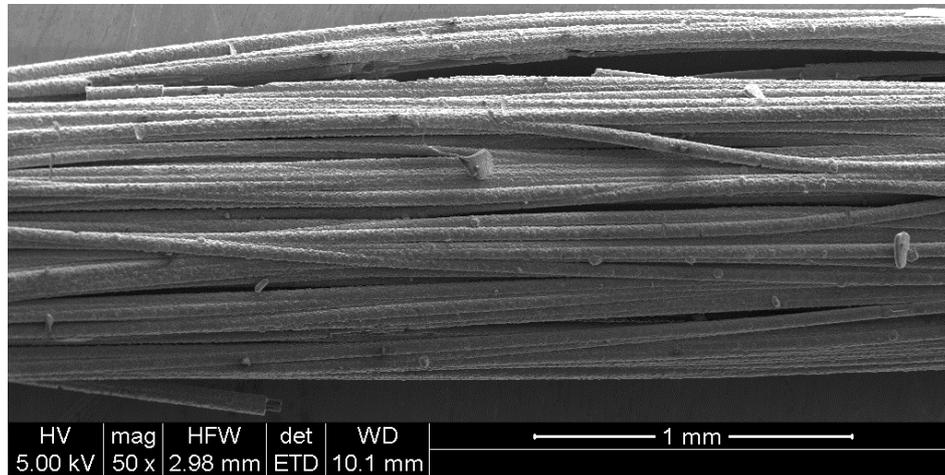


FIGURE 2.1 – Vue longitudinale d'un minicomposite SiC/PyC/SiC élaboré par CVI.

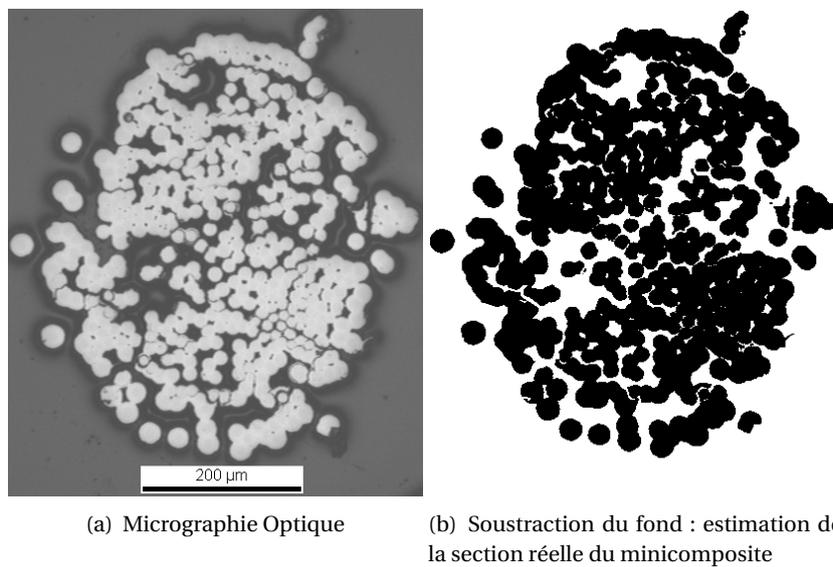
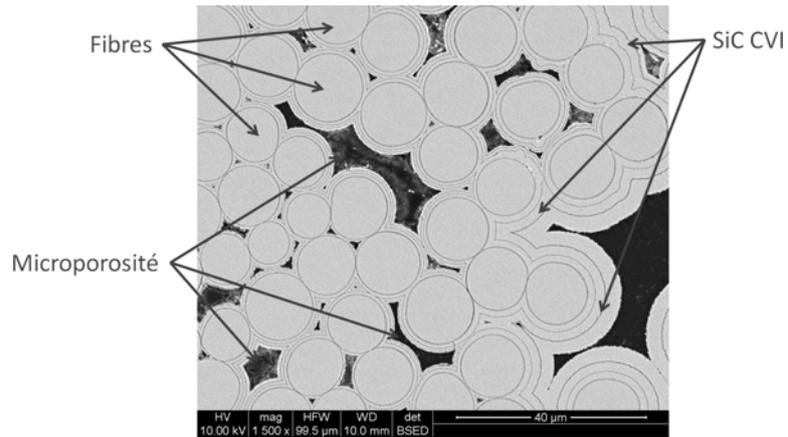
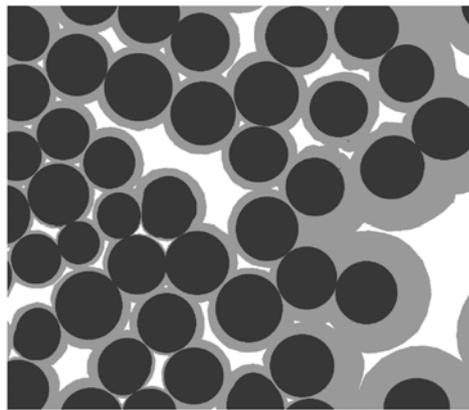


FIGURE 2.2 – Section transverse d'un minicomposite SiC/PyC/SiC élaboré par CVI.

## 2.1 Présentation du matériau étudié : minicomposite SiC/PyC/SiC



(a) Détails de la microstructure du minicomposite (Microscopie Electronique à Balayage).



(b) Analyse d'image : estimation des fractions volumiques de fibres, de matrice et de porosité.

FIGURE 2.3 – Analyse de la microstructure d'un minicomposite SiC/PyC/SiC élaboré par CVI.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple

La section de chaque minicomposite est mesurée par analyse d'image (Fig. 2.2b) de même que les fractions volumiques de fibre et de matrice (Fig. 2.3b). Notez que l'épaisseur du dépôt de matrice par CVI n'est pas homogène dans la section, elle varie entre 2 à 3  $\mu\text{m}$  au centre et 8 à 10  $\mu\text{m}$  en surface. Le Tab. 4.2 présente les résultats de cette analyse.

Fibres	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	Densité ( $\text{g.cm}^{-3}$ )	Module de Young (GPa)	Déformation à rupture (%)	Conductivité thermique ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )
<b>Hi-Ni-S</b>	13 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	408 <sup>a</sup>	0.63 <sup>a</sup>	18 <sup>b</sup>
<b>Hi-Ni</b>	14 <sup>a</sup>	2.74 <sup>a</sup>	270 <sup>a</sup>	1.04 <sup>a</sup>	8 <sup>b</sup>

TABLE 2.1 – Quelques grandeurs caractéristiques des fibres étudiées selon <sup>a</sup> (Dong et al., 2001) <sup>b</sup> (Yamada et al., 2002)

	Fibres	Section réelle ( $\text{mm}^2$ )	Fraction vol. de Fibre (%)	Fraction vol. de Matrice (%)
<b>M1</b>	Hi-Ni-S	0.14	38	62
<b>M2</b>	Hi-Ni	0.19	30	70

TABLE 2.2 – Fractions volumiques des différentes phases présentes au sein des minicomposites SiC/PyC/SiC

### 2.1.2 Intérêt du minicomposite

L'intérêt des micro/minicomposites pour le développement de nouveaux matériaux a été très bien démontré dans de nombreux travaux (Naslain et al., 1999).

Tout d'abord, d'un point de vue pratique, la réalisation d'un matériau unidirectionnel présente une difficulté moindre comparé à l'élaboration de composites à renfort multidirectionnel continu (2D, 2.5D et 3D). Celle-ci est complexe nécessitant une maîtrise des conditions de dépôt de la matrice pour assurer son homogénéité ainsi que davantage de temps et de moyens.

De plus, l'étude du composite unidirectionnel est un moyen de limiter le nombre de paramètres structuraux pour étudier l'influence des constituants sur le comportement mécanique. Aux échelles supérieures, induites par les renforts multidirectionnels, les paramètres se multiplient et les effets se combinent, il est alors plus difficile de distinguer le rôle de chacun mais aussi de faire le lien entre les conditions d'élaboration et les propriétés finales du composite.

Ajoutons qu'il a été montré que le comportement du composite 2D au delà de la fissuration matricielle interfil, est dicté par les fils longitudinaux qui peuvent être assimilés à des minicomposites (Lamon, 2002).

Enfin, si la compréhension des phénomènes est plus accessible à cette échelle, leur modélisation l'est aussi. Cet aspect trouve un intérêt particulier dans le cadre d'une approche multiéchelle.

Le comportement du minicomposite a fait l'objet de nombreuses études. Cela a notamment per-

mis la compréhension et la modélisation de la multifissuration matricielle et les ruptures multiples de fibres dans (Lissart and Lamon, 1997)(Guillaumat and Lamon, 1996a) et le comportement en fatigue statique dans (Pailler, 2004)(Laforet, 2009). Néanmoins, aucune étude expérimentale n'a porté sur les propriétés thermiques de minicomposite en traction.

### 2.1.3 Temps caractéristiques associés aux transferts thermiques

Le nombre de Fourier  $Fo$  est un nombre sans dimension faisant intervenir la diffusivité thermique  $a_c$ , un temps et une distance caractéristiques  $t_c$  et  $d_c$  (Eq. 2.1) :

$$Fo = \frac{a_c \cdot t_c}{d_c^2} \quad (2.1)$$

Le temps tel que  $Fo = 1$  peut être interprété comme le temps au bout duquel la chaleur traverse un milieu d'épaisseur  $d_c$  et de diffusivité thermique  $a_c$ . Il permet de fixer l'ordre de grandeur de la durée pendant laquelle les transferts thermiques s'opèrent, durée pendant laquelle il est possible d'estimer les propriétés thermiques.

Dans la direction des fibres (longitudinale), la distance caractéristique est d'ordre centimétrique et la diffusivité thermique de l'ordre de la dizaine de  $mm^2 s^{-1}$ . On en déduit un temps caractéristique de **10s** (Tab. 2.3). Dans ces conditions, et compte tenu de la morphologie du minicomposite, les méthodes d'estimation de la diffusivité thermique retenues sont celles en régime périodique entretenu. Elles sont particulièrement adaptées aux échantillons fins pour lesquelles le régime transitoire est court.

Dans la direction perpendiculaire aux fibres (transverse), selon le Tab. 2.3, le temps caractéristique est de l'ordre de **1 $\mu$ s**, soit une fréquence associée de 1MHz. L'étude des transferts thermiques aux temps très courts nécessite la mise en place d'outils spécifiques :

- Des méthodes non stationnaires du type méthode flash (Parker et al., 1961) à condition de disposer d'une acquisition à haute fréquence (du type monodétecteur) ;
- Une alternative intéressante proposée par (Clerjaud, 2010) est de mettre en oeuvre les méthodes en régime périodique établi et une acquisition hétérodyne<sup>1</sup>.

Dans le cas des deux solutions précédemment citées, il faut disposer d'une acquisition adaptée, soit à haute fréquence, soit hétérodyne. Le choix a été fait de ne pas mettre en oeuvre ces méthodes compte de tenu du temps et des moyens à notre disposition. Ainsi, seules les mesures dans la direction longitudinale des fibres ont été entreprises.

## 2.2 Modèles pour l'estimation de la diffusivité thermique longitudinale de minicomposites

### 2.2.1 Le modèle d'Angström et les méthodes d'estimation associées

En 1861, Angström (Angström, 1861) caractérisa la diffusivité thermique d'un long barreau métallique homogène. L'expérience consista à appliquer un flux de chaleur périodique sinusoïdal à

---

1. Le principe de l'hétérodynage est de reconstruire un signal périodique qui se déroule à haute fréquence à partir d'une acquisition plus lente (le rapport des fréquences doit être non entier)

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple

		⊥
$d_c$	1cm	100 $\mu m$
$a_c$	10mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup>	1mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup>
$t_c$	<b>10s</b>	<b>1<math>\mu s</math></b>

TABLE 2.3 – Ordre de grandeur des temps caractéristiques associés aux transferts thermiques dans les directions parallèle et perpendiculaire au renfort fibreux

une extrémité. Lorsque le régime périodique établi est atteint, une onde thermique se propage dans le milieu solide avec pour particularité d'être amortie et déphasée. Une illustration en est donnée dans la Fig. 2.4.

Il est proposé dans la suite de mettre en équation les considérations établies ici.

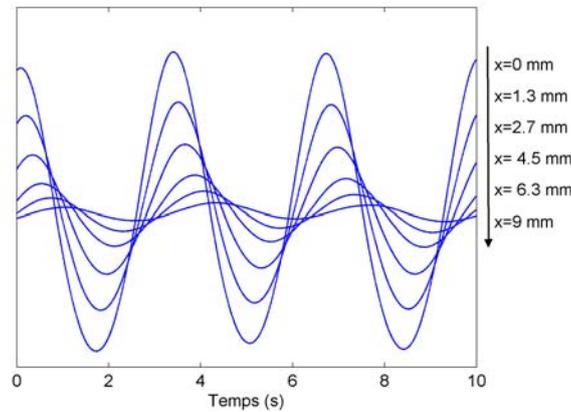


FIGURE 2.4 – Illustration de l'atténuation et du déphasage de l'onde thermique se propageant dans un minicomposite : évolution de la température au cours du temps à différentes positions le long du minicomposite.

L'expérience d'Angström peut être décrite par l'Eq. 2.2 avec les conditions aux limites et les conditions initiales de l'Eq. 2.3 :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{hp}{\lambda_x S} T = \frac{1}{a_x} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.2)$$

avec,  $h$  le coefficient d'échange convectif,  $p$  le périmètre,  $S$  la section,  $\lambda_x$  et  $a_x$  respectivement la conductivité et la diffusivité thermique dans la direction longitudinale.

$$t = 0 \quad T(x, t) = 0$$

$$x = 0 \quad -\lambda_x \frac{\partial T}{\partial x} = \phi_o + \Delta\phi_o \sin(\omega t + \varphi_o) \quad (2.3)$$

$$x \rightarrow \infty \quad T(x, t) = 0$$

*Remarque : Dans le cas du minicomposite, le nombre de Biot<sup>2</sup> (pour un coefficient d'échange convec-*

2. Le nombre de Biot,  $Bi = \frac{h \cdot d_c}{\lambda}$ , est le rapport entre la résistance thermique interne et la résistance à la surface.

$tifh=10W.m^{-1}.K^{-1}$ ) est  $Bi \approx 0.005$ , justifiant ainsi l'hypothèse de transfert unidimensionnel.

Après un temps suffisamment long, le régime périodique établi est atteint. La solution du problème posé  $T(x, t)$  (Eq.2.4) s'exprime alors comme la somme d'une composante stationnaire  $\bar{T}(x)$  (exponentielle décroissante) et d'une composante périodique  $T^*(x, t)$  de pulsation  $\omega$  imposée par le flux en  $x = 0$ .

$$T(x, t) = \bar{T}(x) + T^* \quad (2.4)$$

avec,

$$T^* = A(x) \cos(\omega t + \varphi(x)) \quad (2.5)$$

$$T^* = A_0 \exp(-z_r x) \cos(\omega t - z_i x + \varphi_0)$$

avec,

$$z_i = -\frac{\partial \varphi(x)}{\partial x} = \sqrt{\frac{1}{2a_x} \left[ \sqrt{\left(\frac{hp}{\rho C_p S}\right)^2 + \omega^2} - \frac{hp}{\rho C_p S} \right]} \quad (2.6)$$

$$z_r = -\frac{\partial \ln(A(x))}{\partial x} = \sqrt{\frac{1}{2a_x} \left[ \sqrt{\left(\frac{hp}{\rho C_p S}\right)^2 + \omega^2} + \frac{hp}{\rho C_p S} \right]} \quad (2.7)$$

$$z_i \cdot z_r = \frac{\omega}{2a_x} \quad (2.8)$$

Ainsi, dans le cas d'un matériau homogène avec une section constante, le déphasage ( $\varphi(x) = \varphi_0 - z_i x$ ) et le logarithme de l'amplitude ( $\ln(A(x)) = \ln(A_0) - z_r x$ ) de la composante périodique sont des droites décroissantes de pentes respectives  $-z_i$  et  $-z_r$ .

S'appuyant sur ces expressions, plusieurs approches ont été développées pour l'estimation de la diffusivité. Une revue détaillée des méthodes pourra être trouvée dans (Clerjaud, 2010). Les principales stratégies sont les suivantes :

1. Dans (King, 1915) il est proposé d'estimer la diffusivité thermique d'après l'Eq. 2.6. En pratique, si le coefficient  $h$  et la conductivité thermique  $\lambda_x$  ne sont pas connus, alors, au moins deux expériences sont réalisées à deux fréquences d'excitation différentes. Ici, le caractère déphasé de l'onde thermique est mis à profit ;
2. Une approche similaire consiste à tirer parti de l'amortissement de l'onde thermique et à estimer  $a_x$  d'après l'Eq. 2.7 (Starr, 1937) ;
3. Il est possible de combiner les informations à la fois sur le déphasage et sur l'amplitude ce qui donna la méthode d'Angström modifiée (Preston, 1929). La diffusivité thermique est alors estimée à partir d'une seule expérience d'après l'Eq. 2.8. Il a été montré dans (Pradère, 2004) que cette dernière approche donne les estimations les plus précises. Pradère a notamment étendu cette méthode en estimant la diffusivité thermique à partir de mesures à plusieurs fréquences d'excitation. L'écriture de l'Eq. 2.8 pour les différentes pulsations, aboutit à un système linéaire (Eq. 2.9 et Eq. 2.10). La diffusivité  $a_x$  est alors estimée par résolution directe (Eq. 2.11).

Les mesures de diffusivité longitudinale présentées dans ce chapitre ont été obtenues par cette technique.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple

$$\begin{bmatrix} 1/(2(z_i \cdot z_r)_{(\omega_1)}) \\ 1/(2(z_i \cdot z_r)_{(\omega_2)}) \\ \vdots \\ 1/(2(z_i \cdot z_r)_{(\omega_n)}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1/\omega_1 \\ 1/\omega_2 \\ \vdots \\ 1/\omega_n \end{bmatrix} \cdot [a_x] \quad (2.9)$$

$$\mathbf{Y} = \mathbf{X} \cdot \boldsymbol{\beta} \quad (2.10)$$

$$\boldsymbol{\beta} = (\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^T \mathbf{Y}$$

$$a_x = \frac{\sum_i \frac{1}{2\omega_i(z_i \cdot z_r)_{(\omega_i)}}}{\sum_i \frac{1}{\omega_i^2}} \quad (2.11)$$

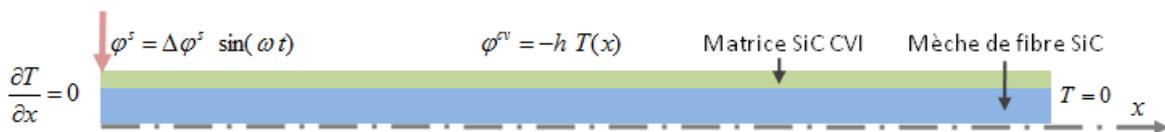
Rappelons que le modèle d'Angström a été écrit puis mis en oeuvre pour des matériaux homogènes. Les paragraphes suivants ont pour objet de discuter son extension au cas de matériaux hétérogènes.

### 2.2.2 Le cas d'un matériau enrobé

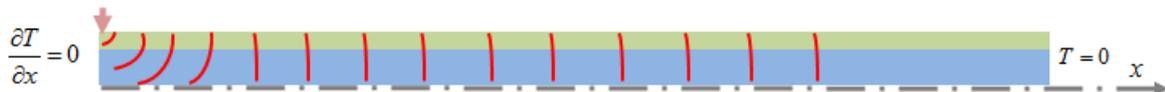
Le premier point que nous abordons est l'hétérogénéité de la section. Le minicomposite, décrit en début de chapitre, peut être assimilé dans une première approximation à un fil équivalent (représentant l'ensemble des fibres SiC) avec un dépôt de matrice SiC. Cette représentation simplifiée a été utilisée pour réaliser des expériences virtuelles avec un modèle éléments finis (Logiciel FlexPDE). Les conditions aux limites sont imposées de sorte à reproduire fidèlement les conditions expérimentales (Fig. 2.5a) :

- Source thermique ponctuelle et modulée à la surface extérieure du minicomposite ;
- Pertes convectives ( $h = 10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ ) sur la paroi extérieure.

Des essais virtuels sont effectués pour différentes pulsations et les diffusivités estimées sont tracées dans la Fig. 2.6a.



(a) Modélisation simplifiée d'un minicomposite



(b) Représentation des isothermes pour une fréquence d'excitation basse ( $f < 30\text{Hz}$ )



(c) Représentation des isothermes pour une fréquence d'excitation élevée ( $f > 35\text{Hz}$ )

FIGURE 2.5 – Modélisation par éléments finis et essais virtuels avec le logiciel FLEXPDE.

## 2.2 Modèles pour l'estimation de la diffusivité thermique longitudinale de minicomposites

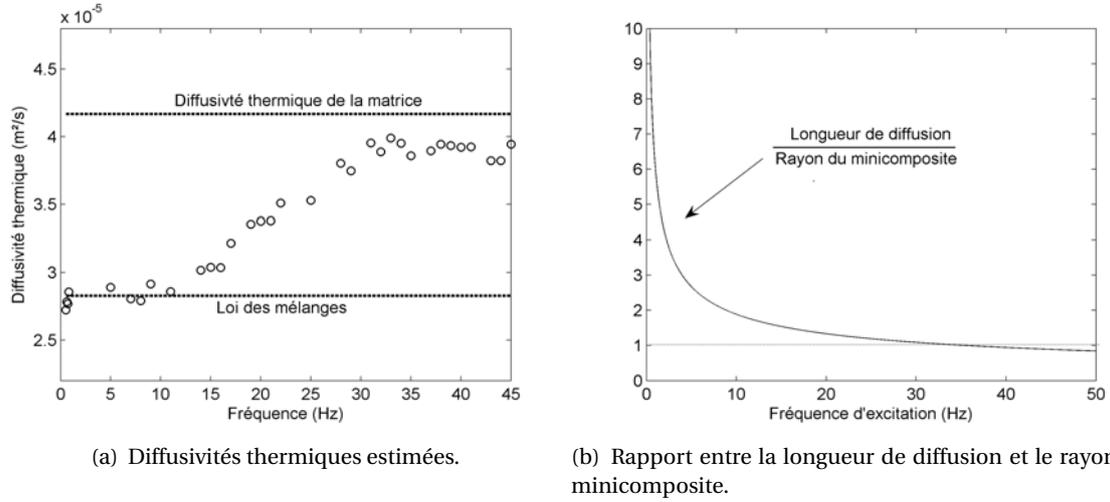


FIGURE 2.6 – Influence de la fréquence d'excitation sur les propriétés mesurées lors des essais virtuels

Les observations que l'on peut faire sont à mettre en lien avec la longueur de diffusion thermique  $L_p = \sqrt{\frac{a}{\pi f}}$  (Fig. 2.6b) :

- Pour des fréquences d'excitation inférieures à 30Hz, la longueur de diffusion est grande devant le rayon du minicomposite, et la chaleur pénètre en profondeur comme cela est illustré dans la Fig. 2.5b. Le comportement observé est alors celui du matériau équivalent et la diffusivité estimée est comparable à celle que l'on peut calculer par une loi des mélanges. Soulignons que pour de telles fréquences, la section du minicomposite est isotherme, cela permet de considérer (loin de la zone de transfert 3D) le transfert unidimensionnel. Le champ de température à la surface du minicomposite (Fig. 2.7) montre que les sections peuvent raisonnablement être considérées comme isothermes.
- Pour les fréquences supérieures à 35Hz, la longueur de diffusion thermique est inférieure au rayon du minicomposite. Ainsi, l'onde thermique ne pénètre que superficiellement (Fig 2.5c) et la diffusivité thermique estimée est voisine de celle de la matrice.

### 2.2.3 Le cas d'un matériau fissuré

Lorsque le matériau se fissure, le champ de température est perturbé au voisinage du défaut. Le transfert thermique perd alors localement son caractère unidimensionnel. Or, l'ouverture d'une fissure ( $d_{fis}$ ) de l'ordre de  $1\mu\text{m}$  est très petite devant la résolution spatiale ( $d_{pix} \approx 100\mu\text{m}$ ) et devant la longueur de diffusion ( $d_{dif} \approx 10\text{mm}$ ) (Eq. 2.12). Cette analyse dimensionnelle suggère que le matériau fissuré peut être considéré comme homogène. La Fig. 2.8 montre que dans le cas d'un matériau fissuré les profils de phases de d'amplitude ne révèlent pas de perturbations locales, le comportement est celui du matériau homogène équivalent.

$$d_{fis} \ll d_{pix} \ll d_{dif} \quad (2.12)$$

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple

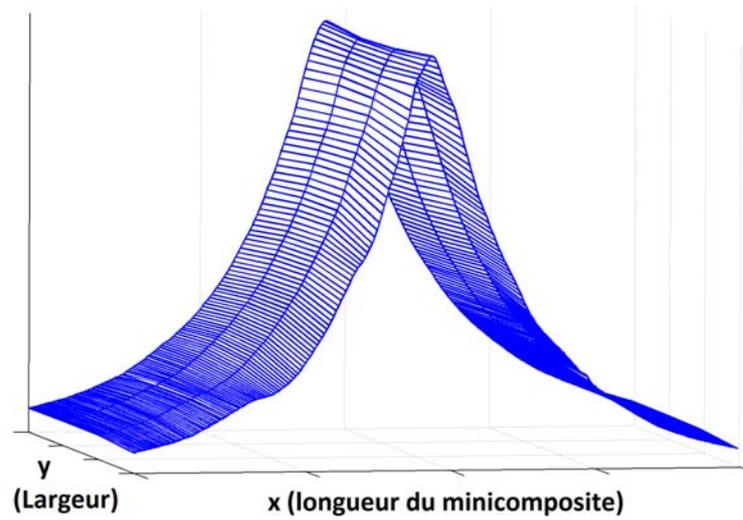
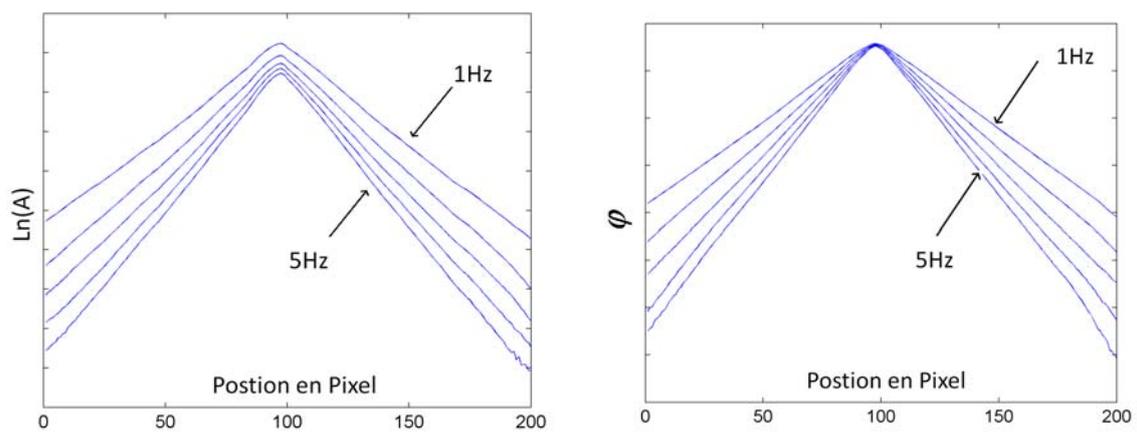


FIGURE 2.7 – Champ de température à la surface d'un minicomposite.



(a) Logarithme de l'amplitude

(b) Déphasage

FIGURE 2.8 – Déphasage et amplitude de l'onde thermique se propageant dans un minicomposite endommagé (105 N) pour des fréquences d'excitation de 1Hz à 5Hz.

## 2.3 Le banc expérimental développé pour la caractérisation thermique et mécanique de minicomposites en traction

Finalement, pour des faibles fréquences de modulation de la source ponctuelle, les distances caractéristiques associées au transfert thermique sont grandes devant la longueur caractéristique des hétérogénéités. Nous appliquerons alors la théorie d'Angström pour le minicomposite.

### 2.3 *Le banc expérimental développé pour la caractérisation thermique et mécanique de minicomposites en traction*

#### 2.3.1 *Description du montage expérimental*

Le dispositif expérimental (Fig. 2.9) a été développé en vue de la caractérisation simultanée du comportement thermique et mécanique d'un minicomposite. Il présente un caractère original puisqu'à notre connaissance aucun résultat similaire n'a été publié. Il associe un ensemble de techniques expérimentales permettant la réalisation d'essais de traction, le suivi de l'endommagement et la mesure de propriétés thermiques :

1. Les minicomposites (longueur de jauge de 30mm) sont collés dans des talons cylindriques et placés entre les mors d'une machine de traction électromécanique (MTS). La déformation du minicomposite est déduite de la mesure du déplacement de la traverse supérieure (deux capteurs inductifs LVDT) en tenant compte de la complaisance de la machine ( $C_s = 0.3\mu m.N^{-1}$ ) (Gauthier, 2007).
2. Deux capteurs acoustiques (du type *pico* - Euro Physical Acoustic) sont placés sur chacun des mors et enregistrent l'activité acoustique (seuil de détectabilité : 40dB). Le signal est ensuite exploité afin d'analyser l'évolution de l'endommagement.
3. Un flux de chaleur périodique est appliqué ponctuellement à la surface du minicomposite. Un faisceau laser de longueur d'onde 532nm est émis par une diode et traverse une lentille pour être focalisé sur un diamètre de l'ordre de 100  $\mu m$ . L'ensemble du système d'excitation thermique est disposé sur un plateau permettant un positionnement de précision selon les trois axes. La source ponctuelle est ainsi placée au centre du minicomposite. Une caméra infrarouge Titanium 520M (FLIR) assure l'acquisition du signal infrarouge (IR)<sup>3</sup> à la surface du minicomposite. Elle est équipée d'un objectif de 50mm avec une bague allonge afin de réduire la résolution à une taille de l'ordre de 80 $\mu m$ .

#### 2.3.2 *Procédure d'estimation de la diffusivité thermique longitudinale*

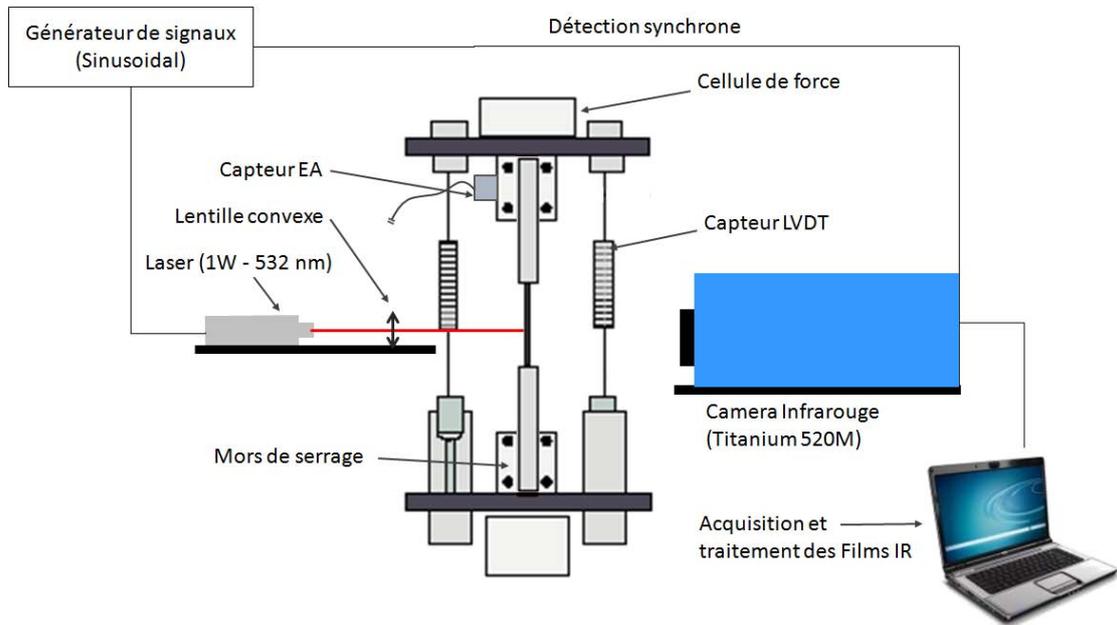
Les estimations de diffusivités thermiques au cours d'un essai de traction sont réalisées selon le schéma suivant :

1. Le minicomposite est sollicité au niveau de chargement souhaité. Puis, un délai de quelques minutes est respecté afin de s'assurer que l'endommagement ne progresse plus (arrêt de l'activité acoustique).
2. Une série de films IR d'une durée de 30s à une fréquence d'acquisition de 100Hz, sont réalisés pour plusieurs fréquences de modulation du Laser (0.3Hz à 2Hz) ;

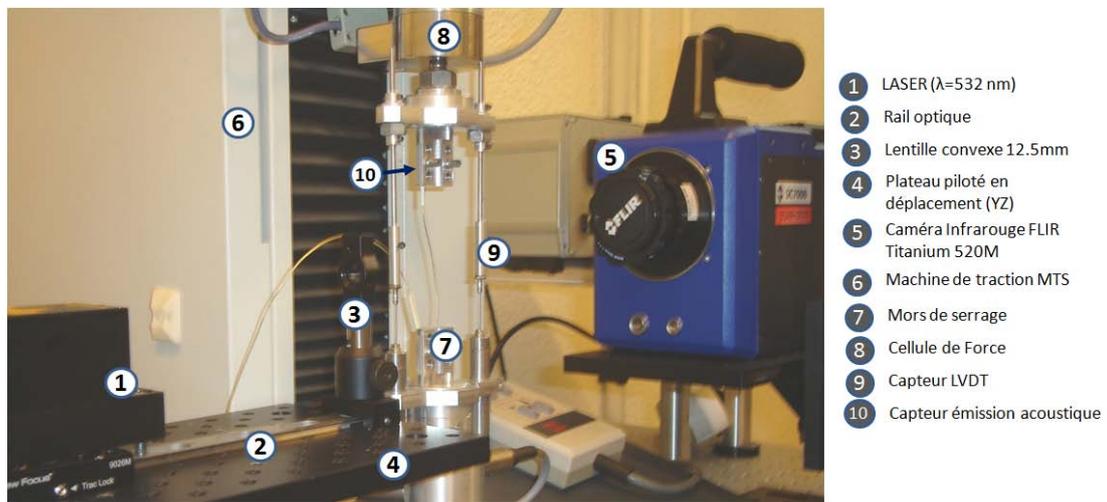
---

3. Le signal infrarouge ne constitue pas une mesure de la température. Néanmoins, les variations du niveau numérique enregistré seront assimilés à des variations de température

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple



(a) Schéma du montage



(b) Photo du montage

FIGURE 2.9 – Dispositif expérimental de caractérisation thermique et mécanique de minicomposites en traction.

### 2.3 Le banc expérimental développé pour la caractérisation thermique et mécanique de minicomposites en traction

3. Les déphasages et les amplitudes sont calculés avec le logiciel Altair LI. Cette étape permet d'opérer à la fois une compression et un débruitage du signal thermique. Des profils de déphasages et d'amplitude sont obtenus en calculant la moyenne dans la largeur du minicomposite (Voir par exemple la Fig. 2.10) ;
4. Finalement, pour un chargement donné, la diffusivité thermique du minicomposite est estimée par la méthode d'Angström modifiée (Preston, 1929) (Pradère, 2004).

#### 2.3.3 Estimation de la diffusivité thermique longitudinale : application à des matériaux homogènes de référence

Afin de valider la procédure d'estimation (sans contrainte appliquée) décrite dans le paragraphe précédent, deux éprouvettes présentant une forme allongée ont été caractérisées :

1. Un barreau de section rectangulaire (5mm x 1mm) en graphite POCO AXM-5Q ;
2. Un barreau de section circulaire ( $\phi$ 1.5mm) en alumine.

Le choix de ces matériaux permet de balayer une plage de diffusivités étendue, allant de  $60\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$  pour le graphite à  $8\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$  pour l'alumine.

Les figures Fig. 2.10 et Fig. 2.11 illustrent les profils de déphasage et d'amplitude (logarithme) calculés à partir des films IR. Ces figures décrivent des signaux très peu bruités pour les deux matériaux étudiés. Par ailleurs, conformément au modèle d'Angström, de part et d'autre de la source thermique ponctuelle, le logarithme de l'amplitude (Fig. 2.10a et Fig. 2.11a) et le déphasage (Fig. 2.10b et Fig. 2.11b) décroissent linéairement. Ainsi, d'un côté et de l'autre de la source thermique et pour chacune des fréquences de modulation du laser, les pentes  $z_i$  et  $z_r$  de même que le produit  $z_i.z_r$  sont calculés. Finalement, cela permet de construire deux séries de points (Fig. 2.12) dont l'exploitation (Eq. 2.11) conduit à une estimation (i) de la diffusivité thermique (moyenne des deux estimations) (ii) et de l'incertitude de mesure.

Le Tab. 4.1 synthétise les résultats. L'écart relatif entre les diffusivités estimées et celles que l'on trouve dans la littérature (Champoussin, 1972) (Maglic and Milosevic, 2004) est de l'ordre de 6 à 7%. Ces résultats constituent une validation pour la procédure mise en place et qui sera mise en oeuvre dans la suite du chapitre pour la caractérisation de minicomposite.

	<b>Alumine</b>		<b>Graphite POCO AXM-5Q</b>	
	Ce travail	Champoussin	Ce travail	Maglic
Diffusivité thermique ( $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ )	8.5±0.15	9.2	63±1.5	67
Ecart relatif (%)	7		6	

TABLE 2.4 – Caractérisation de matériaux de référence (Champoussin, 1972) (Maglic and Milosevic, 2004)

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple

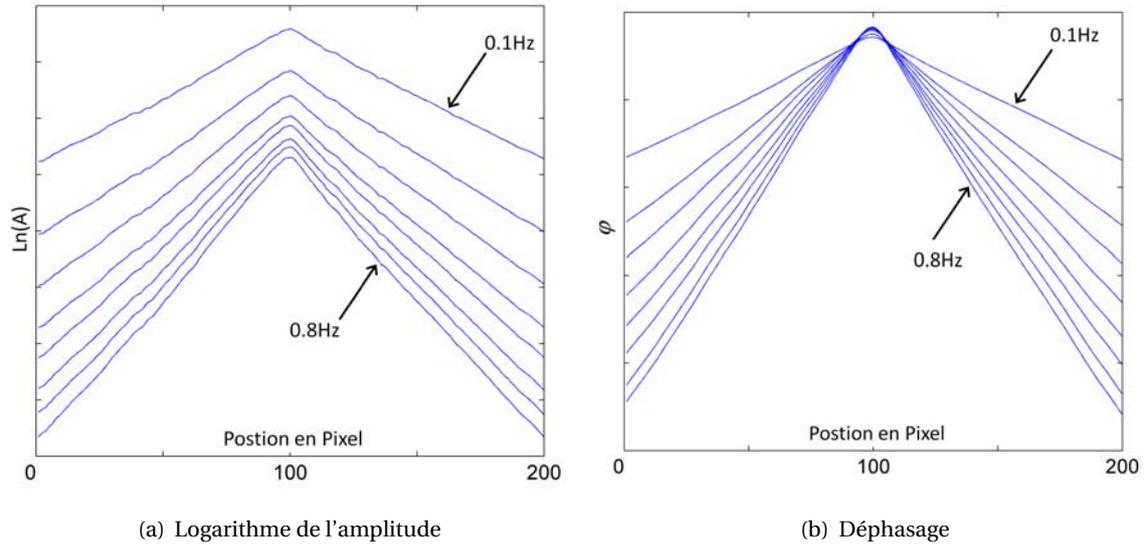


FIGURE 2.10 – Déphasage et amplitude de l'onde thermique se propageant dans une éprouvette en graphite POCO AXM-5Q pour des fréquences d'excitation de 0.1Hz à 0.8Hz.

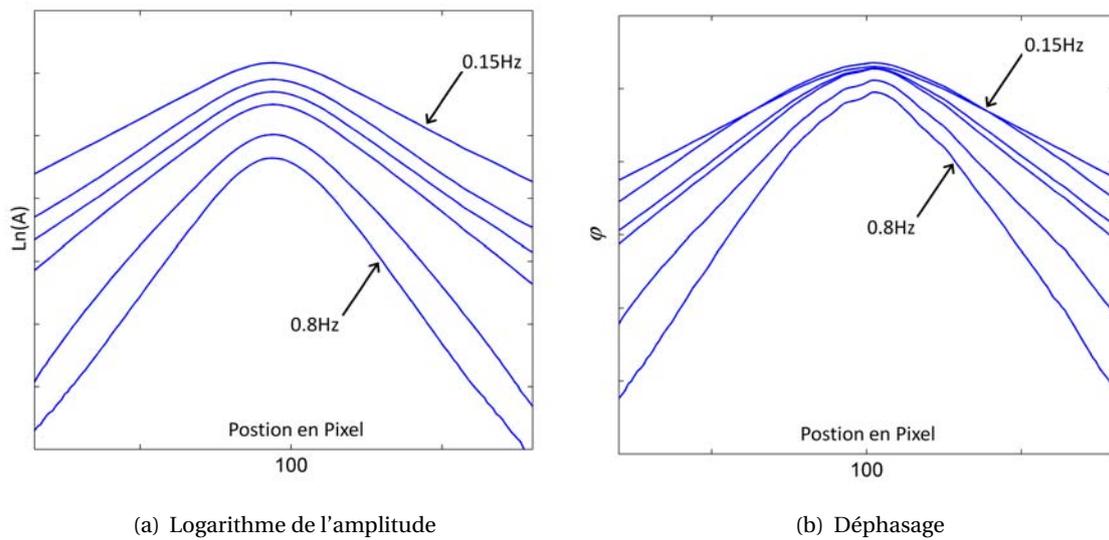
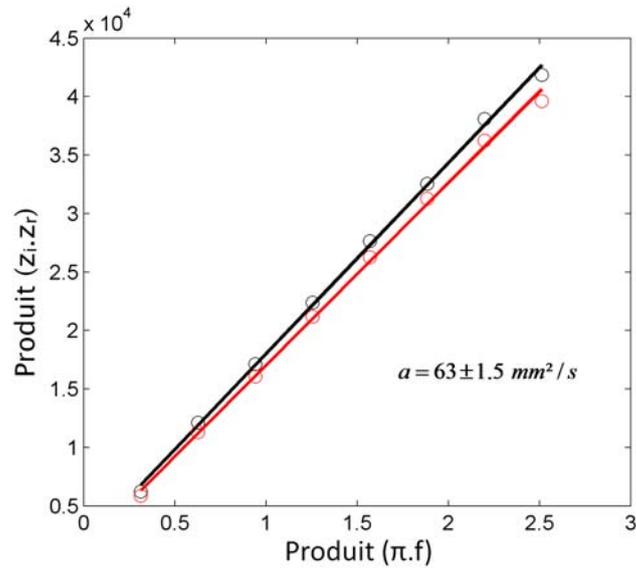
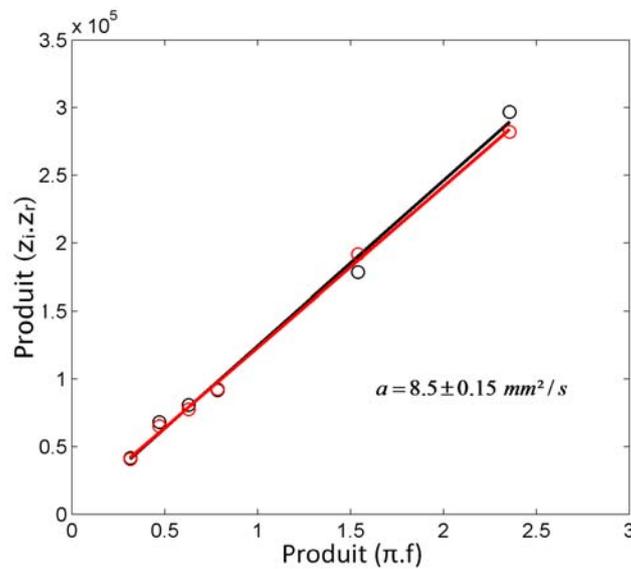


FIGURE 2.11 – Déphasage et amplitude de l'onde thermique se propageant dans une éprouvette en alumine pour des fréquences d'excitation de 0.15Hz à 0.8Hz.

2.3 Le banc expérimental développé pour la caractérisation thermique et mécanique de minicomposites en traction



(a) Graphite POCO AXM-5Q



(b) Alumine

FIGURE 2.12 – Estimation de la diffusivité thermique de matériau de référence selon l'Eq. 2.11.

## 2.4 Le comportement mécanique du minicomposite en traction

### 2.4.1 Comportement élastique endommageable

Le comportement mécanique des minicomposites est étudié par des essais de traction monotone et avec des cycles de charge - décharge. Les essais sont menés dans des conditions quasi-statiques avec une vitesse de déplacement de 0.05mm/min. Les courbes contrainte-déformation (Fig. 2.13) sont caractéristiques d'un comportement élastique endommageable. Le domaine linéaire élastique se termine à une déformation de 0.1% pour **M1** (fibres Hi-Ni-S) et de 0.06% pour **M2** (fibres Hi-Ni).

Au delà, le comportement du matériau développe un caractère non linéaire et irréversible. L'endommagement se traduit par une dégradation du module de Young mise en évidence par les cycles de charge - décharge (Fig. 2.14). Des déformations résiduelles sont observées ainsi que des boucles d'hystérésis manifestant la mise en jeu de mécanismes dissipatifs.

La Fig. 2.13 révèle que :

1. Des déformations résiduelles ( $\epsilon_{res}$ ) plus importantes sont relevées lors de l'essai de **M1** (0.08% en fin d'essai) que pour **M2** (0.04% en fin d'essai) ;
2. Des boucles d'hystérésis sont plus ouvertes dans le cas de **M1** que dans le cas de **M2**.

Ces constatations mettent en évidence davantage de phénomènes de frottements aux interfaces fibre/matrice dans le cas de **M1**.

### 2.4.2 Cinétiques d'endommagement

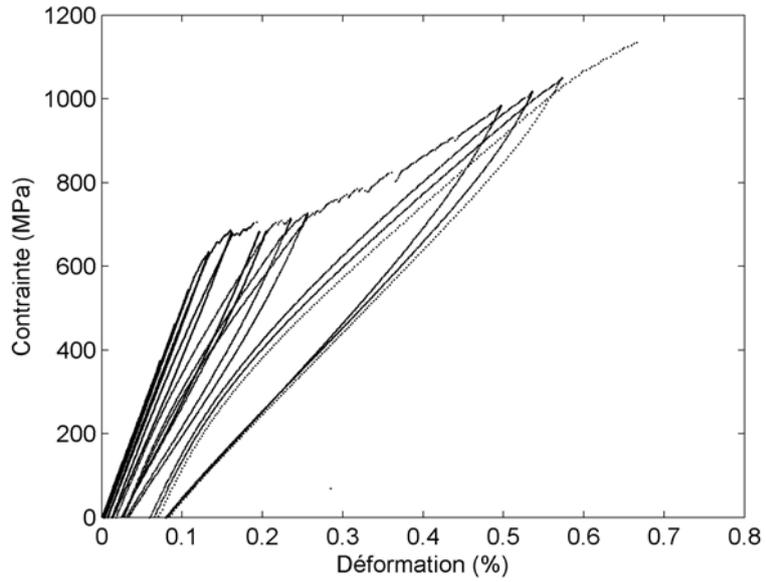
Les mécanismes d'endommagement du minicomposite bien connus par ailleurs (Lissart and Lamon, 1997)(Guillaumat and Lamon, 1996a) sont :

- d'une part la multifissuration de la matrice avec les décohésions résultant de déviations de fissures aux interfaces. L'observation par MEB<sup>4</sup> (Fig. 2.15) des éprouvettes rompues en traction fait état de fissures perpendiculaires au renfort. Ces dernières sont distribuées aléatoirement le long du minicomposite avec un pas de fissuration qui suit une distribution gaussienne (Fig. 2.16). Le pas de fissuration moyen est de 376 $\mu$ m pour **M1** et de 128 $\mu$ m pour **M2** - soit 80 fissures pour **M1** et 235 fissures pour **M2**. Bien que ce résultat soit approfondi au Chapitre 3, il peut d'ores et déjà renseigner qualitativement sur l'intensité de la liaison interfaciale, faible pour **M1** et moyenne pour **M2**. En effet, les travaux antérieurs (Aveston et al., 1971)(Lamon et al., 1993) ont montré que le pas de fissuration à saturation est inversement proportionnel à la résistance interfaciale. Ainsi, les distances interfissures sont d'autant plus petites que les longueurs de décohésion sont courtes et que la liaison interfaciale est forte ;
- d'autre part, les ruptures de fibres (Fig. 2.17), mécanisme à l'origine de la rupture ultime. Lorsque la matrice est fissurée au point de ne plus assurer la transmission des efforts, l'effort est entièrement repris par le renfort fibreux. Les fibres les plus fragiles vont alors rompre entraînant une surcharge des fibres restantes, ce processus se répétant jusqu'à la rupture finale intervenant suite à une instabilité (après une cinquantaine de fibres rompues).

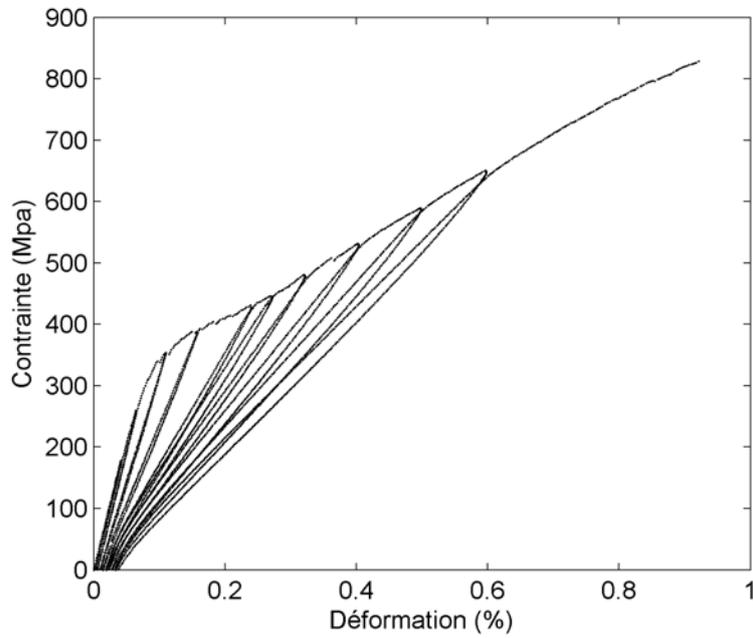
---

4. Microscopie Electronique à Balayage

## 2.4 Le comportement mécanique du minicomposite en traction



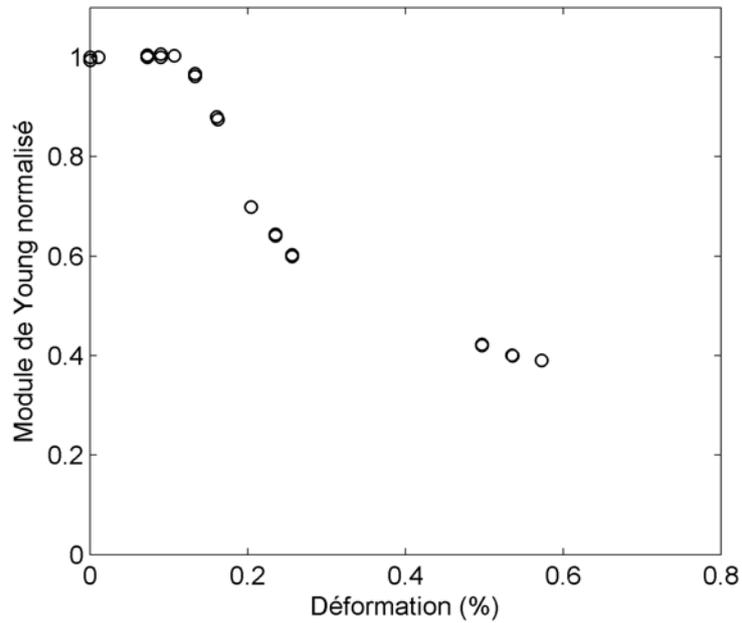
(a) Minicomposite M1 (fibres Hi-Ni-S)



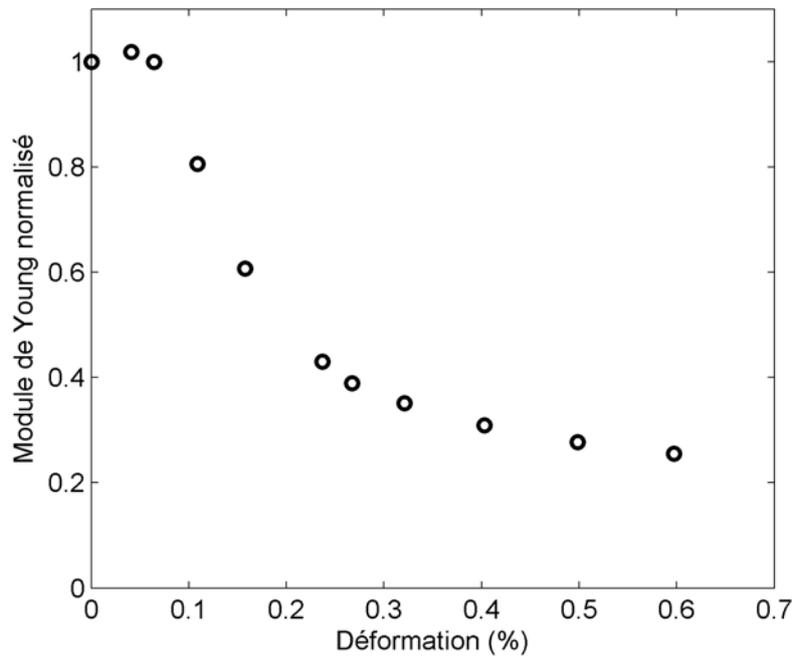
(b) Minicomposite M2 (fibres Hi-Ni)

FIGURE 2.13 – Courbe de comportement en traction des minicomposites étudiés (SiC/PyC/SiC).

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple



(a) Minicomposite M1 (fibres Hi-Ni-S)



(b) Minicomposite M2 (fibres Hi-Ni)

FIGURE 2.14 – Evolution du module de Young d'un minicomposite SiC/PyC/SiC au cours d'un essai de traction avec des cycles de charge-décharge.

## 2.4 Le comportement mécanique du minicomposite en traction

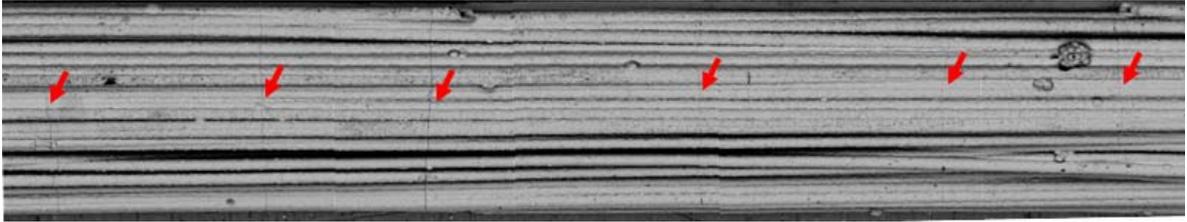
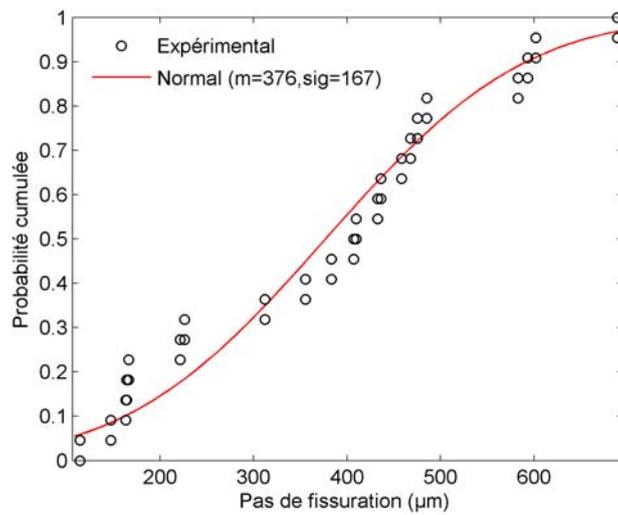
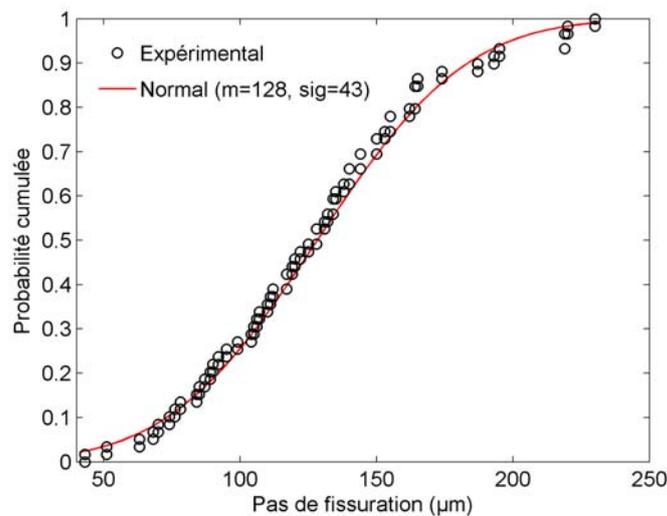


FIGURE 2.15 – Mesure post-mortem du pas de fissuration matricielle par microscopie électronique à balayage (MEB) sur un minicomposite SiC/PyC/SiC rompu en traction



(a) Minicomposite M1 (fibres Hi-Ni-S)



(b) Minicomposite M2 (fibres Ni-Ni)

FIGURE 2.16 – Distribution des pas de fissuration observés par MEB sur des minicomposites SiC/PyC/SiC rompus suite à un essai de traction simple

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de minicomposites en traction simple

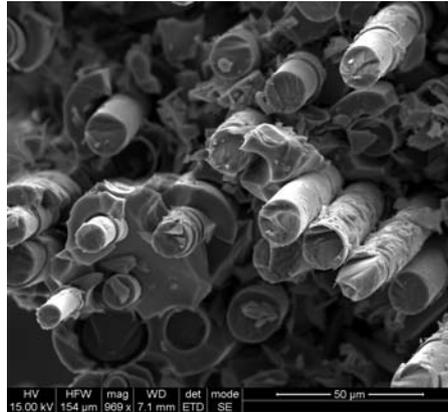


FIGURE 2.17 – Faciès de rupture observé par microscopie électronique à balayage (MEB) d'un minicomposite SiC/PyC/SiC rompu en traction. Mise en évidence de déchaussement de fibres.

Une fois les mécanismes rappelés, l'analyse de l'activité acoustique décrit les cinétiques d'endommagement. L'examen de la Fig. 2.18 fait apparaître la séquence suivante :

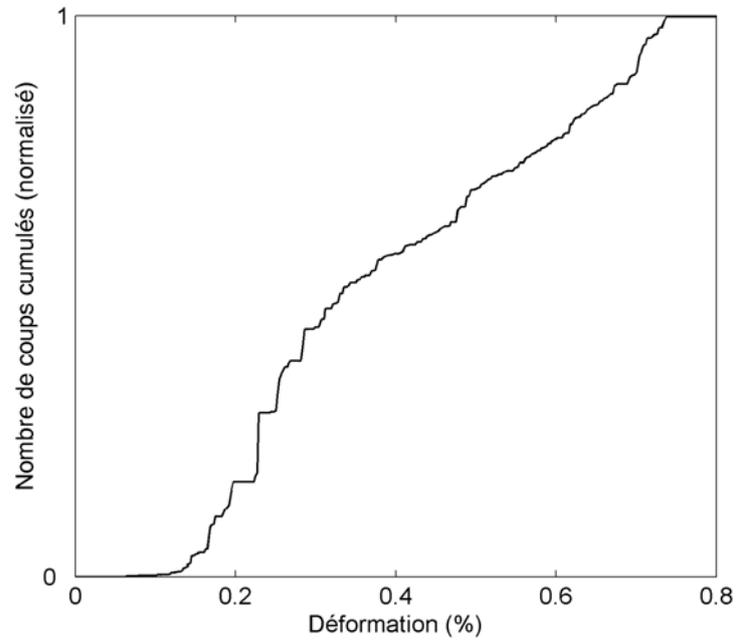
- $\varepsilon \leq 0.04\% - 0.08\%$  aucun évènement acoustique n'est enregistré : Le comportement du matériau est linéaire élastique (le seuil de détection de la chaîne d'acquisition est supérieur au niveau du bruit environnant) ;
- $0.08\% \leq \varepsilon \leq 0.4\%$  : l'activité acoustique rend compte de la fissuration matricielle qui progresse jusqu'à saturation ;
- $0.4\% - 0.6\% \leq \varepsilon$  : l'évolution de l'activité acoustique met en évidence un changement de convexité. Ce changement de régime rend compte des ruptures de fibres qui conduisent à la ruine du matériau.

*En synthèse de cette section, le Tab. 2.5 récapitule les principales caractéristiques du comportement mécanique des minicomposites étudiés.*

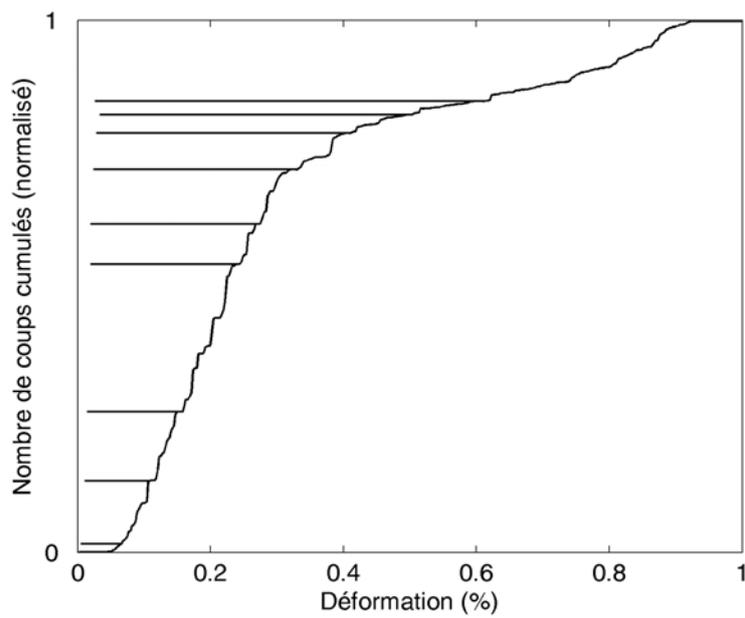
	Minicomposite M1	Minicomposite M2
Module de Young (GPa)	395	360
Fraction volumique de fibre (%)	38	30
Déformation à la limite de linéarité (%)	0.1	0.06
Déformation à la saturation matricielle (%)	0.4	0.43
Déformation à rupture (%)	0.73	0.9
Pas de fissuration moyen ( $\mu m$ )	376	128
Résistance interfaciale	Faible	Moyenne

TABLE 2.5 – Synthèse de la caractérisation mécanique des minicomposites

## 2.4 Le comportement mécanique du minicomposite en traction



(a) Minicomposite M1 (Fibres Hi-Ni-S)



(b) Minicomposite M2 (Fibres Hi-Ni)

FIGURE 2.18 – Suivi de l'endommagement mécanique par émission acoustique (nombre de coups cumulés) au cours d'un essai de traction sur des minicomposites SiC/PyC/SiC.

## 2.5 *Le comportement thermique du minicomposite en traction*

### 2.5.1 *Caractérisation du comportement thermique dans la direction du renfort*

Pour chacun des minicomposites et au cours du chargement mécanique, des mesures de diffusivité thermique sont réalisées selon la méthode décrite dans la section 2.3.2. C'est une hypothèse raisonnable que de considérer que la chaleur volumique du minicomposite n'est pas affectée par l'endommagement. Ainsi, dans la suite l'évolution de la conductivité thermique sera identifiée à celle de la diffusivité thermique.

L'analyse du comportement thermique du minicomposite au travers de l'évolution de la conductivité thermique (Fig. 2.19) au cours de l'essai de traction, décrit une tendance en trois phases :

1. En deçà de la limite de linéarité de la courbe  $\sigma - \varepsilon$ , les propriétés thermiques ne sont pas affectées. Ainsi, le comportement thermique (relation flux - gradient thermique défini par la loi de Fourier) peut être défini comme linéaire, à l'instar du comportement mécanique ;
2. Avec l'endommagement du matériau, le comportement thermique développe un caractère non linéaire qui se traduit par une chute de la conductivité thermique ;
3. Dès lors que la multifissuration matricielle n'évolue plus et jusqu'à la rupture ultime, les propriétés thermiques sont constantes.

Du point de vue des propriétés locales, les profils de phase et d'amplitude le long du minicomposite ne mettent pas en évidence d'hétérogénéités du comportement de celui-ci. Ainsi, l'endommagement est bien diffus affectant le matériau dans toute sa longueur, ainsi que cela est observé en microscopie.

### 2.5.2 *Caractérisation du comportement thermique dans la direction transverse*

Des études ont mis en évidence l'effet des décohésions interfaciales sur les propriétés thermiques de CMC (Bhatt et al., 1990) (Hasselman et al., 1991a) (Hasselman et al., 1991b).

A défaut de disposer de mesures de diffusivité thermique transverse au cours d'un essai de traction, il est proposé dans ce paragraphe de faire référence aux travaux de H.Bhatt et al. (Bhatt et al., 1990). Le matériau étudié était un composite unidirectionnel avec des fibres SiC SCS-6, une matrice RBSN et une interphase de PyC ( $3\mu m$ ). La diffusivité thermique dans les directions parallèles et perpendiculaires au renfort, est mesurée par la méthode flash selon (Parker et al., 1961) :

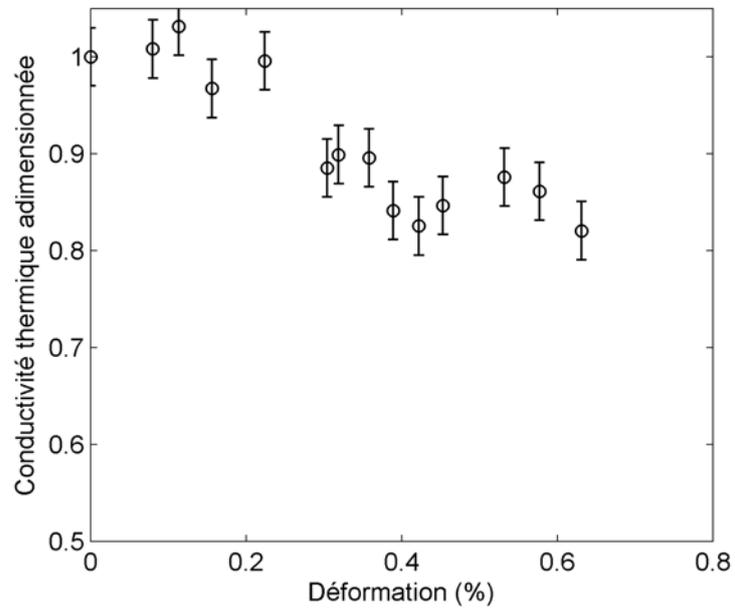
- à différentes températures de l'ambiante à  $1400^{\circ}C$  ;
- sous argon (à 1 atm et 0.13 atm) ;
- avant et après un traitement thermique (100h à  $600^{\circ}C$ ) induisant une oxydation préférentielle de l'interphase de Carbone.

Il a notamment été mis en évidence que l'oxydation de l'interphase induit une chute notable de la diffusivité thermique transverse. Au contraire, aucun effet n'a pu être observé dans la direction du renfort.

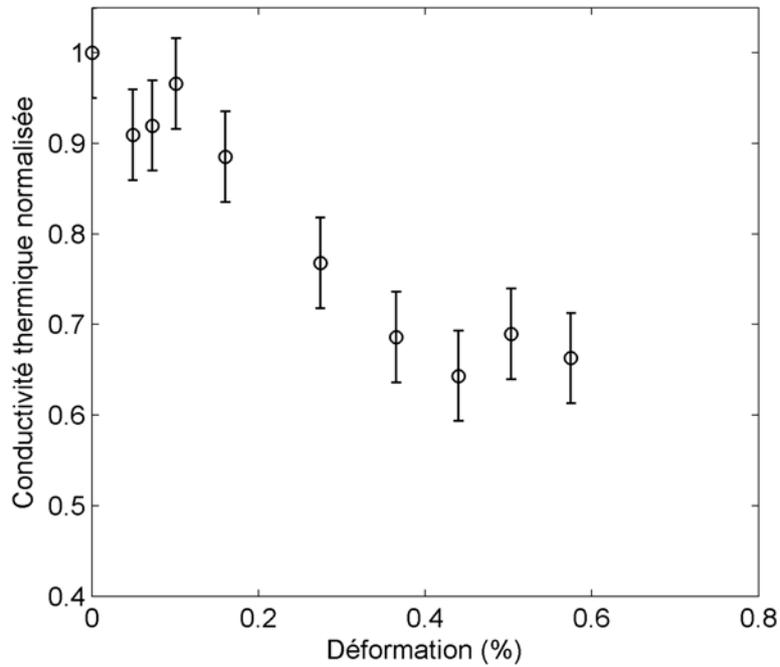
La différence de diffusivité thermique mesurée à une pression d'argon de 1atm et de 0.13atm, témoigne de la contribution de la conduction dans le gaz dans le transfert thermique à l'interface. Cependant, l'analyse proposée dans (Bhatt et al., 1990) ne prend pas en compte l'effet de la microporosité.

D'autre part, l'intérêt des mesures de diffusivité transverse est de pouvoir estimer des coefficients

## 2.5 Le comportement thermique du minicomposite en traction



(a) Minicomposite M1 (fibres Hi-Ni-S) (Diffusivité initiale  $a_0 = 11 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )



(b) Minicomposite M2 (fibres Hi-Ni) (Diffusivité initiale  $a_0 = 6.2 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )

FIGURE 2.19 – Evolution de la conductivité thermique longitudinale de minicomposites au cours d'essais de traction

de transfert à l'interface  $h_i$ . Il est proposé dans le chapitre 3 d'identifier ce coefficient à partir de la mesure des propriétés thermiques dans le sens longitudinal.

## 2.6 Conclusions

La mesure, de manière indépendante, des propriétés thermiques au cours d'un essai de traction et de l'évolution de l'endommagement (E.A., microscopie, etc.) permet d'analyser la sensibilité des propriétés thermiques aux mécanismes d'endommagement. Ces résultats expérimentaux originaux apportent une compréhension claire de la relation entre l'endommagement mécanique et le comportement thermique du minicomposite.

Le tableau de la Fig. 2.20 synthétise et confronte l'ensemble des observations établies sur les modes d'endommagement et leurs effets sur les comportements mécanique et thermique.

Déformation	0%	~ 0,1%	~ 0,4%	Rupture
Mécanismes d'endommagement	Domaine linéaire élastique	Multifissuration matricielle et décohésion Fibre/Matrice		Ruptures de fibres
Effet sur le module de Young				
- Minicomposite <b>M1</b>	Aucun	1	0,45	0,38
- Minicomposite <b>M2</b>		1	0,3	0,25
Effet sur la conductivité longitudinale				
- Minicomposite <b>M1</b>	Aucun	1	0,85	Aucun
- Minicomposite <b>M2</b>		1	0,7	
Effet sur la conductivité transverse	--	Observé* par [Bha90] * effet des décohésions		--

FIGURE 2.20 – Synthèse sur l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques à l'échelle micro.

- Il apparaît au travers des mesures de diffusivité obtenues par (Bhatt et al., 1990), que la présence de décohésions seules affecte uniquement les propriétés thermiques transverses. Néanmoins, il est raisonnable de penser que, si la matrice se fissure, la perte de cohésion entre la fibre et la matrice puisse contribuer à la chute de conductivité thermique longitudinale.
- Les résultats obtenus dans ce chapitre montrent de manière évidente une *forte sensibilité de la conductivité thermique longitudinale à la densité de fissure*. Il faut souligner que ce constat peut être mis à profit à des fins de suivi d'endommagement ou d'Évaluation Non Destructive.
- Au contraire, les ruptures de fibres semblent ne pas affecter les propriétés thermiques longitudinales. Ce manque de sensibilité à l'endommagement du renfort traduit le fait qu'une fibre rompue contribue toujours au transfert thermique.

Dans le Chapitre 3, un modèle de comportement thermique est proposé. Il sera identifié à partir des résultats expérimentaux établis dans ce Chapitre.



## Chapitre 3

# *Modèle de comportement thermique d'un composite unidirectionnel en traction monotone*

*Ce chapitre s'inscrit dans la continuité du précédent en présentant un modèle capable de simuler le comportement du minicomposite décrit au chapitre 2. Ce travail contribue à asseoir notre compréhension des effets de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques. Il constitue une base solide pour entamer l'étude (aux chapitres 4 et 5) du comportement thermique du composite tissé.*

*Ce chapitre a pour objet (i) de mettre en place un modèle de comportement thermique d'un CMC unidirectionnel en traction monotone (ii) d'identifier le modèle à partir des données expérimentales issues du chapitre 2 et (iii) d'analyser les paramètres les plus influents quant aux propriétés thermiques. Préalablement, les aspects phénoménologiques du comportement du matériau seront rappelés afin de tracer les grandes lignes de la démarche qui sera suivie dans la suite.*

### *3.1 De l'expérience ... au modèle de comportement*

Le point de départ de la formulation du modèle proposé réside dans les observations expérimentales. Il est fait état dans le chapitre précédent d'un certain nombre d'entre elles, auxquelles il faut ajouter celles issues d'études antérieures (Guillaumat and Lamon, 1996a)(Lissart and Lamon, 1997)(Brusson, 2006).

Les différentes approches de modélisation de l'endommagement seront examinées succinctement avant de décrire la démarche qui sera mise en oeuvre dans la suite.

#### *3.1.1 Aspects phénoménologiques du comportement du minicomposite*

D'un point de vue synthétique, le comportement du minicomposite en traction uniaxiale peut être décrit comme étant **élastique endommageable à seuil avec présence de déformations résiduelles et de boucles d'hystérésis** (Fig. 3.1). Analysons chacun de ces points de manière plus approfondie.

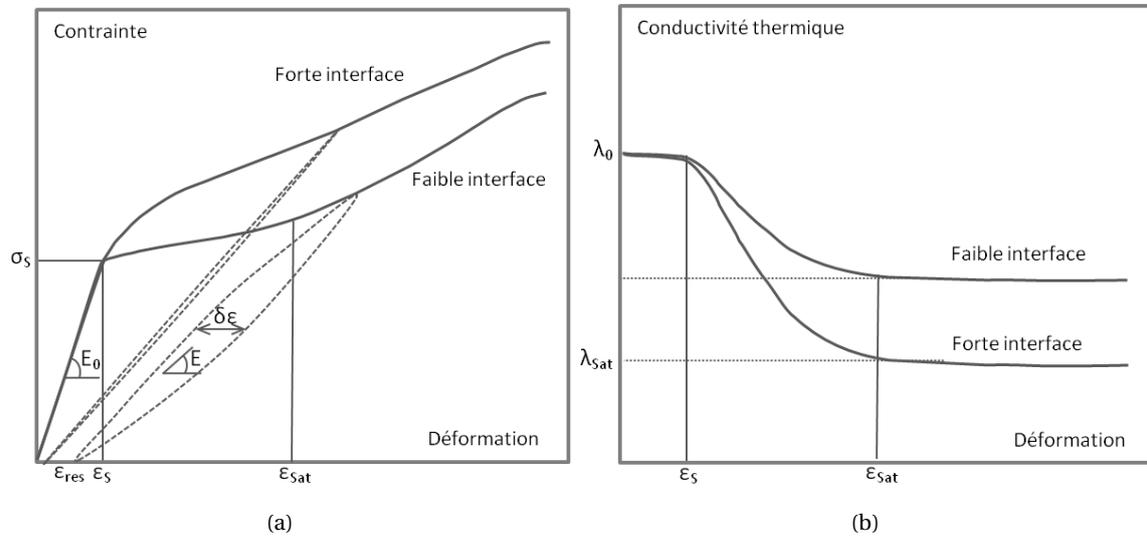


FIGURE 3.1 – Description du comportement thermique et mécanique du minicomposite.

Jusqu'à un seuil ( $\sigma_s, \epsilon_s$ ), le minicomposite affiche un comportement élastique linéaire réversible caractérisé par un module de Young  $E_0$ , puisque chacun des constituants de base est élastique. Plus précisément, les fibres et la matrice sont *élastiques-fragiles* impliquant (i) qu'il n'y a pas d'autre source de non linéarité contrairement au Composite à Matrice Organique et (ii) que la limite du domaine de linéarité est associée à la résistance à rupture du constituant le plus faible (i.e la matrice).

Au delà de ce seuil et de l'apparition de la première fissure la contrainte augmente<sup>1</sup> témoignant d'un endommagement progressif de la matrice s'étendant sur une plage de déformation allant de la fin de linéarité  $\epsilon_s$  à la déformation à saturation  $\epsilon_{sat}$ . Ce caractère progressif est à mettre en lien avec :

1. Le mécanisme de déviation de fissure matricielle à l'interface - mécanisme fondamental dans le comportement des CMCs, sans lequel le matériau présenterait une ténacité voisine d'une céramique monolithique (Kerans et al., 1989) (Cao et al., 1990) (Evans et al., 1991). Rappelons que ce rôle est assuré par l'interphase. Il en résulte la formation d'une décohésion fibre/matrice sur une longueur finie  $l_d$  permettant un rechargement progressif de la matrice et la reprise de la fissuration.
2. Le caractère aléatoire de la contrainte à rupture de la matrice. La Fig. 3.2 illustre ce fait en présentant des distributions statistiques (Lamon et al., 1993). Soulignons deux aspects - (i) pour un volume de matrice donné la dispersion de la contrainte à rupture est liée aux caractéristiques de la population de défauts (ii) la distribution statistique de la résistance matricielle est sensible au volume sollicité. Ce dernier point se traduit par un décalage de la loi de probabilité vers les contraintes les plus élevées puisque à chaque apparition de fissure le volume de la matrice est divisé.

L'augmentation de la contrainte est d'autant plus importante que le transfert de l'effort par cisaillement interfacial s'opère sur des courtes distances (courtes longueurs de décohésion

1. Dans le cas des métaux, on dit que le matériau *se consolide*

- forte interface). La matrice est ainsi globalement plus sollicitée et se fissure davantage, le pas de fissuration est alors plus court et le volume des fragments matriciels est plus petit. Des volumes de plus en plus petits sont explorés et des défauts de moins en moins sévères sont activés.

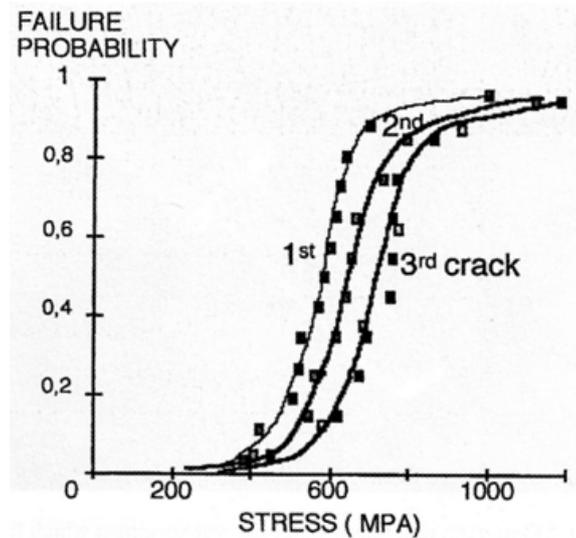


FIGURE 3.2 – Distributions statistiques de la contrainte d'apparition de la première, deuxième et troisième fissure matricielle mesurées lors d'essais de traction sur microcomposites SiC/SiC (filament SiC enrobé de matrice SiC) (Lamon et al., 1993).

Ainsi, la résistance interfaciale apparaît comme un paramètre prépondérant - le développement d'interfaces spécifiques conduit à l'amélioration significative de la ténacité des CMCs (Lamon, 2005).

Bien que des études aient mis en évidence le rôle des interfaces sur les propriétés thermiques (Bhatt et al., 1990)(Hasselman et al., 1991a)(Hasselman et al., 1991b) le lien entre les caractéristiques de l'interface et le comportement thermique n'a pas été autant exploré que pour le comportement mécanique. Dans la littérature, il est fait état principalement de l'effet de la présence de décohésion interfaciale sur la capacité de transfert thermique dans la direction perpendiculaire au renfort.

Les travaux menés dans le cadre de cette thèse<sup>2</sup> mettent en évidence que la conductivité thermique dans la direction du renfort est d'autant plus affectée que la liaison mécanique interfaciale est forte. Ce point très important illustre l'intérêt de tels modèles dans le développement des matériaux composites à matrice céramique.

Des cycles de charge et décharge mettent en évidence - outre la chute du module de Young - des boucles d'hystérésis ainsi que déformations résiduelles. Ces deux aspects traduisent des mécanismes dissipatifs et irréversibles et peuvent être reliés au frottement s'opérant aux décohésions interfaciales (Kotil et al., 1990)(Hutchinson and Jensen, 1990).

2. Voir Chapitre 2

La fissuration de la matrice a lieu jusqu'à la saturation (le nombre de fissure ne progressant plus) qui intervient à la déformation  $\varepsilon_{sat}$ . L'effort est ensuite repris par les fibres qui vont rompre suivant un processus stochastique dicté par la population de défaut, jusqu'à la rupture ultime du minicomposite (Lissart and Lamon, 1997).

Il a été mis en évidence dans le chapitre 2 que durant cette phase, la conductivité thermique n'est pas affectée.

Sur la base d'observations expérimentales, les mécanismes d'endommagement ainsi que les effets associés sur les comportements mécanique et thermique ont été rappelés. Le comportement mécanique du minicomposite a été largement étudié par ailleurs et les modèles développés ont servi de base pour l'analyse du lien entre les paramètres microstructuraux et les propriétés mécaniques. Cette démarche a permis d'orienter les développements aboutissant à l'élaboration de matériau aux propriétés mécaniques maîtrisées. Il est proposé de suivre une approche similaire conservant un lien fort entre les propriétés des constituants de base (fibre/matrice/interfaces) et le comportement thermique global. Pour cela, le parti est pris de formuler le modèle sur la base d'une description micro de l'endommagement (ouverture de fissure, densité de fissure, etc.).

### 3.1.2 Représentation micro de l'endommagement : approche micromécanique et microthermique

En se basant sur les observations physiques on considère un composite unidirectionnel avec des fissures perpendiculaires au renfort et des décohésions à l'interface fibre/matrice.

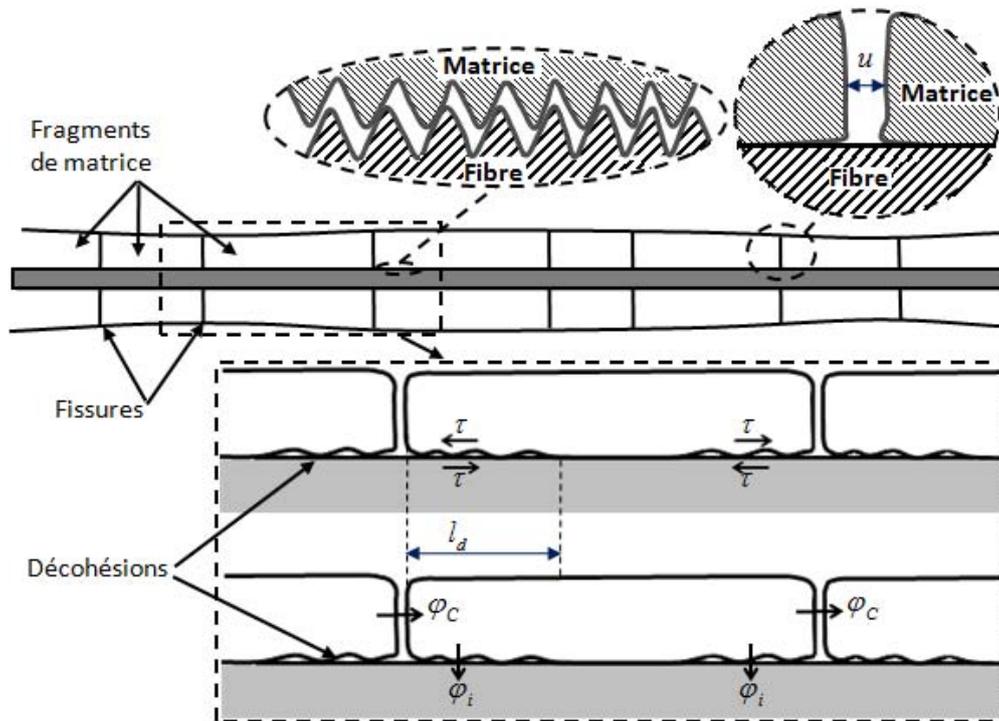


FIGURE 3.3 – Représentation micro de l'endommagement du minicomposite - Description des transferts thermiques et mécaniques s'opérant au travers des fissures.

Lorsqu'une fissure matricielle apparaît, la matrice est localement déchargée (les lèvres de la fissure sont libres de charge), la transmission de l'effort s'opère par cisaillement à l'interface dans la zone décollée ( $\tau$ ). Les transferts thermiques sont plus complexes (i) la fissure peut contribuer aux échanges par conduction et rayonnement ( $\phi_C$ ) (ii) l'interface assure néanmoins l'essentiel du transfert thermique par conduction, rayonnement et par contact ( $\phi_i$ ) (par analogie avec le transfert mécanique par cisaillement<sup>3</sup>).

### Transferts mécaniques

Dans le cadre du modèle *shear-lag* (Cox, 1952), la contrainte  $\tau$ , constante le long de la décohésion, caractérise le transfert mécanique par cisaillement. Plusieurs procédures d'identification ont été établies (i) soit à partir des boucles d'hystérésis lors d'essais de traction (Lamon et al., 1995) (ii) soit par des essais spécifiques de déchaussement (*Push-out - Pull-out*) (Jero and Kerans, 1990)(Marshall, 1992)(Marshall et al., 1992)(Mackin and Warren, 1992) (iii) ou enfin par la mesure du pas de fissuration à saturation (Aveston et al., 1971).

Le cisaillement est lié à la fois à l'état de surface par la composante  $\tau_0$  et à l'effet des contraintes résiduelles par la composante  $\tau_{th}$  (Guillaumat and Lamon, 1996a) (Eq. 3.1 :

$$\tau = \tau_0 + \tau_{th} \quad (3.1)$$

### Transferts thermiques

Dans un formalisme analogue au modèle *shear-lag* les transferts thermiques sont caractérisés par des coefficients d'échanges  $h_i$  et  $H_C$  respectivement au travers de l'interface décohérée et au travers de la fissure ouverte (Lu and Hutchinson, 1995). Ils tiennent compte des contributions de chacun des modes de transfert (conduction  $H_G$  et  $h_g$ , rayonnement  $H_R$  et  $h_r$ , contact  $h_c$ ) :

Coefficient d'échange au travers de l'interface décohérée (Eq. 3.2) :

$$h_i = h_g + h_r + h_c \quad (3.2)$$

Coefficient d'échange au travers de la fissure ouverte (Eq. 3.3) :

$$H_C = H_G + H_R \quad (3.3)$$

*Transfert par conduction  $h_g$  et  $H_G$  :*

Le transfert thermique par conduction tel qu'il est décrit par la théorie de Fourier n'est valable que lorsque les conditions de température et de pression sont cohérentes avec l'hypothèse de régime continu. Le nombre de Knudsen est le nombre adimensionné - défini comme le rapport entre le libre parcours moyen  $l_p$  et une distance caractéristique  $l_c$  :  $N_K = \frac{l_p}{l_c}$  - qui discrimine le régime continu  $N_K \ll 1$  (loi de Fourier valide) du régime raréfié  $N_K \gg 1$ .

Dans le cas du transfert au travers de la fissure matricielle ( $l_c \approx 1\mu m$ ) et au travers de l'interface décohérée ( $l_c \approx 10nm$ ) le nombre de Knudsen indique que le régime de transfert est intermédiaire ( $0.05 \leq N_K \leq 5$ ). Néanmoins, les équations 3.4 sont des approximations raisonnables des coefficients de transfert thermique.

$$H_G = \frac{\lambda_g}{u} \quad h_g = \frac{\lambda_g}{\delta e} \quad (3.4)$$

3. La notion de cisaillement n'est pas transposable au transfert thermique

avec  $u$  l'ouverture de fissure et  $\delta e$  l'épaisseur de gaz effective.

*Transfert radiatif  $h_r$  et  $H_R$  :*

Lorsque les variations de température sont petites et que l'on considère le matériau comme un corps noir<sup>4</sup> le coefficient de transfert thermique par rayonnement peut être approché par l'expression donnée par l'Eq. 3.5 :

$$H_R \simeq h_r \simeq 4\sigma_b T^3 \quad (3.5)$$

avec  $\sigma_b = 5.6710^{-8} W.m^{-2}.K^{-4}$  la constante de Stefan-Boltzmann, et  $T$  la température en K.

*Transfert par contact  $h_c$  :*

L'intensité des échanges thermiques qui s'opèrent par contact au travers de la décohésion fibre/matrice, dépend de l'état de surface et des contraintes résiduelles. Il est proposé, par analogie avec la contrainte de cisaillement (Eq. 3.1), d'exprimer  $h_c$  comme :

$$h_c = h_c^0 + h_c^{th} \quad (3.6)$$

Il est à noter (i) qu'il est difficile de trouver des valeurs numériques dans la littérature et (ii) que les procédures d'estimation n'ont pas fait l'objet d'études spécifiques. Signalons l'expérience de Bhatt et al. (Bhatt et al., 1990), qui propose d'estimer  $h_c$  à partir de mesure de diffusivité thermique transverse sous vide afin d'éliminer le transfert par conduction dans le gaz. Cette expérience n'a pas pu être reproduite avec le banc expérimental décrit au chapitre 2.

Dans la suite, nous proposons une nouvelle procédure pour estimer  $h_i$  à partir de mesures de diffusivité thermique longitudinale. Le principe est de considérer ce coefficient comme un paramètre du modèle qui est identifié à partir des mesures expérimentales.

Le Tab. 3.1 récapitule les grandeurs associées aux différents modes de transfert (mécanique - thermique). Les ordres de grandeurs y figurant permettent d'analyser comparativement les différents termes. Il apparaît que les transferts par rayonnement sont négligeables. Bien que relativement faibles, les transferts thermiques par conduction au travers des fissures ouvertes ( $H_G$ ) ne sont pas négligeables.

Mécanique	Thermique			
Contact $\tau$ (MPa)	Conduction		Radiation	Contact $h_c(W/m^2.K)$
$1 \rightarrow 250$	$H_G (W/m^2.K)$	$h_g(W/m^2.K)$	$H_R \approx h_r (W/m^2.K)$	$10^5$ (Bhatt et al., 1990)
	$10^4$	$10^5 - 10^6$	$10^0$ à $T=300K$ $10^2$ à $T=2000K$	

TABLE 3.1 – Ordre de grandeur des coefficients de transfert thermique et mécanique.

### 3.1.3 Une revue succincte des modèles d'endommagement d'un unidirectionnel

Tout d'abord, signalons que la multifissuration ainsi que les ruptures de fibre interviennent à des chargements différents et doivent être traités de manière découplée.

4. Emissivité unitaire

La simplicité, qui fait en grande partie l'intérêt du minicomposite<sup>5</sup>, explique que la plupart des modèles de comportement s'appuient sur une description micromécanique de l'endommagement. L'état d'endommagement est alors traduit au travers de grandeurs physiques de type scalaire (ou de variables dérivées de celles-ci) : ouverture de fissure, pas de fissuration, longueur de décohésion, etc. Ils ont en cela un point en commun, à savoir de reposer sur un cadre où le sens physique est présent. Il est à noter que ces dernières années, cette recherche de signification physique motive d'ailleurs de nombreux travaux à l'échelle du composite tissé<sup>6</sup>. Sur la base de cette description, plusieurs modèles ont été formulés avec des formalismes théoriques différents.

### Modèles micromécaniques probabilistes

L'approche micromécanique consistant à modéliser le comportement du matériau à partir des champs locaux de contraintes (dans la fibre et dans la matrice) a d'abord été initiée par Aveston, Cooper et Kelly (Aveston et al., 1971). Cette première approche, essentielle pour la compréhension des mécanismes d'endommagement, suppose que la fissuration matricielle a lieu à contrainte constante. Cela va bien évidemment à l'encontre des observations.

Les modèles développés par (Péres, 1988) (Guillaumat and Lamon, 1996a) (Lissart and Lamon, 1997) ont introduit l'aspect statistique de la rupture des constituants, décrivant la cinétique de fissuration de la matrice par une loi de Weibull (Weibull, 1951).

La probabilité de rupture d'une fibre est aussi décrite par une loi de Weibull. C'est ainsi que (Lissart and Lamon, 1997) traitent les ruptures de fibres qui conduisent à la rupture ultime du minicomposite.

Ces modèles seront décrits plus en détails dans la suite.

### Approches par variables internes (Hild et al., 1996)

Le cadre *structurant* de la thermodynamique des processus irréversibles permet d'appréhender un très grand nombre de comportements de matériau (élasticité, plasticité, visco-élasticité, visco-plasticité, etc.) (Germain and Muller, 1980) (Lemaitre and Chaboche, 1985).

Ce formalisme repose sur l'exploitation de *l'inégalité de Clausius-Duhem*<sup>7</sup> (traduisant le second principe de la thermodynamique) en tant que critère d'admissibilité du point de vue thermodynamique. *L'axiome de l'état local* stipule que l'état thermodynamique (défini par le potentiel thermodynamique  $\Psi$ ) en un point et en un instant est entièrement défini par un certain nombre de variables d'état (observables lorsque l'on y accède expérimentalement :  $\varepsilon$ , T - internes dans le cas contraire  $\alpha^k$ ).

Des lois d'état sont déduites par dérivation du potentiel, avec en particulier la contrainte  $\sigma$  et les forces thermodynamiques  $A^k$  associées aux variables internes Eq.3.7 :

$$\sigma = \frac{\partial \Psi}{\partial \varepsilon} \quad A^k = \frac{\partial \Psi}{\partial \alpha^k} \quad (3.7)$$

La définition des variables d'état de même que le potentiel thermodynamique est cruciale dans la formulation du modèle. Dans (Hild et al., 1996), les variables d'état retenues sont présentées dans le Tab.3.2 :

5. Voir Chapitre 2 au sujet de l'intérêt du minicomposite.

6. Voir Chapitre 5.

7. Positivité de la dissipation

Variable	Type	Signification globale	Interprétation physique (sens micro)
$\varepsilon$	Observable	Déformation totale	–
$D$	Interne	Perte de rigidité	Densité de fissure
$\alpha$	Interne	Déformation résiduelle	Non refermeture des fissures
$d$	Interne	Boucles d'hystérésis	Taille de la zone de glissement

TABLE 3.2 – Variables d'état et leur interprétation physique issues de (Hild et al., 1996).

Le potentiel thermodynamique s'écrit sous la forme d'une somme d'une densité d'énergie élastique  $\Psi_e$  (l'énergie libre d'Helmutz) et d'un terme traduisant le phénomène de glissement à l'interface  $\Psi_s$  (avec l'hypothèse d'un cisaillement à l'interface constant) (Eq.3.8) :

$$2\Psi = 2\Psi_e + 2\Psi_s$$

$$2\Psi = E(1 - D)(\varepsilon - \alpha)^2 + \frac{4}{3}E\frac{\alpha^2}{d} \quad (3.8)$$

Le principe d'action locale spécifie que les évolutions des variables d'état ne dépendent que du point considéré. Dans le cas des modèles dits *standards généralisés*, les lois d'évolution des variables internes sont décrites par un potentiel de dissipation  $\mathbf{g}(A^k)$  fonction des forces thermodynamiques  $A^k$  (cela assure de manière inconditionnelle la positivité de la dissipation) (Eq.3.9) :

$$-\dot{\alpha}^k = \frac{\partial \mathbf{g}}{\partial A^k} \quad (3.9)$$

Dans (Hild et al., 1996), le choix est fait de formuler les lois d'évolution à partir de mesures globales (ouverture des boucles lors de cycles de charge - décharge, etc.).

Finalement, bien que ce modèle rende compte de l'essentiel des phénomènes observés, cette approche souffre de quelques carences (principalement du point de vue du sens physique) :

1. L'aspect statistique du comportement des constituants de base n'est pas pris en compte ;
2. Les variables d'états ne décrivent pas directement l'état d'endommagement ;
3. Les lois d'évolution des variables internes ne sont pas écrites en termes de propriétés des constituants de base, mais par identification sur un essai macro.

Très récemment, M.Genet (Genet, 2010) a repris ce modèle afin de pallier les carences, ainsi le comportement endommagé du minicomposite est écrit dans un formalisme macroscopique mais un lien fort est conservé avec la description micro de l'endommagement puisque sont accessibles à chaque état de chargement la densité de fissure, l'ouverture de fissure, etc. Soulignons que les ruptures de fibre ne sont pas prises en compte. Aussi, les lois d'évolution (cinétique d'endommagement) sont tirées d'un modèle micro et d'une description statistique de la fissuration matricielle.

### Approches Énergétiques

L'endommagement du minicomposite peut être traité comme la succession d'états énergétiques associés à la création de fissures matricielles et interfaciales (Coradi et al., 2010). L'évolution de l'endommagement  $((n, l_d) \rightarrow (n', l'_d))$  se fait par un incrément unitaire du nombre de fissure ( $n' = n + 1$ ) et un incrément de longueur de décohésion ( $\delta l_d$ ). Des bilans énergétiques à chaque état

d'endommagement permettent d'évaluer l'incrément de déformation associé. C'est ainsi que les cinétiques d'endommagement sont construites. Le comportement est piloté entre autres par les deux taux de restitution d'énergie critiques  $G_{Ic}$  et  $G_{Mc}$ , respectivement de l'interface et de la matrice. Ces deux grandeurs sont estimées par une procédure d'identification à partir d'un essai de traction et de l'évolution du nombre de fissures mesuré.

### 3.1.4 Démarche proposée

La Fig. 3.4 présente les principales étapes de calcul de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques du minicomposite. A chaque incrément de chargement, l'état des variables d'endommagement est évalué à partir des *cinétiques* établies sur la base d'un modèle micromécanique probabiliste. La déformation puis les propriétés thermiques et mécaniques sont calculées pour chaque état d'endommagement.

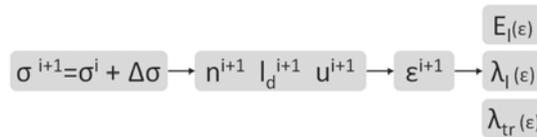


FIGURE 3.4 – Principales étapes de calcul.

## 3.2 Modèles pour la prévision des cinétiques d'endommagement

Variable	Notation
Nombre de fissure matricielle	n
Ouverture de fissure	u
Longueur de décohésion	$l_d$
Fraction de fibres rompues	$\alpha$

TABLE 3.3 – Variables décrivant l'état d'endommagement

Dans la suite, quatre grandeurs physiques sont retenues pour décrire l'état d'endommagement (Tab. 3.3). L'objet de cette section est de décrire les lois d'évolutions de chacune d'elle. La progression de l'endommagement est pilotée par des incréments de contrainte  $\Delta\sigma$ , et le partage de charge est supposé global.

$$\sigma^{j+1} = \sigma^j + \Delta\sigma \tag{3.10}$$

avec  $\sigma$  la contrainte appliquée au minicomposite.

### 3.2.1 Endommagement matriciel

Cette section reprend en grande partie les relations établies dans les travaux de (Guillaumat and Lamon, 1996a).

*Fissuration matricielle*

Deux questions se posent (i) à quelle contrainte se fissure la matrice ? (ii) où apparaît la fissure ?

- (i) La rupture d'un fragment matriciel est un événement aléatoire qui résulte de l'activation d'un défaut. La contrainte à rupture est alors une variable aléatoire dont la loi de probabilité est associée à la population de défauts. Il est important de distinguer la distribution statistique de tous les défauts et la distribution de ceux d'entre eux les plus sévères (i.e ceux à l'origine de la première fissure) (Fig. 3.5). Cette dernière permet de décrire la distribution statistique de la contrainte d'apparition d'une fissure matricielle puisque c'est le défaut le plus sévère qui est à l'origine de la rupture d'un fragment de matrice (théorie du maillon faible). Ceci a été démontré dans (Lamon, 2009) et (Lamon, 2010). Par ailleurs, Il a été montré dans (Lamon et al., 1993) (Fig. 3.2) et (Lissart and Lamon, 1997) que cette distribution suit une loi de Weibull unimodale.

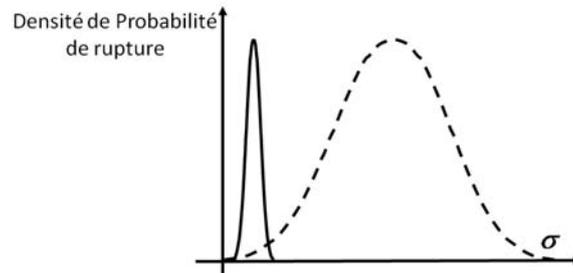


FIGURE 3.5 – Distributions statistiques complètes (trait interrompu) et des défauts les plus sévères (trait plein).

Ainsi, l'Eq. 3.11 permet de prévoir la contrainte d'apparition d'une fissure :

$$P_{Mi} = 1 - \exp \left[ -\frac{S_m}{V_0} \cdot \int_0^{l_i} \left( \frac{\sigma_m}{\sigma_{0m}} \right)^{m_m} dx \right] \quad (3.11)$$

avec  $(m_m, \sigma_m)$  les paramètres de Weibull et  $P_{Mi}$  la probabilité de rupture d'un fragment matricielle de longueur  $l_i$  et de section  $S_m$  soumis à une contrainte  $\sigma_m$ .

- (ii) La fissure est placée aléatoirement (Eq. 3.12) le long du fragment matriciel en excluant la portion de la matrice décollée de la fibre.

$$\begin{aligned} P_x(x = x_i) &= \frac{1}{L_i - 2l_d} & l_d \leq x \leq L_i - l_d \\ P_x(x = x_i) &= 0 & x < l_d \quad x > (L_i - l_d) \end{aligned} \quad (3.12)$$

avec  $P_x(x = x_i)$  la probabilité qu'une fissure apparaisse à la position  $x_i$ ,  $L_i$  la longueur du fragment.

La Fig. 3.6 illustre la comparaison entre l'évolution du nombre de fissures (i) enregistrée par émission acoustique (nombres de coups cumulés) au cours d'essais de traction sur les minicomposites **M1** et **M2** et (ii) calculée au cours d'une simulation (avec  $P_{Mi} = 0.5$  et les caractéristiques des minicomposites reportées dans le Tab. 3.5). Par ailleurs, la distribution du pas de fissuration mesurée *post-mortem* par Microscopie Electronique à Balayage<sup>8</sup> est confrontée à la simulation (Fig. 3.7).

8. Voir Chapitre 2

*Longueur de décohésion*

L'hypothèse de cisaillement constant à l'interface permet d'exprimer simplement la longueur moyenne de décohésion. L'Eq. 3.13 s'établit à partir de l'équilibre mécanique traduisant le transfert de l'effort de la matrice à la fibre.

$$l_d = \frac{\sigma r_f}{2V_f \tau} \frac{a}{1+a} \qquad a = \frac{E_m V_m}{E_f V_f} \qquad (3.13)$$

avec,  $r_f$  le rayon de la fibre,  $V_f$  la fraction volumique de fibre et  $\sigma$  la contrainte appliquée au minicomposite.

Lorsque la fissuration matricielle est saturée, si le chevauchement des décohésions est négligé, alors la contrainte de cisaillement à l'interface  $\tau$  se déduit de la relation 3.13 écrite à l'instant de saturation (Tab. 3.4). Soulignons ce résultat important : le minicomposite **M1** présente une liaison interfaciale fibre/matrice plus faible ( $\tau=15\text{Mpa}$ ) que celle du minicomposite **M2** ( $\tau=50\text{Mpa}$ ). Cet élément est essentiel pour la compréhension du comportement mécanique (allure de la courbe  $\sigma - \varepsilon$ , ouverture des boucles d'hystérésis, ténacité, ...), il le sera également dans l'analyse du comportement thermique.

	<b>Minicomposite M1</b> (Fibre Hi-Nicalon S)	<b>Minicomposite M2</b> (Fibre Hi-Nicalon S)
Pas de fissuration moyen mesuré par MEB	376 $\mu m$	128 $\mu m$
Contrainte de cisaillement $\tau$ calculée	15MPa	50MPa
Pas de fissuration moyen calculé par simulation	357 $\mu m$	149 $\mu m$

TABLE 3.4 – Pas de fissuration matricielle à saturation mesuré par microscopie (MEB) et obtenu par simulation avec la contrainte interfaciale estimée

*Ouverture de fissure*

L'ouverture moyenne des fissures résulte de la différence entre la déformation de la fibre et de celle de la matrice. Elle s'exprime ainsi (Eq. 3.14) :

$$u = \int_0^{l_d} (\varepsilon_f(x) - \varepsilon_m(x)) dx = \frac{\sigma l_d}{E_f V_f - \sigma} \qquad (3.14)$$

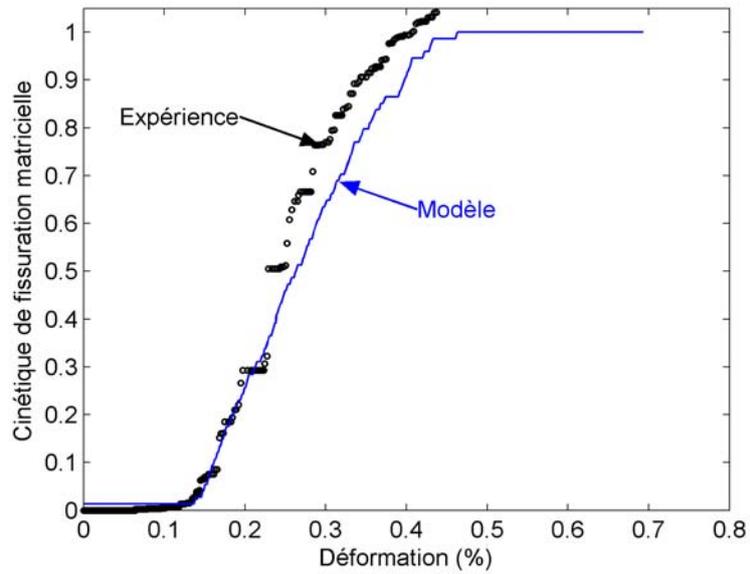
**3.2.2 Ruptures de fibres**

La rupture d'une fibre est un évènement aléatoire qui intervient à l'activation du défaut le plus sévère. La distribution statistique des contraintes à rupture (associées aux défauts les plus sévères) suit une loi de Weibull que l'on supposera unimodale (Eq. 3.15). Afin de prendre en compte les variations axiales du champ de contrainte dans la fibre (de longueur  $L_0$ ), la probabilité de rupture est calculée en se ramenant à une fibre fictive, de longueur  $L_{eq}$  définie par l'Eq. 3.16, soumise à une contrainte homogène  $\sigma_f^{max}$  - contrainte maximale le long de la fibre réelle (Lissart and Lamon, 1997).

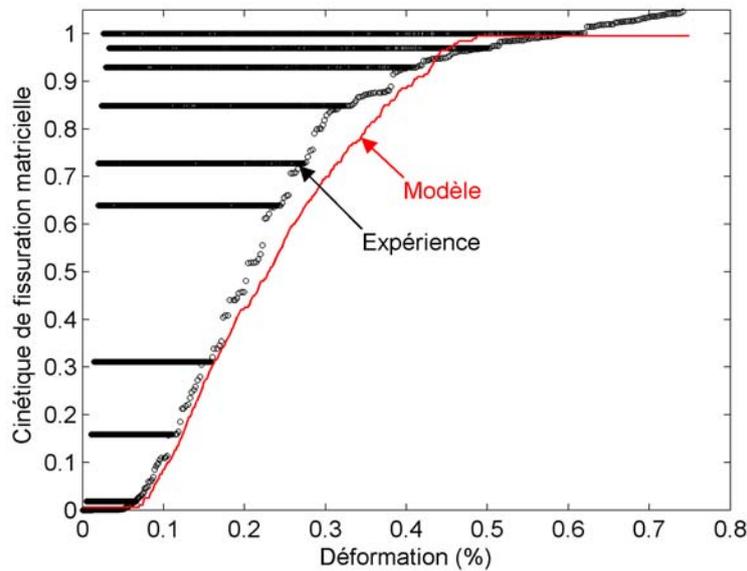
Une fibre rompue est supposée totalement déchargée et la loi d'évolution de la fraction fibres rompues ( $\alpha$ ) est déduite de ces deux relations.

$$P_f = 1 - \exp \left[ -\frac{S_f}{V_0} \cdot \int_0^{L_{eq}} \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} dx \right] \qquad (3.15)$$

Modèle de comportement thermique d'un composite unidirectionnel en traction monotone



(a) Minicomposite M1



(b) Minicomposite M2

FIGURE 3.6 – Evolution de la fissuration matricielle : comparaison entre la simulation et le suivi de l'endommagement par émission acoustique.

### 3.2 Modèles pour la prévision des cinétiques d'endommagement

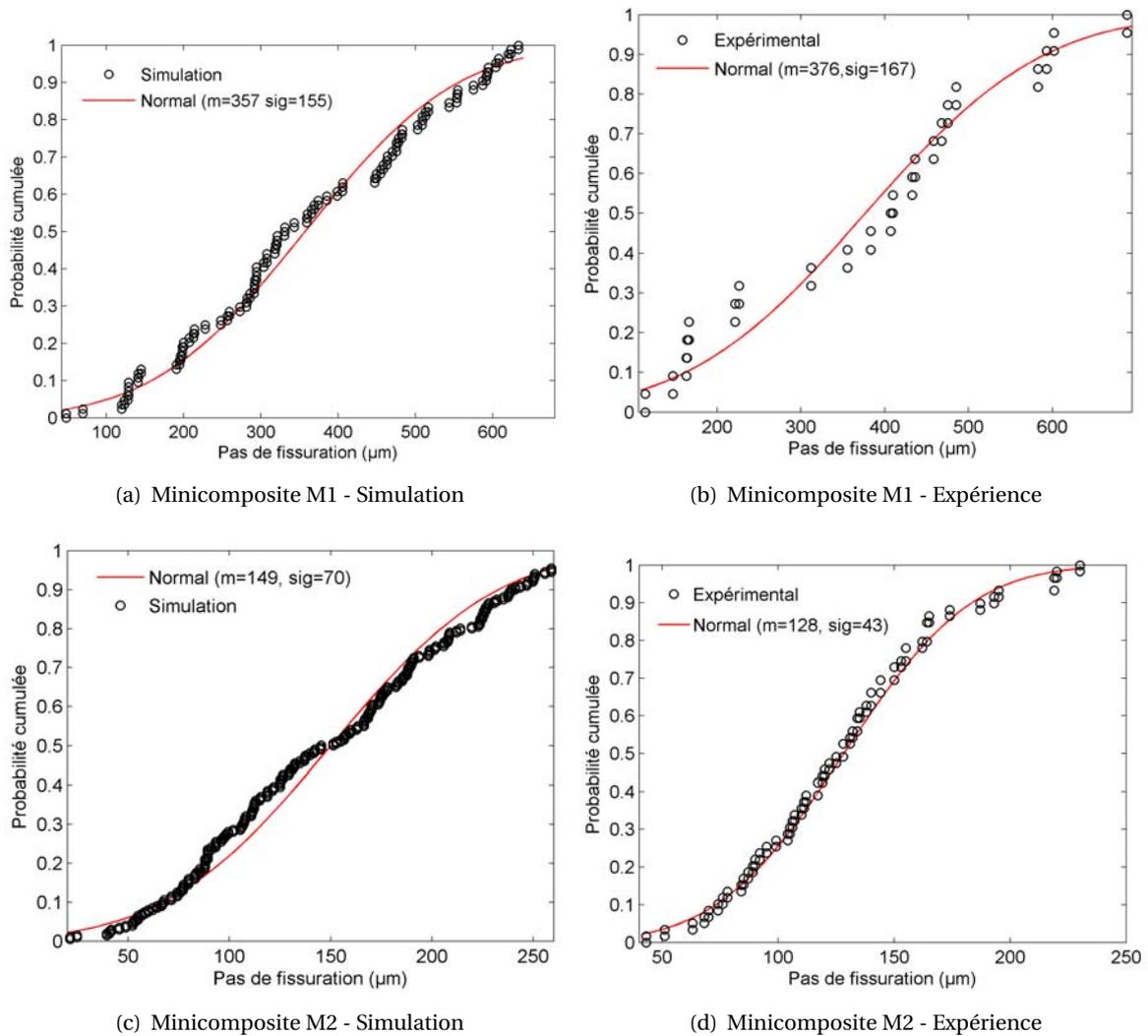


FIGURE 3.7 – Distribution du pas de fissuration à la rupture : comparaison entre la simulation et les mesures par Microscopie Electronique à Balayage.

$$P_f(\sigma_f(x), L_0) = P_f(\sigma_f^{max}, L_{eq}) \quad (3.16)$$

La rupture ultime du minicomposite est régie par la rupture du fil, elle-même pilotée par les ruptures de fibres. Ces dernières vont rompre successivement suivant le processus aléatoire décrit précédemment jusqu'à ce qu'une instabilité apparaisse. Le *critère de rupture* s'exprime au travers de l'équation différentielle Eq. 3.17 ((Lissart and Lamon, 1997)).

$$\left. \frac{\partial \sigma}{\partial \alpha} \right)_{\alpha=\alpha_c} = 0 \quad (3.17)$$

### 3.3 Simulation de la courbe de comportement mécanique

Le modèle de comportement mécanique du minicomposite en traction qui a été introduit dans la section précédente a déjà été validé dans la littérature (Guillaumat and Lamon, 1996a) (Lissart and Lamon, 1997). Ainsi, une identification au sens classique a été menée pour l'obtention des paramètres statistiques de la matrice ( $\sigma_m, m_m$ ) et des fibres ( $\sigma_f, m_f$ ) à partir des courbes de traction. La contrainte de cisaillement à l'interface est calculée à partir de la mesure du pas de fissuration à saturation (Tab. 3.4). Le Tab. 3.5 synthétise les caractéristiques des deux minicomposites.

La déformation globale du minicomposite est dictée par la déformation de la fibre (Eq. 3.18). La courbe contrainte - déformation simulée à partir des paramètres identifiés du Tab. 3.5 est confrontée à la courbe de comportement mécanique en traction (Fig. 3.8). Le module de Young du matériau endommagé se déduit de la déformation du composite à partir de l'Eq. 3.18 (Fig. 3.9).

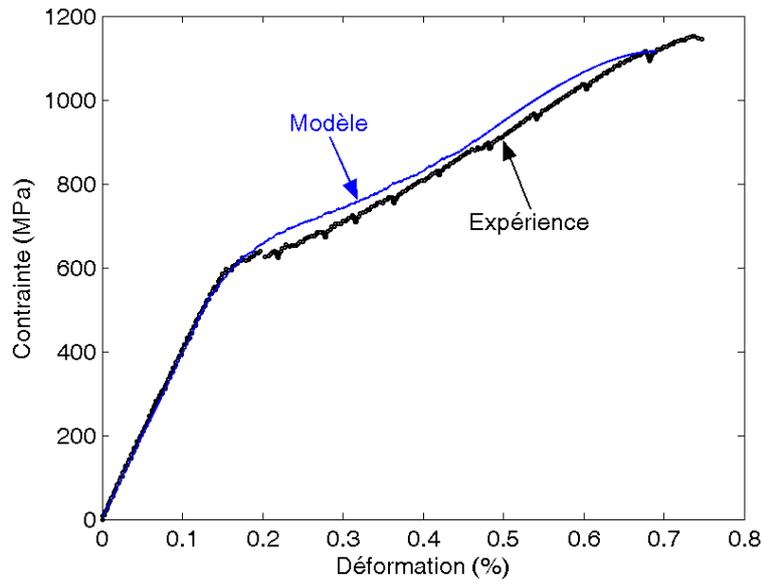
$$\begin{aligned} \varepsilon_c &= \frac{1}{L_0 E_F} \int_{L_0} \sigma_F(x) dx \\ E_l(n, l_d, u) &= \frac{\sigma_c}{\varepsilon_c} \end{aligned} \quad (3.18)$$

Si l'on suppose que les décohésions ne se chevauchent pas, alors l'Eq. 3.19 est une bonne approximation analytique du module de Young du minicomposite endommagé (Guillaumat and Lamon, 1996a).

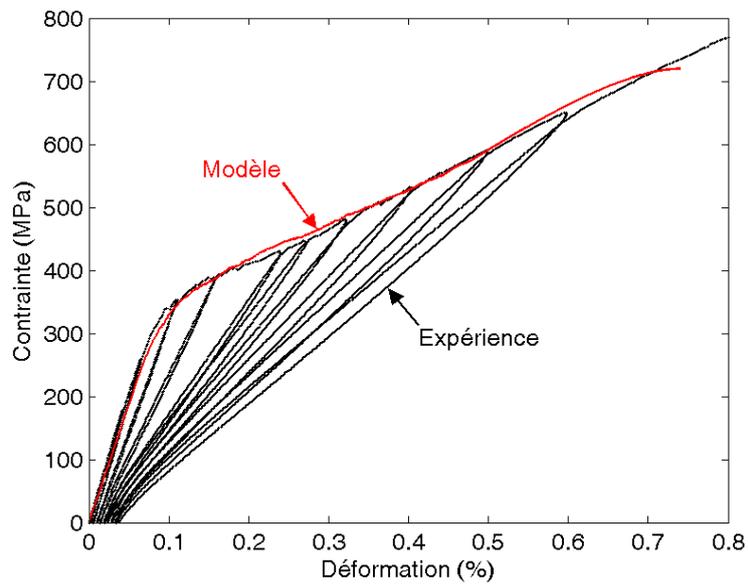
$$E_l(n, l_d, u) = E_f V_f \left( \frac{1 + a}{1 + na \frac{u + l_d}{L_0}} \right) \quad (3.19)$$

La confrontation entre les simulations et les expériences, tant du point de vue de la cinétique de fissuration que du point de vue de la courbe contrainte - déformation, sont satisfaisantes. Soulignons néanmoins que les cycles de chargement-déchargement ne peuvent être simulés fidèlement avec le modèle tel qu'il a été introduit. La formulation ne rend pas compte des déformations résiduelles et des boucles d'hystérésis observées lors des essais mécaniques. Il faut signaler que la physique est suffisamment bien décrite pour que le modèle puisse intégrer cette dimension. Cependant, le modèle a été jugé complet pour l'exploitation qui en est faite dans le cadre de cette thèse.

### 3.3 Simulation de la courbe de comportement mécanique



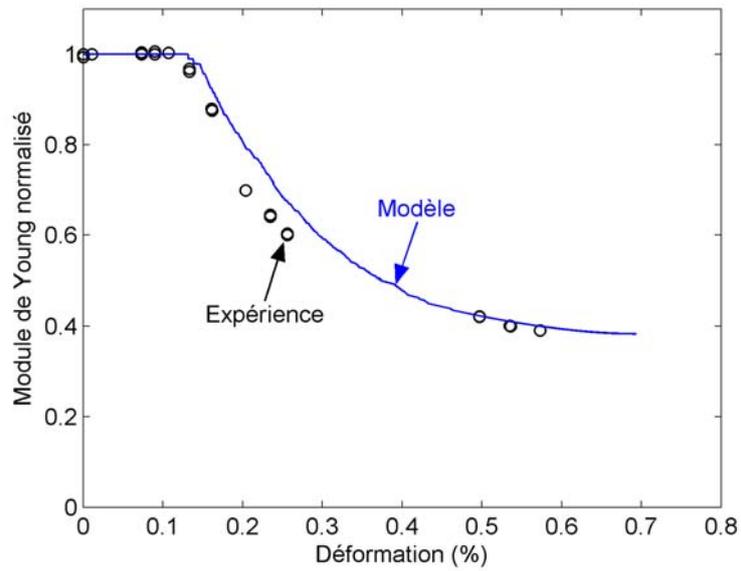
(a) Minicomposite M1



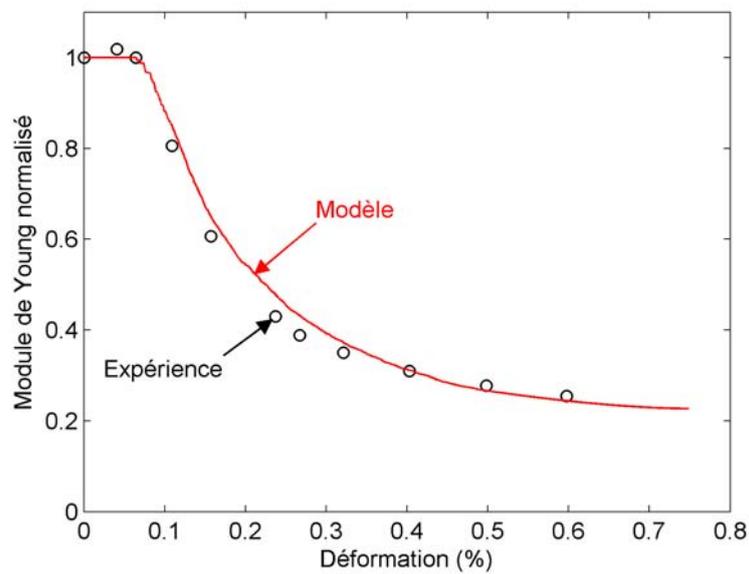
(b) Minicomposite M2

FIGURE 3.8 – Courbes Contrainte - Déformation : comparaison entre la simulation et la mesure.

Modèle de comportement thermique d'un composite unidirectionnel en traction monotone



(a) Minicomposite M1



(b) Minicomposite M2

FIGURE 3.9 – Evolution du module de Young : comparaison entre la simulation et la mesure.

### 3.3 Simulation de la courbe de comportement mécanique

Fibre	Matrice	Interface
<b>Minicomposite M1</b> (Fibre Hi-Nicalon S)		
$m_f=7.6$ $\sigma_{0F}=100\text{MPa}$ $V_F=38\%$	$m_m=10.7$ $\sigma_{0M}=85\text{MPa}$ $V_M=62\%$	$\tau = 15\text{MPa}$
<b>Minicomposite M2</b> (Fibre Hi-Nicalon)		
$m_f=7.8$ $\sigma_{0F}=140\text{MPa}$ $V_F=30\%$	$m_m=7.5$ $\sigma_{0M}=23\text{MPa}$ $V_M=70\%$	$\tau = 50\text{MPa}$

TABLE 3.5 – Caractéristiques des minicomposites M1 et M2.

### 3.4 Prédiction de l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques du minicomposite

Les lois d'évolution des variables d'endommagement étant décrites par un modèle micromécanique probabiliste, les modèles analytiques traduisant leur effet sur les propriétés thermiques dans les directions parallèle et perpendiculaire aux fibres sont exposés dans cette section. Les modèles détaillés ici établissent le lien entre les propriétés thermiques des constituants de base (fibre, matrice, interphase), l'état d'endommagement (densité de fissures, longueur de décohésion, rupture de fibres) et le comportement thermique global.

#### 3.4.1 Modèle de calcul de l'effet de l'endommagement sur la conductivité thermique longitudinale

La loi des mélanges traduite par l'Eq. 3.20 (modèle parallèle) constitue une très bonne estimation pour la conductivité thermique longitudinale lorsque le matériau n'est pas endommagé (Fig. 3.10 a). Dans la suite, différentes expressions analytiques sont étudiées pour rendre compte de l'effet de la fissuration matricielle, de la fissuration interfaciale et des ruptures de fibres.

$$\lambda_{par} = \lambda_F V_F + \lambda_M V_M = \lambda_F V_F (1 + b) \quad b = \frac{\lambda_M V_M}{\lambda_F V_F} \quad (3.20)$$

Lorsque seule la matrice se fissure (Fig. 3.10 b)- ce qui dans la pratique n'est pas observé puisque la fissure est déviée à l'interface - l'Eq. 3.21 décrit l'évolution de la conductivité thermique au cours de la fragmentation matricielle.

$$\lambda_I^{II}(n, u) = \lambda_F V_F \left[ 1 + \frac{b}{1 + u \frac{n}{L_0} (c - 1)} \right] \quad c = \frac{\lambda_M}{\lambda_g} \quad (3.21)$$

De manière analogue, le modèle de la (Fig. 3.10 c) permet d'exprimer l'effet des ruptures de fibre (Fig. 3.22). Celle-ci suppose (i) qu'une fibre rompue restitue toute l'énergie élastique stockée et (ii) que les déformations restent limitées.

$$\lambda_I^{III}(n, u, \alpha, \varepsilon) = \lambda_F V_F \left[ 1 + \alpha \frac{\varepsilon(d - 1)}{1 + \varepsilon(d - 1)} + \frac{b}{1 + u \frac{n}{L_0} (c - 1)} \right] \quad d = \frac{\lambda_F}{\lambda_g} \quad (3.22)$$

Cependant, les expressions Eq. 3.20, Eq. 3.21 et Eq. 3.22, ne rendent pas compte des décohésions interfaciales et des transferts thermiques qui s'y opèrent.

Dans l'article de la référence (Lu and Hutchinson, 1995), les auteurs proposent et discutent une relation analytique (Eq. 3.23, 3.24 et 3.25) traduisant l'effet de la fissuration matricielle associée aux décohésions interfaciales, sur la conductivité thermique d'un composite unidirectionnel. Cette expression s'obtient par la résolution de l'équation de la chaleur dans les conditions de stationnarité avec les conditions aux limites décrites dans la section 3.1.2. Elle tient compte à la fois des propriétés des constituants des matériaux et de l'état des variables d'endommagement  $(n, u, l_d)$  - les

### 3.4 Prédiction de l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques du minicomposite

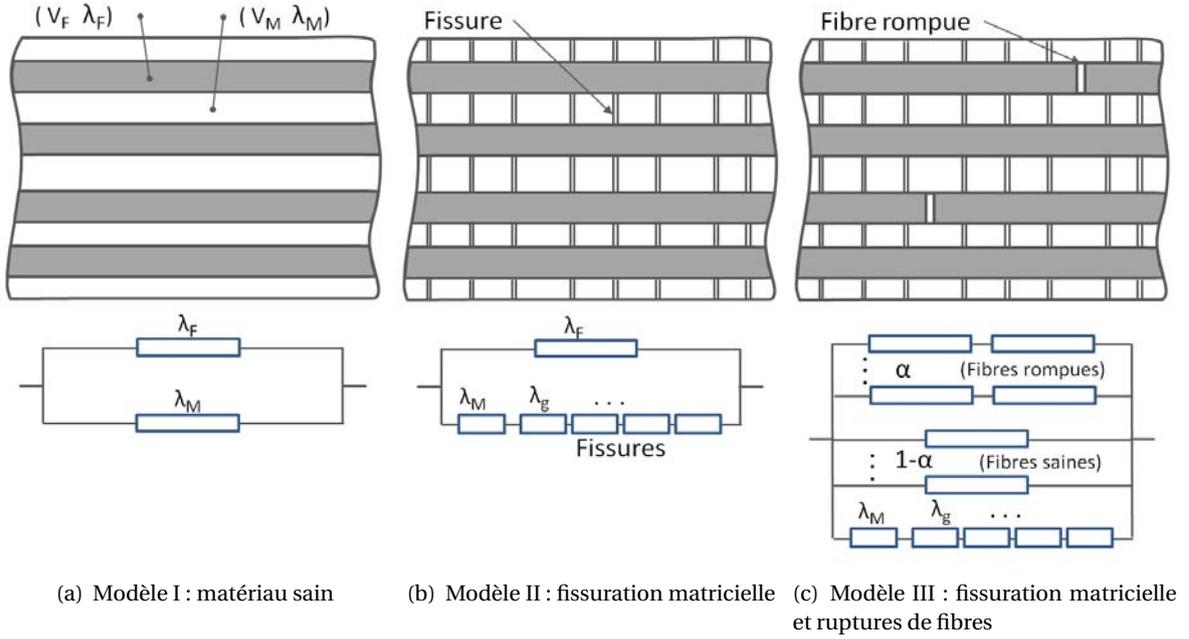


FIGURE 3.10 – Modèles thermiques élémentaires pour le calcul de l'effet de l'endommagement sur la conductivité thermique longitudinale d'un minicomposite en traction - Les trois modèles ne rendent pas compte des transferts thermiques aux décohésions interfaciales.

ruptures de fibres n'étant pas prises en compte.

$$\lambda_l^{Lu}(n, l_d, u) = \lambda_{l0} \left[ 1 + b \frac{\frac{\tanh(\frac{\zeta L_0}{2nr_f})}{\frac{\zeta L_0}{2nr_f}} + F(\xi, \zeta, l_d, n)}{1 + \frac{2\lambda_0 B_C(u)}{\zeta V_f \lambda_m} \tanh(\frac{\zeta L_0}{2nr_f})} \right]^{-1} = \lambda_{l0} \left( \frac{1}{1 + bG(n, l_d, u)} \right) \quad (3.23)$$

$$F(\xi, \zeta, \frac{l_d}{r_f}, \frac{L}{nr_f}) = \frac{\cosh\left[\zeta \frac{0.5L_0 - nl_d}{nr_f}\right]}{\cosh(\zeta \frac{L_0}{2nr_f})} \left\{ \frac{\tanh\left[\xi \frac{0.5L_0 - nl_d}{nr_f}\right]}{\xi \frac{L_0}{2nr_f}} - \frac{\tanh\left[\zeta \frac{0.5L_0 - nl_d}{nr_f}\right]}{\zeta \frac{L_0}{2nr_f}} \right\} \quad (3.24)$$

$$\xi = \sqrt{8\gamma(1+b)} \quad \zeta = \xi \sqrt{\frac{1}{1 + 4\frac{\gamma}{B_i}}} \quad \gamma = \frac{\lambda_f^r}{\lambda_f} \quad B_C(u) = \frac{H_C(u)r_f}{\lambda_f} \quad B_i = \frac{h_i r_f}{\lambda_f} \quad (3.25)$$

Il est proposé d'étendre le modèle décrit dans (Lu and Hutchinson, 1995) pour intégrer l'effet de l'endommagement du renfort fibreux Eq. 3.26. Cette relation rend compte de la *non-linéarité* du comportement thermique associée aux mécanismes d'endommagement. Ce modèle est utilisé dans la suite pour simuler l'évolution de la conductivité thermique longitudinale au cours d'un

essai de traction.

$$\lambda_l^{mini}(n, l_d, u, \alpha, \varepsilon) = \lambda_f V_f \left[ 1 + \alpha \frac{\varepsilon(d-1)}{1 + \varepsilon(d-1)} + \frac{b}{1 + G(n, l_d, u) \frac{1+b}{1-G(n, l_d, u)}} \right] \quad (3.26)$$

Les mesures des propriétés thermiques présentées au Chapitre 2 ont permis d'estimer - par identification à partir de simulations - le coefficient de transfert thermique à l'interface  $h_i$  (Tab. 3.6). En outre, plusieurs points sont à relever :

- La pertinence et la fidélité du modèle à décrire la *non-linéarité* du comportement thermique (perte de conductivité thermique) (Fig. 3.11). Soulignons que le modèle établi dans (Lu and Hutchinson, 1995) n'avait fait l'objet, jusque là, d'aucune confrontation à des mesures expérimentales ;
- L'originalité de la procédure<sup>9</sup> d'estimation de  $h_i$ . La littérature ne mentionne pas de valeurs numériques pour des composites unidirectionnels SiC/PyC/SiC, néanmoins les valeurs estimées dans ce travail sont cohérentes avec celles données par (Youngblood et al., 2002b) ( $h_i = 24 \times 10^6 W.m^{-2}.K^{-1}$  pour un composite 2D Hi-Nicalon/PyC/I-CVI-SiC non endommagé) ;
- La corrélation entre la contrainte de cisaillement  $\tau$  et le coefficient de transfert  $h_i$  - tous deux dépendants de l'état de surface et des contraintes d'origine thermique. Les données du Tab. 3.6 font apparaître un lien entre (i) la capacité d'une interface à assurer le transfert de charge par cisaillement et (ii) sa capacité à assurer les échanges thermiques.

Minicomposite	Contrainte de cisaillement $\tau$ (MPa)	Coefficient de transfert thermique à l'interface $h_i$ ( $10^6 W.m^{-2}.K^{-1}$ )
<b>M1</b>	15	1
<b>M2</b>	50	5

TABLE 3.6 – Propriétés interfaciales (thermique et mécanique) des minicomposites **M1** et **M2**

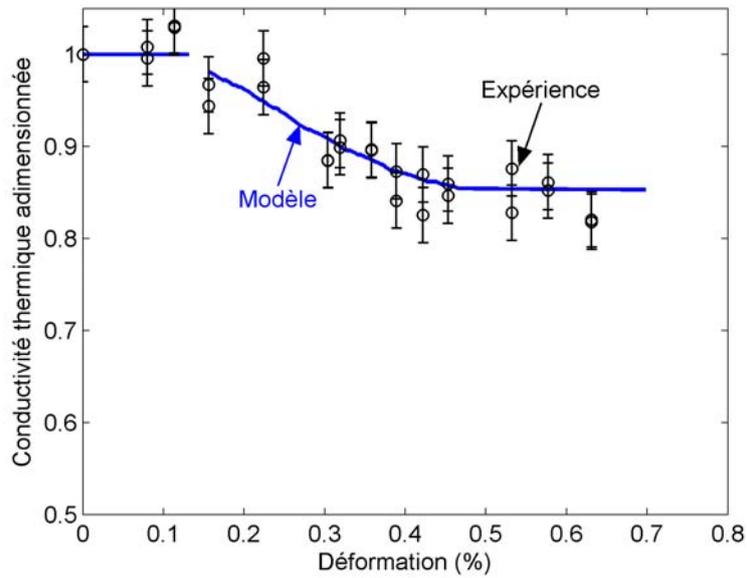
### 3.4.2 Modèle de calcul de l'effet de l'endommagement sur la conductivité thermique transverse

L'écoulement de la chaleur dans le plan perpendiculaire aux fibres dépend à la fois des propriétés thermiques des constituants ( $\lambda_m, \lambda_f$ ), des fractions volumiques ( $V_f, V_m$ ) et de l'arrangement spatial des fibres (Fig. 3.12). Ainsi, à la différence du transfert thermique dans la direction du renfort où l'Eq. 3.20 est le plus souvent utilisée, il n'existe pas d'expression analytique simple pour la conductivité transverse  $\lambda_t$ , bornée par l'Eq. 3.20 (*Modèle parallèle* : limite haute) et l'Eq. 3.27 (*Modèle série* : limite basse) par analogie aux bornes de Voigt et Reuss.

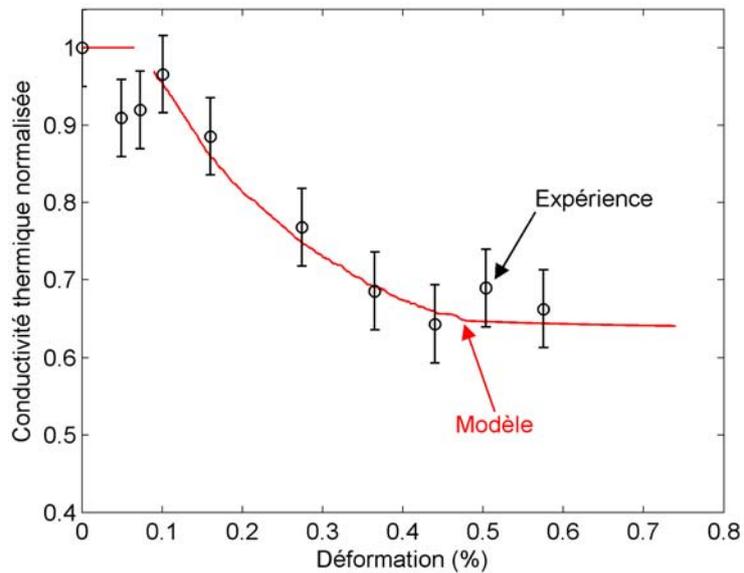
Une revue exhaustive des travaux menés dans ce sens serait inappropriée, tant les solutions apportées sont nombreuses et diverses. Signalons les principales approches et quelques travaux associés (i) les modèles analytiques avec entre autres l'approximation de Rayleigh (Rayleigh, 1892)

9. Le manque de données expérimentales ne nous a pas permis d'étudier le niveau de confiance que l'on peut lui accorder. Néanmoins, la littérature ne relatant que peu de techniques de mesure de  $h_i$ , ce travail conserve tout son intérêt.

### 3.4 Prédiction de l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques du minicomposite



(a) Minicomposite M1



(b) Minicomposite M2

FIGURE 3.11 – Evolution de la conductivité thermique longitudinale d'un minicomposite SiC/PyC/SiC sollicité en traction : comparaison entre la simulation (Eq. 3.26) et les mesures expérimentales.

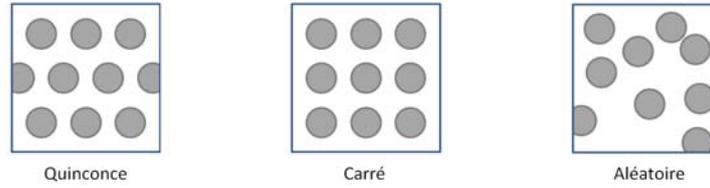


FIGURE 3.12 – Différents arrangements de fibres dans la section du minicomposite.

qui est rappelée dans l'Eq. 3.28 ou le modèle de Christensen (Christensen, 1979) (ii) les approches numériques basées sur une discrétisation par différences finies (James et al., 1987) (iii) les simulations avec marcheurs aléatoires (Tomadakis and Sotirchos, 1996) (iv) les modèles numériques écrits dans le formalisme des éléments finis<sup>10</sup> (Klett et al., 1999) (Goyénèche et al., 2004).

Dans ce chapitre, notre attention sera portée sur les modèles analytiques. En l'absence de fissuration interfaciale, il sera supposé qu'un contact parfait existe entre la fibre la matrice et l'Eq. 3.28 sera retenue pour estimer la conductivité thermique transverse du minicomposite non-endommagé.

$$\lambda_{ser} = \frac{\lambda_f \lambda_m}{\lambda_m V_f \lambda_f V_m} \quad (3.27)$$

$$\lambda_{tr}^{Ray} = \lambda_{ser} \frac{\lambda_f + \lambda_{par}}{\lambda_f + \lambda_{ser}} \quad (3.28)$$

Les modèles analytiques initialement établis considérant deux phases (fibres et matrice) ont ensuite été étendus en introduisant une troisième phase à l'interface entre les deux premières - Markworth (Markworth, 1993) reprenant l'approche de Christensen (Christensen, 1979) ou encore Hasselman (Hasselman and Johnson, 1989) qui a étendu le modèle de Rayleigh (Rayleigh, 1892). Ces développements ont rendu possible la prise en compte de la présence d'un revêtement isolant ou encore d'un contact imparfait par l'intermédiaire d'une phase de conductance  $h_i$  (Eq. 3.29 - (Hasselman and Johnson, 1989)).

$$\lambda_{tr}(h_i) = \lambda_m \left[ \frac{1 + \frac{\lambda_f}{\lambda_m} + \frac{\lambda_f}{r_f h_i} + V_f \left( \frac{\lambda_f}{\lambda_m} - 1 - \frac{\lambda_f}{r_f h_i} \right)}{1 + \frac{\lambda_f}{\lambda_m} + \frac{\lambda_f}{r_f h_i} - V_f \left( \frac{\lambda_f}{\lambda_m} - 1 - \frac{\lambda_f}{r_f h_i} \right)} \right] \quad (3.29)$$

A partir des équations Eq. 3.29 Eq. 3.28, l'évolution de la conductivité transverse équivalente d'un minicomposite endommagé  $\lambda_{tr}^{mini}$  est décrite par l'Eq. 3.30 :

$$\lambda_{tr}^{mini}(n, l_d) = \lambda_{tr}^{Ray} \left( 1 + 2 \frac{n}{L} l_d \left( \frac{\lambda_{tr}(h_i)}{\lambda_{tr}^{Ray}} - 1 \right) \right) \quad (3.30)$$

10. Un outil de calcul de propriétés thermiques par homogénéisation périodique (*GenPropTh*) est proposé au Chapitre 5.

### 3.5 Discussion

La démarche qui a été mise en oeuvre dans ce chapitre nous a conduit à formuler un modèle de comportement thermique de CMC unidirectionnel en traction et à basse température. L'ensemble des mécanismes d'endommagement actifs à l'échelle du toron sont pris en compte : la multifissuration matricielle, la déviation des fissures à l'interface fibre/matrice et les ruptures de fibres. Cette approche est basée sur une description *micro* de l'endommagement dont l'évolution est simulée à partir de lois de probabilité.

Ce modèle, de par sa construction, se limite à des cas de chargements très simples (traction uniaxiale) appliqués à des éprouvettes modèles de forme simple. Ce cadre restrictif implique notamment des difficultés lors de la transposition à des géométries et des chargements plus complexes. Cet aspect sera abordé au Chapitre 5. Néanmoins l'intérêt du minicomposite est principalement ailleurs.

En effet, l'étude du comportement mécanique à cette échelle a permis, en établissant le lien entre les facteurs microstructuraux, les mécanismes d'endommagement et le comportement mécanique, d'identifier les voies privilégiées pour l'amélioration des propriétés mécaniques. Il ressort notamment que l'élaboration de matériaux aux performances accrues passe par la maîtrise de la liaison interfaciale. C'est aussi à cette échelle que l'effet des décohésions interfaciales sur les propriétés thermiques transverses a été mis en évidence dans (Bhatt et al., 1990), (Hasselmann et al., 1991a) et (Hasselmann et al., 1991b).

A l'heure actuelle l'amélioration des propriétés des CMCs à fibres longues se fait au travers de deux principaux axes :

1. L'amélioration des propriétés de l'un ou de l'autre des constituants de base (fibre, matrice) (Cabrerero, 2009). La Fig. 3.13 illustre l'effet d'une augmentation de 50%, respectivement de  $\lambda_m$  et de  $\lambda_f$ , sur l'évolution des conductivités thermiques globales du minicomposite. La figure montre que la stratégie à adopter pour réduire l'impact de l'endommagement sur les propriétés thermiques dépend de la direction des transferts thermiques étudiés. En particulier, il apparaît que dans la direction transverse, l'augmentation de la conductivité thermique de la matrice est préférable.
2. La modulation de l'interface par des moyens tels que des traitements thermiques ou chimiques des fibres ou le développement d'interphase nano-séquencée (Naslain, 1998) (Bertrand et al., 2001).

La contrainte de cisaillement  $\tau$  est le paramètre du modèle qui caractérise la capacité de l'interphase à assurer le transfert de charge : (i) des valeurs faibles ( $\tau < 20\text{MPa}$ ) favorisent l'apparition de longues décohésions, le matériau se déforme sous l'effet de contraintes faibles (Fig. 3.15a) (ii) une liaison interfaciale forte ( $100 < \tau < 300\text{MPa}$ <sup>11</sup>) contribue à limiter les longueurs de décohésions favorisant la fissuration matricielle, le matériau est plus résilient (Fig. 3.15a) (iii) une contrainte trop forte ( $\tau > 350\text{MPa}$ ) rend impossible la déviation de fissures ce qui conduit à un comportement fragile.

Les simulations présentées dans la Fig. 3.15 montrent l'effet des propriétés interfaciales sur les propriétés thermiques. Le coefficient d'échange thermique à l'interface  $h_i$  a été extrapolé à

11. Ces valeurs sont données à titre indicatif et dépendent largement des systèmes Fibre/Interphase/Matrice considérés

## Modèle de comportement thermique d'un composite unidirectionnel en traction monotone

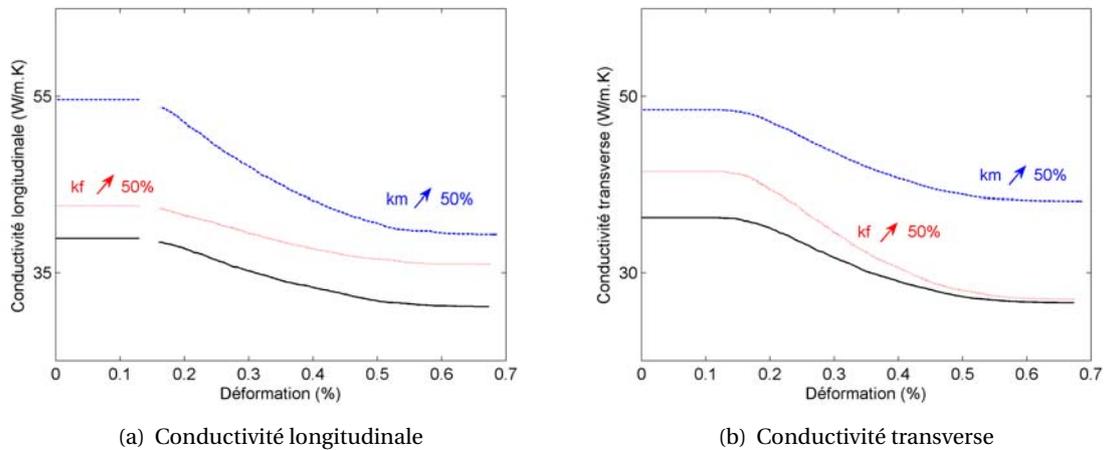


FIGURE 3.13 – Mise en évidence de l'effet de l'amélioration des conductivités thermiques de la fibre et de la matrice (les propriétés initiales étant ceux du minicomposite **M1**).

partir des valeurs du Tab. 3.6. Il apparaît - conformément aux observations expérimentales - que la conductivité thermique longitudinale est davantage affectée lorsque la liaison interfaciale est forte. D'autre part, le modèle fournit aussi des prévisions de l'évolution de la conductivité transverse. Celle-ci décroît de manière plus importante pour une faible contrainte de cisaillement interfaciale (associée à un faible coefficient  $h_i$ ).

Il est assez trivial de justifier ces observations et l'on peut les résumer en écrivant que *la conductivité thermique dans une direction est affectée principalement par les fissures perpendiculaires à cette direction*. Ainsi, lorsque l'interface est forte les décohésions sont courtes, les fissures matricielles nombreuses (Fig. 3.14b) et le transfert thermique à l'interface plus intense, ce qui se traduit par une faible chute de conductivité transverse et une perte de conductivité longitudinale marquée.

En termes de perspectives, signalons que cette approche peut être étendue à l'étude de l'effet de l'environnement (nature et pression du gaz, hautes températures, etc) ou encore à des sollicitations du type fatigue-statique. Il est possible de prendre en compte la dépendance des propriétés thermiques des constituants à la température. Les évolutions à apporter se situent principalement au niveau des cinétiques d'endommagement.

Rappelons pour finir que ce chapitre a contribué à :

- Etablir un modèle analytique pour la prévision du comportement thermique d'un minicomposite en traction. L'écriture permet de conserver un lien fort entre les propriétés des constituants de base et le comportement global. La confrontation entre les simulations et les mesures expérimentales montre la pertinence du modèle.
- Estimer des valeurs numériques pour le coefficient de transfert à l'interface  $h_i$ . Une corrélation entre ce dernier et la contrainte de cisaillement  $\tau$  a été mise en évidence.
- Appuyer les observations expérimentales quant au rôle des propriétés interfaciales sur l'évolution des propriétés thermiques au cours de l'essai de traction. Cet aspect a été discuté dans cette dernière section.

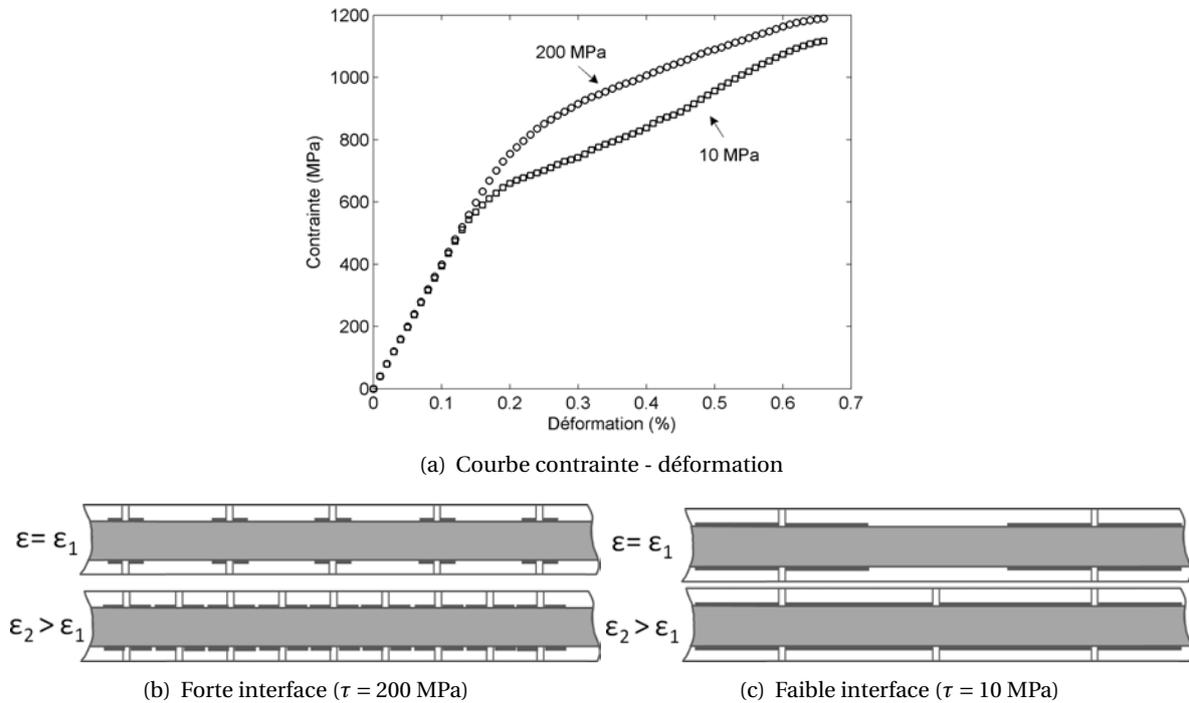


FIGURE 3.14 – Courbe de comportement mécanique d'un minicomposite en traction et illustrations des états d'endommagement associés pour une résistance interfaciale forte ( $\tau = 200 \text{ MPa}$ ) et faible ( $\tau = 10 \text{ MPa}$ ).

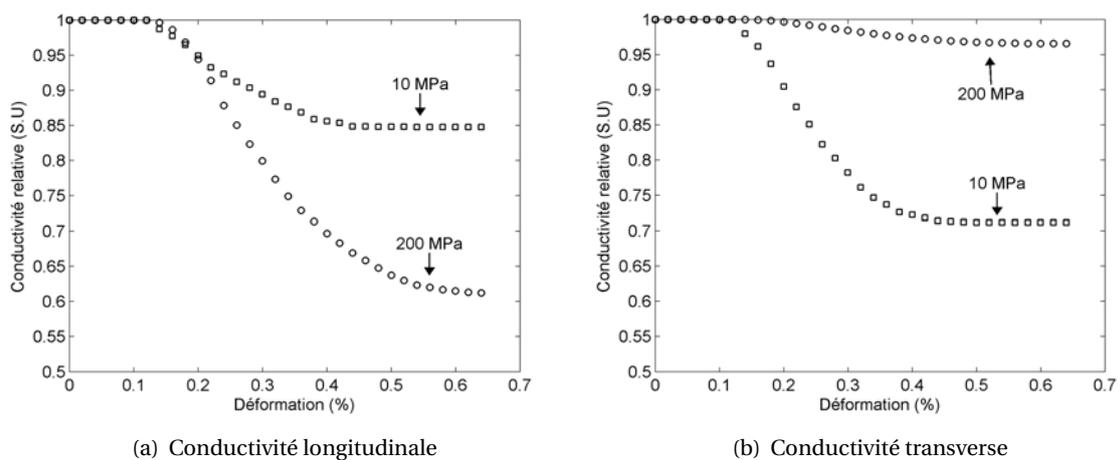


FIGURE 3.15 – Comportement thermique d'un minicomposite en traction : mise en évidence de l'effet des propriétés interfaciales - carré  $\tau = 10 \text{ MPa}$  - cercle  $\tau = 200 \text{ MPa}$ .



## *Chapitre 4*

# *Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple*

*Après s'être intéressé à l'échelle micro au travers du comportement du minicomposite, ce travail se poursuit par l'analyse de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques à l'échelle du composite tissé. Par une approche similaire à celle exposée au chapitre 2, une analyse expérimentale du lien entre les mécanismes d'endommagements et l'évolution des propriétés thermiques est proposée.*

*Ainsi, la démarche mise en oeuvre combine des techniques de caractérisation microstructurale et mésostructurale, de suivi de l'endommagement et de caractérisation thermique et mécanique. L'ensemble de ces résultats est analysé et discuté à la lumière des connaissances acquises dans le domaine des Composites à Matrice Céramique.*

*Ce chapitre présente, tout d'abord, une revue des outils pour la caractérisation thermique de composites par des méthodes non stationnaires.*

### *4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires*

#### *4.1.1 Problème général*

Les matériaux composites ont la particularité d'être hétérogènes et anisotropes. Les transferts thermiques s'opérant au sein du milieu sont complexes. L'ondulation du renfort, la présence de porosité ou encore les propriétés locales des constituants sont autant de facteurs perturbant les "chemins thermiques". J.J Vullierme dans l'ouvrage (Hladik, 1990) résume très justement la difficulté associée aux matériaux composites en expliquant que le point délicat n'est pas l'anisotropie mais bien leur hétérogénéité. Ainsi, l'expérimentateur qui entreprend la caractérisation de ces matériaux doit s'assurer de l'existence d'un milieu homogène équivalent (M.H.E). Il faut pour cela

se placer dans les conditions où la réponse thermique (évolution de la température au cours du temps) du matériau peut être représentée par les équations de la thermique (Équation de la chaleur associée à la loi de Fourier). Ce n'est qu'à cette condition qu'il sera alors possible de caractériser les propriétés thermophysiques. A. Degiovanni (Degiovanni, 1994) illustre la difficulté de définir le M.H.E pour quatre cas réels. Il définit notamment les caractéristiques du matériau idéal : il doit être solide opaque et homogène (ou homogénéisable).

Nous retiendrons la nécessité de construire des modèles de transfert thermique adaptés dans le cas des matériaux hétérogènes. Un intérêt particulier doit être apporté lors de la définition du problème de transfert thermique (transfert uni/multidimensionnel, propriétés homo/hétérogènes). Cela se traduit au travers de l'écriture de l'équation de la chaleur simplifiée ne retenant que les termes significatifs. La caractérisation de propriétés thermiques consiste ensuite à résoudre le problème inverse : estimer des paramètres connaissant la réponse thermique du matériau. De nombreuses méthodes ont été développées dans ce but. Nous porterons notre attention sur deux familles de méthodes :

1. Les premières sont dites *modales*, faisant intervenir les transformations intégrales ou des outils du traitement du signal. Ces méthodes sont particulièrement efficaces dans le cas de signaux fortement bruités.
2. Les secondes sont dites *nodales*, consistant à résoudre en chaque point l'équation de la chaleur sous forme discrétisée (par différences finies). Ces méthodes trouvent un intérêt particulier dans la caractérisation de propriétés locales. Toutefois, elles souffrent d'une forte sensibilité au bruit de mesure. Elles sont alors souvent appliquées à des signaux préalablement traités (compression, atténuation du bruit, ...).

C'est l'ensemble de cette démarche que nous allons discuter dans les paragraphes suivants.

*Remarque : Il sera toujours possible de définir un modèle décrivant précisément la réponse du matériau (par une analyse du type Entrée/Sortie par exemple). Le terme de M.H.E ne conviendra que si l'on peut définir une conductivité ainsi qu'une diffusivité thermique. Cela implique que les transferts thermiques dans ce milieu sont régis par les équations de la thermique.*

#### 4.1.1.1 Les équations de la thermique

Il est question dans ce chapitre de la caractérisation thermique par des méthodes non stationnaires. Ces méthodes sont particulièrement intéressantes pour notre application eu égard à la simplicité ainsi qu'à la rapidité de mise en oeuvre. Ceci a largement contribué à leur développement notamment pour les applications telles que le contrôle et l'évaluation non destructifs. Notons que du point de vue des caractéristiques géométriques les échantillons à notre disposition sont appropriés à l'utilisation de ces outils de caractérisation. Les éprouvettes considérées sont de forme parallélépipédique ( $l=120\text{mm}$ ,  $L=19\text{mm}$ ,  $e=3\text{mm}$ ). Les dimensions ainsi que les axes sont présentés dans la Fig. 4.1.

Les transferts thermiques de type diffusif

- dans un matériau opaque quelconque - anisotrope, hétérogène, de chaleur spécifique  $C_p(x, y, z)$  et de masse volumique  $\rho(x, y, z)$
- sans terme source - c'est à dire sans production de chaleur volumique (dissipation d'origine thermomécanique, autres réactions de nature exo-endermique)

4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires

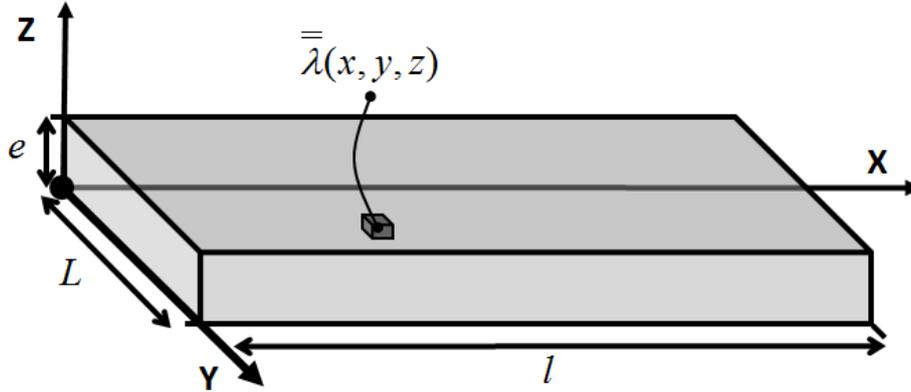


FIGURE 4.1 – Définition du repère d'étude et des dimensions.

sont régis par l'équation de la chaleur (Eq. 4.1).

$$\text{div}(\vec{\varphi}) = -\rho \cdot C_p \cdot \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.1)$$

A l'échelle du point matériel, le comportement thermique du matériau est dicté par le tenseur de conductivité thermique local  $\bar{\lambda}(x, y, z)$  au travers de la loi de Fourier généralisée (Eq. 4.2) :

$$\vec{\varphi}(x, y, z) = -\bar{\lambda}(x, y, z) \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T(x, y, z)) \quad (4.2)$$

Les conditions initiales ainsi que les conditions aux limites associées à l'équation doivent être les plus proches des conditions expérimentales sans complexifier inutilement le processus d'identification. Il faudra en outre s'assurer que celles-ci sont suffisamment "raisonnables" pour permettre la définition d'un M.H.E. Cela revient à ajouter aux conditions d'homogénéisation (Ben-Amoz, 1976) (Auriault, 1991) une distance caractéristique  $d = \sqrt{at}$  associé au temps caractéristique de diffusion.

Dans la base principale locale  $e_I$  (associée au point matériel) le tenseur de conductivité est représenté par une matrice 3x3 diagonale (Eq. 4.3) :

$$\bar{\lambda}(x, y, z) = \begin{pmatrix} \lambda_1 & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_2 & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_3 \end{pmatrix}_{e_I} \quad (4.3)$$

L'équation de la chaleur écrite dans ce repère (Eq. 4.4) fait apparaître les diffusivités principales du matériau à l'échelle du point matériel (Eq. 4.5) :

$$\sum_{i=1}^{i=3} \left[ a_i(x, y, z) \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x_i^2}(x, y, z) + \frac{\partial a_i}{\partial x_i}(x, y, z) \cdot \frac{\partial T}{\partial x_i}(x, y, z) \right] = \frac{\partial T}{\partial t}(x, y, z) \quad (4.4)$$

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

avec

$$a_i = \frac{\lambda_i}{\rho \cdot C_p} \quad (4.5)$$

#### 4.1.1.2 Caractérisation des propriétés thermophysiques locales

Bien que l'on se soit intéressé très tôt aux milieux hétérogènes, il n'a pas été question dès le début d'estimer des propriétés locales. Les propriétés thermophysiques furent estimées de manière globale. C'est ainsi qu'en 1968, Raychaudhuri a pu mesurer des diffusivités thermiques effectives de matériaux stratifiés (Raychaudhuri, 1968).

Les progrès techniques réalisés sur le plan des outils :

**numériques** : capacité de stockage et de traitement de données,

**expérimentaux** : capteurs (caméras infrarouge) et moyens d'excitation thermique sans contact, ont rendu possible la caractérisation de propriétés thermophysiques locales.

La plupart des techniques développées considèrent le matériau homogène dans l'épaisseur avec des variations de propriétés dans le plan (O,Ox,Oy) (Fig. 4.2) . Dans ce cas, l'équation de la chaleur sous forme matricielle s'écrit Eq. 4.6. Nous chercherons dans la suite de ce chapitre à réaliser les conditions expérimentales permettant de simplifier cette équation afin de mettre en oeuvre des méthodes d'estimation simples.

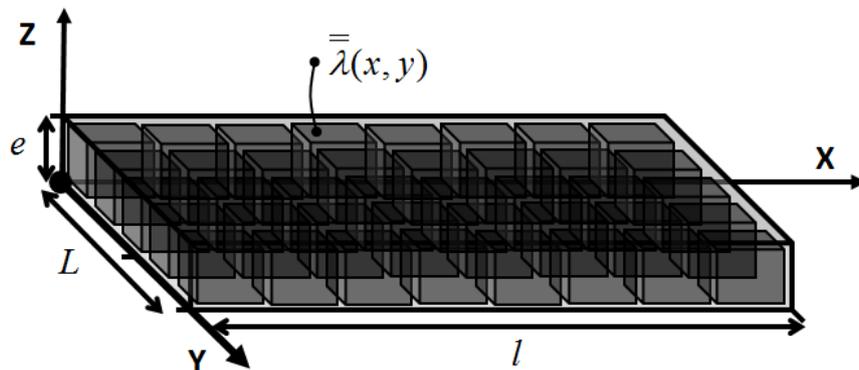


FIGURE 4.2 – Illustration du milieu étudié : définition du milieu homogène équivalent

$$\operatorname{div} \left[ \begin{pmatrix} \lambda_x & \lambda_{xy} & 0 \\ \lambda_{xy} & \lambda_y & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_z \end{pmatrix}_{(x,y)} \cdot \begin{pmatrix} \frac{\partial T}{\partial x} \\ \frac{\partial T}{\partial y} \\ \frac{\partial T}{\partial z} \end{pmatrix}_{(x,y)} \right] = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t}(x, y) \quad (4.6)$$

#### 4.1.2 Estimation de la diffusivité thermique transverse locale

Dans certaines situations, il est possible de réduire le modèle défini dans l'Eq. 4.6 au cas du transfert unidimensionnel selon la direction Oz. C'est le cas lorsque :

- l'on applique un flux homogène en face avant,
- les variations locales de propriétés thermiques sont raisonnables,
- l'épaisseur est petite devant les autres dimensions,
- la direction Oz est une direction principale du tenseur de diffusivité.

Le problème peut être alors considéré comme unidirectionnel à l'échelle d'un pixel tel que :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{1}{a} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} \quad T(z, t = 0) = 0 \quad (4.7)$$

avec  $a(x, y)$  le champ spatial de diffusivité thermique transverse.

Indépendamment des conditions aux limites, le formalisme des quadripôles thermiques (Maillet et al., 2000) donne une solution générale au problème précédent dans le domaine de Laplace (l'indice  $e$  faisant référence à la face avant et  $s$  à la face arrière) :

$$\begin{bmatrix} \theta_e \\ \Phi_e \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} ch(e\sqrt{\frac{p}{a_z}}) & \frac{1}{\lambda_z S \sqrt{\frac{p}{a_z}}} sh(e\sqrt{\frac{p}{a_z}}) \\ \lambda_z S \sqrt{\frac{p}{a_z}} sh(e\sqrt{\frac{p}{a_z}}) & ch(e\sqrt{\frac{p}{a_z}}) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \theta_s \\ \Phi_s \end{bmatrix} \quad (4.8)$$

avec les transformés de Laplace définies par :

$$\theta(z, p) = \int_0^\infty T(z, t) \exp(-pt) dt \quad \Phi(z, p) = \int_0^\infty \varphi(z, t) \exp(-pt) dt \quad (4.9)$$

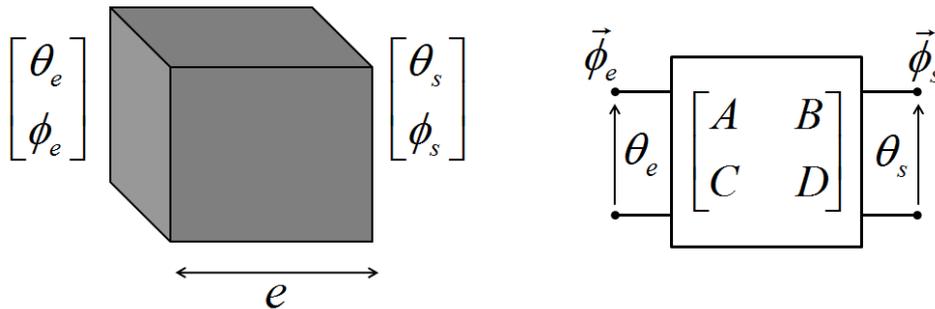


FIGURE 4.3 – Transfert unidimensionnel par diffusion : représentation par la méthode des quadripôles thermiques

Cette approche permet d'appréhender un grand nombre de situations expérimentales :

- analyse de la réponse en face arrière ( $z=e$ ) ou en face avant ( $z=0$ ). La méthode analysant le champ de température en face avant permet l'estimation de l'effusivité ( $b = \sqrt{\lambda \rho C_p}$ ). Elle peut notamment être mise en oeuvre lorsque la face arrière est inaccessible ou lorsque le matériau est analysé dans l'épaisseur (Sun, 2010).

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

- envisager différents types d'excitation : impulsion, échelon, périodique, etc.
- prise en compte des pertes thermiques (convection, rayonnement). Ceci est particulièrement intéressant dans le cas des mesures aux hautes températures.

#### 4.1.2.1 Méthodes d'estimation de la diffusivité thermique transverse par la méthode flash

Le thermogramme en face arrière (température moyenne de la face en  $z=e$  au cours du temps) obtenu suite à une excitation impulsionnelle, est comparé à la solution exacte (Eq. 4.11) de l'équation Eq. 4.7 avec des bords adiabatiques (Eq. 4.10). La figure Fig. 4.4 montre que l'on peut modéliser raisonnablement l'expérience réalisée en retenant les hypothèses suivantes :

- transfert unidimensionnel
- bords adiabatiques
- excitation impulsionnelle ( $Q$  étant la densité d'énergie déposée sur la face avant)

$$\frac{\partial T}{\partial z} = 0 \quad \text{en } z=0 \quad \text{et } z=e \quad (4.10)$$

$$T^{1D}(z, t, a_z) = \frac{Q}{\rho C_p e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{n=\infty} \cos\left(\frac{n\pi}{e} z\right) \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 a_z t}{e^2}\right) \right] = T_{max} f\left(\frac{a_z t}{e^2}\right) \quad (4.11)$$

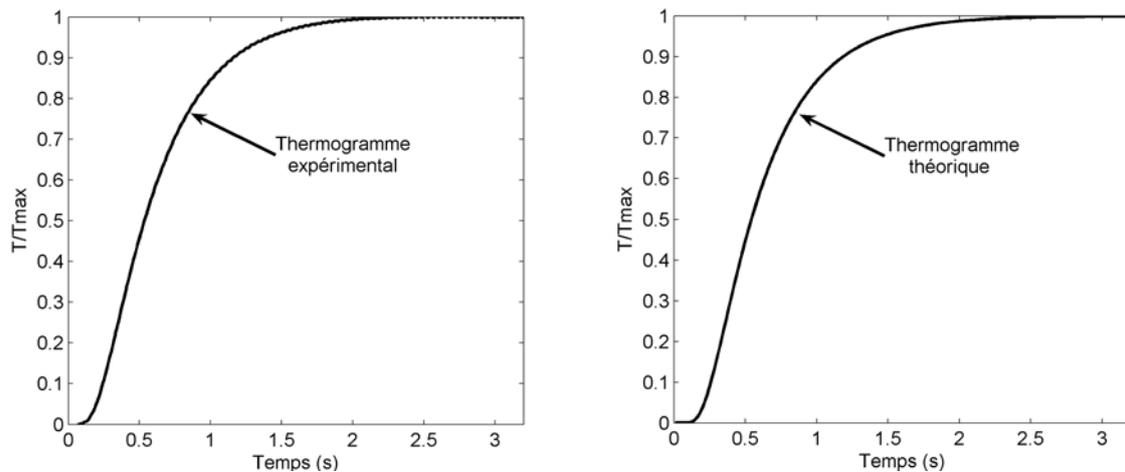


FIGURE 4.4 – Réponse impulsionnelle en face arrière : comparaison entre le thermogramme théorique (Eq. 4.11) (droite) et le thermogramme moyen obtenu en face du composite étudié (gauche)

La littérature fait état de nombreuses méthodes d'estimation de la diffusivité thermique. Le lecteur pourra trouver de nombreux détails dans (Hladik, 1990) (Hay et al., 2004). Nous nous contenterons de rappeler ici les principes afin de faciliter la compréhension des paragraphes suivants. Ne seront pas traitées ici les méthodes spécifiques intégrant l'influence des conditions expérimentales (durée de l'impulsion, pertes thermiques, etc.) (Blumm and Opfermann, 2002). Intéressons nous dans un premier temps aux méthodes que l'on peut qualifier de globales, à la différence des méthodes locales, lesquelles seront abordées plus loin.

#### 4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires

##### Les méthodes globales

La méthode de Parker (Parker et al., 1961) consiste à estimer la diffusivité thermique à partir de l'égalité suivante :

$$\frac{at_{1/2}}{e^2} = 0.139 \quad (4.12)$$

Cette expression fait intervenir le temps de demi-montée  $t_{1/2}$  car à cet instant la courbe de sensibilité  $\frac{1}{a} \frac{\partial T^{1D}}{\partial a}$  atteint un maximum (Fig. 4.5). C'est l'instant pour lequel la courbe de montée en température est la plus sensible à la diffusivité thermique. La grande simplicité de cette méthode justifie en partie son succès. Ajoutons que dans le cas de signaux peu bruités, cette méthode donne des estimations très satisfaisantes.

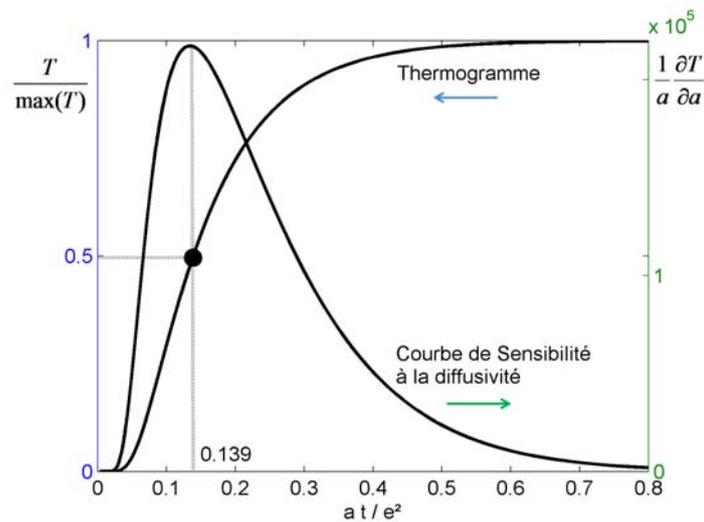


FIGURE 4.5 – Courbe de sensibilité de la réponse impulsionnelle à la diffusivité thermique et estimation de la diffusivité thermique au temps de demi-montée selon la méthode de Parker (Parker et al., 1961)

D'autres méthodes ont été développées par la suite afin de palier les manques de cette méthode avec la prise en compte des conditions réelles (Cowan, 1963)(Cape and Lehman, 1963)(Larson and Koyama, 1967)(Taylor and Clark, 1974) puis avec l'estimation à partir de plusieurs points du thermogramme :

- La méthode des temps partiels développée par A. Degiovanni (Degiovanni, 1977) consiste à estimer la diffusivité thermique à partir de couples de points. Bien que cette méthode permette de réduire l'erreur dans le cas où les pertes thermiques sont non négligeables, elle reste sensible aux bruits de mesure.
- Dans le cas de signaux bruités l'estimation à partir d'un nombre limité de points n'est pas recommandée. A. Degiovanni propose l'utilisation de sommes pondérées : la méthode des moments temporels partiels (Degiovanni and Laurent, 1986). C'est une méthode non itérative intégrant l'ensemble des points du thermogramme entre les instants  $t_{0,1}$  et  $t_{0,8}$  au travers

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

des moments d'ordre 0 et -1 (Eq. 4.13).

$$M_0 = \int_{t_{0.1}}^{t_{0.8}} \frac{T(t)}{T_{max}} dt \quad M_{-1} = \int_{t_{0.1}}^{t_{0.8}} \frac{1}{t} \frac{T(t)}{T_{max}} dt \quad (4.13)$$

- On peut considérer l'estimation de diffusivité comme un problème d'optimisation (Pawlowski and Fauchais, 1986) (Beck, 1998). On cherche alors à minimiser la fonctionnelle  $J(a)$  au sens des moindres carrés (Fig. 4.6)(Eq. 4.14). Dans notre cas,  $T^{th}(a, t)$  est la solution exacte et  $\langle T^{exp}(x, y, t) \rangle_{x,y}$  le thermogramme expérimental moyen (Eq. 4.15).

$$J(a) = \int_{t_0}^{t_{max}} \| T^{th}(a, t) - T^{exp}(t) \|^2 dt \quad (4.14)$$

$$\langle T^{exp}(x, y, t) \rangle_{x,y} = \frac{1}{l.L} \int_{x=0}^{x=l} \int_{y=0}^{y=L} T^{exp}(x, y, t) dy dx \quad (4.15)$$

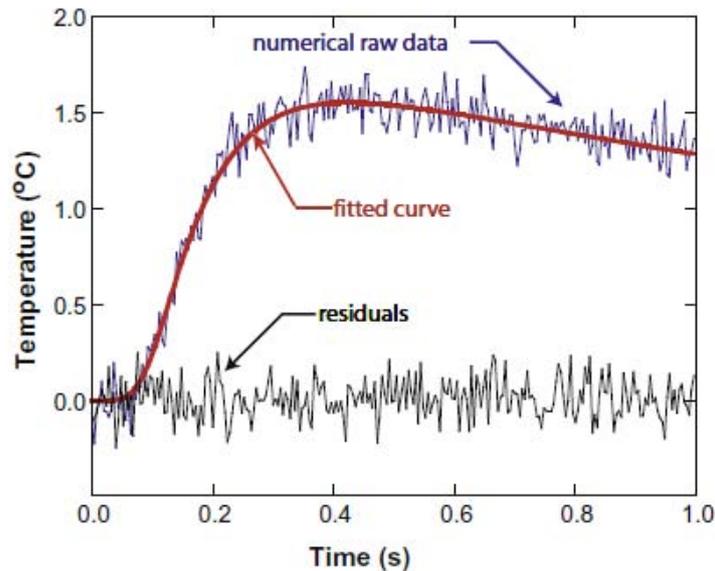


FIGURE 4.6 – Estimation de la diffusivité thermique par minimisation au sens des moindres carrés à partir de la réponse impulsionnelle en face arrière selon Chen et al. (Chen and Clarke, 2009)

Nous serons amenés au cours de ce chapitre à estimer des diffusivités moyennes. Le choix de la méthode d'estimation n'a que peu d'effet sur les résultats. Ceci, pour les raisons suivantes :

1. le thermogramme moyen  $\langle T^{exp}(x, y, t) \rangle_{x,y}$  est très peu bruité (Fig. 4.4).
2. les pertes thermiques sont négligeables

#### *Les méthodes locales*

L'utilisation des caméras infrarouge à partir des années 1980 a rendu possible l'analyse locale du comportement thermique des matériaux.

La comparaison des thermogrammes en chaque point de la face arrière ( $z=e$ ) a permis à Balageas et

al. d'étudier qualitativement le délaminage dans des matériaux composites (Balageas et al., 1987). Ils démontrent avec pertinence que la mise en évidence de contrastes thermiques est à mettre en relation avec des variations locales de propriétés thermiques (présence de défaut par exemple, Fig. 4.7). L'utilisation qui est faite ici de la thermographie infrarouge peut être suffisante pour des applications telles que le contrôle non destructif.

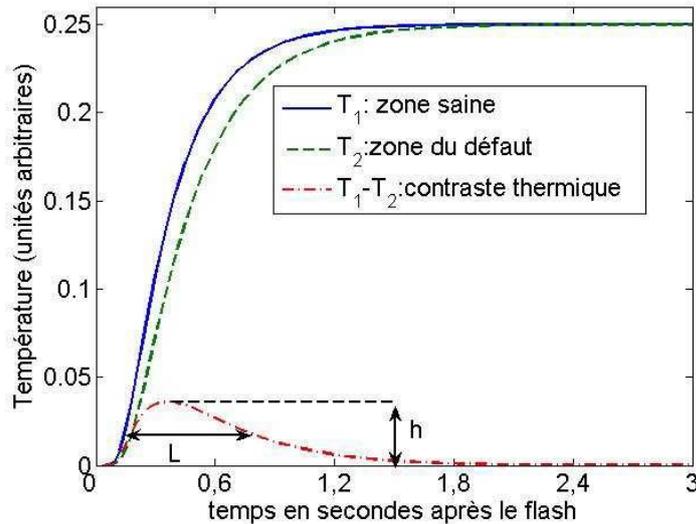


FIGURE 4.7 – Mise en évidence de contrastes thermiques appliquée à la détection de défaut selon les travaux de Balageas et al.

Quant à notre étude, nous cherchons à *quantifier* les variations locales de diffusivité thermique au cours d'un essai de traction. On pourrait alors traiter la réponse thermique en chaque point par l'une des méthodes décrites dans le précédent paragraphe, la préférence étant donnée aux méthodes peu sensibles au bruit. Néanmoins, la mise en oeuvre d'une telle approche peut nécessiter un temps de traitement important.

Les paragraphes suivants décrivent deux méthodes alternatives basées sur une décomposition à partir :

- d'un développement asymptotique. On introduit dans ce cas des hypothèses quant au modèle physique décrivant les transferts thermiques.
- d'un traitement statistique. Aucun modèle de transfert thermique n'est supposé a priori

#### 4.1.2.2 Transfert unidimensionnel : approche physique

De façon générale, la température en face arrière peut être écrite comme une fonction du temps  $t$ , de la diffusivité transverse locale  $a_z(x, y)$  et d'autres paramètres  $p_i$  dépendant de la complexité du modèle de transfert thermique considéré. Dans certains cas simples, il est possible d'explicitier analytiquement cette relation, c'est le cas du transfert thermique unidimensionnel dont la solution est rappelée dans l'Eq. 4.11 On peut alors écrire :

$$T(x, y, z = e, t) = T^{1D}(z = e, t, a_z(x, y)) \quad (4.16)$$

Dans (Mourand et al., 1998) il est proposé d'analyser un développement limité à l'ordre 1 au-

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

tour d'une valeur moyenne  $a_{z0}$  :

$$T(x, y, t) \simeq T^{1D}(z = e, t, a_{z0}) + (a_z(x, y) - a_{z0}) \cdot \left. \frac{\partial T^{1D}}{\partial a_z} \right|_{a_{z0}} \quad (4.17)$$

On définit alors la fonction  $f(t, a_{z0})$  :

$$f(t, a_{z0}) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{n=\infty} \cos(n\pi) \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 a_{z0} t}{e^2}\right) \quad (4.18)$$

L'équation Eq. 4.17 peut se mettre sous la forme d'un système linéaire (Eq. 4.19 et Eq. 4.20). La matrice  $X$  est appelée *matrice de sensibilité*,  $Y$  étant *l'observable*. Le vecteur  $\beta$  contenant les paramètres est obtenu par inversion du système linéaire en utilisant l'estimateur des moindres carrés (Eq. 4.21).

$$T(x, y, t) \simeq \left[ \begin{array}{c} f(t, a_{z0}) \\ \left. \frac{\partial f}{\partial a_z} \right|_{a_{z0}} \end{array} \right] \cdot \left[ \begin{array}{c} \frac{Q}{\rho C_p e} \\ \frac{Q}{\rho C_p e} \cdot (a_z(x, y) - a_{z0}) \end{array} \right] \quad (4.19)$$

$$Y = X \cdot \beta \quad (4.20)$$

$$\beta = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad (4.21)$$

La figure Fig. 4.8 présente le principe de l'expérience réalisée dans (Mourand et al., 1998). Les résultats satisfaisants obtenus à partir de signaux très bruités (Fig. 4.9) confirment l'intérêt de cette méthode pour l'estimation de la diffusivité apparente dans des conditions expérimentales réelles.

Soulignons que la résolution du système Eq. 4.20 donne une estimation du terme  $\frac{Q}{\rho C_p e}$ . Cela signifie :

- qu'une connaissance a-priori de la chaleur volumique permettrait une estimation de la densité d'énergie déposée sur la face avant :  $Q$  ;
- que disposant d'un moyen par ailleurs pour quantifier  $Q$ , il serait possible de mesurer la chaleur volumique du matériau.

L'approximation qui est faite ici est de considérer le transfert thermique unidimensionnel. Or, l'hétérogénéité du matériau confère localement un caractère tridimensionnel au transfert thermique. Un modèle numérique en différence finie (explicite en temps - implicite en espace) a été codé avec l'outil MATLAB pour résoudre l'équation de la chaleur dans le cas de transfert thermique non stationnaire bidimensionnel avec des bords adiabatiques. Une impulsion thermique est appliquée de manière homogène sur la face avant ( $z=0$ ) et le champ de température en face arrière ( $z=e$ ) est exploité selon la méthode de Mourand (Fig. 4.10). Les données numériques ont été choisies de sorte à respecter la similitude avec les grandeurs réelles. Remarquons tout d'abord que dans le cas d'un transfert unidimensionnel ( $a_x = 0$ ) le profil de diffusivité est estimé avec une erreur de l'ordre de 2 à 3 %. Ensuite, plus la zone de transfert multidimensionnel est étendue et plus l'erreur commise sur l'estimation des diffusivités locales est importante. La taille de cette zone dépend entre autres du facteur d'anisotropie  $\frac{a_x}{a_z}$ , de l'épaisseur et de l'hétérogénéité du matériau.

Lorsque les hypothèses qui justifient le modèle de transfert unidimensionnel (Eq. 4.7) ne sont plus valables, la difficulté est de trouver une forme appropriée pour la fonction  $f$  dans l'Eq 4.19.

4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires

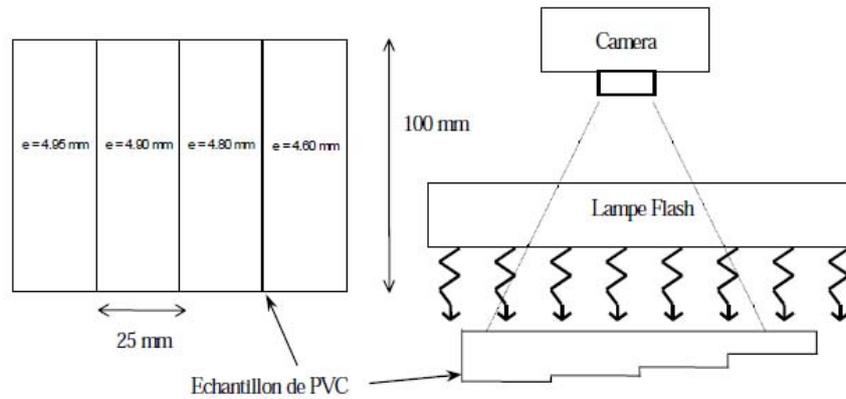


FIGURE 4.8 – Principe du montage expérimental pour la caractérisation de champs de diffusivité thermique transverse apparente selon (Mourand et al., 1998)

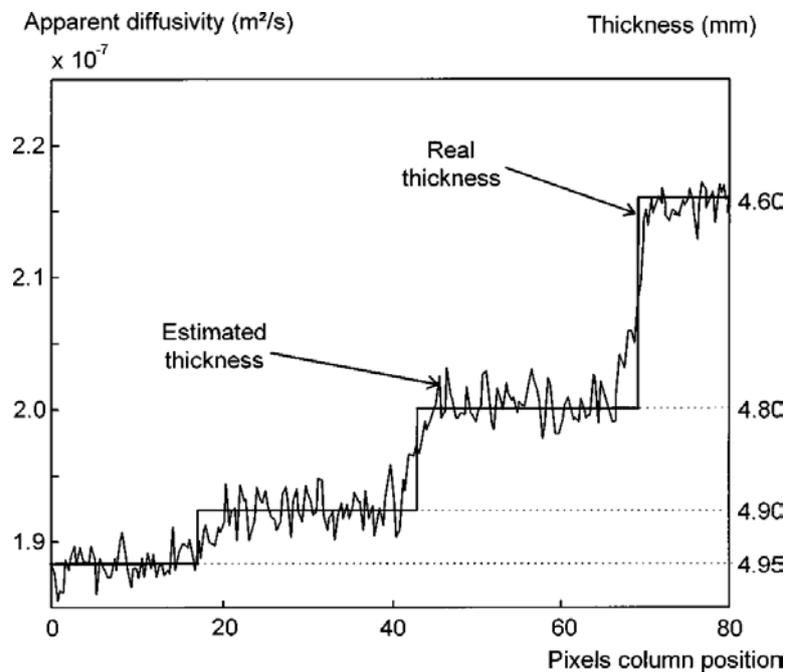


FIGURE 4.9 – Estimation de profil de diffusivité thermique transverse apparente ( $\frac{a_z}{\rho^2}$ ) selon (Mourand et al., 1998)

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

- Il est proposé dans (Mourand and Batsale, 2001) d'identifier la fonction  $f$  à la réponse moyenne en face arrière obtenue expérimentalement  $\langle T^{exp}(x, y, t) \rangle_{x,y}$  (Eq. 4.15). Cela permet notamment de prendre en compte d'éventuelles pertes thermiques sur les faces. Cependant, l'évolution au cours du temps de la température moyenne de la face arrière n'est pas sensible aux phénomènes locaux tels que les transferts multidimensionnels.
- L'inversion du problème Eq. 4.19 étant réalisée numériquement, il peut être envisagé de construire les fonctions  $f$  et  $\frac{\partial f}{\partial a}$  à partir de simulations numériques. Néanmoins, cette procédure peut s'avérer très coûteuse en temps de calcul.
- Une solution peut être trouvée dans le développement de modèles analytiques approchés à l'aide des quadripôles thermiques (Maillet et al., 1996).

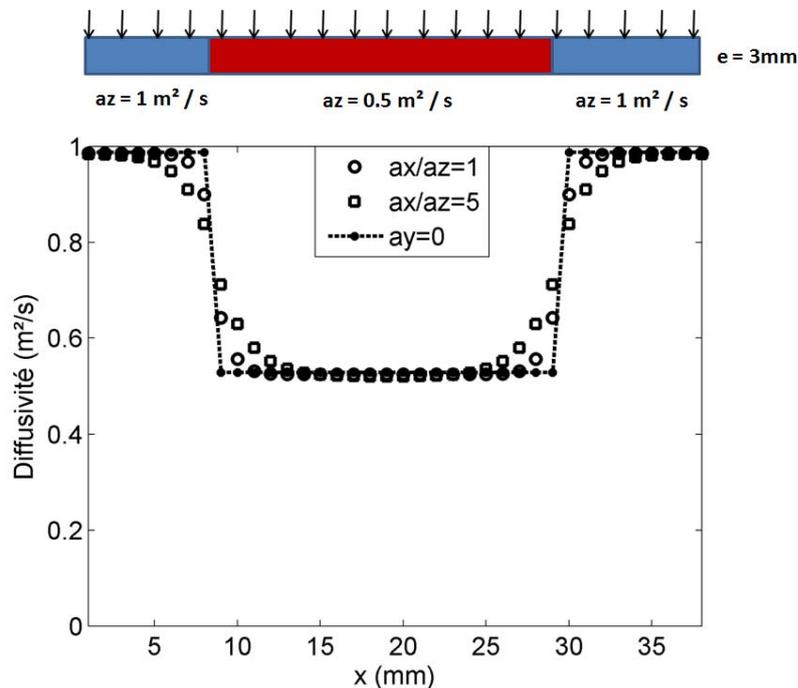


FIGURE 4.10 – Estimation de profils de diffusivité thermique transverse selon la méthode de (Mourand et al., 1998) à partir de profils de température simulés par un modèle numérique : mise en évidence de l'effet de l'anisotropie.

#### 4.1.2.3 Cas général : approche statistique

Lorsque l'on choisit de n'imposer aucune hypothèse sur la nature des transferts thermiques, l'analyse des signaux expérimentaux par des approches statistiques peut nous renseigner quant à la complexité du modèle qui doit être considéré. C'est le cas de la décomposition en valeurs singulières (SVD de l'anglais *Singular Value Decomposition*). Rajic (Rajic, 2002) a montré l'intérêt de la décomposition en composante principale dans le domaine du contrôle non destructif, en particulier pour la détection de défauts. Dans (Bamford, 2007) cet outil est mis en œuvre pour la caractérisation locale de matériaux composites.

#### 4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires

La décomposition en valeurs singulières est un outil mathématique de factorisation de matrice de taille  $m \times n$ . Ainsi toute matrice  $M$  de taille  $m \times n$  peut se décomposer en un produit

$$M = \mathbf{U} \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{V}^T \quad (4.22)$$

avec

$S$  : Matrice  $m \times n$ . Les termes diagonaux, appelés valeurs singulières, sont des réels positifs ou nuls. Ils sont classés par ordre décroissant :  $S_{11}$  étant la plus grande des valeurs singulières.

$U$  : Matrice  $m \times m$ . Les colonnes, que l'on notera  $U_k$ , sont les vecteurs singuliers ( $m \times 1$ ) de gauche. Ils forment une base orthonormée de dimension  $m$ .

$V$  : Matrice  $n \times n$ . Les colonnes, que l'on notera  $V_k$ , sont les vecteurs singuliers ( $n \times 1$ ) de droite. Ils forment une base orthonormée de dimension  $n$ .

En pratique, ce procédé trouve de très nombreuses applications (traitement des signaux, statistiques, etc.). Il est utilisé dans la suite pour la décomposition de profils de température calculés. Dans des conditions non stationnaires avec des bords adiabatiques et une impulsion thermique uniforme en face avant, l'équation de la chaleur est discrétisée par différences finies (explicite en temps, implicite en espace).

Le milieu considéré (Fig. 4.11) est homogène dans l'épaisseur avec une diffusivité thermique transverse qui évolue selon le profil tracé dans la Fig. 4.11. Les deux cas suivants sont traités (i) celui du transfert unidimensionnel (Modèle 1D) et (ii) le cas plus réaliste, du transfert multidimensionnel (Modèle 2D avec  $a_x = 8 \cdot a_z$ ). Les données géométriques sont choisies de sorte que la similitude soit respectée (nombres adimensionnés de Fourier  $Fo_k = \frac{a_k \cdot t}{L_k^2}$  similaires au cas réel). En particulier, l'épaisseur est 3mm et la longueur est 40mm.

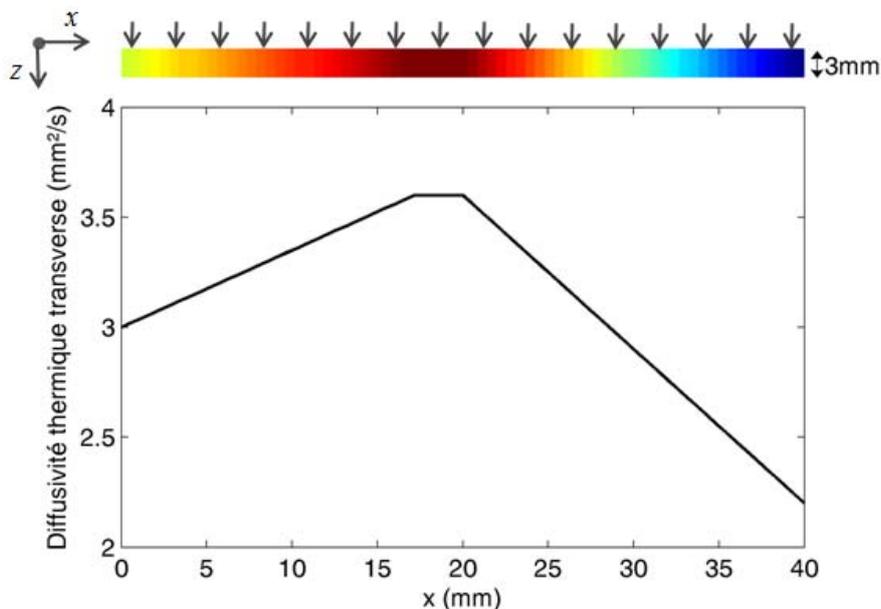


FIGURE 4.11 – Champ de diffusivité thermique transverse locale utilisé pour la résolution numérique du problème thermique direct.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

Le champ de température en face arrière  $T^{Num}(x, t)$  est décomposé avec la fonction *svd* de *MATLAB* :

$$T^{Num}(x, t) = \sum_{k=1}^{k=\max(N, nt)} \mathbf{s}_{kk} \cdot \mathbf{U}_k(x) \cdot \mathbf{V}_k^T(t) \quad (4.23)$$

Voici quelques remarques qui peuvent être faites après analyse des valeurs singulières (Fig. 4.12) ainsi que les vecteurs singuliers (Fig. 4.13 Fig. 4.14) :

1. Il apparaît que les trois premiers termes de la décomposition sont très proches (Fig. 4.24) dans les deux cas (Modèle 1D et Modèle 2D). Ainsi, dans ces conditions et pour des approximations du premier ordre il est justifié de considérer le transfert thermique unidimensionnel.

$$\sum_{k=1}^{k=3} \mathbf{s}_{11}^{1D} \cdot \mathbf{U}_k^{1D}(x) \cdot (\mathbf{V}_k^{1D})^T(t) \approx \sum_{k=1}^{k=3} \mathbf{s}_{11}^{2D} \cdot \mathbf{U}_k^{2D}(x) \cdot (\mathbf{V}_k^{2D})^T(t) \quad (4.24)$$

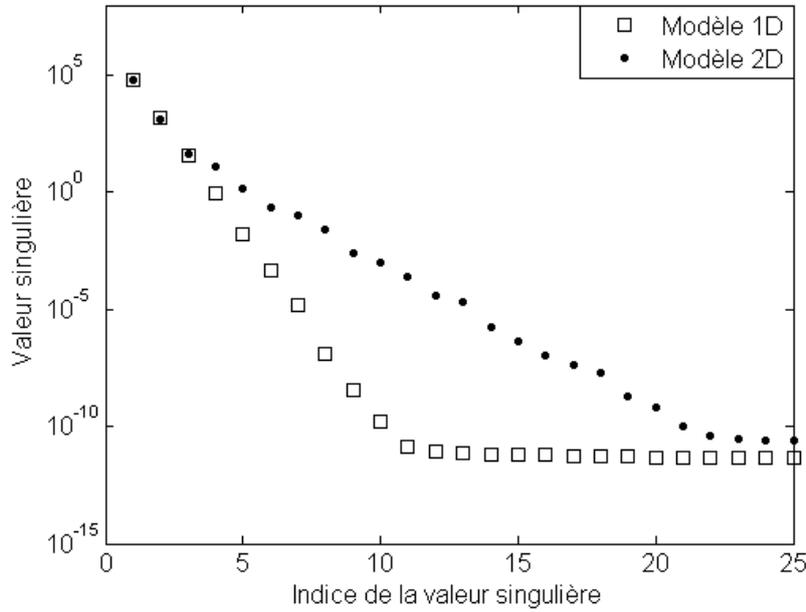


FIGURE 4.12 – Valeurs singulières de la décomposition des champs de température en face arrière calculés numériquement  $T^{Num}(x, t)$ .

2. Remarquons que dans le cas du modèle 1D et uniquement des trois premiers termes pour le modèle 2D, la décomposition en valeurs singulières se rapproche d'un développement asymptotique (Eq. 4.25) (extension de l'Eq. 4.17 aux ordres supérieurs).

$$T^{Num}(x, t) \approx \sum_{k=0}^{k=\max(N, nt)} s_k \cdot u_k(x) \cdot v_k(t) \quad (4.25)$$

avec

$$s_k = \|(a_z(x) - a_{z0})^k\| \cdot \left\| \frac{\partial^k T^{Num}}{\partial a_z^k} \right\| \quad (4.26)$$

$$u_k(x) = \frac{(a_z(x) - a_{z0})^k}{\|(a_z(x) - a_{z0})^k\|} \quad (4.27)$$

#### 4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires

$$v_k(t) = \frac{\frac{\partial^k T^{Num}}{\partial a_z^k}}{\left\| \frac{\partial^k T^{Num}}{\partial a_z^k} \right\|} \quad (4.28)$$

Ces deux décompositions ne sont pas équivalentes car contrairement aux vecteurs singuliers, les termes  $u_k$  et  $v_k$  de la décomposition de Taylor (Eq. 4.27 et Eq. 4.28), ne forment pas de bases orthonormées (Eq. 4.29). De plus, le développement selon la SVD est une décomposition exacte contrairement à l'Eq. 4.25.

$$\langle u_i | u_j \rangle \neq 0 \quad \langle v_i | v_j \rangle \neq 0 \quad i \neq j \quad (4.29)$$

Cependant, il apparaît que le terme  $U_2(x)$  est suffisamment proche du terme  $u_2(x)$  (Eq. 4.30) pour qu'il soit envisageable d'estimer des champs de diffusivités thermiques à partir d'une décomposition en valeurs singulières (Bamford, 2007).

$$U_2(x) \simeq \frac{a_z(x) - a_{z0}}{\| a_z(x) - a_{z0} \|} \quad (4.30)$$

3. La contribution du transfert thermique dans la direction Ox n'a d'effet sur les termes de la décomposition en valeurs singulières qu'à partir du quatrième indice, et cela principalement sur les termes  $U_i(x)$  et  $S_{ii}$ . Les vecteurs singuliers  $V_i(t)$  restent comparables aux dérivées successives du vecteur  $V_1(t)$  avec pour particularité d'être orthogonaux. De notre point de vue, il ne semble pas exister un vecteur spécifique nous permettant de caractériser le transfert selon Ox (comme le vecteur  $U_2(x)$  caractérise les variations locales de diffusivité  $a_z$ ). De plus, les résultats de simulation présentés sont obtenus sans ajout artificiel de bruit, ceci expliquant le nombre important de valeurs singulières au dessus du niveau du "bruit numérique" ( $\approx 10$  pour le modèle 1D et  $\approx 20$  pour le modèle 2D). Dans la pratique, le bruit de mesure inhérent à tout procédé de métrologie, limitera le nombre de valeurs et de vecteurs singuliers exploitables. Le cas considéré dans les simulations a été construit de façon à être proche du cas réel abordé dans la suite du chapitre. Ainsi, si les limitations expérimentales sont prises en compte, les résultats décrits dans cette section montrent qu'il n'est pas envisageable d'analyser la contribution du transfert dans le plan. Ces échanges thermiques, induit par l'hétérogénéité du matériau, ne sont pas suffisamment intenses pour être en compétition avec le transfert dans l'épaisseur.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

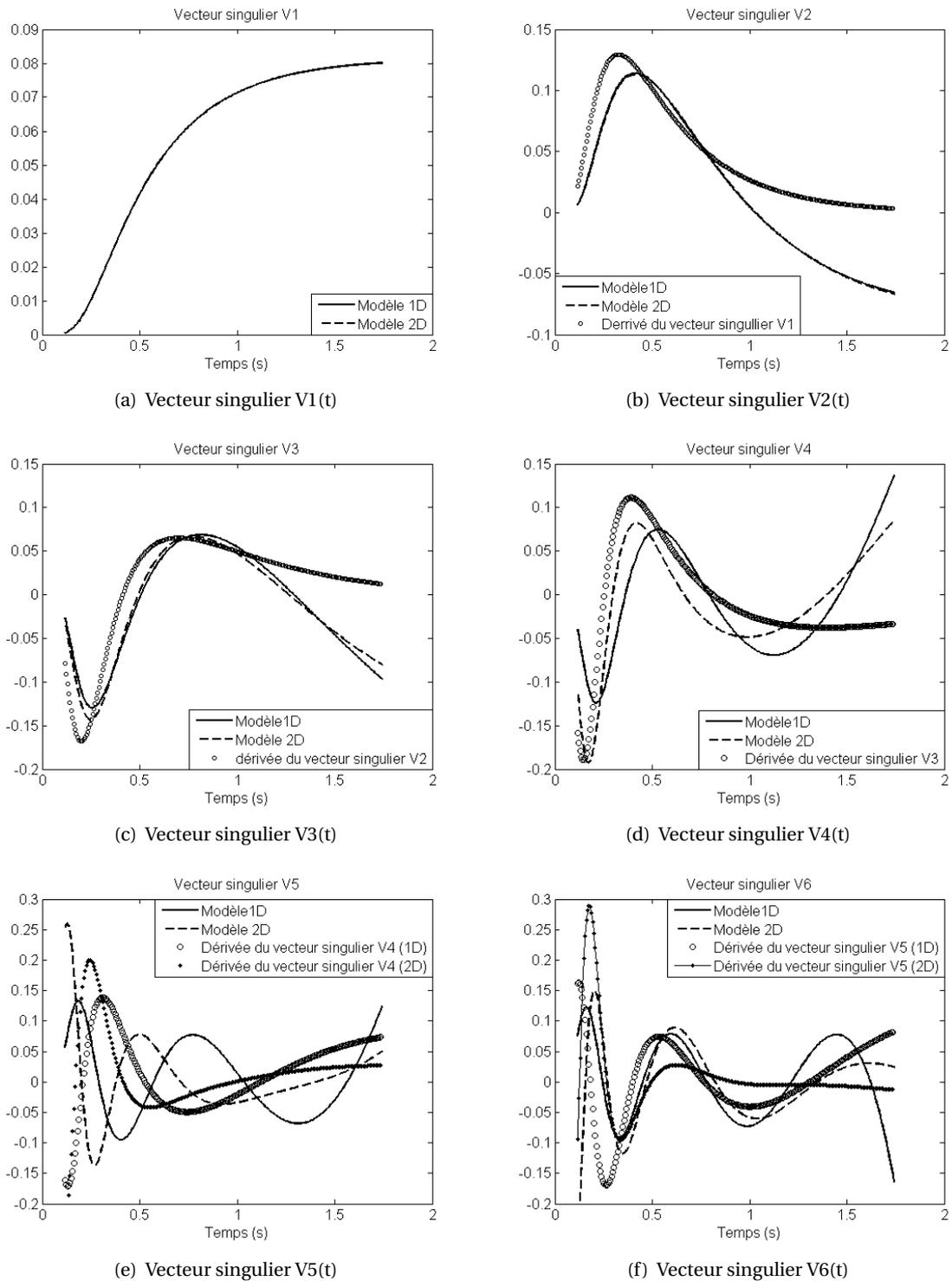


FIGURE 4.13 – Vecteurs singuliers  $V_i(t)$  issu de la décomposition des champs de température en face arrière calculés numériquement  $T^{Num}(x, t)$ .

#### 4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires

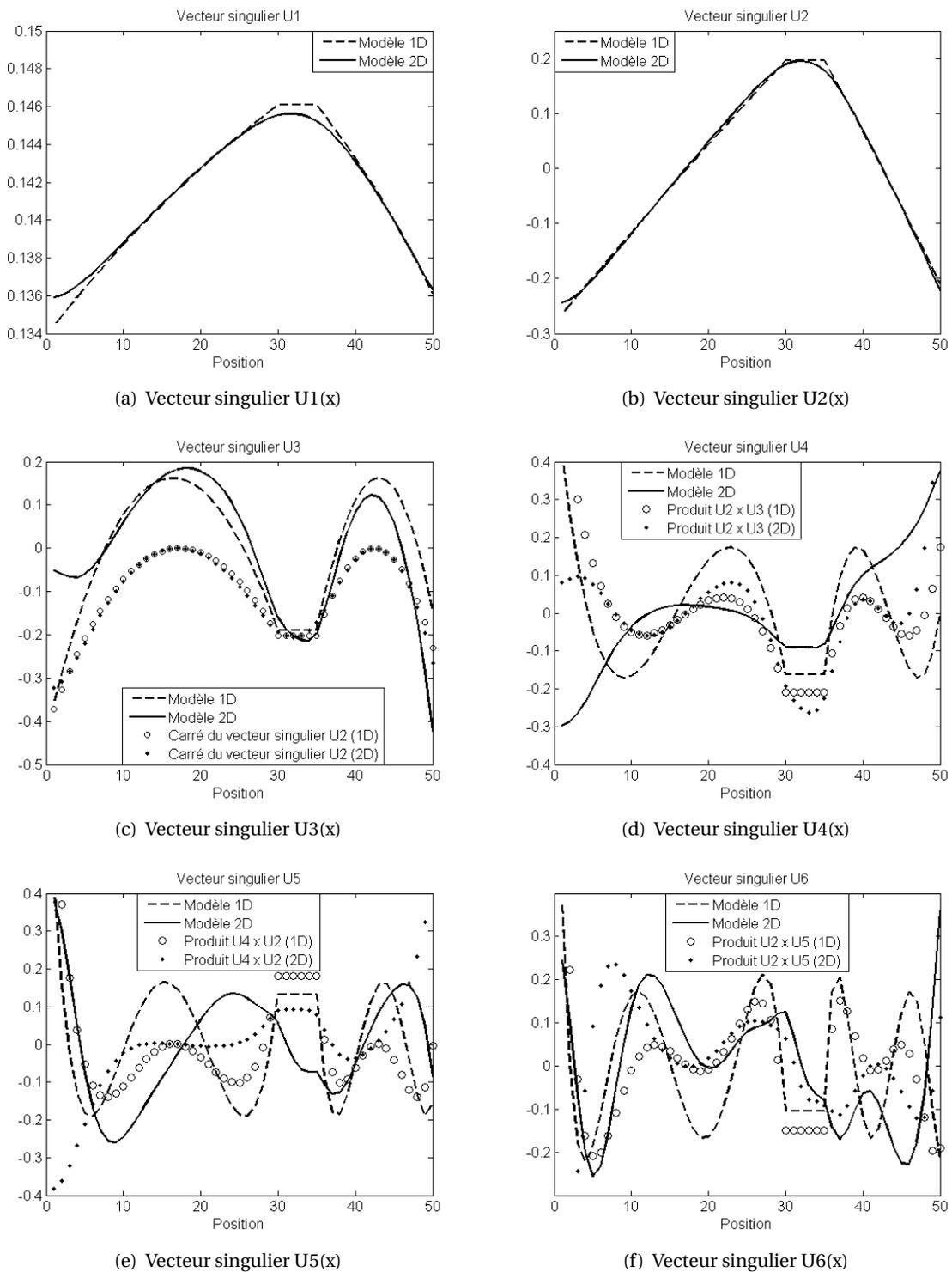


FIGURE 4.14 – Vecteurs singuliers  $U_i(x)$  issu de la décomposition des champs de température en face arrière calculés numériquement  $T^{Num}(x, t)$ .

Appliquons maintenant la décomposition en valeurs singulières au signal provenant de la caméra infrarouge  $T^{IR}(x, y, t)$  (Eq. 4.31). La matrice de dimensions 3 ( $n_x \times n_y \times n_t$ ) est réorganisée en une matrice de dimension 2 ( $N \times n_t$  avec  $N = n_x \times n_y$ ).

$$T^{IR}(x, y, t) = \sum_{k=1}^{k=\max(N, n_t)} \mathbf{S}_{kk} \cdot \mathbf{U}_k(x, y) \cdot \mathbf{V}_k^T(t) \quad (4.31)$$

Les interprétations que l'on peut faire de l'analyse des figures 4.15 à 4.17 sont résumées ci-dessous :

1. La Fig. 4.15 montre que seulement cinq valeurs singulières se détachent du bruit de mesure. Nous analysons dans la suite les vecteurs les moins bruités.
2. Les termes  $V_i(t)$  sont associés, comme précédemment, aux dérivées successives "orthogonalisées" de  $V_1(t)$ .
3. On retrouve que les vecteurs  $U_1(x, y)$  et  $V_1(t)$  (Fig. 4.16a Fig. 4.17a) sont les vecteurs normés associés respectivement à  $T_{max} = Q/\rho C_p e$  et à  $\langle T^{exp}(x, y, t) \rangle_{x,y}$  (Eq. 4.15).
4. Le vecteur  $U_2(x, y)$  est comparé aux variations de diffusivité thermique estimée par la méthode de Mourand (Mourand et al., 1998). Les cartographies obtenues (Fig. 4.17b) sont très proches.
5. Il est mis en évidence dans la Fig. 4.17c que le vecteur  $U_3(x, y)$  peut être corrélé au terme  $\frac{\partial^2 T_{max}}{\partial x^2}$ . Cette corrélation suggère naturellement un lien avec le transfert thermique dans la direction Ox (essentiellement dû à l'hétérogénéité de l'excitation thermique). Néanmoins, cette remarque se limite sur le plan qualitatif et il faut souligner la difficulté d'exploiter quantitativement ce vecteur.

L'utilisation d'outils statistiques, tel que la décomposition en valeurs singulières, présente de nombreux avantages pour la caractérisation de propriétés thermophysiques.

- Ce procédé permet de révéler les phénomènes prépondérants, ceux les plus énergétiques. Dans le cas des signaux traités dans cette section, il est mis en évidence que le transfert thermique peut être considéré comme unidimensionnel (dans la direction z) au premier ordre. Cela indique que pour le composite étudié dans la suite, lorsque qu'un flash lumineux homogène est appliqué sur la face avant, le transfert thermique est principalement orienté dans la direction orthogonale au renfort. Plus généralement, la SVD peut être utilisée dans le cadre de la réduction de modèle.
- L'atténuation du bruit de mesure peut être obtenue en tronquant la décomposition en se limitant aux  $N_r$  termes non bruités (Eq. 4.32).

$$T^{TR} = \sum_{k=1}^{k=N_r} \mathbf{S}_{kk} \cdot \mathbf{U}_k(x, y) \cdot \mathbf{V}_k^T(t) \quad (4.32)$$

- La propriété d'orthogonalité des vecteurs singuliers peut être mise à profit pour l'estimation de paramètres (Bamford, 2007).

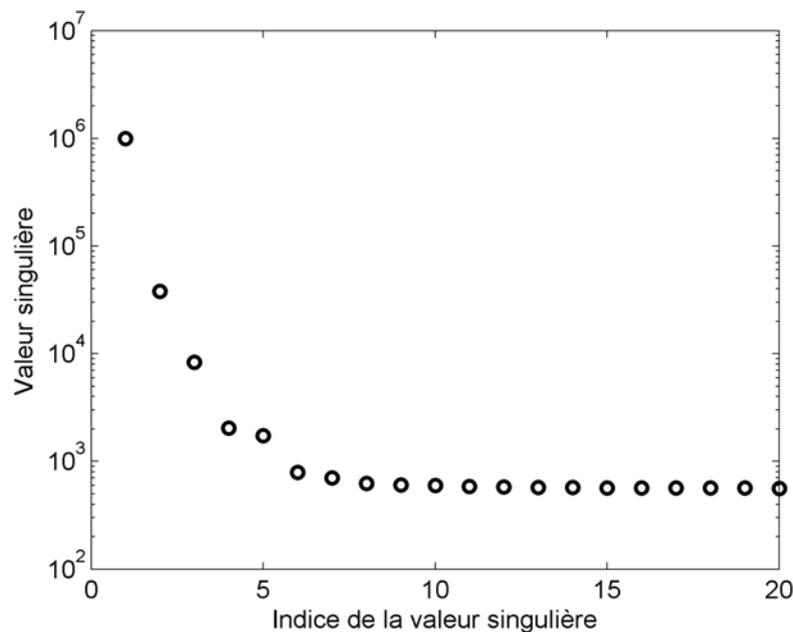


FIGURE 4.15 – Valeurs singulières de la décomposition d’un signal expérimental mesuré en face arrière du composite étudié (Voir Section 4.2)  $T^{IR}(x, y, t)$ .

Finalemnt, nous retiendrons qu’au premier ordre :

- Les estimations de diffusivité thermique selon la méthode de Mourand (Mourand et al., 1998) sont satisfaisantes ;
- Un développement limité au voisinage de la diffusivité thermique moyenne  $a_{z0}$  est très proche de la décomposition en valeurs singulières tronquée à l’indice deux.

Nous retiendrons aussi la difficulté d’analyser quantitativement (dans le cas du transfert multidimensionnel) les autres termes de la SVD.

Dans la suite du chapitre, les champs de diffusivité thermique transverse présentés seront estimés par la méthode de Mourand. Il est important de rappeler que cette étude porte sur la caractérisation de matériaux composites endommagés. Les variations locales trouvent leurs sources aux échelles microstructurale et mésostructurale et sont distribuées de façon diffuse dans le volume. Par conséquent, les approximations de premier ordre sont tout à fait justifiées.

#### 4.1.3 Estimation de la diffusivité thermique longitudinale

Reprenant le principe de la méthode d’estimation de diffusivité thermique transverse, la technique que nous allons traiter dans ce paragraphe se distingue par la forme de l’excitation thermique. Précédemment, un flux homogène était appliqué sur la face avant afin de privilégier le transfert dans l’épaisseur. Lorsque l’on souhaitera caractériser les propriétés thermiques dans le plan  $(O, O_x, O_y)$  la distribution spatiale de densité d’énergie déposée sur la face avant devra favoriser les gradients spatiaux  $\frac{\partial T}{\partial x}$  et/ou  $\frac{\partial T}{\partial y}$ . C’est ce qui avait été suggéré par (Taylor and Donaldson, 1975) en appliquant une excitation localisée.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

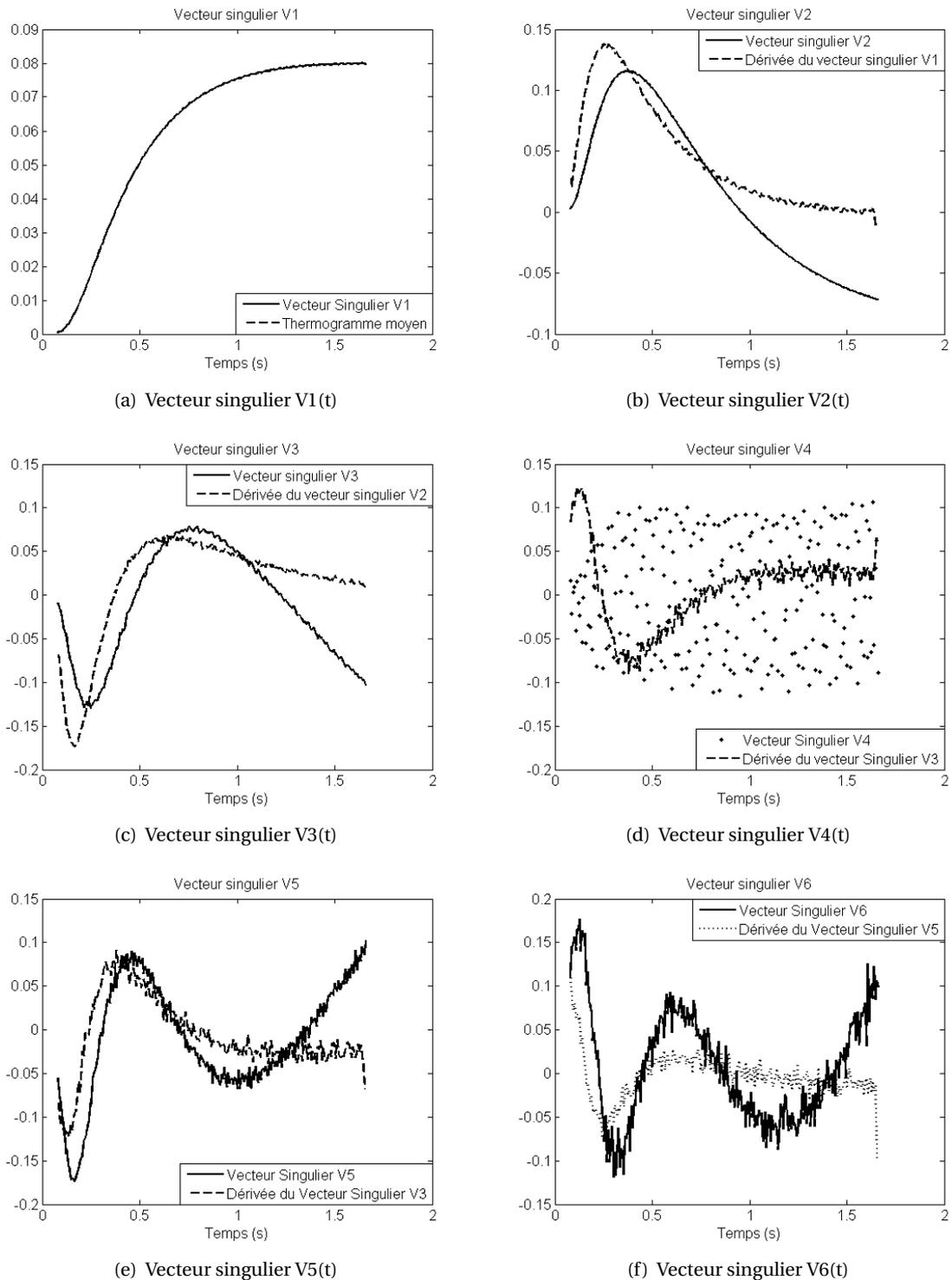


FIGURE 4.16 – Vecteurs singuliers  $V_i(t)$  issu de la décomposition du signal Infrarouge mesuré en face arrière du composite étudié (Voir Section 4.2)  $T^{IR}(x, y, t)$ .

4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires

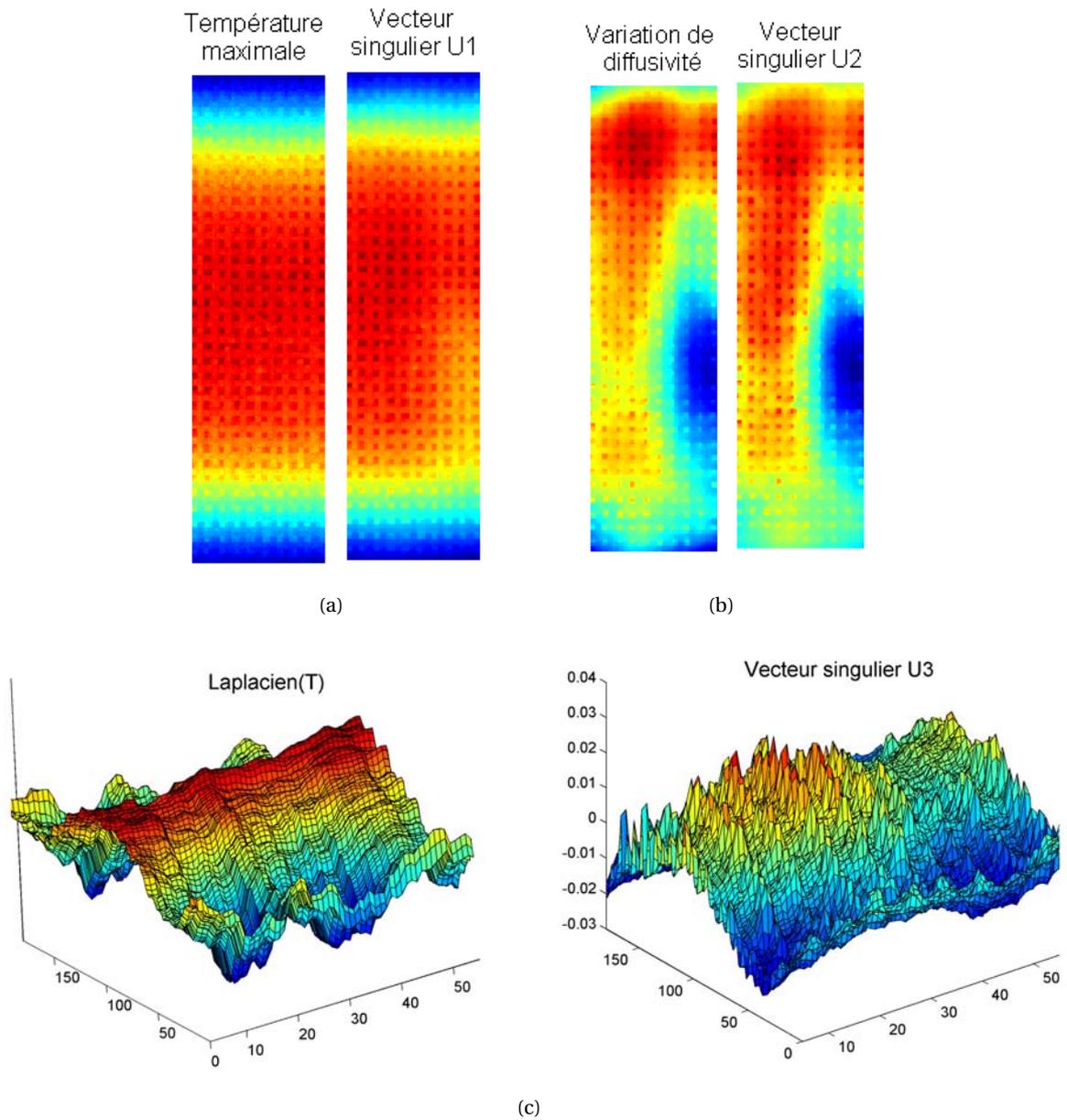


FIGURE 4.17 – Vecteurs singuliers  $U_i(x, y)$  issu de la décomposition du signal Infrarouge mesuré en face arrière du composite étudié  $T^{IR}(x, y, t)$ .

#### 4.1.3.1 Eléments de bibliographie

Les principales techniques actuelles utilisent les transformations de Laplace (Kavianipour and Beck, 1977) et de Fourier (Philippi et al., 1994) afin de s'affranchir de la connaissance de la forme spatio-temporelle du flux thermique en face avant. C'est aussi le cas des méthodes nodales (Batsale et al., 2004) développées plus récemment. Des détails sont apportés dans la suite du paragraphe.

La méthode mise en oeuvre par Philippi et al. (Philippi et al., 1994) consiste à considérer le matériau comme un milieu homogène équivalent et d'appliquer un flux homogène selon Oy de sorte à orienter les transferts principalement dans la direction Ox (Fig. 4.18). Il est ainsi possible d'estimer la diffusivité thermique  $a_x$  du matériau.

Le lecteur pourra voir dans cette technique une similitude avec l'essai de traction simple, largement répandu dans le domaine de caractérisation mécanique, où le champ de déformation est orienté par le déplacement de la traverse de la machine de traction afin de mesurer le module de Young  $E_x$ .

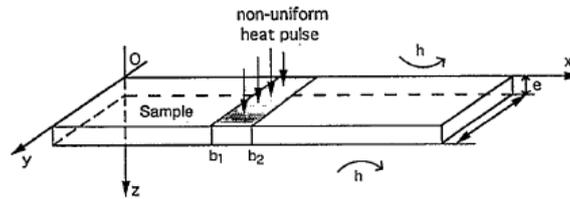


FIGURE 4.18 – Principe du montage expérimental pour la caractérisation de la diffusivité thermique longitudinale selon (Philippi et al., 1994).

L'évolution au cours du temps du champ de température est alors décrit par l'équation de la chaleur simplifiée Eq. 4.33 :

$$a_x \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + a_z \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.33)$$

Dans leur approche, Philippi et al. proposent de mettre à profit les propriétés des transformées de Laplace et de Fourier.

Ainsi, avec les conditions aux limites et la condition initiale suivantes :

$$\frac{\partial T}{\partial x} = 0 \quad \text{en } x=0 \quad \text{et } x=l \quad (4.34)$$

$$T = 0 \quad \text{en } t=0 \quad (4.35)$$

dans l'espace de Fourier - Laplace, le champ de température en face arrière ( $z=e$ ) solution de l'Eq 4.33 est :

$$\Theta(\alpha_n, z=e, p) = \int_0^l \int_0^\infty T(x, z=e, t) \cdot \cos(\alpha_n x) \cdot \exp(-pt) \, dt dx \quad \alpha_n = \frac{n\pi}{l} \quad (4.36)$$

Il est montré dans (Philippi et al., 1994) que cette solution peut se mettre sous la forme :

#### 4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires

$$\Theta(\alpha_n, z = e, p) = \mathcal{H}(p + a_x \alpha_n^2) \quad (4.37)$$

avec

$$\mathcal{H}(p) = \Theta(\alpha_n = 0, z = e, p) \quad (4.38)$$

Il vient, en notant  $\mathcal{F}(\alpha_n, z = e, t)$  la transformée de Fourier de  $T(x, z=e, t)$ , que la transformée de Laplace inverse de l'expression 4.37 s'écrit :

$$\mathcal{F}(\alpha_n, z = e, t) = \mathcal{F}(\alpha_n = 0, z = e, t) \cdot \exp(-a_x \alpha_n^2 t) \quad (4.39)$$

Ainsi, il apparaît que l'estimation de la diffusivité thermique  $a_x$  revient à résoudre le système linéaire suivant (Eq. 4.40) :

$$\ln \left( \frac{\mathcal{F}(\alpha_n, z = e, t)}{\mathcal{F}(\alpha_n = 0, z = e, t)} \right) = -a_x \alpha_n^2 t \quad (4.40)$$

qui peut être mis sous la forme suivante :

$$\mathbf{Y} = \mathbf{X} \beta \quad (4.41)$$

avec les trois cas envisageables suivants :

$$\beta = -a_x \alpha_n^2 \quad \text{ou} \quad \beta = -a_x t \quad \beta = -a_x \quad (4.42)$$

Notez qu'il est possible d'estimer en plus de la diffusivité thermique  $a_x$ ,

- la diffusivité thermique  $a_y$  (de la même manière que  $a_x$ ) (Philippi et al., 1994)(Demange et al., 1997) ;
- la diffusivité thermique  $a_z$  par l'exploitation de  $\mathcal{F}(\alpha_n = 0, z = e, t)$ , réponse moyenne en face arrière à une impulsion thermique en face avant.

Par la suite, certains auteurs se sont intéressés à la caractérisation de propriétés locales.

La première approche consiste à supposer des variations locales suffisamment "progressives" pour négliger les termes de variations locales de propriétés thermiques. Dans ce cas l'équation Eq. 4.33 est valable localement.

- Dans (Krapez et al., 2004), l'auteur étend l'utilisation des transformées intégrales à la caractérisation locale de CMCs endommagés (Fig 4.19). Il utilise un masque périodique afin (i) d'exacerber une fréquence spatiale (celle du masque) à laquelle est calculée la transformée de Fourier (Eq. 4.36) (ii) de favoriser les gradients locaux. Soulignons que c'est la première étude s'intéressant à l'effet de l'endommagement de CMCs sur les propriétés thermiques locales.
- Il est proposé dans (Batsale et al., 2004), d'abandonner les méthodes basées sur les transformées intégrales en échange d'une méthode d'estimation dans l'espace réel. La technique consiste à résoudre le problème inverse en discrétisant (par les différences finies) l'Eq. 4.43 :

$$a_x \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + a_y \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} = \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.43)$$

Des champs de diffusivité thermique ont ainsi pu être mesurés avec une excitation impulsionnelle répartie aléatoirement sur la face avant.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

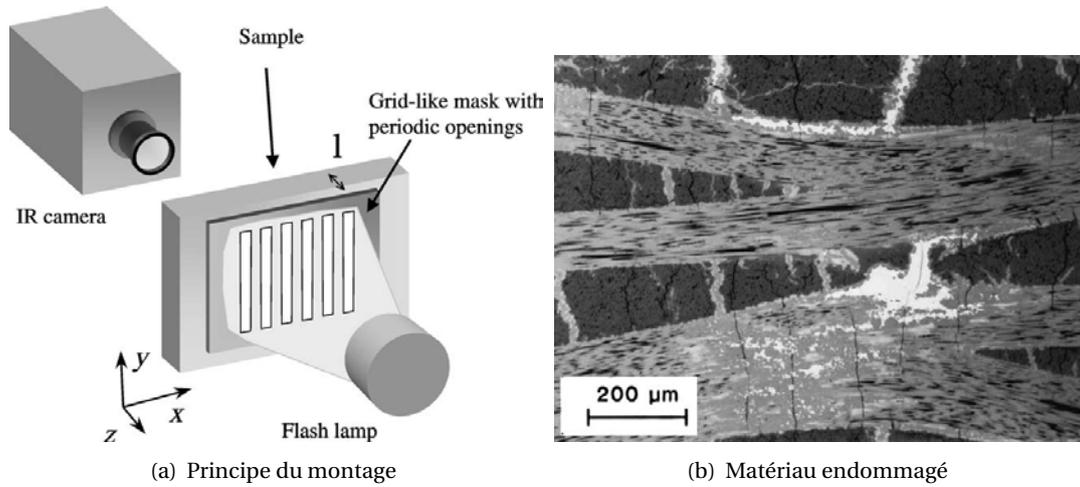


FIGURE 4.19 – Montage expérimental utilisé par (Krapez et al., 2004) pour la caractérisation thermique d'un CMC endommagé

Dans les deux cas, il faudra s'assurer que la condition Eq. 4.44 soit respectée, soit par le choix d'un échantillon de faible épaisseur ( $e$ ) - soit par le dimensionnement de l'excitation thermique dont la distribution spatiale est caractérisée par une distance  $d$  (égale à la période pour la méthode de Krapez).

$$\frac{a_z}{e^2} \ll \frac{a_x}{d^2} \quad (4.44)$$

Lorsque les termes liés aux variations relatives de diffusivité ne sont plus négligeables, (Bamford, 2007) propose différentes stratégies pour estimer des champs de diffusivités considérant l'équation locale Eq. 4.45 :

$$a_x \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial a_x}{\partial x} \cdot \frac{\partial T}{\partial x} = \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.45)$$

Il montre que l'on peut se ramener à un système linéaire de la forme Eq. 4.46 :

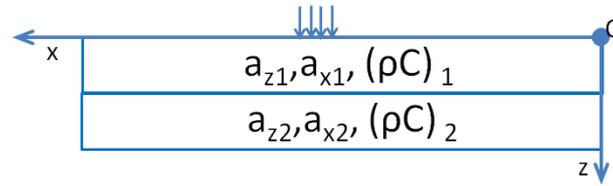
$$\dot{M}^t \cdot \dot{A}_x + \ddot{M}^t \cdot A_x = \tilde{M}^t \quad (4.46)$$

avec :

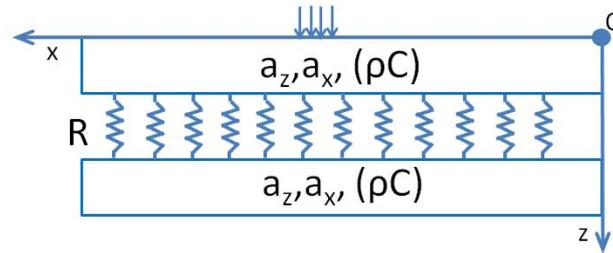
- $A_x$  et  $\dot{A}_x$  respectivement les champs de diffusivités et de variations de diffusivités thermiques
- $\dot{M}^t$ ,  $\ddot{M}^t$ ,  $\tilde{M}^t$ , respectivement le gradient spatial, le Laplacien et la dérivée temporelle du champ de température  $T^{IR}(x, t)$  observé sur la face arrière - ou des projections de ceux-ci sur une base orthogonale (issue de l'analyse par SVD ou par ondelettes). Dans ce dernier cas, une estimation du champ de diffusivités est obtenue pour chacune des projections.

L'ensemble des méthodes que nous venons de citer suppose un découplage entre les transferts thermiques dans le plan et ceux dans l'épaisseur. Ce point est abordé dans paragraphe suivant.

#### 4.1 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux hétérogènes et anisotropes par des méthodes non stationnaires



(a) Multicouche constitué d'un empilement de matériaux différents



(b) Multicouche constitué d'un empilement de matériaux identiques avec des résistances de contact

FIGURE 4.20 – Matériaux multicouches

#### 4.1.3.2 Découplage des transferts thermiques dans le plan et hors-plan

Dans le cas d'un milieu homogène (ou homogénéisable) les transferts thermiques dans les directions principales sont découplés (Eq. 4.39). Ainsi,

$$T(x, y, z, t) = T^x(x, t) \cdot T^y(y, t) \cdot T^z(z, t) \quad (4.47)$$

Dans le cas d'un matériau multicouches dont les strates sont constituées de matériaux différents, certaines précautions sont à prendre pour supposer les transferts découplés. Cela peut être le cas par exemple de stratifiés d'unidirectionnels ou de structures sandwich (Fig. 4.20). Cependant, dans le cas où le multicouche est constitué de strates identiques avec des résistances de contact inter-strates, il est possible de découpler le transfert dans la direction  $z$  et le transfert dans la direction  $x$  (Maillet et al., 2000). C'est le cas, par exemple, du matériau qui sera étudié dans le cadre de la thèse : un stratifié de tissu 2D.

Avant de s'intéresser précisément au matériau en question, il est proposé dans le paragraphe suivant, de mettre en oeuvre les outils de caractérisation qui ont été présentés au cas de matériaux homogènes dont les propriétés sont connues.

#### 4.1.4 Mise en oeuvre des méthodes d'estimation des diffusivités thermiques transverse et longitudinale appliquées à des matériaux homogènes connus

Bien que les techniques de caractérisation utilisées soient éprouvées et reconnues, il est souhaitable de s'assurer de leur bonne implémentation. A cette fin, deux échantillons constitués de matériaux connus sont caractérisés, le premier dans l'épaisseur ( $a_z$ ) selon la méthode décrite dans 4.1.2.2, et le second dans le plan ( $a_x$ ) selon la méthode exposée dans 4.1.3.1 :

1. Une éprouvette en alliage d'aluminium (2024) de largeur 30mm et d'épaisseur variable (de l'ordre de 15mm). Le temps caractéristique de diffusion dans l'épaisseur de l'échantillon

est voisin de celui associé au transfert dans l'épaisseur du composite étudié. Cependant, la quantité d'énergie déposée (Flash) étant limitée alors que le matériau est massif, le signal enregistré est davantage bruité. Malgré cela, la diffusivité moyenne estimée est tout à fait comparable à celle du matériau (Tab. 4.1). De même, le profil d'épaisseur déduit des diffusivités apparentes, décrit convenablement le profil réel (Fig. 4.21). Notez que l'estimation d'un profil d'épaisseur connaissant la diffusivité thermique est équivalent à l'estimation d'un profil de diffusivité connaissant l'épaisseur ;

2. Une barre de section rectangulaire (20 mm x 1 mm) et de longueur 120 mm constituée de fer Armco. La diffusivité estimée est très proche de celle communiquée par le fournisseur (Tab. 4.1).

	<b>Alliage 2024</b>		<b>Fer Armco</b>	
	Exp.	théorique	Exp.	théorique
Diffusivité thermique ( $mm^2.s^{-1}$ )	50.7	50 - 52	23.1	23.01
Ecart (%)	1.4 - 2.5		0.4	

TABLE 4.1 – Caractérisation thermique de matériaux connus : diffusivités thermiques globales.

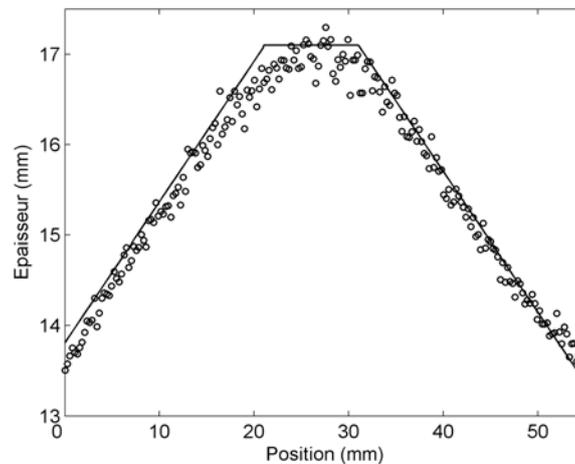


FIGURE 4.21 – Estimation de l'épaisseur de l'éprouvette en alliage d'aluminium (2024) à partir de la mesure du profil de diffusivité thermique transverse apparente selon la méthode de (Mourand et al., 1998) (o Mesures ; - Profil réel)

## 4.2 Présentation du matériau étudié : composite tissé stratifié HNS/PyC/SiC-CVI.

### 4.2.1 Description de la Micro-Mésosstructure

Le matériau étudié est un stratifié constitué de 11 couches de tissu bidimensionnel taffetas (Fig. 4.22) élaboré par le Groupe SAFRAN par dépôt d'une interphase de pyrocarbone (PyC) d'environ 100nm d'épaisseur, et d'une matrice SiC-CVI (Chemical Vapour Infiltration (Christin, 1979) sur une préforme 2D tissée de fibres Hi-Nicalon S (HNS). Un matériau similaire (HNS/PyC/SiC-CVI) a été étudié précédemment par Bamford (Bamford et al., 2008). Nous ferons référence à ce matériau dans la suite de ce chapitre par B-08. Bien qu'ils aient été fabriqués suivant le même procédé, ces deux matériaux n'ont pas strictement été élaborés dans les mêmes conditions<sup>1</sup>. Comme nous le verrons, cela a des conséquences sur la microstructure et sur les propriétés finales.

Les micrographies des figures Fig. 4.23 Fig. 4.24 Fig. 4.25 illustrent respectivement les détails de la mésostructure et de la microstructure pour le matériau étudié et de la mésostructure pour le matériau B-08. Nous rappelons que l'étude des matériaux à ces échelles permet d'assurer la représentativité du matériau (proportions des phases et de leur distribution spatiale, effets de structure, macroporosité, ...) en cohérence avec les mécanismes d'endommagement actifs aux différentes échelles (multifissuration de la matrice, décohésions, rupture de fibres).

L'observation à l'échelle de la mésostructure met en évidence un endommagement initial du matériau qui doit principalement être attribué à la phase de fabrication. De plus, il apparaît que la liaison interstrate est relativement faible (Fig. 4.23) comparativement au matériau B-08 (Fig. 4.25) et à la plupart des CMCs.

Des micrographies de ce matériau ont été exploitées par des outils de traitement et d'analyse d'image (analyses faites au CEA - Saclay). C'est ainsi que les fractions volumiques de fibre, de matrice et de porosité intratoron ont été mesurées (Tab. 4.2). L'étude a montré que les fils contiennent en moyenne 500 fibres de diamètre moyen  $12.7\mu m (\pm 2.7)$  et de forme circulaire (coefficient de sphéricité  $\approx 1$ ).

La porosité interpli a été évaluée à 30% par différentes techniques de porosimétrie (eau, éthanol, mercure, hélium) (Dhôte, 2010) (23% pour le matériau B-08) (Tab. 4.2). Il faut souligner que ce taux de porosité est élevé. Il est courant de mesurer des fractions volumiques de porosité de l'ordre de 10 à 15% pour cette famille de matériau (Aubard, 1992)(Carrère, 1996)(Guillaumat and Lamon, 1996a)(Forio, 2000).

	Microporosité	Fibre	Matrice	Mésoporosité
Intratoron	0.03	0.42	0.55	–
Globale	0.02	0.29	0.39	0.3

TABLE 4.2 – Fractions volumiques des différentes phases présentes dans le CMC étudié (résultats issues d'analyses d'images et de mesures de porosimétrie.

1. Les différences entre la matériau étudié et le matériau B-08 sont principalement liées au fait que (i) ils ne soient pas issus d'une même plaque composite et que (ii) le matériau B-08 a un cycle de densification supplémentaire

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

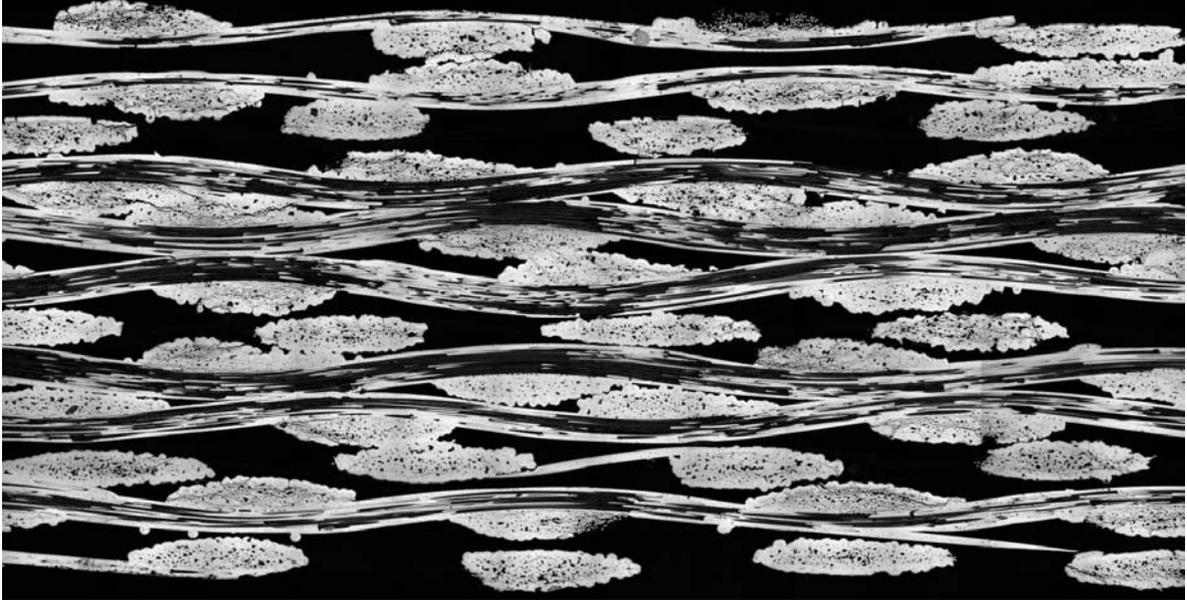


FIGURE 4.22 – Micrographie du composite étudié : vue générale d'une section longitudinale à l'état initial.

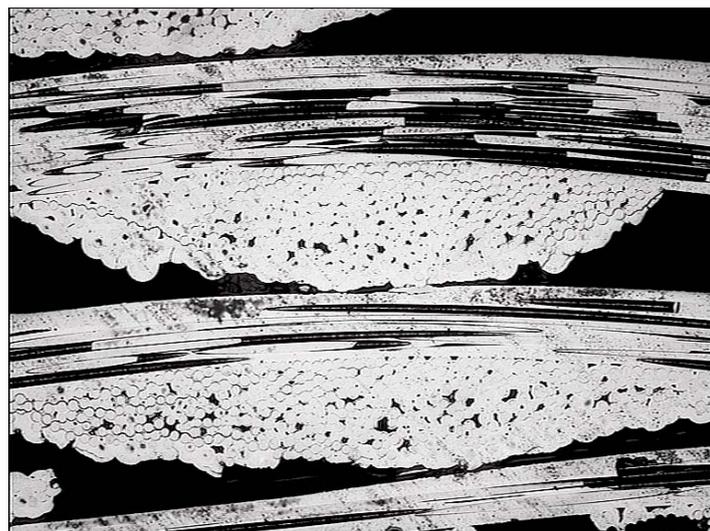


FIGURE 4.23 – Micrographie du composite étudié : détails de la mésostructure à l'état initial

4.2 Présentation du matériau étudié : composite tissé stratifié HNS/PyC/SiC-CVI.

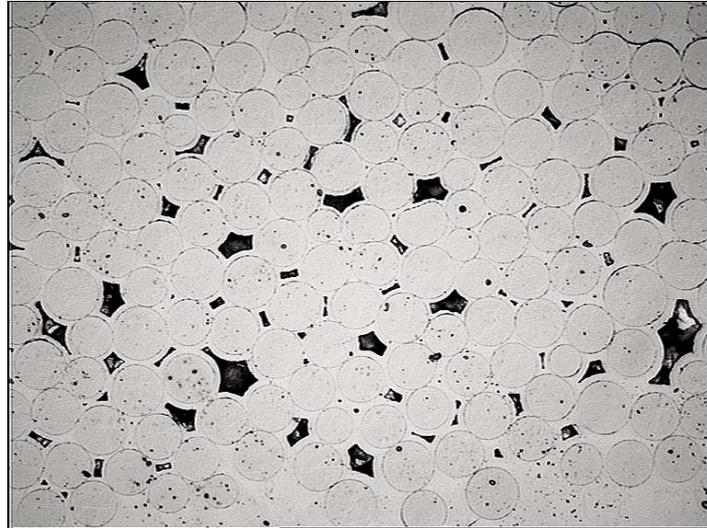


FIGURE 4.24 – Micrographies d'un fil du composite étudié à l'état initial



FIGURE 4.25 – Détails de la mésostructure pour le composite B-08 dans (Bamford et al., 2008)

Le champ de diffusivité thermique transverse est estimé à partir de la réponse en face arrière à une impulsion thermique (flash lumineux) d'une plaque composite de dimension environ 80mm x 100mm (Fig. 4.26a). La distribution statistique des diffusivités est représentée dans la Fig. 4.26b.

- La diffusivité thermique transverse moyenne est de  $3.3\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$  avec un écart-type de  $0.4\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ .
- La distribution statistique est bimodale consistant en un mélange de deux populations gaussiennes ( $\mu_1 = 2.95\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$   $\sigma_1 = 0.23\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ ,  $\mu_2 = 3.55\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$   $\sigma_2 = 0.2\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ ).
- Quant à la répartition spatiale, la Fig. 4.26a met en évidence des hétérogénéités de taille centimétrique.

Dans le cas des CMC, les dispersions statistiques des propriétés peuvent être d'origine microstructurale : rayons de fibre, épaisseur de matrice, microporosité, etc. Néanmoins, l'étendue de la dispersion observée en terme de diffusivité thermique (Fig. 4.26b) ainsi que la taille des hétérogénéités que révèle la Fig. 4.26a suggèrent que les variations locales observées sont associées à des phénomènes à l'échelle méso. Nous étudions cet aspect dans la section suivante.

#### 4.2.2 Mise en relation de la mésostructure avec la distribution des diffusivités thermiques transverses locales

Il est proposé dans cette section d'analyser des représentations tridimensionnelles du matériau étudié ( $32\mu\text{m}$  de résolution) obtenues par tomographie à rayons X dans l'intention d'expliquer les importantes variations locales qui ont été observées au niveau des propriétés thermiques. Cette technique de contrôle non destructif nous permet d'analyser les hétérogénéités spatiales au sein du matériau et de disposer d'une description fine de la texture tridimensionnelle. Nous nous limiterons dans ce travail à une exploitation qualitative des résultats de la tomographie. Toutefois, il faut signaler qu'une calibration et un étalonnage de la mesure permettrait d'accéder à un champ tridimensionnel de densité (Gerstenmayer and Thiery, 2002).

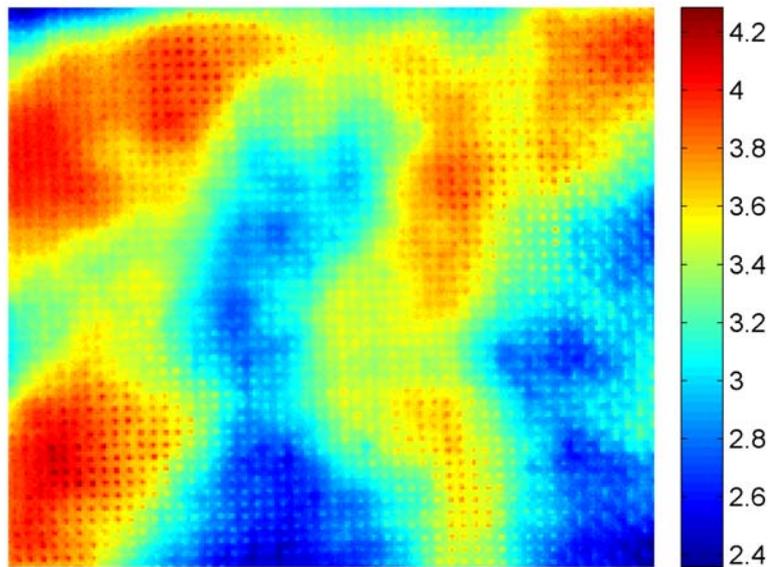
La figure Fig. 4.27a fait apparaître des régions dans lesquelles les strates sont empilées sans déphasage, et d'autres dans lesquelles les strates sont déphasées les unes par rapport aux autres. Ces disparités dans l'empilement des strates se retrouvent dans la projection de la tomographie dans l'épaisseur (Fig. 4.27b). La confrontation avec le champ de diffusivité thermique pour le même échantillon, met en évidence une corrélation entre la texture locale et les propriétés thermiques locales.

Nous constatons alors que dans le cas :

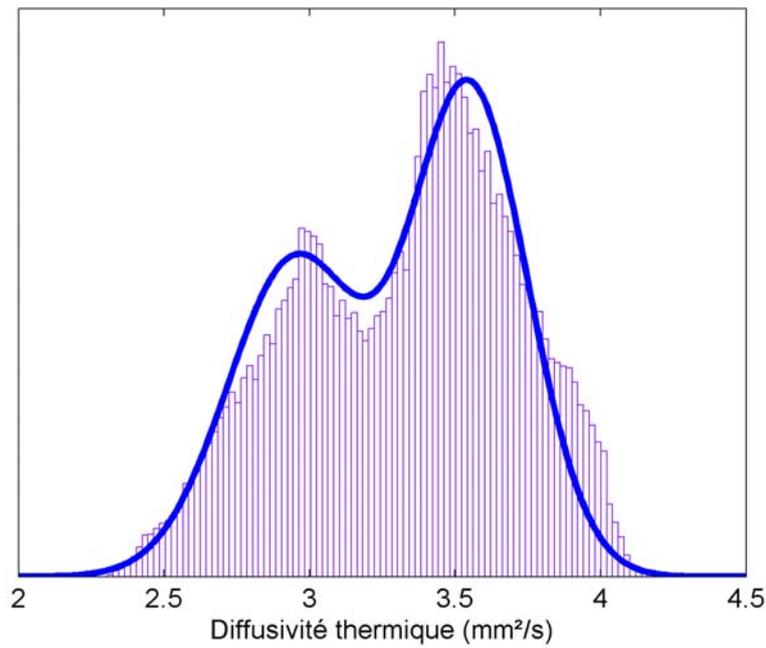
- d'un empilement sans déphasage, la diffusivité thermique locale est élevée,
- contrairement au cas où les strates sont empilées de manière déphasée.

En s'appuyant sur l'illustration de la Fig. 4.28 le raisonnement qui peut être fait est le suivant. Lorsque l'empilement des strates est non déphasé, les chemins empruntés par la chaleur pour traverser le matériau sont les plus courts, se traduisant ainsi par une diffusivité thermique apparente élevée. De même, lorsque les strates sont déphasées, les chemins thermiques sont alors plus longs et la diffusivité thermique apparente serait plus faible.

4.2 Présentation du matériau étudié : composite tissé stratifié HNS/PyC/SiC-CVI.



(a) Distribution spatiale (en  $mm^2.s^{-1}$ )



(b) Distribution statistique

FIGURE 4.26 – Analyse du champ de diffusivité thermique transverse mesuré sur plaque composite de 80mm x 100mm à partir de la réponse en face arrière à une impulsion thermique en face avant.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

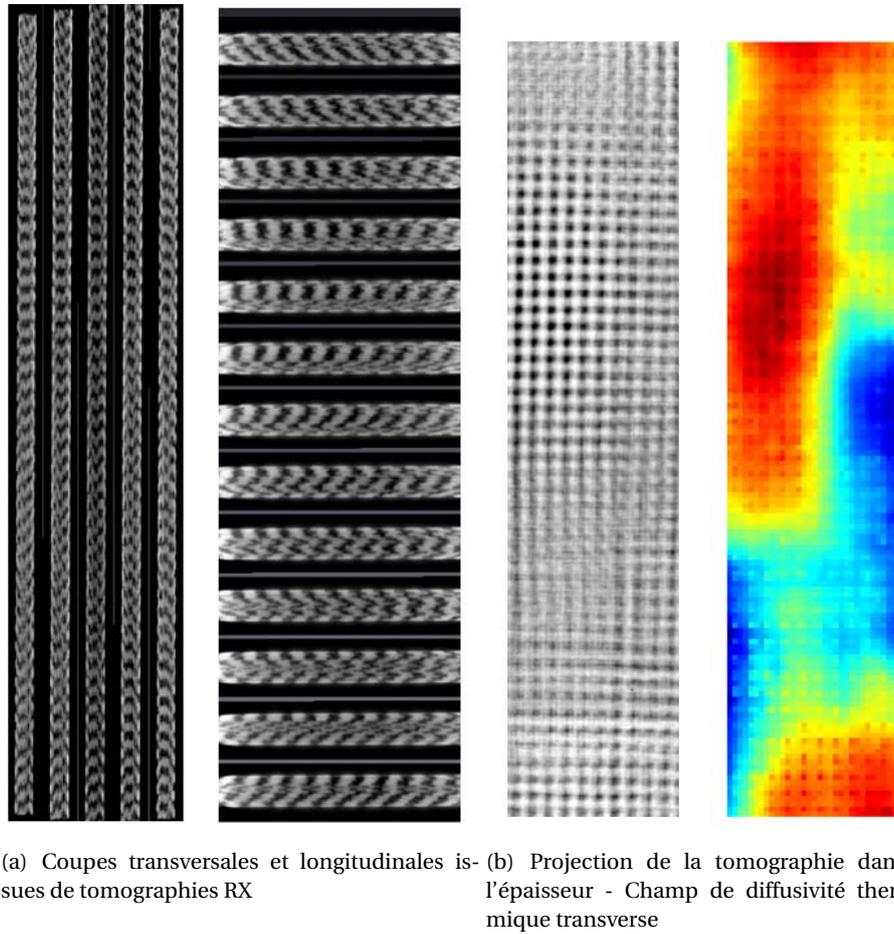


FIGURE 4.27 – Confrontation entre le champ de diffusivité et les tomographies.

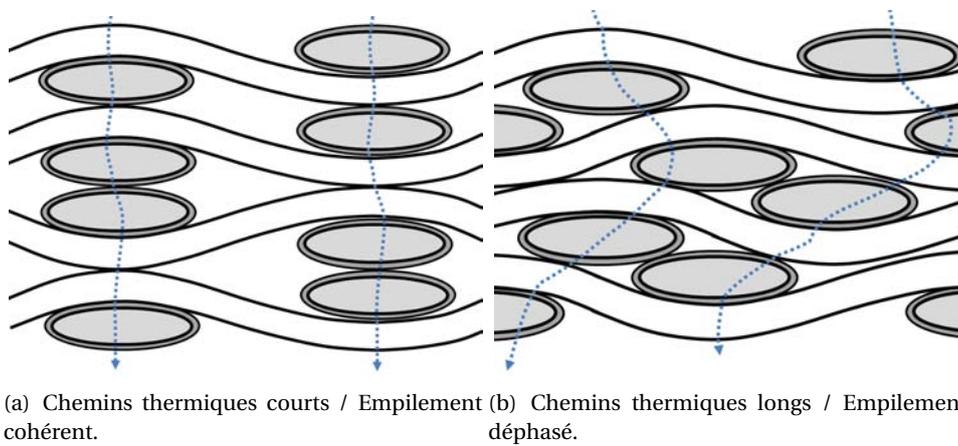


FIGURE 4.28 – Représentations des chemins thermiques privilégiés dans le cas du transfert dans l'épaisseur du matériau pour deux modes d'empilement.

Cette première section a permis de :

- Caractériser finement l'état initial du matériau étudié ;
- Mettre en évidence un dépôt de matrice interfil de faible épaisseur ayant pour conséquence un degré élevé de porosité ainsi que des liaisons interpli faibles.
- Mettre en évidence une importante dispersion des propriétés thermiques. L'analyse des tomo-graphies a montré que ces hétérogénéités sont liées à l'empilement des strates.

### 4.3 Comportement mécanique du composite en traction

L'essai de traction (monotone ou avec cycles) est répandu et il apporte de nombreux éléments de compréhension. Avant tout, il nous renseigne sur le comportement global du matériau dans une direction donnée. Lorsqu'il est couplé à des techniques de suivi de l'endommagement, il permet d'identifier les modes d'endommagement et leur enchaînement.

Une machine de traction électromécanique avec serrage hydraulique (Instron 4505) est utilisée pour caractériser notre matériau. Les essais sont réalisés dans des conditions quasi-statiques avec une vitesse de déplacement de 0.05 mm/min.

#### 4.3.1 Comportement mécanique élastique endommageable

Les éprouvettes sont instrumentées à l'aide de deux extensomètres sur la tranche (Fig. 4.29). La courbe contrainte - déformation est celle d'un comportement non linéaire du type élastique endommageable (Fig. 4.30). La limite du domaine linéaire élastique est atteinte à 48 MPa et 0.032% (Tab. 4.3). Au delà, l'endommagement induit une **perte de rigidité** (Fig. 4.31), l'apparition de **déformation résiduelle** (Fig. 4.32), ainsi que des **boucles d'hystérésis** lors les cycles de charge - décharge. La rupture du composite intervient à 255 MPa et 0.54% (Tab. 4.3).

Le comportement présenté ici est comparable à celui qui a été observé dans le cas de matériaux 2D-SiC/PyC/SiC (Aubard, 1992)(Carrère, 1996)(Guillaumat and Lamon, 1996a)(Forio, 2000)(Bamford et al., 2008).

	Cette étude	B-08
Porosité (%)	30	23
Module de Young (GPa)	155 ± 5	207 ± 7
Limite du domaine linéaire élastique	48 ± 3 MPa	nc
	0.032 ± 0.002 %	nc
Déformation à rupture(%)	0.54 ± 0.06	nc
Contrainte à rupture (MPa)	255 ± 10	281 ± 30

TABLE 4.3 – Quelques propriétés du composite tissé stratifié 2D HNS/PyC/SiC-CVI

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

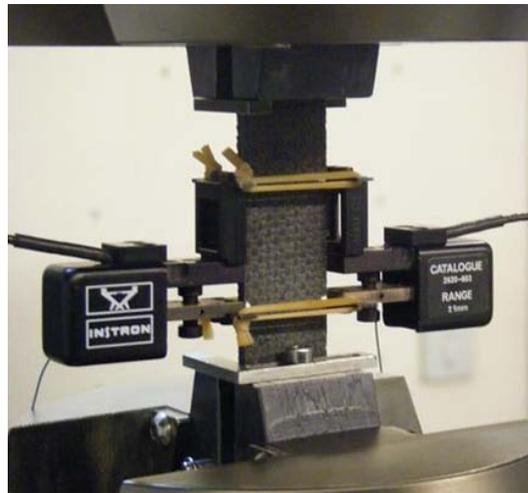


FIGURE 4.29 – Photo du montage expérimental pour la réalisation d'un essai de traction uniaxial sur un composite : mise en place des extensomètres sur les tranches du composite

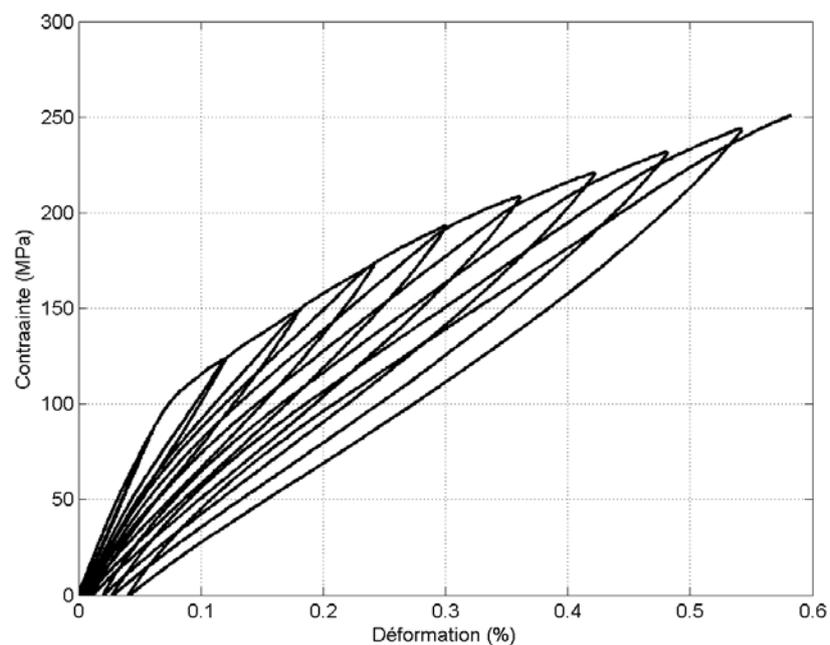


FIGURE 4.30 – Courbe de comportement mécanique du composite tissé stratifié en traction à 0° : comportement élastique endommageable à seuil avec des boucles d'hystérésis et des déformations résiduelles

### 4.3 Comportement mécanique du composite en traction

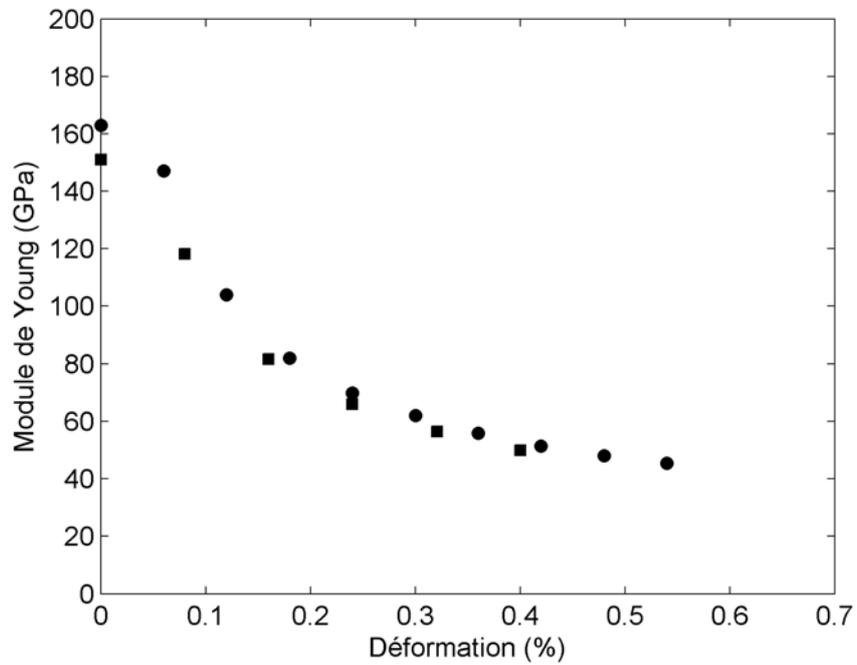


FIGURE 4.31 – Évolution du Module de Young du composite tissé stratifié au cours d'un essai de traction à 0°.

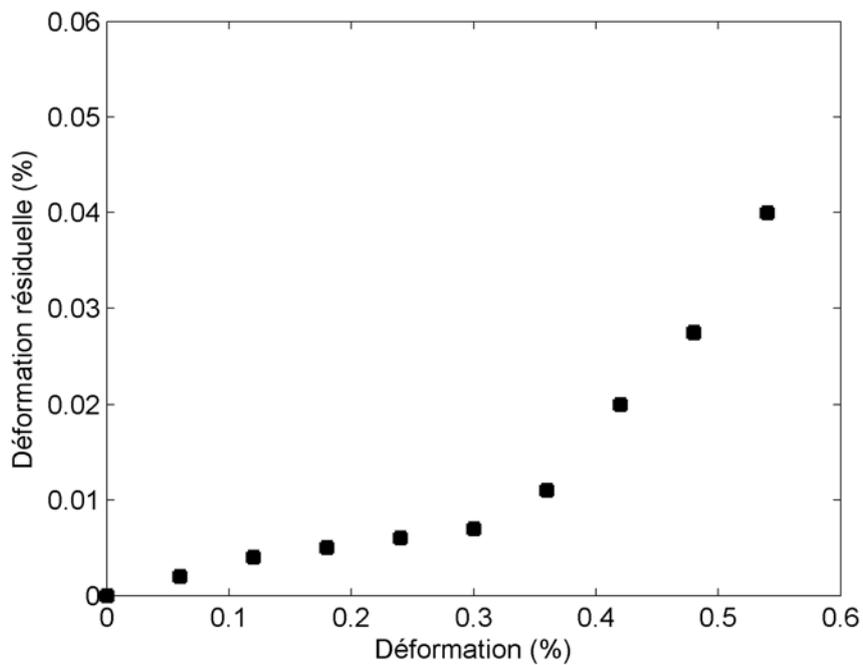


FIGURE 4.32 – Évolution des déformations résiduelles au cours d'un essai de traction à 0° sur le composite tissé stratifié

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

#### 4.3.2 Suivi de l'endommagement mécanique du composite au cours d'un essai de traction

Une chaîne d'acquisition d'émission acoustique a été installée de même qu'un microscope optique avec un objectif et une caméra CCD pour l'observation de la tranche du composite préalablement polie (Fig. 4.33).

L'analyse du nombre de coups cumulés (Fig. 4.34) met en évidence quatre domaines distincts :

- 0MPa à 50 MPa (0.03%) : Absence d'évènement acoustique. Le comportement du matériau est linéaire élastique (le seuil de détection de la chaîne d'acquisition est supérieur au niveau du bruit environnant).
- 50MPa à 80 MPa (0.06%) : Une activité acoustique progressant lentement est relevée. Elle peut être mise en partie en relation avec l'activation des endommagements pré-existants (Forio, 2000).
- 80MPa à 190 MPa (0.32%) : Une évolution linéaire de l'activité acoustique est enregistrée. Ce domaine est associé au phénomène de fissuration matricielle avec les décohésions associées, qui s'opèrent jusqu'à saturation.
- 190MPa à rupture (0.55%) : Un changement de pente est observé. Il rend compte des ruptures de fibres qui conduisent à la ruine du matériau.

Le scénario décrit ici est similaire à celui décrit dans (Aubard, 1992)(Carrère, 1996)(Guillaumat and Lamon, 1996a)(Forio, 2000).

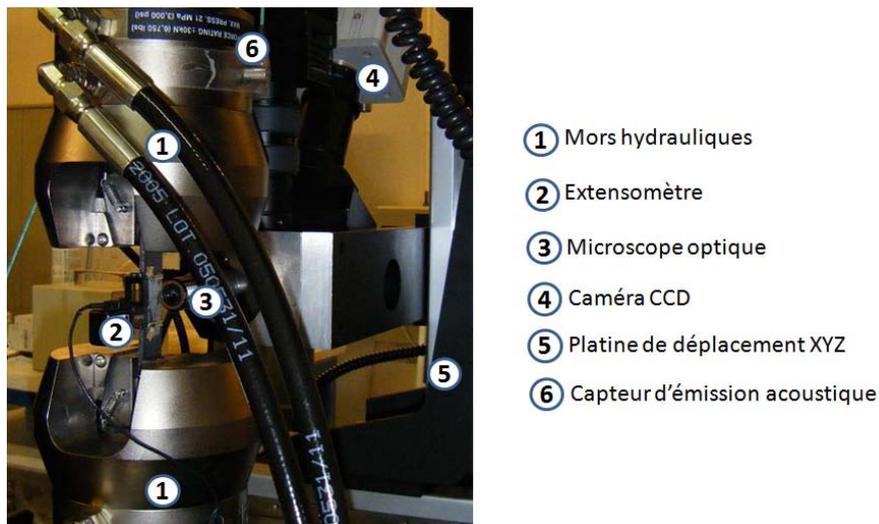


FIGURE 4.33 – Photo du montage expérimental pour le suivi *in-situ* de l'endommagement par microscopie optique sur la tranche du composite tissé stratifié.

Sur la tranche polie de l'éprouvette, une série de prises de vue permet de couvrir une fenêtre de taille 3mm x 6mm avec une résolution de  $0.47\mu\text{m}$ . L'examen des photos corrobore les commentaires issus de l'analyse de l'émission acoustique.

- à  $\varepsilon < 0.03\%$  : Il n'a pas été observé de fissuration.
- à  $0.1\% < \varepsilon < 0.38\%$  : Les micrographies révèlent la présence de fissures dans la matrice inter-toron (dans les torons longitudinaux).

Par ailleurs, il a été observé des fissures dans les torons transverses. Celles-ci sont initialement perpendiculaires à la direction de chargement (mode I), puis sont déviées soit à l'in-

#### 4.4 Caractérisation du comportement thermique du composite en traction

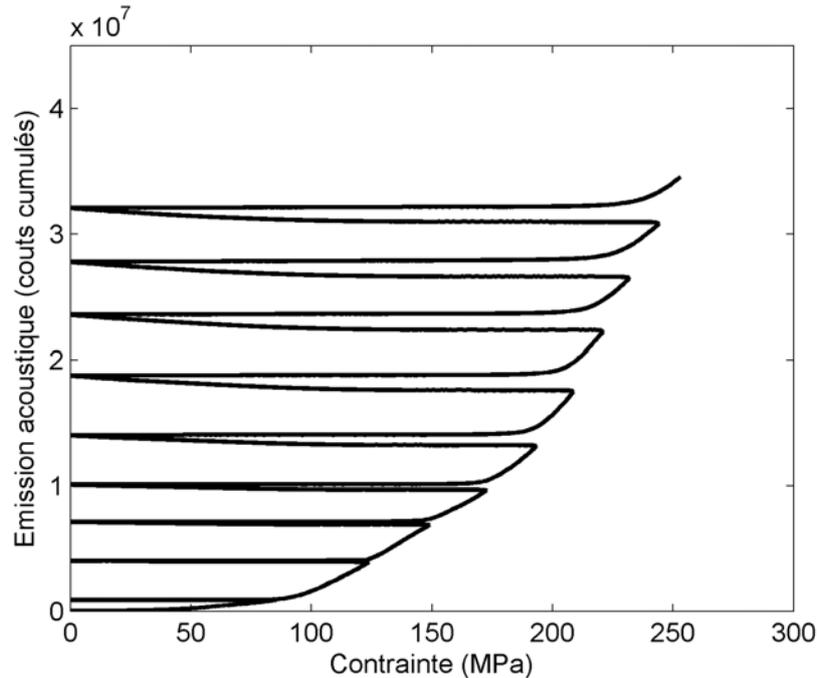


FIGURE 4.34 – Suivi de l'endommagement par l'enregistrement de l'émission acoustique du composite tissé stratifié en traction à 0°.

térieur du fil traduisant le chargement en cisaillement des fils transverses, soit à l'interface de deux plis. Les décohésions interplis sont notamment constatées dans les micrographies *post-mortem* (Fig 4.36).

Concernant les torons longitudinaux, la fissuration de la matrice intrafil n'a pas pu être observée au cours de l'essai. L'analyse des faciès de rupture fait état de déchaussement de fibres sur une longueur de l'ordre de 100 $\mu$ m.

Enfin, il est noté que les strates s'écartent les unes par rapport aux autres. Ce gonflement du matériau est en compétition avec l'effet de poisson, cela est mis en évidence par la mesure de la déformation transverse  $\varepsilon_{zz}$  (Guillaumat, 1994) (Fig. 4.37).

- à  $\varepsilon > 0.38\%$  : La fissuration matricielle n'évolue plus mais l'écartement des strates s'accroît et cela jusqu'à la rupture.

Le scénario décrit dans ces travaux est similaire à celui exposé notamment dans (Guillaumat, 1994). Il s'en distingue toutefois par un endommagement hors-plan nettement plus important, en particulier pour la fissuration des torons transverses.

#### 4.4 Caractérisation du comportement thermique du composite en traction

Dans cette section, les résultats seront présentés en terme de diffusivité thermique. Toutefois, l'effet de l'endommagement sur la densité et la chaleur massique étant négligeable, l'analyse de l'évolution de la diffusivité reste valable pour la conductivité thermique.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

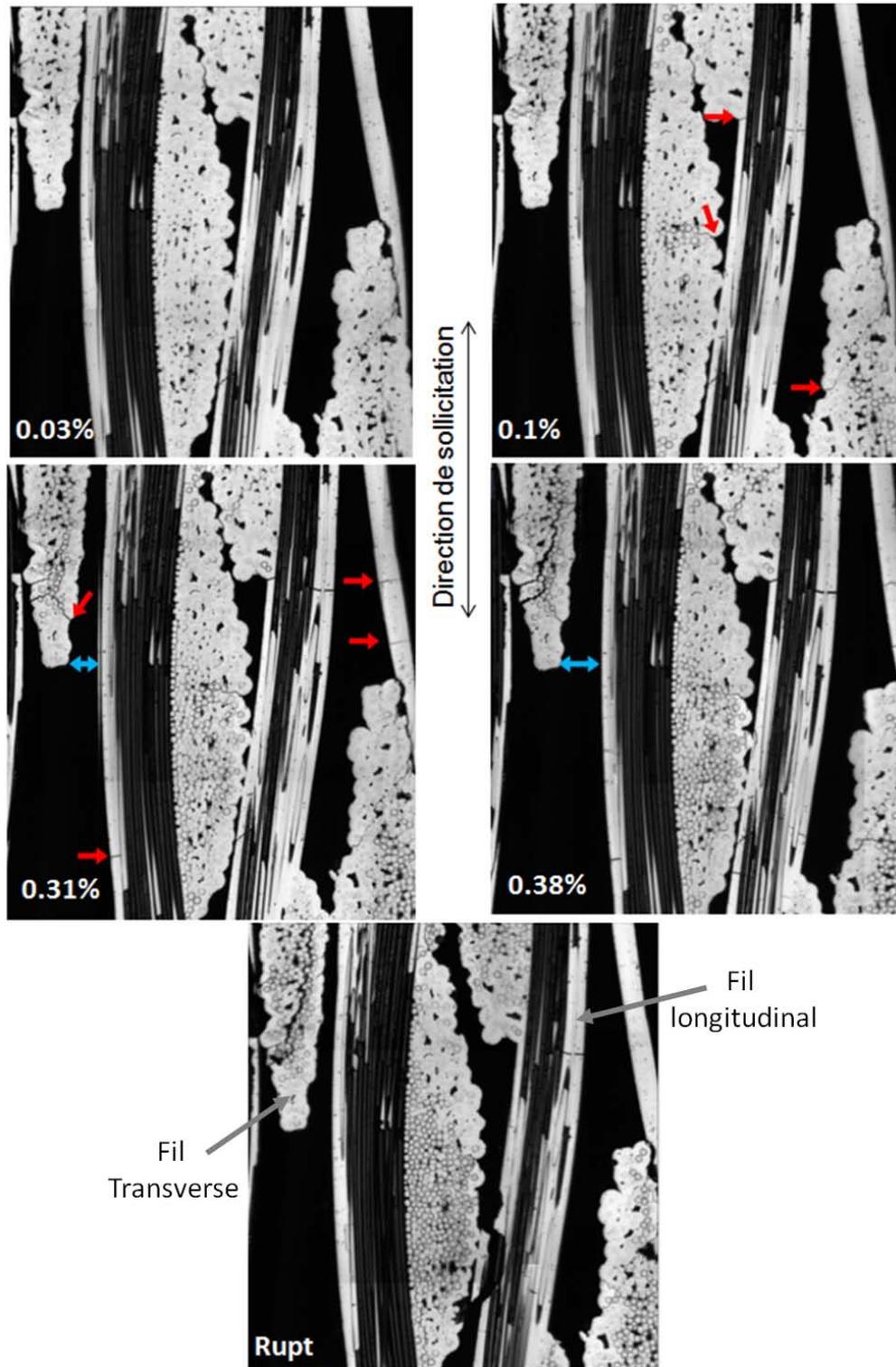


FIGURE 4.35 – Identification du scénario d'endommagement du composite tissé stratifié lors d'un essai de traction avec le montage de microscopie optique *in-situ*. En rouge : Fissures matricielles dans les torons longitudinaux (matrice intertoron) et dans les torons transverses. En bleu : Gonflement du matériau.

#### 4.4 Caractérisation du comportement thermique du composite en traction

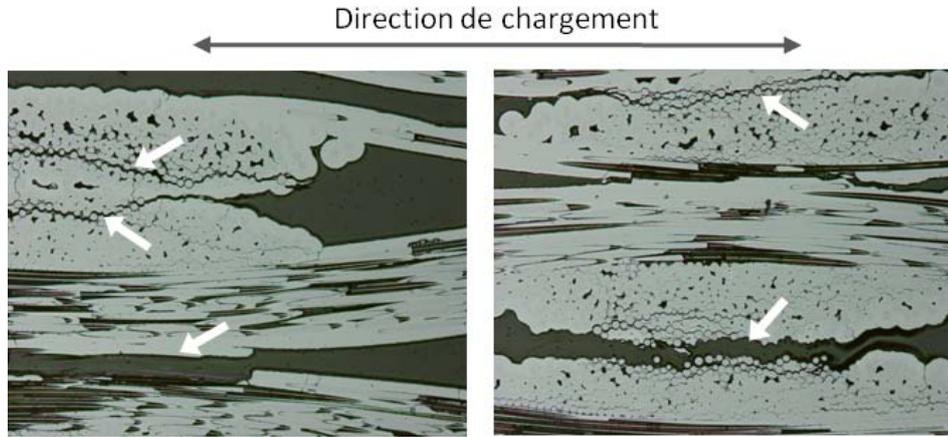


FIGURE 4.36 – Fissures interplis observées par microscopie optique *post-mortem* du composite tissé stratifié rompu en traction.

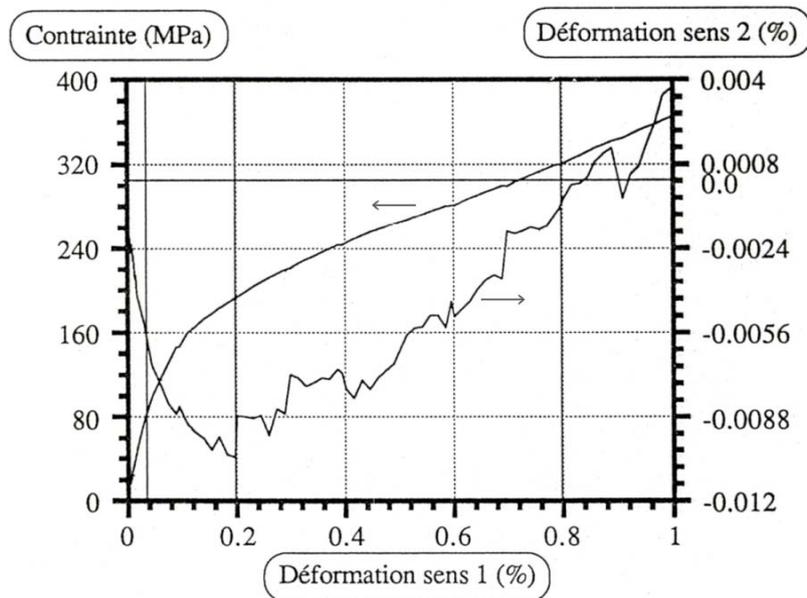


FIGURE 4.37 – Courbe de comportement mécanique en traction et évolution de la déformation  $\varepsilon_{zz}$  (sens 2) pour un composite tissé stratifié SiC/PyC/SiC (Guillaumat, 1994)

#### 4.4.1 Instrumentation de l'essai pour la caractérisation thermique

La machine de traction est équipée avec un flash compact (600 J) générant une impulsion thermique, ainsi que d'une caméra infrarouge Flir Titanium 520M (Capteur matriciel InSb 320 x 255 pixels). Le principe du montage expérimental est décrit dans la Fig. 4.38. Un film transparent est disposé entre le flash et l'éprouvette de sorte à jouer le rôle de barrière au transfert convectif tout en limitant l'atténuation de l'impulsion thermique. Ce dispositif permet la mesure de la diffusivité thermique transverse  $a_z$  et longitudinale  $a_x$  (lorsqu'un filtre périodique est ajouté).

Les éprouvettes ont alors été sollicitées en traction cyclée, dans les mêmes conditions que précédemment. Les mesures de diffusivité ont été réalisées durant les paliers de chargement (deux expériences à chaque palier pour  $a_z$  et trois pour  $a_x$ ) (Fig. 4.40). La fréquence d'acquisition de la caméra infrarouge est de 150 Hz et la résolution est de l'ordre de  $250 \mu m$  (celle-ci est estimée à chaque essai).

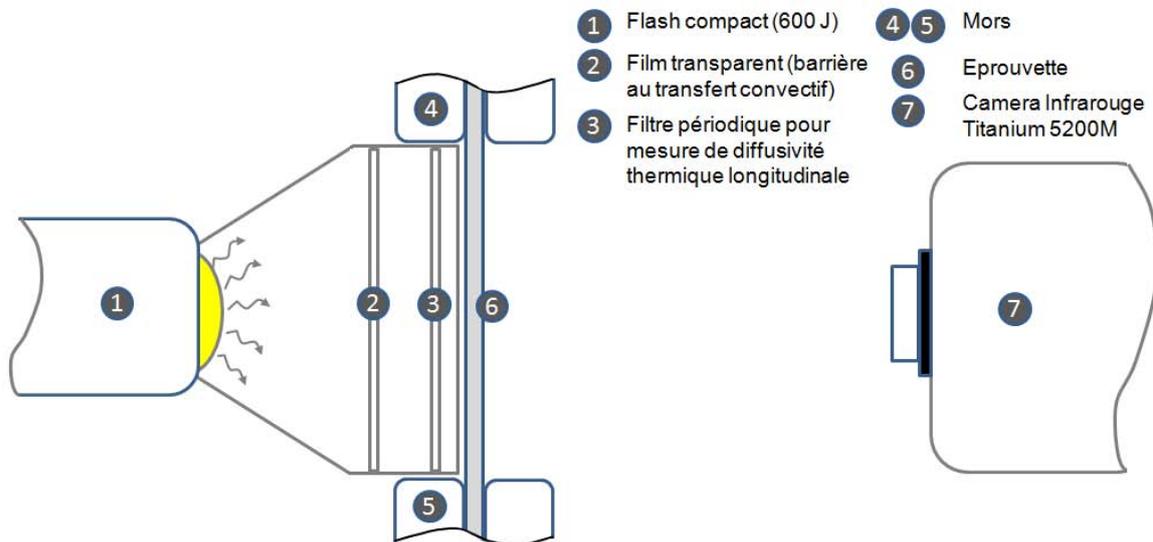


FIGURE 4.38 – Principe du montage expérimental pour la caractérisation thermique d'un composite en traction

#### 4.4.2 Comportement thermique global du composite tissé stratifié

##### *Diffusivité thermique transverse*

Les thermogrammes moyens (Eq. 4.15) enregistrés sur la face arrière par la caméra infrarouge (Fig. 4.41) sont exploités afin d'estimer des diffusivités transverses moyennes pour différentes contraintes appliquées (Fig. 4.42).

L'endommagement mécanique induit une chute très sévère de la diffusivité thermique transverse (dégradation de l'ordre de 80% en fin d'essai). Les études par ailleurs ont mentionné des diminutions moins significatives : 30% dans le cas du matériau B-08 (Bamford et al., 2008) ou encore 12% dans le cas d'un composite Carbone/SiC (Farooki and Sheikh, 2006).

#### 4.4 Caractérisation du comportement thermique du composite en traction

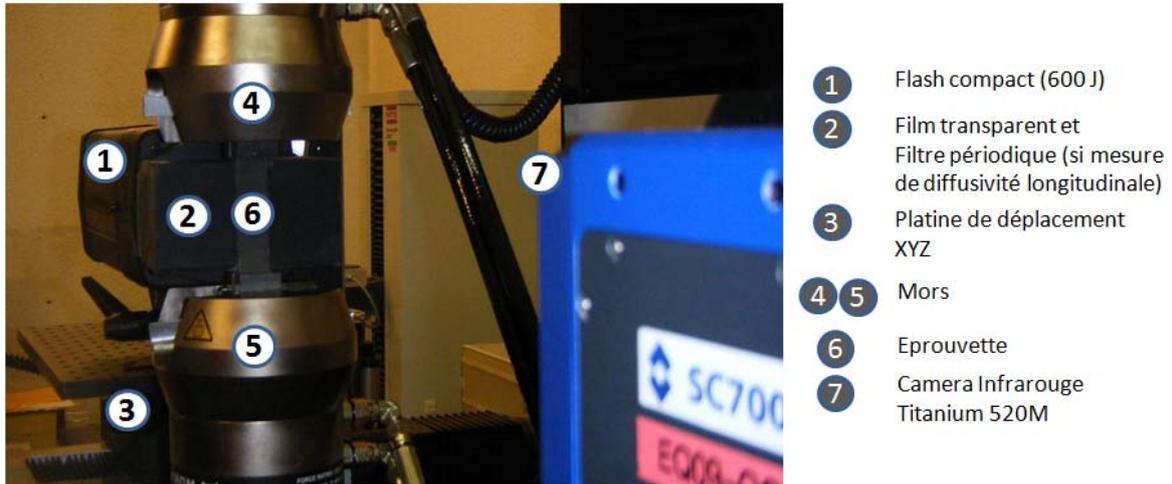


FIGURE 4.39 – Photo du montage expérimental pour la caractérisation thermique d'un composite en traction

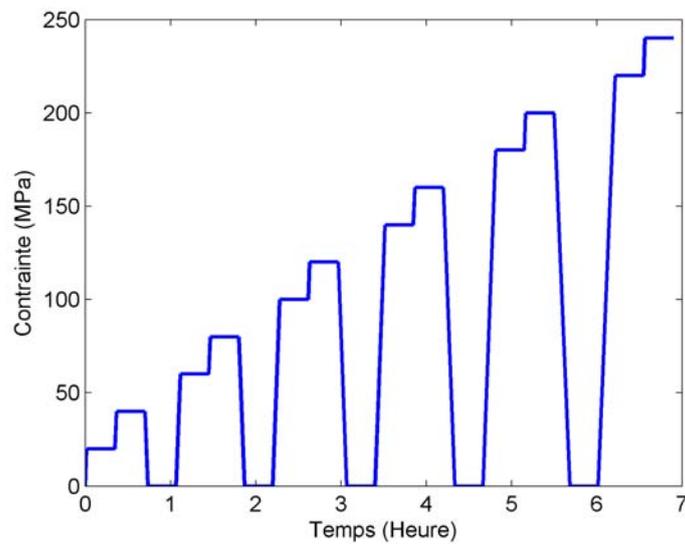


FIGURE 4.40 – Paliers de chargement pour la caractérisation thermique du composite

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

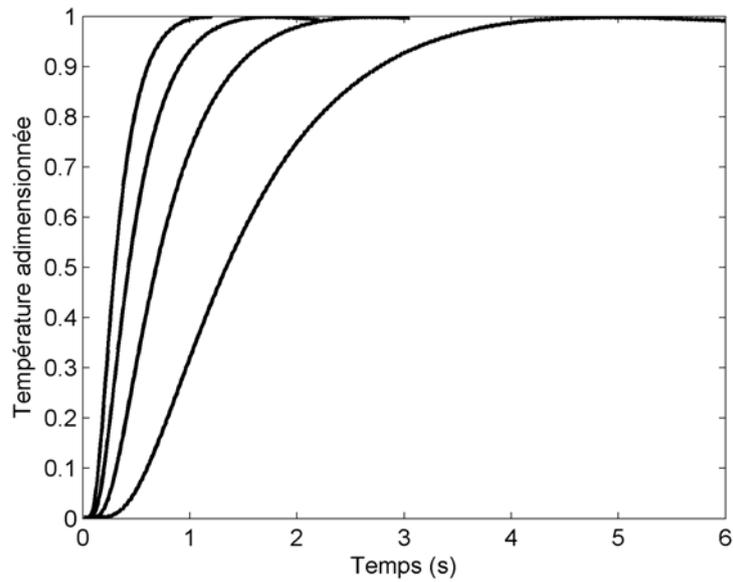


FIGURE 4.41 – Evolution de la température moyenne de la face arrière du composite tissé stratifié à 0MPa, 140MPa, 180MPa et 240 MPa (de gauche à droite).

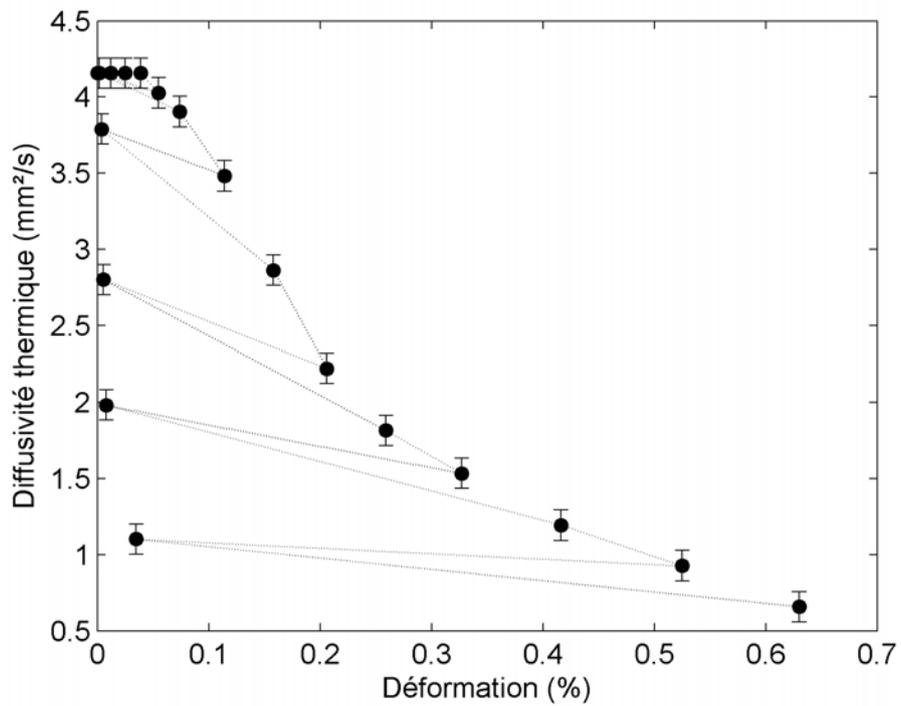


FIGURE 4.42 – Evolution de la diffusivité thermique transverse moyenne du composite tissé stratifié au cours d'un essai de traction.

*Diffusivité thermique longitudinale*

Des masques périodiques sont placés successivement devant le flash avec respectivement une, deux et trois fentes. Les champs de température sur la face arrière (Fig. 4.43) sont alors exploités pour estimer la diffusivité thermique longitudinale globale  $a_x$  selon la méthode décrite dans (Philippi et al., 1994).

L'évolution au cours du temps du spectre fréquentiel du signal thermique calculé par la transformée de Fourier est tracée dans la Fig. 4.44). Cette dernière révèle deux modes fréquentiels particuliers :

- $n=0$  : La transformée de Fourier est caractéristique du comportement thermique moyen transverse ;
- $n=4$  : Le choix de la période  $\Delta$  du masque (ici  $\Delta = \frac{l_x}{2}$ ) a pour conséquence d'amplifier le spectre pour la fréquence associée (ici  $n=4$ ).

La diffusivité thermique est alors estimée à partir de la portion linéaire de la courbe de la Fig. 4.45. L'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques dans la direction de sollicitation est mis en évidence dans la Fig. 4.46. La baisse de diffusivité thermique est de l'ordre de 40% (30% pour le matériau B-08 (Bamford et al., 2008) et 12% pour un Carbone/Carbone (Krapez et al., 2004)).

*Etude comparative de l'évolution des diffusivités thermiques globales  $a_x$  et de  $a_z$*

La Fig. 4.48 montre que l'évolution des diffusivités thermiques transverse et longitudinale au cours d'un essai de traction décrivent deux tendances distinctes. Cela présente un grand intérêt du point de vue de l'identification du comportement du matériau. En effet, nous disposons de deux grandeurs caractérisant deux cinétiques d'endommagement différentes, à partir du seul essai de traction (instrumenté en conséquence). Il apparaît au travers des résultats présentés que l'endommagement du composite est anisotrope.

Il apparaît que l'évolution de la diffusivité  $a_x$  rend compte de l'endommagement orthogonal à l'effort, lequel étant dirigé selon Ox. Nous argumentons nos propos par le scénario d'endommagement décrit dans la section 4.3.

- La diffusivité thermique est constante pour les déformations inférieures à 0.06%. Rappelons que dans ce domaine, seul un très faible signal acoustique avait été enregistré.
- Nous observons, ensuite, une chute de diffusivité progressive jusqu'à une déformation voisine de 0.35%. Cette décroissance est à mettre en relation à la fissuration matricielle observée pour cette plage de déformations. Il est d'ailleurs remarquable de corréler les déformations résiduelles à la chute de diffusivité résiduelle ( $a_x(\varepsilon = 0) - a_{x0}$ ) (Fig. 4.47).
- Au delà d'une déformation de 0.4%, nous constatons que la diffusivité thermique longitudinale a atteint un palier. Cela confirme que la fissuration matricielle est saturée, et indique que les propriétés thermiques dans le plan ne sont pas sensibles aux ruptures de fibres.

La perte de diffusivité thermique  $a_z$  témoigne de l'endommagement parallèle à l'effort. Ainsi, dès la sortie du domaine linéaire élastique et la formation des premières fissures et décohésions,  $a_z$  connaît une diminution continue jusqu'à la rupture du matériau. Cette tendance se poursuit au delà de la saturation matricielle puisque nous avons mis en évidence un écartement des strates les unes par rapport aux autres progressant jusqu'à rupture.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

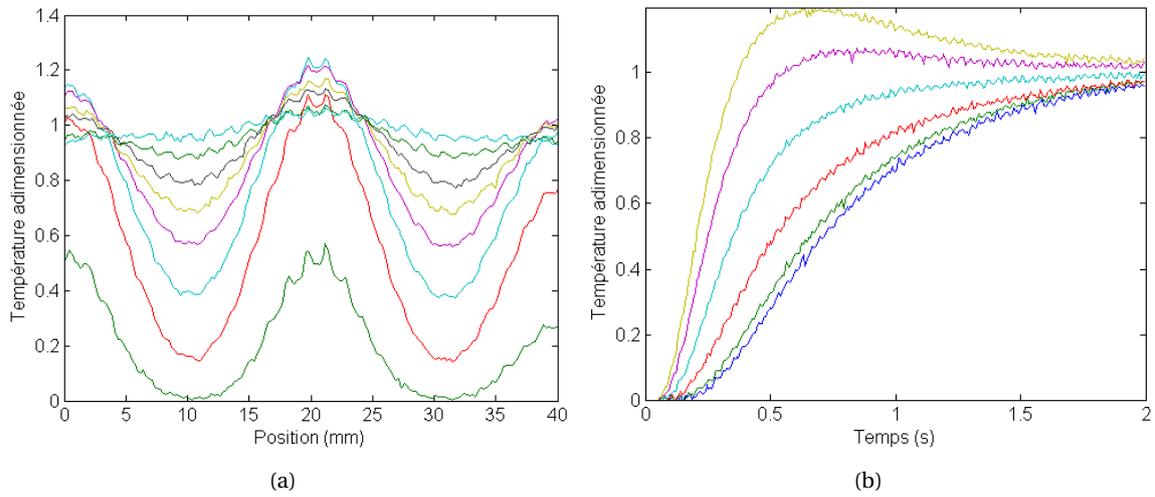


FIGURE 4.43 – Profils de température (selon Ox) et thermogrammes observés sur la face arrière du composite tissé stratifié au cours d'un essai de traction.

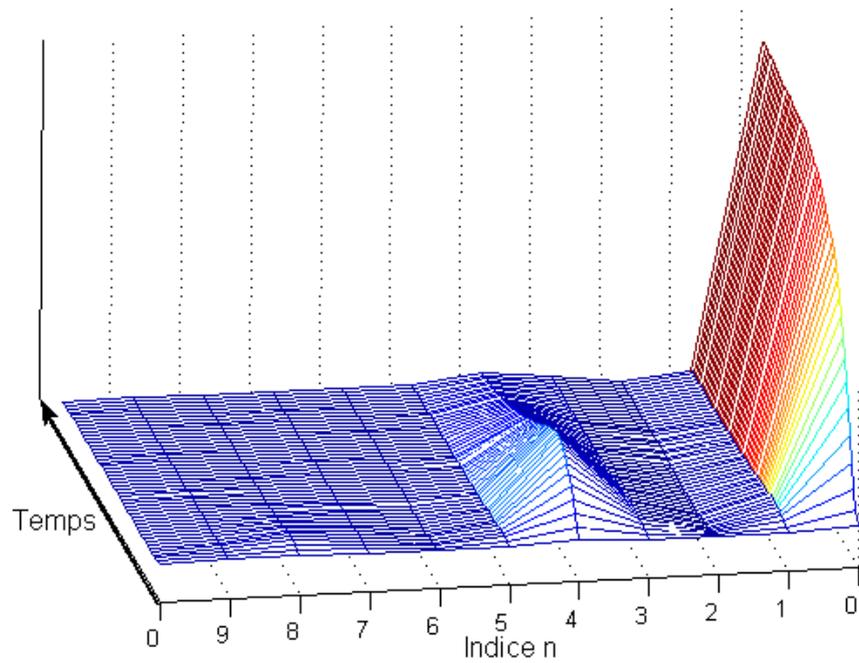


FIGURE 4.44 – Évolution au cours du temps du spectre fréquentiel du signal thermique mesuré sur la face arrière du composite tissé stratifié au cours d'un essai de traction

#### 4.4 Caractérisation du comportement thermique du composite en traction

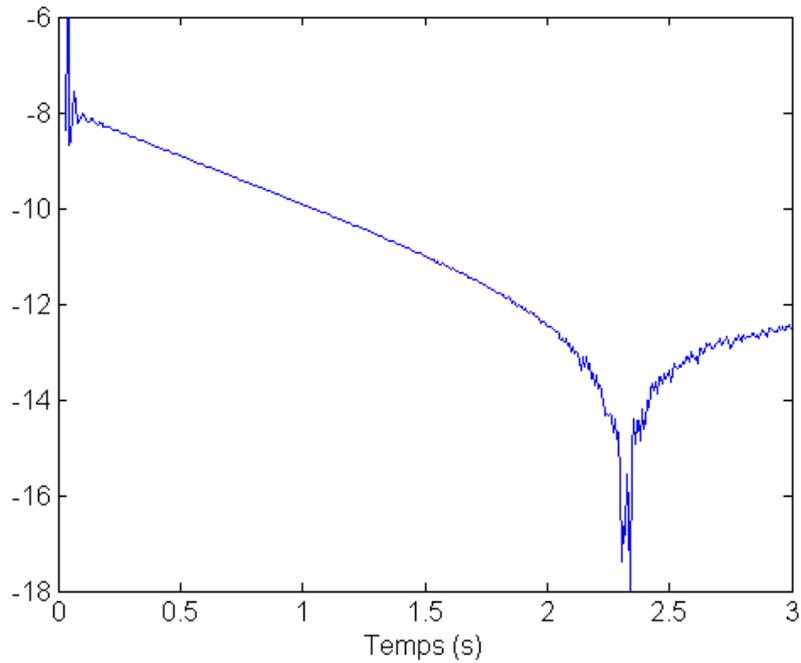


FIGURE 4.45 – Evolution au cours du temps du terme  $\ln\left(\frac{\mathcal{T}(\alpha_n, z = e, t)}{\mathcal{T}(\alpha_n = 0, z = e, t)}\right)$  calculé pour  $n=4$  - Estimation de la diffusivité thermique longitudinale globale à partir de la zone linéaire de cette courbe.

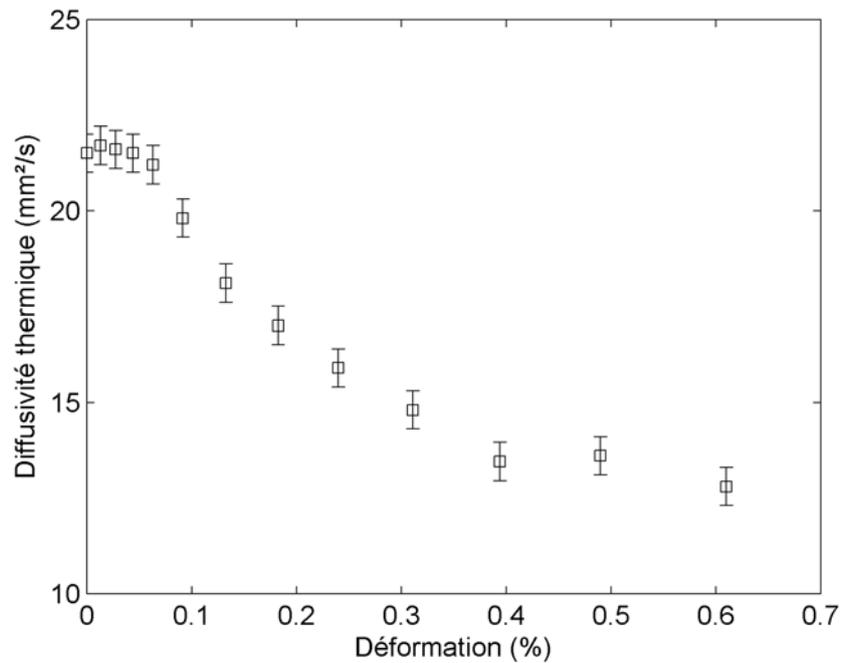


FIGURE 4.46 – Evolution de la diffusivité thermique longitudinale globale du composite tissé stratifié au cours d'un essai de traction.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

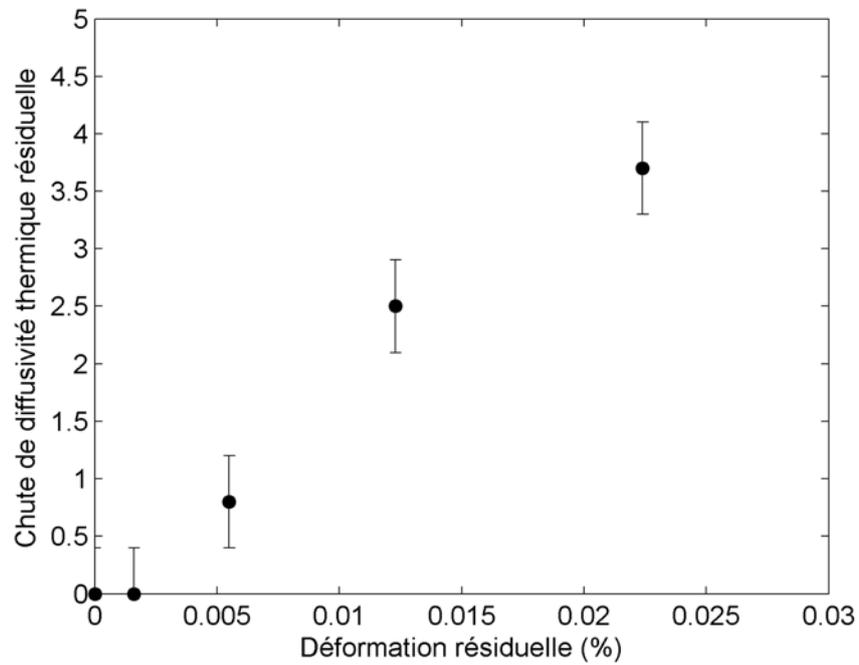


FIGURE 4.47 – Diffusivité thermique longitudinale globale en fonction de la déformation résiduelle mesurée au cours d'un essai de traction.

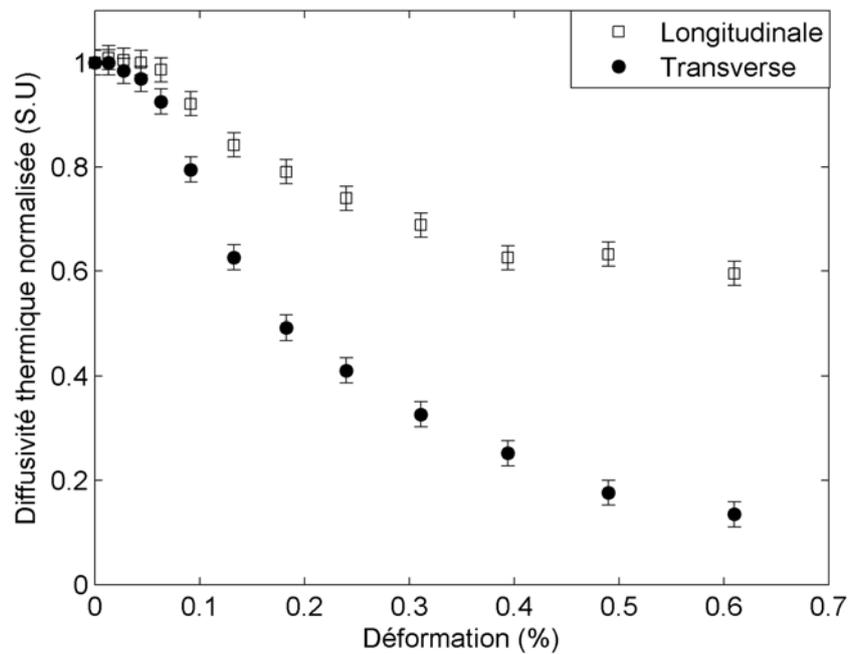


FIGURE 4.48 – Evolutions des diffusivités thermiques globales adimensionnées (longitudinale et transverse) mesurées lors d'essais de traction sur le composite tissé stratifié.

#### 4.4.3 Analyse locale du comportement du matériau composite

L'étude de l'évolution locale des propriétés thermiques est intéressante à plusieurs égards (Fig. 4.49 et Fig. 4.50) :

- L'évolution des champs de diffusivité (Fig. 4.49a) révèle que l'endommagement est un *phénomène diffus* affectant le matériau dans son ensemble. Ceci avait notamment été montré dans (Krapez et al., 2004) pour les propriétés dans le plan et dans le Chapitre 2 pour le cas du minicomposite en traction. L'évolution de la diffusivité moyenne est alors représentative du comportement du matériau.
- Les distributions statistiques de la diffusivité thermique (Fig. 4.49b) montrent que la dispersion au sein du composite se réduit avec la progression de l'endommagement. Le matériau tend à s'homogénéiser.
- L'analyse des champs de propriétés thermiques permet l'étude du phénomène de localisation qui mène à la ruine du matériau. Dans la Fig. 4.50b, on note l'apparition d'un délaminage initié à un bord libre et sa progression stable jusqu'à la rupture qui a lieu sur le front de propagation de celui-ci.  
Toutefois, dans le cadre de cette thèse, nous n'avons pas pu approfondir le lien entre d'une part la distribution spatiale des propriétés thermiques et d'autre part les cinétiques d'endommagement locales et le mode de localisation. Cet axe de travail, peu exploré par ailleurs, constitue une perspective intéressante.

### 4.5 Conclusions

La caractérisation des propriétés thermiques relève de la mise en oeuvre de méthodes inverses. Une identification complète des paramètres dans un cas réel (sans simplification) peut s'avérer difficile. Néanmoins, le parti a été pris de considérer des problèmes simplifiés prenant en compte des hypothèses raisonnables. La démarche expérimentale conduite couple (i) des essais mécaniques (traction), (ii) du suivi d'endommagement (émission acoustique, observation *in-situ*) et (iii) des mesures de propriétés thermiques (méthodes flash). Ces essais ont été complétés par des techniques d'imagerie (MEB, Tomographie RX).

La caractérisation thermique du matériau à l'échelle locale a permis (i) d'analyser quantitativement la dispersion des propriétés thermiques que l'on a pu mettre en lien avec des détails de la mésostructure (ii) de montrer que la chute des propriétés thermiques est diffuse et que le matériau tend à s'homogénéiser avec la progression de l'endommagement (iii) de mettre en évidence des phénomènes de localisation tel que le délaminage.

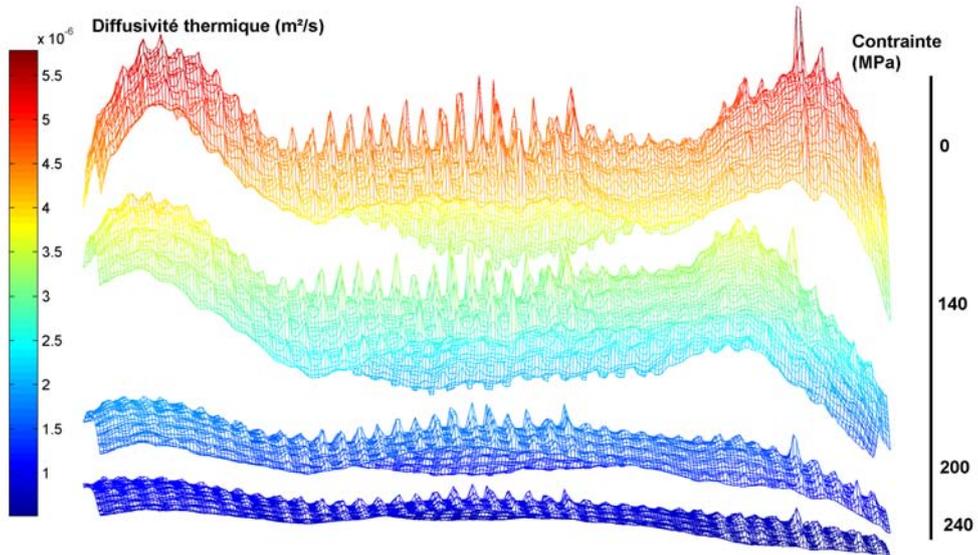
L'étude à la fois des comportements mécaniques et thermiques (longitudinale et transverse) associée à des techniques de suivi d'endommagement a rendu possible la corrélation entre les mécanismes d'endommagement et l'évolution des propriétés effectives (Fig. 4.51).

- La tendance observée dans l'évolution de la conductivité longitudinale conduit à des conclusions similaires à celles tirées de l'étude du minicomposite<sup>2</sup>. Cela confirme que le mini-

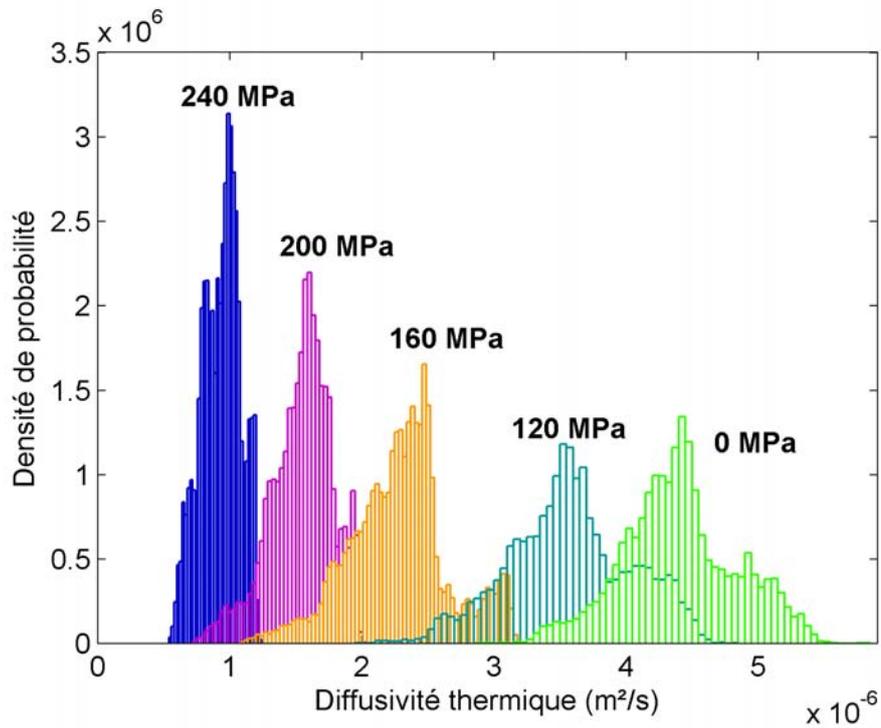
---

2. Voir Chapitre 2

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

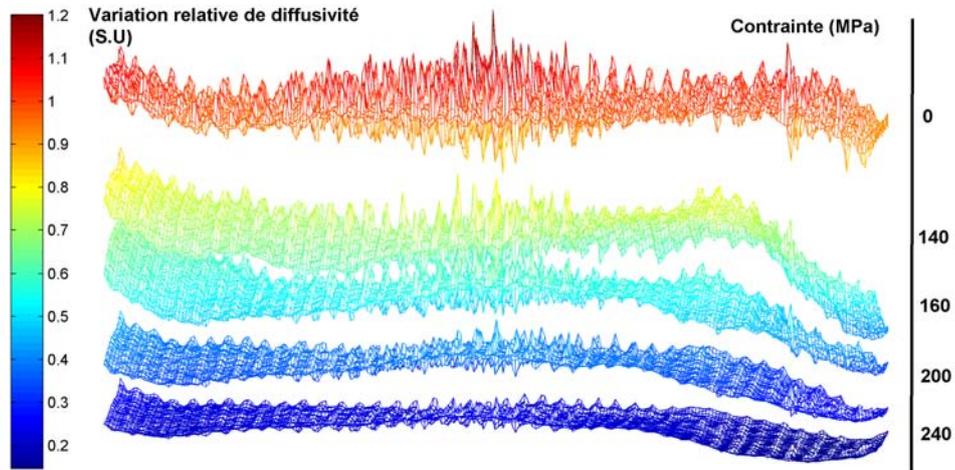


(a) Evolution des champs de diffusivité thermique transverse au cours de l'essai de traction

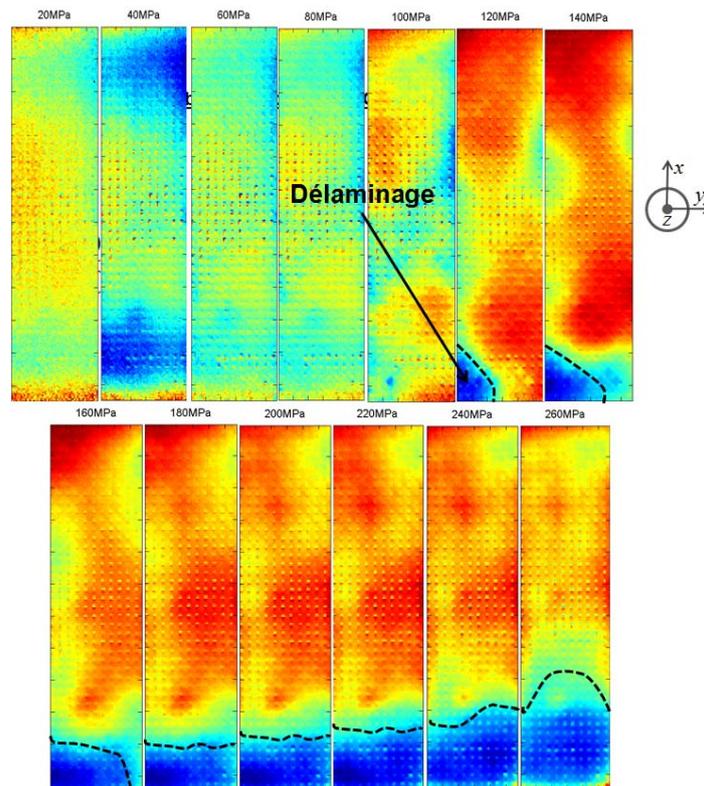


(b) Distributions statistiques de la diffusivité thermique transverse au cours de l'essai de traction

FIGURE 4.49 – Evolution de la distribution locale de la diffusivité thermique transverse du composite tissé stratifié au cours d'un essai de traction



(a) Evolution des champs de variations relatives de diffusivité thermique transverse du composite au cours d'un essai de traction.



(b) Mise en évidence de phénomènes locaux tels que le délaminage

FIGURE 4.50 – Variations relatives locales de la diffusivité thermique transverse  $\left(\frac{a_z^i(x, y)}{a_z^0(x, y)}\right)$  du composite tissé stratifié au cours d'un essai de traction.

Caractérisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un composite tissé 2D en traction simple

Déformation	0%	0,04%	0,35%	0,55%
Mécanismes d'endommagement	Domaine linéaire élastique	Multifissuration matricielle, décohésions aux interfaces et gonflement du matériau		Gonflement du matériau et ruptures de fibres
Effet sur le module de Young longitudinal	Aucun	1	0,35	0,3
Effet sur la conductivité longitudinale	Aucun	1	0,6	Aucun
Effet sur la conductivité transverse	Aucun	1	0,3	0,1

FIGURE 4.51 – Corrélation entre les mécanismes d'endommagement observés et l'évolution des propriétés thermiques du composite tissé stratifié mesurées lors d'essais de traction.

composite est une échelle pertinente pour l'étude du comportement d'un tissé stratifié. Il apparaît, en effet, que la conductivité longitudinale est principalement affectée par la multifissuration matricielle.

- De même, l'évolution de la conductivité thermique transverse rend compte essentiellement de l'endommagement parallèle à l'effort (décohésion intrafil, fissuration interpli, et gonflement du matériau).

La perte plus significative de conductivité transverse par rapport à celle de la conductivité longitudinale témoigne de la prédominance de l'endommagement hors-plan sur l'endommagement dans le plan. Les mesures de diffusivité thermique dans les deux directions montrent ainsi que l'endommagement est anisotrope. Les observations microstructurales (*in-situ* et *post-mortem*) appuient cette remarque, révélant de larges déviations de fissures en décohésions intrafils et interplis (délaminages). Il a été établi que la particularité de ce comportement tient essentiellement à une faible densification de la préforme par la matrice CVI, qui conduit à un taux de porosité singulièrement élevé et des liaisons interplis limitées. Ainsi, une chute de conductivité thermique aussi sévère pourrait ne pas être rencontrée dans un autre composite SiC/SiC.

L'ensemble des résultats expérimentaux montre la nécessité de s'intéresser à l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques : il est essentiel de prévoir l'évolution du comportement thermique du matériau. Cela soulève notamment la question des moyens de calculs pour prévoir la chute des propriétés thermiques lorsque le composite s'endommage.

En s'inspirant du modèle DMD<sup>3</sup> (Couégnat, 2008) développé par Couégnat au LCTS, sans pour autant formuler une loi de comportement thermique, le Chapitre qui suit propose quelques pistes de réflexion dans ce sens.

Notez finalement que la mise en évidence de corrélation entre les modes d'endommagement et l'évolution des propriétés thermiques, présente un fort intérêt quant à l'Evaluation Non Destructive des CMCs.

3. Discrete Micro Damage

## Chapitre 5

# *Modélisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un CMC tissé*

*Aux Chapitres 2 et 3, l'accent a été mis sur la caractérisation, la compréhension puis la modélisation du lien entre l'état d'endommagement et les propriétés thermiques d'un composite modèle représentatif de l'échelle dite micro. Au Chapitre 4, la mise en oeuvre conjointe d'essais mécaniques et thermiques et de suivi d'endommagement a abouti à l'identification du comportement mécanique, du comportement thermique et des modes d'endommagement, pour un composite tissé. Ces travaux offrent une base solide pour développer un modèle basé sur une approche physique permettant de conserver un lien fort entre les propriétés effectives et une description micro de l'état d'endommagement.*

*Dans ce dernier Chapitre, il est proposé de mettre à profit l'ensemble des résultats exposés précédemment pour la construction d'un modèle de comportement thermique d'un composite tissé en traction uniaxiale. Des calculs numériques par éléments finis sont conduits pour évaluer l'effet de chacun des modes d'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques. Ainsi, si les cinétiques d'endommagement sont connues par ailleurs (modèle d'endommagement) alors il est possible de prévoir la chute de propriétés thermiques. Dans ce travail, ces calculs sont exploités pour identifier les états d'endommagement successifs à partir de la connaissance de l'évolution des propriétés thermiques (Evaluation Non Destructive).*

*Il est à noter que le mode de sollicitation examiné (traction uniaxiale) présente deux intérêts majeurs : (i) il est le mode de sollicitation le plus pénalisant sur le plan de la densité de fissuration (ii) les champs étudiés (contrainte, déformation, fissuration, ...) sont homogènes facilitant l'interprétation des résultats.*

### *5.1 Calcul des propriétés effectives d'un composite tissé : Éléments de bibliographie*

Quel que soit le domaine d'application (mécanique, thermique, électrique, ...), le problème de la modélisation des propriétés effectives d'un composite tissé soulève la question de sa représen-

tation géométrique. Le comportement d'un composite à base de préforme textile dépend à la fois des propriétés des constituants de base mais aussi de la nature du tissage.

Lorsque l'on souhaite en plus s'intéresser au comportement non linéaire induit par un certain nombre de réseaux de fissuration apparaissant à différentes échelles du composite, se pose alors la question de l'introduction de l'endommagement au sein du matériau.

### 5.1.1 Représentation géométrique

Des représentations simplifiées permettent la formulation de modèles analytiques comme par exemple les travaux de (Ning and Chou, 1998). Ces méthodes, bien que peu réalistes, sont utiles pour fixer les ordres de grandeur ou pour donner une estimation grossière lorsque le tissage est relativement simple comme c'est le cas pour le matériau étudié (taffetas). Dans (Sun, 2007), l'auteur utilise des expressions simplifiées pour analyser qualitativement la sensibilité de la diffusivité thermique à certains défauts présents dans les CMCs (porosité, délaminage).

Néanmoins, ces approches restent peu précises et ne permettent pas (ou difficilement) d'appréhender l'effet de la mésostructure et de la microstructure. Cela nécessite un effort de calcul supplémentaire. De nombreux auteurs ont ainsi développé des méthodes numériques proposant des représentations de plus en plus précises de la texture ((Dasgupta et al., 1996), (Bigaud and Hamelin, 1998), (Bigaud et al., 2001), (Lomov et al., 2000), (Couégnat, 2008), (Genet, 2010)). De telles approches se révèlent particulièrement efficaces pour le calcul des propriétés effectives de composites à renfort textile complexe.

Toutefois, la microstructure (microporosité, répartition spatiale des fibres, etc) de même que les mécanismes d'endommagement actifs à cette échelle (fissuration matricielle intrafil, micro-décohésions, etc) se situent à une échelle beaucoup trop fine pour être pris en compte explicitement par les représentations mésoscopiques. Les modèles basés sur une analyse multiéchelle, à la fois des aspects morphologiques et de la description de l'endommagement, sont particulièrement adaptés pour appréhender le comportement de ce matériau dans son ensemble.

### 5.1.2 Analyses multiéchelle du comportement des CMCs tissés

Les différents travaux évoqués dans la suite se distinguent par les échelles d'observation retenues, les mécanismes ou la nature des défauts considérés, et les stratégies de calcul des propriétés effectives mises en oeuvre.

#### *Décomposition en sous modèles élémentaires*

Les travaux de P. Del Puglia (Del Puglia et al., 2004) et de J.K. Farooki (Farooki and Sheikh, 2006) constituent, à notre connaissance, les premiers travaux numériques fondés sur une analyse multiéchelle, appliqués au comportement thermique d'un composite C-C/SiC. A partir d'observations expérimentales quatre familles de défauts ont été identifiées : microporosité, fissuration de la matrice SiC, fissures transverses et macroporosité. Ils se sont attachés par la suite à calculer l'effet de chacun des défauts sur les propriétés thermiques à l'aide de sous modèles élémentaires (Fig. 5.1). Le code de calcul ABAQUS a été utilisé pour la résolution par éléments finis du problème ther-

## 5.1 Calcul des propriétés effectives d'un composite tissé : Éléments de bibliographie

mique (gradient thermique appliqué dans une direction avec des conditions adiabatiques pour les autres bords).

Cette approche a abouti à des résultats satisfaisants au vu de la comparaison avec les mesures des diffusivités thermiques pour le matériau étudié. Toutefois, la stratégie de calcul semble peu appropriée à la réalisation d'un grand nombre de calculs. De plus, les décohésions associées aux fissures matricielles ne sont pas prises en compte.

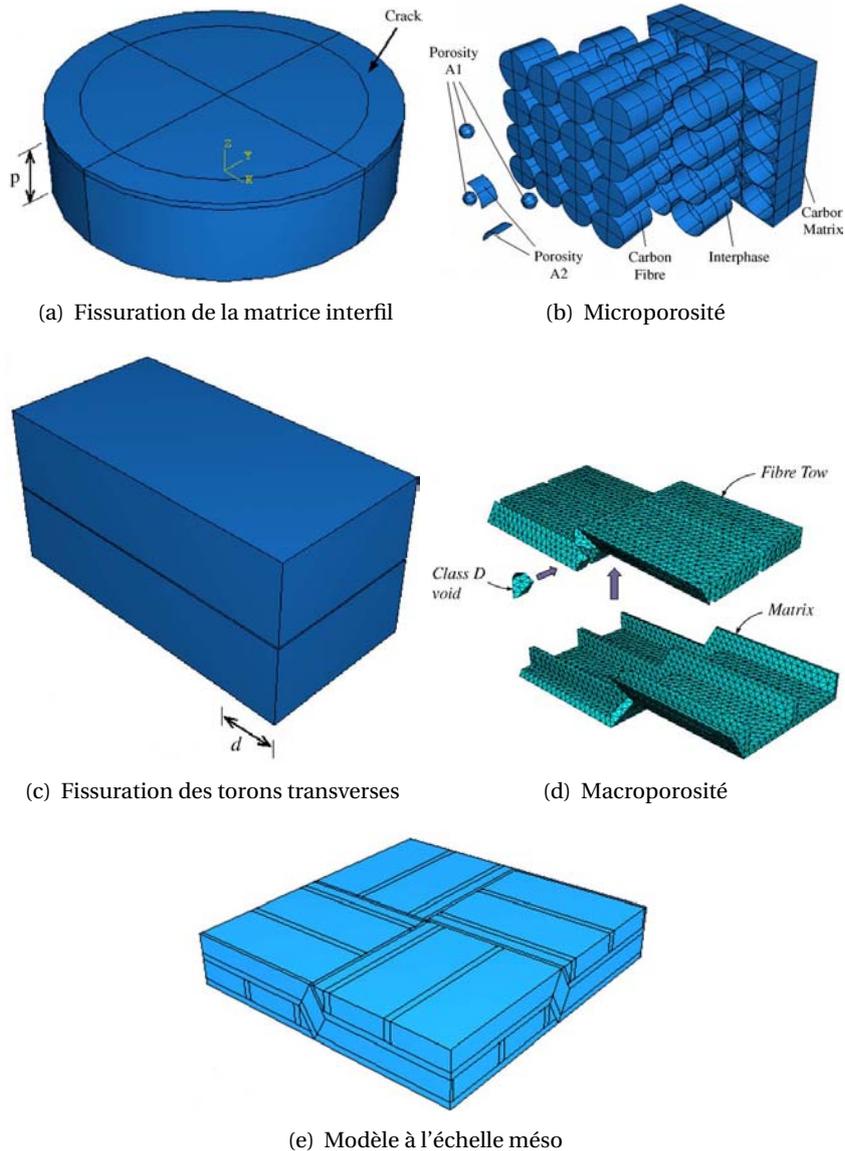


FIGURE 5.1 – Sous modèles et défauts associés dans l'approche de (Farooki and Sheikh, 2006) pour le calcul des propriétés thermiques effectives de CMCs endommagés.

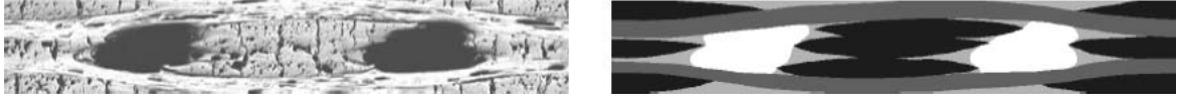


FIGURE 5.2 – Modèle géométrique construit à partir d'une micrographie d'un Composite Carbone/Carbone (Tomkova et al., 2008) pour le calcul des propriétés thermiques effectives.

*Calcul des propriétés effectives par homogénéisation périodique*

Dans (Tomkova et al., 2008) une analyse est proposée de l'effet des défauts induits lors de l'élaboration sur les propriétés thermiques d'un composite stratifié C/C. Trois échelles ont été retenues (i) celle de la fibre à laquelle sont calculées les propriétés effectives du toron non endommagé (ii) puis l'échelle du toron où des fissures sont introduites afin de calculer leur effet sur les propriétés du toron (iii) et finalement celle du tissu (Fig. 5.2) à laquelle sont calculées les propriétés effectives du composite.

Notre attention s'est portée particulièrement sur la méthode mise en oeuvre pour le calcul des propriétés thermiques en résolvant par éléments finis un problème d'homogénéisation périodique. En effet, dans un milieu hétérogène mais périodique, le champ de température, à l'instar du champ de déplacement lorsque l'on s'intéresse aux propriétés mécaniques, fluctue autour de la composante moyenne. En reprenant les notations de (Tomkova et al., 2008) et en considérant un gradient thermique macroscopique  $\mathbf{H}$  homogène dans une direction, le champ de température local  $\theta(x)$  se met sous la forme suivante Eq. 5.1 :

$$\theta(x) = \mathbf{H}.x + \theta_a^*(x) \quad \theta_a^* \text{ périodique} \quad (5.1)$$

Le problème thermique local dans les conditions de stationnarité s'écrit Eq. 5.2 :

$$div(q) = 0 \quad (5.2)$$

avec  $q$ , la densité de flux thermique qui s'exprime selon la loi de Fourier généralisée Eq. 5.3 et Eq. 5.4 avec  $\chi$  le tenseur de conductibilité thermique et  $h$ , le gradient thermique local :

$$q = -\chi.h \quad (5.3)$$

$$q_i = -\chi_{ij}.h_j \quad (5.4)$$

La matrice de conductibilité thermique du milieu homogénéisé ( $\chi^{hom}$ ) se déduit de l'Eq. 5.5

$$\chi^{hom}.\mathbf{H} = \langle \chi.h \rangle \quad (5.5)$$

$$\chi_{ij}^{hom}.\mathbf{H}_j = \langle \chi_{ij}.h_j \rangle \quad (5.6)$$

Les détails de la résolution du problème thermique par la méthode des éléments finis pourront être trouvés dans (Tomkova et al., 2008).

Il faut noter que ces travaux n'ont pas été étendus à l'étude de l'effet de l'endommagement induit par les sollicitations thermomécaniques.

5.1 Calcul des propriétés effectives d'un composite tissé : Éléments de bibliographie

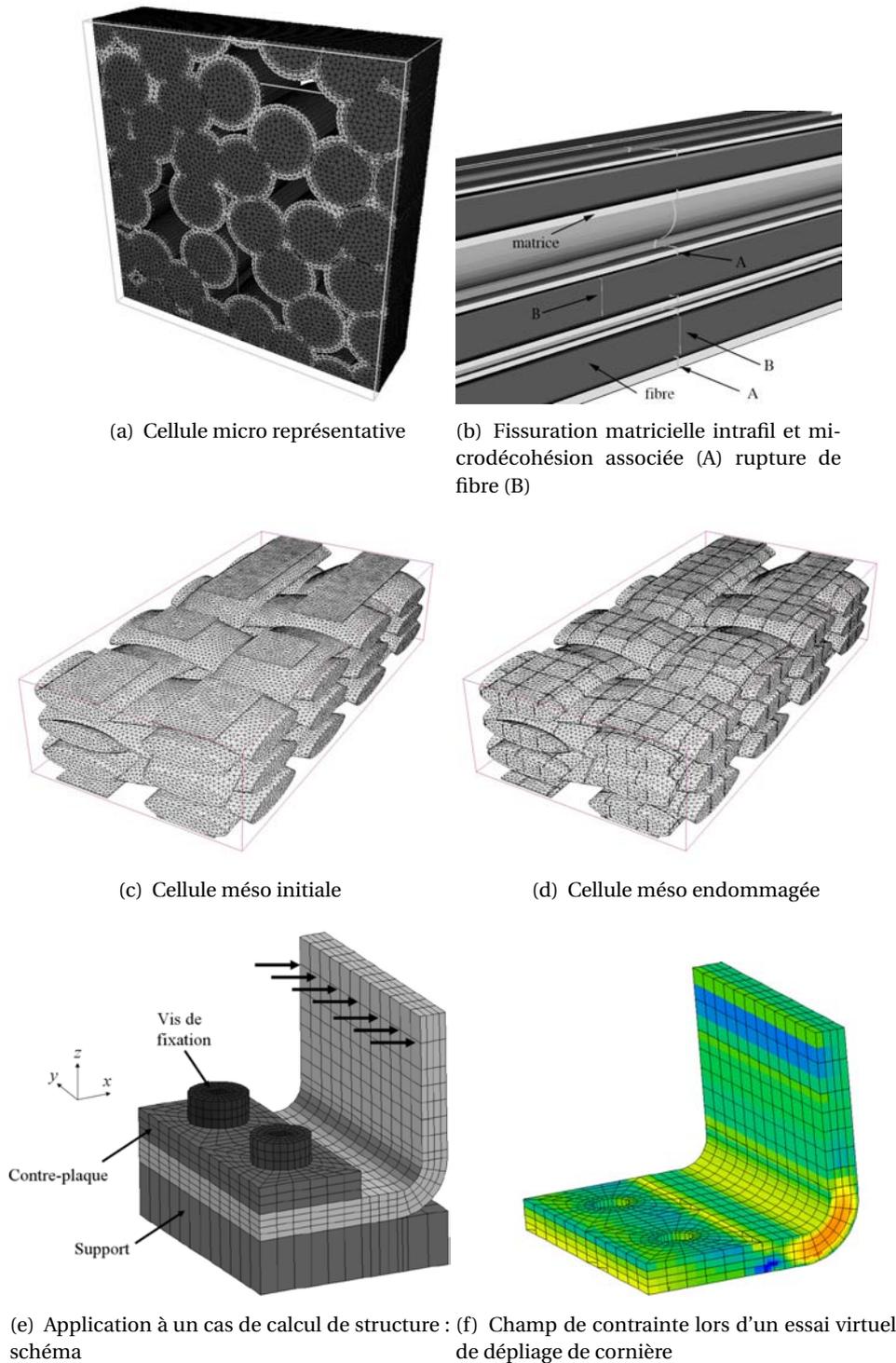


FIGURE 5.3 – Modèle de comportement mécanique *Discrete Micro Damage* selon l'approche de (Couégnat, 2008) : Échelles retenues et mécanismes d'endommagement associés.

### *Discrete Micro Damage (DMD)*

Le modèle de comportement mécanique DMD développé par G.Couégnat (Couégnat, 2008) au LCTS compte parmi les modèles multiéchelle les plus avancés dans le domaine des CMCs. Les échelles sont parcourues de la plus fine (les fibres) à celle de la structure (échelle macroscopique). Une attention particulière a été portée dans la construction de cellules représentatives et dans l'introduction de l'endommagement sous forme discrète. Les propriétés mécaniques effectives ont été calculées par homogénéisation périodique.

A l'échelle micro, les cellules élémentaires de calcul (Fig. 5.3a) sont statistiquement représentatives (construites par analyse de la covariance). Les fissures matricielles de même que les microdécohésions associées, sont introduites respectivement par subdivision d'éléments et par dédoublement des noeuds (Fig. 5.3b). Les surfaces de réponse traduisant l'effet de l'endommagement sur les composantes du tenseur d'élasticité sont calculées à partir d'un nombre important de configurations (pas de fissuration, longueur de décohésion).

Une démarche similaire est menée à l'échelle du tissu (Fig. 5.3c-d). Des maillages 3D de textures sont générés, et l'endommagement actif à cette échelle est introduit : la fissuration de la matrice interfil et des fils transverses avec les décohésions respectivement associées. L'effet de l'endommagement sur les propriétés mécaniques est évalué par homogénéisation périodique.

Finalement, la loi de comportement mécanique est formulée dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles. Les lois d'évolution des variables d'endommagement sont identifiées à partir d'un essai de traction. L'implémentation de la loi de comportement dans un code de calcul permet alors d'appliquer le modèle DMD à des problèmes de structures (Fig. 5.3e-f).

### *5.1.3 Démarche proposée*

Les travaux de (Del Puglia et al., 2004) et (Farooki and Sheikh, 2006) ont montré l'intérêt de l'analyse multiéchelle pour évaluer l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques de composites tissés. Néanmoins, la stratégie de calcul employée ne leur a pas permis de mener un nombre suffisant de calculs. Aussi, leur analyse s'est restreinte à un nombre limité de modes d'endommagement.

Dans (Tomkova et al., 2008), les auteurs examinent l'effet de l'endommagement initial sur le comportement thermique dans le cadre de la théorie de l'homogénéisation périodique. Les propriétés thermiques effectives sont calculées par la méthode des éléments finis en résolvant le problème thermique avec des conditions de périodicité.

Les outils numériques de même que l'approche générale développée par (Couégnat, 2008) semble être un point de départ pertinent pour modéliser l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un CMC tissé.

La démarche mise en oeuvre se veut simplifiée par rapport au modèle DMD mais reste générale, capable d'intégrer des évolutions à différents niveaux.

Il est proposé de construire un modèle géométrique représentatif ainsi qu'un maillage à partir d'observations microstructurales. Cette cellule est ensuite endommagée sans modification du maillage, ceci principalement pour des questions de simplicité, mais par abattement des propriétés aux lieux d'apparition de fissures ou de décohésions. Les propriétés effectives des cellules endommagées sont calculées numériquement par homogénéisation périodique.

Finalement, connaissant l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques, les cinétiques

d'endommagement sont identifiées à partir de l'évolution des propriétés thermiques enregistrées au cours d'un essai de traction.

## 5.2 Module d'homogénéisation pour le calcul des propriétés thermiques effectives

### 5.2.1 Rappel au sujet de l'homogénéisation périodique par la méthode des éléments finis

Le module d'homogénéisation développé dans le cadre de cette thèse constitue une adaptation du module GENPROP (Couégnat, 2008) prenant en compte le fait que le problème thermique fait intervenir un champ scalaire - la température - contrairement au problème mécanique qui met en jeu un champ vectoriel - le déplacement. Les équations générales sont rappelées dans cette section et quant aux détails de l'implémentation le lecteur pourra se référer à (Couégnat, 2008).

D'après l'Eq. 5.6, les composantes ( $\chi_{ij}^{hom}$ ,  $i=1,2,3$ ) s'obtiennent par la résolution du problème élémentaire avec le chargement thermique macroscopique  $\mathbf{H}^j = e^j$  (Eq. 5.7).

$$\mathbf{H}^1 = \begin{bmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad \mathbf{H}^2 = \begin{bmatrix} 0 \\ 1 \\ 0 \end{bmatrix} \quad \mathbf{H}^3 = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix} \quad (5.7)$$

Ainsi, en considérant successivement trois problèmes élémentaires ( $j=1,2,3$ ) alors l'ensemble des termes de la matrice de conductivité du matériau homogénéisé se calcule à partir de l'Eq. 5.8 :

$$\chi_{ij}^{hom} \cdot \mathbf{H}_j^j = \chi_{ij}^{hom} = \langle \chi_{ij} h_j^j \rangle \quad (5.8)$$

Finalement, la discrétisation du problème thermique par la méthode des éléments finis aboutit à l'écriture d'un système d'équations qui se met sous la forme suivante :

$$[\mathbf{K}] \{\theta^*\} = \{\mathbf{R}\} \quad (5.9)$$

avec  $\mathbf{K}$  la matrice de conductance thermique assemblée et  $\mathbf{k}_e$  les matrices élémentaires,

$$[\mathbf{K}] = \sum_e [\mathbf{k}_e] \quad [\mathbf{k}_e] = \frac{1}{V} \int_e^T [B] [\chi] [B] dV \quad (5.10)$$

avec  $B$  la matrice contenant les dérivées des fonctions d'interpolation telle que,

$$\{h^*\} = [B] \{\theta^*\} \quad (5.11)$$

et  $\mathbf{R}$  le vecteur des flux thermiques nodaux,

$$\{\mathbf{R}\} = \frac{-1}{V} \int_e^T [B] [\chi] \{\mathbf{H}\} dV \quad (5.12)$$

### 5.2.2 Application à deux cas simples

Le premier cas considéré est celui d'une fibre enrobée (Fig. 5.4a). Le second est le cas d'un matériau sandwich (Fig. 5.4b).

Les propriétés effectives calculées numériquement par le module d'homogénéisation périodique, précédemment introduit, sont comparées à des solutions analytiques. Les calculs numériques ont été menés pour différents rapports de conductivité entre la fibre et la matrice (2 à 100).

Les graphiques de la Fig. 5.4) montrent que les solutions numériques sont identiques aux modèles analytiques.

Modélisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un CMC tissé

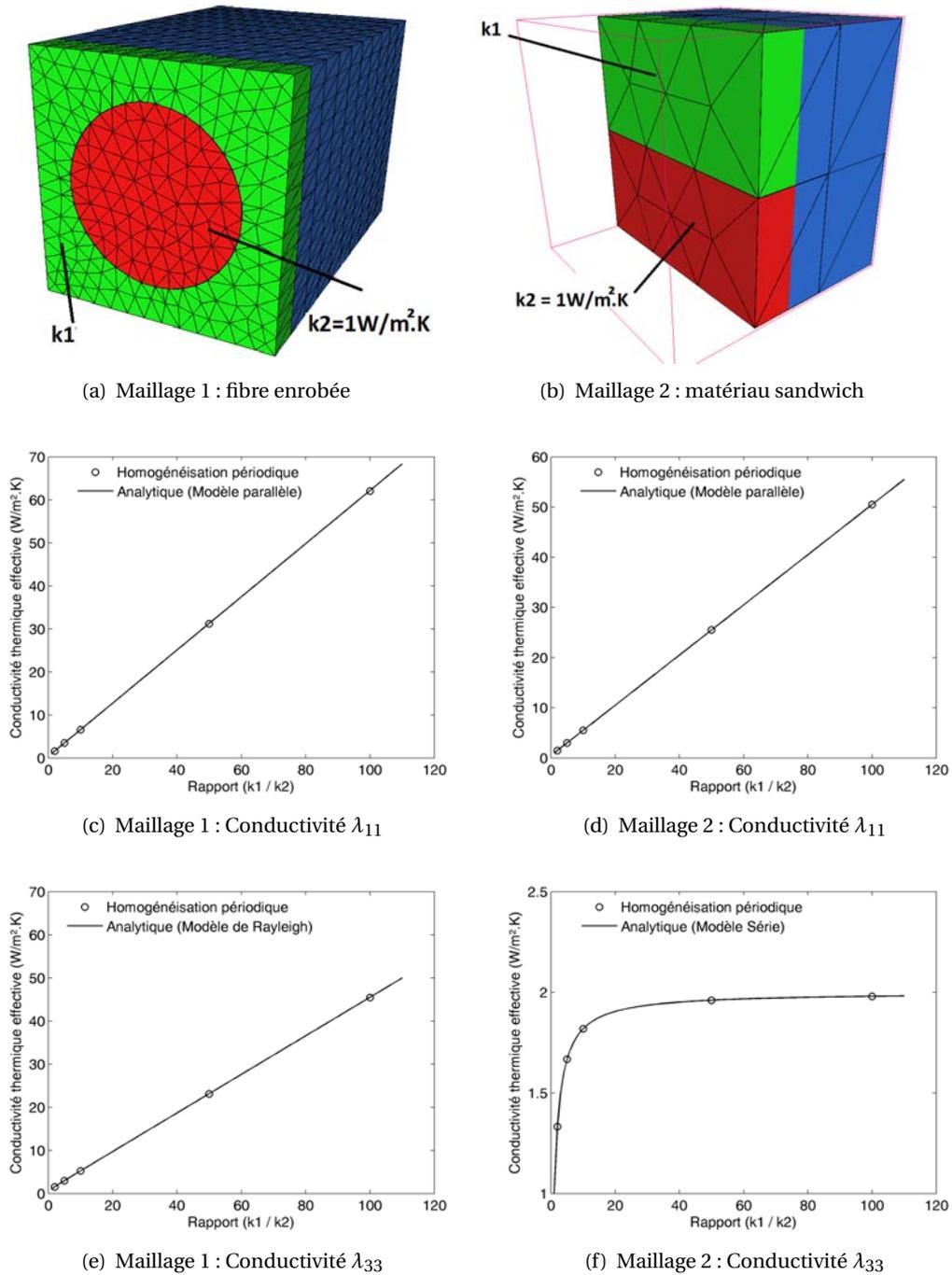
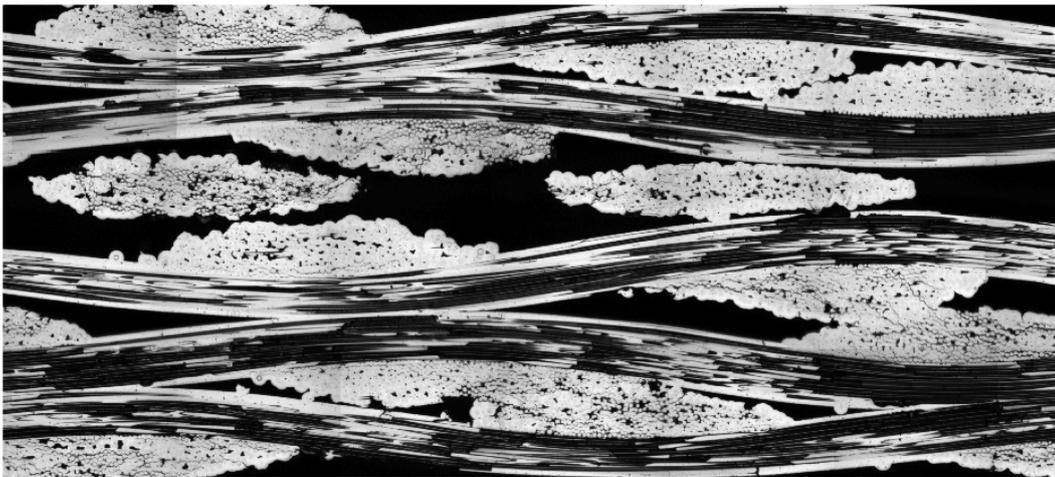


FIGURE 5.4 – Mise en oeuvre du module d'homogénéisation périodique pour le calcul de propriétés thermiques effectives : applications à des maillages simples avec deux sets de matériaux de conductivité thermique  $k_1$  et  $k_2$ .

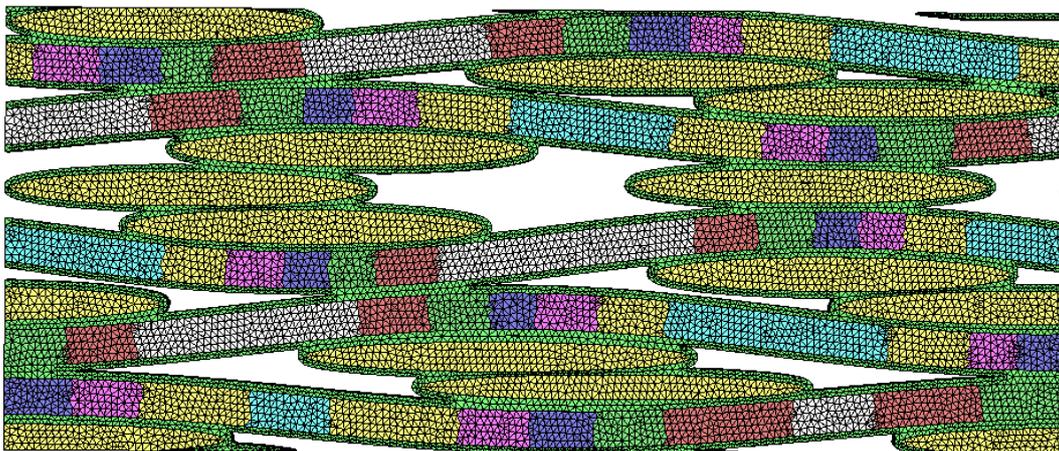
### 5.2.3 Application aux cas de composites tissés

#### Cellule périodique représentative.

Un modèle géométrique de référence a été construit à partir d'une micrographie représentative de la mésostructure (Fig. 5.5a), puis maillé (Fig. 5.5b). Remarquez que la cellule obtenue est périodique. Par ailleurs, la contribution du transfert thermique dans les macroporosités (conduction dans le gaz) a un effet négligeable sur les propriétés effectives de la cellule, de l'ordre de 2% sur la conductivité transverse et 0.1% dans la direction longitudinale.



(a) Micrographie



(b) Maillage

FIGURE 5.5 – Maillage d'une cellule périodique représentative à partir d'une micrographie du composite tissé stratifié 2D SiC/PyC/SiC dans l'état non endommagé.

	Expérience ( $W/m.K$ )	Modèle numérique ( $W/m.K$ )
Longitudinale	31.5	32.5
Transverse	5.1	9.9

TABLE 5.1 – Comparaison entre les conductivités (avec  $\rho.C_p = 2200 \times 660 J/K.m^3$ ) mesurées au Chapitre 4 pour le composite tissé stratifié et celles calculées par homogénéisation périodique à partir du maillage de référence (état non endommagé) Fig. 5.5.b

Les conductivités thermiques calculées numériquement sont comparées à celles estimées à partir des mesures de diffusivité thermique (Tab. 5.2) :

- Dans la direction longitudinale, le modèle numérique affiche une valeur très proche de l'estimation expérimentale ;
- Une différence significative est à noter dans le cas du transfert dans l'épaisseur. Cet écart trouve une explication à la fois (i) dans la présence d'un endommagement pré-existant (ii) dans la surestimation des zones de liaison interstrate et (iii) dans la non prise en compte des résistances de contact entre les plis.

#### Analyse de l'effet de la mésostructure sur les propriétés thermiques.

Deux cellules périodiques sont construites<sup>1</sup> afin de mettre en évidence l'effet de la texture sur les propriétés thermiques. La première (Cellule A) représente un empilement des strates sans déphasage, contrairement à la seconde (Cellule B) où les plis sont superposés avec un décalage d'un quart de période.

	Conductivité ( $W/m.K$ )		Densité ( $kg/m^3$ )		Diffusivité ( $mm^2/s$ )	
	Cellule A	Cellule B	Cellule A	Cellule B	Cellule A	Cellule B
Longitudinale	29.4	34	2450	2800	18.2	18.4
Transverse	15.5	16.3	2450	2800	9.6	8.8

TABLE 5.2 – Propriétés thermophysiques calculées par homogénéisation pour deux cellules périodiques différentes Fig. 5.6 : mise en évidence de l'effet de la texture.

L'effet de la mésostructure sur les propriétés thermiques est analysé à partir des résultats numériques synthétisés dans le Tab. 5.2 :

- Il apparaît que le matériau le plus dense (Cellule B) est celui qui présente la conductivité thermique la plus élevée quelle que soit la direction du transfert thermique considérée. L'effet prépondérant est ici celui de la densité.
- L'examen des résultats en terme de diffusivité thermique permet d'éliminer l'effet de la masse volumique et de s'intéresser plus précisément à celui de l'empilement. Ainsi, il ressort que le mode d'empilement des strates n'affecte pas le transfert thermique dans la direction du renfort alors que la diffusivité thermique dans l'épaisseur est la plus élevée lorsque les "chemins

1. Les modèles géométriques de même que les maillages ont été réalisés avec les outils numériques GENTEX et GENMESH (Couégnat, 2008)

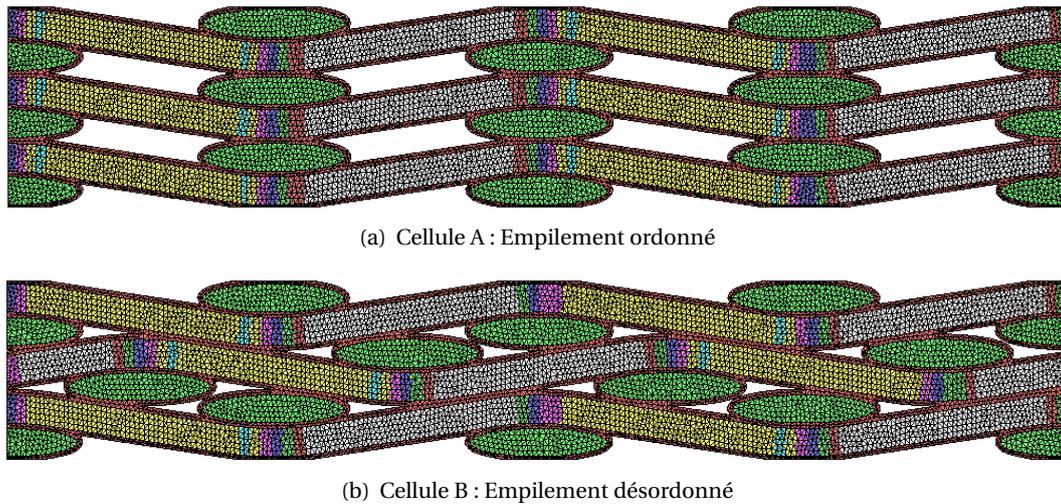


FIGURE 5.6 – Cellules périodiques construites pour mettre en évidence l'effet de la texture sur les propriétés thermiques d'un CMC.

thermiques" sont les moins tortueux (i.e. dans le cas d'un empilement cohérent des strates). Ces résultats corroborent les observations issues de l'analyse conjointe des champs de diffusivité et les données de Tomographie aux Rayons X sur un composite non endommagé<sup>2</sup>.

### 5.3 Introduction de l'endommagement mécanique

La caractérisation expérimentale du matériau étudié a conduit à l'identification des modes d'endommagement. Ces derniers sont rappelés dans l'illustration proposée dans la Fig. 5.7. Bien que le gonflement du matériau de même que le délaminage n'aient pas été représentés, ils seront traités dans la suite.

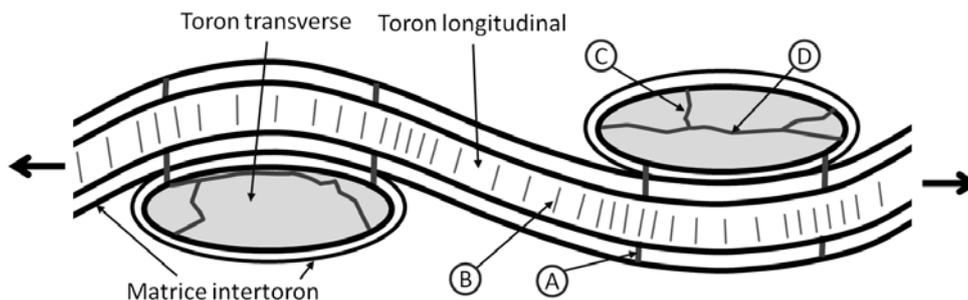


FIGURE 5.7 – Schématisation des modes d'endommagement identifiés : (A) Fissuration de la matrice intratoron (B) Fissuration de la matrice intertoron (C) Fissuration des torons transverse en mode I (D) Fissuration des torons transverse en mode II.

La prise en compte de l'endommagement se fait par deux approches distinctes :

2. Voir Chapitre 4

- La première concerne les mécanismes d'endommagement actifs à l'échelle micro : la **fissuration de la matrice intrafil** et les **micro-décohésions**. La perte de conductivité des fils endommagés est calculée à partir du modèle développé au Chapitre 3 dans le cadre de l'étude du minicomposite. L'endommagement est supposé être homogène bien que le champ de contrainte ne le soit pas compte tenu de l'ondulation du fil. Cette hypothèse reste néanmoins raisonnable pour des tissages peu ondulés tels que celui étudié et pour des sollicitations simples.
- La seconde se rapporte aux mécanismes d'endommagement actifs à l'échelle méso : la **fissuration de la matrice interfil** et celle des **torons transverses**, le **délaminage** et l'**écartement** des strates les unes par rapport aux autres. L'endommagement est ici introduit de manière discrète. Or, le maillage n'évoluant pas et n'étant pas suffisamment raffiné pour que les fissures soient traitées explicitement, elles le seront de manière implicite (Fig. 5.8). Ainsi, les propriétés thermiques des éléments traversés par une fissure sont modifiées afin de rendre compte de la présence de la fissure. Pour cela un abattement est calculé sur la base de modèles simples (modèle parallèle dans la direction parallèle aux lèvres de la fissure et modèle série dans la direction perpendiculaire) et en supposant une ouverture de fissure de  $1\mu m$  et une taille caractéristique de l'élément de  $15\mu m$ . Les éléments concernés sont tout d'abord identifiés puis les propriétés thermiques altérées leurs sont affectées.

Notez qu'il serait plus approprié de calculer l'abattement des propriétés thermiques au niveau de chaque élément. Cependant, cela n'a pas été jugé indispensable pour les raisons suivantes : (i) le maillage est suffisamment régulier (ii) l'ouverture de fissure n'est pas connue de manière précise (iii) seules deux orientations de fissure sont envisagées (à  $0^\circ$  et à  $90^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation).

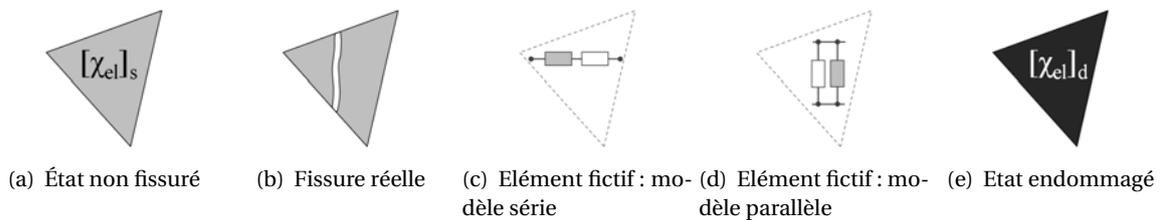


FIGURE 5.8 – Stratégie pour la prise en compte de l'endommagement à l'échelle de l'élément traversé par une fissure.

#### 5.4 Effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques de la cellule de référence

L'effet de chacun des modes d'endommagement énoncés précédemment est analysé séparément à partir de plusieurs séries de calcul. Ainsi, pour chacun des endommagements identifiés, différents états de fissuration (densités de fissure, délaminage) réalistes sont envisagés. Des maillages intégrant l'endommagement sont construits sur la base de la cellule de référence (Fig. 5.5b). Les propriétés effectives des matériaux endommagés sont calculées avec le module d'homogénéisation périodique. L'évolution de la conductivité longitudinale et celle de la conductivité transverse sont représentées respectivement aux figures Fig. 5.9 et Fig 5.10.

## 5.5 Evolution de la conductivité thermique au cours d'un essai de traction

Les calculs menés dans cette section peuvent être assimilés à une analyse de la sensibilité des propriétés thermiques du matériau étudié aux différents mécanismes d'endommagement. Ils révèlent un certain nombre de points pertinents :

- La Fig. 5.9 montre que la fissuration de la matrice interfil et intrafil est le mode d'endommagement prédominant quant à l'effet sur les propriétés thermiques dans la direction longitudinale (direction de sollicitation). En effet, les torons longitudinaux sont les canaux préférentiels dans le transfert de chaleur dans le plan. Les fils transverses n'assurent qu'un rôle secondaire. Aussi, leur fissuration - en mode I ou en mode II - n'induit qu'une chute limitée de la conductivité thermique.
- La Fig 5.10 montre que dans la direction transverse les mécanismes d'endommagement dominants sont la fissuration en mode II et le gonflement du matériau. L'activation de ces modes d'endommagement se traduit par une perte de conductivité thermique significative.
- En l'absence de ces familles d'endommagements, les modes qui pilotent la chute de la conductivité thermique transverse sont la fissuration de la matrice interfil et intrafil. En effet, la perte de conductivité thermique induite par l'endommagement des fils longitudinaux s'avère être du même ordre de grandeur dans les deux directions (longitudinale et transverse).

## 5.5 Evolution de la conductivité thermique au cours d'un essai de traction

### 5.5.1 Prise en compte de l'endommagement à l'état initial

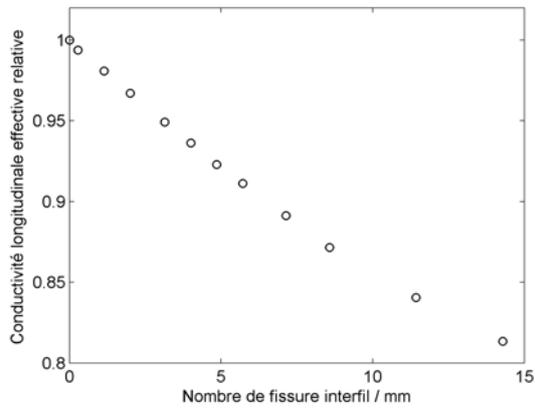
L'observation détaillée des micrographies à l'état initial met en évidence qu'un tiers des fils présente une fissure transverse en mode II et deux tiers une fissure en mode I. Les propriétés thermiques calculées en prenant en compte l'état d'endommagement initial sont présentées dans le Tab. 5.3. Un écart important subsiste entre la conductivité thermique transverse calculée à partir du modèle numérique et celle déduite de la mesure de diffusivité thermique transverse. Comme cela a été dit précédemment, cette différence peut se justifier par la surestimation des liaisons interstrates et par l'existence de résistance de contact.

Intéressons-nous maintenant à l'effet de l'endommagement induit par la sollicitation mécanique.

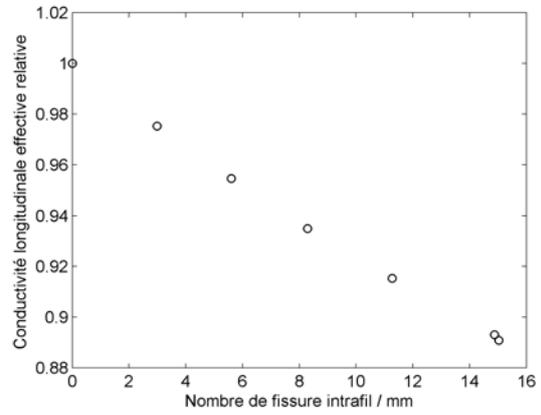
	Expérience ( $W/m.K$ )	Modèle numérique ( $W/m.K$ ) (avec endommagement initial)
Longitudinale	31.5	32
Transverse	5.1	7.4

TABLE 5.3 – Comparaison entre les conductivités (avec  $\rho.C_p = 2200 \times 660 J/K.m^3$ ) mesurées au Chapitre 4 et celles calculées par homogénéisation périodique en prenant en compte l'état d'endommagement initial du composite tissé stratifié.

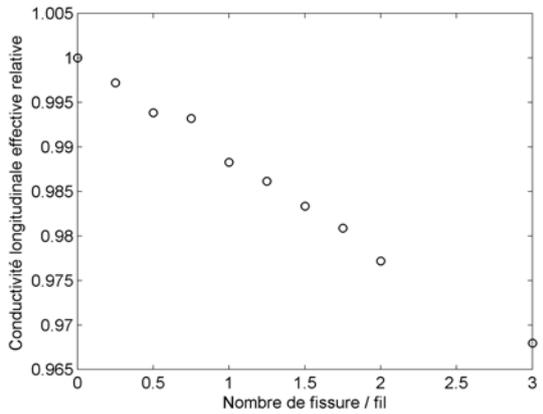
Modélisation de l'effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques d'un CMC tissé



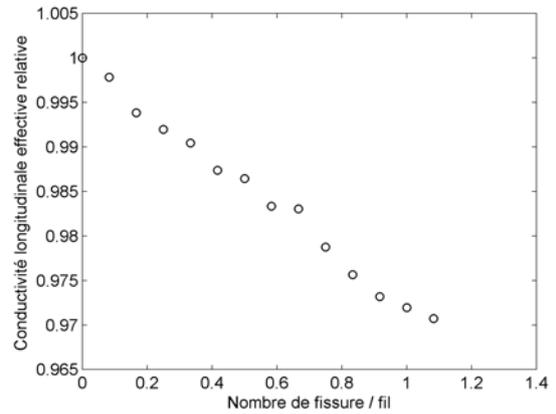
(a) Fissuration de la matrice interfil



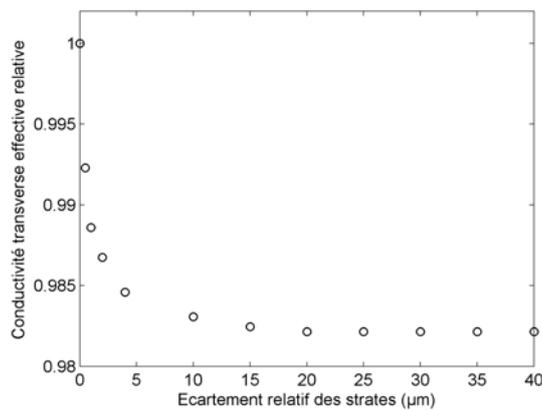
(b) Fissuration de la matrice intrafil



(c) Fissuration fils transverse mode I



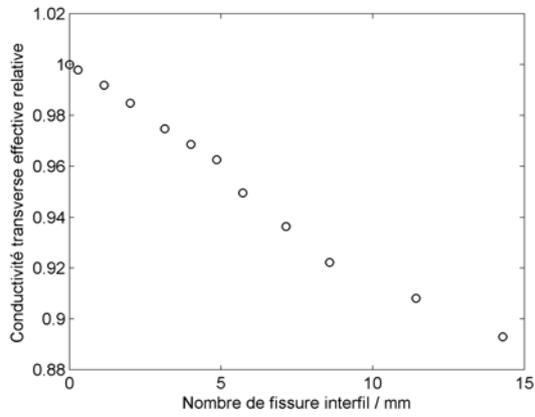
(d) Fissuration fils transverse mode II



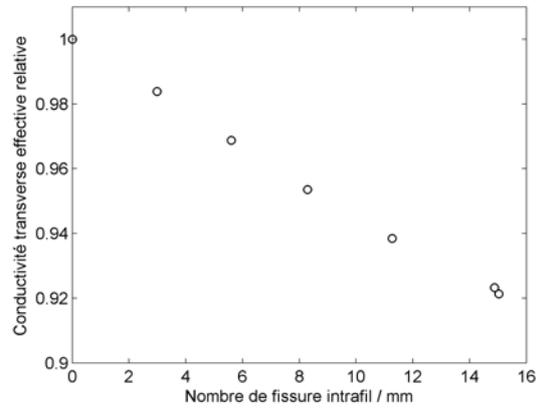
(e) Delaminage

FIGURE 5.9 – Effet de chacun des endommagements mécaniques sur la conductivité thermique longitudinale du composite tissé stratifié calculé à partir du modèle numérique.

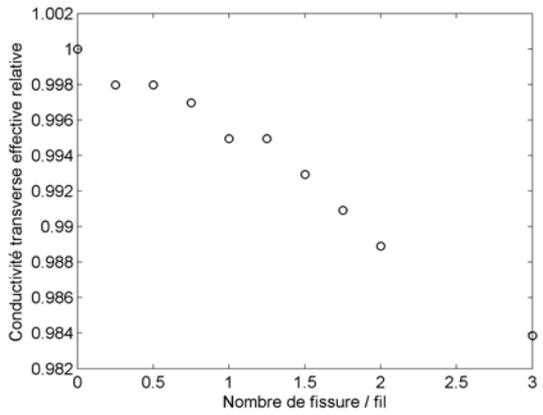
### 5.5 Evolution de la conductivité thermique au cours d'un essai de traction



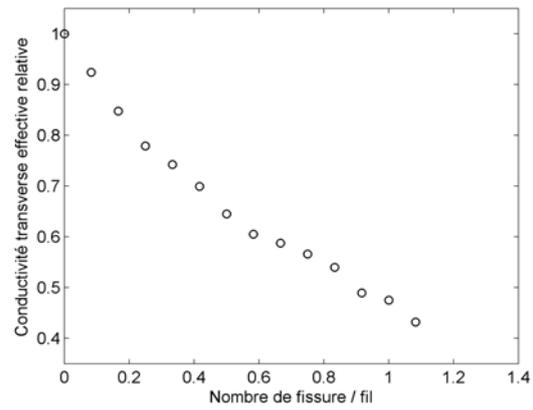
(a) Fissuration de la matrice interfil



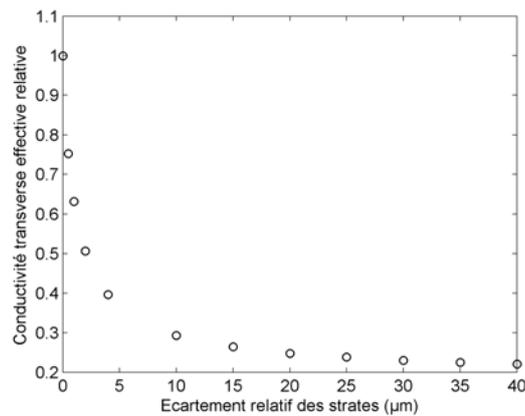
(b) Fissuration de la matrice intrafil



(c) Fissuration des fils transverse en mode I



(d) Fissuration des fils transverse en mode II



(e) Gonflement du matériau

FIGURE 5.10 – Effet de chacun des endommagements mécaniques sur la conductivité thermique transverse du composite tissé stratifié calculé à partir du modèle numérique.

### 5.5.2 Comportement thermique au cours d'un essai de traction

Le modèle numérique développé dans ce chapitre ne permet pas de simuler l'évolution des densités de fissures avec le chargement. Il n'est alors pas possible de prévoir la chute de diffusivité thermique. Il est proposé dans ce travail d'exploiter ces calculs pour évaluer la progression de l'endommagement.

Les lois d'évolution des variables décrivant l'état d'endommagement (Fig. 5.11) sont identifiées à partir des variations de diffusivité thermique enregistrées lors des essais de traction<sup>3</sup>. La démarche suivie a été de déterminer pour chaque état de déformation l'état de fissuration pour lequel les propriétés thermiques calculées sont les plus proches des mesures. La Fig 5.12 illustre que le comportement thermique du composite tissé stratifié est décrit avec une grande précision. Cela donne alors accès aux cinétiques d'endommagement que l'on compare aux observations expérimentales.

Les cinétiques identifiées sont cohérentes à la fois avec (i) les conclusions tirées des observations microstructurales et de l'analyse des signaux acoustiques et (ii) avec les scénarios mentionnés dans (Guillaumat, 1994) (Carrère, 1996) (Forio, 2000) pour des matériaux similaires.

Ainsi, dans (Forio, 2000) il est fait état d'un pas de fissuration à saturation de la matrice intrafil de l'ordre de  $20\mu m$ , valeur à comparer à celle de  $25\mu m$  issue de l'identification.

D'autre part, le même auteur indique un pas de fissuration à saturation de la matrice interfil de l'ordre de  $80\mu m$  et l'identification indique un pas de  $250\mu m$ . L'écart mis en évidence peut se justifier par l'épaisseur du dépôt de matrice interfil qui est plus petite dans le cas du matériau étudié.

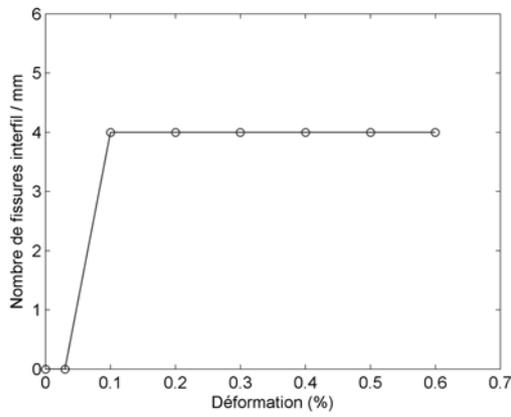
Par ailleurs, la déformation transverse calculée à partir de la variable traduisant le gonflement de l'éprouvette (Fig. 5.13) est similaire à la mesure de la déformation transverse présentée dans (Guillaumat, 1994) à l'aide d'un extensomètre dans le cas d'un matériau similaire (SiC/PyC/SiC 2D) (Fig. 4.37). La déformation transverse rend compte de la compétition entre le gonflement du matériau selon l'épaisseur et l'effet de Poisson.

Signalons que dans le cas où les cinétiques d'endommagement sont connues à partir d'un modèle d'endommagement prédictif, alors les propriétés thermiques peuvent être calculées.

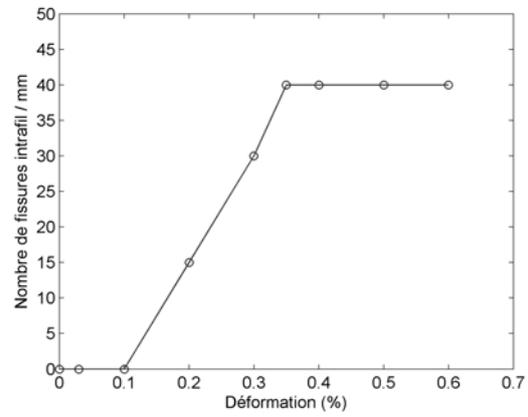
---

3. Voir Chapitre 4

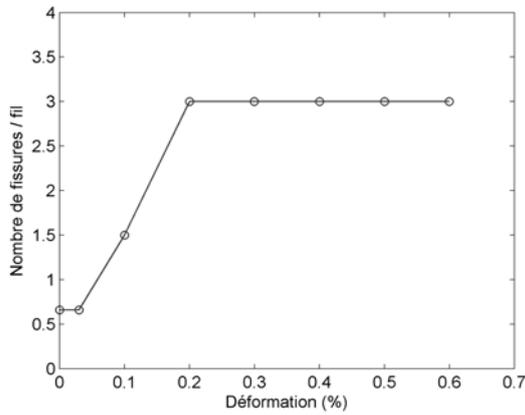
### 5.5 Evolution de la conductivité thermique au cours d'un essai de traction



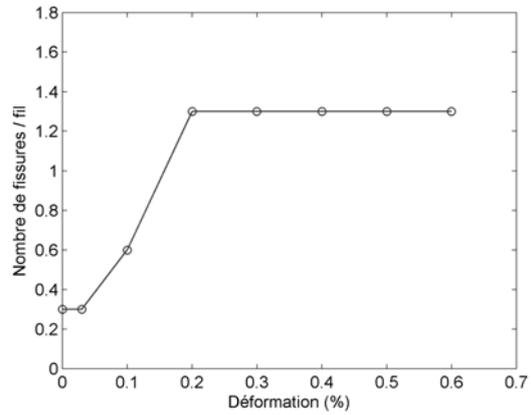
(a) Fissuration de la matrice interfil



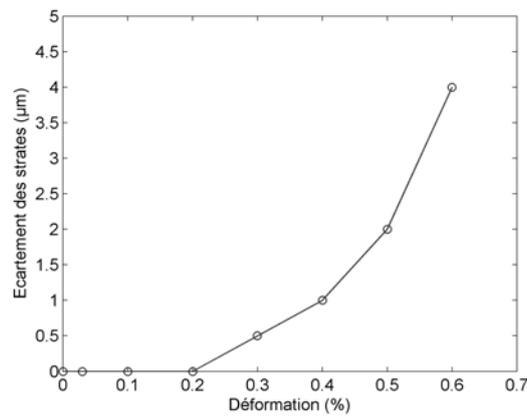
(b) Fissuration de la matrice intrafil



(c) Fissuration des fils transverses en mode I



(d) Fissuration des fils transverses en mode II



(e) Gonflement du matériau

FIGURE 5.11 – Évolution de l'état de fissuration du composite tissé au cours d'un essai de traction : Cinétiques d'endommagement identifiées à partir des mesures de diffusivités thermiques transverses et longitudinales.

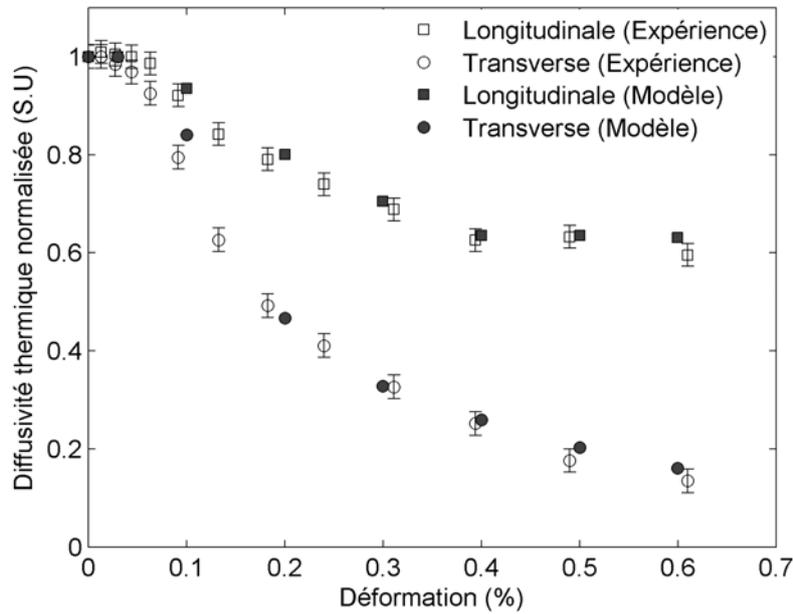


FIGURE 5.12 – Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques (transverses et longitudinales) d'un composite tissé stratifié en traction uniaxiale : Identification du modèle à partir des mesures de propriétés thermiques (Chapitre 4).

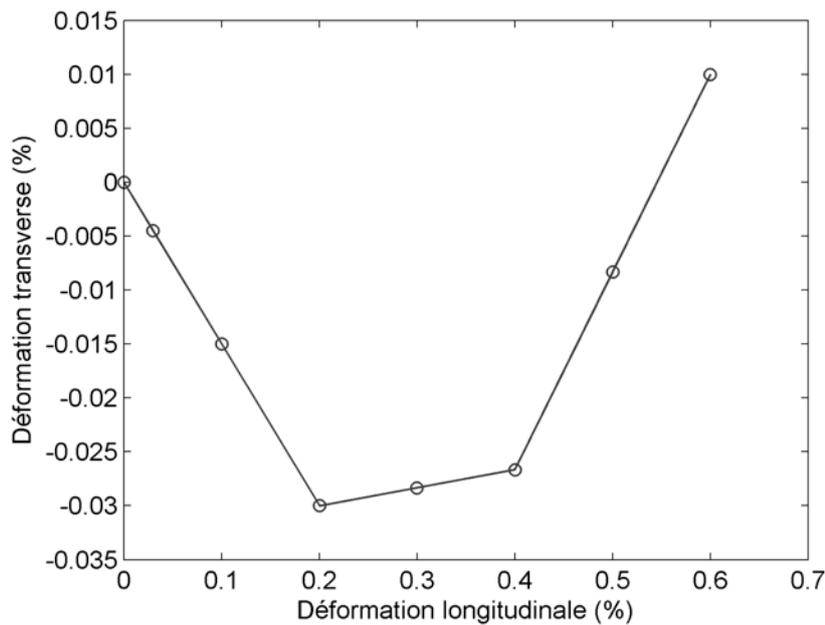


FIGURE 5.13 – Evolution de la déformation transverse calculée à partir de la loi d'évolution de la variable traduisant l'écartement des strates les unes par rapport aux autres (gonflement du matériau).

## 5.6 Conclusions

Dans ce Chapitre, il a été proposé de développer un modèle de comportement thermique qui repose sur une représentation réaliste de la mésostructure et sur la prise en compte de l'endommagement mécanique décrit par des variables physiques.

La démarche proposée a d'abord consisté à construire une cellule élémentaire à partir d'une micrographie représentative du matériau à l'échelle méso. Le maillage a été réalisé par des outils adaptés aux CMCs développés par (Couégnat, 2008).

Cette cellule de référence a ensuite été endommagée sans faire évoluer le maillage :

- (i) à l'échelle micro pour rendre compte de la fissuration de la matrice intrafil et des micro-décohésions. Il a été supposé que le toron longitudinal se comportait comme un minicomposite, et la perte de conductivité thermique à cette échelle due à l'endommagement a été calculée à partir du modèle développée au Chapitre 3.
- (ii) à l'échelle meso pour rendre compte de la fissuration de la matrice intertoron, de celle de des torons transverses, et du gonflement du matériau. Les propriétés thermiques des éléments traversés par une fissure subissent un abattement.

Les propriétés thermiques effectives des cellules endommagées sont calculées par homogénéisation périodique.

Ce travail, original par son approche, l'est aussi par les résultats établis. Les mécanismes d'endommagement, dont l'effet est prédominant sur les propriétés thermiques, ont été identifiées. Par ailleurs, les mesures de diffusivité thermique exposées au Chapitre 4 ont conduit à l'établissement d'un lien fort entre l'évolution des propriétés thermiques et les cinétiques d'endommagement.

Cela est en premier lieu intéressant pour la prévision du comportement thermique du matériau sous sollicitation. C'est là un atout majeur des modèles d'endommagement fondés sur une approche physique puisqu'ils offrent la possibilité d'appréhender des problèmes de nature multiphysique. Il est démontré, ici, que l'évolution des propriétés thermiques peut être anticipée par la connaissance des cinétiques d'endommagement, lesquelles pourront être calculées par un modèle d'endommagement.

En développant des outils numériques plus avancés pour la prise en compte de l'endommagement dans les maillages et en tirant avantage de modèles d'endommagement prédictifs tels que les modèles probabilistes de rupture et d'endommagement, une démarche similaire à celle proposée ici conduirait à la mise en place d'outils de calcul de structure intégrant la dimension des propriétés thermiques.

Enfin, cette relation entre le comportement thermique et l'évolution de l'état d'endommagement peut être mise à profit dans le développement de méthodes destinées à l'Evaluation Non Destructive des matériaux et des structures. La thermographie infrarouge occupe depuis des décennies une place majeure dans le contrôle de santé des matériaux. La difficulté rencontrée réside dans l'interprétation physiques des mesures thermiques. Les travaux présentés dans ce chapitre ont permis de donner un sens physique (en terme d'état de fissuration) aux mesures de propriétés thermiques exposées au Chapitre 4.



# Conclusion générale

Le travail exposé dans ce mémoire propose un examen, selon une approche multiéchelle, de la relation entre l'évolution de l'endommagement et la perte de conductibilité thermique de Composites à Matrice Céramique. Les recherches sont menées à la fois sur le plan expérimental et sur le plan théorique.

En effet, les mécanismes d'endommagement des CMCs dont l'effet sur le comportement mécanique est bien connu, sont aussi responsables de la non linéarité du comportement thermique de ces matériaux. L'analyse qui est faite ici sert essentiellement deux thématiques.

- Ce travail répond en premier lieu à des préoccupations de dimensionnement des structures composites lorsque la maîtrise des propriétés thermiques est critique. Cela est le cas notamment pour le gainage du combustible nucléaire dans certains systèmes de IVème Génération. La finalité qui a été poursuivie n'était pas de mettre au point des outils de calcul de structures mais d'approcher la question de manière plus amont.
- Par ailleurs, les approfondissements dont ce mémoire fait état contribuent au développement des techniques de contrôle de santé des matériaux et des structures par la voie de la Thermique et en particulier celle de la mesure des propriétés thermiques. Ces techniques peuvent aussi être utilisées de manière systématique lors de la caractérisation des matériaux au comportement endommageable tels que les CMCs. Pour cela, des méthodes fiables et robustes ont été privilégiées.

Il s'agit d'une part de développer une stratégie de calcul de l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques en tirant profit des travaux récents sur la modélisation de l'endommagement des CMCs. Cette stratégie s'est appuyée sur un travail expérimental approfondi visant à produire des données expérimentales fiables et une compréhension détaillée des mécanismes et leurs interactions. D'autre part, en exploitant une représentation physique de l'état d'endommagement (densité de fissures, longueur de décohésion, ...), ce travail propose un cadre avantageux pour l'interprétation des mesures thermiques.

La démarche mise en oeuvre consiste à examiner deux échelles significatives (*Micro* et *Meso*) auxquelles agissent des mécanismes d'endommagement différents et d'évaluer par des techniques d'homogénéisation l'effet sur les propriétés thermiques effectives.

Eu égard à une carence manifeste sur le plan des travaux expérimentaux, une attention particulière a été donnée à l'élaboration d'une démarche expérimentale approfondie associant des moyens de caractérisation mécanique, thermique et microstructurale.

- A l'échelle *Micro*, un banc expérimental original a été conçu pour la caractérisation du comportement d'un matériau modèle appelé le minicomposite. Une machine de traction a été instrumentée afin d'enregistrer l'évolution des propriétés

thermiques du minicomposite sous sollicitation mécanique. La diffusivité thermique longitudinale est estimée par thermographie à détection synchrone. La progression de l'endommagement est déduite de l'enregistrement des signaux acoustiques et d'observations microstructurales *post-mortem*.

Cette échelle, particulièrement intéressante pour la compréhension des mécanismes mis en jeu, a permis d'établir clairement la relation entre l'endommagement mécanique et l'évolution des propriétés thermiques. En particulier, les résultats montrent de manière évidente une forte sensibilité de la conductivité thermique longitudinale à la densité de fissure.

- A l'échelle *Méso*, un second dispositif expérimental a été mis en place pour la mesure des propriétés thermiques sous chargement mécanique d'un composite tissé (2D) stratifié. Celui-ci a permis l'enregistrement de l'évolution de la diffusivité thermique longitudinale (globale) et transverse (locale) par la mise en oeuvre de variantes de la méthode flash développées en partie au laboratoire TREFLE. En outre, la progression de l'endommagement est suivie par des techniques *in-situ* (Émission Acoustique, Microscopie) et des observations microstructurales *post-mortem* (MEB).

L'analyse locale des propriétés thermiques décrit un endommagement mécanique diffus avec l'apparition de phénomènes locaux tels que des délaminages étendus. Par ailleurs, la dispersion de la diffusivité thermique a été mise en relation avec les modes d'empilement des strates à l'aide de la Tomographie RX.

L'analyse globale du comportement thermique en traction a conduit à établir une relation entre les mécanismes d'endommagement et l'évolution des propriétés thermiques. De même que pour l'échelle *Micro*, une forte sensibilité des propriétés thermiques longitudinales a été relevée vis à vis de la fissuration des torons longitudinaux. Les propriétés thermiques transverses sont principalement affectées par l'endommagement hors-plan (fissuration interpli et gonflement) qui est prépondérant dans le cas du matériau étudié. Il est ainsi envisageable de sonder l'évolution anisotrope de l'endommagement au travers de la mesure des propriétés thermiques dans le plan et hors-plan.

Il ressort de ces résultats expérimentaux que (i) la mesure des propriétés thermiques est un outil efficace pour l'analyse de l'endommagement des CMCs et (ii) l'endommagement mécanique affecte largement la capacité du composite à assurer les transferts thermiques.

Une stratégie et des outils de calculs ont alors été mis en place pour la prévision de l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques de CMCs :

- A l'échelle *Micro*, un modèle de comportement thermique d'un CMC unidirectionnel en traction à température ambiante est proposé. La démarche s'appuie notamment sur les modèles micromécaniques établis précédemment au LCTS associés à des modèles thermiques analytiques issus de la littérature. La confrontation des simulations aux résultats expérimentaux met en lumière la pertinence de ce modèle. Par ailleurs, le comportement mécanique du minicomposite a souvent fait l'objet d'un intérêt particulier puisqu'il a contribué à développer et valider des concepts innovants, notamment sur la question des interphases. Avec nos travaux, cet intérêt s'étend au comportement thermique. Par analogie avec le transfert mécanique à l'interface (par cisaillement), une procédure d'identification du coefficient de transfert thermique à l'interface (par conduction) est proposée. Finalement, une corrélation entre ce terme et la contrainte de cisaillement interfacial est mise en évidence, indiquant

que l'intensité du transfert thermique évolue comme l'intensité du transfert mécanique. Ne disposant que de deux lots de matériaux dans le cadre de cette thèse, une étude plus approfondie de cette corrélation via l'examen de plusieurs nuances de minicomposites serait nécessaire.

- A l'échelle *Méso*, une stratégie multiéchelle de calcul numérique de l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques d'un CMC tissé est présentée. Le principe est de travailler sur la base du maillage d'une cellule périodique du tissé et d'introduire de manière discrète<sup>4</sup> les différents modes de fissuration de la matrice. Des calculs numériques exécutés sur cette cellule permettent d'analyser séparément l'effet de chacun des mécanismes d'endommagement. Finalement, un scénario d'endommagement - évolution de l'état d'endommagement au cours de l'essai de traction - est identifié à partir des mesures thermiques. Les cinétiques obtenues sont cohérentes de façon raisonnable avec les observations réalisées *in-situ* et les éléments tirés de la littérature pour des matériaux similaires.

Parce que le sujet se voulait amont, les situations abordées dans ce mémoire sont "académiques". Cela a permis d'asseoir notre compréhension tout en proposant une démarche qui pourra être étendue. Il serait judicieux de mener des approfondissements sur des cas plus complexes avec des éprouvettes de structures ou des chargements complexes (chocs, multiaxial, fatigue, ...) afin d'étudier des champs hétérogènes. L'utilisation de mesures de champs tels que l'imagerie infrarouge serait alors pleinement profitable.

Ce travail pourrait aussi être enrichi par l'apport des modèles d'endommagements prédictifs tirant profit des approches probabilistes et d'outils numériques avancés, tels qu'ils sont envisagés dans les développements récents dans le domaine de l'endommagement des CMCs.

Afin de répondre de la manière la plus appropriée à la thématique industrielle qui a été abordée dans ce mémoire, il serait souhaitable d'associer les présents résultats aux travaux qui ont porté sur l'effet des facteurs environnementaux (température, irradiation, ...). Des développements expérimentaux devraient être envisagés afin de réaliser des essais à haute température ainsi que sur des essais sur des éprouvettes tubulaires similaires au gainage du combustible. Eu égard aux chutes sévères de propriétés thermiques dont ce mémoire fait état, il est incontournable de maîtriser la dépendance de la conductivité thermique à l'endommagement mécanique.

---

4. Cette approche s'inspire du modèle *Discret Micro Damage* développé au LCTS par G. Couegnat



# Bibliographie

- A. Angström. Bestimmung der warme leitung durch periodische temperaturanderung. *Annalen der Physikund Chemie*, 114 :513–530, 1861.
- X. Aubard. *Modélisation et identification du comportement mécanique des matériaux composites 2D SiC/SiC*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 1992.
- J. Auriault. Heterogeneous medium. is an equivalent macroscopic description possible? *Int. J. Engen. Sci.*, 29 :785–795, 1991.
- J. Aveston, G. Cooper, and A. Kelly. Single and multiple fracture. In *The Properties of Fiber Fiber Composites Conference Proceedings of The National Physical Laboratory, IPC Science and Technology Press*, Surrey, England, 1971.
- D. Balageas, A. Déom, and D. Boscher. Characterization and nondestructive testing of carbon-epoxy composites by a pulsed photothermal method. *Materials Evaluation*, 45 :456–465, 1987.
- M. Bamford. *Méthode flash et thermographie infrarouge pour la cartographie de propriétés thermophysiques : application à la caractérisation en thermomécanique*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2007.
- M. Bamford, J. Lamon, and C. Colin. Caractérisation thermomécanique de composites céramiques 2d à renfort textile hi-nicalon-s/pyc/sic : relations avec la microstructure. Rapport interne, LCTS, 2008.
- N. Bansall, editor. *Handbook of Ceramic Composites*. Kluwer Academic Publishers, 2005.
- J. Batsale, J. Battaglia, and O. Fudym. Autoregressive algorithms and spatially random flash excitation for 2d non destructive evaluation with infrared cameras. *Quantitative Infra Red Thermography*, 1 :5–20, 2004.
- J. Beck. Inverse problems in engineering/theory and practice. In *Am. Soc. Mech. Eng.*, New-York (USA), 1998.
- M. Ben-Amoz. Heat conduction theory for composite materials. *Journal of applied mathematics and physics.*, 27 :335–345, 1976.
- B. Berthel, A. Chrysochoos, B. Wattrisse, and A. Galtier. Infrared image processing for the calorimetric analysis of fatigue phenomena. *Exp. Mech.*, 48 :79–90, 2008.
- S. Bertrand, C. Droillard, R. Pailler, X. Bourrat, and R. Naslain. Tem structure of (pyc/sic)<sub>n</sub> multi-layered interphases in sic/sic composites). *Journal of the European Cearmic Society*, 20 :1–13, 2000.

- S. Bertrand, R. Pailler, and J. Lamon. Sic/sic minicomposites with nanoscale multilayered fibre coatings. *Composites Science and Technology*, 61 :362–367, 2001.
- H. Bhatt, K. Donaldson, D. Hasselman, and R. Bhatt. Role of the interfacial thermal barrier in the effective thermal diffusivity/conductivity of sic-fiber-reinforced reaction-bonded silicon nitride. *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 :312–316, 1990.
- R. Bhatt, S. Choi, L. Cosgriff, D. Fox, and K. Lee. Impact resistance of environmental barrier coated sic/sic composites. *Materials Science and Engineering A*, 476 :8–19, 2008.
- D. Bigaud and P. Hamelin. From geometrical description to mechanical prediction - application to woven fabric composites. *Sci. Eng. Comp. Mat.*, 7 :291–298, 1998.
- D. Bigaud, J. Goyh n che, and P. Hamelin. A global-local non linear modelling of effective thermal conductivity tensor of textile-reinforced composites. *Composites Part A*, 32 :1443–1453, 2001.
- J. Blumm and J. Opfermann. Improvement of the mathematical modeling of flash measurements. *High Temp. - High Press.*, 34 :515–521, 2002.
- G. Boitier, S. Darzens, and J.-L. Chermant. Microstructural investigation of interfaces in cmcs. *Composite : Part A*, 33 :1467–1470, 2002.
- A. Brusson. Caract risation de composites sic/sic pour utilisation dans les r acteurs nucl aires du futur. Rapport de stage, Universit  de Technologie Compi gne, 2006.
- J. Cabrero. *Am lioration des propri t s thermiques de matrice - effet de l'irradiation*. Th se de doctorat, Universit  Bordeaux I, 2009.
- V. Calard. *Approches statistiques-probabilistes du comportement m canique des composites   matrice c ramique*. Th se de doctorat, Universit  de Bordeaux, 1998.
- V. Calard and J. Lamon. Failure of fiber bundles. *Composites Science and Technology*, 64 :701–710, 2004.
- H. Cao, E. Bischoff, O. Sbaizero, M. Ruhle, A. Evans, D. Marshall, and J. Brennan. Effect of interfaces on the properties of fiber-reinforced ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 :1691–1699, 1990.
- J. Cape and G. Lehman. Temperature and finite pulse-time effects in the flash method for measuring thermal diffusivity. *J. Appl. Phys.*, 34 :1909–1913, 1963.
- P. Carr re. *Comportement thermom canique d'un composite de type SiC/SiC*. Th se de doctorat, Universit  de Bordeaux, 1996.
- J. Champoussin. D termination simultan e des caract ristiques thermocin tiques des solides par une m thode de r gime variable. *Int. J. Heat Mass Transfer*, 15 :1407–1418, 1972.
- L. Chen and D. Clarke. A numerical solution based parameter estimation method for flash thermal diffusivity measurements. *Computational Materials Science*, 45 :342–348, 2009.
- R. Christensen. *Mechanics of composite materials*, chapter p320f. Wiley, 1979.
- F. Christin. *Les composites carbon-carbone-carbure de silicium : une nouvelle famille de mat riaux destin s   des applications   haute temp rature*. Th se de doctorat, Universit  de Bordeaux, 1979.

- A. Chrysochoos, J.-C. Chezeaux, and H. Caumon. Analyse thermomécanique des lois de comportement par thermographie infrarouge. *Revue Phys. Appl.*, 24 :215–225, 1989.
- A. Chrysochoos, B. Berthel, F. Latourte, S. Pagano, B. Wattrisse, and B. Weber. Local energy approach to fatigue of steel. *Strain*, 44 :327–334, 2008.
- A. Chrysochoos, V. Huon, F. Jourdan, J. Muracciole, R. Peyroux, and B. Wattrisse. Use of full-field digital image correlation and infrared thermography measurements for the thermomechanical analysis of material behaviour. *Strain*, 46 :117–130, 2010.
- B. Clauß. *Ceramic Matrix Composites : Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*, chapter Fibers for Ceramic Matrix Composites, pages 1–19. WILEY-VCH, 2008.
- L. Clerjaud. *Méthode d'hétérodynage pour la caractérisation de propriétés thermophysiques par thermographie infrarouge dans une large gamme spatiale et temporelle*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2010.
- A. Coradi, E. Martin, O. Caty, G. Couégnat, and A. Mouret. Approche multiéchelle en vue du composite numérique. Rapport interne, LCTS, 2010.
- G. Couégnat. *Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux, 2008.
- R. Cowan. Pulse method of measuring thermal diffusivity at high temperatures. *J. Appl. Phys.*, 34 : 926–927, 1963.
- H. Cox. The elasticity and strength of paper and other fibrous materials. *Br. J. Appl. Phys.*, page 3 :72, 1952.
- A. Dasgupta, R. Agarwal, and S. Bhandarkar. Three-dimensional modeling of woven-fabric composites for effective thermo-mechanical and thermal properties. *Composites Science and Technology*, 56 :209–223, 1996.
- A. Degiovanni. Diffusivité et méthode flash. *Rev. Gen. Therm.*, 185 :417, 1977.
- A. Degiovanni. Conductivité et diffusivité thermique des solides. *Techniques de l'ingénieur*, R 2(850) :1–15, 1994.
- A. Degiovanni and M. Laurent. Une nouvelle technique d'identification de la diffusivité thermique pour la méthode "flash". *Rev. Phys. Appl.*, 21 :229–237, 1986.
- P. Del Puglia, M. Sheikh, and D. Hayhurst. Modelling the degradation of thermal transport in a cmc material due to three different classes of porosity. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 12 :357–372, 2004.
- D. Demange, P. Beauchène, M. Bejet, and R. Casulleras. Mesure simultanée de la diffusivité thermique selon les deux directions principales d'un matériau. *Rev. Gén. Therm.*, 36 :755–770, 1997.
- J. Dhôte. Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique. Rapport de stage de fin d'étude, ISAE Toulouse, 2010.

- S. Dong, G. Chollon, C. Labrugère, M. Lahaye, A. Guette, J. Bruneel, M. Couzi, R. Naslain, and D. Jiang. Characterization of nearly stoichiometric sic ceramic fibers. *J. Mat. Sci.*, 36 :2371–2381, 2001.
- P. Dumaz, P. Allègre, C. Bassi, T. Cadiou, A. Conti, J. Garnier, J. Malo, and A. Tosello. Gas-cooled fast reactors - status of cea preliminary design studies. *Nuclear Engineering and Design*, 245 : 1618–1627, 2007.
- A. Evans, J. Davis, and F. Zok. The role of interfaces in fiber-reinforced brittle matrix composites. *Compos. Sci. Technol.*, 42 :3, 1991.
- J. Farooki and M. Sheikh. Finite element modelling of thermal transport in ceramic matrix composites. *Computational Materials Science*, 37 :361–373, 2006.
- P. Forio. *Comportement thermomécanique et durée de vie d'un composite SiC/SiC à matrice séquencée et autocicatrisante*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2000.
- W. Gauthier. *Rupture différée en fatigue statique, aux températures intermédiaires, de fils et de fibres à base de carbure de silicium*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux, 2007.
- M. Genet. *Vers un Matériau Virtuel pour les Composites Céramiques*. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2010.
- P. Germain and P. Muller. *Introduction à la mécanique des milieux continus*. Masson edition, 1980.
- J. Gerstenmayer and C. Thiery. Tomographie à rayons x. *Techniques de l'ingénieur*, P950, 2002.
- J. Goyénèche, G. Vignoles, and O. Coindreau. Modélisation thermique des composites thermostructuraux. In *Congrès Français de Thermique - SFT*, Presqu'île de Giens, France, 2004.
- T. Gries, J. Stüve, and T. Grundmann. *Ceramic Matrix Composites : Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*, chapter Textile Reinforcement Structures, pages 21–45. WILEY-VCH, 2008.
- L. Guillaumat. *Microfissuration des CMC : relation avec la microstructure et le comportement mécanique*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 1994.
- L. Guillaumat and J. Lamon. Multifissuration de composites sic/sic. In J. C. et G. Fantozzi, editor, *Microstructure, comportements thermomécaniques et modélisation des composites céramique-céramique à fibre*, volume 3, pages 159–171. 1993.
- L. Guillaumat and J. Lamon. Fracture statistics applied to modelling the non-linear stress-strain behavior in microcomposites :influence of interfacial parameters. *International Journal of Fracture*, 82 :297–316, 1996a.
- L. Guillaumat and J. Lamon. Probabilistic-statistical simulation of the non-linear mechanical behavior of a woven sic/sic composite. *Composites Science and Technology*, 56 :803–808, 1996b.
- D. Hasselman and L. Johnson. Effective thermal conductivity of composites with interfacial thermal barrier resistance. *J. Comp. Mater.*, 21 :508–514, 1989.
- D. Hasselman, A. Venkateswaran, and H. Tawil. Role of interfacial debonding and matrix cracking in the effective thermal diffusivity of alumina-fiber-reinforced chemical-vapor-infiltrated silicon carbide matrix composites. *J. Am. Ceram. Soc.*, 74 :1631–1634, 1991a.

- D. Hasselman, A. Venkateswaran, and H. Tawil. Role of interfacial debonding and matrix cracking in the effective thermal diffusivity of sic-fibre-reinforced chemical vapour deposited sic matrix composites. *Journal of Materials Science Letters*, 10 :1037–1042, 1991b.
- B. Hay, J. Flitz, and J. Batsale. Mesure de diffusivité thermique par méthode flash. *Techniques de l'ingénieur*, R 2(955) :1–12, 2004.
- B. Heidenreich. *Ceramic Matrix Composites : Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*, chapter Melt Infiltration Process, pages 113–137. WILEY-VCH, 2008.
- F. Hild, A. Burr, and F. Leckie. Matrix cracking and debonding of ceramic-matrix-composites. *International Journal of Solids and Structures*, 33 :1209–1220, 1996.
- J. Hladik. *Métrologie des propriétés thermophysiques des matériaux*. Masson edition, 1990.
- J. Hutchinson and H. Jensen. Models of fiber debonding and pull-out in brittle composites with friction. *Mech. Mater.*, 9 :139, 1990.
- B. James, G. Wostenholm, G. Kenn, and S. McIvor. Prediction and measurement of the thermal conductivity of composite materials. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 20 :261–268, 1987.
- P. Jero and R. Kerans. The contribution of interfacial roughness to sliding friction of ceramic fibers in a glass matrix. *Scr. Metall. Mater.*, 24 :2315, 1990.
- R. Jones, D. Steiner, H. Heinisch, G. Newsome, and H. Kerch. Radiation resistant ceramic matrix composites. *Journal of Nuclear Materials*, 245 :87–107, 1997.
- A. Kaviani-pour and J. Beck. Thermal property estimation utilizing the laplace transform with application to asphaltic pavement. *Int. J. Heat Mass Transfer*, 20 :259–267, 1977.
- R. Kerans, R. Hay, N. Pagano, and T. Parthasarthy. The role of the fiber-matrix interface in ceramic composites. *J. Am. Ceram. Soc.*, 68 :429, 1989.
- R. King. A method of measuring heat conductivities. *Physical Review*, 6 :437–445, 1915.
- J. Klett, V. Ervin, and D. Edie. Finite-element modeling of heat transfer in carbon/carbon composites. *Composites Science and Technology*, 59 :593–607, 1999.
- R. Kotil, J. Holmes, and M. Comninou. Origins of hysteresis observed during fatigue of ceramics matrix composites. *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 :1879, 1990.
- J. Krapez, L. Spagnolo, M. Frieb, H. Maier, and F. Netter. Measurement of in-plane diffusivity in non homogeneous slabs by applying flash thermography. *International Journal of Thermal Sciences*, 43 :967–977, 2004.
- A. Laforet. *Rupture différée en fatigue statique, aux très hautes températures (800°C-1300°C) des fils Hi-Nicalon, des composites Hi-Nicalon PyC/SiC et des composites Hi-Nicalon PyC/B4C*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2009.
- J. Lamon. Micromechanics-based approach to the mechanical behavior of brittle matrix composites. *Composites Science and Technology*, 61 :2259–2272, 2002.

- J. Lamon. *Chemical Vapor Infiltrated SiC/SiC Composites (CVI SiC/SiC) - Handbook of Ceramic Composites*, pages 55–76. Kluwer Academic Publishers, 2005.
- J. Lamon. *Ceramic Matrix Composites : Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*, chapter Interfaces and Interphases, pages 49–68. WILEY-VCH, 2008.
- J. Lamon. Stochastic approach to multiple cracking in composite systems based on the extreme value theory. *Composites Science and Technology*, 69 :1607–1614, 2009.
- J. Lamon. Stochastic models of fragmentation of brittle fibers or matrix in composites. *Composites Science and Technology*, 70 :743–751, 2010.
- J. Lamon, N. Lissart, C. Rechigniac, D. Roach, and J. Jouin. Micromechanical and statistical approach to the behavior of cmc's. In *Composites and Advanced Ceramics - Proceedings of the 17th Annual Conference and Exposition - Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Cocoa Beach(Florida) - USA, 1993.
- J. Lamon, F. Rebillat, and A. Evans. Microcomposite test procedure for evaluating the interface properties of ceramic matrix composites. *J. Am. Ceram. Soc.*, 78 :401–405, 1995.
- J. Lamon, B. Thommeret, and C. Percevault. Probabilistic-statistical approach to the matrix damage and stress-strain behavior of 2d woven sic/sic ceramic matrix composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 18 :1797–1808, 1998.
- K. Larson and K. Koyama. Correction for finite- pulse-time effects in very thin samples using the flash method of measuring thermal diffusivity. *J. Appl. Phys.*, 38 :465–474, 1967.
- J. Lemaitre and J. Chaboche. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod edition, 1985.
- M. Leuchs. *Ceramic Matrix Composites : Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*, chapter Chemical Vapor Infiltration Processes for Ceramic Matrix Composites : Manufacturing, Properties, Applications, pages 141–161. WILEY-VCH, 2008.
- N. Lissart and J. Lamon. Damage and failure in ceramic matrix minicomposites : experimental study and model. *Acta mater.*, 45 :1025–1044, 1997.
- S. Lomov, A. Gusakov, G. Huysmans, a. Prodromou, and I. Verpoest. Textile geometry preprocessor for meso-mechanical models of woven composites. *Composites Science and Technology*, 60 : 2083–2095, 2000.
- C. Lorrette. *Outils de caractérisation thermophysique et modèles numériques pour les composites thermostructuraux à haute température*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux, 2006.
- O. Loseille. *Prévision de la durée de vie des composites à matrice céramique auto cicatrisante, en fatigue statique, à haute température*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux, 2010.
- T. Lu and J. Hutchinson. Effect of matrix cracking on the overall thermal conductivity of fibre-reinforced composites. *Jour. Phil. Trans. of the Roy. Soc.*, 351 :595–610, 1995.
- T. Mackin and P. Warren. The effects of fiber roughness on interface sliding properties. *Acta Metall. Mater.*, 40 :1251, 1992.

- K. Maglic and N. Milosevic. Thermal diffusivity measurements of thermographite. *International Journal of Thermophysics*, 25 :237–247, 2004.
- D. Maillet, J. Batsale, A. Bendada, and A. Degiovanni. Integral methods and non-destructive testing through stimulated infrared thermography. *Rev. Gen. Therm.*, 35 :5–13, 1996.
- D. Maillet, S. André, J. Batsale, A. Degiovanni, and C. Moyne. *Thermal Quadrupoles : Solving the Heat Equation through Integral Transforms*. Wiley edition, 2000.
- A. Markworth. The transverse thermal conductivity of a unidirectional fibre composite with fibre-matrix debonding : a calculation based on effective-medium theory. *Journal of Materials Science Letters*, 12 :1487–1489, 1993.
- D. Marshall. Analysis of fiber debonding and sliding experiments in brittle matrix composites. *Acta Metall. Mater.*, 40 :427, 1992.
- D. Marshall, M. Shaw, and W. Morris. Measurement of interfacial debonding and sliding resistance in fiber reinforced intermetallics. *Acta Metall. Mater.*, 40 :443, 1992.
- M. Meyer, R. Fielding, and J. Gan. Fuel development for gas-cooled fast reactors. *Journal of Nuclear Materials*, 371 :281–287, 2007.
- J.-C. Michel, H. Moulinec, and P. Suquet. Composites à microstructure périodique. In M. Bornert, T. Bretheau, and P. Gilormini, editors, *Homogénéisation en mécanique de matériaux 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*, pages 95–132. Hermès, 2001.
- G. Motz, S. Schmidt, and S. Beyer. *Ceramic Matrix Composites : Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*, chapter The PIP-process : Precursor Properties and Applications, pages 165–184. WILEY-VCH, 2008.
- D. Mourand and J. Batsale. Sequential method for thermal diffusivities discrimination by infrared thermography. *High Temperatures - High Pressures*, 33 :127–134, 2001.
- D. Mourand, J. Gounot, and J. Batsale. New sequential method to process noisy temperature response from flash experiment measured by infrared camera. *Review of Scientific Instruments*, 69 : 1437–1440, 1998.
- R. Naslain. The design of the fibre-matrix interfacial zone in ceramic matrix composites. *Composites Part A*, 29 :1145–1155, 1998.
- R. Naslain, J. Lamon, R. Pailler, X. Bourrat, A. Guette, and F. Langlais. Micro/minicomposites : a useful approach to the design and development of non-oxide cmcs. *Composites : Part A*, 30 : 537–547, 1999.
- Q. Ning and T. Chou. A general analytical model for predicting the transverse effective thermal conductivities of woven fabric composites. *Composites Part A*, 29A :315–322, 1998.
- F. Pailler. *Prévision de la durée de vie à haute température et sous air de composites SiCf/Si-B-Cm*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2004.
- W. Parker, R. Jenkins, C. e. Butler, and G. Abbott. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. *J. Appl. Phys.*, 32 :1679–1684, 1961.

- L. Pawlowski and P. Fauchais. The least square method in the determination of thermal diffusivity using a flash method. *Revue Phys. Appl.*, 21 :83–86, 1986.
- I. Philippi, J. Batsale, D. Maillet, and A. Degiovanni. Measurement of thermal diffusivity through processing of infrared images. *Review of Scientific Instruments*, 66 :182–192, 1994.
- H. Pierson. *Handbook of refractory carbides and nitrides. Properties, characteristics, processing and application*. Noyes publications, New Jersey, USA, 1996.
- P. Pineau and J. Lamon. Approche micromécanique statistique probabiliste de la multifissuration transverse des fils d'un cmc tissé. In *Compte rendus des 16ème Journées Nationales sur les Composites JNC16*, Toulouse, France, 2009.
- C. Pradère. *Caractérisation thermique et thermomécanique de fibres de carbone et céramique à très haute température*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers - Centre de Bordeaux, 2004.
- P. Péres. *Analyse théorique et expérimentale du rôle des paramètres de microstructure sur le comportement des composites à matrice fragile*. Thèse de doctorat, Université de Lyon, 1988.
- T. Preston. *Theory of Heat*, page 627. Macmillan Company, London, fourth edition, 1929.
- N. Rajic. Principal component thermography for flaw contrast enhancement and flaw depth characterisation in composite structures. *Composites Structures*, 58 :521–528, 2002.
- B. Raychaudhuri. Experimental determination of effective thermal properties of composite solids. In C. Ho and R. Taylor, editors, *Proceedings of the eight Conference THERMAL CONDUCTIVITY*. Plenum Press, 1968.
- L. Rayleigh. On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium. *Philos. Mag.*, 34 :481–507, 1892.
- F. Rebillat, J. Lamon, and A. Guette. The concept of a strong interface applied to sic/sic composites with a bn interphase. *Acta mater.*, 48 :4609–4618, 2000.
- C. Sauder. Effet de l'irradiation sur le comportement des fibres de carbure de silicium. Rapport interne, LCTS, 2004.
- C. Starr. An improved method for the determination of thermal diffusivities. *Review of Scientific Instruments*, 8 :61–64, 1937.
- J. Sun. Evaluation of ceramic matrix composites by thermal diffusivity imaging. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 4 :75–87, 2007.
- J. Sun. Thermal tomographic imaging for nondestructive evaluation of ceramic composite materials. In *34th International Conference on Advanced Ceramics and Composites*, Cocoa Beach (Florida), USA, 2010.
- A. Taylor and R. Donaldson. Thermal diffusivity measurement by a radial heat flow method. *J. Appl. Phys.*, 46 :4584–4589, 1975.
- R. Taylor and L. Clark. Finite pulse time effect in flash diffusivity method. *High Temp. - High Press.*, 6 :65–72, 1974.

- W. Thomson. On the thermoelastic and thermomagnetic properties of matter. *Trans. R. Soc.*, 20 : 57–77, 1853.
- M. Tomadakis and S. Sotirchos. Transport through random arrays of conductive cylinders dispersed in a conductive matrix. *J. Chem. Phys.*, 104 :6893–6900, 1996.
- B. Tomkova, M. Sejnoha, J. Novak, and J. Zeman. Evaluation of effective thermal conductivities of porous textile composites. *International Journal for Multiscale Computational Engineering*, 2 : 153–167, 2008.
- W. Weibull. A statistical distribution of wide applicability. *Journal of applied mechanics*, pages 293–297, 1951.
- R. Yamada, N. Igawa, T. Taguchi, and S. Jitsukawa. Highly thermal conductive, sintered sic fiber-reinforced 3d-sic/sic composites : experiments and finite-element analysis of the thermal diffusivity/conductivity. *Journal of Nuclear Materials*, 307 :1215–1220, 2002.
- R. Yilmaz. Thermal diffusivity measurement of sic fibre reinforced bmas glass ceramic composites exposed mechanical damage. *Journal of the European Ceramic Society*, 27 :1223–1228, 2007.
- G. Youngblood, D. Senior, R. Jones, and S. Graham. The transverse thermal conductivity of 2d-sic/sic composites. *Composites Science and Technology*, 62 :1127–1139, 2002a.
- G. Youngblood, D. Senior, R. Jones, and W. Kowbel. Optimizing the transverse thermal conductivity of 2d-sicf/sic composites, ii. experimental. *Journal of Nuclear Materials*, 307-311 :1120–1125, 2002b.
- S. Zinkle and J. Busby. Structural materials for fission and fusion energy. *Materials today*, 12 :12–19, 2009.

## **Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multiéchelle.**

Le travail exposé dans ce mémoire propose un examen, selon une approche multiéchelle, de la relation entre l'évolution de l'endommagement et la perte de conductibilité thermique de Composites à Matrice Céramique. Les recherches sont menées à la fois sur le plan expérimental et sur le plan théorique. La démarche mise en oeuvre consiste à examiner deux échelles significatives (*Micro* et *Meso*) auxquelles agissent des mécanismes d'endommagement différents et à évaluer par des techniques d'homogénéisation l'effet sur les propriétés thermiques effectives.

Une attention particulière a été donnée à l'élaboration d'une démarche expérimentale approfondie associant des moyens de caractérisation mécanique, thermique et microstructurale. Aux deux échelles étudiées, un banc expérimental a été conçu pour réaliser des mesures thermiques sur des CMC sollicités mécaniquement. La diffusivité thermique longitudinale du minicomposite est estimée par thermographie à détection synchrone. Des variantes de la méthode flash en face arrière sont mises en oeuvre pour l'étude du composite tissé. Par ailleurs, la progression de l'endommagement est déduite de l'enregistrement des signaux acoustiques et d'observations microstructurales *post-mortem*. Les résultats expérimentaux sont systématiquement comparés à des simulations. A l'échelle *Micro*, un modèle micromécanique est proposé afin de simuler la perte de conductivité thermique d'un minicomposite en traction. A l'échelle *Meso*, une stratégie multiéchelle de calcul numérique de l'effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques d'un CMC tissé est présentée.

**Mots-clés** : Composite à matrice céramique ; Endommagement ; Diffusivité thermique ; Approche multiéchelle .

---

## **Effect of mechanical damage on the thermal properties of ceramic matrix composites : a multiscale approach.**

In this work the relationship between the evolution of damage and the loss of thermal properties of Ceramic Matrix Composites is investigated by a multiscale approach. Research are conducted both experimentally and theoretically. The implemented approach is to consider two significant scales (*micro* and *meso*) where different damage mechanisms are operating and then assess the effect on the effective thermal properties by homogenization techniques.

Particular attention has been given to the development of a thorough experimental work combining various characterization tools (mechanical, thermal and microstructural). At the two aforementioned scales, an experimental setup was designed to perform thermal measurements on CMC under tensile test. Thermal diffusivity of minicomposites is estimated using Lock-in thermography. Also, transverse diffusivity mapping as well as global in-plane diffusivity of woven CMC are determined by suitable rear face flash methods. The evolution of damage is then derived from acoustic emission activity along with post mortem microstructural observations. Experimental results are systematically compared to simulations. At microscale, a micromechanical-based model is used to simulate the loss of thermal conductivity of a minicomposite under tensile test. At mesoscale, a multiscale Finite Element Model is proposed to compute the effect of damage on thermal properties of woven CMC.

**Keywords** : Ceramic matrix composite ; Damage ; Thermal diffusivity ; Multiscale approach.