



HAL
open science

Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D : approchemulti-échelle et évaluation ultrasonore

Edith Gripon

► **To cite this version:**

Edith Gripon. Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D : approchemulti-échelle et évaluation ultrasonore. Physique [physics]. Université Bordeaux 1, 2013. Français. NNT: . tel-03613106

HAL Id: tel-03613106

<https://hal.science/tel-03613106v1>

Submitted on 18 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 :

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1

École Doctorale des Sciences Physiques et de l'Ingénieur

par

Edith GRIPPON

Ingénieur de l'École ENSEIRB-MATMECA

pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité : Mécanique et ingénierie

Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D : approche multi-échelle et évaluation ultrasonore

Soutenue le 15 novembre 2013

Après avis de :

MM.	GERARD BERNHART	Professeur	Rapporteur
	PASCAL REYNAUD	Professeur	Rapporteur

Devant la commission d'examen formée de :

MM.	OLIVIER ALLIX	Professeur à l'ENS Cachan	Président du jury
	GERARD BERNHART	Professeur à l'ENS des Mines d'Albi-Carmaux	Rapporteur
	PASCAL REYNAUD	Professeur	Rapporteur
	FLORENT BOUILLON	Ingénieur Herackles	Examineur
	JEAN-FRANÇOIS MAIRE	ONERA	Examineur
	STÉPHANE BASTE	Professeur à Université Bordeaux 1	Directeur de thèse
	ÉRIC MARTIN	Professeur à l'Institut Polytechnique de Bordeaux	Directeur de thèse
	CHRISTOPHE ARISTÉGUI	Professeur à Université Bordeaux 1	Co-encadrant

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire des Composites Thermostructuraux et de L'Institut de Mécanique et d'ingénierie de l'Université de Bordeaux 1 en collaboration avec Herakles du groupe SAFRAN.

Je tiens à remercier les directeurs de ces deux laboratoires au sein desquelles j'ai été accueillie : Monsieur le Professeur **Éric Arquis** de LI2M et Monsieur le Professeur **Francis Teyssandier** du LCTS.

Je tiens à adresser tout d'abord mes plus sincères remerciements à mes trois directeurs de thèse, Messieurs **Stéphane Baste**, Professeur à l'Université de Bordeaux, **Éric Martin**, Professeur à l'Institut Polytechnique de Bordeaux, et **Christophe Aristégui**, Professeur à l'Université de Bordeaux. Je leur suis très reconnaissant de m'avoir proposé ce sujet de recherche, particulièrement riche et complet. Ils m'ont toujours accordé leur confiance respective et m'ont laissé une grande liberté quant au déroulement et à l'organisation de mes recherches. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

J'ai été particulièrement sensible à l'intérêt que Messieurs **Gérard Bernhart**, Professeur à l'ENS des Mines d'Albi, et **Pascal Reynaud**, Professeur à l'INSA de Lion ont porté à mon travail en me faisant l'honneur de le juger en tant que rapporteurs. Je suis également très reconnaissant envers Monsieur **Olivier Allix**, Professeur à l'ENS Cachan, d'avoir accepté de présider mon jury de thèse, et envers Messieurs **Florent Bouillon**, Ingénieur à Herakles, **Jean-François Maire**, Ingénieur de Recherche à l'ONERA Châtillon, d'avoir accepté d'examiner mon travail.

Ce travail a été réalisé dans le cadre d'une Bourse DI, financé par la région Aquitaine. Que les différents partenaires impliqués dans ce projet, et notamment Herackles, soient ici remerciés.

Je tiens particulièrement à remercier Monsieur **Guillaume Couégnat**, Ingénieur de recherche au CNRS, pour son investissement et Monsieur **Jean-Marie Morvan** pour son expertise dans la partie expérimentale de ce travail.

Je voudrais également saluer l'ensemble des membres de LI2M et du LCTS, permanents et thésards qui se sont succédés durant ces trois années. Je n'essaierai pas d'en dresser une liste plus ou moins exhaustive, mais je remercie amicalement tous ceux qui m'ont accompagné durant cette aventure.

Enfin, j'aimerais adresser une pensée à mes amis et à ma famille, les remercier de m'avoir soutenu et de m'avoir permis d'arriver là où j'en suis aujourd'hui. Merci.

Table des matières

Introduction	1
1 Comportement mécanique et endommagement des matériaux SiC/SiC 3D tissés	5
1.1 Composite à matrice céramique : application, intérêt, particularité et microstructure	6
1.2 Comportement macroscopique sous sollicitation mécanique	10
1.3 Autres essais de caractérisation	15
2 Détermination ultrasonore du tenseur de rigidité	19
2.1 Identification du tenseur de rigidité par méthode ultrasonore	20
2.2 Motivation et choix d'un algorithme d'optimisation adapté au CMC SiC/SiC tissé 3D	28
2.3 Validation de l'algorithme d'optimisation à partir de vitesses simulées	35
2.4 Caractérisation expérimentale du CMC SiC/SiC tissé 3D	42
3 Variation du tenseur de rigidité induite par l'endommagement	47
3.1 Banc de caractérisation ultrasonore de l'endommagement	48
3.2 Traction monotone	51
3.3 Traction cyclée	69
4 Analyse de la microfissuration du SiC/SiC tissé 3D et recherche du comportement moyen	81
4.1 Micrographie sous sollicitation de traction	82
4.2 Corrélation entre densité de microfissuration et variation du tenseur de rigidité	91
5 Approche multi-échelle du comportement mécanique du SiC/SiC tissé 3D	99
5.1 Vers une approche micromécanique	100
5.2 Modélisation multi-échelle du comportement élastique du SiC/SiC tissé 3D	102
5.3 Modélisation multi-échelle de l'endommagement du SiC/SiC tissé 3D	115
5.4 Développement et autres applications de l'approche multi-échelle	125
Conclusion	129
Bibliographie	139

Table des figures

1	Cône central d'éjection en CMC testé en 2012 sur CFM56 en vol	1
2	Avion de combat Rafale équipé de ses volets en composite à matrice céramique	1
3	Représentation schématique des courbes contrainte-déformation en traction	2
1.1	Schéma de principe d'un turbo-réacteur à double flux.	6
1.2	Forme et profil d'une aube de turbine.	7
1.3	Les différentes échelles d'un matériau composite textile	7
1.4	Exemple de préforme tridimensionnelle avec le plan de tissage associé.	8
1.5	Orientation des échantillons de l'étude microscopique.	8
1.6	Coupe transverse représentant la microstructure du composite SiC/SiC 3D	9
1.7	Matrice inter-fils	9
1.8	Schéma de principe du comportement élastique endommageable d'un composite SiC/SiC.	10
1.9	Courbe contrainte-déformation typique du comportement en traction d'un SiC/SiC.	11
1.10	Courbe contrainte-déformation pour un essai de traction avec paliers de charge	12
1.11	Courbe contrainte-déformation cyclée	13
1.12	Boucle d'hystérésis	13
1.13	Modèle d'interprétation des boucles d'hystérésis	14
1.14	Repère lié à l'éprouvette et identification des composantes du tenseur de rigidité	16
2.1	Génération de trois modes dans une éprouvette à faces parallèles immergée.	23
2.2	Plans d'auscultation définis par l'angle azimutal ψ	23
2.3	Signaux réels et transformée de Hilbert	24
2.4	Représentation des vitesses accessibles expérimentalement	25
2.5	Signaux	27
2.6	Comparaison des signaux temporels normés et de leurs spectres fréquentiels	29
2.7	Vitesses et amplitudes	30
2.8	Interpolation linéaire	32
2.9	Principe de l'algorithme génétique.	33
2.10	Valeur de la variable t ayant la probabilité α d'être dépassée en module.	35
2.11	Vitesses de phase	36
2.12	Vitesses déterminées en prenant comme différentes références	44
3.1	Banc de caractérisation ultrasonore sous charge	48
3.2	Courbe contrainte-déformation en traction avec paliers	49
3.3	Pentes de la courbe contrainte-déformation enregistrées pendant les paliers	49
3.4	Courbe contrainte-déformation et déformation au cours du temps des paliers de contrainte constante	50

3.5	Courbes contrainte-déformation des éprouvettes sollicitées en traction et caractérisées par ultrason	52
3.6	Réseaux de fissuration perpendiculaires aux directions principales de l'éprouvette	53
3.7	Signification physique des composantes du tenseur de rigidité	53
3.8	Éprouvette 1 : vitesses de propagation en fonction de l'angle réfracté	54
3.9	Éprouvette 1 : variation des rigidités en fonction de la contrainte appliquée	56
3.10	Éprouvette 2 : vitesses de propagation en fonction de l'angle réfracté	57
3.11	Éprouvette 2 : variation des rigidités en fonction de la contrainte appliquée	58
3.12	Comportement "typique" du composite SiC/SiC 3D	59
3.13	Faciès de rupture	60
3.14	Éprouvette 3-1 et éprouvette 3-2 : vitesses de propagation en fonction de l'angle réfracté	61
3.15	Éprouvette 3-1 et éprouvette 3-2 : variation des rigidités en fonction de la contrainte	63
3.16	Superposition des variations des composantes du tenseur de rigidité "atypique" et "typique"	64
3.17	Variation des souplesses de l'éprouvette 1 en fonction de la contrainte appliquée	65
3.18	Courbes contrainte-déformation de l'éprouvette 1 sollicitée en traction et caractérisée par ultrason	66
3.19	Évolution de l'ouverture totale comparée à l'allongement global de la zone d'observation	67
3.20	Courbes contrainte-déformation transversale d'éprouvettes sollicitée en traction	68
3.21	Courbe de chargement en fonction du temps	70
3.22	Courbe contrainte-déformation d'un essai de traction cyclée	70
3.23	Courbe contrainte-déformation de l'éprouvette 4	72
3.24	Éprouvette 4 : vitesses de propagation pour différents états de contrainte	73
3.25	Éprouvette 4 : variation des rigidités pour différents états de contrainte	74
3.26	Éprouvette 4 : vitesses de propagation au cours du premier cycle	76
3.27	Éprouvette 4 : variation des rigidités en fonction de la contrainte appliquée au cours des cycles	77
3.28	Courbes contrainte-déformation de l'éprouvette 4 sollicitée en traction cyclée	78
4.1	Courbe contrainte-déformation cyclée obtenue au cours de l'essai de caractérisation <i>in situ</i>	82
4.2	Fissuration de la matrice multi-séquencée	83
4.3	Fissuration de la matrice infiltrée par voie liquide	83
4.4	Suivi de l'endommagement au sein de la matrice inter-fils	84
4.5	Fissuration de la matrice intra-fils	85
4.6	Suivi de l'endommagement au sein des fils transversaux	85
4.7	Fissuration de la matrice intra-fils longitudinaux	86
4.8	Observation de la fissuration matriciel au sein d'un fil longitudinal	86
4.9	Suivi de l'endommagement au sein des fils longitudinaux	87
4.10	Faciès de rupture	88
4.11	Localisation et séquence de fissurations	89
4.12	Suivi de l'endommagement au sein du composite SiC/SiC 3D	89
4.13	Séquence d'ouverture de fissure	89
4.14	Coupe dans l'épaisseur	90
4.15	Variation des rigidités identifiées normées en fonction de la contrainte de traction	92
4.16	Limites des quatre zones d'endommagement	93
4.17	Évolution des densités de fissuration en fonction de la déformation et contrainte normées	93
4.18	Variations des composantes du tenseur de rigidité en fonction de la densité de microfissures	94
4.19	Courbes contrainte-déformation de l'éprouvette 1 sollicitée en traction et caractérisée par ultrason	95
4.20	Nombre de fissures par <i>mm</i> et ouverture de fissures	96

4.21	Évolution des ouvertures de fissures moyennes	97
4.22	Évolution des ouvertures et de l'ouverture moyenne en fonction de l'effort	97
5.1	Couplage d'une approche multi-échelle et d'une approche macroscopiques	100
5.2	Approche multi-échelle itérative	101
5.3	Interphase représentée par une simple interface fibre matrice.	103
5.4	Matrice constituée de couches de SiC, B_4C , de Si-B-C et de blocs de matrice SiC	104
5.5	Modélisation de la fibre entourée de matrice	105
5.6	Fils sélectionnés au sein d'un échantillon de SiC/SiC tissé 3D.	107
5.7	Comparaison du fil "virtuel" et d'une micrographie	108
5.8	Influence de la répartition des fibres et de la porosité	109
5.9	Modélisation du composite SiC/SiC 3D	110
5.10	Zones d'application des conditions aux limites	111
5.11	Relation expérimentale et modélisation lors de l'approche multi-échelle.	112
5.12	Modélisation du composite SiC/SiC tissé 3D	114
5.13	Sensibilité des propriétés du tissage aux des propriétés de la matrice.	115
5.14	Relation densité de fissuration - tenseur de rigidité	117
5.15	Variations des composantes normalisées du tenseur de rigidité	118
5.16	Maillage mésoscopique	119
5.17	Variations du tenseur de rigidité en fonction de la densité de fissures au sein des fils transversaux	120
5.18	Variations du tenseur de rigidité en fonction de la densité de fissures de la matrice inter-fils	120
5.19	Maillage mésoscopique avec fissures transverses et décohésions au sein des fils transversaux	121
5.20	Cellule élémentaire d'un mini-composite	122
5.21	Variations du tenseur de rigidité en fonction de la densité de fissures au sein des fils longitudinaux	123
5.22	Variations du tenseur de rigidité en fonction de la densité de fissures inter-fils	124
5.23	Schéma des réseaux de fissuration.	124
5.24	Superposition des mesures expérimentales et des prédiction multi-échelle	125
5.25	Fissure plane au sein d'un toron	126
5.26	Introduction de fissures transverses avec zone de décohésion sur toute la longueur des fils transversaux	126
5.27	Dispersion matériau. PEUT ETRE SANS variation des décohésions.	127
5.28	Courbe contrainte-déformation en traction et illustrations des états d'endommagement associés	128
5.29	Schématisation des trois thèmes principaux du mémoire et de leur interaction.	129

Liste des tableaux

2.1	Tenseur de rigidité en fonction de la symétrie du matériau.	21
2.2	Mesures au contact pour une éprouvette dans les axes liés au matériau (figure 2.2).	26
2.3	Valeurs des rigidités d'un matériau de symétrie quadratique	38
2.4	Valeurs des rigidités d'un matériau de symétrie orthotrope	38
2.5	Valeurs des rigidités d'un matériau de symétrie monoclinique	38
2.6	Définition d'intervalles de contraintes associés à des mesures au contact erronées	40
2.7	Valeurs des rigidités identifiées dans un cas critique de définition de contraintes	40
2.8	Valeurs des rigidités pour une minimisation de type Newton-Raphson	41
2.9	Valeurs des rigidités en <i>GPa</i> obtenues par mesures au contact.	43
2.10	Valeurs des rigidités identifiées à des fréquences d'étude de 1 et 2.25 <i>MHz</i>	43
2.11	Valeurs des rigidités de la seconde éprouvette, pour des signaux de référence différents	44
2.12	Propriétés mécaniques issues de différentes méthodes de caractérisation.	46
3.1	Éprouvettes sollicitées en traction à 0°.	51
3.2	Caractéristiques des éprouvettes sollicitées en traction monotone à 0°.	52
3.3	Éprouvette sollicitée en traction cyclée à 0°.	69
3.4	Niveau de contrainte-déformation au cours de l'essai de traction cyclée à 0°.	70
3.5	Éprouvette sollicitée en traction cyclée à 0°.	71
3.6	Augmentation des déformations au cours des deux cycles de décharge-recharge	79
4.1	Éprouvette sollicitée en traction à 0° lors d'un essai <i>in situ</i>	82
4.2	Éprouvette sollicitée en traction à 0° lors d'un essai <i>in situ</i>	83
4.3	Confrontation du composite avec un mini-composite SiC/SiC avec interface PyC similaire.	87
5.1	Propriétés de fibres Nicalon	102
5.2	Propriétés retenues pour la fibre Nicalon 207.	103
5.3	Propriétés des constituants de la matrice à TA	104
5.4	Tenseur de rigidité pour une symétrie isotrope et isotrope transverse	105
5.5	Caractéristiques des mini-composites (composites unidirectionnels)	106
5.6	Fractions volumiques respectives des constituants d'un fil	107
5.7	Valeurs expérimentales des tenseurs de rigidité mesurés par ultrasons	111
5.8	Mode de recherche itératif des propriétés de la matrice	113
5.9	Tenseur de rigidité retenu pour la matrice.	113
5.10	Comparaison des propriétés mécaniques de trois fils virtuels	113
5.11	Propriétés du matériau expérimentale et virtuel	114

Introduction

Les matériaux composites thermostrostructuraux ouvrent des perspectives nouvelles aux motoristes et aux avionneurs. Les propriétés mécaniques et thermiques des composites à matrice céramique (CMC) permettent d'envisager leur emploi dans les parties chaudes des moteurs d'avions comme alternative aux solutions métalliques. Ces matériaux CMC plus légers autoriseraient des gains de masse de l'ordre de 30 à 50 % par rapport aux pièces métalliques qu'ils ont vocation à remplacer. Ces gains de poids réduiraient les coûts de transport (consommation et pollution) qui sont devenus des enjeux stratégiques et environnementaux majeurs.

Herakles (groupe SAFRAN) développe un composite tissé à fibre et matrice en Carbure de Silicium (SiC), permettant ce gain de masse et capables de résister à des températures allant de 1 000 à 1 500 °C. Ainsi, ces CMC sont particulièrement adaptés pour des pièces exposées à la chaleur des moteurs. Depuis quelques années ce nouveau type de matériau composite tissé, intéresse de plus en plus les industriels de l'aéronautique car, ils offrent aussi une meilleure tenue à l'impact en réduisant de manière significative le délaminage [Greenhalgh et Hiley (2002)]. De plus, ces matériaux permettent de réaliser des structures complexes en un nombre d'opérations limité réduisant ainsi les coûts de fabrication [Mouritz *et al.* (1999)].



FIGURE 1 – Cône central d'éjection en CMC testé en 2012 sur CFM56 en vol sur avion Airbus © Anne Jolivet / Equivox / Safran



FIGURE 2 – Avion de combat Rafale équipé de ses volets en composite à matrice céramique

« Comme toute technologie de rupture, celle-ci nécessite une vision à très long terme. Nous avons commencé à explorer la piste de l'aéronautique civile (figure 1) afin de pouvoir produire en série des pièces qui pourraient équiper la prochaine génération de moteurs LEAP, ainsi que les nouveaux moteurs que développera Safran à l'horizon 2020-2030 » explique le chef de programme "Échappement CMC" chez Herakles [Richard (2013)].

Contrairement au domaine militaire, où le nombre d'heures de vol des appareils est limité, les moteurs d'avions civils sont extrêmement sollicités. En plus d'une forte résistance aux très hautes températures, les pièces doivent pouvoir afficher une durée de vie de plusieurs dizaines d'années. « Pour les moteurs militaires, nous utilisons des matériaux thermostructuraux à base de fibres de carbone (figure 2). Ils ont cependant tendance à s'oxyder au cours du temps. Afin de répondre aux attentes du secteur de l'aéronautique civile, nous utilisons une fibre inoxydate en carbure de silicium. Nous avons également ajouté à ces matériaux une nouvelle spécificité : l'auto-réparation. Si des microfissures se forment dans la pièce, l'oxygène présent dans l'air va activer des molécules permettant à la pièce de s'auto-cicatriser en temps réel. Cette propriété est essentielle pour atteindre les 100 000 heures de fonctionnement requises par une pièce de moteur civil. »

Problématiques soulevées

L'ouverture des composites thermostructuraux au secteur civil emmène à deux problématiques principales : l'utilisation de nouveaux constituants (fibre et matrice) et de nouvelles méthodes d'élaboration (modes d'infiltration et chemin de tissage) dans le but de réduire les coûts de production et atteindre des durées de fonctionnement conséquentes.

L'association de matériaux fragile (SiC) conduit à des composites possédant des propriétés différentes de celles de chaque constituant. Il est théoriquement possible d'atteindre le matériau idéal pour une application donnée. Le comportement d'un composite est directement piloté par le choix de la composition des fibres, de la matrice, de l'interface fibre-matrice, de l'orientation et de la proportion des fibres par rapport à la charge (figure 3).

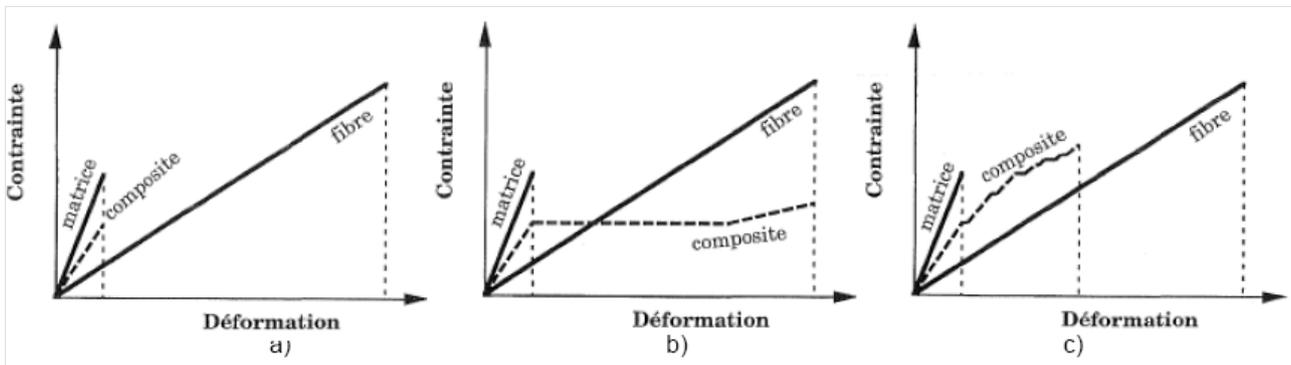


FIGURE 3 – Représentation schématique des courbes contrainte-déformation en traction de matériaux composites de type SiC/SiC à renfort unidirectionnel selon l'intensité du couplage fibre/matrice : a) forte ; b) faible ; c) intermédiaire.

Ainsi l'optimisation d'un composite répondant aux attentes d'une application industrielle (avion civil) est un véritable challenge scientifique et technique. Actuellement, cette optimisation du matériau vis-à-vis des critères de tenue mécanique est menée presque uniquement à l'aide d'essais. De plus, l'utilisation des matériaux CMC tissés reste encore limitée par le déficit de méthodes de dimensionnement appropriées. Le manque de confiance dans les modèles actuels conduit à de forts sur-dimensionnements, minimisant les gains de masse et conduisant à d'importants surcoûts expérimentaux de validation [Couégnat (2008)].

Ainsi, trois thèmes majeurs de recherche ont été identifiés pour ces nouveaux matériaux : la modélisation de leur comportement mécanique complexe, l'amélioration de la connaissance de leur comportement mécanique soumis à des sollicitations mécaniques variées, et l'élaboration d'un procédé à une conception optimisée numériquement [Tranquart (2012)].

Spécificité du composite étudié et stratégie d'étude

Parmi les nombreuses combinaisons fibres/matrices possibles en vue d'obtenir un matériau composite performant, nous étudierons ici un composite SiC/SiC tissé 3D issu d'un procédé de fabrication hybride voie gazeuse (CVI)- voie liquide (CVL). Celui-ci est constitué ainsi d'une matrice multi-séquencée [Si-B-C] et d'une matrice sous forme de blocs de carbure de silicium (SiC) renforçant toutes deux, un tissu guipex 3D de fibres SiC.

La microstructure de ce composite tissé est de nature multi-échelle. On distingue : l'échelle de la fibre d'un diamètre d'une dizaine de microns, l'échelle du fil formé d'un ensemble de fibres et l'échelle de la préforme résultant de l'entrelacement des différents fils. Comme la microstructure, l'endommagement est de nature multi-échelle, les mécanismes élémentaires se produisant aux différentes échelles d'observation.

Différentes descriptions du comportement des composites à matrice céramique ont été proposées. Deux principales familles de modélisation se distinguent selon les échelles considérées : micro ou macroscopique.

Dans le cas d'un comportement élastique endommageable, les modèles phénoménologiques (ou macroscopiques) [Maire et Lesne (1998) ; Camus (2000) ; Chaboche et Maire (2002)] sont basés sur la mécanique continue de l'endommagement dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles. Ils décrivent principalement le comportement moyen du matériau à l'échelle de l'élément de volume. La microfissuration, phénomène micromécanique, est traduite au niveau macromécanique par une variable interne. La définition de ces variables internes d'endommagement varie suivant les auteurs : elles s'expriment à partir soit des variations relatives des modules élastiques, soit de celles des modules de souplesse ou encore selon une formulation mixte. Néanmoins, le comportement macroscopique du matériau ainsi modélisé, ne rend pas compte des effets des hétérogénéités et des phénomènes d'endommagement à l'échelle locale. En outre, une procédure expérimentale est nécessaire pour identifier les paramètres qui régissent les cinétiques d'endommagement. Ce type de modèle est très efficace dans le domaine du calcul de structures mais se révèle pauvre en sens "physique" : le choix d'un milieu continu ne permet ni la compréhension des mécanismes de microfissuration complexes, ni l'établissement de relations de cause à effet propres au comportement des composites.

Les approches micromécaniques conduisent à décrire les phénomènes macroscopiques à partir de l'analyse des phénomènes microscopiques [Eshelby (1957)]. Les modèles micromécaniques complètent les modèles macroscopiques en tenant compte des hétérogénéités de contrainte à l'échelle microscopique [Axelsen (1995) ; Vaughan et McCarthy (2010)]. La microfissuration des CMC est souvent introduite par des approches probabilistes [Calard (1998) ; Pineau (2010)]. Les micro-défauts sont définis par leurs paramètres géométriques. Les propriétés du milieu continu endommagé équivalent sont déterminées par le biais d'un calcul numérique ou analytique. Cependant l'échelle de la microstructure apparaît mal adaptée à la modélisation du comportement global d'un matériau réel dans lequel les microfissures présentent une géométrie souvent complexe et tridimensionnelle.

Les approches purement macroscopiques [Chaboche (1992) ; Maire (1992) ; Marcin (2010)] sont aujourd'hui couplées à des études micromécaniques [Allix *et al.* (1993) ; Couégnat (2008)]. Elles conduisent à l'identification d'un nombre limité de variables internes ayant une signification physique plus précise et à l'évaluation de leur loi d'évolution. C'est dans ce cadre d'approche mixte, c'est-à-dire multi-échelle, que se situe ces travaux de thèse.

Pour rendre compte du comportement mécanique tridimensionnel complexe de ce composite à matrice céramique SiC/SiC tissé 3D, le tenseur de rigidité est choisi comme variable d'endommagement [Baste et Audoin (1991)]. La croissance de réseaux de microfissuration a un effet sur chacune de ses composantes. La mesure ultrasonore de ce tenseur au cours d'un essai de traction donne alors accès à l'évolution macroscopique volumique de l'endommagement.

Jusqu'alors, les caractérisations ultrasonores ont été essentiellement exploitées en vue de développement de modèle analytique permettent une compréhension des mécanismes "physiques" de micro-fissuration lors d'essai de traction simple ou hors-axes [Morvan (1993) ; Bouazzaoui (1994) ; Aristégui (1997) ; Barret (1999)]. Une analyse numérique semble favorable lorsqu'il s'agit de microstructure complexe.

Par micrographie, trois régions distinctes du matériau sont identifiées comme étant le lieu de développement de ces deux réseaux de fissuration : la matrice inter-fil, les fils transversaux et les fils longitudinaux.

La confrontation de ces mesures ultrasonores et micrographiques, aux prédictions issues d'une modélisation multi-échelle, confirme l'orientation des réseaux de microfissuration, leur évolution ainsi que leur effet sur les propriétés mécaniques du matériau.

Le mémoire s'organise autour de cinq chapitres. Le **chapitre 1** dresse une présentation générale du matériau et des essais autorisant sa caractérisation. Une attention particulière est portée sur les courbes contrainte-déformation en traction monotone et cyclée.

Le **chapitre 2** présente la méthode ultrasonore d'identification du tenseur de rigidité choisit comme variable d'endommagement. Les principes et exigences expérimentales sont détaillés. La caractérisation du composite SiC/SiC tissé 3D a nécessité le développement d'un algorithme d'optimisation génétique, robuste aux mélanges de modes acoustiques prononcés.

Le **chapitre 3** fait l'inventaire des résultats de caractérisation ultrasonore du composite SiC/SiC tissé 3D sous sollicitation de traction monotone et cyclée. Deux modes de rupture ont été identifiés : les fissures matricielles orientées perpendiculairement à la direction du chargement et les décohésions interfaciales. Le mécanisme d'endommagement lié aux ouvertures de fissure a été souligné.

Le **chapitre 4** détaille les régions de microfissuration observés sur micrographie. Les cinétiques des densités de fissuration des réseaux matriciels inter-fils, intra-fils transversaux et intra-fils longitudinaux, sont mesurées. Le comportement "typique" moyen est dégagé par une mise en relation des résultats de caractérisation ultrasonore et micrographique. L'accent est mis sur les perspectives d'un modèle macroscopique basé sur le bon choix de descripteur, c'est-à-dire de variables internes "cohérentes" intégrant les spécificités du composite.

Le **chapitre 5** est consacré à la modélisation du matériau. Compte tenu de sa microstructure multi-échelle, le description du matériau est menée à ces différentes échelles en établissant un lien direct par homogénéisation entre celles-ci. À partir de la connaissance des propriétés mécaniques des constituants, de la séquence de tissage de la préforme et des mesures ultrasonores, les propriétés mécaniques initiales d'une cellule élémentaire représentative sont déterminées. L'introduction discrète des mécanismes et cinétiques d'endommagement observés expérimentalement dans la représentation par éléments finis du matériau, permet de retrouver les variations des tenseurs de rigidité mesurés, et donc de valider les interprétations et la compréhension de leur influence sur la réponse mécanique du matériau.

Chapitre 1

Comportement mécanique et endommagement des matériaux SiC/SiC 3D tissés

Ce chapitre décrit les principales caractéristiques des matériaux composites à matrice céramique SiC/SiC, leur microstructure complexe et leur comportement mécanique non-linéaire induit par des mécanismes de fissuration qui se produisent à différentes échelles.

Sommaire

1.1 Composite à matrice céramique : application, intérêt, particularité et microstructure . . .	6
1.1.1 Les matériaux composites à matrice céramique pour l'aéronautique	6
1.1.2 Composites tissés 3D	7
1.1.3 Élaboration et microstructure multi-échelle	8
1.2 Comportement macroscopique sous sollicitation mécanique	10
1.2.1 Traction monotone : problématique du premier endommagement et de la reproductibilité du comportement mécanique	11
1.2.2 Traction cyclée : déformations résiduelles et boucles d'hystérésis	12
1.3 Autres essais de caractérisation	15
1.3.1 Caractérisation du comportement hors-plan d'un tissu 3D	15
1.3.2 Caractérisation ultrasonore	16

1.1 Composite à matrice céramique : application, intérêt, particularité et microstructure

1.1.1 Les matériaux composites à matrice céramique pour l'aéronautique

Les composites thermostructuraux sont naturellement destinés aux applications à haute température et sous fortes contraintes mécaniques. Les premiers composites à matrice céramique (CMC) furent des composites C/C (matrice et fibres en carbone) pour des applications de propulsion spatiale, de freinage avionique et automobile [Fantozzi *et al.* (2013)]. Mais, au-delà d'une température de 450 °C, ces composites subissant des dégradations dues à l'oxydation du carbone, les CMC SiC/SiC (fibres et matrice en carbure de silicium) ont alors été privilégiés.

Herakles (groupe SAFRAN) développe un CMC SiC/SiC comme alternative aux solutions métalliques pour son futur moteur d'avion civil. Malgré le caractère fragile de ses constituants, un CMC SiC/SiC bien conçu conserve, aux hautes températures, ses propriétés thermomécaniques remarquables [Naslain (1993)] (faible masse, ténacité élevée, bonne tenue en fatigue, ...) qui sont nécessaires à l'augmentation du rendement thermodynamique des moteurs.

L'application envisagée pour ces CMC concerne les parties les plus chaudes, en particulier, les aubes de turbine situées en sortie de chambre de combustion (figure 1.1). La turbine aspire et comprime l'air pour l'amener à des vitesses, pressions et températures optimales en sortie de réacteur. Les aubes (en forme d'ailette) sont rattachées aux parties mobiles de la turbine. Elles sont sujettes à de forts gradients de température, de fortes vibrations et hautes pressions. Leur profil (figure 1.2) est conçu pour obtenir le rendement optimal du moteur et présente un gradient d'épaisseur entre le pied et l'extrémité de l'aube.

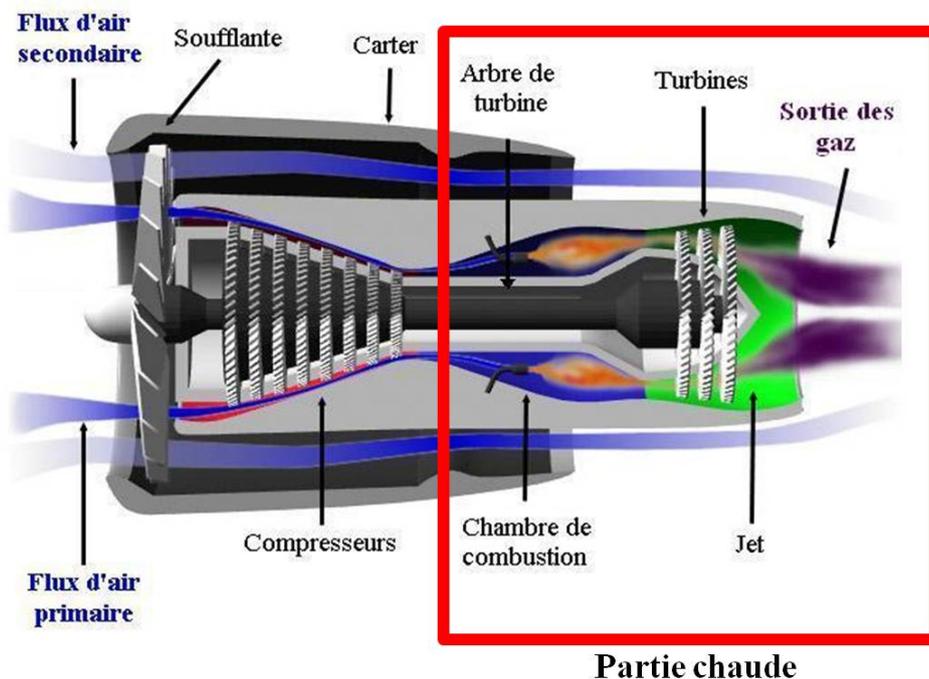


FIGURE 1.1 – Schéma de principe d'un turbo-réacteur à double flux.

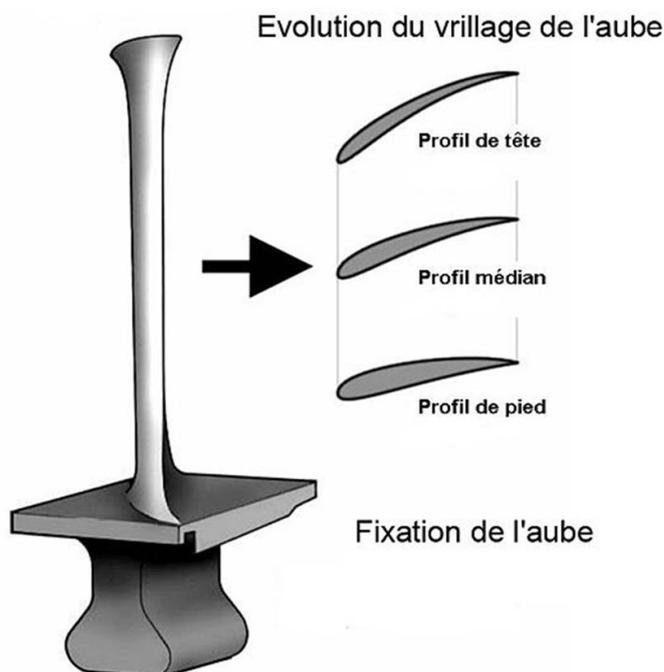


FIGURE 1.2 – Forme et profil d'une aube de turbine.

1.1.2 Composites tissés 3D

La microstructure des composites textiles présente plusieurs échelles caractéristiques : la plus petite est celle de la fibre d'un diamètre d'une dizaine de microns, l'échelle suivante est celle du fil formé de l'assemblage d'environ cinq cent fibres enfin, l'échelle supérieure est celle de la préforme résultant de l'entrelacement des différents fils (figure 1.3).

Les composites tissés 3D, par rapport aux stratifiés formés d'empilement de tissu ou plis unidirectionnels, possèdent une meilleure tenue aux sollicitations hors-plan et une meilleure tolérance aux défauts [Lapeyronnie (2010)]. Cette plus grande déformation à rupture et cette sensibilité réduite aux délaminages expliquent, en partie, la bonne tenue de ce type de matériau en présence de singularités [Herb *et al.* (2012)]. Mais, la complexité structurale de ces matériaux a une influence sur la complexité des mécanismes d'endommagement [Morscher *et al.* (2010) ; Xu *et al.* (2002)] et rend la compréhension de leur comportement mécanique plus difficile.

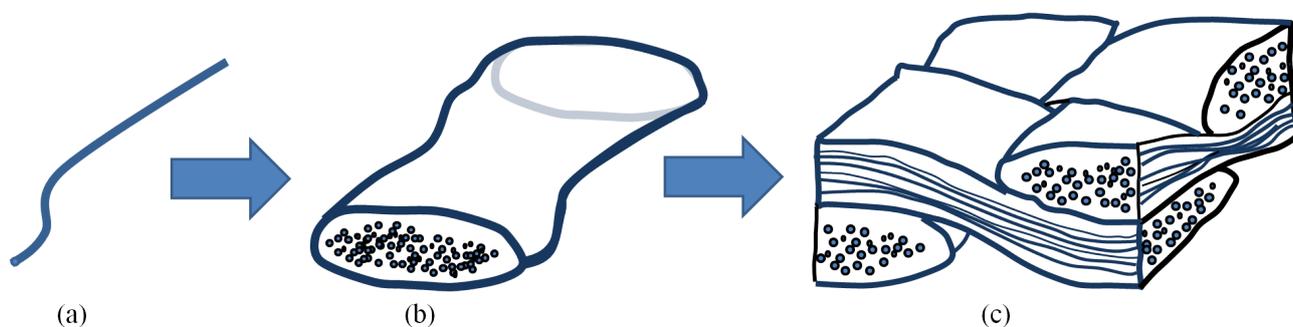


FIGURE 1.3 – Les différentes échelles d'un matériau composite textile : (a) la fibre, (b) un fil et (c) la préforme.

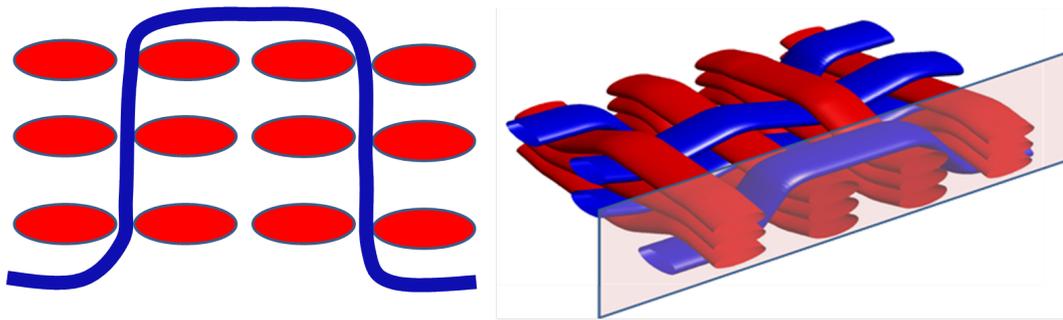


FIGURE 1.4 – Exemple de préforme tridimensionnelle avec le plan de tissage associé.

En fonction de l'enchevêtrement des fils, les composites tissés 3D sont divisés en plusieurs familles. Suivant la classification de Boussu *et al.* (2007), le composite étudié est un tissé interlocks d'angle de liaison couche-à-couche (multi-satin). Lorsqu'un matériau composite est tissé selon une préforme tridimensionnelle, le nombre de couches que le renfort hors-plan pénètre peut être variable. La figure 1.4 en présente un exemple. Cette configuration 3D conduit à une reprise des efforts dans les trois directions de l'espace.

L'avantage essentiel des composites tissés à renfort tridimensionnel est la réalisation d'architectures complexes en un nombre limité d'opérations. Des procédés issus du savoir faire de l'industrie textile réduisent les coûts de fabrication. De plus, la conception de pièces en un seul bloc évite les jonctions (boulonnées ou collées) qui constituent une source d'affaiblissement de la tenue mécanique de la structure finale.

1.1.3 Élaboration et microstructure multi-échelle

Le matériau SiC/SiC 3D (Cerasep® A40C [Bouillon *et al.* (2004)]) est un composite tissé à fibres et matrice en carbure de silicium (SiC), élaboré par Herakles (groupe SAFRAN). Il est notamment caractérisé par la répartition spatiale et les fractions volumiques de ces constituants au sein des fils et de la préforme. La figure 1.5 représente l'orientation des éprouvettes polies de l'étude microstructurale.

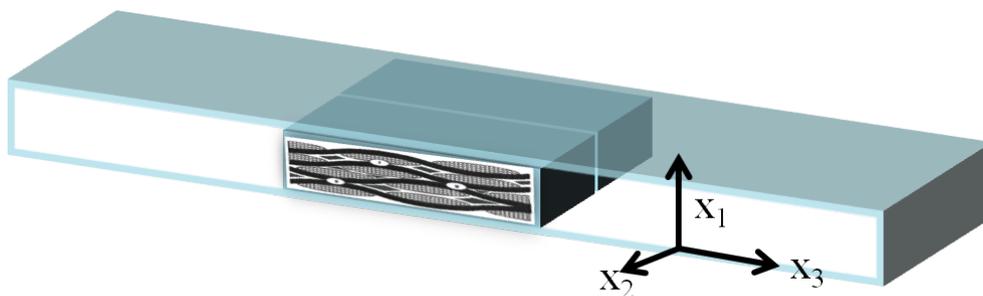


FIGURE 1.5 – Orientation des échantillons de l'étude microscopique.

Le composite SiC/SiC 3D est fabriqué à partir de fibres Nicalon NL 207. Ces fibres haute résistance à base de SiC ont un diamètre moyen de $14 \mu\text{m}$ [Fréty (1991) ; Munier (1994) ; Puyoo (2012)]. Elles sont rassemblées pour former un fil d'environ cinq cent fibres. Ces fils ont une section transverse moyenne de géométrie ellipsoïdale de grand rayon $570 \mu\text{m}$ et de petit rayon $80 \mu\text{m}$. Le volume des fibres est égal à 54 %, celui de la matrice à 40 % et le volume des porosités à 6 %.

Ces fils sont tissés pour obtenir une préforme. Le matériau possède une répartition entre les fils chaîne-trame respectivement de 54 % et 46 %. Le motif du tissage élémentaire comprend 10×10 fils dans le plan chaîne-trame et 10 fils dans la direction hors-plan. Les figures 1.6 et 1.7 représentent les différents constituants de cette préforme.

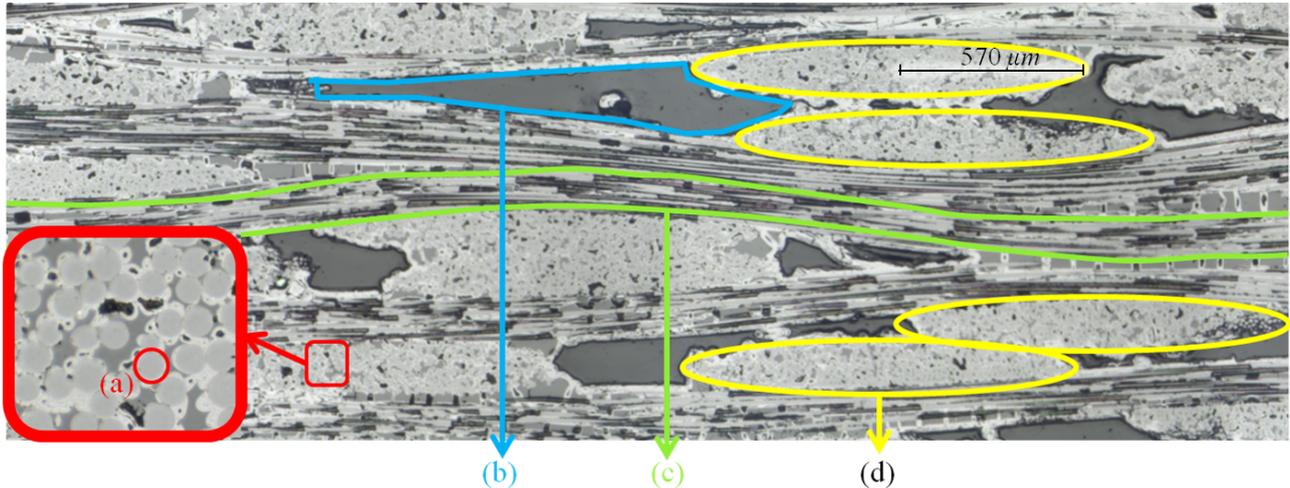


FIGURE 1.6 – Coupe transversale représentant la microstructure du composite SiC/SiC 3D : (a) les fibres, (b) une macroposité, (c) un fil longitudinal (sens chaîne) et (d) les fils transversaux (sens trame).

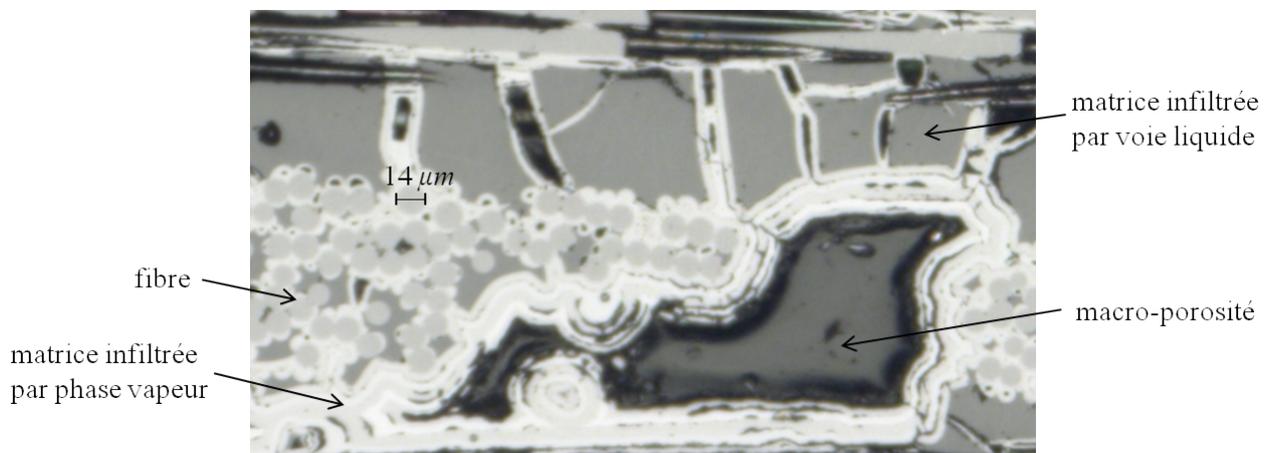


FIGURE 1.7 – Matrice inter-fils en bord de porosité : en blanc la matrice infiltrée par phase vapeur (CVI), en gris foncé la matrice infiltrée par voie liquide (CVL).

La matrice, infiltrée dans la préforme, lie les fils tissés entre eux et répartit les efforts. Elle joue aussi un rôle de protection du renfort fibreux vis-à-vis de l'environnement. La préforme est d'abord imprégnée par un précurseur liquide, lequel est ensuite converti en céramique par pyrolyse. Plusieurs cycles d'imprégnation-pyrolyse sont nécessaires pour densifier la préforme. Dans le cas d'une élaboration par voie mixte (gazeuse et liquide), les porosités créées par le retrait de la matrice infiltrée par voie liquide lors de la pyrolyse sont remplies en grande partie par le dépôt de matrice par voie gazeuse.

La matrice SiC déposée par infiltration chimique en phase vapeur (CVI), est également appelée matrice multi-séquentée [Christin (2006)]. Elle correspond à une alternance de couche de déviateur (Pyrocarbone) et de couche de phases céramiques (SiC, B_4C et $[Si - B - C]$). Lorsque celle-ci est déposée en surface du matériau, elle est dénommée "sealcoat". Dans ce cas du CMC SiC/SiC 3D, son épaisseur est de $100 \mu m$ [Dupin *et al.* (2013)]. La matrice infiltrée par voie liquide (CVL) est présente au sein du matériau sous forme de "bloc". Ces deux types de matrice (figure 1.7) jouent chacune un rôle dans la déviation des fissures et la protection du matériau contre l'oxydation [Lamouroux *et al.* (2000)]. Cette matrice est "auto-cicatrisante" (MAC) : en température lors de l'apparition d'une fissure, la formation d'un verre ralentit l'accès de l'oxygène aux fibres.

Après élaboration, le matériau présente une porosité résiduelle globale de 10 % à 15 %. Cette porosité, inhérente au mode d'élaboration, se traduit alors à l'échelle du matériau par la présence de macropores représentant environ 9 % de porosité (figure 1.7) et à l'échelle du fil, par la présence de micropores représentant environ 6 % de porosité (figure 1.6 (a)).

1.2 Comportement macroscopique sous sollicitation mécanique

La déformation à rupture des fibres SiC (égale à 1.4 %) est supérieure à la déformation de la matrice comprise entre 0.035 et 0.25 % suivant la nature des constituants SiC , B_4C et $[Si - B - C]$. Le module d'Young des fibres est inférieur à celui des constituants de la matrice. La figure 1.8 schématise la réponse élastique endommageable de ces matériaux à une sollicitation de traction [Aubard (1991)]. Le comportement non fragile du composite est possible sous certaines conditions, c'est-à-dire, selon la proportion fibre-matrice et la nature des liaisons entre constituants (interphase) [Munier (1994)].

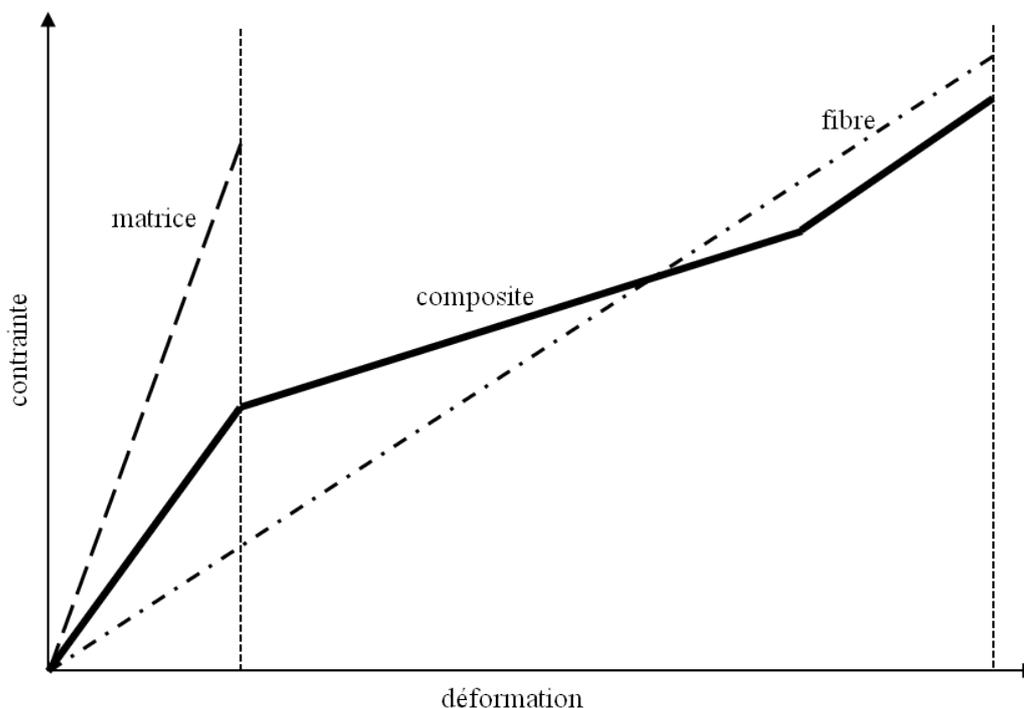


FIGURE 1.8 – Schéma de principe du comportement élastique endommageable d'un composite SiC/SiC.

1.2.1 Traction monotone : problématique du premier endommagement et de la reproductibilité du comportement mécanique

Le comportement mécanique d'un composite à matrice céramique sous charge est directement lié à sa capacité à se fissurer [Evans et Zok (1994)]. La courbe de traction "typique" du comportement d'un CMC SiC/SiC 3D est représentée figure 1.9.

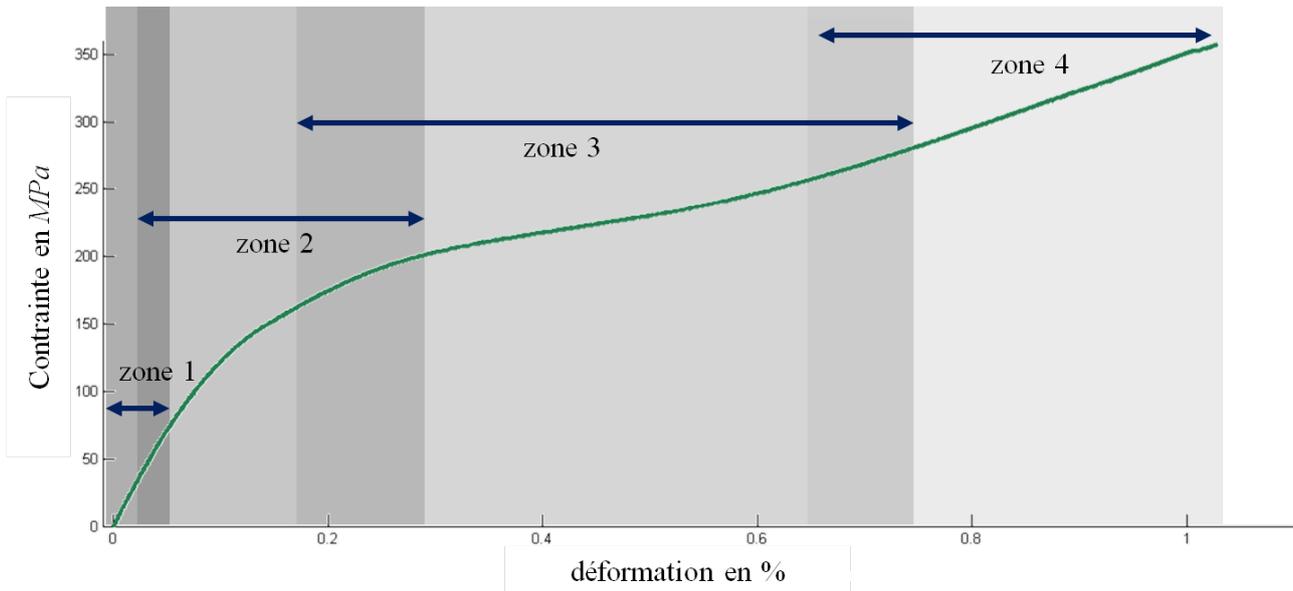


FIGURE 1.9 – Courbe contrainte-déformation typique du comportement en traction d'un SiC/SiC.

On distingue un faible domaine linéaire dont la limite est associée à la résistance à rupture du constituant le plus faible (la matrice) et à l'apparition du premier endommagement.

Cette première zone est suivie d'un "coude" où la "rigidité" du matériau diminue. Cette non-linéarité est en particulier induite par la fissuration matricielle inter-fils et intra-fils transversaux (chapitre 4, section 4.1.1 et 4.1.2) [Morvan (1993) ; Guillaumat (1994)].

Lorsque les fissurations de la matrice inter-fils et intra-fils transversaux atteignent un état de saturation, l'effort est transmis aux fils longitudinaux, zone 3 (chapitre 4, section 4.1.3) [Cutard (1993)]. Puis, lorsque la fissuration est suffisamment importante, la charge est reprise par les fibres, ce qui provoque le raidissement de la courbe avant rupture, zone 4. Les limites de ces quatre zones, matérialisées sur la courbe de la figure 1.9, ne sont pas clairement définies, ces différentes séquences d'endommagement se superposant.

Les essais de traction donnent accès à un nombre réduit de constantes de l'Ingénieur. On peut notamment mesurer, dans la partie linéaire de la courbe, le module d'Young E^1 dans le sens de la traction. Ce module E décrit le comportement linéaire jusqu'à la limite élastique du matériau. Cette limite peut être difficile à déterminer pour le CMC SiC/SiC 3D. La perte de la linéarité est le résultat du développement de l'endommagement au sein du composite : un certain nombre de fissures est nécessaire pour observer une chute notable de la rigidité globale [Munier (1994)]. L'émission acoustique semble être un moyen de détecter le seuil du premier endommagement. Des essais de traction sur composites instrumentés de capteurs acoustiques permettent de mesurer l'activité de la fissuration matricielle [Morscher (2003)] et confirment que pour les CMC SiC/SiC 3D, des fissures apparaissent pour un faible niveau de contrainte [Morscher *et al.*

1. Pente initiale de la courbe contrainte-déformation

(2005)]. La zone 1 est alors qualifiée de zone "quasi-linéaire".

Au delà de la problématique de la mesure du module d'Young et du premier endommagement, la reproductibilité du comportement mécanique des CMC, doit être évoquée. La figure 1.10 représente les résultats d'essais de traction obtenus lors d'une caractérisation ultrasonore² (section 1.3.2 et chapitre 3).

Les trois éprouvettes caractérisées sont de la même gamme de matériau mais proviennent de lots différents. Les zones quasi-linéaires (zone 1) et celles avant rupture (zone 4) sont similaires. Par contre, les formes (niveau de contrainte-déformation) des plateaux (zone 3) diffèrent. Cette zone témoigne d'un endommagement progressif du matériau [El Yagoubi (2011)]. On peut alors relier ces dispersions matériau :

- au mécanisme de déviation de fissures matricielles à l'interface (décohésion) [Evans *et al.* (1991)], assuré par l'interphase et permettant le transfert de charge fil/matrice ou fibre/matrice ;
- aux caractéristiques des constituants, matériaux fragiles, irréguliers et contenant un grand nombre de défauts participant à la dispersion élevée de leurs propriétés mécaniques [Lamon *et al.* (1993)].

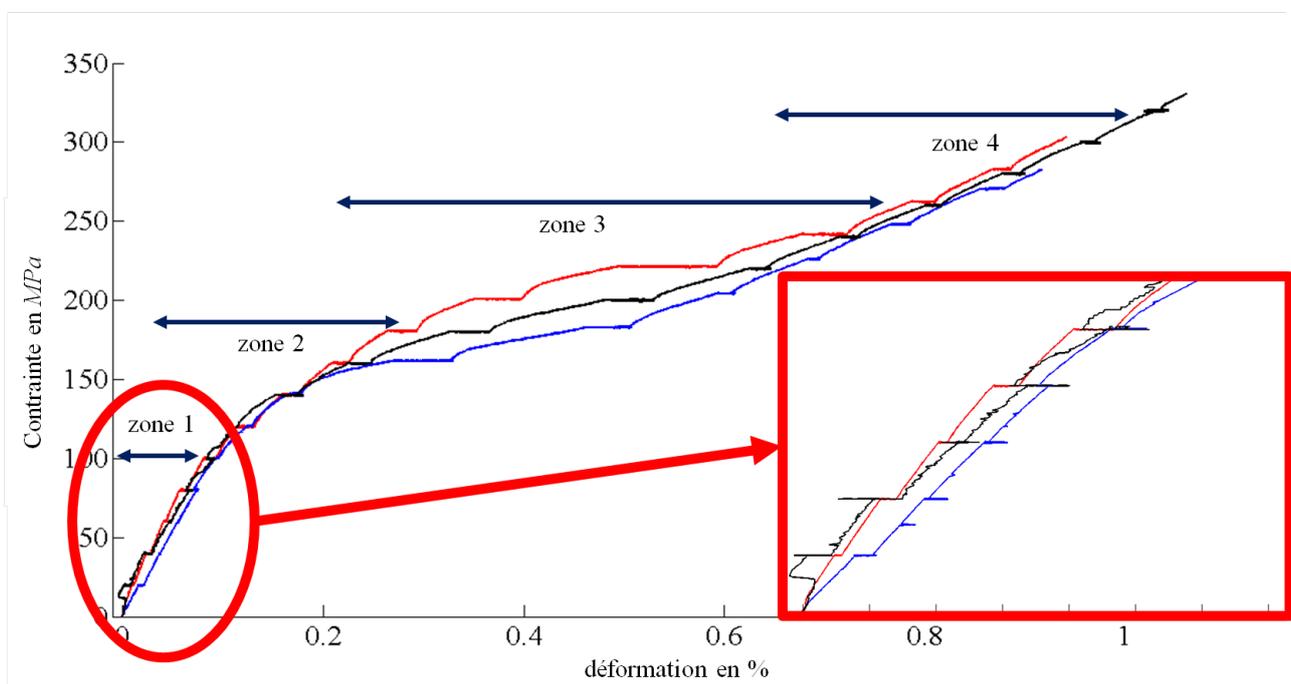


FIGURE 1.10 – Courbe contrainte-déformation pour un essai de traction avec paliers de charge. Mise en avant des phénomènes de déformation à contrainte constante dès les premiers paliers de chargement.

1.2.2 Traction cyclée : déformations résiduelles et boucles d'hystérésis

La courbe de traction cyclée "typique" du comportement **élastique endommageable** d'un CMC SiC/SiC est représentée sur la figure 1.11. On observe la présence de **déformations résiduelles** et de **boucles d'hystérésis**. La forme et la taille des boucles d'hystérésis évoluent en fonction de la contrainte appliquée avant décharge. En sortie du domaine quasi-linéaire, les boucles sont fermées et la déformation résiduelle est faible. À plus fortes contraintes, les boucles sont ouvertes et la déformation résiduelle est non nulle.

2. Le chargement est piloté en contrainte, celle-ci est maintenue une vingtaine de minute tous les 20 MPa jusqu'à rupture de l'éprouvette. Le maintien de la charge introduit des paliers de déformation à contrainte constante.

L'ouverture des boucles peut être reliée au frottement des lèvres de fissures de décohésion interfaciale [Kotil *et al.* (1990) ; Hutchinson et Jensen (1990)]. La différence entre les déformations sous charge et en décharge est importante et liée avec la fermeture d'un certain nombre de fissures lors du cycle. La déformation résiduelle, mesurée à contrainte nulle, s'explique classiquement par la rugosité de l'interphase empêchant la fermeture complète des fissures [Olivier (1998) ; Vanswijgenhoven et Biest (1997)].

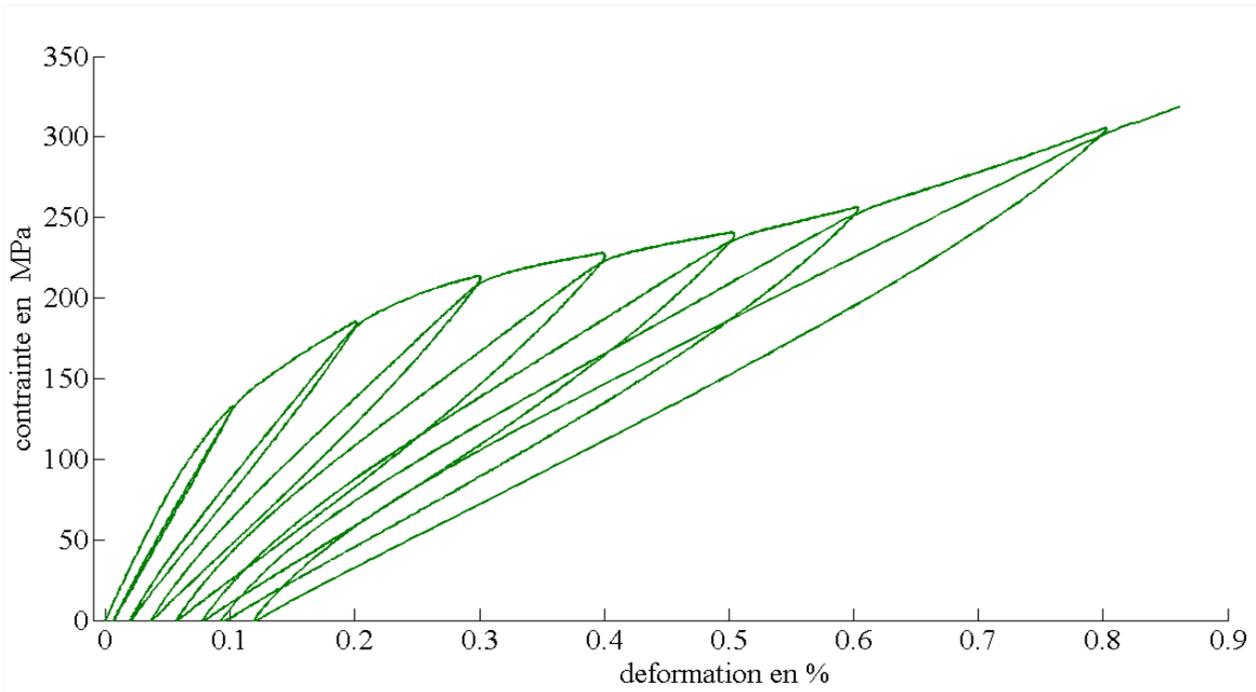


FIGURE 1.11 – Courbe contrainte-déformation cyclée typique du CMC SiC-SiC avec présence de boucles d'hystérésis et déformations résiduelles.

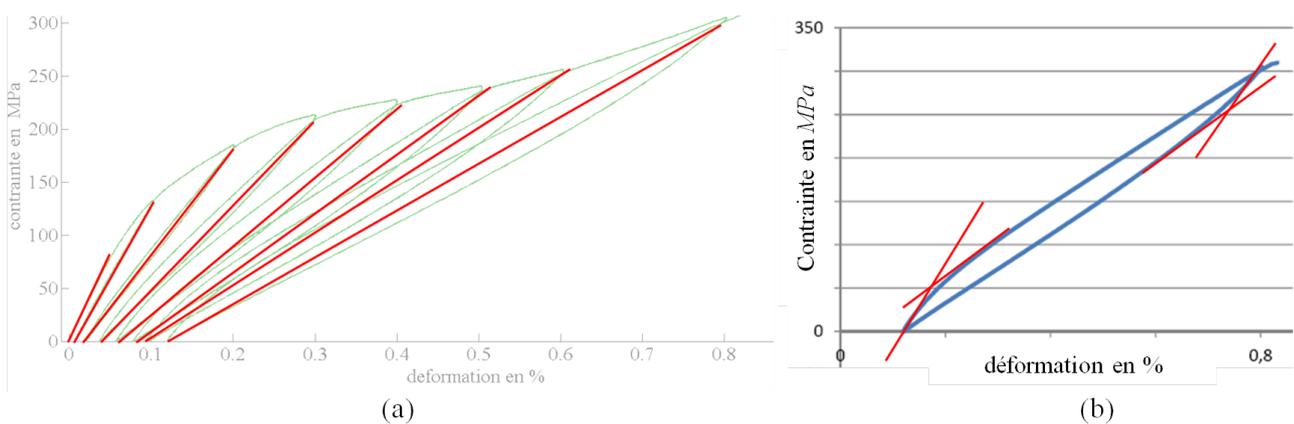


FIGURE 1.12 – Boucle d'hystérésis (a) variation de pentes "apparentes" entre différentes boucles et (b) variation de pentes lors d'une même boucle.

Les variations de pentes "apparentes" (figure 1.12 (a)) observées sur les cycles de charge-décharge sont induites par la création de fissures au cours de l'augmentation du chargement entre les différentes boucles. Les variations de pentes lors d'un même cycle de charge-décharge (figure 1.12 (b)) mettent en évidence l'effet des phénomènes de glissement et frottement aux interfaces [Evans *et al.* (1994a)] et traduisent l'existence de mécanismes de seuil d'ouverture-fermeture des fissures [Baste (1992)].

Ainsi, les essais cyclés permettent de séparer et d'identifier deux mécanismes de détérioration responsables du comportement non-linéaire des composites à matrice céramique :

- la micro-fissuration responsable de la chute de la rigidité du matériau,
- les phénomènes de glissement-frottement aux interfaces qui se traduisent par l'apparition de déformations réversibles et de boucles d'hystérésis.

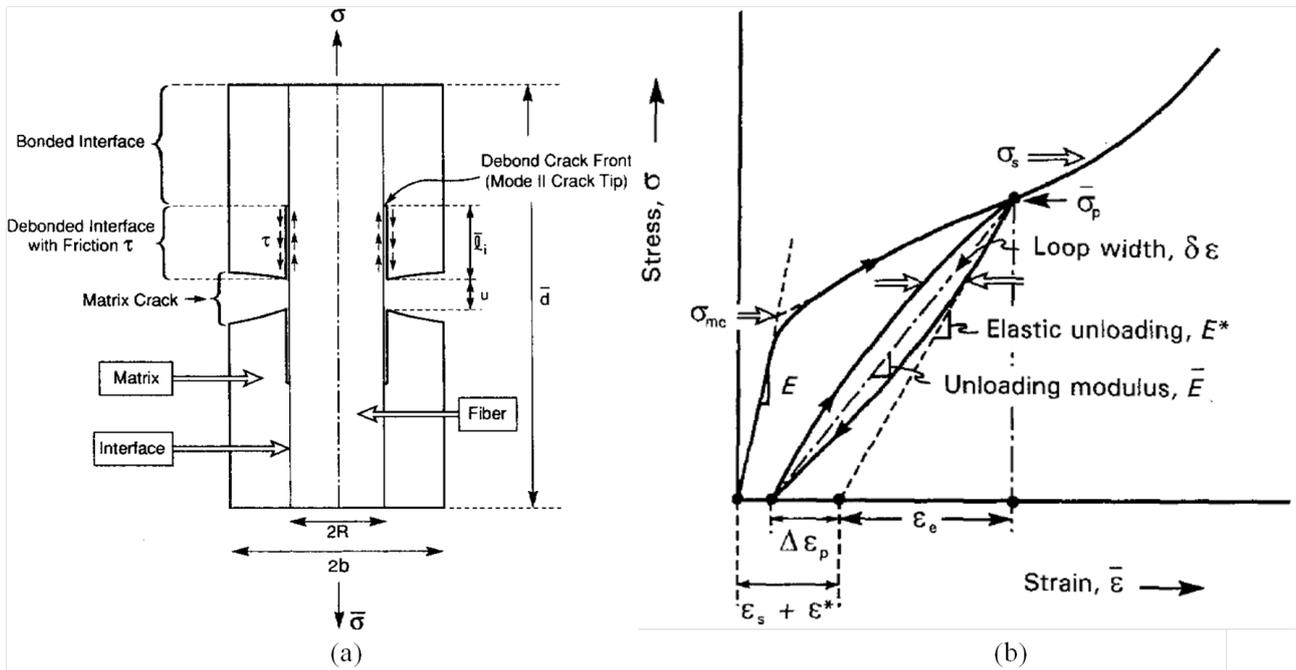


FIGURE 1.13 – Modèle d'interprétation des boucles d'hystérésis [Evans *et al.* (1994b)]. (a) Schématisation du comportement d'une fissure matricielle transverse avec décohésion associée, [Vagaggini *et al.* (1995)]. u est le paramètre caractérisant l'ouverture de fissure, l_i représente la longueur de la décohésion et τ est le coefficient de frottement. (b) Cycle "typique" de charge-décharge de CMC. E est le module d'Young initial, \bar{E} est le module "apparent" en cours de cycle et E^* est le module élastique.

Evans *et al.* (1994a) ont proposé un modèle d'interprétation unidirectionnel, des phénomènes entrant en jeu au cours d'une boucle de charge-décharge, sur un composite unidirectionnel (figure 1.13). À partir d'une contrainte σ_p , on décharge le composite :

- le comportement de la boucle est initialement linéaire. La pente mesurée en début de décharge donne le module élastique de décharge E^* (figure 1.13 (b)), qui ne fait pas intervenir les propriétés de l'interface (glissement-frottement), puisque le comportement en début de décharge est élastique.
- puis, l'évolution de la courbe n'est plus linéaire, les phénomènes de glissement et frottement aux interfaces interviennent permettant la fermeture partielle des fissures.

Arrivé à contrainte nulle, on recharge alors le matériau :

- le comportement est initialement linéaire et la pente est à nouveau égale à E^* ,
- puis, les glissements et frottements aux interfaces entrent en jeu, les fissures s'ouvrent. À la fin de la

recharge, on revient au point de départ de la courbe contrainte-déformation.

La largeur à mi-hauteur $\delta\varepsilon$ de la boucle dépend de l'énergie dissipée par frottement aux interfaces. L'augmentation de la déformation permanente est associée à l'ouverture u des fissures. Une déformation élastique relative au cycle $\varepsilon_e = E^* \sigma_p$ est alors calculée.

1.3 Autres essais de caractérisation

La présence de renforts dans l'épaisseur liant les différentes couches entre elles, conduit à une bien meilleure tenue du composite aux sollicitations hors-plan. Le comportement hors-plan³ est naturellement différent de celui des deux autres directions principales et doit donc être caractérisé.

1.3.1 Caractérisation du comportement hors-plan d'un tissé 3D

Les essais mécaniques classiques proposent des tractions hors-plan et des essais de cisaillement (torsion et flexion de poutres courtes) utilisant des géométries d'éprouvettes particulières. L'adaptation de ces essais au cas des composites tissés est assez délicate [Ogasawara *et al.* (2005)]. En effet, les épaisseurs des composites sont souvent limitées. La conception des éprouvettes demande un soin particulier pour assurer un champ de contraintes uniforme [Marcin (2010)]. De plus, leurs dimensions sont relativement petites par rapport à celles des éprouvettes utilisées pour caractériser le comportement dans le plan du matériau. Cette différence induit des difficultés de manipulation et de représentativité [Daniel *et al.* (2008) ; Lodeiro *et al.* (1998)].

La liste suivante, non exhaustive des différentes méthodes proposées dans la littérature pour la caractérisation hors-plan, associe à chaque essai les propriétés qu'ils rendent accessible expérimentalement ainsi que les inconvénients inhérents à leur méthode [Schneider *et al.* (2009)].

- La traction sur éprouvette Diabolo autorise la mesure du module d'Young hors-plan. Les dimensions de l'éprouvette ne sont pas forcément représentatives du Volume Élémentaire Représentatif (VER) du matériau. L'usinage circulaire de l'éprouvette crée un affaiblissement local.
- La traction sur éprouvettes Queue d'Aronde (QA) autorise la mesure du module d'Young hors-plan. La géométrie de l'éprouvette entraîne de fortes concentrations de contraintes qui génèrent une rupture prématurée.
- La torsion de barreaux autorise la mesure couplée de deux modules de Coulomb. Dans le cas des composites tissés 3D, les hypothèses, que tous les éléments de la section équidistants de l'axe de torsion subissent des contraintes égales et que le vecteur contrainte soit perpendiculaire au rayon correspondant, ne sont plus acceptables. Pour découpler les deux modules de Coulomb, plusieurs essais faisant intervenir des éprouvettes de dimensions variables, sont nécessaires [Barbero et Sonti (1995)].
- La flexion 3 points rapprochés autorise la mesure des modules de Coulomb. La théorie de l'élasticité préconise un rapport épaisseur/largeur égale à 1. Lorsque le VER est de grande taille, cette condition n'est pas satisfaite.

Ainsi, le couplage entre les différentes constantes de l'Ingénieur ou simplement la faible épaisseur des matériaux nécessitent la réalisation de plusieurs essais pour la détermination individuelle des constantes de l'Ingénieur hors plan.

3. en dehors du plan chaîne-trame

1.3.2 Caractérisation ultrasonore

Le CMC SiC/SiC 3D a des propriétés mécaniques variables d'une direction à l'autre (sens chaîne, sens trame, direction du renfort). Les essais d'érouissage classiques sont naturellement destructifs et ne donnent accès qu'à un nombre réduit de constantes de l'Ingénieur.

L'évaluation ultrasonore possède l'avantage d'une détermination de l'ensemble des composantes du tenseur de rigidité à partir d'une seule éprouvette sollicitée dans son domaine élastique⁴ [Baste et Hosten (1990)]. L'inversion de ce tenseur permet d'obtenir l'ensemble des constantes de l'Ingénieur. Dans un matériau, la mesure des vitesses de propagation d'une onde élastique se propageant suivant de nombreuses directions conduit à l'identification, par méthode inverse, du tenseur de rigidité [Audoin (1991)].

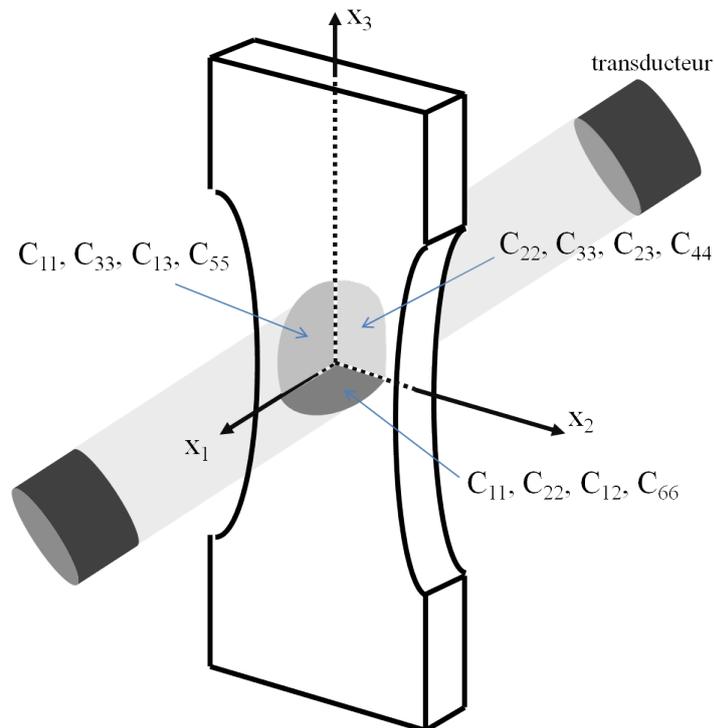


FIGURE 1.14 – Repère lié à l'éprouvette et identification des composantes du tenseur de rigidité dans chacun des trois plans d'acquisition.

L'échantillon à caractériser est une éprouvette à faces parallèles immergée dans une cuve remplie d'eau. En transmission (figure 1.14), deux traducteurs à immersion sont placés de part et d'autre de l'éprouvette. L'un assure le rôle d'émetteur du signal ultrasonore, l'autre, le rôle de récepteur. La comparaison des temps de parcours de l'onde dans l'eau et de l'onde traversant l'éprouvette à caractériser permet d'obtenir les vitesses de propagation.

Lorsque le matériau étudié est de symétrie orthotrope⁵, les vitesses mesurées dans trois plans d'acquisition sont suffisantes [Baste et Hosten (1990) ; Aristégui et Baste (1998) ; Grippon *et al.* (2012)], chaque plan

4. Les ondes ultrasonore génèrent de très petits déplacements, ne perturbant pas l'état d'endommagement du matériau.

5. Possède trois plans de symétrie orthogonaux entre eux.

permettant d'identifier un nombre limité de composantes (figure 1.14).

La validité des mesures ultrasonores imposent de respecter les conditions suivantes :

- les dimensions des éprouvettes dépendent de celles des traducteurs utilisés,
- le choix de la fréquence centrale des traducteurs dépend de l'épaisseur et de la taille des hétérogénéités du matériau,
- la précision des mesures de temps de parcours de l'onde dans le matériau est relative à la technique du traitement du signal utilisée.

La faible épaisseur du composite SiC/SiC 3D, les dimensions importantes des hétérogénéités et les caractéristiques des mesures ultrasonores relevées, tel que le mélange de modes, la dispersion des signaux, ..., peuvent perturber la convergence des procédures d'identification et conduire à des mesures de tenseur de rigidité erronées. Le comportement acoustique du CMC SiC/SiC 3D a nécessité le développement⁶ d'une méthode d'identification du tenseur de rigidité spécifique.

6. Ces travaux ont nécessité la mise à jour du banc de caractérisation ultrasonore du département APY de *L'I2M*. L'achat d'un contrôleur, d'un générateur de signaux et d'un oscilloscope ont permis la modernisation des essais expérimentaux. Le contrôle à distance et l'enregistrement automatique des données sont dorénavant faite à l'aide d'une interface utilisateur développée en LabVIEW©.

Chapitre 2

Détermination ultrasonore du tenseur de rigidité

Ce second chapitre présente les propriétés acoustiques du CMC SiC/SiC tissé 3D. Sa caractérisation par méthode ultrasonore demande une identification spécifique utilisant un algorithme génétique. La convergence et la robustesse de cette méthode sont validées à partir de vitesses de propagation simulées. La caractérisation du SiC/SiC 3D illustre tout l'intérêt de cette approche.

Sommaire

2.1 Identification du tenseur de rigidité par méthode ultrasonore	20
2.1.1 Formulation générale du problème	20
2.1.2 Méthode et configuration expérimentales	24
2.1.3 Exigences expérimentales	26
2.2 Motivation et choix d'un algorithme d'optimisation adapté au CMC SiC/SiC tissé 3D	28
2.2.1 Réponse acoustique du CMC SiC/SiC 3D aux ondes de volume impulsionnelles	28
2.2.2 Principe de l'algorithme génétique	30
2.2.3 Intervalle de confiance	34
2.3 Validation de l'algorithme d'optimisation à partir de vitesses simulées	35
2.3.1 Validité pour différentes classes de symétrie de matériaux	37
2.3.2 Sensibilité au choix des contraintes	40
2.3.3 Comparaison avec une méthode d'optimisation de type Newton-Raphson	41
2.4 Caractérisation expérimentale du CMC SiC/SiC tissé 3D	42
2.4.1 Étude de la sensibilité au mélange de modes et au choix de la fréquence centrale	42
2.4.2 Comparaison avec les valeurs matériau issues d'essais mécaniques	45

2.1 Identification du tenseur de rigidité par méthode ultrasonore

La détermination des constantes de rigidité par méthode ultrasonore est bien connue depuis plusieurs décennies. De nombreux auteurs ont exploité les propriétés des ondes de volume au sein de matériaux anisotropes dans le but de les caractériser. S.I. Rokhlin [Rokhlin et Wang (1992)] établit une liste non exhaustive des participants à l'élaboration d'une méthode de caractérisation ultrasonore. En France, dès le début des années 80, B. Hosten, B. Castagnède et J. Roux proposèrent une méthode de détermination du tenseur de rigidité des matériaux à partir d'une technique de caractérisation automatisée, appelée interférométrie ultrasonore [Hosten *et al.* (1983) ; Hosten et Castagnède (1983) ; Castagnède (1984) ; Roux *et al.* (1985)]. Depuis ces années, des travaux ont visé à améliorer les traitements des signaux ultrasonores [Deschamps (1985) ; Audoin (1991) ; Jourdain-Baudouin (1996)], d'autres ont porté sur les méthodes de minimisation associées [Aristégui (1997) ; Mouchtachi *et al.* (2004)].

Les caractéristiques des mesures ultrasonores relevées sur les CMC SiC/SiC 3D comme le mélange de modes quasi-longitudinaux et quasi-transversaux, le faible nombre de mesures de vitesse du mode quasi-longitudinal, la dispersion des signaux..., amènent à une très mauvaise convergence des algorithmes de minimisation classiquement utilisés. Un algorithme génétique a été adapté à ce problème. D'autres auteurs [Bodian (2011) ; Vishnuvardhan *et al.* (2006)] ont travaillé sur des algorithmes similaires.

2.1.1 Formulation générale du problème

Pour de faibles contraintes, les équations constitutives des matériaux élastiques peuvent être représentées par la loi de Hooke généralisée [Lemaitre et Chaboche (1985)] :

$$\sigma_i = C_{ij}\varepsilon_j \text{ avec } i, j \in [1\dots 6], \quad (2.1)$$

où σ_i représente les composantes du tenseur des contraintes, ε_j les composantes du tenseur des déformations et C_{ij} sont, en notations réduites, les composantes du tenseur de rigidité des matériaux. Ce tenseur est représenté par une matrice (6 × 6) symétrique à 21 composantes non nulles. Suivant le degré de symétrie intrinsèque aux matériaux, ce nombre peut être réduit. En effet, rappelons que le composite étudié possède une répartition entre les fils chaîne et trame de, respectivement, 54 % et 46 %. Ainsi, les éprouvettes étudiées sont de symétrie orthotrope, mais compte tenu de la faible différence de répartition entre les fils chaîne et trame, la symétrie apparente du CMC SiC/SiC 3D se rapproche d'une symétrie quadratique.

Lors d'un essai hors-axe, du fait de l'endommagement induit, un matériau orthotrope devient monoclinique, les plans de symétrie perpendiculaires aux directions x_2 et x_3 devenant quelconques. Le tableau 2.1 présente trois classes de symétrie. Notons que l'épaisseur de l'éprouvette correspond à la direction x_1 .

Le tenseur de rigidité est défini positif. Les termes diagonaux et ses cofacteurs sont positifs. La relation réciproque, s'écrit en fonction du tenseur des souplesses ($S_{ij} = (C_{ij})^{-1}$), vérifiant :

$$\varepsilon_i = S_{ij}\sigma_j. \quad (2.2)$$

$$\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k \text{ avec } (i, j, i, k = 1, 2, 3). \quad (2.5)$$

L'équation (2.4) montre qu'il existe trois valeurs propres représentant trois modes susceptibles de se propager au sein du matériau selon des vitesses différentes et une même direction \vec{n} (figure 2.1). On définit ainsi un mode quasi-longitudinal QL et deux modes quasi-transversaux $QT1$ et $QT2$, dont les déplacements particuliers associés sont soit quasi-parallèles, soit quasi-orthogonaux à la direction \vec{n} . Dans le cas général d'une onde insonante, sous l'angle d'incidence θ_i , une lame à faces parallèles immergée (figure 2.1), le raccord de phase en tout point de chaque interface et à tout instant conduit à la relation de Snell-Descartes suivante :

$$\frac{\sin \theta_i}{V_i} = \frac{\sin \theta_r}{V_r} = \frac{\sin \theta_t}{V_t}, \quad (2.6)$$

où θ_r, θ_t , sont respectivement les angles de réfraction dans la plaque et de transmission dans le fluide environnant, V_i, V_r, V_t , les vitesses des ondes incidentes, réfractées et transmises. Si le fluide est le même de part et d'autre de l'éprouvette alors $\theta_i = \theta_t$ et $V_i = V_t = V_0$. Le liquide qui sert d'agent couplant est de l'eau. La vitesse V_0 de l'onde ultrasonore dans l'eau est alors connue et dépend de la température T :

$$V_0(T) = a_1 + a_2 T - a_3 T^2 + a_4 T^3 \text{ avec } a_1 = 1406.2419, a_2 = 4.91777, a_3 = 5.304.10^{-2} \text{ et } a_4 = 2.374.10^{-4}, \quad (2.7)$$

avec V_0 en $m.s^{-1}$, T en $^{\circ}C$.

Finalement, en combinant les relations (2.4) et (2.7), il apparait qu'une onde insonant une lame anisotrope sous l'angle θ_i , génère dans la lame trois ondes réfractées se propageant selon des directions différentes. Pour déterminer les composantes du tenseur de rigidité d'un matériau à partir de l'équation (2.4), il suffit de connaître les vitesses V_r et les directions de propagation \vec{n} de l'onde au sein du matériau puis, d'inverser le problème associé.

Lorsque l'onde incidente se propage dans un plan de symétrie, le mode ayant une polarisation hors-plan n'est pas généré. L'identification de l'ensemble des composantes du tenseur de rigidité ne peut être menées à partir d'un seul plan [Chu *et al.* (1994)]. La caractérisation repose alors sur le choix judicieux d'un ensemble de plans d'acquisition (figure 2.2). Pour des éprouvettes de faible épaisseur, le plan (x_2, x_3) n'est pas accessible à la mesure. Les plans d'acquisition sont alors définis à partir de la direction de l'épaisseur x_1 et d'une direction décrite par l'angle azimutal¹ ψ . Pour caractériser les matériaux possédant au moins 3 plans de symétrie orthogonaux (symétrie inférieure ou égale à l'orthotropie), les données expérimentales mesurées dans les trois plans (x_1, x_2) , (x_1, x_3) , $(x_1, x_{\psi=45^{\circ}})$, sont suffisantes [Baste et Hosten (1990)]. Pour un matériau monoclinique, le plan d'acquisition $(x_1, x_{\psi=135^{\circ}})$ doit être ajouté [Aristégui (1997)]. ψ est choisi comme étant égal à 45° et 135° de façon à ce que le facteur $|\cos \psi \sin \psi|$, intervenant dans le développement de l'équation (2.4), soit le plus important possible.

L'obtention d'un grand nombre de valeurs expérimentales conduit à un problème surdéterminé d'équations non linéaires, qui peut être résolu par une optimisation de type Newton-Raphson plan par plan. Dans le cas d'un matériau orthotrope, pour des raisons de convergence [Baste (1992)], les neuf composantes non nulles du tenseur de rigidité ne sont pas déterminées simultanément. L'optimisation dans les plans d'auscultation (x_1, x_2) et (x_1, x_3) permet d'obtenir, respectivement, les valeurs des composantes C_{11}, C_{22}, C_{66} et C_{12} et celles des composantes C_{11}, C_{33}, C_{55} et C_{13} . La connaissance de ces sept rigidités couplée aux mesures relevées dans le plan $(x_1, x_{\psi=45^{\circ}})$ conduit à l'identification des composantes restantes C_{44} et C_{23} .

La détermination simultanée des neuf composantes du tenseur de rigidité d'un matériau présentant une symétrie orthotrope, à partir de l'acquisition des vitesses dans les trois plans (x_1, x_2) , (x_1, x_3) et $(x_1, x_{\psi=45^{\circ}})$ serait néanmoins préférable [Aristégui (1997)].

1. Lorsque $\psi = 0^{\circ}$, il correspond à la direction x_2 ; lorsque $\psi = 90^{\circ}$, il correspond à la direction x_3

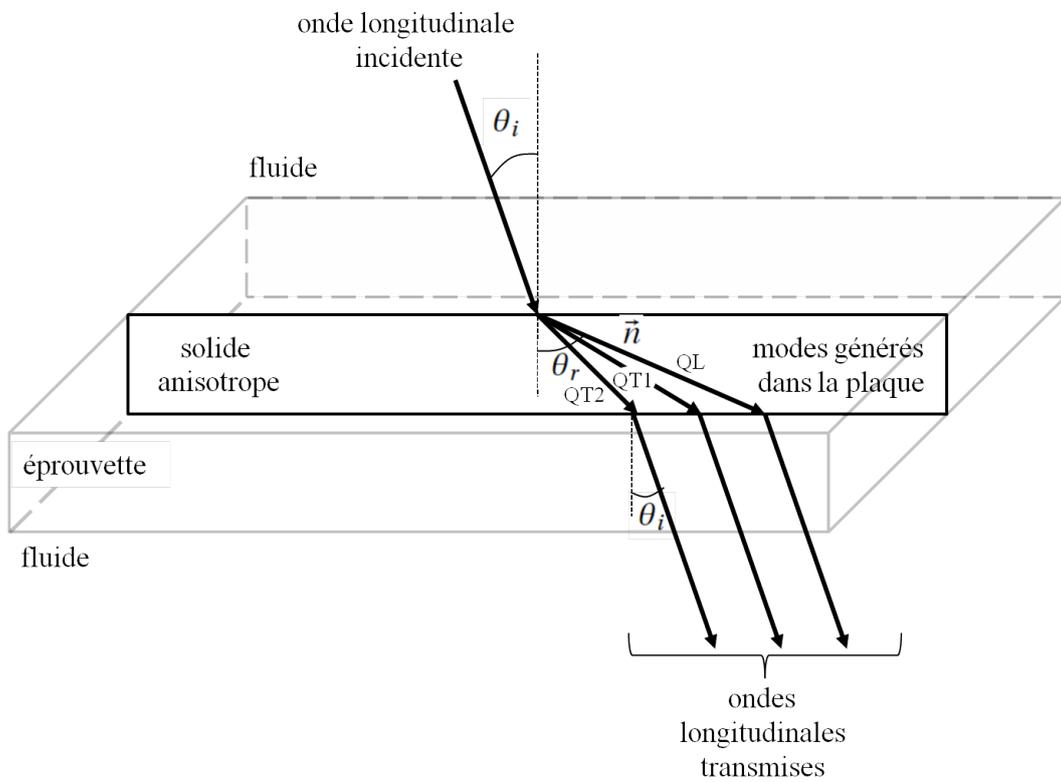


FIGURE 2.1 – Génération de trois modes dans une éprouvette à faces parallèles immergée.

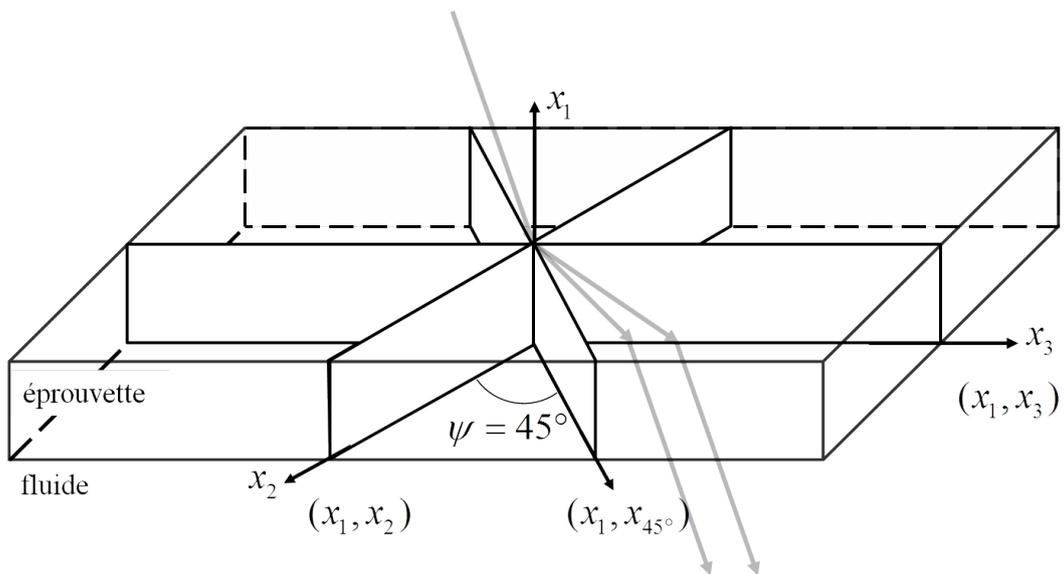


FIGURE 2.2 – Représentation des différents plans d'auscultation de l'éprouvette à faces parallèles, définis par l'angle azimutal ψ .

2.1.2 Méthode et configuration expérimentales

La détermination expérimentale des valeurs de vitesse V_r et des directions de propagation \vec{n} dépendant de l'angle de réfraction θ_r , repose sur la mesure du décalage temporel δt , entre un signal ayant transité dans de l'eau, aux propriétés mécaniques connues, et un signal ayant traversé le matériau à caractériser. La vitesse de propagation de l'onde s'écrit alors :

$$V_r = \frac{V_0}{\sqrt{1 + \frac{V_0 \delta t}{e} \left(\frac{V_0 \delta t}{e} - 2 \cos \theta_i \right)}} \quad (2.8)$$

où V_0 représente la vitesse de propagation du son dans l'eau, e l'épaisseur de l'échantillon et θ_i l'angle d'incidence. Le décalage temporel, autrement dit le "retard" δt , est mesuré par une technique de chronométrie considérant la transformée de Hilbert de la réponse impulsionnelle reliant le signal $s(t)$ transmis dans la plaque et un signal $r(t)$ de référence [Audoin et Roux (1990)]. La transformation de Hilbert a la propriété de transformer un retard pur δt en une branche hyperbolique d'asymptote verticale (figure 2.3). Dans la pratique, on calcule la transformée de Hilbert $H_i\{h\}(f)$ tel que :

$$H_i\{h\}(t) = \mathcal{F}^{-1}(i \operatorname{sgn}(f) H(f)), \text{ avec } H(f) = \frac{S(f)}{R(f)}, \quad (2.9)$$

où la fonction signe est notée $\operatorname{sgn}(f)$, f est la fréquence et \mathcal{F}^{-1} est la transformée de Fourier inverse. $R(f)$ et $S(f)$ désignent les spectres fréquentiels des signaux temporels $s(t)$ et $r(t)$. La vitesse réfractée étant maintenant connue, les relations de Snell-Descartes (2.8) permettent de déterminer l'angle θ_r et la direction de propagation dans le matériau $\vec{n}(\theta_r)$.

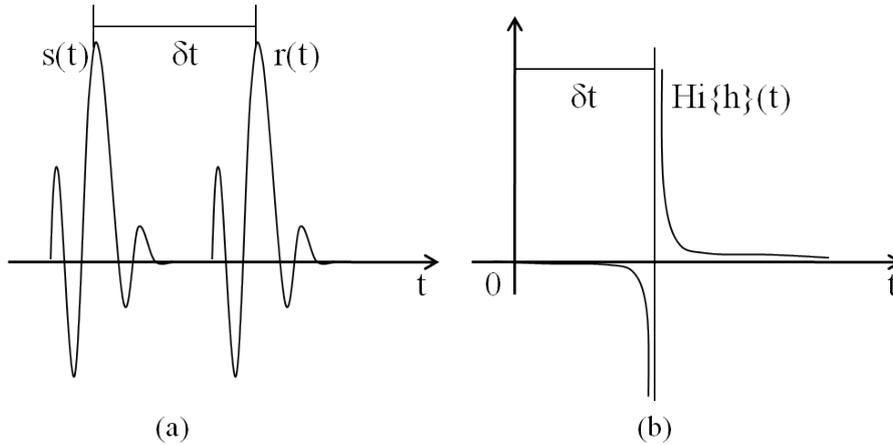


FIGURE 2.3 – (a) Représentation schématique de deux signaux réels $r(t)$ et $s(t)$ décalés d'un temps δt ; (b) Transformée de Hilbert de la réponse impulsionnelle $h(t)$ telle que $s(t) = (r * h)(t)$.

Les valeurs de l'épaisseur et la masse volumique du matériau interviennent lors de l'évaluation des vitesses (équation (2.8)) et des composantes du tenseur de rigidité (équation (2.4)). Les rugosités et porosités liées au tissage affectent les mesures d'épaisseur et de masse volumique du matériau étudié. Pour le CMC SiC/SiC 3D, la valeur de l'épaisseur retenue correspond à la moyenne de quatre mesures effectuées sur plaque à l'aide d'un palpeur par Herakles (groupe SAFRAN). Pour la mesure de la masse volumique, on utilise la relation suivante :

$$\rho = \frac{m_{sec}}{m_{hum} - m_{eau}} \times \rho_{eau} \quad (2.10)$$

où m_{sec} est la masse de l'éprouvette sèche, m_{eau} est la masse de l'éprouvette immergée, m_{hum} est la masse de l'éprouvette saturée en eau et ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau.

La représentation des vitesses expérimentales et des vitesses calculées à partir du tenseur de rigidité est présentée en figure 2.4. Dans chaque plan d'acquisition, les vitesses sont projetées dans le repère correspondant aux directions de propagation \vec{n} (θ_r). Les points d'intersection des courbes de vitesses avec les axes du repère, correspondent à des expressions analytiques de vitesse faisant intervenir la masse volumique et les composantes diagonales du tenseur de rigidité. Par exemple, l'intersection des vitesses de l'onde quasi-longitudinale avec l'axe des abscisses donne accès à la valeur du C_{11} . On rappelle qu'en raison de la faible épaisseur des éprouvettes caractérisées, aucune mesure n'est possible dans le plan (x_2, x_3) .

L'utilisation d'un algorithme d'optimisation de type Newton-Raphson, pour la détermination du tenseur de rigidité à partir de l'ensemble des mesures de vitesse, nécessite des valeurs d'initialisation. Ces valeurs sont obtenues pour les composantes de la diagonale du tenseur de rigidité en utilisant des traducteurs au contact direct de l'éprouvette.

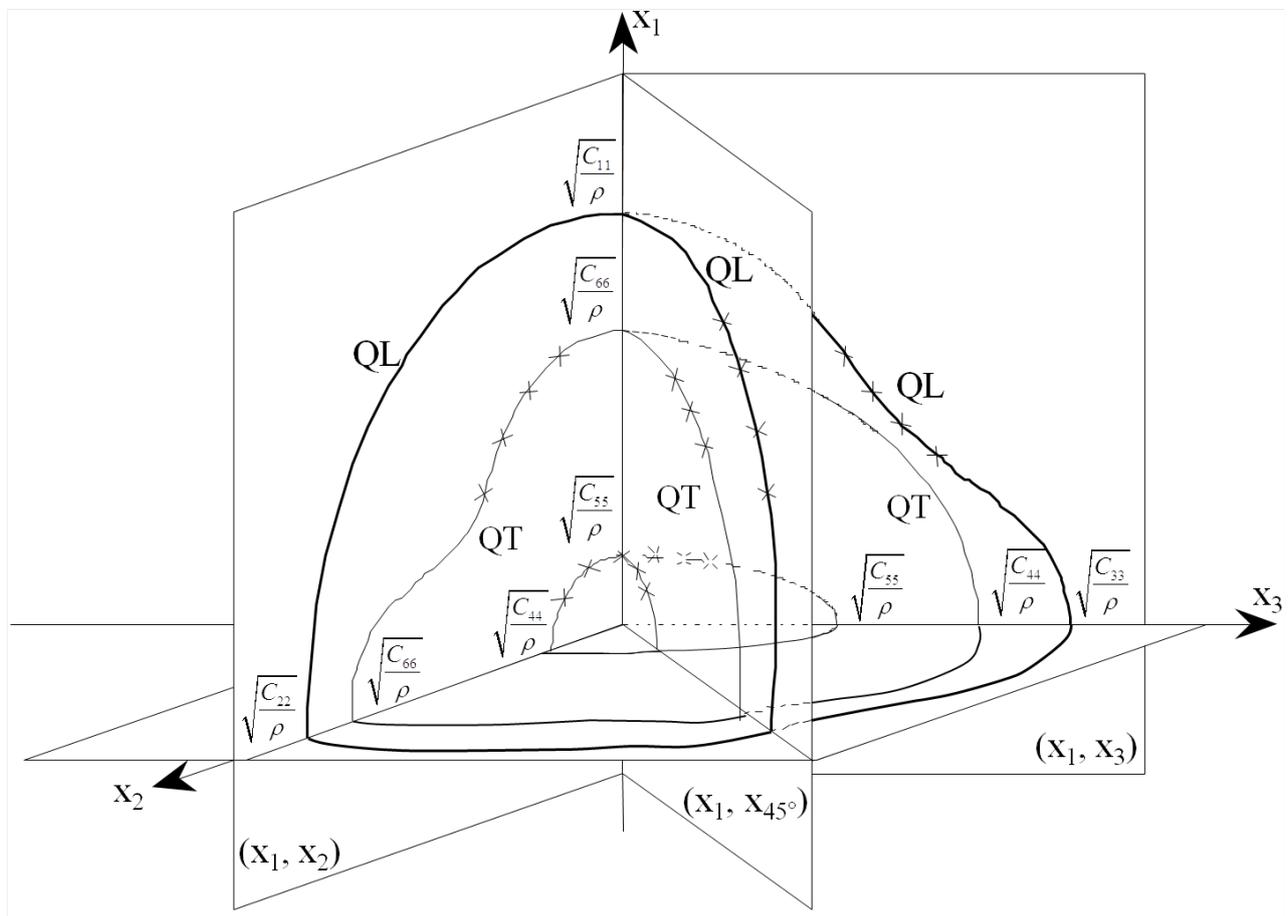


FIGURE 2.4 – [Aristégui (1997)] Vitesses dans les plans (x_1, x_2) , (x_1, x_3) , $(x_1, x_{\psi=45^\circ})$ et (x_2, x_3) d'un matériau à symétrie orthotrope. Les points (x) représentent les vitesses accessibles expérimentalement. Les courbes ont été calculées à partir du tenseur de rigidité optimisé.

Le tableau 2.2 résume les couples direction de propagation-direction de polarisation² à imposer pour mesurer les six rigidités de la diagonale du tenseur. Les mesures au contact servent à définir des valeurs de contraintes sur les composantes de la diagonale du tenseur de rigidité de l'optimisation utilisant un algorithme génétique.

direction de propagation	direction de polarisation	composante mesurée
$\vec{n} = \vec{x}_1$ épaisseur	\vec{x}_1	C_{11}
	\vec{x}_2	C_{66}
	\vec{x}_3	C_{55}
$\vec{n} = \vec{x}_2$ largeur	\vec{x}_1	C_{66}
	\vec{x}_2	C_{22}
	\vec{x}_3	C_{44}
$\vec{n} = \vec{x}_3$ longueur	\vec{x}_1	C_{55}
	\vec{x}_2	C_{44}
	\vec{x}_3	C_{33}

TABLEAU 2.2 – Mesures au contact pour une éprouvette dans les axes liés au matériau (figure 2.2).

2.1.3 Exigences expérimentales

L'échantillon est une lame à faces parallèles immergée dans une cuve remplie d'eau. Deux transducteurs sont alors placés de part et d'autre de l'éprouvette. L'un assure le rôle d'émetteur du signal ultrasonore, l'autre le rôle de récepteur. Leur fréquence est choisie en fonction du matériau. Pour les composites, il est courant de travailler pour des gammes de fréquences comprises entre 0.5 et 5 MHz. Le choix d'une fréquence impose le diamètre des transducteurs, ce qui nécessite en retour une certaine largeur l d'éprouvette. Le diamètre d'un transducteur varie typiquement entre un demi et un pouce. L'échantillon doit être de dimension suffisante pour intercepter la totalité des ondes acoustiques quel que soit l'angle d'incidence et pour que l'hypothèse de milieu infini puisse être vérifiée, la longueur d'onde des échos générés sur les bord de celle-ci doit être suffisamment petite. Bien que la méthode de caractérisation ultrasonore soit non destructive, ces dimensions sont contraignantes dans le cas de matériaux coûteux tel que les CMC.

De façon à choisir la fréquence f de caractérisation du matériau, on raisonne en terme de longueur d'onde, tel que $\lambda = \frac{V}{f}$. Elle est choisie en fonction des longueurs caractéristiques du matériau. Une épaisseur d'échantillon e importante permettra une séparation des modes de propagation facilité mais, celle-ci doit être limitée dans la cas de matériau absorbant. De plus, une des hypothèses de cette technique de caractérisation ultrasonore est de considérer le milieu comme homogène à l'échelle des longueurs d'onde utilisées. La plus petite d'entre elles doit être au moins supérieure à la plus grande taille des hétérogénéités du matériau. Le choix de la longueur d'onde, autrement dit de la fréquence dépend alors de la vitesse des ondes dans le matériau, des dimensions e et l de l'éprouvette et de la taille des hétérogénéités de celui-ci.

2. Direction de déplacement particulière.

La réponse d'un matériau n'étant pas physiquement instantanée, les vitesses de propagation dépendent de la fréquence d'excitation. Cette dispersion est due à une absorption dans les milieux viscoélastiques ou à une diffraction dans un milieu hétérogène [Leymarie (2002)]. Elle diminue la ressemblance entre le signal de référence et le signal se propageant dans le matériau et, rend la technique de chronométrie délicate. La figure 2.5 (a_2) montre un exemple de signal dispersif.

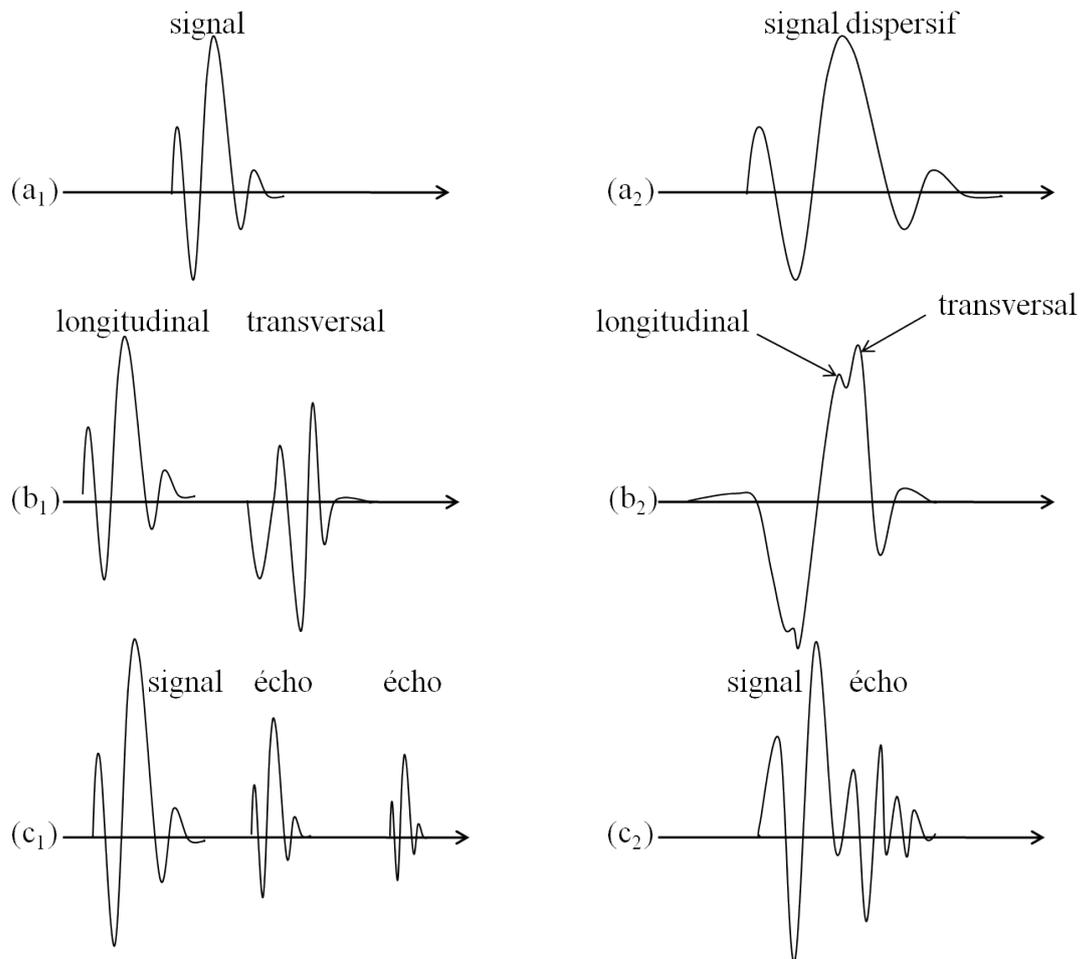


FIGURE 2.5 – (a_1) signal de référence, (a_2) signal dispersif; (b_1) signal multimodal, (b_2) signal multimodal présentant une distinction délicate des modes; (c_1) Signal en présence d'échos dissociables, (c_2) signal en présence d'échos mélangés.

La loi de Snell-Descartes, équation (2.6), montre l'existence d'angles d'incidence limites au delà desquels les modes réfractés ne se propagent pas au sein de la plaque³ [Roux *et al.* (1985)]. De plus, on observe une plage angulaire où coexistent mode quasi-longitudinal et quasi-transversaux. Ces modes sont alors susceptible de se superposer (figure 2.5 (b_2)). Ce mélange de modes ou encore la superposition de signaux induite par l'arrivée simultanée de signaux ayant parcouru un ou plusieurs aller-retour dans l'éprouvette (les échos) (figure 2.5 (c_2)) perturbent les mesures de retard par chronométrie. Les différents phénomènes décrits en figure 2.5 affectent la caractérisation des CMC.

3. Mode évanescent.

2.2 Motivation et choix d'un algorithme d'optimisation adapté au CMC SiC/SiC tissé 3D

2.2.1 Réponse acoustique du CMC SiC/SiC 3D aux ondes de volume impulsionnelles

Les différentes étapes nécessaires à la caractérisation ultrasonore des composantes du tenseur de rigidité sont :

- les mesures au contact [Audoin (1991)] et, suivant la méthode d'optimisation utilisée, le choix des valeurs d'initialisation ou des domaines de contrainte des rigidités,
- l'acquisition des signaux en immersion suivie de la mesure des retards, du calcul des vitesses et des directions de propagation associées,
- le traitement des données expérimentales [Audoin (1991)],
- l'optimisation des rigidités représentatives des données mesurées via le modèle (2.4).

Selon les directions de propagation et de polarisation de l'onde ultrasonore au sein de l'éprouvette à caractériser, la précision **des mesures au contact** est variable (tableau 2.2). Pour la mesure suivant la direction hors-plan x_1 , l'utilisation d'un couplant entre l'éprouvette et les transducteurs affecte la mesure de l'épaisseur et entache d'erreur la mesure des rigidités. Les mesures au contact suivant les directions de la largeur x_2 et de la longueur x_3 sont réalisées en disposant les transducteurs sur la tranche de l'éprouvette. Une partie réduite de la surface du transducteur étant utilisée, l'amplitude du signal transmis n'est pas optimale. Par contre, les ondes se propageant sur des distances relativement importantes⁴, l'épaisseur du couplant affecte peu la mesure du temps de parcours et par suite la rigidité associée. Néanmoins, dans cette configuration et pour un matériau de symétrie orthotrope, l'onde quasi-longitudinale se propageant suivant x_2 ou x_3 n'est plus volumique mais guidée par la structure. La mesure des rigidités C_{22} et C_{33} , c'est-à-dire, les vitesses longitudinales mesurées dépendent alors du module d'Young.

Les mesures des retards et le **calcul des vitesses** dépendent de la qualité des signaux transmis par l'éprouvette. Trois paramètres les affectent (figure 2.5) : la superposition d'échos, le mélange de modes et la dispersion. Pour le CMC SiC/SiC tissé 3D, un mélange de modes prononcé et une forte dispersion sont observés. Le choix de la fréquence centrale des transducteurs est alors particulièrement important. Les valeurs des vitesses et la taille de hétérogénéités des éprouvettes autorisent un choix de fréquence entre 1 et 2.25 *MHz*. Le signal ayant une fréquence centrale la plus basse (et donc une longueur d'onde la plus importante) est moins sensible à la dispersion. Par contre, le signal, ayant une fréquence centrale plus élevée mettant en jeu des longueurs d'onde plus courtes, conduit à une meilleure séparation des modes quasi-longitudinal et quasi-transversaux.

La figure 2.6 présente les signaux temporels et leur spectre fréquentiel normés transmis dans l'eau (référence) et dans l'éprouvette pour les deux fréquences d'étude (1 et 2.25 *MHz*) et pour différentes directions de propagation du plan (x_1, x_2) . Ces directions sont choisies pour illustrer :

- l'onde quasi-longitudinale correspondant à l'incidence nulle,
- un exemple de signal affecté par le mélange de modes, pour un angle d'incidence voisin de 7° ,
- l'onde quasi-transversale pour un angle voisin de 15° ,
- un signal pour un angle d'incidence supérieur à 30° , angle proche de l'angle limite.

Les signaux émis à une fréquence centrale de 1 *MHz* sont moins sensibles à la dispersion, leur forme temporelle est alors similaire à celle du signal de référence (trait fin). Le mélange de modes est à peine visible à l'oeil nu, alors que les spectres associées soulignent ce phénomène de mélange.

4. Les éprouvettes caractérisées ont une largeur de 35 *mm*, une longueur de 200 *mm* et une épaisseur avoisinant 3.6 *mm*.

Les signaux émis à une fréquence centrale de 2.25 MHz sont plus sensibles à la dispersion. L'éprouvette se comporte comme un filtre passe-bas, la fréquence centrale des signaux transmis étant inférieure à 2.25 MHz , soit $\approx 1\text{ MHz}$. Les formes temporelles des signaux transmis et du signal de référence ne sont plus similaires. Le mélange de modes est clairement visible et la distinction entre les modes quasi-longitudinal et quasi-transversal est plus aisée.

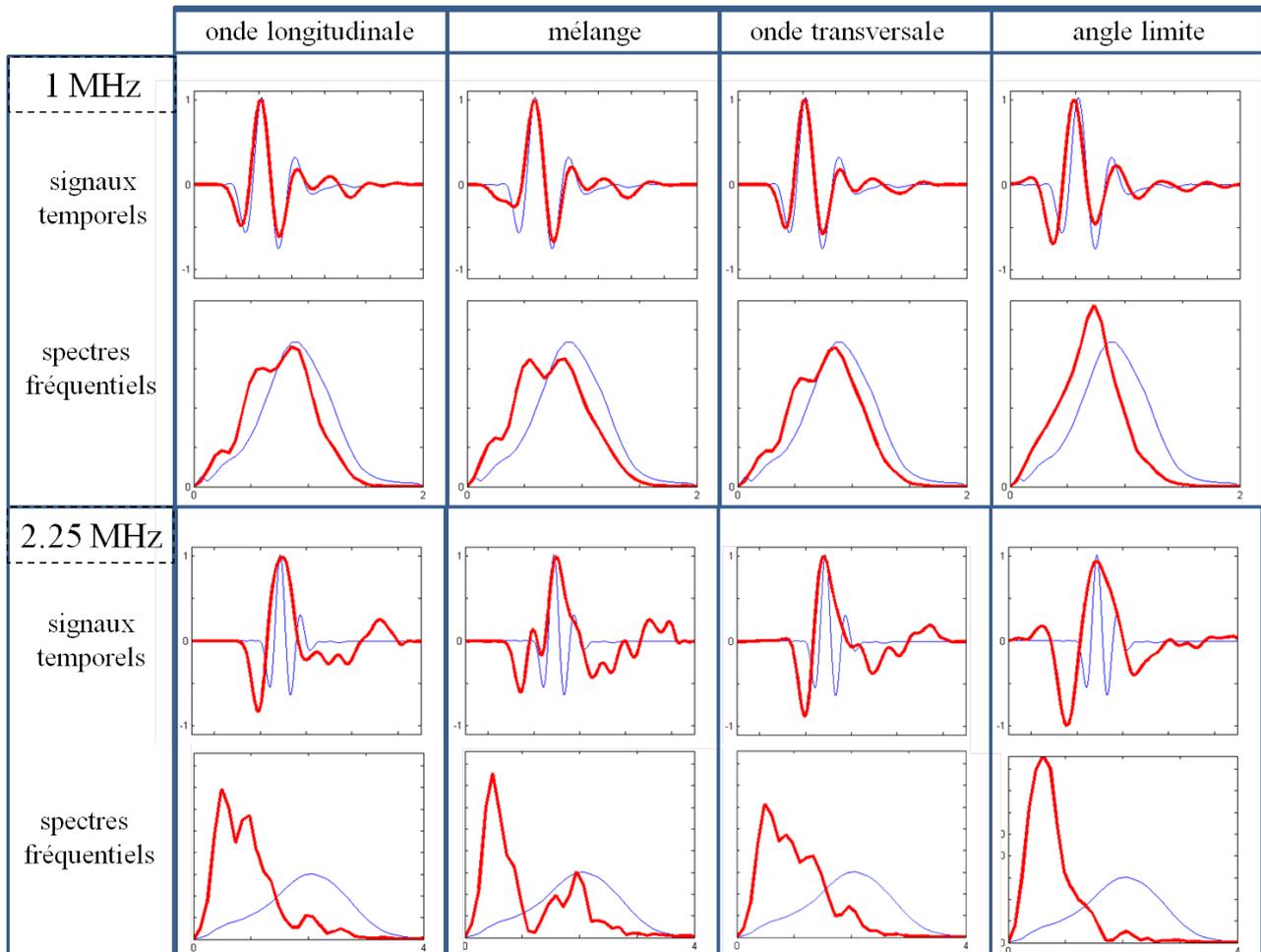


FIGURE 2.6 – Comparaison des signaux temporels normés et de leurs spectres fréquentiels pour des signaux émis à 1 et 2.25 MHz et pour différentes directions de propagation dans le plan d'acquisition (x_1, x_2) . Les signaux en trait fin (bleu) correspondent au signal de référence dans l'eau, les signaux en trait épais (rouge) correspondent aux signaux transmis.

La figure 2.7 (a) présente les vitesses dans le plan d'acquisition (x_1, x_2) pour un signal émis à une fréquence centrale de 1 MHz puis 2.25 MHz . Sur chacune des courbes de vitesses, on observe des ensembles de mesures correspondant aux vitesses des ondes quasi-longitudinales et quasi-transversales, notées respectivement QL et QT. Les zones entourées en trait plein correspondent aux mesures de vitesse obtenues en présence de mélange de modes, celles entourées en trait pointillé aux incidences proches des angles limites, où les effets de bord sont importants. La figure 2.7 (b) présente le maximum des amplitudes des signaux en fonction de l'angle d'incidence. On retrouve les zones angulaires correspondant aux ondes quasi-longitudinales, au mélange de modes, aux ondes quasi-transversales et aux angles limites.

Les courbes de vitesses, correspondant à des signaux émis à une fréquence centrale de 1 MHz , présentent une mauvaise séparation des modes quasi-longitudinaux et quasi-transversaux. Les vitesses longitudinales semblent fortement attirées vers les vitesses transversales. Les courbes de vitesses, correspondant à des signaux émis à une fréquence centrale de 2.25 MHz , ne présentent pas de séparation nette entre les modes quasi-longitudinaux et quasi-transversaux. Mais, les mesures de vitesse de l'onde quasi-longitudinale sont beaucoup moins influencées par la présence de mélange de modes.

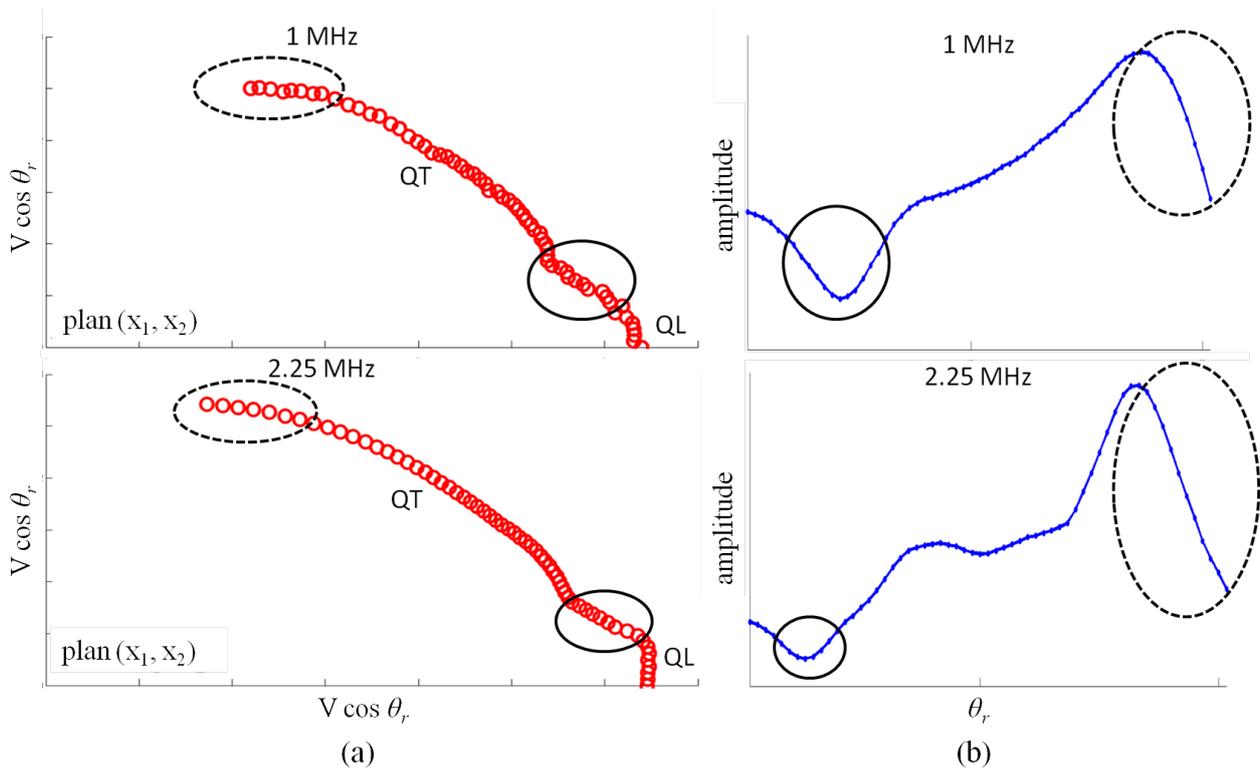


FIGURE 2.7 – (a) Vitesses quasi-longitudinales QL et quasi-transversales QT pour les signaux émis à une fréquence centrale de 1 MHz et 2.25 MHz . (b) Amplitudes des signaux émis à une fréquence centrale de 1 MHz et 2.25 MHz en fonction de l'angle d'incidence.

La figure 2.7 (a) présente les valeurs des vitesses non traitées projetées suivant les directions de propagation. Avant de procéder à l'évaluation du tenseur de rigidité du matériau par optimisation, les points de mesure, correspondant à du mélange de modes ou des angles limites, sont retirés des fichiers de vitesses. **Ce traitement** se fait après une étude attentive des signaux et de leurs amplitudes (figures 2.6 et 2.7). On conserve alors moins de 10 points de mesure de vitesses longitudinales. L'information sur ce mode est alors très faible et une optimisation de type Newton-Raphson (ou plus généralement utilisant une méthode déterministe [Bodian (2011)]) peut ne pas converger vers des composantes du tenseur de rigidité ayant un sens physique. **Une optimisation** plus robuste et moins sensible au nombre de points a alors été développée pour l'étude des CMC.

2.2.2 Principe de l'algorithme génétique

Les vitesses de phase expérimentales sont acquises dans trois plans de l'éprouvette à caractériser : deux plans de symétrie (x_1, x_2) et (x_1, x_3) et un plan quelconque correspondant à un angle azimutal $\psi = 45^\circ$, noté

$(x_1, x_{\psi=45^\circ})$. La direction $x_{\psi=45^\circ}$ est choisie de façon à ce que la sensibilité des vitesses à la rigidité C_{23} soit la plus forte possible. En effet, pour un matériau orthotrope, le tenseur de Christoffel s'exprime en fonction des neuf composantes du tenseur de rigidité et des directions de propagation (équation 2.11). Ces directions sont fonctions des angles de réfraction θ_r et de l'angle azimutal ψ définissant le plan de propagation. Les composantes du tenseur de Christoffel (equation (2.5)) s'écrivent alors :

$$\begin{aligned}
\Gamma_{11} &= C_{11} \cos^2 \theta_r + C_{66} \sin^2 \theta_r \cos^2 \psi + C_{55} \sin^2 \theta_r \sin^2 \psi, \\
\Gamma_{22} &= C_{66} \cos^2 \theta_r + C_{22} \sin^2 \theta_r \cos^2 \psi + C_{44} \sin^2 \theta_r \sin^2 \psi, \\
\Gamma_{33} &= C_{55} \cos^2 \theta_r + C_{44} \sin^2 \theta_r \cos^2 \psi + C_{33} \sin^2 \theta_r \sin^2 \psi, \\
\Gamma_{12} &= \Gamma_{21} = (C_{12} + C_{66}) \cos \theta_r \sin \theta_r \cos \psi, \\
\Gamma_{13} &= \Gamma_{31} = (C_{13} + C_{55}) \cos \theta_r \sin \theta_r \sin \psi, \\
\Gamma_{23} &= \Gamma_{32} = (C_{23} + C_{44}) \sin^2 \theta_r \sin \psi \cos \psi.
\end{aligned} \tag{2.11}$$

Le développement de l'équation de Christoffel (2.4) sous forme d'une fonctionnelle est tel que :

$$\begin{aligned}
f(\Gamma(C, \theta_r, \psi), \lambda(\rho, V_r)) &= -\lambda^3 + \lambda^2(\Gamma_{11} + \Gamma_{22} + \Gamma_{33}) + \lambda(\Gamma_{12}^2 + \Gamma_{13}^2 + \Gamma_{23}^2 - \Gamma_{11}\Gamma_{22} - \Gamma_{11}\Gamma_{33} - \Gamma_{22}\Gamma_{33}) \\
&\quad + \Gamma_{11}\Gamma_{22}\Gamma_{33} + 2\Gamma_{12}\Gamma_{23}\Gamma_{13} - \Gamma_{11}\Gamma_{23}^2 - \Gamma_{22}\Gamma_{13}^2 - \Gamma_{33}\Gamma_{12}^2,
\end{aligned} \tag{2.12}$$

où $\lambda = \rho V_r^2$ sont les valeurs propres du tenseur de Christoffel. L'expression de la fonctionnelle (2.12) se simplifie en fonction de la symétrie du plan d'acquisition des vitesses. Les deux rigidités C_{23} et C_{44} n'apparaissent pas dans les plans (x_1, x_2) et (x_1, x_3) (équation (2.11)).

Travaillant sur des fichiers expérimentaux, les erreurs ou le bruit inhérents à une mesure permettent de supposer qu'il n'existe pas de tenseur de rigidité qui satisfait parfaitement le modèle de propagation (2.4) et annule la fonctionnelle (2.12). Autrement dit, seules des valeurs approximées des rigidités du matériau sont accessibles. On choisit d'utiliser une méthode globale qui permet d'approcher la solution dans un espace de recherche de grande taille. L'identification de l'ensemble des composantes C_{ij} du tenseur de rigidité, à partir des vitesses expérimentales, repose sur la minimisation du problème suivant :

$$\exists C \in \mathbb{M}_{6 \times 6}(\mathbb{R}) \text{ tel que } F(C) = \min_{C_{ij}} F(C_{ij}) \text{ avec } u_{ij} < C_{ij} < v_{ij}$$

où :

$$\begin{aligned}
F(C_{ij}) &= \sum_{p=1}^{N_1} |V_m^{\psi=0^\circ}(C_{ij}, \theta_r^p) - V_r^{\psi=0^\circ}(\theta_r^p)|^2 + \\
&\quad \sum_{p=1}^{N_2} |V_m^{\psi=90^\circ}(C_{ij}, \theta_r^p) - V_r^{\psi=90^\circ}(\theta_r^p)|^2 + \\
&\quad \sum_{p=1}^{N_3} |V_m^{\psi=45^\circ}(C_{ij}, \theta_r^p) - V_r^{\psi=45^\circ}(\theta_r^p)|^2, \tag{2.13}
\end{aligned}$$

et u_{ij} et v_{ij} sont les contraintes calculées à partir des mesures au contact (tableau 2.2) et imposées aux composantes du tenseur de rigidité. Dans l'équation (2.13), N_1 , N_2 et N_3 désignent le nombre total de mesures relevées respectivement dans les plans (x_1, x_2) , (x_1, x_3) et $(x_1, 45^\circ)$. θ_r^p correspond à un angle de réfraction dans la plaque pour une mesure p donnée avec $p \in [1, N_j]$ et $j = 1, 2, 3$.

À partir d'un jeu de composantes du tenseur de rigidité C et d'angles d'incidence connus θ_i^p , le système composé de la relation de Snell-Descartes (2.6) et de l'équation de Christoffel (2.4) permet de calculer

les vitesses $V^p(C_{ij}, \theta_i^p)$ et les angles de réfraction θ^p associés. Ainsi, pour chaque angle d'incidence sont déterminées trois vitesses et leur direction réfractée associée, ce jeu de données étant dépendant des composantes C_{ij} . Les réponses du modèle $V_m(C_{ij}, \theta_r^p)$ sont ensuite obtenues à l'angle réfracté expérimental θ_r^p , à l'aide d'une interpolation linéaire des vitesses $V^p(C_{ij}, \theta_i^p)$ aux angles réfractés calculés θ^p (figure 2.8) :

$$V_m(C_{ij}, \theta_r^p) = V^p(C_{ij}, \theta_i^p) + (\theta_r^p - \theta^p) \cdot \frac{V^{p+1}(C_{ij}, \theta_i^{p+1}) - V^p(C_{ij}, \theta_i^p)}{\theta^{p+1} - \theta^p}, \quad (2.14)$$

avec $\theta_r^p \in [\theta^p, \theta^{p+1}]$.

Cette interpolation permet, au sein de la fonctionnelle (2.13), de constituer des couples de vitesses expérimentales et réponses du modèle définis pour un même angle réfracté. De plus, elle permet de prendre en compte un éventuel bruit de mesure (figure 2.8) ou encore une imprécision dans le contrôle des angles d'incidence expérimentaux. On remarque que la réponse du modèle V_m ainsi calculée ne satisfait l'équation de Christoffel (2.4) que si le bruit est nul, $(\theta_r^p - \theta^p) = 0$ et $V_m = V^p$.

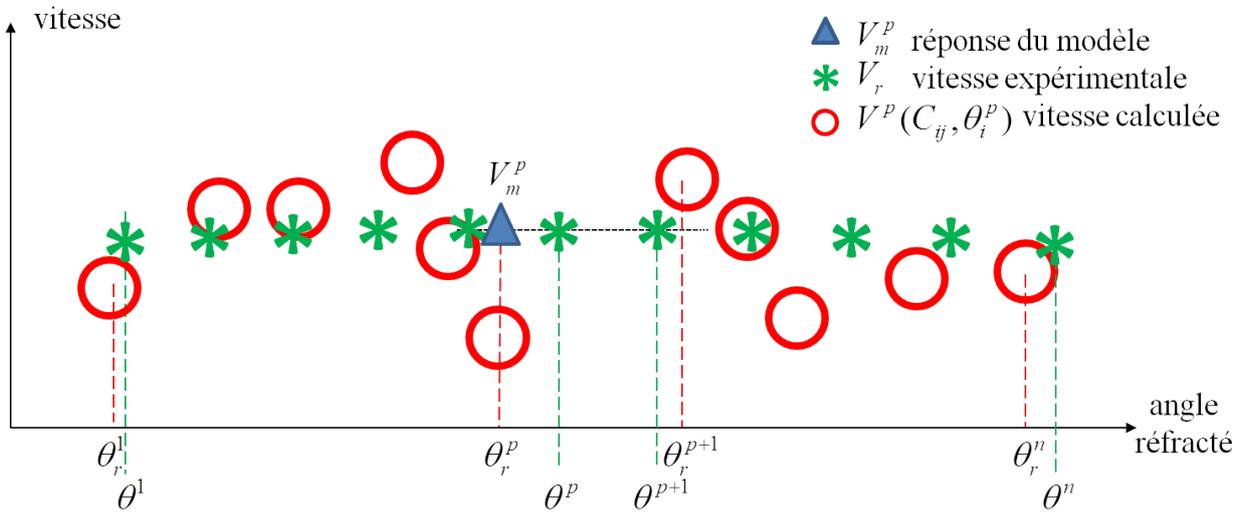


FIGURE 2.8 – Schématisation du calcul de V_m^p à l'angle réfracté θ_r^p par interpolation linéaire des vitesses V_p calculées aux angles réfractés θ^p .

De façon à minimiser la fonctionnelle (2.13), on utilise un algorithme génétique. C'est un algorithme stochastique itératif dont le principe consiste à simuler des mécanismes d'évolution génétique et de sélection naturelle. Le processus se déroule en plusieurs étapes :

- **l'initialisation** : on génère une population initiale de k individus. Chaque individu correspond à une composante du tenseur de rigidité C_{ij} et satisfait les contraintes associées $u_{ij} < C_{ij} < v_{ij}$. Le choix du nombre d'individus k de la population initiale est guidé par le nombre n de paramètres. Dans le cas d'un matériau orthotrope, n est égal à 9. La population initiale est alors constituée de k/n groupes d'individus (c'est-à-dire k/n tenseurs de rigidité). Le choix des contraintes u_{ij} et v_{ij} est guidé par les valeurs obtenues préalablement par mesure au contact (tableau 2.2).
- **l'évaluation et la sélection** : on évalue la fonctionnelle pour chaque groupe d'individus, c'est-à-dire pour k/n tenseurs de rigidité. Une mesure de la qualité de la solution qu'ils représentent est attribuée à chacun d'eux. Chaque individu C_{ij} du meilleur groupe a alors une probabilité plus importante d'être sélectionné pour la mise en place de la génération suivante.

– la **reproduction**, le **croisement** et la **mutation** : les meilleurs individus se reproduisent pour donner une nouvelle génération, autrement dit pour donner k/n nouveaux tenseurs de rigidité. La proportion des caractères des meilleurs individus, les C_{ij} , est alors supérieure à la génération précédente. Au cours de cette reproduction, des croisements ou des mutations peuvent s’effectuer afin d’enrichir la diversité de la population et ainsi d’explorer de façon efficace l’ensemble de l’espace de recherche de solutions prometteuses [Couégnat (2004)]. Les groupes d’individus (k/n tenseurs) d’une génération sont composés d’un mélange des meilleurs individus (k rigidités C_{ij}) de la génération précédente. On évite ainsi la convergence vers un minimum local de la fonctionnelle.

À la suite de l’étape de mutation, l’évaluation a de nouveau lieu, et ainsi de suite jusqu’à convergence vers un état stationnaire minimal ou à atteindre un nombre maximal d’itérations. La figure 2.9 résume ces différentes étapes.

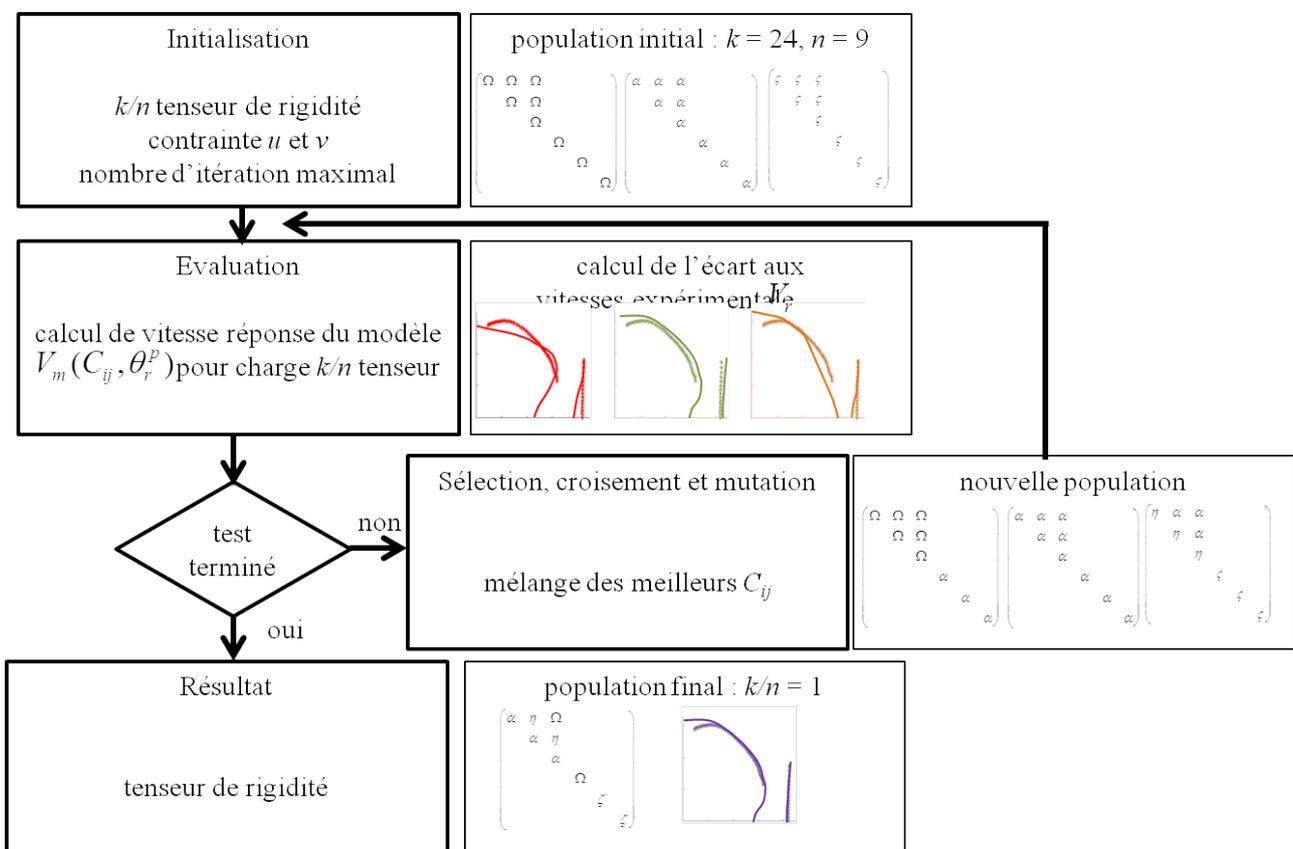


FIGURE 2.9 – Principe de l’algorithme génétique.

Avant toute optimisation, trois paramètres doivent être fixés par l’utilisateur : le nombre d’itérations (ou nombre de générations), le nombre d’individus dans la population initiale et les valeurs des contraintes. Les choix du nombre d’itérations et d’individus sont des problèmes classiques d’optimisation nécessitant de trouver le bon compromis entre la rapidité de convergence et l’étendue du domaine de recherche. Le critère définissant un état stationnaire dépend de chaque éprouvette caractérisée. On choisit alors la condition d’arrêt correspondant au nombre d’itérations *a priori* fixé.

Dans la littérature, on observe souvent l'utilisation d'algorithmes hybrides couplant un algorithme génétique à une méthode de descente locale. Cette solution n'est pas adaptée à l'étude du CMC SiC/SiC 3D, car le faible nombre de points de mesure de vitesses longitudinales entraîne l'attraction des méthodes de descente classiques vers des minima locaux. Les problèmes de non-convexité de la fonctionnelle (2.12) sont exposés en section 2.3.1.

Le choix des contraintes conditionne quant à lui la qualité de l'optimisation. Les contraintes, sur les composantes de la diagonale du tenseur, sont définies à partir des valeurs mesurées au contact. Les contraintes sur les composantes hors-diagonales sont, dans un premier temps, choisies de façon à ce que les cofacteurs du tenseur de rigidité soient positifs (par exemple, $C_{11}C_{22} - C_{12}^2 > 0$).

Une étude de reproductibilité et de dispersion des mesures au contact en fonction de la fréquence centrale des traducteur et de la position sur l'éprouvette a montré qu'il est approprié de choisir les contraintes comme étant égales à $\pm 30\%$ des valeurs mesurées au contact. On peut alors imaginer un cas critique où des erreurs de mesure au contact des rigidités entraîneraient une mauvaise définition des contraintes. Ce cas critique testé en section 2.3.2, a permis de valider cette définition de contrainte.

2.2.3 Intervalle de confiance

Chaque étape du processus d'identification des constantes de rigidité d'un matériau, est susceptible d'induire une erreur sur les résultats. Une liste non exhaustive des causes d'erreurs systématiques est établie :

- la précision et l'arrondi liés aux appareils de mesure utilisés,
- l'incertitude sur la position des traducteurs correspondant à une incertitude sur l'angle d'incidence,
- le comportement de l'algorithme d'optimisation en présence de dispersion ou de mélange de modes,
- le nombre de données expérimentales...

Il est délicat de quantifier l'influence de chacune de ces causes d'erreurs potentielles. Un calcul d'intervalle de confiance, associé à chaque constante de rigidité identifiée à partir d'une méthode de minimisation locale de la fonctionnelle (2.12), a alors été proposé par Audoin (1991). Il s'obtient à partir de l'évaluation du gradient et de la Hessienne de cette fonctionnelle. Il ne prend pas en compte l'ensemble des facteurs d'erreurs énumérés précédemment, mais fait figure de baromètre quant à la confiance que l'on peut attribuer aux valeurs obtenues. Il constitue un très bon indicateur de la pertinence de l'optimisation et de la cohérence des vitesses expérimentales par rapport à celle-ci.

Le choix d'un algorithme génétique pour la détermination du tenseur de rigidité ne permet pas d'utiliser ce type de calcul d'intervalle de confiance. En effet, les intervalles associés à chacune des rigidités identifiées sont trop importants pour être représentatif de la qualité de l'optimisation. Ce phénomène s'explique d'une part, par la définition de la fonctionnelle (2.13) et d'autre part, par la définition de la condition d'arrêt.

De façon à définir un nouveau intervalle de confiance représentatif de l'incertitude sur les rigidités C_{ij} identifiées, on choisit de faire une série de dix calculs consécutifs avec les mêmes données et paramètres (vitesses expérimentales, contraintes, nombre d'itérations...). Le résultat final correspond à la moyenne de ces 10 calculs. Puis, on utilise les propriétés de l'écart-type σ , qui permet de comparer deux séries de même nature : celle qui a l'écart-type le plus faible est la moins dispersée. De plus, lorsque l'écart type fait référence à une série statistique satisfaisant une loi normale, on peut considérer par exemple, que 68 % des données de moyenne \bar{x} sont comprises dans l'intervalle défini par : $\bar{x} - \sigma$ et $\bar{x} + \sigma$. Pour une série statistique qui ne suit pas cette loi et qui n'est pas trop dissymétrique, cette propriété est approximativement vérifiée.

On suppose alors, que pour un nombre important de calculs d'optimisation génétique consécutifs, la loi statistique obtenue se rapproche d'une loi normale sur chaque C_{ij} optimisé. Étant donné qu'on ne rai-

sonne que sur 10 identifications consécutives (pour des raisons de temps de calcul), il est alors difficile de connaître la valeur exacte de l'écart type. Choisisant $\sigma \cong S' / \sqrt{n}$, on calcule l'intervalle de confiance d'après la définition d'un intervalle de Student [Savy (2006)] :

$$\overline{C_{ij}} - t_{1-\alpha}^{n-1} \frac{S'}{\sqrt{n}} \leq C_{ij} \leq \overline{C_{ij}} + t_{1-\alpha}^{n-1} \frac{S'}{\sqrt{n}} \quad (2.15)$$

avec :

$$S'^2 = \frac{1}{n-1} \sum_k (C_{ij}^k - \overline{C_{ij}})^2,$$

où $\overline{C_{ij}}$ représente la moyenne de la rigidité C_{ij} sur le nombre total de calculs n (ici 10), C_{ij}^k est sa valeur pour un calcul k donné, C_{ij} représentant la valeur exacte des composantes du tenseur de rigidité et t le coefficient de Student. Ce coefficient dépend de la probabilité α d'être dépassée en module (figure 2.10). À partir d'observation de disparités sur des calculs de simulation, la valeur du paramètre α est choisie égale à 0.7.

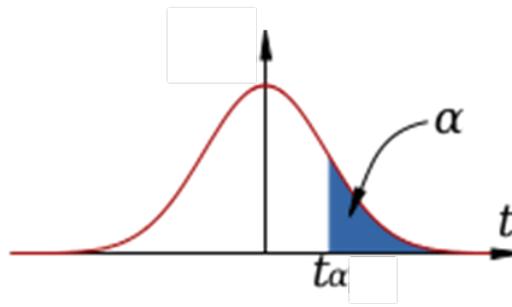


FIGURE 2.10 – Valeur de la variable t ayant la probabilité α d'être dépassée en module.

Chaque souplesse ou constante de l'Ingénieur est définie à partir d'un ensemble de rigidités. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet par le même processus, d'établir un intervalle de confiance pour chaque souplesse et constante de l'Ingénieur. Les intervalles de confiance sont notés entre parenthèses pour les distinguer des calculs d'erreur.

2.3 Validation de l'algorithme d'optimisation à partir de vitesses simulées

Plusieurs phénomènes sont susceptibles de perturber l'identification du tenseur de rigidité du CMC SiC/SiC 3D :

- la symétrie du matériau : quadratique, orthotrope ou monoclinique,
- le nombre de mesures accessibles,
- les choix des contraintes appliquées aux composantes du tenseur de rigidité.

On teste le comportement de l'algorithme génétique sur des fichiers simulés représentatifs d'essais expérimentaux. On impose d'une part qu'à un angle d'incidence donné ne correspond qu'une seule vitesse simulée, longitudinale ou transversale ; d'autre part, les vitesses correspondant au mode quasi-transversal polarisé hors-plan ont été retirées des fichiers de simulation. La figure 2.11 présente les vitesses simulées.

Les fichiers de simulation sont obtenus à partir d'un jeu de constantes de rigidité connues, notées "valeurs de simulation". Les vitesses et directions de propagation dans le CMC sont calculées pour un angle d'incidence donné, à partir de l'équation de Christoffel (2.4) et de la relation de Snell-Descartes (2.6). On

ajoute ensuite sur chacune de ces vitesses une perturbation dont le niveau de bruit est fixé à un pourcentage donné de la vitesse du mode quasi-longitudinal à incidence normale. La prise en compte dans l'algorithme de résolution de l'ensemble des vitesses perturbées conduit à un jeu de composantes \tilde{C}_{ij} estimées. Les faisceaux de courbes de la figure 2.11 correspondent aux 10 calculs d'optimisation consécutifs pour un matériau de symétrie orthotrope.

Le nombre de mesures de vitesse longitudinale considéré lors de la caractérisation ultrasonore du CMC SiC/SiC 3D est très faible. Les amplitudes non nulles des ondes quasi-transversales générées pour des angles d'incidence remarquablement faibles interdisent des mesures correctes de vitesse des ondes quasi-longitudinales (mélange de modes). Pour quantifier l'influence de ce phénomène, une première identification réalisée à partir d'un fichier de simulation possédant un ensemble important de vitesses longitudinales sert de référence (haut de la figure 2.11). L'identification rendant compte des performances de l'algorithme est ensuite menée à partir d'un fichier de vitesses caractéristique du CMC SiC/SiC 3D, c'est-à-dire avec un nombre restreint de vitesses longitudinales.

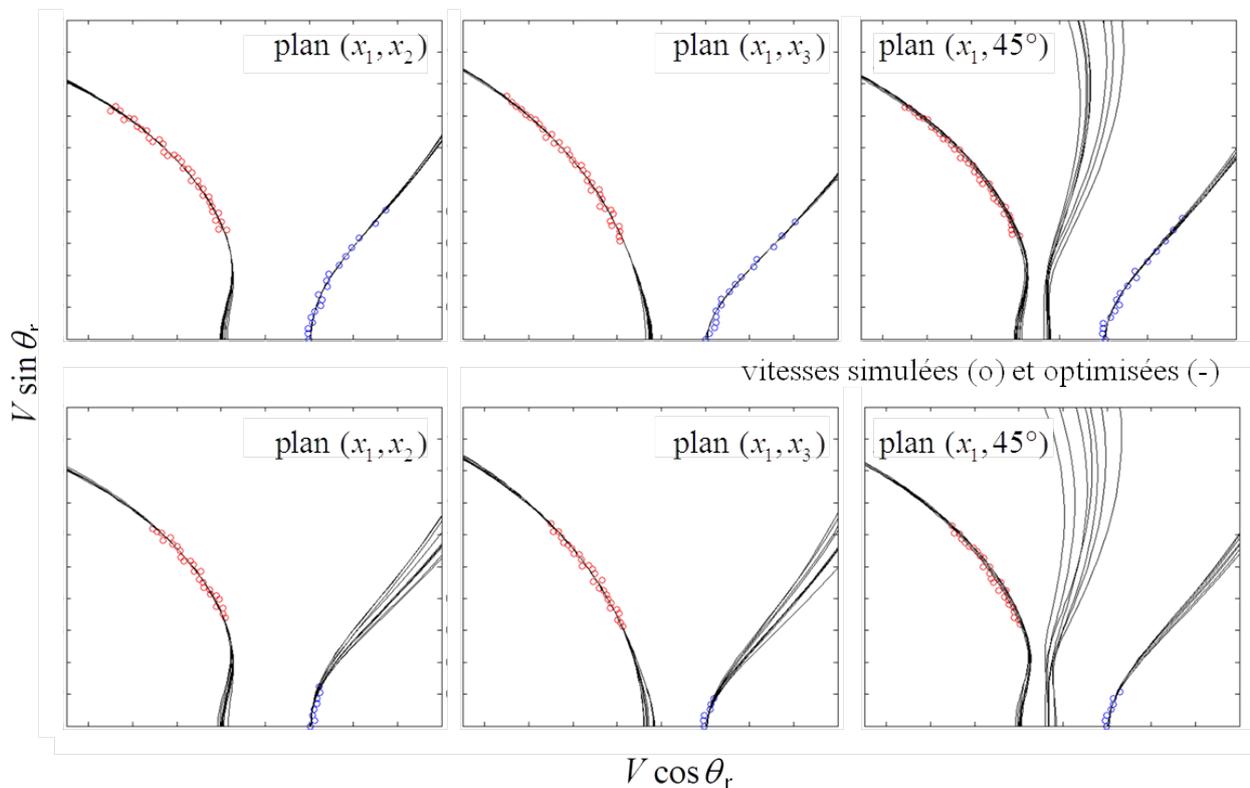


FIGURE 2.11 – Vitesses de phase V dans l'ensemble des trois plans nécessaires à la caractérisation d'un matériau orthotrope. θ_r désigne l'angle réfracté au sein du matériau pour l'ensemble des modes identifiés. En haut : vitesses pour un nombre important de points longitudinaux, servant de référence. En bas : vitesses pour un nombre de points longitudinaux restreint par le mélange de modes typique du SiC/SiC 3D.

2.3.1 Validité pour différentes classes de symétrie de matériaux

Afin de tester les performances de l'algorithme génétique, l'identification des tenseurs de rigidité de matériaux possédant trois symétries différentes, a été réalisée : la symétrie orthotrope correspondant à l'hypothèse faite sur le CMC SiC/SiC 3D, la symétrie quadratique et la symétrie monoclinique.

La répartition de fils chaîne-trame étant quasi-similaire, la symétrie du CMC SiC/SiC tissé 3D est proche de la symétrie quadratique. Néanmoins, l'hypothèse d'une symétrie moins restrictive, l'orthotropie, est retenue. Ainsi, l'algorithme génétique détermine indépendamment les neuf composantes non nulles du tenseur de rigidité. Les relations entre ces composantes permettent *a posteriori* d'identifier une symétrie de matériau comportent éventuellement plus de plans de symétrie que la symétrie orthotrope, par exemple, la symétrie quadratique.

Lorsque l'on travaille avec des matériaux de symétrie quadratique, le mode quasi-transversal polarisé perpendiculairement au plan de propagation n'est pas généré dans le plan $(x_1, 45^\circ)$, qui est un plan de symétrie. Les directions x_2 et x_3 sont équivalentes. L'équation (2.12) se factorise :

$$f(\Gamma(C, \theta_r, \psi), \lambda(\rho, V)) = (\lambda + \Gamma_{23} - \Gamma_{22}) (\lambda^2 - \lambda(\Gamma_{11} + \Gamma_{22} + \Gamma_{23}) + \Gamma_{11}(\Gamma_{22} + \Gamma_{23}) - 2\Gamma_{12}^2). \quad (2.16)$$

On ne possède alors aucune information sur le mode quasi-transversal polarisé hors-plan, pour lequel $\lambda = \Gamma_{22} - \Gamma_{23}$. Les constantes C_{23} et C_{44} ne peuvent pas être déterminées indépendamment. En effet le développement du second facteur de l'équation (2.16), fait apparaître une combinaison linéaire $C^* = C_{23} + 2C_{44}$ [Hosten (1992)]. Lorsque l'on utilise une méthode d'identification du tenseur de rigidité de type Newton-Raphson, la mesure du C_{44} accessible au contact, permet de rompre la combinaison C^* et autorise alors l'évaluation de l'intégralité du tenseur de rigidité. L'inconvénient est que l'on attribue alors une importance toute particulière à cette mesure au contact rendant caduque le calcul de l'intervalle de confiance associé à la composante C_{44} .

Il est important de noter que les mesures expérimentales sont entachées d'erreurs (présence de bruit, de mélange de modes, d'incertitude sur la position des pièces mécaniques, ...). Ainsi on ne cherche pas un tenseur de rigidité annulant la fonctionnelle mais des valeurs de rigidité minimisant l'écart entre les vitesses expérimentales et les vitesses prédites. Les intervalles de confiance associés sont alors essentiels pour appréhender la qualité de l'identification. Il n'est donc pas judicieux d'attribuer un poids trop important à la mesure au contact de la composante C_{44} .

Le fait d'utiliser l'interpolation (2.14) lors de la minimisation de la fonctionnelle (2.13) permet de lever, en partie, l'indétermination liée à la combinaison linéaire C^* . En effet, on ne travaille plus directement avec la fonctionnelle couplée. Les composantes C_{23} et C_{44} sont alors identifiées indépendamment, la valeur du C_{44} mesurée au contact n'est pas imposée et des intervalles de confiance peuvent leur être associés.

Pour les symétries orthotrope et monoclinique ne faisant pas intervenir la combinaison C^* , la mesure au contact du C_{44} reste appréciable [Vorel *et al.* (2013)]. De même, les points de mesure correspondant à des ondes se propageant dans le plan $(x_1, 45^\circ)$ suivant une direction proche de l'angle réfracté $\theta_r = 45^\circ$, augmentent la sensibilité de la fonctionnelle aux paramètres C_{23} et C_{44} , et donc la qualité de leur identification.

Afin de confirmer la capacité de l'algorithme génétique à déterminer le tenseur de rigidité du CMC SiC/SiC 3D, des identifications ont été menés à partir de vitesses simulées. Les tableaux 2.3, 2.4 et 2.5 présentent des résultats de simulation pour différentes symétries matérielles.

	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	C_{12}	C_{13}	C_{23}
valeurs de simulation	12.9	100	100	35.5	9.7	9.7	5.1	5.1	16.1
identification pour un nombre de vitesses longitudinales servant de référence	12.9 (0)	101.0 (3)	99.4 (3)	35.0 (4)	9.7 (0.2)	9.8 (0.2)	5.2 (0.2)	5.2 (0.3)	29.3 (14)
identification pour un nombre de vitesses longitudinales restreint à la configuration expérimentale	12.6 (0)	103.8 (15)	102.7 (10)	35.8 (6)	9.6 (0.3)	9.7 (0.2)	5.5 (2)	5.4 (1)	30.8 (15)

TABLEAU 2.3 – Valeurs des rigidités (normées $\times 100$) d'un matériau de symétrie **quadratique** identifiées à partir de vitesses simulées. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés.

	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	C_{12}	C_{13}	C_{23}
valeurs de simulation	12.9	90	100	35.5	10.2	8.9	5.1	6.4	16.1
identification pour un nombre de vitesses longitudinales servant de référence	12.9 (0)	91.8 (2)	100 (2)	35.1 (3)	10.3 (0.1)	8.9 (0.2)	5.1 (0.2)	6.2 (0.2)	21.5 (13)
identification pour un nombre de vitesses longitudinales restreint à la configuration expérimentale	12.9 (0)	98.5 (12)	89.2 (12)	35.1 (5)	10.2 (0.3)	8.9 (0.2)	5.8 (1)	5.4 (1)	26.0 (9)

TABLEAU 2.4 – Valeurs des rigidités (normées $\times 100$) d'un matériau de symétrie **orthotrope** identifiées à partir de vitesses simulées. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.

	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	C_{12}	C_{13}	C_{23}	C_{14}	C_{24}	C_{34}	C_{56}
valeurs de simulation	12.9	89.5	94.5	38.5	9.9	9.2	5.4	6.1	19.1	0.6	0.5	3.9	0.6
nombre de vitesses longi. servant de référence	12.9 (1)	89.9 (9)	99.2 (8)	39.7 (4)	9.9 (1)	9.2 (1)	4.6 (1)	5.7 (2)	34.7 (7)	1.6 (3)	1.1 (7)	0.9 (7)	0.5 (2)
nombre de vitesses longi. restreint à la configuration expérimentale	12.9 (0.1)	87.3 (8)	93.3 (10)	42.4 (5)	9.3 (0.2)	9.1 (0.3)	4.6 (1)	5.3 (1)	32.5 (7)	0.6 (2)	0.1 (3)	0.3 (4)	-0.1 (1)

TABLEAU 2.5 – Valeurs des rigidités (normées $\times 100$) d'un matériau de symétrie **monoclinique** identifiées à partir de vitesses simulées. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.

Les valeurs des composantes du tenseur de rigidité ont été choisies similaires à celles du CMC SiC/SiC tissé 3D. Elles sont reportées sur les deuxièmes lignes des tableaux. Sur les troisièmes lignes, sont reportées les rigidités identifiées à partir de fichiers de simulation possédant un nombre relativement important de vitesses longitudinales. Les quatrièmes lignes des tableaux comportent des résultats obtenus pour des configurations se rapprochant des conditions expérimentales (mélange de modes). La comparaison des rigidités des troisièmes et quatrièmes lignes permet de quantifier l'influence du nombre de points de mesure sur l'identification du tenseur de rigidité.

On constate pour l'ensemble des symétries une très bonne concordance entre l'identification des composantes diagonales du tenseur de rigidité et les valeurs de simulation. Pour l'ensemble des composantes diagonales, lorsque le nombre de vitesses longitudinales est réduit, les erreurs augmentent (quatrième ligne des tableaux). On observe notamment une dégradation de l'identification des composantes C_{22} et C_{33} , qui sont particulièrement sensibles aux vitesses longitudinales. Les erreurs n'excèdent pas 10 % et les intervalles de confiance associés augmentent en conséquent. Les intervalles de confiance constituent donc de bons indicateurs de la qualité de la caractérisation.

Pour l'ensemble des symétries, l'identification de la composante hors diagonale C_{23} semble plus délicate et reste peu sensible au nombre de vitesses longitudinales. La qualité de l'identification des autres composantes hors-diagonales est propre à chacune des symétries.

Les tableaux 2.3 et 2.4 présentent les résultats obtenus pour des matériaux de symétrie quadratique et orthotrope. De façon à comparer les performances de l'algorithme pour ces symétries, nous avons conservé des similitudes entre les tenseurs de rigidité utilisés pour les simulations.

Les résultats obtenus pour un matériau de symétrie orthotrope sont similaires à ceux relatifs au matériau de symétrie quadratique. Cela confirme que l'indétermination liée à la combinaison C^* entre C_{23} et C_{44} est bien levée lors de l'identification du tenseur de rigidité d'un matériau de symétrie quadratique à l'aide de l'algorithme génétique.

Lorsqu'un CMC est sollicité en dehors des axes principaux du matériau, des réseaux de fissuration orientés perpendiculairement à cette sollicitation sont susceptible se développer [Aristégui et Baste (1998); Couégnat (2008)]. La symétrie du matériau (initialement orthotrope) devient monoclinique. Les capacités de l'algorithme génétique, à identifier le tenseur de rigidité dans ce cas, ont été testées. Le problème de minimisation concerne la fonctionnelle (2.13), à laquelle sont incorporées les vitesses prédites et mesurées, dans le plan $(x_1, \psi = 135^\circ)$ [Aristégui et Baste (1997)].

Le tableau 2.5 présente les résultats de simulation pour un matériau de symétrie monoclinique. Les valeurs de simulation choisies correspondent à une rotation de 30° autour de la normale x_1 du tenseur de rigidité du matériau de symétrie orthotrope du tableau 2.4. On obtient alors un tenseur à treize composantes non-nulles. Les valeurs des nouvelles composantes non nulles sont très faibles. Leur influence sur la fonctionnelle à minimiser est moins importante et leurs valeurs sont donc d'autant plus difficiles à identifier.

L'algorithme génétique donne de bons résultats pour l'ensemble des composantes diagonales. Les composantes C_{12} et C_{13} sont également correctement identifiées. Les erreurs sur les autres composantes sont plus importantes mais, à l'exception de la composantes C_{23} , les valeurs des composantes de simulation sont comprises dans les intervalles définis par les intervalles de confiance.

En résumé, l'utilisation d'un algorithme génétique lors de l'identification du tenseur de rigidité de matériau de symétrie quadratique, orthotrope et monoclinique est validée. De plus, le critère choisi pour définir les intervalles de confiance associés à chaque rigidité semble satisfaisant.

2.3.2 Sensibilité au choix des contraintes

Une minimisation de la fonctionnelle (2.12) par une méthode itérative de type Newton-Raphson nécessite la définition de valeurs d'initialisation. Des valeurs d'initialisation proches des valeurs des composantes du tenseur de rigidité conditionnent leur bonne identification. Lorsque l'on utilise un algorithme génétique, le problème lié au choix des valeurs d'initialisation est remplacé par la définition moins exigeante de contraintes.

On rappelle que pour les composantes diagonales du tenseur de rigidité, les contraintes imposées u_{ii} et v_{ii} sont choisies égales $\pm 30\%$ des valeurs obtenues préalablement par mesure au contact de l'éprouvette (tableau 2.2). Les contraintes sur les composantes hors-diagonales sont dans un premier temps choisies de façon à ce que les cofacteurs du tenseur de rigidité soient positifs.

On peut imaginer un cas critique où les erreurs sur les mesures au contact entraîneraient une mauvaise définition des contraintes u_{ij} et v_{ij} . Les capacités de l'algorithme ont été testées face au cas critique où les valeurs des rigidités de l'éprouvette testée correspondent à une borne de l'intervalle défini par : $C_{ij}^{éprouvette} \in [C_{ij}^{contact} \pm 30\%]$. De façon à quantifier l'effet d'une mauvaise définition des contraintes, nous avons utilisé le tenseur de rigidité du matériau de symétrie orthotrope de la sous-section précédente (tableau 2.4). Le bruit et le nombre de points sont les mêmes que pour la simulation précédente, seules les valeurs considérées comme valeurs mesurées au contact changent (tableau 2.6).

Le tableau 2.7 présente les résultats de l'identification du tenseur de rigidité dans le cas critique étudié. On constate que, même pour un nombre important de vitesses longitudinales dans les fichiers de simulation, les erreurs sur l'ensemble du tenseur de rigidité sont plus importantes que pour des contraintes bien définies (tableau 2.4).

	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}
valeurs de simulation	12.9	90	100	35.5	10.2	8.9
contacts erronés	mesuré	128	77	50.7	7.9	12.7
intervalle de contraintes	en immersion	[89.6;166.4]	[53.9;100.1]	[35.5;65.9]	[5.5;10.3]	[8.9;16.5]

TABLEAU 2.6 – Valeurs des rigidités d'un matériau de symétrie orthotrope et définition d'intervalles de contraintes associés à des mesures au contact erronées. Toutes les valeurs sont normées et multipliées par 100.

	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	C_{12}	C_{13}	C_{23}
valeurs de simulation	12.9	90	100	35.5	10.2	8.9	5.1	6.4	16.1
identification pour un nombre de vitesses longitudinales servant de référence	12.9 (0.1)	104.7 (8)	95.0 (6)	51.7 (4)	10.6 (0.3)	8.4 (0.4)	6.2 (1)	6.1 (1)	29.9 (13)
identification pour un nombre de vitesses longitudinales restreint à la configuration expérimentale	12.9 (0)	114.6 (15)	86.4 (17)	50.4 (6)	10.4 (1)	8.7 (0.1)	7.3 (1)	5.2 (2)	30.3 (13)

TABLEAU 2.7 – Valeurs des rigidités (normées $\times 100$) d'un matériau de symétrie orthotrope identifiées à partir de vitesses simulées dans un **cas critique de définition de contraintes**. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux intervalles de confiance associés à chaque rigidité.