



**HAL**  
open science

# Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique

Nathalie Lissart

► **To cite this version:**

Nathalie Lissart. Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Bordeaux 1, 1994. Français. NNT : . tel-03617311

**HAL Id: tel-03617311**

**<https://hal.science/tel-03617311v1>**

Submitted on 23 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.

Nathalie GODIN  
Associate Professor

Bonne  
Lecture et

MATEIS - INSA-Lyon - CNRS UMR5510  
Domaine Scientifique de la Doua  
Institut National des Sciences Appliquées de Lyon  
Bâtiment Blaise Pascal - 7 avenue Jean Capelle - 69621 Villeurbanne Cedex (F)  
Tél. +33 (0)4 72 43 80 73 - Fax +33 (0)4 72 43 79 30  
E-mail : nathalie.godin@insa-lyon.fr

Bonnes  
vacances  
Nathalie

N° d'ordre : 1207

# THÈSE

PRÉSENTÉE À

## L'UNIVERSITÉ BORDEAUX I

ÉCOLE DOCTORALE DE SCIENCES CHIMIQUES  
Par Nathalie LISSART

POUR OBTENIR LE GRADE DE

### DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : SCIENCES DES MATÉRIAUX

---

PROBABILITÉ DE RUPTURE ET FIABILITÉ  
DES COMPOSITES À MATRICE CÉRAMIQUE

---

Soutenue le 8 décembre 1994

Après avis de : MM. G. FANTOZZI  
D. FRANÇOIS

Rapporteurs

Devant la Commission d'examen formée de :

MM. P. LADEVEZE  
P. MORLIER  
G. FANTOZZI  
D. FRANÇOIS  
P. LAMICQ  
J. LAMON  
R. NASLAIN

Président  
Rapporteur  
Examineurs

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au laboratoire des Composites ThermoStructuraux (L.C.T.S), unité mixte associant le CNRS, la SEP et l'Université de Bordeaux I. Je remercie Monsieur le Professeur R. Naslain pour m'y avoir reçue.

Monsieur J. Lamon, Directeur de Recherche au CNRS, a suivi le déroulement de ce travail. Ses conseils et ses encouragements m'ont permis de mener à bien cette étude. Par ailleurs, en me laissant une assez grande liberté dans ce travail, il m'a permis de me former à la recherche. Je lui adresse mes sincères remerciements.

Je suis particulièrement sensible à l'intérêt que Messieurs G. Fantozzi, Professeur à l'INSA de Lyon et D. François, Professeur à l'École Centrale des Arts et Manufactures de Paris ont porté à ce travail en me faisant l'honneur de le juger. Je leur adresse mes sincères remerciements.

Je suis très reconnaissante à Messieurs P. Ladevèze, Professeur à l'École Normale Supérieure de Cachan, P. Lamicq, Directeur Recherche et Technologie à la Société européenne de Propulsion, P. Morlier, Professeur à l'Université de Bordeaux I, d'avoir examiné ce travail et de participer au Jury.

Je tiens également à remercier plusieurs membres du LCIS pour leur collaboration essentielle pour mener à bien ce travail :

- E. Inghels, pour son aide précieuse lors de réalisation du programme informatique,
- G. A. Lebrun pour les discussions profitables que nous avons eues,
- B. Humez, pour le sérieux avec lequel il a réalisé les essais mécaniques,
- M. Alrivie, pour ses conseils lors des observations microscopique.

Monsieur M. Coignard a géré au plan administratif mon séjour au LCIS. Il m'a permis de réaliser mes travaux dans les meilleurs conditions. Je l'en remercie vivement.

Je tiens également à remercier pour leur aide chaleureuse, Madame F. Croiser, Mademoiselle C. Dupouy qui m'a aidé avec beaucoup de gentillesse et d'efficacité pour réaliser la mise en forme de ce mémoire ainsi que Madame J. Forget qui m'a facilité les communications en langue de Shakespeare.

Enfin, je remercie le CNRS et la SEP pour m'avoir fait bénéficier d'une bourse de recherche.

## NOMENCLATURE

$a$	paramètre de la microstructure,
$A$	constante caractéristique des fibres,
$A_f$	section d'une fibre,
$A_m$	section de matrice,
$A_t$	section utile du fil brut avant essai,
$A'_t$	section totale du fil brut avant essai,
$A_r^t$	section totale des fibres au sein d'un minicomposite,
$\alpha^*$	pourcentage critique de fibres cassées au sein du minicomposite,
$\alpha_c$	pourcentage critique de fibres cassées au sein du fil brut,
$\beta$	pourcentage de fibres surtendues au sein d'un fil brut,
$d_f$	diamètre des fibres,
$E_f$	module d'Young des fibres,
$E_{\text{fil brut}}$	module d'Young des fils bruts,
$E_m$	module d'Young de la matrice,
$E$	module d'Young du minicomposite,
$\epsilon_{of}$	facteur de normalisation des fibres obtenu pour une distribution en déformations,
$\gamma$	pourcentage de fibres rompues au sein d'un fil brut avant l'essai de traction,
$L_{\text{equi}}$	longueur de fibre équivalente,
$m_f$	paramètre de Weibull des fibres,
$m_{fv}$	paramètre de Weibull associé aux défauts volumiques des fibres,
$m_{fs}$	paramètre de Weibull associé aux défauts surfaciques des fibres,
$m_{f1}$	paramètre de Weibull associé aux défauts intrinsèques des fibres,
$m_{f2}$	paramètre de Weibull associé aux défauts extrinsèques des fibres,
$m_m$	paramètre de Weibull de la matrice,
$N$	nombre de fibres cassées au cours de l'essai,
$N_s$	nombre de fibres survivantes au cours de l'essai,
$N_0$	nombre de fibres saines en début d'essai,
$N'_t$	nombre total de fibres au sein d'un fil brut,
$P$	probabilité de rupture,
$P_s$	probabilité de rupture à partir d'un défaut situé en surface de la fibre,
$P_v$	probabilité de rupture à partir d'un défaut situé dans le volume de la fibre,
$P_1$	probabilité de rupture d'une fibre contenant exclusivement les défauts intrinsèques,

$P_2$	probabilité de rupture d'une fibre contenant les défauts intrinsèques et les défauts extrinsèques,
$q$	pourcentage de fibres non cassées au sein du minicomposite,
$\pi_2$	fraction de fibres contenant des défauts extrinsèques,
$R_f$	rayon de la fibre,
$r_m$	rayon du miroir de rupture des fibres,
$r_{\min}$	rayon minimal de la fibre,
$r_{\max}$	rayon maximal de la fibre,
$R_{\text{moy}}$	rayon moyen de la fibre
$\sigma$	contrainte appliquée,
$\sigma^*$	contrainte de transition,
$\sigma_{\text{fil brut}}$	contrainte à rupture du fil brut,
$\sigma_{\text{fil}}^1$	contrainte à rupture du fil brut en négligeant les fibres cassées avant essai,
$\sigma_{\text{fil}}^2$	contrainte à rupture du fil brut en tenant compte des fibres cassées avant essai,
$\sigma_{\text{max}}$	contrainte maximale appliquée à la fibre,
$\sigma_{\text{max}}^f$	contrainte dans les fibres au droit de la fissure matricielle,
$\sigma_{\text{of}}$	facteur de normalisation des fibres,
$\sigma_{\text{ofs}}$	facteur de normalisation des fibres : défauts situés en surface des échantillons,
$\sigma_{\text{ofv}}$	facteur de normalisation des fibres : défauts situés dans le volume des échantillons,
$\sigma_{\text{of1}}$	facteur de normalisation des fibres : défauts intrinsèques,
$\sigma_{\text{of2}}$	facteur de normalisation des fibres : défauts extrinsèques,
$\sigma_{\text{om}}$	facteur de normalisation de la matrice,
$\sigma_f^T$	contraintes résiduelles longitudinales dans les fibres,
$\sigma_m^T$	contraintes résiduelles axiales d'origine thermique dans la matrice,
$V_E$	volume équivalent pour une fibre unitaire,
$V_f$	volume d'une fibre unitaire,
$V_m$	volume de matrice,
$V_m$	fraction volumique de matrice,
$V_f$	fraction volumique de fibre,
$V_p$	fraction volumique de porosité.

## SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1.....	3
<i>Approches statistiques - probabilistes de la rupture des matériaux composites</i>	
CHAPITRE 2.....	37
<i>Analyse statistique multimodale de la rupture des fibres de Carbone de Silicium :</i> <i>Sensibilité des paramètres statistiques aux méthodes d'évaluation</i>	
CHAPITRE 3.....	59
<i>Analyse statistique-probabiliste de la rupture des fils bruts</i>	
CHAPITRE 4.....	87
<i>Modèle statistique - probabiliste de la rupture des minicomposites SiC/SiC</i>	
CONCLUSION GÉNÉRALE.....	119
ANNEXES.....	123

*INTRODUCTION*

*PRÉSENTATION DU SUJET*

**L**es composites à matrice céramique renforcés par des fibres continues se caractérisent par un comportement mécanique de type élastique non-linéaire bien que les constituants (fibres et matrice) soient fragiles. La rupture au-delà d'un seuil d'endommagement est dictée par les fils longitudinaux. Les éléments entrant dans la constitution des composites à matrice céramique présentent de par leur nature fragile des propriétés mécaniques dispersées, en raison de la présence de défauts microstructuraux répartis de manière aléatoire. Cette dispersion rend difficile la comparaison des fibres entre elles puis des fils entre eux et semble affecter les performances des composites eux mêmes, leur conférant un comportement plus ou moins erratique. L'endommagement de la matrice et les ruptures de fibres résultent de phénomènes stochastiques. Une approche statistique-probabiliste du comportement mécanique est alors nécessaire pour prendre en compte ces particularités.

Une première difficulté réside dans la détermination expérimentale des caractéristiques statistiques des constituants et dans leur description mathématique. Une seconde difficulté est l'établissement des relations entre les propriétés statistiques des constituants et la réponse probabiliste de la structure composite. Ces relations doivent prendre en considération les mécanismes physiques de fissuration matricielle, de transfert de charge et les ruptures individuelles de fibres. Le présent travail s'est attaché à résoudre ces difficultés. Les relations entre les propriétés mécaniques du matériau et ses caractéristiques microstructurales sont en effet indispensables pour guider le choix de constituants qui conduisent à un matériau présentant des propriétés optimales. De plus, la prévision du comportement mécanique se doit d'être fiable en vue de l'utilisation des pièces industrielles.

Le présent travail porte sur des matériaux composites céramiques à fibres longues SiC/C/SiC, élaborés<sup>(1)</sup> par infiltration en phase gazeuse. L'objectif était d'établir les relations entre les données des constituants et le comportement de la structure composite plus complexe pour prévoir la rupture. Plusieurs échelles ont été considérées : les fibres, le fil puis le

---

(1) par la Société Européenne de Propulsion

minicomposite. Les minicomposites sont constitués de fils de 500 fibres de carbure de silicium densifiés par une matrice SiC. Le choix de cette échelle intermédiaire découle du fait que les minicomposites déterminent le comportement du composite au-delà d'un seuil d'endommagement. En outre, les essais de traction sur minicomposites permettent de caractériser les divers constituants. Le travail réalisé au cours de ces trois années de recherche a comporté des analyses expérimentales et théoriques. Les essais de traction monotones permettant la description et la mesure des données à rupture ont été réalisés sur des monofilaments de carbure de silicium, sur des fils bruts, sur des minicomposites. Un modèle probabiliste de la rupture des fils bruts et des minicomposites à partir des propriétés des constituants est proposé.

Après une synthèse bibliographique faisant le point des travaux réalisés sur la rupture ou sur l'endommagement des composites à matrice céramique ou à matrice polymère par une approche statistique-probabiliste, les principaux résultats obtenus sur fibres unitaires, fils bruts et minicomposites sont exposés et discutés. L'étude comprend trois phases. Elle débute par une évaluation des paramètres statistiques des fibres unitaires de carbure de silicium. Les valeurs retenues sont celles présentant le meilleur ajustement avec les données expérimentales. Une deuxième phase consiste d'une part, à déterminer les grandeurs précédentes à partir des essais de traction sur fil brut, permettant ainsi de vérifier la validité des résultats obtenus précédemment et d'autre part, à développer un modèle du comportement mécanique des fils bruts. Enfin, un modèle de l'endommagement et de la rupture ultime des minicomposites est proposé. Il est fondé sur les propriétés statistiques des fibres et de la matrice et des propriétés mécaniques de l'interphase. Ces chapitres sont présentés sous la forme de projets de publication.

## CHAPITRE 1

# APPROCHES STATISTIQUES - PROBABILISTES DE LA RUPTURE DES MATÉRIAUX COMPOSITES

CHAPITRE I  
 APPROCHES STATISTIQUE-PROBABILISTE DE LA RUPTURE DES MATÉRIAUX  
 COMPOSITES

1 - PRÉSENTATION DES COMPOSITES SiC/SiC .....	5
1.1 - Architectures des composites.....	5
1.2 - Les divers constituants .....	5
1.2.1 - La fibre de Carbone de Silicium .....	5
1.2.2 - L'interface fibre - matrice .....	6
1.2.3 - La matrice SiC .....	6
1.3 - Courbes de comportement des composites SiC/SiC .....	7
2 - APPROCHES STATISTIQUES DE LA RUPTURE FRAGILE .....	7
2.1 - L'analyse de Weibull - une approche empirique.....	7
2.1.1 - Les hypothèses .....	7
2.1.2 - Fonction de distribution.....	8
2.1.3 - Champ de contrainte multiaxial .....	9
2.2 - La théorie des défauts .....	10
2.3 - L'approche de la contrainte élémentaire .....	11
2.3.1 - L'approche de Batdorf.....	12
2.3.2 - Le modèle de la contrainte élémentaire multiaxiale.....	13
2.4 - Évaluation et limites des modèles statistiques .....	15
3 - PRÉVISIONS DE LA FISSURATION MATRICIELLE ET DE LA RUPTURE ULTIME DES MATÉRIAUX COMPOSITES .....	16
3.1 - Analyse du processus de fissuration matricielle.....	16
3.1.1 - Approche d'Aveston-Cooper-Kelly (ACK).....	16
3.1.2 - Approches locales de la fissuration.....	17
a - Analyses de Marshall-Cox-Evans et Mc Cartney.....	17
b - Analyse de Pères .....	17
3.2 - Modèles de rupture ultime des matériaux composites .....	18
3.2.1 - La loi des mélanges .....	18
3.2.2 - Le fil brut.....	19
a - Modèles de Daniels et de Coleman.....	19
b - Extension à un composite .....	20
3.2.3 - Modèle de rupture dispersée de Gücer et Gurland.....	20
3.2.4 - Modèle de Rosen.....	20
3.2.5 - Théorie de Steif et Schweitert .....	22
a - L'approche de Sutcu.....	22
b - Les hypothèses du modèle de Steif et de Schweitert .....	23
3.2.6 - L'analyse de Curtin .....	24
a - Partage global de la charge .....	25
b - Partage local de la charge .....	25
3.2.7 - Modèle de Cao et Thouless .....	26

3.3 - Conclusion .....	26
4 - OBJECTIFS ET CONTENU DU MÉMOIRE DE THÈSE.....	27
5 - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	30

Un matériau composite est un solide polyphasé qui comporte à l'échelle microscopique plusieurs constituants. Ils sont associés en vue de lui conférer à l'échelle macroscopique des propriétés, que les constituants pris isolément, ne permettent pas d'atteindre. Il existe de nombreux types de matériaux composites suivant la nature du renfort (trichites, fibres, sphères), la nature de la matrice (organique, alliage métallique, verre, céramique), la disposition relative des fibres (alignée, croisée, tissée, aléatoire). Nombre de ces divers matériaux composites contiennent un ou plusieurs constituants fragiles.

Les matériaux fragiles tels que les matériaux céramiques sont caractérisés par une dispersion importante des propriétés à rupture. De ce fait, les données à rupture ne sont pas des grandeurs intrinsèques. En effet, elles dépendent du volume de l'échantillon. Une augmentation du volume sous contrainte est accompagnée d'une diminution de la contrainte à rupture. De plus, elles dépendent aussi du mode de sollicitation (traction, flexion, ...). Les raisons fondamentales de ces caractéristiques sont liées à la présence de défauts de forme, de taille, de sévérité et d'orientation variables [1, 2].

En effet, les matériaux céramiques contiennent des défauts microstructuraux qui apparaissent au cours de leur vie : durant la phase d'élaboration (défauts préexistants, pores, inclusions, etc.) puis durant la phase d'usinage des pièces (micro fissures) et enfin lors de leur utilisation généralement dans des environnements hostiles ou à hautes températures. Sous un état de contrainte donné, la rupture ne se produit pas nécessairement à partir du point où les contraintes sont les plus fortes. En réalité, des populations de défauts soumises à des états de contraintes plus faibles peuvent être les premières à devenir critiques. La rupture se produit lorsqu'un défaut atteint la taille critique.

A la lecture de ces caractéristiques, il devient clair que des méthodes statistiques sont nécessaires pour décrire la distribution des contraintes à rupture des matériaux fragiles. De telles méthodes, prenant en compte les distributions de défauts, permettent de décrire l'effet du volume. La statistique purement descriptive des propriétés d'un jeu de données expérimentales peut être utilisée pour effectuer des prévisions au-delà de l'échelle d'observation. Effectivement, la nature de la dispersion observée peut être analysée par des méthodes statistiques dans le but d'utiliser ces résultats pour la prévision de tests futurs. Le point faible de cette démarche est l'impossibilité de discerner

les différentes fonctions de distributions sur la base d'un nombre de tests modéré. Par exemple, pour différencier une distribution log-normale d'une distribution des valeurs extrêmes avec un degré de confiance justifiant une extrapolation, plusieurs centaines de tests sont nécessaires.

Dans le domaine de la rupture, l'approche généralement suivie consiste à établir des modèles probabilistes appropriés aux phénomènes physiques. Ils sont ensuite utilisés pour une extrapolation en dehors de l'échelle d'observation. Cette prévision ne s'effectue pas en considérant que les distributions générées présentent un bon ajustement avec les résultats expérimentaux (ce n'est pas une condition suffisante), mais qu'elles sont reliées aux phénomènes physiques. Les approches de la rupture fragile peuvent être groupées en deux catégories [3] :

- les approches ayant une base purement statistique (pas de fondement physique) telles que l'analyse de Weibull,
- les approches prenant en compte le rôle effectif des populations de défauts dans la rupture.

Ces dernières, plus fondamentales reposent soit sur la fonction de distribution de la taille des défauts, soit sur le concept de la contrainte élémentaire. Le rôle individuel des défauts est décrit localement à l'échelle microscopique par des relations entre le type de défaut, les contraintes locales et le critère de rupture.

Ce chapitre est divisé en quatre parties. Tout d'abord une description succincte des composites à matrice céramique SiC/SiC est proposée. Les divers constituants ainsi que la courbe de comportement de la structure composite sont présentés. Les analyses statistiques sont ensuite exposées. Enfin, avant de définir le contenu et les objectifs de ce travail, les divers modèles statistiques - probabilistes, présents dans la littérature, pour décrire d'une part la fissuration matricielle et d'autre part la rupture ultime des matériaux composites sont abordés.

## 1 - PRÉSENTATION DES COMPOSITES SiC/SiC

Ces matériaux composites dits thermosturcturaux sont destinés à être utilisés à hautes températures (figure 1) en raison de la nature céramique des constituants [4].

### 1.1 - Architectures des composites

Les matériaux composites sont constitués de plusieurs couches de tissus superposées. En raison des performances mécaniques médiocres des composites unidirectionnels sollicités dans les directions autres que celles du renfort, des structures multidirectionnelles sont développées.

Les composites stratifiés sont constitués d'un empilement de nappes de tissus orientées différemment de façon à générer plusieurs directions de renforts. Le délaminage entre les strates est le défaut majeur de ce type de structure.

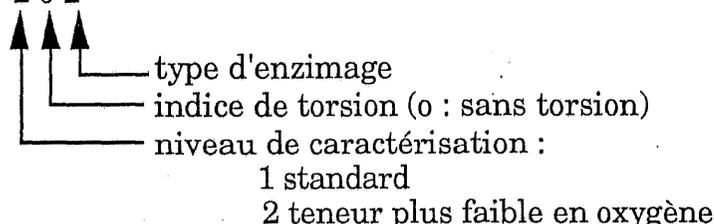
Les composites tissés ont permis de pallier cet inconvénient. Les fils sont tissés de façon à lier les différentes directions du renfort. Cette structure contient des macropores.

### 1.2 - Les divers constituants

#### 1.2.1 - La fibre de carbure de silicium

Les fibres de type Nicalon<sup>(1)</sup>, ont été mises au point dans les années 1970 par Yajima à partir de la pyrolyse d'un précurseur organométallique de type polycarbosilane [5]. Elles sont commercialisées sous forme de fils de 500 monofilaments dont le diamètre moyen est de 15  $\mu\text{m}$ . La génération de fibres étudiées est de type NLM 202 dite aussi "ceramic grade".

NLM 202



<sup>(1)</sup> commercialisées par Nippon Carbon

Sa composition chimique ne se réduit pas à du carbure de silicium pur, d'autres phases sont contenues dans la fibre. Elles jouent un rôle important dans les propriétés thermomécaniques vis à vis de l'environnement chimique et de la température. Ces fibres contiennent en effet du carbone libre et un oxycarbure de silicium  $\text{SiO}_2\text{xC}_{1-x}$  dus au processus d'élaboration. Le tableau 1 rassemble les teneurs en Si, C et O évaluées pour ces fibres [6 - 8]. La microstructure de ces fibres est constituée de microcristallites de  $\text{SiC } \beta$ , de 1 à 2 nm noyées dans une matrice de carbone et oxycarbure de silicium amorphe. Par leur microstructure complexe, les fibres sont dans un état thermodynamique instable, elles sont très sensibles à l'environnement, notamment sous hautes températures et sous atmosphères agressives.

### ***1.2.2 - L'interface fibre - matrice***

Lors de la réalisation des matériaux composites  $\text{SiC}/\text{SiC}$ , les fibres sont revêtues d'un dépôt de carbone pyrolytique. L'interphase entre la fibre et la matrice est le site de mécanismes complexes d'absorption d'énergie (déviations des fissures par décohésion et frottement fibre - matrice, extraction des fibres) contribuant à l'amélioration de la ténacité. Elle est constituée de plans de carbone sensiblement parallèles à la surface des fibres [9].

### ***1.2.3 - La matrice SiC***

Le principe de densification de la structure fibreuse repose sur l'infiltration chimique en phase vapeur (CVI) [10]. Ce procédé consiste à déposer du  $\text{SiC}$  sur les parois des pores de la structure fibreuse à partir d'un gaz précurseur, constitué d'un mélange de methyltrichlorosilane et d'hydrogène. Ce dépôt est réalisé sous pression réduite à une température voisine de  $1000^\circ\text{C}$ .

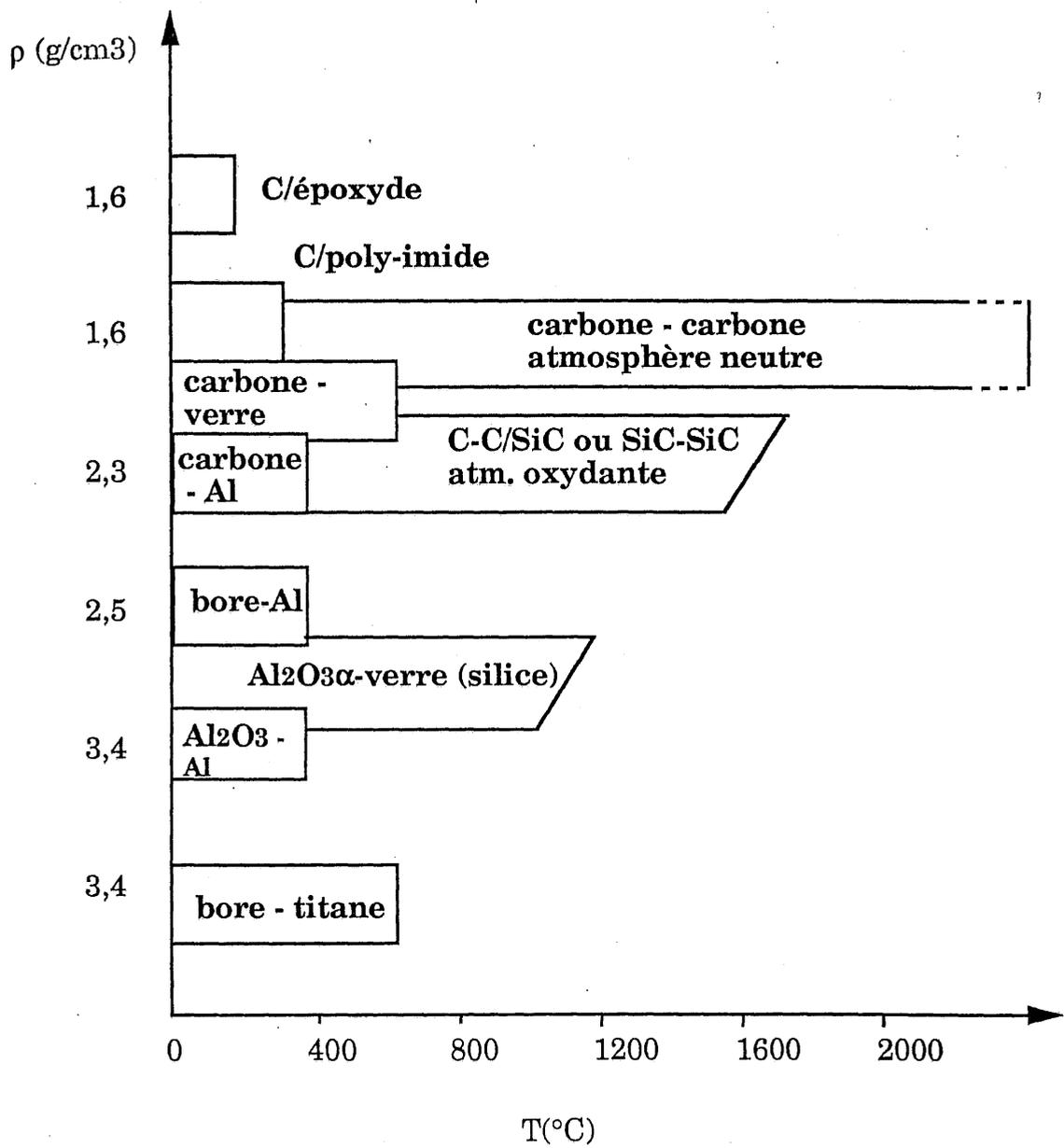
Des expériences de diffraction [11] ont mis en évidence une structure cubique à faces centrées (variété  $\beta$ ) avec préférentiellement une orientation radiale des grains par rapport à l'axe des fibres dans la direction (111) du cristal. Le module d'Young de la matrice ainsi obtenue est voisin de 400 MPa [11 - 14]. Les principales caractéristiques de la fibre et de la matrice, supposées homogènes et isotropes, sont résumées au tableau 2.

Références	Composition chimique (% pds)		
	Si	C	O
Grateau [6]	57	31	11
Lipowitz [7]	58,4	31,2	10
Labrugère [8]	35	48	17

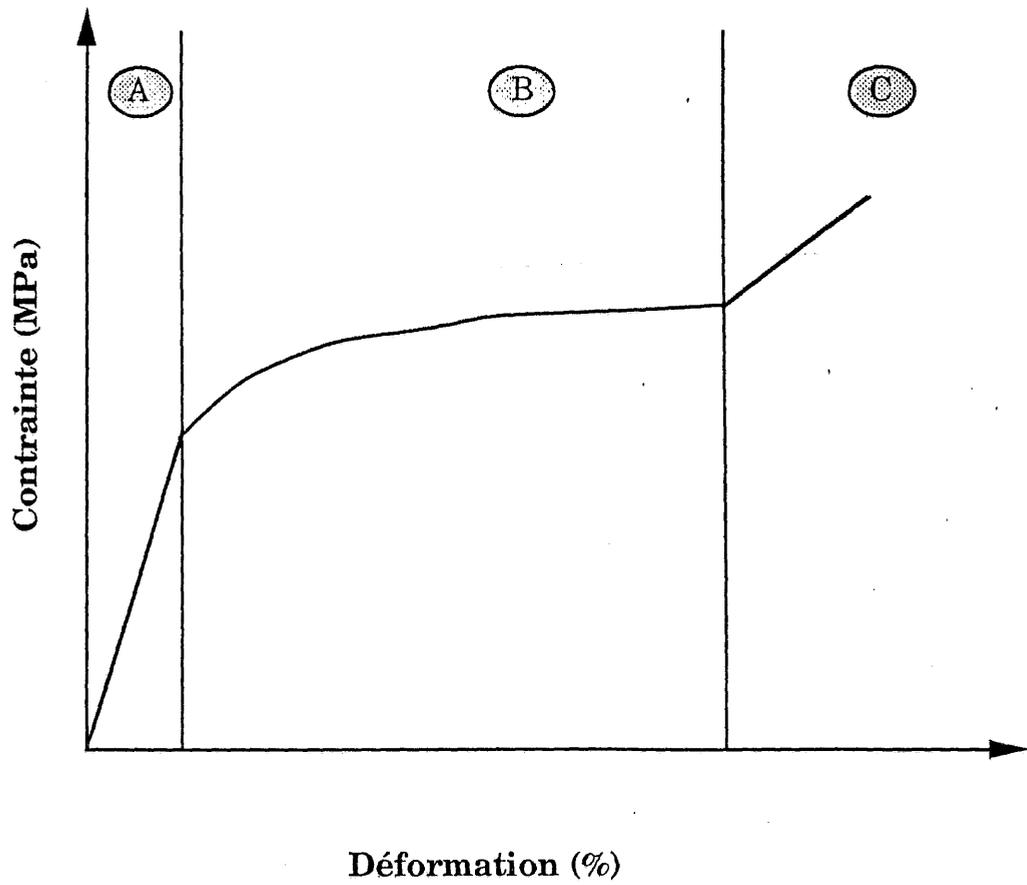
**Tableau 1 - Composition chimique des fibres SiC NLM 202**

	Fibre SiC	Matrice SiC déposée par CVI
Densité	2,55	3,2
Module d'Young, E (GPa)	200	400
Coefficient de Poisson $\nu$	0,25*	0,2*
Coefficient de dilatation thermique, $\alpha$ (0 - 1000°C) K <sup>-1</sup>	$3 \cdot 10^{-6}$ *	$4,6 \cdot 10^{-6}$ *

**Tableau 2 - Propriétés des constituants du composite SiC/SiC (\* valeurs communiquées par la SEP)**



**Fig. 1 : Température d'utilisation de divers matériaux composites synthétiques [4]**



**Fig. 2 : Schéma d'une courbe de comportement en traction d'un composite SiC/SiC**

### 1.3 - Courbes de comportement des composites SiC/SiC

La courbe idéale de comportement en traction d'un composite SiC/SiC, enregistrée au cours d'un essai de traction à vitesse de déformation constante, est représentée à la figure 2. Elle est constituée de plusieurs domaines :

- A : un **domaine linéaire** initial qui correspond au comportement purement élastique, les déformations des fibres et de la matrice sont égales.

- B : un domaine non linéaire résultant de la **multifissuration de la matrice**, cet endommagement se poursuit jusqu'à la saturation. Trois stades de multifissuration matricielle au sein de composite 2D - SiC/SiC ont été mis en évidence [15, 16]:

- des fissures amorcées par les macropores,
- des fissures localisées au sein des fils transversaux,
- des fissures situées au sein des fils longitudinaux (les minicomposites).

- C : une zone linéaire caractéristique de la **reprise des efforts par les fibres**, les décohésions entre les fibres et la matrice sont suffisamment importantes pour que la charge ne soit plus transmise à la matrice, qui ne peut plus s'endommager.

## 2 - APPROCHES STATISTIQUES DE LA RUPTURE FRAGILE

### 2.1 - L'analyse de Weibull - une approche empirique

#### 2.1.1 - Les hypothèses

Le matériau est assimilé à une chaîne formée de maillons représentant les éléments de volume. L'analyse de Weibull [17,18] est fondée sur les hypothèses suivantes :

- le gradient du champ de contrainte est suffisamment faible pour que chaque élément de volume soit dans un état de contrainte uniforme ;
- les résistances à la rupture de chaque élément de volume sont considérées comme des variables aléatoires indépendantes, il ne peut y avoir interaction entre les défauts qu'ils contiennent ;
- soumis à la même contrainte, la probabilité de rupture des éléments

de volume est identique, le matériau est homogène et isotrope par rapport aux défauts qu'il contient ;

- la rupture de l'élément de volume contenant le défaut de plus grande sévérité entraîne la rupture de l'ensemble.

La dernière hypothèse est basée sur le **concept du lien le plus faible**. Le matériau est une suite de maillons placés **en série**, la rupture du plus faible entraîne donc la ruine de l'ensemble. Ce concept est l'opposé de celui où les maillons sont placés **en parallèle**. La rupture de l'un d'eux entraîne alors, la redistribution de la charge parmi les autres. La ruine de l'ensemble se produit lorsque le système n'est plus capable de supporter la charge redistribuée.

### 2.1.2 - Fonction de distribution

La probabilité de rupture d'un échantillon de volume  $V$  est donnée par la relation (1) en supposant la présence d'une seule population de défauts au sein du volume, et un champ de contraintes uniaxial (annexe 1) :

$$(1) \quad \begin{cases} P = 1 - \exp \left[ - \int_V \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m dV \right] & \text{si } \sigma > \sigma_u \\ P = 0 & \text{si } \sigma < \sigma_u \end{cases}$$

$m$ , le module de Weibull représente la dispersion des mesures des contraintes de rupture,  $\sigma_o$  le facteur de normalisation est relié à la contrainte moyenne par la relation (2),  $\sigma_u$  est la contrainte seuil, contrainte en dessous de laquelle la probabilité de rupture est nulle.

$$(2) \quad \bar{\sigma} = \frac{\sigma_o \Gamma(1 + 1/m)}{V^{1/m}}$$

$\bar{\sigma}$  : contrainte moyenne à rupture,

$\Gamma$  : fonction gamma,  $\Gamma(1+1/m) = (1/m)!$ .

La seule justification donnée par Weibull pour le choix de la forme  $\left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m$  pour la fonction de contraintes apparaissant dans l'équation de probabilité est qu'elle conduit à un bon accord avec les données

expérimentales. Il est important de noter que  $m$  qui est une valeur caractéristique du matériau n'a pas de réelle relation avec la microstructure de ce dernier.

L'analyse de Weibull est la plus populaire et la plus utilisée à ce jour essentiellement à des fins descriptives. En effet, elle est mathématiquement simple et facile à manipuler.

### 2.1.3 - Champ de contrainte multiaxial

Dans le traitement original de Weibull, la probabilité de rupture, sous contraintes multiaxiales, est calculée à partir de la moyenne des contraintes normales dans toutes les directions.

$$(3) \quad P = 1 - \exp \left[ - \int_V k \int_A \sigma_n^m dA dV \right]$$

avec 
$$k = \frac{2m+1}{2\pi} \left( \frac{1}{\sigma_0} \right)^m$$

où  $dA$  est une surface élémentaire sur la sphère unité ( $dA = \cos\phi d\phi d\Psi$ ) (figure 3),  $\sigma_n$  est la contrainte normale.

Barnett et al. [19] et Freudenthal [20] ont proposé une méthode plus simple pour appliquer la statistique de Weibull aux états de contraintes multiaxiaux ; elle est fondée sur le principe de l'action indépendante des contraintes principales [21]. Les contraintes principales étant supposées agir indépendamment dans chaque direction, la probabilité de rupture est déterminée par le produit des probabilités de survie suivant chaque direction principale :

$$(4) \quad P = 1 - \exp \left[ - \int_V \left( \left( \frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^m + \left( \frac{\sigma_2}{\sigma_0} \right)^m + \left( \frac{\sigma_3}{\sigma_0} \right)^m \right) dV \right]$$

L'approximation de Barnett - Freudenthal ne tient pas compte des interactions entre les contraintes principales. Batdorf [22] a montré qu'elle conduit à des prévisions qui ont tendance à sous estimer la probabilité de rupture.

## 2.2 - La théorie des défauts

Cette approche est fondée sur la fonction de distribution de la taille des défauts présents. La probabilité de rupture est donnée par la probabilité que les fissures au sein d'un élément de volume  $V$  aient une taille supérieure à une valeur donnée  $a_1$  [23] :

$$(5) \quad P = V \int_0^{\pi/2} \int_{a_1}^{\infty} g(a) da d\beta$$

$g(a)$  est la densité des fissures de demi-longueur  $a$ ,  $\beta$  mesure leur orientation par rapport à la contrainte appliquée (figure 4).

La probabilité de présence d'une fissure critique est convertie en une probabilité de rupture en fonction des contraintes grâce à la relation suivante de la mécanique linéaire de la rupture :

$$(6) \quad K_1 = \sigma Y \sqrt{a}$$

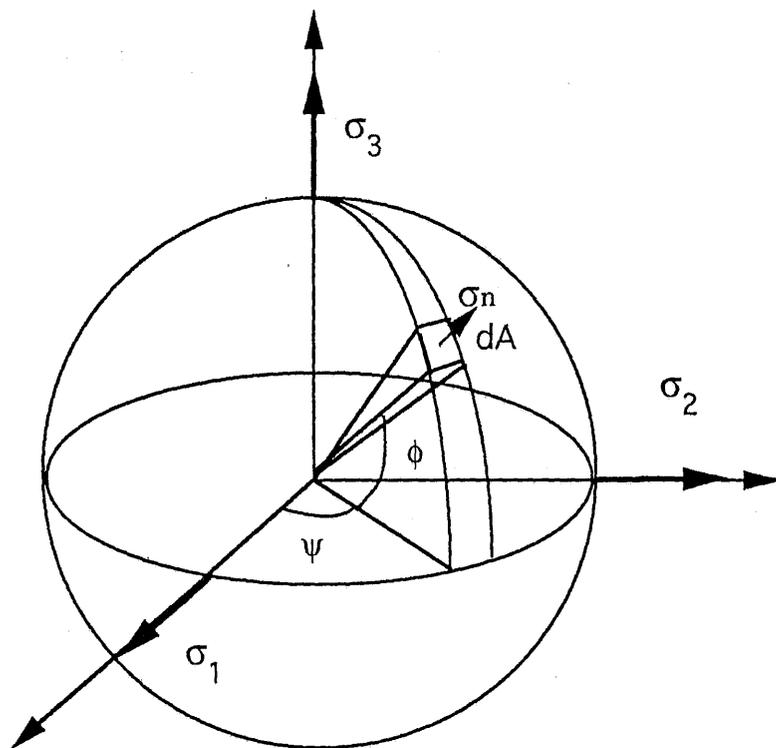
$K_1$  représente le facteur d'intensité de contrainte.

Hunt [24] calcule la probabilité de rupture en traction uniaxiale à partir de la connaissance de la population de défauts et d'un critère de rupture locale reliant la contrainte locale à la dimension du défaut. La théorie de Hunt est équivalente à l'approche phénoménologique de Weibull développée en terme de distribution de défauts.

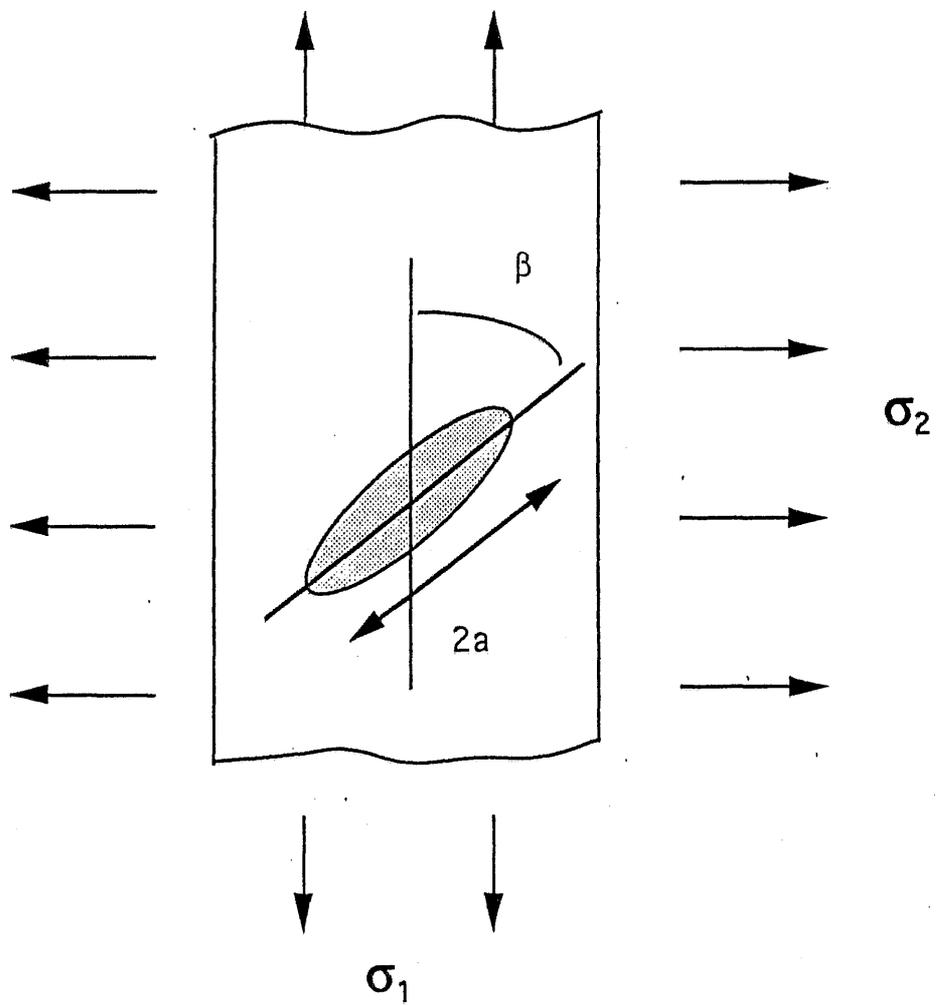
La principale difficulté dans l'utilisation de la théorie des défauts réside dans l'évaluation de la densité  $g(a)$ . Jayatilaka et Trustum [23] utilisent, sous des conditions de chargement biaxial, une expression de la densité de défauts mesurée par la distribution des tailles de fissures établie pour le verre par Poloniecki et Wilshaw [25] (figures 4 et 5) :

$$(7) \quad g(a) = \frac{c^{n-1}}{(n-2)!} a^{-n} e^{-c/a} \quad a > 0$$

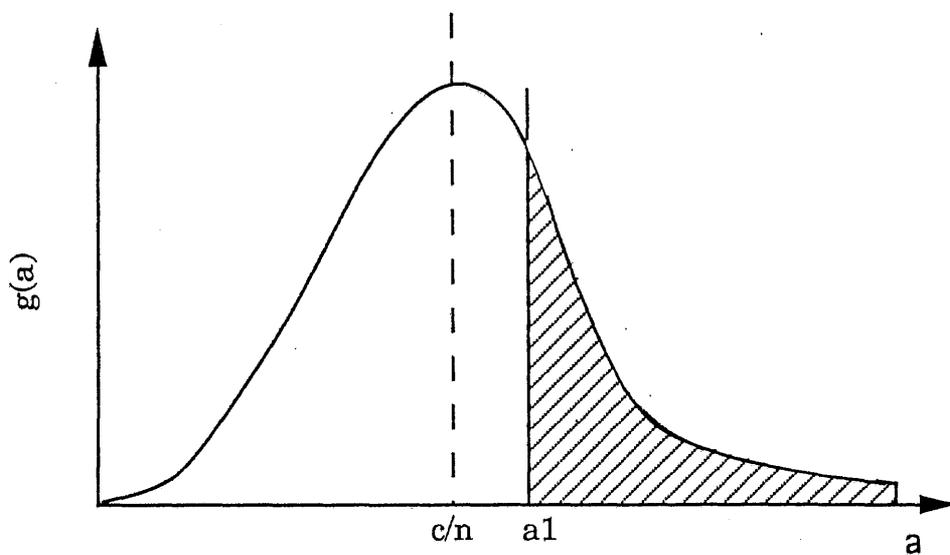
$c$  est un paramètre d'échelle,  $n$  mesure le taux avec lequel la densité tend vers zéro,  $2a$  est la taille de la fissure. En présence de  $N$  fissures, la probabilité de rupture  $P_r$ , à la contrainte  $\sigma$ , est donnée par la relation suivante :



**Fig. 3 : Sphère unitaire permettant de relier  $\sigma_n$  aux contraintes principales**



**Fig. 4 : Schéma d'une fissure inclinée sous un champ de contrainte biaxiale**



**Fig. 5 : Distribution de la taille des fissures**

$$(8) \quad P_r = 1 - [1 - P(\sigma)]^N$$

$1 - P(\sigma)$  représente la probabilité de survie d'une fissure. La probabilité de rupture obtenue par Jayatilaka pour le cas particulier de  $g(a)$  (équation 7) est :

$$(9) \quad P_r = 1 - \exp \left[ -N \frac{c^{n-1}}{n!} \left( \frac{\pi \sigma^2}{K_{Ic}^2} \right)^{n-1} \right]$$

L'équation (9) de la probabilité est similaire à l'équation de Weibull comme le montre l'écriture de l'équation sous la forme de l'équation (10) :

$$(10) \quad P_r = 1 - \exp \left[ -N k_2 (\sigma)^{2n-2} \right]$$

$$m = 2n - 2$$

où  $k_2$  est une constante pour un matériau donné,  $m$  est le module de Weibull.

Evans et Langdon [26] ont proposé une distribution des valeurs extrêmes de Gauchy pour  $g(a)$ . La forme de la fonction de densité rend difficile l'utilisation de cette théorie. Une caractérisation de la distribution de la taille des défauts est alors nécessaire. Pour un matériau donné, la détermination de la distribution des fissures nécessiterait des méthodes de contrôle non destructif.

### 2.3 - L'approche de la contrainte élémentaire

Elle repose essentiellement sur le concept suivant : la sévérité de chaque défaut peut être caractérisée par une contrainte élémentaire  $S$ . La contrainte élémentaire peut être définie comme la contrainte de rupture d'un élément de volume contenant un défaut donné. La distribution de ces contraintes est décrite par une fonction densité  $g(S)$ . Plusieurs approches ont été proposées pour obtenir les fonctions de distribution des contraintes à partir de la distribution en  $S$  [27 - 31].

Dans le traitement d'Argon et McClintock [27],  $S$  est une contrainte uniaxiale aux bornes d'un élément de volume contenant le défaut. La probabilité de rupture est donnée par l'équation suivante :

$$(11) \quad P = 1 - \exp \left[ - \int_V dV \int_0^S g(S) dS \right]$$

où  $g(S)dS$  représente la densité de défauts ayant une résistance comprise entre  $S$  et  $S + dS$ .

### 2.3.1- L'approche de Batdorf [29, 30]

Considérant un élément de volume soumis à un champ de contrainte uniforme, la probabilité de rupture est calculée par le produit de la probabilité  $P_1$  d'existence d'une fissure critique ( $\sigma_{cr}$ ,  $\sigma_{cr} + d\sigma_{cr}$ ) dans l'élément de volume  $\Delta V$  et de la probabilité  $P_2$  que la fissure critique soit orientée de telle façon que sa contrainte effective  $\sigma_e$  soit supérieure ou égale à  $\sigma_{cr}$  :

$$(12) \quad P = P_1 P_2$$

avec

$$P_1 = \Delta V \frac{dN}{d\sigma_{cr}}(\sigma_{cr}) d\sigma_{cr}$$

$$P_2 = \frac{\Omega}{4\pi}$$

$N(\sigma_{cr})$  est la fonction de densité de fissures c'est à dire la fraction de fissures pour laquelle la contrainte effective  $\sigma_e$  est plus grande que la contrainte critique  $\sigma_{cr}$ . Le critère de rupture repose sur la notion de la contrainte effective. Cette dernière est définie par le chargement et la géométrie de la fissure. La rupture se produit lorsque la contrainte effective devient supérieure à la contrainte critique. Plusieurs auteurs depuis Weibull ont utilisé ces concepts pour évaluer la rupture de matériaux en employant des arguments analogues à la théorie de Weibull.  $\Omega$  est l'angle solide caractérisant les portions de l'espace dans lesquelles  $\sigma_e > \sigma_{cr}$ . La probabilité de rupture s'écrit :

$$(13) \quad P = 1 - \exp \left[ - \int_V dV \int_0^{\infty} d\sigma_{cr} \left( \frac{dN(\sigma_{cr})}{d(\sigma_{cr})} \right) \frac{\Omega(\Sigma, \sigma_{cr})}{4\pi} \right]$$

$N(\sigma_{rc})$  est indépendante du champ de contrainte, elle dépend uniquement du matériau. Si seule la composante normale au plan de la fissure contribue à la rupture, les fissures sont insensibles au cisaillement (équation 14).

$$(14) \quad \sigma_{cr} = \sigma_N$$

D'autres critères tenant compte de la sensibilité au cisaillement (équations 15) peuvent être utilisés.

$$(15) \quad \sigma_{cr} = 0,5 \left[ \sigma_N + \sqrt{\sigma_N^2 + \tau^2} \right]$$

$$\sigma_{cr} = 0,5 \left[ \sigma_N + \sqrt{\sigma_N^2 + \tau^2 / (1 - 0,5\nu)^2} \right]$$

### 2.3.3 - Le modèle de la contrainte élémentaire multiaxiale

Un modèle de contrainte élémentaire multiaxiale a été développé par Lamon et Evans [31]. La contrainte élémentaire est alors définie comme une combinaison des composantes normales et tangentielles agissant sur les défauts, considérant le critère d'extension non coplanaire de la fissure. Un code de calcul par éléments finis (CERAM) a été développé pour prévoir la probabilité de rupture basée sur le modèle de la contrainte élémentaire multiaxiale [32, 33]. Contrairement à l'approche de Batdorf, ce modèle calcule une fraction de contraintes qui sont inférieures ou égales à la contrainte équivalente critique SE.

Cette analyse est plus complète. En effet, elle prend en compte des états de contraintes plus complexes. La densité des défauts est déterminée dans le cas général d'un état de contrainte multidirectionnel. Le critère de rupture est fondé sur le maximum d'énergie dissipée  $G_{max}$  dans la direction de propagation de la fissure [34] :

$$(16) \quad G_{max} = \frac{(1 + \nu)(1 + x)}{4E} \left[ K_I^4 + 6K_I^2 K_{II}^2 + K_{II}^4 \right]^{1/2}$$

$E$  : le module d'Young,

$K_I$  et  $K_{II}$  : les facteurs d'intensité de contrainte en mode I et mode II,

$\nu$  : le coefficient de Poisson,

$x = 3 - 4\nu$  en déformations planes,

$x = \frac{3 - \nu}{1 - \nu}$  en contraintes planes.

Une contrainte équivalente (équation 17) est définie comme la contrainte qui entraînerait la même libération d'énergie  $G_{max}$  que le champ de contrainte

local  $(\sigma_N, \tau)$ .  $\sigma_N$  et  $\tau$  sont les composantes normales et tangentielles de la contrainte.

$$(17) \quad \sigma_E = \left[ \sigma_N^4 + 6\tau^2\sigma_N^2 + \tau^4 \right]^{1/4}$$

La propagation de la fissure se produit quand  $G_{max}$  atteint la valeur  $G_C$ , la contrainte équivalente prend alors la valeur  $S_E$ . La fonction de densité des défauts s'exprime en terme de la distribution  $g(S_E)$ , distribution des contraintes équivalentes  $S_E$ , considérant des éléments de volume  $dV$  ( $dV = \cos(\phi)d\phi d\psi$ ).

$$(18) \quad g(S)dS = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\pi/2} \int_0^\pi g(S_E) dS_E \cos \emptyset d\emptyset d\psi$$

Une relation pour  $g(S_E)$  est nécessaire pour poursuivre le calcul. La relation (19) a été choisie.

$$(19) \quad g(S_E) = m S_E^{m-1} \sigma_0^{-m}$$

$m$  et  $\sigma_0$  sont les paramètres caractéristiques de la distribution des contraintes élémentaires. C'est une différence fondamentale avec la théorie de Weibull où les paramètres statistiques caractérisent la distribution des contraintes à rupture à l'échelle macroscopique. Le choix de la fonction  $g(S_E)$  est la raison pour laquelle le modèle apparaît comme une extension du modèle multiaxial de Weibull, bien qu'il en soit différent.

La probabilité de rupture est donnée par l'équation suivante pour des ruptures initiées par des défauts situés dans le volume :

$$(20) \quad P_v = 1 - \exp \left[ - \int_v \left( \frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^{m_v} I_v \left( m_v, \frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \right) dV \right]$$

La fonction  $I_v$  tient compte de l'orientation des défauts par rapport aux contraintes principales. Ce modèle est très complet mais relativement complexe de mise en oeuvre.

De nombreux auteurs se sont intéressés aux approches multiaxiales développées par Batdorf à partir de la distribution des fissures et à celle de

Lamon basée sur la notion de la contrainte élémentaire. D'après Tucker et Jonhson [35] ces deux modèles dans le cas d'un chargement multiaxial devraient conduire aux mêmes probabilités de rupture pour des critères de ruptures équivalents.

## 2.4 - Évaluation et limites des modèles statistiques

L'application pratique des modèles statistiques décrits dans les paragraphes précédents nécessite la connaissance des paramètres statistiques. Ceux-ci sont déterminés par ajustement des fonctions de distribution aux données expérimentales. Les méthodes de détermination des paramètres statistiques et les tests statistiques sont décrits en détail dans les annexes 3 - 6. Un test critique pour évaluer la cohérence de la fonction de distribution, déterminée à partir d'un jeu de données expérimentales repose sur la comparaison de l'effet de taille prévu aux observations expérimentales. Par ailleurs, des caractéristiques des populations de défauts sont indispensables pour effectuer les prévisions avec un taux de confiance significatif.

Les approches statistiques de la rupture présentées précédemment peuvent être employées à condition que :

- (i) la rupture se produise directement à partir des défauts préexistants ;
- (ii) les caractéristiques des populations de défauts soient connues.

La première condition est vérifiée dans tous les matériaux fragiles mais pas sous n'importe quelle condition. Par exemple, si la rupture catastrophique, est précédée par une croissance lente des défauts, la distribution des défauts à rupture n'est pas la même que la distribution des défauts préexistants. Les caractéristiques des défauts responsables de la rupture et leur évolution possible doivent être déterminées.

La deuxième condition exige que les mêmes populations de défauts soient présentes dans les échantillons de très grande taille dont on veut calculer la probabilité de rupture et dans les éprouvettes qui ont permis de déterminer les paramètres statistiques. Il est évident que si cette condition n'est pas remplie, les prévisions de rupture seront erronées. On peut toutefois vérifier la bonne reproductibilité des populations de défauts en effectuant une analyse statistique de la rupture soit à l'aide de pièces de grande taille, soit à

l'aide d'éprouvettes découpées dans ces pièces.

### 3 - PRÉVISIONS DE LA FISSURATION MATRICIELLE ET DE LA RUPTURE ULTIME DES MATÉRIAUX COMPOSITES

Durant ces dernières années, les processus de rupture des composites ont fait l'objet d'une attention considérable tant sur le plan expérimental que théorique [36 - 41]. En tension, le comportement est non linéaire au-delà d'une certaine contrainte. Si la matrice a une déformation à rupture inférieure à celle des fibres, elle a tendance à se fissurer avant que se produisent les ruptures de fibres. Pour les composites à matrice céramique, la rupture ultime est une combinaison d'événements de rupture affectant les fibres et la matrice. Le processus est complexe, il implique une accumulation de dommages microstructuraux.

#### 3.1 - Analyse du processus de fissuration matricielle

La fissuration matricielle évolue jusqu'à la saturation. Les fissures laissent les fibres intactes et permettent ainsi aux composites de supporter des charges plus élevées. Le contrôle de la fissuration matricielle est très important : en effet elle réduit le module d'élasticité et surtout, elle expose les fibres aux attaques de l'environnement.

##### 3.1.1 - Approche d'Aveston-Cooper-Kelly (ACK)

Un modèle de la fissuration matricielle a été proposé par Aveston, Cooper et Kelly (ACK) [42] et étendu par Budiansky et al. [43]. Ce modèle ne s'intéresse qu'au seuil d'apparition de la première fissure, dans le cas d'une interface non liée et d'un glissement à contrainte de cisaillement  $\tau$  constante. La déformation dans la matrice à l'apparition de la première fissure est donnée par :

$$(21) \quad \epsilon_{mu} = \left[ \frac{12\tau\gamma_m E_f V_f^2}{E_c E_m^2 r_f V_m} \right]^{1/3}$$

$r_f$  est le rayon de la fibre,  $E_f$ ,  $E_c$ ,  $E_m$  sont les modules d'Young respectivement des fibres, du composite et de la matrice.  $V_f$  et  $V_m$  sont les fractions

volumiques de fibre et de matrice,  $\gamma_m$  est l'énergie de rupture de la matrice. Dans l'hypothèse déterministe de la rupture de la matrice, la distance entre les fissures à saturation matricielle est alors comprise entre  $l_c$  et  $2l_c$  (équation 22).

$$(22) \quad l_c = \frac{1 - V_f}{V_f} \frac{\sigma_{rm} r_f}{2\tau}$$

Dans ce modèle, la matrice se multifissure à contrainte constante  $\sigma_{rm}$ . Cela constitue la première limite du modèle d'ACK, en effet il ne considère pas la possibilité d'amorçage de la fissure à partir des défauts préexistants lesquels gouvernent la rupture dans les matériaux fragiles. En outre, le modèle d'ACK ne prend pas en compte le fait que le renfort peut freiner la propagation de la fissure à travers la section du composite.

### **3.1.2 - Approches locales de la fissuration**

#### *a - Analyses de Marshall-Cox-Evans et Mc Cartney*

Marshall, Cox et Evans [44] et Mc Cartney [45] ont abordé les problèmes d'amorçage et de propagation d'une fissure par le calcul du facteur d'intensité de contrainte, d'une fissure pontée par des fibres. Les deux approches diffèrent dans le choix du critère de rupture. Pour Marshall et al. la ténacité du composite est gouvernée par celle de la matrice alors que pour Mc Cartney, elle est contrôlée par l'énergie de rupture. Cette analyse permet de distinguer le cas des fissures courtes et de relier la contrainte critique de la fissuration à la taille d'un défaut préexistant.

#### *b - Analyse de Péres*

Péres [46] décrit la rupture des deux constituants par des lois statistiques de Weibull, supposant les défauts répartis dans le volume de la matrice et des défauts linéiques pour la fibre. L'analyse a été effectuée pour un monofilament gainé d'une couche de matrice (figure 6). Péres a développé une analyse locale de la fissuration dans laquelle il intègre l'effet du glissement interfacial à  $\tau$  constant. Pour établir la séquence d'apparition des fissures, il suppose que chaque nouvelle fissure apparaît à mi-distance entre les fissures existantes, négligeant le caractère aléatoire de la formation des fissures [47]. Le critère de saturation choisi est le suivant : à saturation, le glissement

interfacial est étendu à toute la longueur du microcomposite. La rupture se produit lorsque la contrainte appliquée devient supérieure à la contrainte à rupture de la fibre.

N. Fretty [39] a étendu le modèle de Pères à l'échelle du composite multifilamentaire. La rupture de ce dernier est supposée se produire dès la saturation matricielle, considérant que la rupture des fibres est instantanée au-delà du point de saturation matricielle. Le caractère erratique de la rupture des fibres n'est pas considéré. E. Munier et N. Fretty [48] à la suite d'essais de traction sur minicomposites SiC/C/SiC ont conclu à un très faible effet du volume sur la contrainte à rupture matricielle. La statistique de Weibull utilisée ne permet pas de décrire correctement l'effet de volume observé. Une statistique avec une densité critique de défauts a alors été proposée [49].

La possibilité de prévoir et de contrôler la fissuration matricielle est très importante. Cependant, la détermination de la contrainte ultime du composite présente un intérêt considérable. Il est alors intéressant de considérer les différents modèles présents dans la littérature, utilisés pour déterminer la résistance à la rupture d'un matériau composite.

### 3.2 - Modèles de rupture ultime des matériaux composites

La plupart des modèles statistiques-probabilistes permettant de décrire la rupture ultime des matériaux composites ont été établis essentiellement pour des composites unidirectionnels.

#### 3.2.1 - La loi des mélanges

La première méthode pour déterminer la contrainte à rupture est la loi des mélanges.

$$(23) \quad \sigma_u = V_f \sigma_f$$

Où  $\sigma_u$  est la contrainte ultime du composite,  $\sigma_f$  la contrainte principale dans les fibres au droit de la fissure matricielle,  $V_f$  la fraction volumique de fibres. Cette relation suppose que toutes les fibres se rompent au droit de la fissure matricielle. La surface de rupture serait alors plane. En réalité, le déchaussement observé, montre que les ruptures de fibres ne se produisent pas au droit de la fissure matricielle. De plus, en considérant seule la

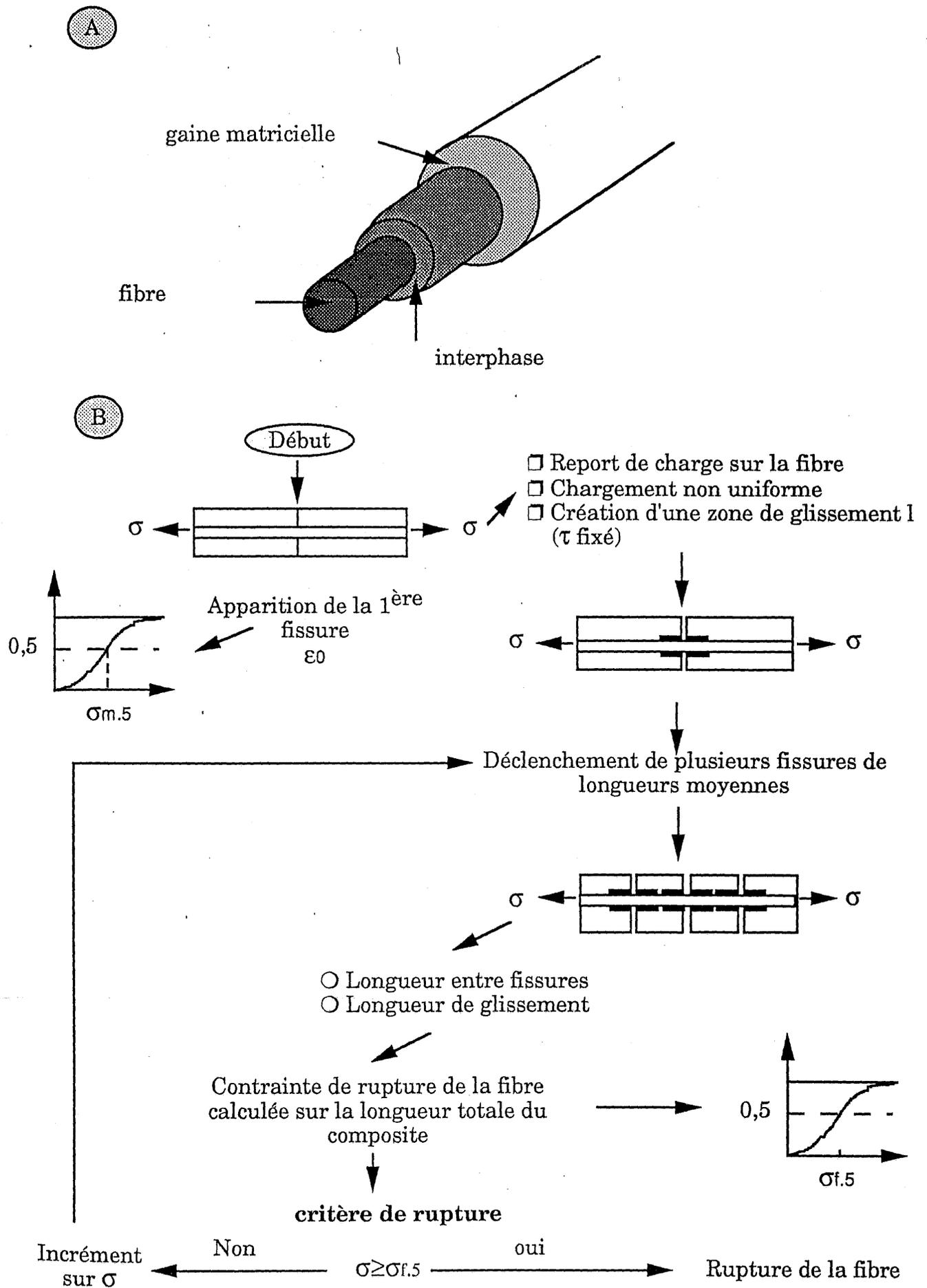


Fig. 6 : Modèle de Péres : A) schéma d'un microcomposite, B) organigramme de calcul [46]

contrainte moyenne des fibres, cette méthode néglige la variation et la dispersion des contraintes à rupture des monofilaments. Par ailleurs, la relation (23) implique la même loi de variation statistique pour le composite et pour les fibres. Cela n'est pas vérifié expérimentalement ainsi que nous le montrerons par la suite. L'effet de volume observé est plus faible pour une structure composite que pour un monofilament.

### 3.2.2 - Le fil brut

Une autre méthode consiste à considérer le fil brut et à évaluer la rupture grâce à une analyse due à Daniels [50] et à Coleman [28]. Cette méthode suppose que les fibres ne possèdent aucun lien physique entre elles.

#### *a - Modèles de Daniels et de Coleman*

La rupture du fil brut résulte d'une propagation séquentielle des ruptures de fibres. Le problème classique d'un fil a été traité par Daniels [50]. Le fil est constitué de  $n$  filaments parfaitement serrés dans les mors. Les hypothèses sont les suivantes :

- (i) la contrainte à rupture de chaque fibre est une variable aléatoire indépendante,
- (ii) les forces supportées par les fibres non rompues à chaque déformation du fil sont identiques et les charges supportées par les fibres rompues sont nulles,
- (iii) le partage de la charge est global, celle ci est également répartie parmi les fibres non rompues.

La théorie statistique de Daniels décrit la rupture ultime du fil. Daniels a démontré que la contrainte à rupture d'un fil de  $n$  fibres a une distribution qui tend vers une loi normale quand  $n$  tend vers l'infini. Les deux premiers moments de la fonction de distribution sont :

$$(24) \quad S_T(\text{principale}) = n s_T (1 - b(s_T))$$

$$(25) \quad \sigma^* = S_T \sqrt{nb(s_T)(1 - b(s_T))}$$

$b(s)$  est la probabilité de rupture de la fibre sous charge  $s$ ,  $s_T$  représente la

matrice polymère est apportée par Rosen [52, 53]. Pour pallier le défaut des analyses précédentes, Rosen a introduit la notion de longueur ineffective en se basant sur le modèle de rupture dispersée de Gücer et Gurland. Le modèle de Rosen tient compte de la présence de la matrice qui assure un transfert de charge par l'intermédiaire du cisaillement interfacial. La fibre cassée est déchargée sur la longueur ineffective et rechargée au-delà.

Rosen suggère de considérer le composite comme une série de mini-mèches de longueur ineffective  $\delta$ , placées en série et indépendantes les unes des autres (figure 7). La difficulté réside alors dans la détermination de la longueur ineffective. Rosen propose d'évaluer la longueur ineffective à l'aide de la relation suivante [52] :

$$(28) \quad \frac{\delta}{d_f} = \left\{ \left( \frac{1 - \sqrt{V_f}}{\sqrt{V_f}} \right) \frac{E_f}{G_m} \right\}^{1/2} \cosh^{-1} \left[ \frac{1 + (1 - \phi)^2}{2(1 - \phi)} \right]$$

$d_f$  : le diamètre de la fibre,

$\phi$  : taux de recharge de la fibre,

$G_m$  : le module de cisaillement de la matrice.

Cette analyse a montré que plus le module de cisaillement de la matrice est faible, plus la longueur ineffective est grande. Par contre, l'analyse de Rosen ne reflète pas l'augmentation de la longueur ineffective avec le nombre de fibres rompues contrairement à l'analyse de Fitcher [54].

L'application du modèle de Rosen nécessite plusieurs étapes :

- (i) la définition d'un élément de volume représentatif,
- (ii) la détermination de la distribution des contraintes,
- (iii) la définition des facteurs de surcharge,
- (iv) l'analyse de la croissance de la fissure,
- (v) l'établissement d'un critère de rupture.

La série de mini-mèches considérées indépendantes n'est pas forcément représentative du composite au sein duquel les ruptures de fibres sont aléatoires.

Les approches précédentes ont été comparées avec des résultats

expérimentaux par Prewo et al. [55]. Ces auteurs ont montré, que la loi des mélanges en général surestime la contrainte à rupture. L'analyse du fil brut quant à elle, sous-estime la rupture et dans la plupart des cas, le modèle de Rosen surestime la rupture, si la longueur ineffective est prise égale à la longueur d'extraction moyenne. Le découpage de Rosen a été le point de départ de nombreux modèles de ruptures.

### 3.2.5 - Théorie de Steif et Schweitert [56 - 58]

Cette théorie repose sur le modèle de chaîne de mini-mèches de Rosen appliqué à des composites à matrice céramique. L'approche de Sutcu constitue le point de départ de ce modèle.

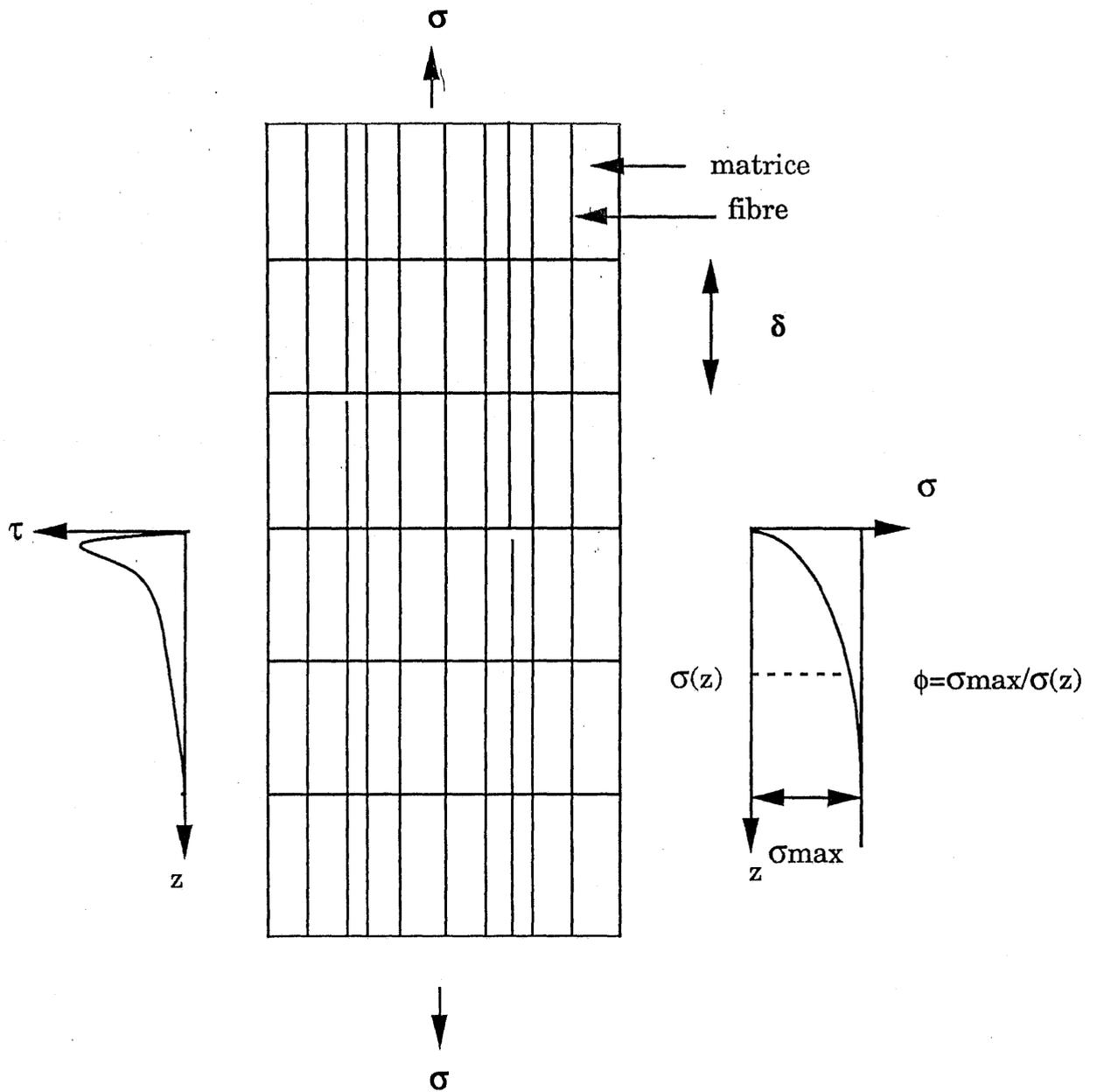
#### a- L'approche de Sutcu

Sutcu [59] a développé une théorie pour déterminer la rupture du composite après la saturation matricielle, en supposant que toutes les fissures sont identiques. En considérant que la charge supportée par les fibres cassées est également distribuée sur l'ensemble des fibres saines, Sutcu a déterminé une limite supérieure pour la capacité de charge :

$$(29) \quad \frac{\sigma_v}{V_f} = (1 - P_f) \sigma_I + L_p^* 2 \frac{\tau_s}{r_f} P_f$$

$P_f$  représente la probabilité de rupture de la fibre,  $\tau_s$  la contrainte de cisaillement interfacial,  $r_f$  le rayon de la fibre.  $\sigma_I$  est la contrainte appliquée aux fibres intactes au droit de la fissure matricielle et  $L_p^*$  est la distance moyenne du point de rupture des fibres au plan de fissuration matricielle. Il est considéré que chaque fibre ne peut se rompre qu'une seule fois à l'intérieur d'une certaine longueur  $L$ , définie comme étant la longueur maximale pouvant être extraite à partir du plan de fissuration matricielle. Cette longueur,  $L$ , est fonction du chargement (équation 30). Sutcu détermine pour les composites céramiques la position des ruptures de fibres par rapport à une fissure matricielle donnée, en définissant une probabilité ponctuelle de rupture à partir de la loi de Weibull.

$$(30) \quad \sigma_I = 2 \frac{\tau_s L}{r_f}$$



**Fig. 7 : Modèle de rupture de Rosen, série de mini - mèches de longueur  $\delta$**

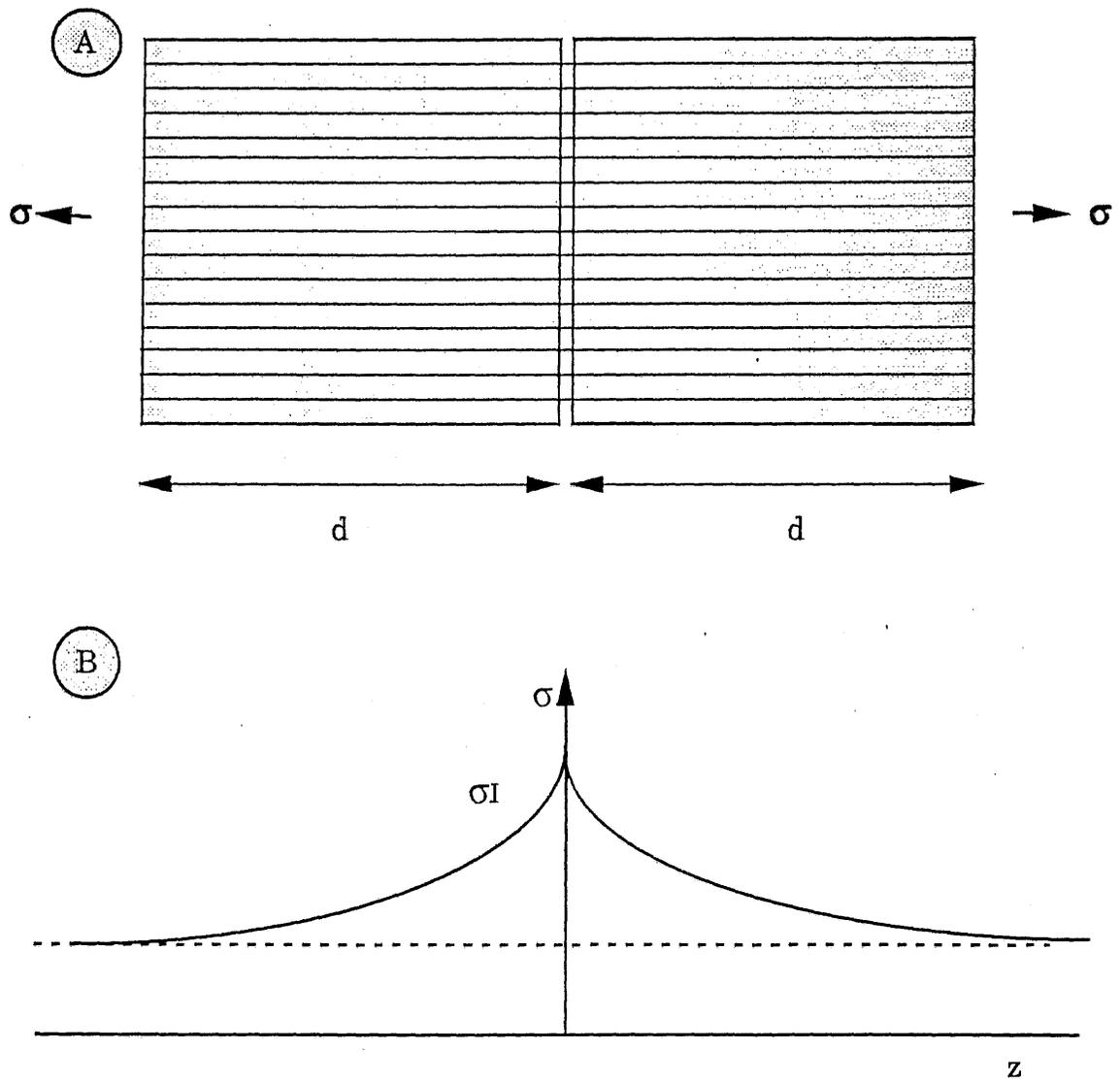


Fig. 8 : A) Élément de volume considéré par Steif et Schweitert  
 B) Profil des contraintes dans une fibre intacte

La procédure numérique pour l'évaluation de la contrainte à rupture est la suivante : la contrainte  $\sigma_I$  est incrementée, la longueur  $L$  correspondante est évaluée par la relation (30), la probabilité de rupture peut alors être déterminée. Finalement, la longueur moyenne d'extraction est calculée ainsi que la contrainte à rupture.

*b - Les hypothèses du modèle de Steif et de Schweitert*

Comme le modèle de Sutcu, la théorie de Steif et de Schweitert tient compte de la distribution à rupture des monofilaments et du fait qu'une fibre cassée ne supporte plus d'effort sur une certaine longueur. Le calcul de la contrainte à rupture est basé sur les hypothèses suivantes :

- le composite est constitué d'un nombre infini de fibres,
- la rupture des fibres est gouvernée par le lien le plus faible,
- la saturation matricielle est définie par un espacement régulier entre les fissures,
- l'essentiel des ruptures de fibres se produit après la saturation matricielle,
- la rupture du composite se produit au droit d'une fissure matricielle.

Cette hypothèse signifie que le plan de fissuration matricielle est le point le plus faible. Le critère de rupture du composite est fondé sur la capacité à supporter les efforts dans le plan de fissuration matricielle. L'élément considéré par Schweitert est un élément de longueur  $d$ ,  $d$  étant la distance inter-fissure (figure 8).

La contrainte ultime est donnée par l'équation suivante :

$$(31) \quad \sigma_u = v_f \left\{ \frac{1}{N_T} \sum_{j=1}^{N_I} (\sigma_I)_j + \frac{1}{N_T} \sum_{j=1}^{N_B} (\sigma_B)_j \right\}$$

$N_T$  est le nombre total de fibres dans l'échantillon,  $N_I$  représente les fibres intactes et  $N_B$  les fibres rompues.  $\sigma_I$  est la contrainte appliquée aux fibres intactes et  $\sigma_B$  la contrainte appliquée aux fibres rompues.

Cette équation nécessite l'évaluation du nombre de ruptures de fibres et de leur distribution. Cette analyse prend en compte la capacité pour les fibres rompues de supporter des efforts mais suppose que la longueur de jauge à considérer pour la rupture est la distance entre deux fissures. Il semble que le

fait de négliger les interactions des ruptures de fibres entre les différents blocs de matrice soit trop restrictif.

Cette approche, introduit une notion intéressante de longueur de jauge différente de la longueur réelle. De plus, cette approche suppose des ruptures multiples de fibres.

### 3.2.6 - L'analyse de Curtin [60]

Le modèle de Curtin prévoit la rupture ultime des composites à matrice céramique pour une fissuration simple et pour une fissuration multiple de la matrice en traction uniaxiale. Lors d'une fissuration multiple de la matrice, il suppose que la période de fissuration matricielle est très petite devant la périodicité des ruptures multiples des fibres. La rupture d'une fibre se traduit par une décharge sur plusieurs blocs de matrice. Le profil des contraintes en "dents de scies" dans la partie non déchargée de la fibre est alors assimilé à un champ de contrainte uniforme (figure 9). L'analyse est basée sur la définition d'une longueur de jauge caractéristique  $\delta_c$  et d'une contrainte caractéristique  $\sigma_c$ ,  $\delta_c$  étant la longueur de glissement à la contrainte caractéristique  $\sigma_c$ .

$$(32) \quad \delta_c = \frac{r_f \sigma_c}{\tau}$$

$$(33) \quad \sigma_c = \left( \frac{\sigma_0^m \tau L_0}{r_f} \right)^{1/m+1}$$

$r_f$  : rayon de la fibre,

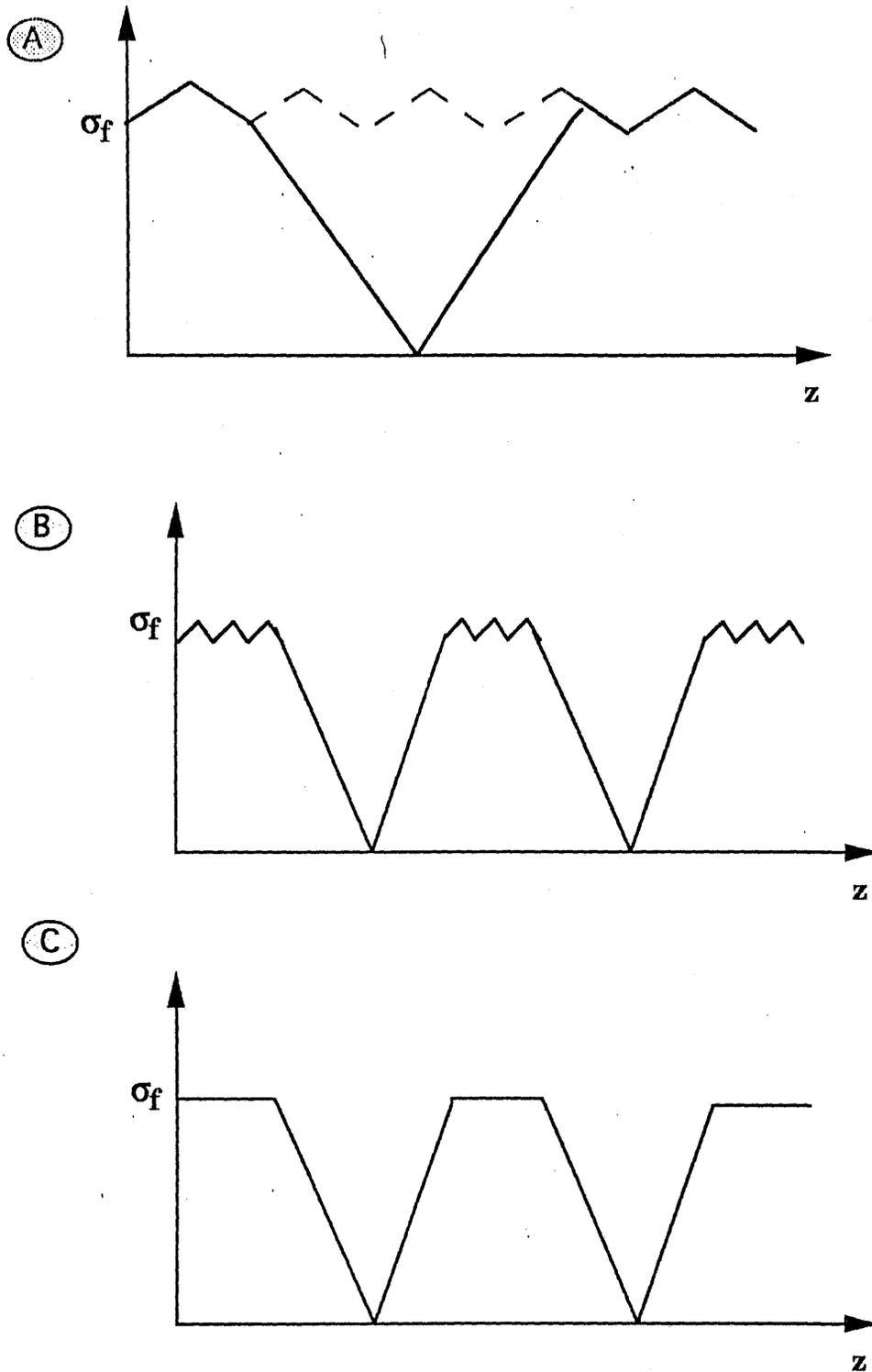
$L_0$  : longueur de jauge,

$m$  : module de Weibull,

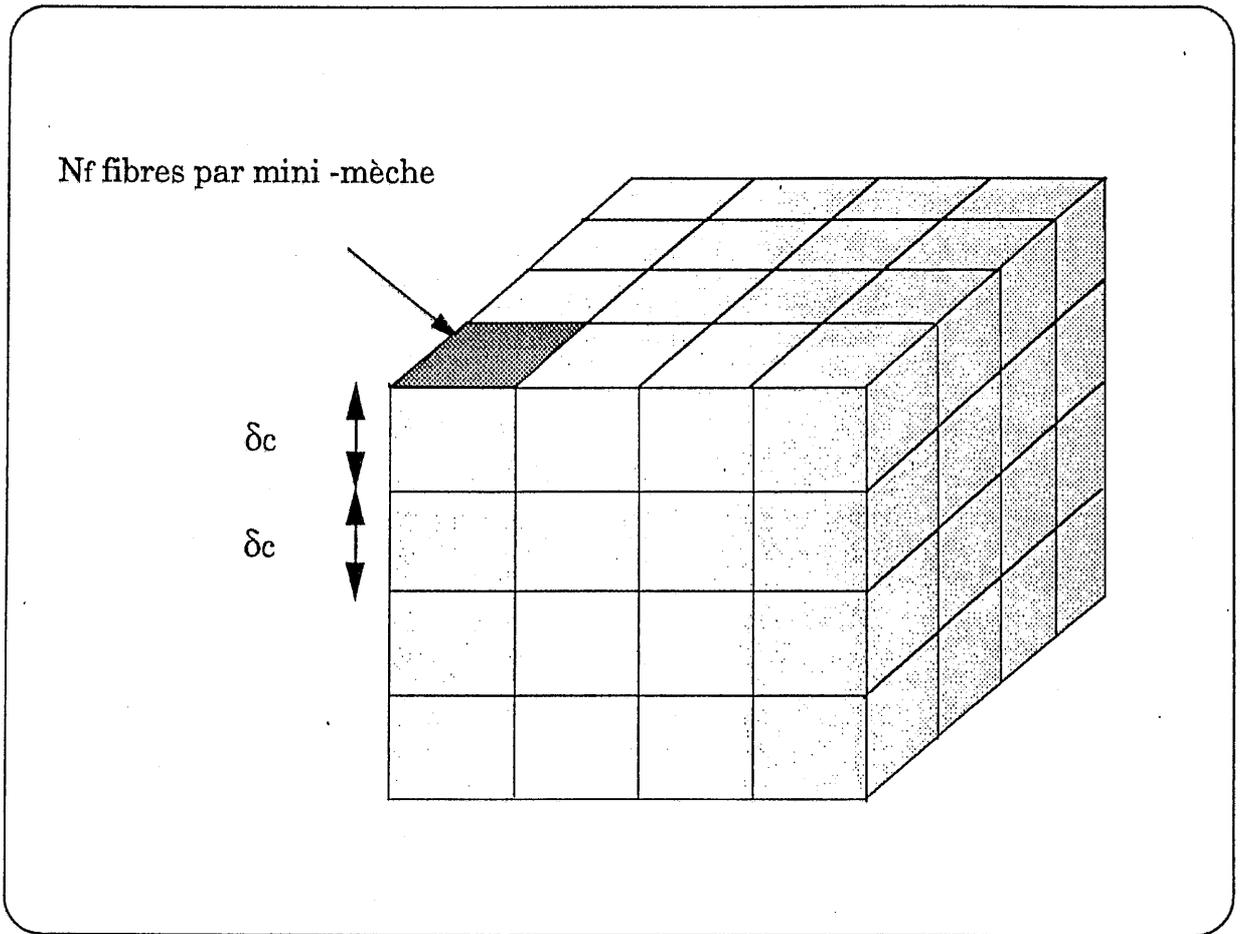
$\tau$  : contrainte de cisaillement interfacial,

$\sigma_0$  : facteur de normalisation.

Cette longueur caractéristique est intéressante pour calculer la rupture du composite. En effet, elle permet de le diviser en mini-mèches.  $\delta_c$  est distincte de la longueur prise en compte par Schweitert, elle peut être différente de la distance inter-fissures.



**Fig. 9 : Schéma du profil des contraintes dans la fibre A) après rupture d'une fibre (- - - juste avant la rupture), B) profil vrai dû aux fissures matricielles et aux ruptures de fibres, C) profil équivalent**



**Fig. 10 : Découpage du composite en mini - mèches de longueur  $\delta_c$  pour un partage local de la charge**

*a - Partage global de la charge*

Comme Schweitert, Curtin considère dans un premier temps un partage global de la charge entre les fibres intactes et tient compte de la fragmentation de la fibre [61, 62]. La contrainte ultime du composite est donnée par l'équation suivante :

$$(34) \quad \sigma_u = V_f \sigma_c \left( \frac{2}{m+2} \right)^{1/m+1} \frac{m+1}{m+2}$$

Le pourcentage de ruptures préliminaires de fibres, au moment de la rupture ultime, est donné par l'équation (35) :

$$(35) \quad \alpha_c = \frac{2}{m+2}$$

Des modèles présentant de nombreuses analogies avec celui de Curtin ont été développés par Phoenix [63] et par Neumeister [64].

*b - Partage local de la charge*

Curtin [65] a étendu son modèle en considérant un partage local de la charge. La charge supportée par une fibre cassée est également répartie parmi les  $N_f$  fibres voisines alors que la section du composite comporte  $N_t$  fibres. Le composite de longueur  $L_0$  est divisé en  $N_b$  mini-mèches indépendantes d'une longueur de jauge  $\delta_c$  et contenant  $N_f$  fibres (figure 10).

$$(36) \quad N_b = \left( \frac{N_t}{N_f} \right) \left( \frac{L_0}{\delta_c} \right)$$

Les ruptures de fibres au sein de chaque mini-mèche sont indépendantes. La rupture du composite résulte de la rupture de la mini-mèche la plus faible. Le problème mathématique est de déterminer la distribution des contraintes à ruptures des mèches de  $N_f$  fibres et d'évaluer la mèche la plus faible. En notant la densité de probabilité de rupture d'une mini-mèche de  $N_f$  fibres  $P(\sigma, N_f)$  à la contrainte appliquée  $\sigma$ , la contrainte ultime du composite comprenant  $N_b$  mini-mèches est donnée par la relation suivante :

$$(37) \quad C(\sigma_u, N_f) = \int_0^{\sigma_u} d\sigma P(\sigma, N_f) = \frac{1}{N_b}$$

où  $C(\sigma_u, N_f)$  est la probabilité de rupture d'une mini-mèche. Curtin a clairement montré les effets du partage de charge. En effet, un partage local de la charge diminue la contrainte à rupture du composite par rapport au partage global.

### 3.2.7 - Modèle de Cao et Thouless [66]

Les calculs développés par Cao et Thouless supposent que la fissuration multiple de la matrice s'est développée jusqu'à saturation. Contrairement aux modèles de Curtin et de Schweitert, la fibre ne peut se rompre qu'une seule fois mais en un point quelconque de sa longueur. La fibre est alors complètement déchargée.

Le matériau équivaut alors à un fil brut soumis à un champ de contrainte non uniforme en raison de la fissuration matricielle. La contrainte maximale admissible est donnée par la relation suivante :

$$(38) \quad \sigma_u = V_f \Sigma \left[ \frac{\Sigma r_f}{m(m+1)\tau L} \right]^{1/m} \exp(-1/m)$$

avec

$$(39) \quad \Sigma = \left[ \frac{A_o \sigma_o^m \tau (m+1)}{2\pi r_f^2} \right]^{1/m+1}$$

La déformation maximale dérive de la relation suivante :

$$(40) \quad \varepsilon_u = \left[ \frac{\Sigma r_f}{m(m+1)\tau L} \right]^{1/m} \frac{\Sigma}{E_F}$$

### 3.3 - Conclusion

Un partage global de la charge parmi les fibres saines est adapté principalement pour les composites à matrice céramique. Il se justifie par une fissuration matricielle importante. Dans les composites à matrice polymère, où le partage de charge est local [67 - 69], la localisation du transfert de charge

aux plus proches voisins occasionne des phénomènes de ruptures de fibres très localisés, entraînant la formation de clusters appelés aussi i-plets. La rupture catastrophique résulte de trois mécanismes :

- (i) séquences de ruptures de fibres,
- (ii) formation de petits clusters ou fissures,
- (iii) croissance d'un des clusters jusqu'à la taille critique.

Le calcul de la probabilité de rupture d'un composite à matrice polymère revient à calculer la probabilité de présence d'un cluster de taille critique. La croissance du i-plet reste stable jusqu'à sa taille critique. Par contre, la rupture des composites à matrice céramique présente un aspect diffus, elle résulte de l'incapacité de l'ensemble des fibres non cassées à supporter les reports d'efforts.

Les principaux modèles qui viennent d'être présentés, s'intéressent aussi à la fissuration matricielle. Cependant, le point commun de toutes les analyses exposées réside dans le fait qu'elles supposent que la saturation matricielle a été atteinte avant la rupture ultime du composite. Toutes ces théories incluent le caractère statistique de la rupture des fibres, mais elles négligent le caractère statistique de la rupture matricielle. L'aspect erratique de la rupture est imputé aux fibres seules et la matrice est considérée comme homogène et sans défaut.

Des tentatives pour tenir compte de l'endommagement progressif de la matrice ont été effectuées [46]. Cependant le modèle proposé par Pères suppose une fissuration organisée, en effet il place les fissures au centre des blocs. De plus, les fissures sont indépendantes, les longueurs de décohésions ne peuvent se chevaucher. Fretty [39] a transposé le modèle de Pères au minicomposite. Le critère de rupture choisi, est indépendant des propriétés des fibres, en effet la rupture est assimilée à la saturation matricielle.

#### **4 - OBJECTIFS ET CONTENU DU MÉMOIRE DE THÈSE**

Le travail a consisté à développer une approche qui permet de décrire le comportement des minicomposites SiC/C/SiC en tenant compte de la fissuration progressive de la matrice et des ruptures individuelles de fibres. L'intérêt d'effectuer une analyse de la rupture des minicomposites découle de

leur rôle prépondérant dans la rupture de la structure composite [15]. Une approche statistique-probabiliste a été choisie afin de prendre en compte les dispersions observées lors de la rupture des fibres et de la matrice (figure 11). Des essais de traction simple ont été effectués sur des monofilaments de différentes longueurs de jauge, des fils bruts, et des fils infiltrés SiC/C/SiC appelés minicomposites. Ces essais permettent d'obtenir les caractéristiques statistiques de la rupture des fibres et de la matrice. Cependant, la détermination de ces caractéristiques ainsi que la description mathématique s'avèrent délicates.

Le chapitre 2 du mémoire est consacré à l'analyse des monofilaments. Son objectif est d'accéder aux grandeurs statistiques des fibres et il rend compte de l'influence de nombreux paramètres sur cette évaluation. La mesure précise du diamètre des fibres rend complexe la détermination de la contrainte à rupture. Plusieurs distributions sont analysées. Une attention particulière est accordée à l'analyse de la distribution des déformations à rupture. En effet, elle permet de s'affranchir du problème délicat d'évaluation des contraintes. Ces analyses effectuées par la méthode de régression linéaire ou par le maximum de vraisemblance permettent de répondre à l'interrogation suivante : la qualité des paramètres statistiques et donc l'ajustement entre les points expérimentaux et théoriques dépendent-ils des méthodes d'évaluation? Un autre facteur est analysé, la présence de populations multimodales de défauts. Cependant, seule la statistique de Weibull ou la statistique de Weibull modifiée pour inclure les différentes populations de défauts a été employée car les fibres sont sollicitées en traction uniaxiale dans les cas que nous avons considérés. De plus, elle est très aisée d'utilisation pour effectuer des prévisions à diverses longueurs de jauge. Il serait intéressant dans des travaux futurs d'employer une approche probabiliste multiaxiale. Mais cela n'était pas l'objectif de ce travail.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude du fil brut lequel constitue l'entité de renfort des composites tissés. Cette étude a permis de vérifier si les paramètres statistiques obtenus sur monofilaments sont représentatifs de l'ensemble des fibres. En effet, une certaine sélection est forcément effectuée lors du prélèvement des monofilaments au sein de la bobine, qui peut ne pas fournir un échantillon de fibres représentatif du fil.

En outre, l'étude a permis de définir le critère de rupture d'un fil brut. Un paramètre a été tout particulièrement analysé, le pourcentage de ruptures

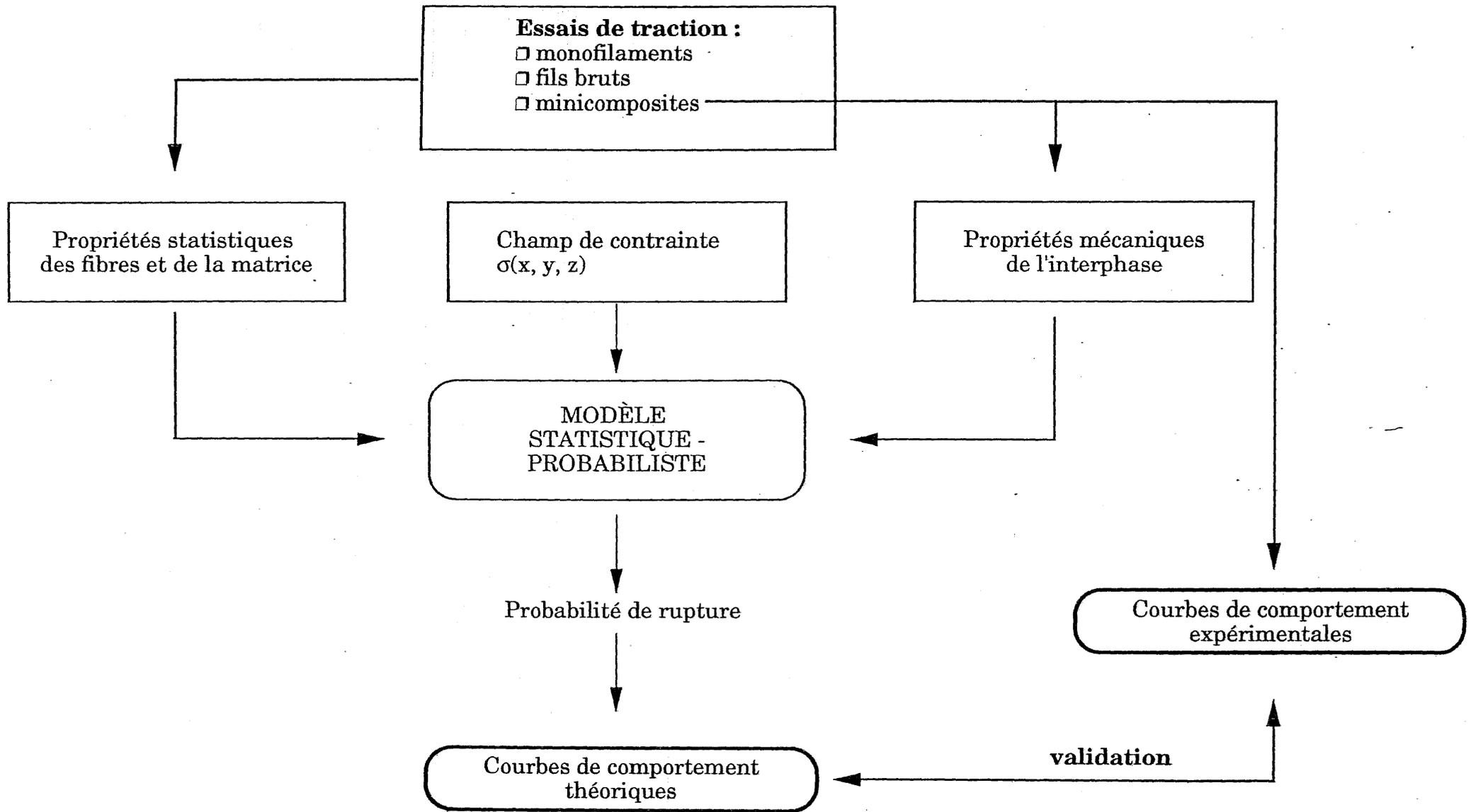


Fig. 11 : Schéma de l'approche suivie

préliminaires. C'est une valeur caractéristique de la rupture du fil brut. Un modèle de la rupture du fil brut à partir des caractéristiques des monofilaments est proposé. Ce modèle permet de cerner l'influence de nombreux facteurs tels que la nature des défauts présents dans les fibres, le nombre de monofilaments au sein du fil et les déformations inégales de fibres.

Les observations au Microscope Électronique à Balayage (MEB) des faciès de ruptures des fibres au sein du fil ont permis de reconstituer les distributions des contraintes à rupture. Cela nécessite l'utilisation de  $A$ , valeur caractéristique des fibres. Plusieurs valeurs sont proposées dans la littérature. En fonction de la valeur  $A$ , plusieurs mécanismes de rupture peuvent alors être envisagés. Cette analyse des miroirs de rupture des fibres, montre la difficulté de l'utilisation de cette méthode pour évaluer les contraintes à ruptures des monofilaments.

Le quatrième et dernier chapitre est consacré à l'étude expérimentale et théorique des minicomposites SiC/C/SiC ayant des fractions volumiques de matrice de 27%, 60% et 70%. Le prélèvement des minicomposites au sein d'un composite unidirectionnel, a fourni deux lots distincts par la fraction volumique de matrice :

○ un premier lot noté lot A, dont la fraction volumique de matrice est très faible voisine de 27 %.

○ un deuxième lot noté lot B, pour lequel la fraction volumique de matrice est plus élevée, proche de 60 %.

Un troisième lot noté lot C a été testé. Les fils bruts composés de 500 filaments ont été densifiés par la matrice SiC en un cycle unique d'infiltration. La fraction volumique de matrice déposée est très élevée, environ 70 %.

Le modèle de rupture des minicomposites repose sur les caractéristiques statistiques des monofilaments et de la matrice en tenant compte des propriétés mécaniques de l'interphase. Contrairement à la plupart des modèles présentés dans le § 3, une analyse statistique de la fissuration matricielle est effectuée. La rupture de la matrice est supposée suivre une loi de Weibull unimodale. Les propriétés de l'interface sont représentées par une contrainte de cisaillement constante au cours du chargement.

Pour pouvoir développer un modèle pertinent du minicomposite, il est nécessaire de répondre à un certain nombre d'interrogations :

- (i) les propriétés des monofilaments et donc les lois statistiques sont-elles modifiées par le dépôt de matrice,
- (ii) la redistribution des charges, supportées par les fibres rompues, est-elle locale ou globale?
- (ii) quelle est la taille de l'élément de volume à considérer, une fibre cassée continue-t-elle à supporter des efforts ?

Les mesures des rayons miroirs ont été effectuées dans le but de répondre à la première question. Au cours du chargement du minicomposite, le nombre de fissures formées a été évalué. En raison de la fissuration matricielle importante et de la décohésion fibre-matrice, une fibre cassée est déchargée sur toute sa longueur. Les fils sont alors équivalents à un fil brut soumis à un champ de contrainte non uniforme. La charge maximale admissible est définie en utilisant les résultats des chapitres 2 et 3. Le modèle a été validé en comparant la courbe de comportement calculée en fonction des propriétés des constituants évaluées à partir des fils bruts pour les fibres et d'un lot de minicomposites pour la matrice, avec les résultats expérimentaux obtenus pour divers lots de minicomposites. Un excellent accord entre calcul et expérience a été observé. En outre, des caractéristiques de la rupture des minicomposites ont pu être mises en évidence.

## 5 - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] J. Lamon, "Structural reliability of ceramics", 11th Riso International Symposium, Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark, 3-7 Septembre (1990).
- [2] A. G. Evans, "Structural reliability : A processing-dependent phenomenon", *Journal of the American Ceramic Society*, 65 [3], (1982) pp. 127-137.
- [3] J. Lamon, "Probabilistic failure predictions in brittle materials under multiaxial loading" - Probamat workshop, "Probabilities and materials : tests, Models and applications", ENS Cachan, 23-25 Novembre (1993).
- [4] R. Naslain, "Introduction aux matériaux composites 2 - Matrices métalliques et céramiques", chap.1, co - éditions CNRS/MC, Bordeaux, (1985).
- [5] S. Yajima, K. Okumara ; "Synthesis of continuous SiC fibres with high tensile strength", *Journal of the American Ceramic Society*, 59 [7-8]

- (1976), pp. 324-327.
- [6] L. Grateau, "Étude du comportement mécanique de composites monofilamentaires SiC/SiC - Rôle de l'interface", Thèse, Université de Paris-Sud (centre d'Orsay), (1987).
- [7] J. Lipowitz, H. A. Freeman, R. T. Chen, E. R. Prack, "Composition and structure of ceramic fibers prepared from polymer precursors", *Advanced ceramic materials*, 2 (1987), pp. 121- 126.
- [8] C. Labrugère, "Influence de l'évolution physico - chimique des fibres et de la zone interfaciale fibre/matrice sur le comportement mécanique des composites SiC/C/SiC et SiC/MAS-L après vieillissement thermique sous atmosphère contrôlée", Thèse n°998, (1991) Université de Bordeaux.
- [9] D. Cojean, " Composites SiC/C/SiC : Relation entre les propriétés mécaniques et la microstructure des interphases", Thèse, (1991) Université de Pau.
- [10] P. Lamicq, G. Bernhart, M. Dauchier, F. Mace, "SiC/SiC composite ceramics", *Am. Soc. Bull.*, 65 [2], (1986) pp. 326-338.
- [11] V. Arnault , "Relations entre microstructure et comportement mécanique des composites SiC/SiC : Analyse du rôle de l'interface dans le processus de fissuration matricielle dans les matériaux multifilamentaires". Thèse n°89 ISAL 0098, (1989), Université de Lyon.
- [12] C.H. Andersson, R. Warren, "Silicon Carbide fibers and their potential for use in composites materials", Part 1 composites, 15 [1], (1984) pp. 16-24.
- [13] Z. Li, R.C. Bradt, "The single crystal elastic constants of cubic (3C) SiC at 1000°C". *Journal of Materials Science*, 22 [6], (1987) pp. 2237-2259.
- [14] N. Lissart, "Analyse statistique de la rupture des fibres SiC, carbone et des microcomposites", Rapport de stage DEA effectué au LCTS, (1991).
- [15] X. Aubart, "Modélisation et identification du comportement mécanique des matériaux 2D SiC-SiC", Thèse de doctorat, Université de Paris VI (1992).
- [16] L. Guillaumat, "Microfissuration des CMC : Relation avec la microstructure et le comportement mécanique", Thèse n° 1056, Bordeaux (1994).
- [17] W. Weibull, "A statistical theory of the strength of materials", *Ingeniorsvetenskaps Akadameins, Handlinger* 151, (1939).
- [18] W. Weibull, "A statistical distribution of wide applicability", *Journal of applied mechanics*, (1951), pp. 293-297.
- [19] R. L. Barnett, P. C. Hermann, J. R. Wingfield and C. L. Connors, "Fracture of brittle materials under transient mechanical and thermal loading", *Air Force Flight dynamics Lab./ TR-66-220* (1967).

- [20] A. M. Freudenthal, "Statistical approach to brittle fracture", *Fracture*, vol 2, Edited by H. Leibovitz Academic Press, New York, (1968).
- [21] J. Margetson, "Statistical theory of brittle failure for an anisotropic structure subjected to a multiaxial stress state", AIAA paper, N° 76-632 in the AIAA/SAE, 12<sup>th</sup> propulsion conference, Palo Alto calif., (1976).
- [22] S. B. Batford, "Some approximate treatments of fracture statistics for polyaxial tension", *Int. J. Fract.*, 13 [1] (1977) pp. 5-11.
- [23] A. De S. Jayatilaka, K. Trustum, "Statistical approach to brittle fracture", *J. of Mat. Sci.*, 12 (1977) pp. 1426-1430.
- [24] R. A. Hunt and L. N. McCartney, "A new approach to Weibull's statistical theory of brittle fracture", *Int. Journal of Fracture*, 15 [4] (1979) pp. 365-375.
- [25] J. D. Poloniecki, D. Phil. Thesis, university of Sussex, (1974).
- [26] A. G. Evans, T. G. Langdon, "Structural ceramics", *Prog. Mater. Sci.*, 21 (1976) pp. 171-441.
- [27] A. S. Argon and F. A. MacClintock, "Mechanical behavior of materials", Addison - Wesley, Reading, Mass USA (1966).
- [28] B. D. Coleman, "On the strength of classical fibers and fibers bundle", *J. Mech. Phys. Solid.*, 7 (1958) pp. 60-70.
- [29] S. B. Batdorf and J. R. Hanisch, "Weakest link theory reformulated for arbitrary fracture criterion", *Journal of Amer. Ceram. Soc.*, 61 [7-8] (1978) pp. 355-358.
- [30] S. B. Batdorf and J. G. Crose, "Statistical theory for the fracture of brittle structure subjected to nonuniform polyaxial stresses", *J. Appl. Mech.*, 41 (1974) pp. 459-464.
- [31] J. Lamon, A. G. Evans, "Statistical analysis of bending strengths for brittle solids : a multiaxial fracture problem", *J. Am. Ceram. Soc.* 66 (1983) pp. 177-182.
- [32] J. Lamon, G. Melet, "Ceram statistical post processor software : experimental evaluation of reliability analysis by ceram 2D and ceram 3D" Final report (Battelle, Geneva) (1989).
- [33] J. Lamon, D. Pherson, P. Dotta, "2 D and 3D Ceramic reliability analysis using Ceram. Statistical post processor software : technical documentation", Final report (Battelle, Geneva) (1989).
- [34] T. K. Hellen and W. S. Blackburn, "The calculation of stress intensity factors for combined tensile and shear loading", *Int. J. Fract.*, 11 (1975) pp. 605-617.
- [35] W. T. Tucker, C. A. Johnson, "The multiaxial equivalent of stressed volume", *Life prediction methodologies and data for ceramic materials*,

- ASTM STP 1201, C.R. Brinkman and S.F. Duffy, Eds., American Society for testing and materials, Philadelphia, (1994).
- [36] N. Lob, "Relations entre microstructure et comportement mécanique des composites SiC/SiC ; Études de la nature et du rôle de l'interface fibre-matrice dans des matériaux mono et multifilamentaires", Thèse n°1130, Université Paris-sud (1989).
- [37] E. Inghels, "Comportement mécanique de composites à fibres et matrices céramiques : définition d'une méthode d'analyse dans le cas de deux composites tissés à matrice de carbure de silicium", Thèse, Université de Paris, (1987).
- [38] G. Navarre, "Étude des mécanismes d'endommagement et de rupture des matériaux composites à fibres et à matrice céramiques", Thèse n°90 ISA L 0026, Université de Lyon (1990).
- [39] N. Fretty, "Comportement et endommagement mécaniques de torons densifiés et de matériaux 1D et 2D SiC/SiC, influence de vieillissements sous air à haute température" Thèse, École Supérieure des Mines de Paris (1991).
- [40] P. Pluinage, "Étude expérimentale et simulation numérique du comportement mécanique de matériaux composites SiC/SiC. Influence des paramètres de stratification et d'élaboration", Thèse n° 584, Université de Bordeaux, (1991).
- [41] D. G. Harlow, "Probabilistic models for the tensile strength of composite materials", D. Phil. Thesis, Cornell University, (1977).
- [42] J. Aveston, G. A. Cooper and A. Kelly, "Single and multiple fracture", Conference Proceedings of National Physical Laboratory, Teddington, UK, London, Sciences and Technology (1971) pp. 15-26.
- [43] B. Budiansky, J. W. Hutchinson and A. G. Evans, "Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics", *J. Mech. Phys. Solids*, 34 [2] (1986) pp. 167-169.
- [44] D. B. Marshall, B. N. Cox and A. G. Evans, "The mechanics of matrix cracking in brittle matrix fibers composites", *Acta Metallurgica*, 33 [11] (1985) pp. 2013-2021.
- [45] L. N. McCartney, "Mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fibre-reinforced composites", *Proc. R. Soc. London*, A409 (1987) pp. 329-350.
- [46] P. Péres, "Analyse théorique et expérimentale du rôle des paramètres de microstructure sur le comportement des composites à matrice fragile", Thèse n° 3781, Université de Lyon (1988).
- [47] L. Guillaumat, J. Lamon, "Fracture statistics applied to modelling the nonlinear stress-strain behaviour in microcomposites : influence of

- interfacial parameters", soumis au J. Am. Ceram. Soc.
- [48] E. Munier, N. Fretty and M. Boussuge, "Comportement mécanique de torons SiC/SiC", *Revue des composites et des matériaux avancés*, 3 (1993) pp. 225-233.
- [49] C. Baxevanakis, M. Boussuge, D. Jeulin, E. Munier and J. Renard, "Simulation of the development of fracture in composite materials with random defects", *Mecatmat 93, International Seminar on micromechanics of materials, Moret-sur-Loing, France, 6-8 July 1993*.
- [50] H. E. Daniels, "The statistical theory of the strength of bundles of threads I", *Proc. R. Soc.*, A183 (1945) pp. 405-435.
- [51] D. E. Gücer and J. Gurland, "Comparison of the statistics of two fracture modes", *J. Mech. Phys. Solids.*, 10 (1962) pp. 365-373.
- [52] B.W. Rosen, "Tensile failure of fibrous composites", *AIAA Journal*, 2 [11] (1964) pp. 1985-1991.
- [53] C. Zweben "Tensile failure of fiber composites", *AIAA Journal*, 2 (1968) pp. 2325-2331.
- [54] W. B. Fitcher, "Stress concentrations around broken filaments in a filament-stiffened sheet", *NASA TND-5453*, (1969).
- [55] K. M. Prewo, J. J. Brennan and G. K. Layden, "Fiber reinforced glasses and glass-ceramics for high performance applications", *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 65 (1986) pp. 305.
- [56] P. S. Steif and H. R. Schweitert, "Ultimate strength of ceramic matrix composites", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 11 [9-10] (1990) pp. 1567-1576.
- [57] H. R. Schweitert and P. S. Steif, "A theory for the ultimate strength of a brittle matrix composite", *J. Mech. Phys. Solids*, 38 [3] (1990) pp. 325-343.
- [58] H. R. Schweitert and P. S. Steif, "The tensile strength of a fiber reinforced ceramic", *Int. J. Solids Structures*, 28 [3] (1991) pp. 299-315.
- [59] M. Sutcu, "Weibull statistics applied to fiber failure in ceramic composites and work of fracture", *Acta Metal.*, 37 (1989) pp. 651.
- [60] W. A. Curtin "Theory of mechanical properties of ceramic-matrix composites", *J. Am. Ceram. Soc.*, 74 [11] (1991) pp. 2837-2845.
- [61] W.A. Curtin, "Exact theory of fibre fragmentation in a single filament composite", *J. Mater. Sci.*, 26 (1991) pp. 5239-5253.
- [62] R. Gulino and S. L. Phoenix, "Weibull strength statistics for graphite fibers measured from the break progression in a model graphite/glass/epoxy microcomposite", *J. Mater. Sci.*, 26 (1991) pp. 3107-3118.
- [63] S. L. Phoenix, "Statistical issues in the fracture of brittle-matrix fibrous composites", *Composites Science and technology*, 48 (1993) pp. 65-80.

- [64] Y. M. Nemeister, "A constitutive law for continuous fiber reinforced brittle matrix composites with fiber fragmentation and stress recovery", *J. Mech. Phys. Solids*, 41 [8] (1993) pp.1383-1404.
- [65] W. A. Curtin, "The 'though' to brittle transition in brittle matrix composites", *J. Mech. Phys. Solids*, 41 [2] (1993) pp. 217-245.
- [66] H. Cao and M. D Thouless, "Tensile tests of ceramic-matrix composites : theory and experiment", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [7] (1990) pp. 2091-94.
- [67] S. B. Batdorf, "Tensile strength of unidirectionnaly reinforced composites", *J. Reinfor. Plast. Comp.*, 1 (1982) pp. 153.
- [68] M. G. Bader, "Tensile strength of uniaxial composites", *Sciences and Engineering of Composite Materials*, [1] (1988) pp. 1-11.
- [69] R. E. Pitt, S. L. Phoenix, " Probability distributions for the strength of composite materials IV : localized load - sharing with tapering", *Int. J. of Fracture*, 22 (1983) pp. 243 - 276.

## CHAPITRE 2

# *ANALYSE STATISTIQUE MULTIMODALE DE LA RUPTURE DES FIBRES DE CARBURE DE SILICIUM : SENSIBILITÉ DES PARAMÈTRES STATISTIQUES AUX MÉTHODES D'ÉVALUATION*

CHAPITRE 2  
ANALYSE STATISTIQUE MULTIMODALE DE LA RUPTURE DES FIBRES DE  
CARBURE DE SILICIUM :  
SENSIBILITÉ DES PARAMÈTRES STATISTIQUES AUX MÉTHODES  
D'ÉVALUATION

1 - INTRODUCTION.....	38
2 - DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DES DISTRIBUTIONS DE DONNÉES DE RUPTURE.....	40
2.1 - Procédure expérimentale essais de traction.....	40
2.2 - Mesure du diamètre.....	40
2.3 - Distributions de données de rupture.....	41
2.4 - Origines de rupture.....	42
2.5 - Estimation des paramètres statistiques.....	43
3 - ÉQUATIONS DE PROBABILITÉ DE RUPTURE.....	45
3.1 - Population unique de défauts (équation conventionnelle de Weibull).....	45
3.2 - Populations de défauts concurrentes (fonction de distribution bimodale).....	46
3.3 - Populations de défauts partiellement concurrentes (fonction de distribution bimodale).....	47
4 - RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	48
4.1 - Données de rupture.....	48
4.2 - Paramètres statistiques.....	49
4.3 - Préviation de la distribution des contraintes à différentes longueurs de jauge.....	53
4.4 - Conséquences d'une incertitude sur le module de Weibull et le facteur de normalisation.....	54
5 - CONCLUSION.....	54
6 - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	55

ANALYSE STATISTIQUE MULTIMODALE DE LA RUPTURE DES  
FIBRES DE CARBURE DE SILICIUM :  
SENSIBILITÉ DES PARAMÈTRES STATISTIQUES AUX MÉTHODES  
D'ÉVALUATION

---

N. Lissart, J. Lamon  
Laboratoire des Composites Thermostructuraux  
(UMR - 47, CNRS - SEP - UB1)  
3, allée de la Boétie, 33600 - Pessac.

---

**RÉSUMÉ**

*Une connaissance précise des paramètres statistiques des fibres de carbure de silicium est nécessaire pour analyser et prévoir la rupture des fibres au sein des fils bruts et des minicomposites. L'objectif de cette étude est de déterminer les paramètres statistiques des fibres de carbure de silicium de type Nicalon NLM 202 et de quantifier l'influence des méthodes d'évaluation des paramètres sur les résultats obtenus. L'analyse par régression linéaire ou par le maximum de vraisemblance a été effectuée pour les quatre distributions suivantes : i) des contraintes déterminées avec le diamètre moyen de chaque fibre mesuré par diffractométrie laser, ii) des contraintes évaluées avec le diamètre de la surface de rupture mesuré au MEB, iii) des déformations, et iv) des contraintes maximales appliquées aux fibres. Cette dernière distribution correspond à la prise en compte d'un champ de contrainte non uniforme induit par des variations du diamètre le long du filament. Cette étude est complétée par la différenciation des populations de défauts à l'origine de la rupture. Les défauts ont été séparés en plusieurs populations pouvant être concurrentes ou partiellement concurrentes. Non seulement, l'influence des méthodes d'évaluation est considérée mais aussi celle des distributions et celle des diverses populations de défauts.*

**Mots clés : Statistique, rupture, fibres, populations de défauts, régression linéaire, maximum de vraisemblance**

**1 - INTRODUCTION**

Les propriétés mécaniques des composites à matrice céramique dépendent de nombreux paramètres. La contrainte à rupture des fibres est un facteur prépondérant. Elle est caractérisée par une dispersion importante attribuée à la présence de défauts microstructuraux répartis de manière généralement aléatoire et de taille et de nature variables [1]. L'analyse statistique de Weibull [2, 3] fondée sur le concept du lien le plus faible est communément employée pour décrire la distribution statistique des contraintes à rupture. Une seule population de défauts est généralement considérée être à l'origine de la rupture [4 - 7]. La probabilité de rupture d'un monofilament de volume  $V_f$  s'exprime en fonction de la contrainte appliquée par la relation suivante sous un champ de contrainte uniaxial et uniforme de tension :

$$(1) \quad P = 1 - \exp \left[ -V_f \left( \frac{\sigma}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right]$$

$m_f$  est le module de Weibull caractérisant la dispersion des contraintes à rupture et  $\sigma_{of}$  un facteur de normalisation relié à la contrainte moyenne. Les paramètres  $m_f$  et  $\sigma_{of}$  sont en théorie des caractéristiques intrinsèques de la fibre considérée. Dès lors, ils permettent de prévoir la rupture de la fibre dans diverses configurations de contraintes ou de géométrie (au sein de fils, de composites). Cependant, l'expérience et la littérature montrent que la détermination des paramètres statistiques se heurte à de nombreuses difficultés. Ainsi, un certain nombre d'auteurs ont démontré que les données de rupture des fibres de carbone de silicium ne suivent pas une loi de Weibull unimodale, mais plutôt une loi multimodale [8 - 12], la rupture étant déterminée par plusieurs populations de défauts. D'autres auteurs [13, 14] pour pallier les variations des paramètres statistiques avec la longueur de jauge ou les mauvaises prévisions obtenues en dehors des échelles d'observations suggèrent l'emploi d'un exposant  $\alpha$  dans la fonction de distribution de Weibull ( $P = 1 - \exp \left[ -V_f^\alpha \left( \frac{\sigma}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right]$ ,  $\alpha$  est compris entre 0 et 1).

Le choix de cet exposant reste cependant arbitraire.

En outre, divers facteurs supplémentaires peuvent influencer les

paramètres statistiques. Il en résulte des variations du diamètre le long de la fibre qui affectent non seulement la valeur de la contrainte de rupture calculée à partir du rapport de la force à rupture et de la section de la fibre, mais également le champ des contraintes auquel est soumise la fibre. Celui-ci peut devenir non uniforme bien que la fibre soit sollicitée en traction.

La méthode de calcul des paramètres statistiques à partir des distributions statistiques de données à rupture exerce également une certaine influence. Elle a été étudiée par plusieurs auteurs pour les céramiques monolithiques et les verres [15 -18].

Le présent article montre que tous ces facteurs sont susceptibles d'affecter l'analyse de la rupture des fibres SiC (Nicalon). Dès lors, compte tenu de l'importance fondamentale des paramètres statistiques pour évaluer l'endommagement par des ruptures individuelles de fibres et la rupture ultime dans les fils<sup>1</sup> bruts et dans les composites, le présent article évalue l'influence de ces divers facteurs sur les paramètres statistiques des fibres de carbure de silicium SiC, à savoir :

- les variations du diamètre des fibres,
- le champ de contrainte auquel est soumise la fibre suivant que le diamètre est considéré comme constant, ou variable. Ainsi, afin de s'affranchir des difficultés liées à la mesure du diamètre, la rupture a été analysée également en termes de déformations à rupture.
- la méthode d'estimation des paramètres statistiques. Deux méthodes ont été essentiellement utilisées : la régression linéaire et le maximum de vraisemblance.
- la présence de plusieurs populations de défauts concurrentes de surface et de volume ou partiellement concurrentes suivant qu'elles apparaissent dans toutes les fibres ou dans quelques fibres seulement.

Seule, la statistique de Weibull a été utilisée car, les fibres sont essentiellement sollicitées par un champ uniaxial. L'emploi d'une approche multiaxiale n'a donc pas paru justifié.

---

<sup>1</sup> Un fil est constitué d'un ensemble de fibres parallèles. Les fils SiC (Nicalon) possèdent 500 fibres.

## **2 - DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DES DISTRIBUTIONS DE DONNÉES DE RUPTURE**

### **2.1 - Procédure expérimentale : essais de traction**

Les distributions des données à rupture (contraintes et déformations) ont été générées à partir de la mesure de la force et de l'élongation à rupture en traction uniaxiale des fibres unitaires de carbure de silicium NLM 202. Les essais sont réalisés à l'aide d'une machine de traction, par application d'une vitesse de déformation constante (déformation 1% par minute). La machine est équipée d'une cellule de charge (0-2N), associée à une table de déplacement [19].

Des lots de 30 échantillons ont été préparés. Les fibres, prélevées au hasard, dans la même bobine ont été préalablement désensimées à l'aide d'un solvant (l'acétone) dans un bac à ultrasons. Les extrémités ont ensuite été collées sur des cadres en PVC présentant une fenêtre intérieure de longueur différente selon la longueur de jauge choisie (figure 1). Trois longueurs de jauge ont été examinées : 25 mm, 50 mm et 75 mm. Une fois, le cadre installé dans les mors de la machine de traction, on brûle ses bords à l'aide d'un fer à souder. Un dépôt de graisse (Poly 1-3, propanediol), le long de la fibre, permet de la récupérer après essai pour observer le faciès de rupture au Microscope Électronique à Balayage (MEB).

### **2.2 - Mesure du diamètre**

Avant l'essai de traction, le diamètre des fibres est mesuré tous les 5 mm par diffraction laser en utilisant l'approximation de Fraunhofer [20, 21] (annexe 2). La valeur moyenne (tableau 1) obtenue pour l'ensemble des échantillons est 14,6  $\mu\text{m}$  (écart type : 2  $\mu\text{m}$ ). Non seulement des variations sont observées d'une fibre à l'autre (figure 2) mais aussi le long d'un même filament (figure 3). La figure 2 représente l'histogramme de la valeur moyenne du diamètre de chaque fibre mesuré par diffractométrie laser. Des mesures effectuées le long d'une fibre sont représentées à la figure 3. Compte tenu des fluctuations observées le long des fibres et d'une fibre à l'autre, il apparaît que le calcul de la contrainte de rupture risque d'être entaché d'erreur si l'on considère le diamètre moyen de chaque fibre voire de l'ensemble des fibres. A cet égard, les observations des faciès de rupture au

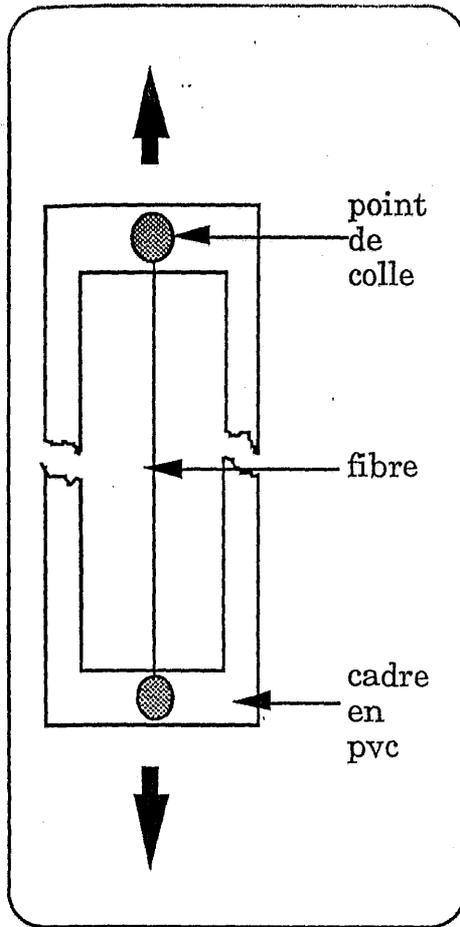


Fig. 1 : Cadre de montage d'une fibre

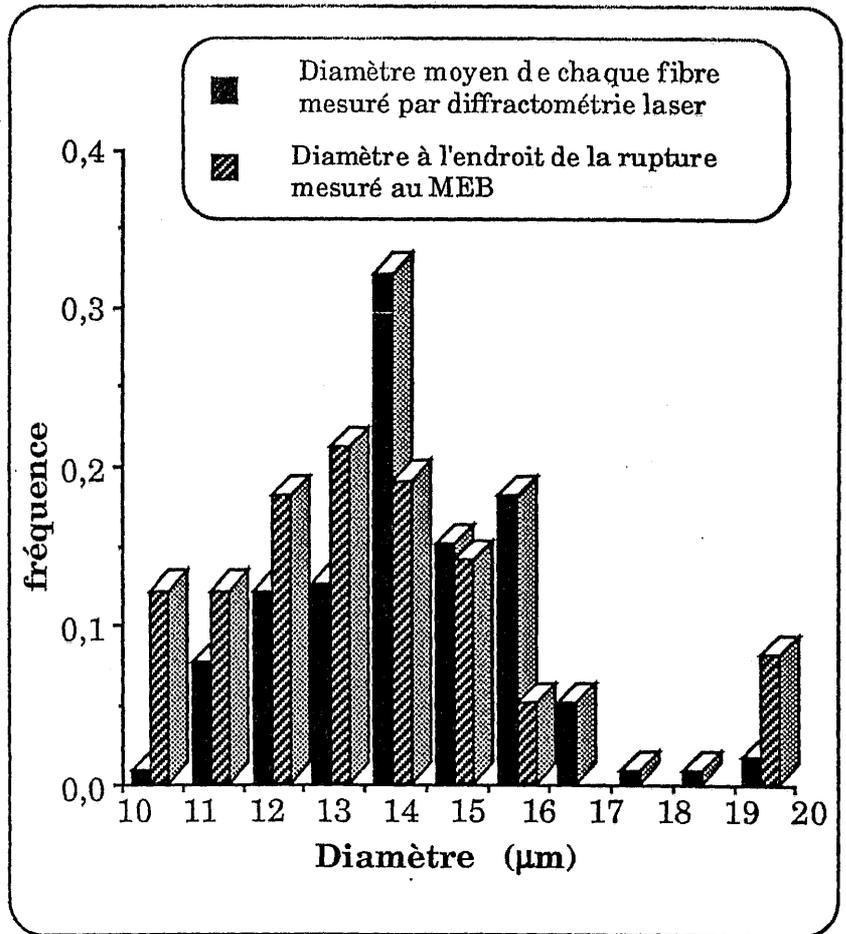


Fig. 2 : Distribution des diamètres des fibres de carbure de silicium NLM 202

Longueur de jauge (mm)	Diamètre moyen évalué par diffractométrie laser (µm)	Diamètre moyen à l'endroit de la rupture évalué au MEB (µm)	Module d'Young (GPa)
25	14,7 (1,9)*	13,76 (2,25)	209 (50)
50	14,8 (1,2)	13,05 (1,48)	203 (10)
75	14,3 (2,3)	12,81 (1,71)	211 (15)

Tableau 1 - Diamètre et module d'Young des fibres de carbure de silicium (\* Écart type)

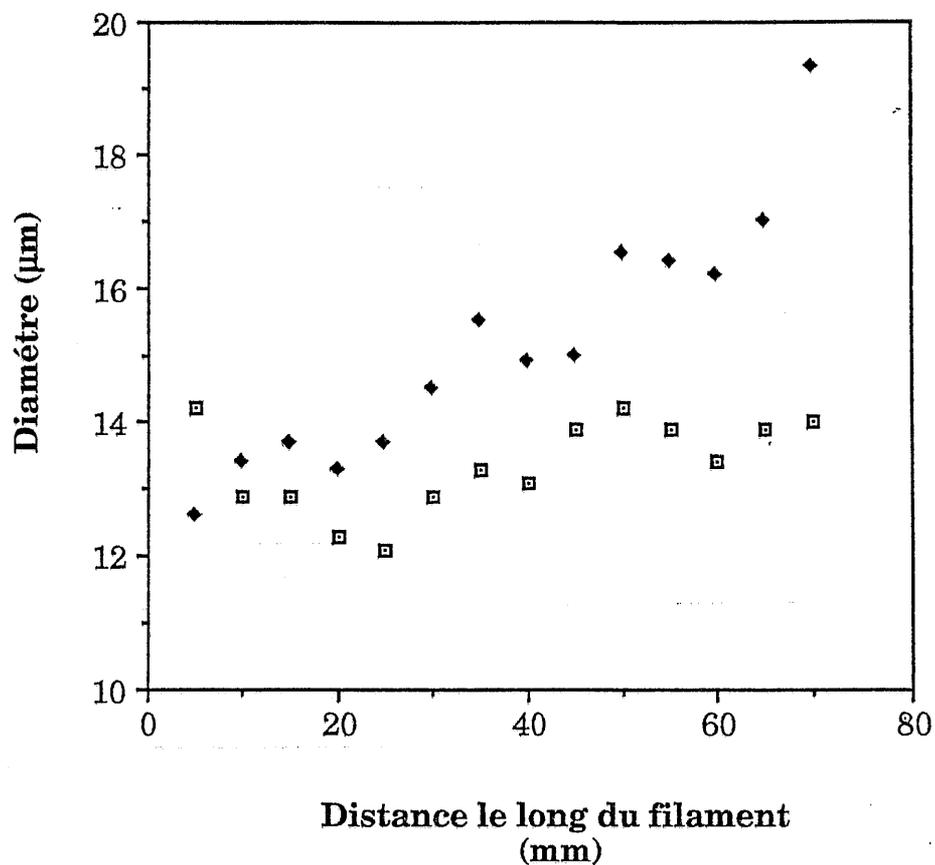


Fig. 3 : Exemples de variations du diamètre le long des fibres mesuré par diffractométrie laser sur deux filaments de carbure de silicium (Nicalon NLM 202) de 75 mm de longueur de jauge

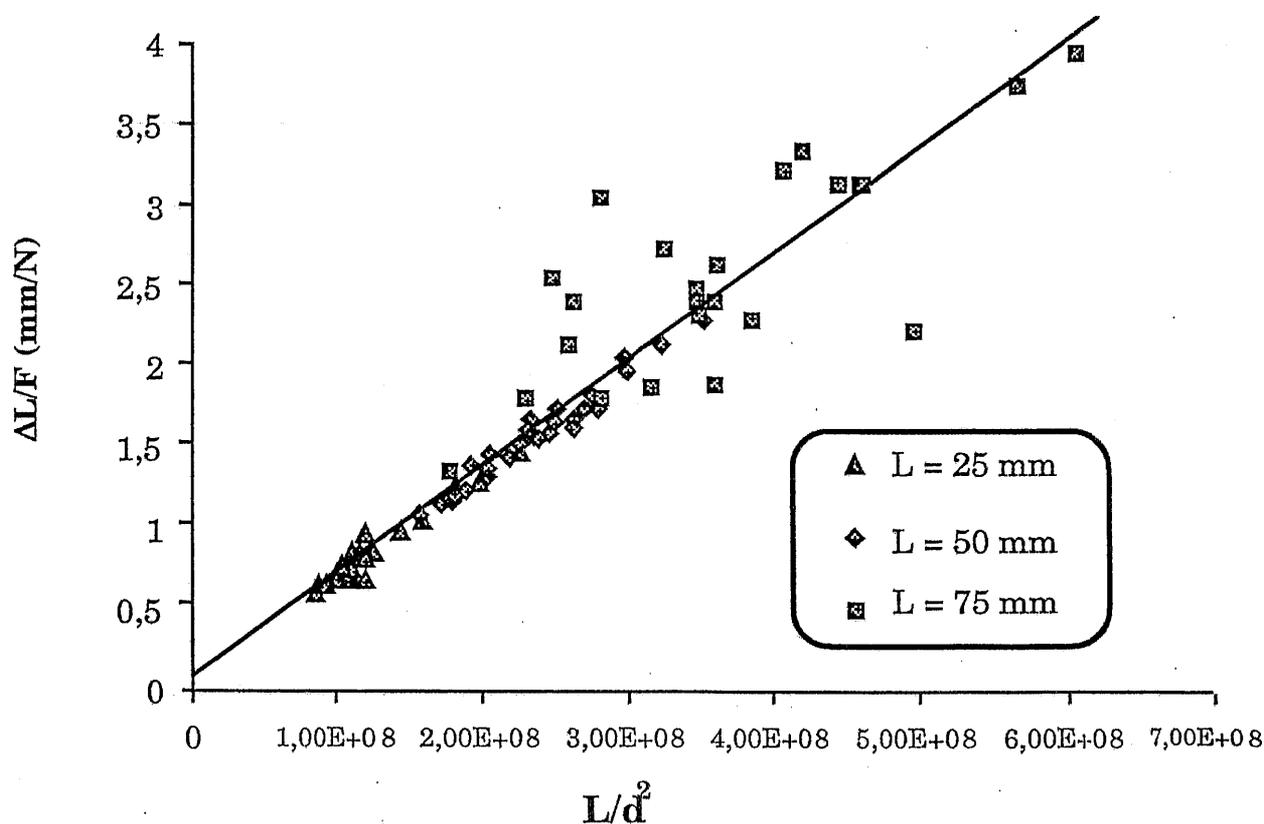


Fig. 4 : Évolution de la complaisance apparente en fonction de la longueur de jauge

MEB, semblent mieux appropriées pour mesurer le diamètre de la fibre à l'endroit exact de la rupture et donc pour évaluer la valeur exacte de la contrainte de rupture. Les diamètres mesurés au MEB sont inférieurs aux diamètres moyens obtenus par diffractométrie laser (figure 2 et tableau 1).

Le module d'élasticité ( $E_f$ ) des fibres a été déterminé grâce à la complaisance apparente  $C_a$  (figure 4) [22]. La valeur obtenue (200 GPa), est proche de la valeur moyenne du module d'Young déduite de la pente des courbes force-élongation mesurées en traction (tableau 1).

$$(2) \quad C_a = \frac{\Delta L}{F} = \left(\frac{4}{\pi}\right) \frac{1}{E_f} \frac{L}{d_f^2} + C_s$$

où  $\Delta L$  est l'allongement de la fibre à la force  $F$ ,  $d_f$  le diamètre de la fibre et  $C_s$  la complaisance du système ( $C_s = 0,094$  mm/N). Cette dernière est utilisée pour corriger les déformations enregistrées.

### 2.3 - Distributions de données de rupture

Afin de déterminer l'influence des mesures du diamètre des fibres sur les paramètres statistiques, quatre distributions de données à rupture ont été déduites des essais de traction. Les deux premières distributions correspondent à un champ de contrainte uniforme au sein des fibres. La contrainte à rupture a été calculée à l'aide :

○ du diamètre moyen de chaque fibre ( $d_{moy}$ ) obtenu par diffractométrie laser, la contrainte à rupture est notée  $\sigma_{dMoy} \left[ \sigma_{dMoy} = \frac{4F_r}{\pi d_{moy}^2} \right]$ ,  $F_r$  est la force à rupture.

○ du diamètre à l'endroit de la rupture mesuré au MEB ( $d_{MEB}$ ), la contrainte à rupture est notée  $\sigma_{dMEB} \left[ \sigma_{dMEB} = \frac{4F_r}{\pi d_{MEB}^2} \right]$ . En moyenne, seuls 75 % des échantillons ont pu être observés au MEB .

La troisième distribution correspond à un champ de contrainte non uniforme, compte tenu des variations locales du diamètre le long des fibres. Elle se réfère à la contrainte maximale notée  $\sigma_{Max}$  s'exerçant au niveau du

plus faible diamètre dans la fibre ( $d_{\min}$ )  $\left[ \sigma_{\text{Max}} = \frac{4F_r}{\pi d_{\text{Min}}^2} \right]$ .

La quatrième distribution est fondée sur la déformation à rupture (notée  $\epsilon_r$ ). Le facteur de normalisation  $\epsilon_{of}$  entrant dans l'équation de la probabilité de rupture est relié à  $\sigma_{of}$  par la relation suivante :

$$(3) \quad \epsilon_{of} = \frac{\sigma_{of}}{E_r}$$

Les données à rupture (contraintes et déformations) étant classées par ordre croissant, la probabilité cumulée au rang  $i$  correspondante pour un lot de  $N$  échantillons est calculée grâce à l'estimateur suivant :

$$(4) \quad P_i = \frac{i - 0,5}{N}$$

Ce dernier a été choisi car il donne les paramètres les moins biaisés [23].

#### 2.4 - Origines de rupture

Les figures 5 - 8 montrent les distributions de données à rupture représentées sous forme logarithmique. Les distributions mettent en évidence la présence de points atypiques aux basses contraintes et aux basses déformations s'alignant sur une droite de pente différente pour les longueurs de jauge de 25 mm et 75 mm. Cela suggère la présence de populations de défauts différentes au sein des fibres, dont certaines apparaissent seulement dans les fibres ayant 25 mm ou 75 mm de longueur de jauge.

Les faciès de rupture ont été examinés par Microscopie Électronique à Balayage. Ils présentent pratiquement toujours le même aspect, caractéristique d'une rupture fragile. Une zone miroir ou lisse sur laquelle la rupture est contrôlée puis une zone ravinée ou peigne par rupture instable. La rupture s'amorce parfois sur un défaut visible, inclusion ou cavité mais ce n'est pas toujours le cas. Cet examen a permis d'identifier des défauts situés dans le volume (figure 9) ou en surface des fibres, ce qui suggère une analyse bimodale des données de rupture.

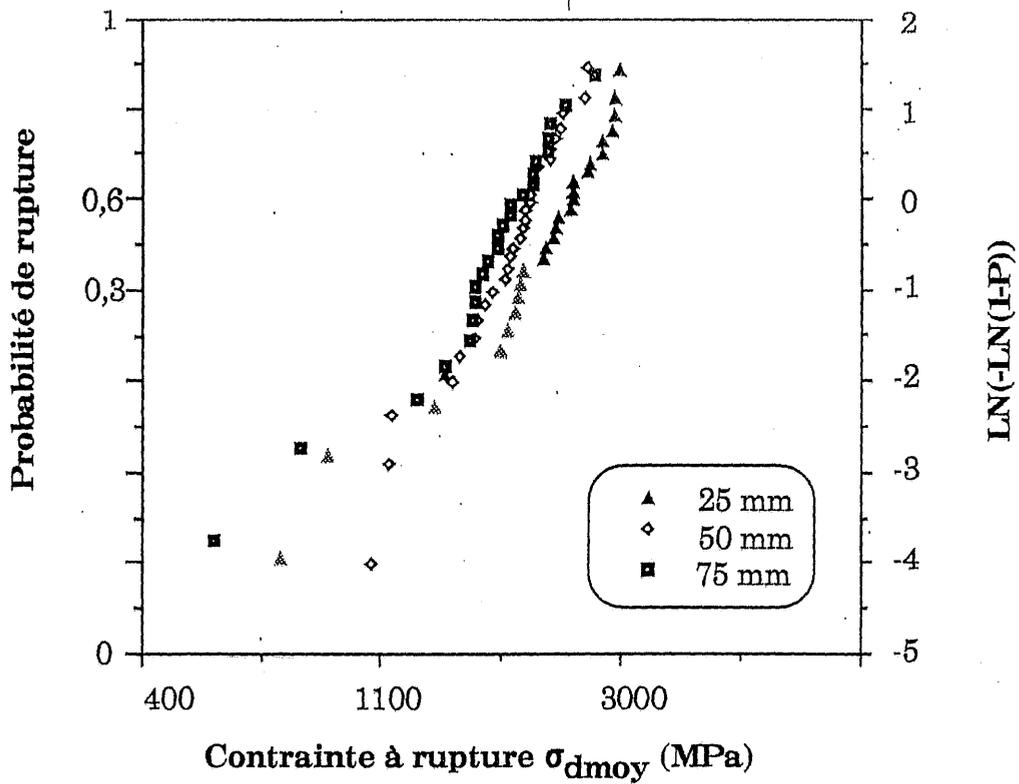


Fig. 5 : Diagramme de Weibull des contraintes ( $\sigma_{d moy}$ ) à ruptures des fibres de carbure de silicium en traction pour diverses longueurs de jauge (mesure du diamètre de chaque fibre par diffractométrie laser)

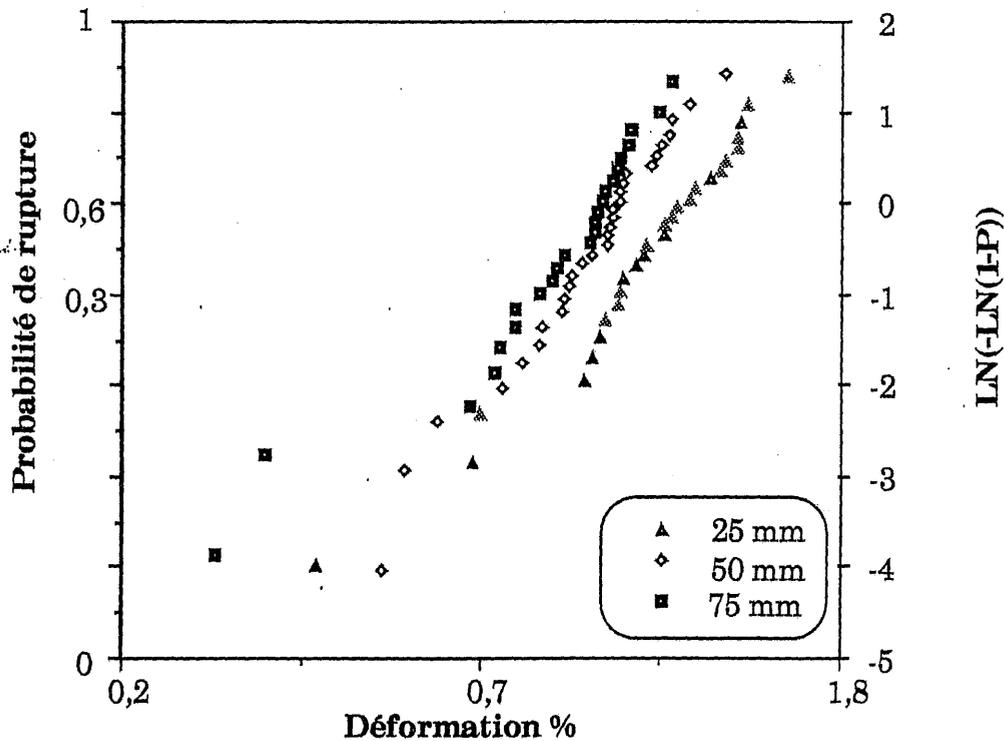


Fig. 6 : Diagrammes de Weibull des déformations  $\epsilon_r$  à ruptures des fibres de carbure de silicium en traction pour diverses longueurs de jauge

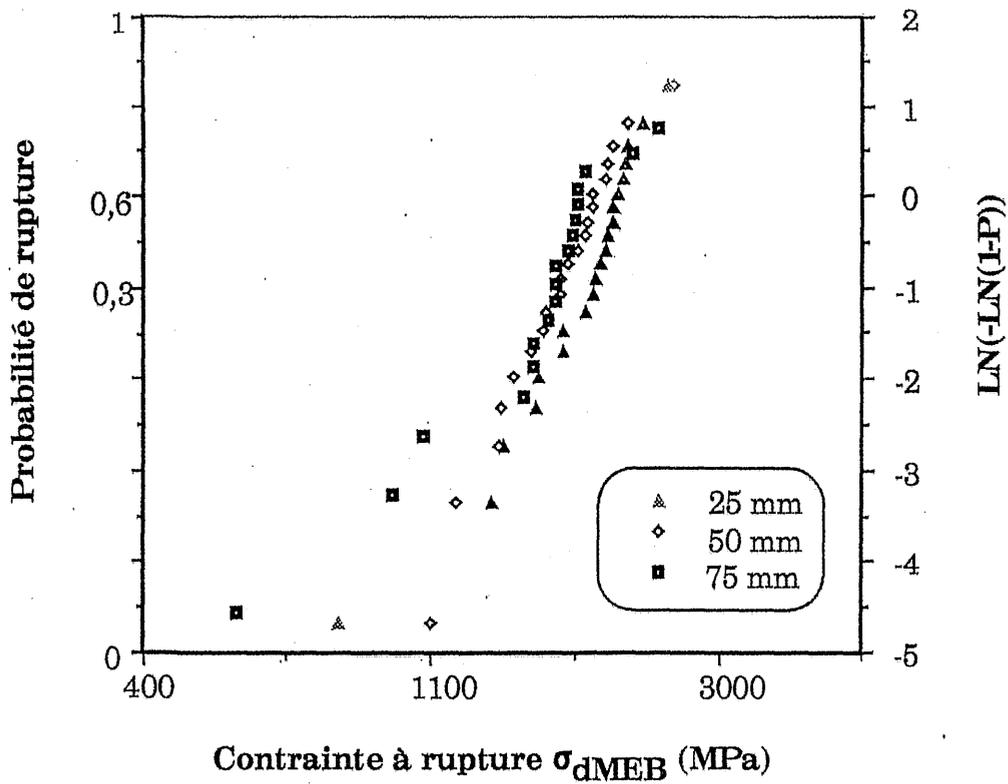


Fig. 7 : Diagramme de Weibull des contraintes ( $\sigma_{dMEB}$ ) à ruptures des fibres de carbure de silicium en traction pour diverses longueurs de jauge (mesure du diamètre au MEB)

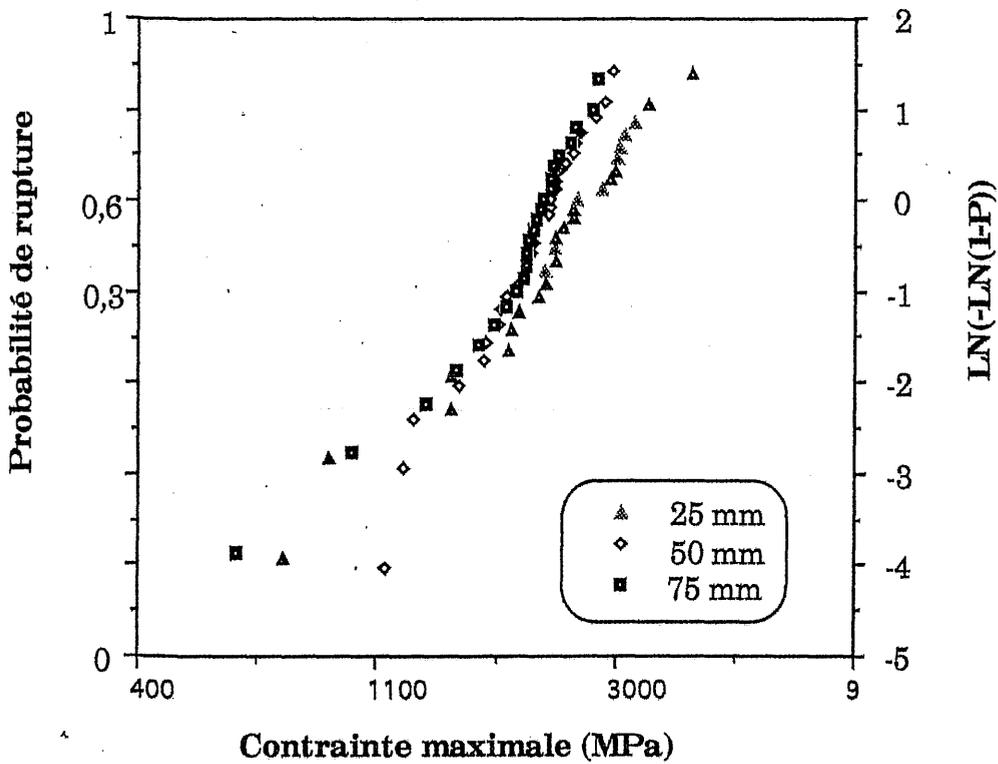
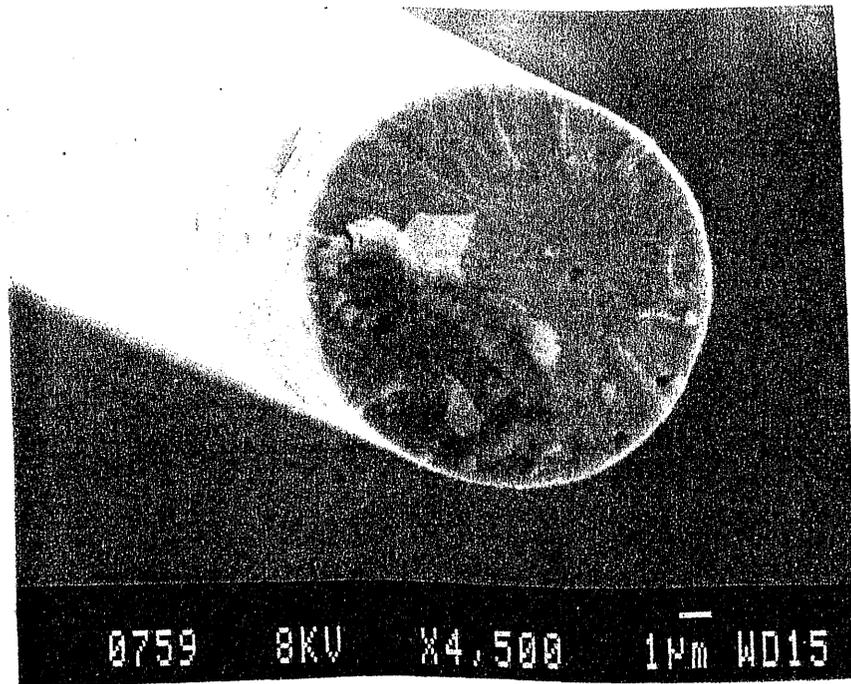
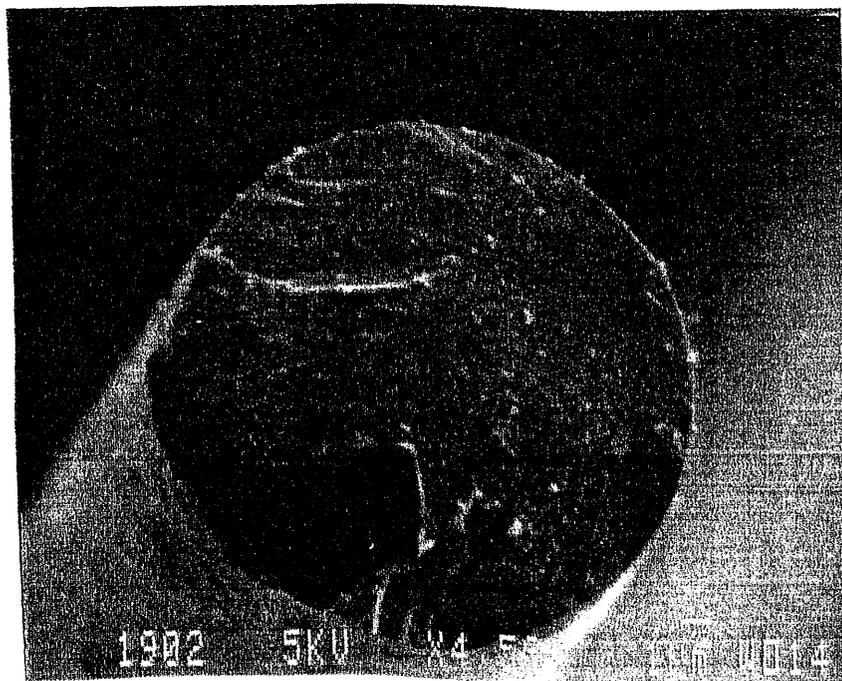


Fig. 8 : Diagrammes de Weibull des contraintes ( $\sigma_{max}$ ) des fibres de carbure de silicium en traction

A



B



**Fig. 9 : Faciès de rupture des fibres de carbure de silicium NLM 202 :**  
A) défaut situé dans le volume B) défaut situé en surface de la fibre

Les paramètres statistiques ont par conséquent été déterminés en fonction des familles de ruptures indiquées par les distributions de données à rupture et par les observations au MEB. Le cas où la rupture est attribuée à une famille unique a aussi été examiné. Ainsi, les trois cas suivants de rupture de fibres ont été considérés :

- une seule population de défauts répartis dans le volume,
- deux populations de défauts concurrentes de surface et de volume,
- deux populations partiellement concurrentes de défauts intrinsèques (présents dans tous les échantillons) et extrinsèques (présents seulement dans les échantillons de longueur de jauge 25 mm et 75 mm).

### 2.5 - Estimation des paramètres statistiques

Deux méthodes ont été employées pour déterminer les paramètres statistiques (annexe 3) à partir des distributions de données à rupture obtenues expérimentalement :

#### ○ la régression linéaire :

Les paramètres statistiques sont donnés par les coefficients de la droite d'équation (5) obtenue par l'écriture sous forme logarithmique de l'équation (1). Le module de Weibull  $m_f$  est égal à la pente de la droite. L'ordonnée à l'origine permet de calculer  $\sigma_{of}$ . Une équation analogue est obtenue pour les déformations à rupture. En présence de populations bimodales, il est nécessaire de les séparer par la méthode des données censurées de Jonhson [24] afin de pouvoir accéder à leurs paramètres respectifs (annexe 4).

$$(5) \quad \ln(-\ln(1 - P_i)) = \ln V_f + m_f \ln \sigma_i - m_f \ln \sigma_{of}$$

où  $P_i$  et  $\sigma_i$  sont les données expérimentales de contraintes et de probabilité (équation (4)).

#### ○ le maximum de vraisemblance [25] :

Les valeurs retenues pour les paramètres statistiques sont celles qui rendent maximale la probabilité de réalisation de l'échantillon. Cela revient à chercher le maximum de la probabilité que tous les événements  $\sigma_N$  se produisent simultanément (produit de toutes les probabilités). La fonction du

maximum de vraisemblance est donnée par l'équation (6) où  $f(\sigma_i)$  est la densité de probabilité et  $N$  le nombre total d'échantillons.

$$(6) \quad L = \prod_{i=1}^N f(\sigma_i)$$

$m_f$  résulte de la résolution par itération de l'équation (7),  $\sigma_{of}$  est alors déterminé par la relation (8).

$$(7) \quad \frac{N}{m_f} + \sum_{i=1}^N \ln(\sigma_i) - N \frac{\sum_{i=1}^N \sigma_i^{m_f} \ln(\sigma_i)}{\sum_{i=1}^N \sigma_i^{m_f}} = 0$$

$$(8) \quad \sigma_{of} = \left[ \frac{V_f}{N} \sum_{i=1}^N \sigma_i^{m_f} \right]^{1/m_f}$$

Pour améliorer la qualité de l'estimateur, il est nécessaire de tenir compte du biais de ce dernier [26, 27]. Pour chaque valeur de  $m_f$  et de  $\sigma_{of}$ , l'incertitude absolue  $S_{m_f}$  (équation 9) est déterminée (annexe 5). Les coefficients nécessaires aux calculs sont évalués par la méthode décrite par Jayatilaka [26] (annexe 5).

$$(9) \quad S_{m_f} = m_c C_{v,m_f}$$

$m_c$  : module de Weibull corrigé,

$C_{v,m_f}$  : coefficient de variation associé à la détermination de  $m_f$ .

L'étape finale, dans la détermination d'une distribution statistique, est l'évaluation de la qualité de l'ajustement des données théoriques aux valeurs expérimentales. Le test choisi est celui d'Anderson - Darling [28], fondé sur la mesure de l'aire entre les courbes expérimentales et théoriques. En outre, il est plus adapté aux faibles nombres d'échantillons. Le test statistique est (annexe 6) :

$$(10) \quad A_n^2 = -N - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (2i-1) \ln(P_i) + (2n+1-2i) \ln(1-P_i)$$

Une forme modifiée de la statistique a été établie par Stephens [29] pour une distribution de Weibull dans le cas d'une population finie de  $N$

échantillons (équation (11)).

$$(11) \quad A^* = A_n^2 \left(1 + 0,2 / \sqrt{N}\right)$$

Pour le test d'Anderson-Darling, une règle approximative a été établie [28] seules les valeurs  $A^* \leq 0,5$  sont significatives.

### 3 - ÉQUATIONS DE PROBABILITÉ DE RUPTURE

Les équations de probabilité de rupture ont été établies pour les trois cas de rupture envisagés et pour un champ uniforme de contraintes au sein des fibres et pour un champ non uniforme induit par les variations du diamètre. Ces dernières sont supposées linéaires entre deux points de mesure distants de 5 mm (figure 10). La fibre est alors assimilée à un ensemble de cônes tronqués de longueur  $l$  (5 mm) dont le rayon varie linéairement de  $R_i$  à  $R_{i+1}$ .

#### 3.1 - Population unique de défauts (équation conventionnelle de Weibull)

Tous les défauts étant supposés situés dans le volume de la fibre, la probabilité de rupture  $P$  d'un échantillon de volume  $V_E$  sous une contrainte  $\sigma$  est donnée par l'équation suivante :

$$(12) \quad P = 1 - \exp \left[ -V_E \left( \frac{\sigma}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right]$$

$m_f$  et  $\sigma_{of}$  sont les paramètres statistiques relatifs à la population de défauts.

$V_E$  est le volume effectif,  $V_E = S \int_0^L \left( \frac{\sigma(x)}{\sigma_{Max}} \right) dx$ . Pour un champ de contrainte uniforme  $\sigma(x)/\sigma_{Max}=1$  et  $V_E = V = \pi R_{moy}^2 L$ .  $R_{moy}$  est le rayon de la fibre.

En présence d'un champ de contrainte non uniforme,  $V_E$  est donné par la relation (13). Il représente le volume équivalent de la fibre soumis à la contrainte  $\sigma_{Max}$  de manière uniforme (annexe 7).  $\sigma_{Max}$  est donnée par l'équation (14).

$$(13) \quad V_E = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{R_{\min}^{2m_f} \pi l}{(3-2m_f)(R_{i+1} - R_i)} [R_{i+1}^{3-2m_f} - R_i^{3-2m_f}]$$

$$(14) \quad \sigma_{\text{Max}} = \frac{F}{\pi R_{\min}^2}$$

n représente le nombre de points de mesure effectués le long de la fibre,  $R_{\min}$ , le rayon minimal enregistré.

### 3.2 - Populations de défauts concurrentes (fonction de distribution bimodale)

Les populations multimodales de défauts sont considérées comme concurrentes si elles sont présentes dans tous les échantillons. La rupture peut se produire à partir des défauts situés dans la surface ou dans le volume des échantillons. Ces événements étant indépendants, la probabilité de rupture s'écrit en fonction de  $P_s$ , la probabilité de rupture à partir d'un défaut situé dans la surface et  $P_v$ , la probabilité de rupture à partir d'un défaut situé dans le volume :

$$(15) \quad P = 1 - [1 - P_s][1 - P_v]$$

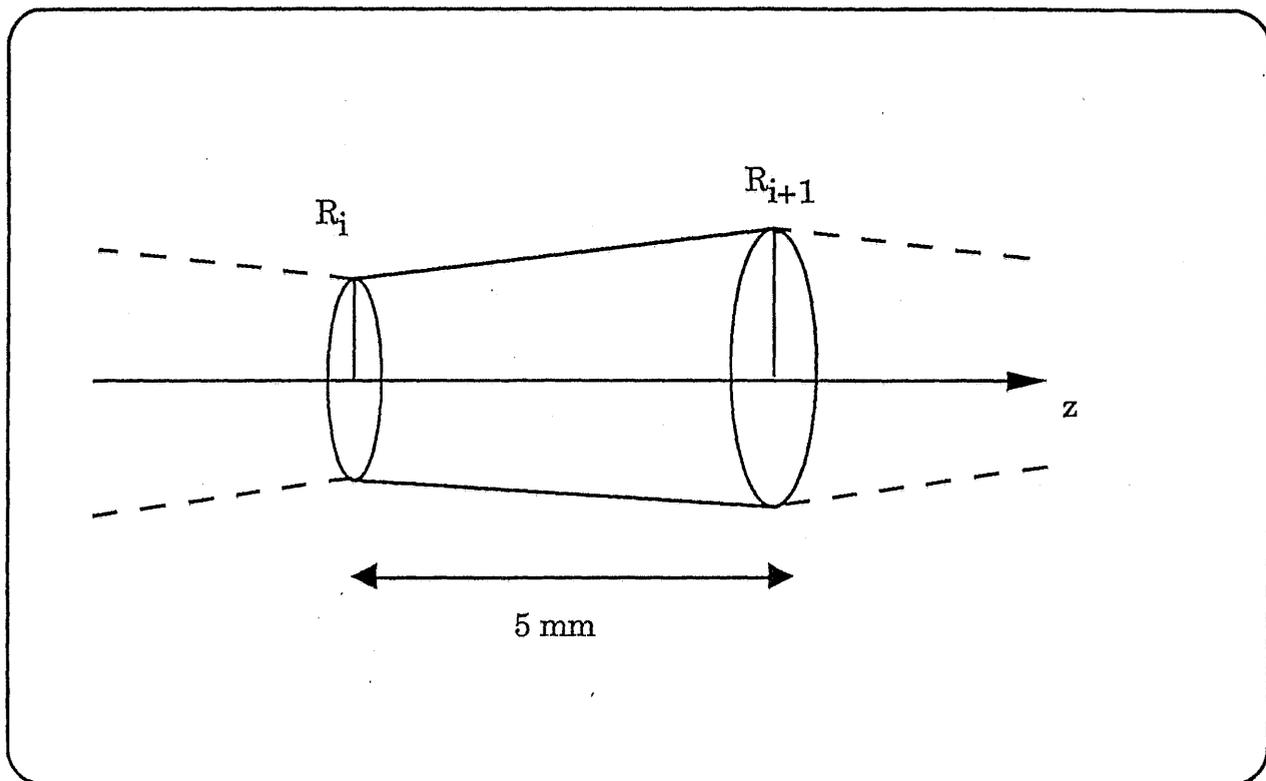
$$(16) \quad P = 1 - \exp\left(-V_E \left(\frac{\sigma}{\sigma_{ofv}}\right)^{m_{fv}} - S_E \left(\frac{\sigma}{\sigma_{ofs}}\right)^{m_{fs}}\right)$$

$m_{fs}$ ,  $\sigma_{ofs}$  : paramètres statistiques relatifs aux ruptures à partir des défauts situés dans la surface des échantillons,

$m_{fv}$ ,  $\sigma_{ofv}$  : paramètres statistiques relatifs aux défauts situés dans le volume.

Pour un champ de contrainte uniforme,  $V_E = V = \pi R_{\text{moy}}^2 L$  et  $S_E = S = 2\pi R_{\text{moy}} L$  (annexe 7). En présence d'un champ de contrainte non uniforme,  $\sigma = \sigma_{\text{Max}}$ , la surface et le volume équivalents sont alors calculés par les relations suivantes :

$$(17) \quad V_E = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{R_{\min}^{2m_{fv}} \pi l}{(3-2m_{fv})(R_{i+1} - R_i)} [R_{i+1}^{3-2m_{fv}} - R_i^{3-2m_{fv}}]$$



**Fig. 10 : Schéma des étranglements le long de la fibre**

$$(18) \quad S_E = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{R_{\min}^{2m_{fs}} 2\pi l}{(2 - 2m_{fs})(R_{i+1} - R_i)} [R_{i+1}^{2-2m_{fs}} - R_i^{2-2m_{fs}}]$$

La limite entre les domaines où la rupture est gouvernée soit par les défauts de surface soit par les défauts de volume est caractérisée par la contrainte de transition  $\sigma^*$ . Ce point correspond à l'égalité des probabilités de rupture  $P_S$  et  $P_V$ .  $\sigma^*$  est donnée grâce à l'équation suivante :

$$(19) \quad \sigma^* = \left[ \frac{S_E(\sigma_{ov})^{m_v}}{V_E(\sigma_{os})^{m_s}} \right]^{1/(m_v - m_s)}$$

### 3.3 - Populations de défauts partiellement concurrentes (fonction de distribution bimodale)

Les populations de défauts sont partiellement concurrentes [30] quand l'une d'elles est présente dans certains échantillons seulement. La population principale est de nature intrinsèque, alors que les défauts présents seulement dans quelques fibres, ont un caractère extrinsèque.

Les défauts intrinsèques sont désignés par la distribution 1 ( $m_{f1}$ ,  $\sigma_{of1}$ ) alors que les défauts extrinsèques sont représentés par la distribution 2 ( $m_{f2}$ ,  $\sigma_{of2}$ ).  $\pi_2$  est la fraction de fibres contenant les défauts extrinsèques.

La probabilité de rupture est décrite en considérant deux états exclusifs, un état caractérisé par une seule population de défaut, les défauts intrinsèques, un second état où la rupture se produit à partir soit de défauts intrinsèques soit de défauts extrinsèques concurrents. En considérant des ruptures initiées dans le volume :

$$(20) \quad P = (1 - \pi_2)P_1 + \pi_2[1 - (1 - P_1)(1 - P_2)]$$

$$(21) \quad P = 1 - (1 - \pi_2) \exp\left(-V_{E1} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{of1}}\right)^{m_{f1}}\right) - \pi_2 \exp\left(-V_{E1} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{of1}}\right)^{m_{f1}} - V_{E2} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{of2}}\right)^{m_{f2}}\right)$$

Si le champ de contraintes est uniforme, alors  $V_{E1} = V_{E2} = V = \pi R_{moy}^2 L$ . Pour un champ non uniforme de contraintes,  $\sigma = \sigma_{Max}$  et les volumes

équivalents sont calculés grâce aux relations suivantes :

$$(22) \quad V_{E1} = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{R_{\min}^{2m_{r1}} \pi l}{(3 - 2m_{r1})(R_{i+1} - R_i)} [R_{i+1}^{3-2m_{r1}} - R_i^{3-2m_{r1}}]$$

$$(23) \quad V_{E2} = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{R_{\min}^{2m_{r2}} \pi l}{(3 - 2m_{r2})(R_{i+1} - R_i)} [R_{i+1}^{3-2m_{r2}} - R_i^{3-2m_{r2}}]$$

## 4 - RÉSULTATS ET DISCUSSION

### 4.1 - Données de rupture

Les valeurs moyennes des données de rupture en traction des fibres de carbure de silicium sont résumées au tableau 2. La contrainte ou la déformation à rupture diminue avec la longueur de jauge. Cet effet de taille est caractéristique de la rupture fragile. Il résulte de la présence de défauts à l'origine de la rupture. En effet, plus la longueur de jauge est importante, plus la probabilité de rencontrer un défaut critique est grande. Quelle que soit la méthode d'évaluation de la contrainte à rupture ( $\sigma_{dMoy}$ ,  $\sigma_{dMEB}$ ,  $\sigma_{MAX}$ ) la dispersion n'est pas modifiée (figures 6, 8 et 9). Toutes les distributions de données à rupture, quelle que soit la donnée de référence considérée (contraintes  $\sigma_{dMoy}$ ,  $\sigma_{dMEB}$ ,  $\sigma_{Max}$ , ou déformations  $\epsilon_r$ ) mettent en évidence la présence de points atypiques pour les longueurs de jauge de 25 mm et 75 mm. Par conséquent, leur présence ne résulte pas d'une mauvaise évaluation du diamètre.

La figure 11 montre que les contraintes évaluées à l'aide du diamètre de la section de rupture ( $\sigma_{dMEB}$ ) sont supérieures aux contraintes déterminées avec le diamètre moyen ( $\sigma_{dMoy}$ ).<sup>1</sup> Le tableau 2 indique en outre que les contraintes  $\sigma_{dMEB}$  sont voisines des contraintes  $\sigma_{Max}$  estimées en fonction des variations du diamètre. La rupture se produit donc préférentiellement dans les régions où le diamètre est le plus petit. Les contraintes à rupture sont donc sous-estimées quand on emploie le diamètre moyen  $d_{Moy}$  pour les calculer.

<sup>1</sup> Les mesures du diamètre à l'endroit de la rupture n'ont pu être réalisées sur l'ensemble des fibres. Toutes les fibres présentant une rupture aux basses contraintes ont été observées au MEB pour la longueur de jauge de 75 mm, contre une seule pour la longueur de jauge de 25 mm.

Longueur de jauge (mm)	$\sigma_{\text{dmoy}}$ (MPa)	$\sigma_{\text{MEB}}$ (MPa)	$\epsilon_r$ (%)	$\sigma_{\text{Max}}$ (MPa)
25	2203 (584)	2692 (663)	1 (0,25)	2678 (754)
50	1914 (388)	2263 (634)	0,9 (0,18)	2108 (454)
75	1773 (466)	2100 (624)	0,84 (0,19)	1947 (500)

**Tableau 2 - Valeurs moyennes des contraintes et des déformations à rupture en traction des fibres de carbure de silicium NLM 202 (l'écart type est donné entre parenthèses)**

La figure 12 montre que plus le diamètre moyen ou le diamètre mesuré au MEB est important plus la contrainte à rupture est faible. La relation entre les extrêmes inférieurs de la distribution et le diamètre des fibres n'apparaît pas nettement. Néanmoins, les mesures réalisées au MEB semblent révéler un plus gros diamètre au niveau de la zone de rupture pour les extrêmes de la distribution. La figure 12 montre en outre que les ruptures aux basses contraintes correspondent aux fibres pour lesquelles l'écart entre  $d_{MEB}$  et  $d_{Moy}$  est le plus grand.

Dans la figure 13, les distributions de contraintes à rupture sont représentées sous la forme réarrangée suivante qui permet de s'affranchir des effets du volume des fibres :

$$(24) \quad \ln(-\ln(1-P)) - \ln V_f = m_f \ln \sigma - m_f \ln \sigma_{of}$$

La figure 13 montre clairement l'ensemble des données de rupture quelle que soit la longueur de jauge. Des défauts de surface sont responsables de la rupture des fibres correspondantes aux points atypiques. Cependant la nature de ces défauts n'a pas pu être identifiée lors des observations au MEB en raison du faible nombre d'échantillons recueillis.

## 4.2 - Paramètres statistiques

### ○ Population unique de défauts

Les paramètres statistiques obtenus présentent une dispersion importante en fonction de la longueur de jauge (tableaux 3 et 4 et figures 14 et 15). Ces figures représentent l'évolution du module de Weibull et du facteur de normalisation pour les trois longueurs de jauge analysées et pour les quatre distributions étudiées. La mesure de la qualité de l'ajustement (équation 11) associée à chaque couple de paramètres statistiques est représentée en abscisse. Les valeurs limites de  $A^*$  sont définies [29] (annexe 6). Si on choisit un risque d'erreur  $\alpha$  de 5 %,  $A^*$  doit être inférieure à 0,757 pour que la statistique de Weibull soit acceptée.  $\alpha$  représente la probabilité de rejeter la loi de Weibull alors qu'elle est exacte. De manière générale, une règle approximative est établie [28], seules les valeurs de  $A^*$  inférieures à 0,5 sont significatives. L'incertitude associée à l'évaluation de  $m_f$  et  $\sigma_{of}$  calculée grâce au calcul du biais des estimateurs est reportée aux figures 15 et 16 (annexe 5).

En moyenne, les modules de Weibull obtenus par le maximum de vraisemblance sont supérieurs à ceux calculés par la méthode de la régression linéaire. En outre, ils sont moins dispersés. Le facteur d'échelle est quant à lui, peu biaisé comparativement au module de Weibull. Par contre, sa dispersion est inchangée par la méthode d'évaluation.

Les courbes théoriques de distributions des données de rupture ont été calculées en utilisant les couples de paramètres statistiques obtenus pour chaque longueur de jauge et l'équation (12). L'ajustement entre les courbes calculées avec les paramètres obtenus par régression linéaire, et les courbes expérimentales est de très mauvaise qualité pour les longueurs de jauge de 25 mm et de 75 mm. Le test d'Anderson Darling modifié nous conduit à rejeter une statistique de Weibull pour les longueurs de jauge de 25 et 75 mm lorsque les paramètres sont estimés par la méthode de régression linéaire quelle que soit la longueur de jauge. Bien que l'ajustement des courbes théoriques avec les points expérimentaux soit de meilleure qualité lorsqu'on utilise les paramètres obtenus par le maximum de vraisemblance, la différence observée pour les différentes longueurs de jauge à 25 mm et 75 mm d'une part et celle de 50 mm d'autre part n'est pas modifiée. Cette dispersion, peut être attribuée à la présence de diverses populations de défauts. En effet, l'ajustement est tout à fait satisfaisant pour la longueur de jauge de 50 mm quelle que soit la méthode d'évaluation et les distributions considérées.

De façon générale, les paramètres obtenus par l'analyse du maximum de vraisemblance sont moins influencés par les extrêmes des distributions que ceux calculés par la méthode de la régression linéaire. Une statistique de Weibull unimodale est acceptée avec un taux de confiance significatif ( $A^* < 0,5$ ) pour la longueur de jauge de 50 mm quelque soit la méthode d'évaluation. L'analyse par le maximum de vraisemblance, conduit à accepter une statistique de Weibull unimodal pour la longueur de jauge de 25 mm contrairement à l'analyse par la régression linéaire.

### ○ Populations de défauts concurrentes

Les données correspondant aux défauts de surface et de volume ne sont pas naturellement séparées. La déconvolution a été effectuée selon la méthode des données censurées de Jonhson [24]. Les paramètres statistiques obtenus sont rassemblés dans les tableaux 5 et 6. Les figures 16 et 17

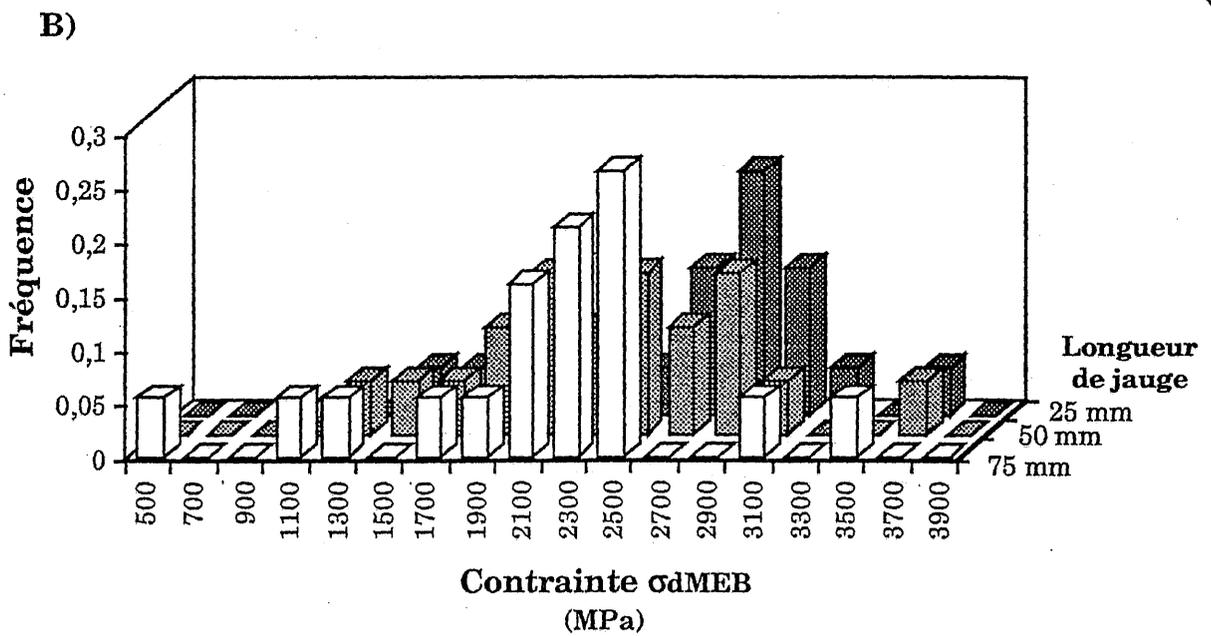
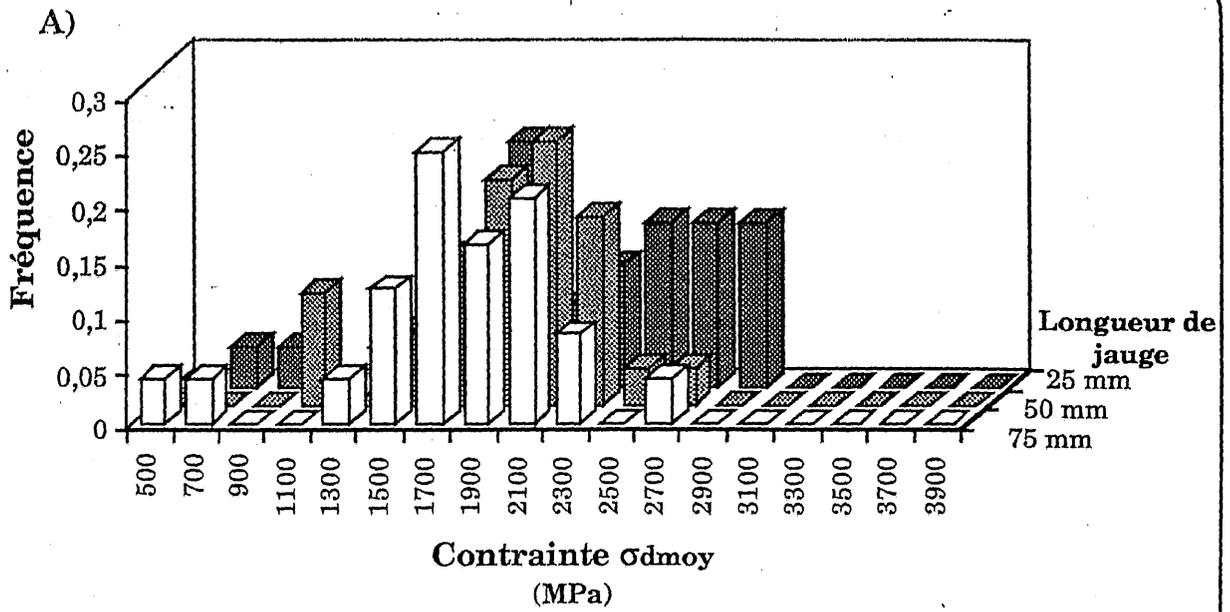
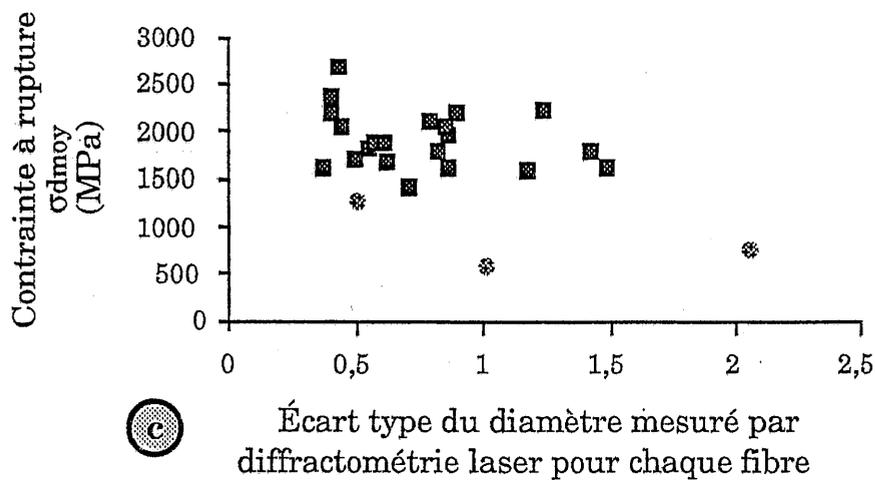
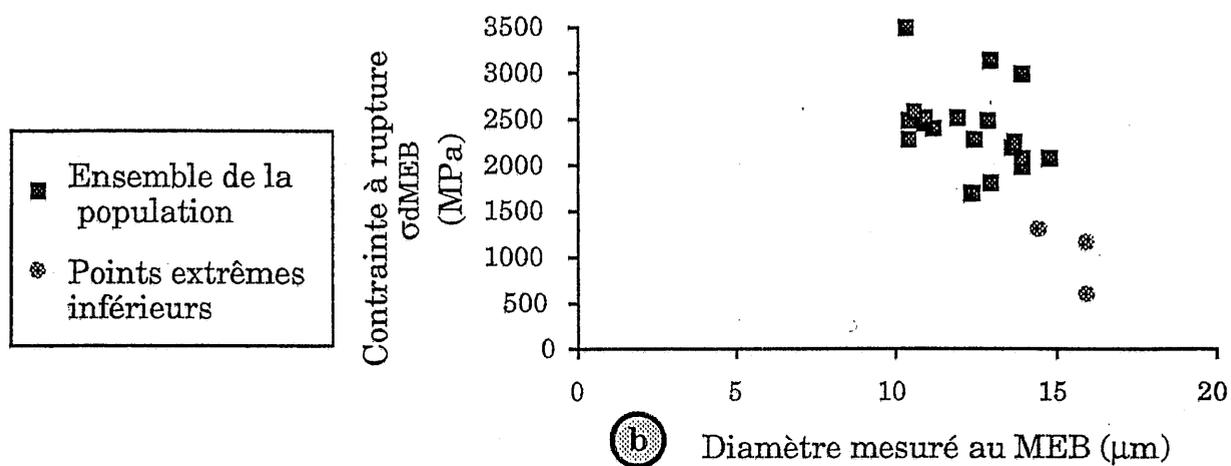
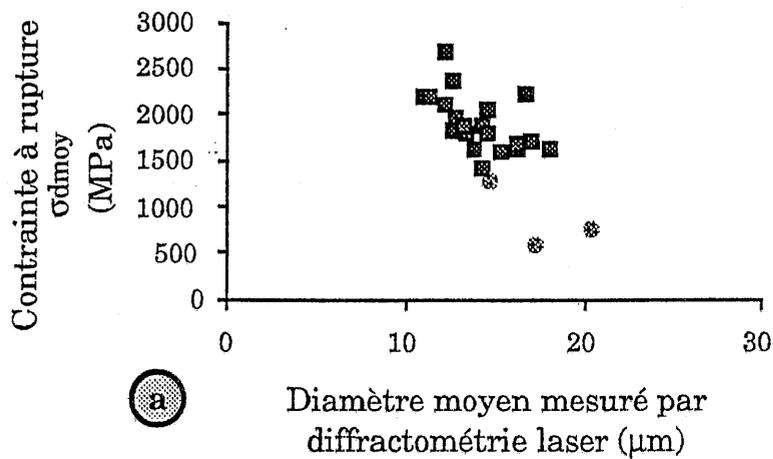
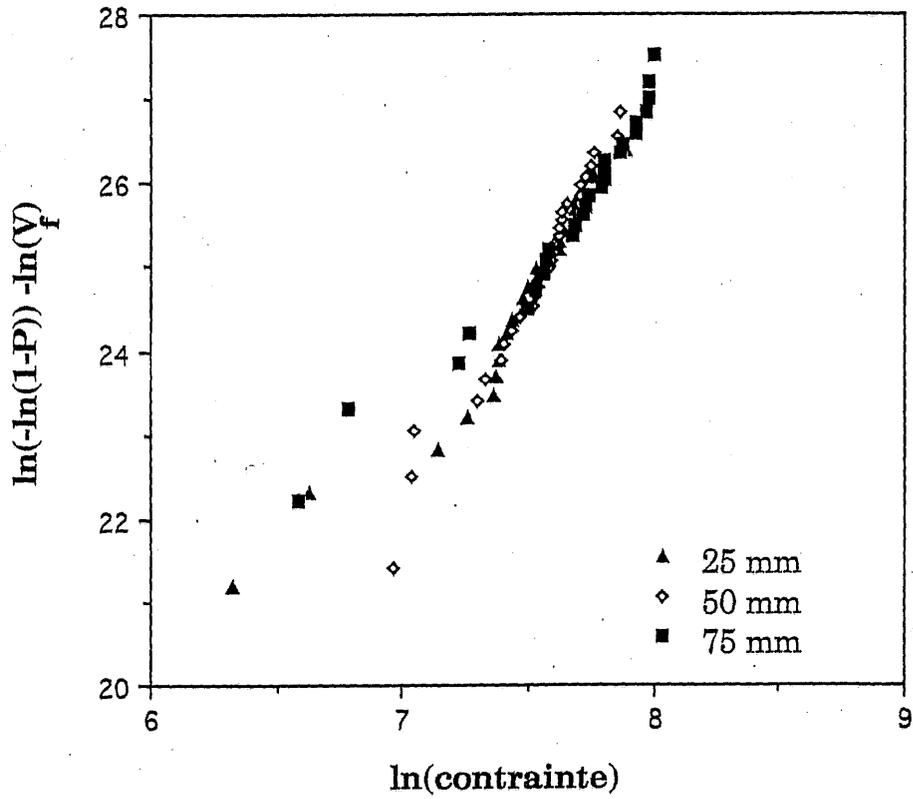


Fig. 11 : Histogrammes des contraintes à rupture des fibres de carbure de silicium - A)  $\sigma_{dmoy}$  - B)  $\sigma_{dMEB}$



**Fig. 12 : Évolution de la contrainte à rupture en fonction : du diamètre mesuré par diffractométrie laser (a), au MEB après rupture (b) de l'écart type du diamètre mesuré par diffractométrie laser(c) (longueur de jauge de 75 mm)**



**Fig. 13 : Distribution des contraintes à rupture des fibres de carbure de silicium NLM 202**

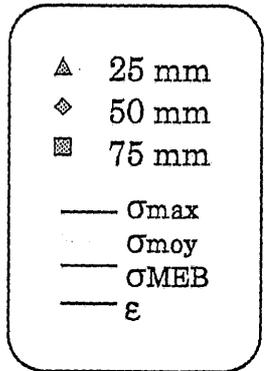
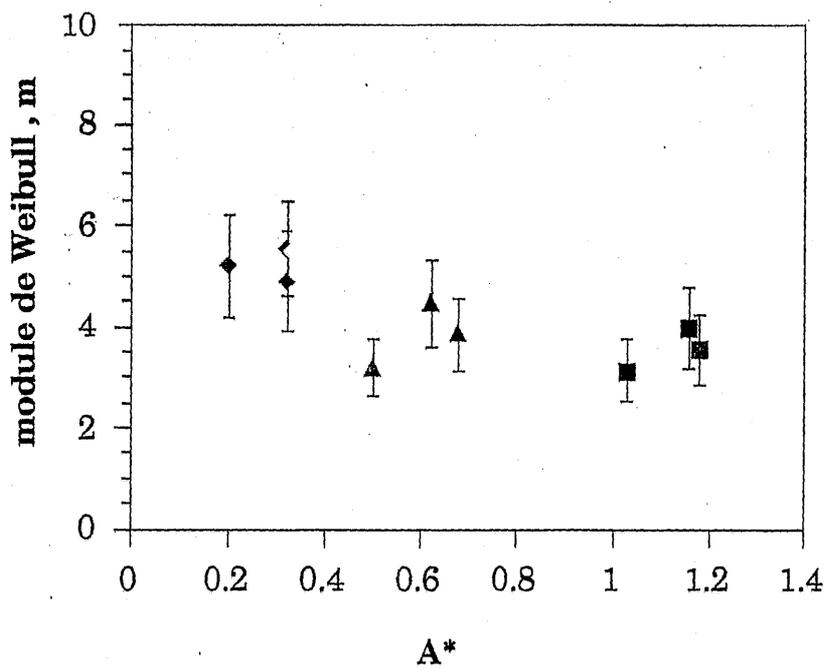
Longueur de jauge (mm)	Distributions	mf	Écart type sur m	$\sigma_0$ (MPam <sup>3/mf</sup> ) $\epsilon_0$ (m <sup>3/mf</sup> )	Écart type sur $\sigma_0$	A*
25 mm	$\sigma_{dmoy}$	3,5	0,68	1,38	0,05	0,76
	$\sigma_{dMEB}$	3,85	0,74	4,07	0,04	0,70
	$\sigma_{MAX}$	3,2	0,64	0,57	0,063	0,5
	$\epsilon_r$	4,44	0,86	3,33e-5	1,34e-6	0,65
50 mm	$\sigma_{dmoy}$	5,46	1	19,55	0,81	0,34
	$\sigma_{dMEB}$	4,91	0,95	14,46	0,58	0,33
	$\sigma_{MAX}$	5,46	1	12,78	0,81	0,2
	$\epsilon_r$	5,55	1	1,02e-4	4e-6	0,33
75 mm	$\sigma_{dmoy}$	3,47	0,68	1,43	0,06	0,97
	$\sigma_{dMEB}$	3,13	0,61	0,9	0,03	1,07
	$\sigma_{MAX}$	3,55	0,69	1,075	0,07	1,18
	$\epsilon_r$	3,98	0,78	1,76e-5	7,4e-7	1,16

Tableau 3 - Paramètres statistiques de Weibull estimés par régression linéaire pour les fibres SiC en considérant une seule population de défauts

Longueur de jauge (mm)	Distributions	mf	Écart type sur m	$\sigma_0$ (MPam <sup>3/mf</sup> ) $\epsilon_0$ (m <sup>3/mf</sup> )	Écart type sur $\sigma_0$	A*
25 mm	$\sigma_{dmoy}$	4,65	0,7	8,54	0,34	0,45
	$\sigma_{dMEB}$	4,96	0,76	14,8	0,62	0,58
	$\sigma_{MAX}$	3,65	0,57	1,58	0,06	0,4
	$\epsilon_r$	5,19	0,79	7,61e-5	3,13e-6	0,31
50 mm	$\sigma_{dmoy}$	5,97	0,87	28,61	1,1	0,29
	$\sigma_{dMEB}$	5,14	0,8	17,77	0,73	0,31
	$\sigma_{MAX}$	5,46	0,8	15,87	0,61	0,19
	$\epsilon_r$	5,81	0,85	1,23e-4	4,7e-4	0,27
75 mm	$\sigma_{dmoy}$	4,62	0,71	8,43	0,35	0,56
	$\sigma_{dMEB}$	4,12	0,66	5,39	0,23	0,67
	$\sigma_{MAX}$	5,11	0,81	10,2	0,408	0,60
	$\epsilon_r$	5,16	0,80	1,02e-4	5,4e-6	0,68

**Tableau 4 - Paramètres statistiques de Weibull estimés par le maximum de vraisemblance pour les fibres SiC en considérant une seule population de défauts**

(A)



(B)

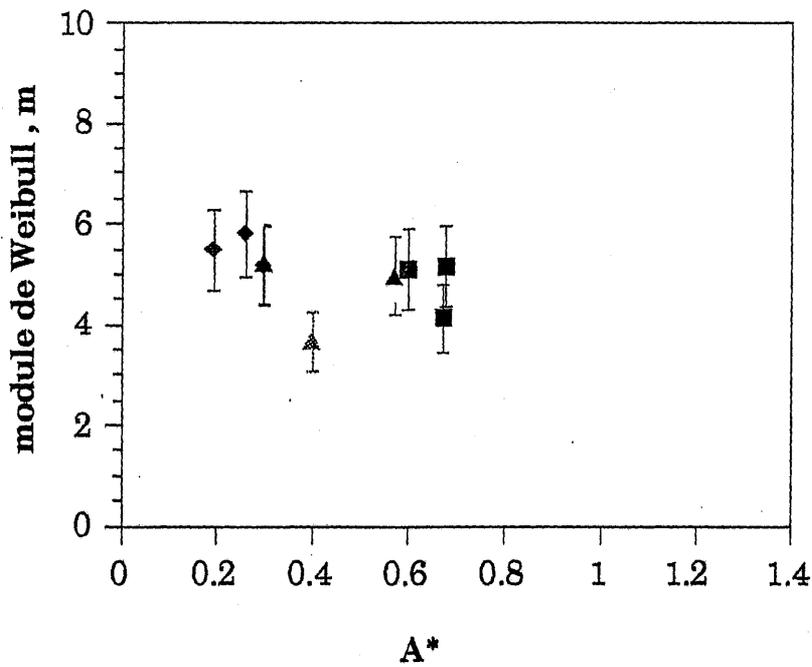
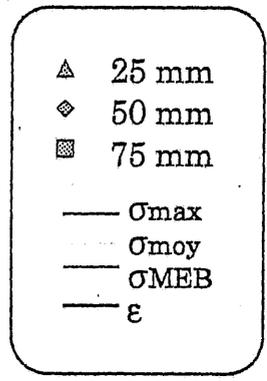
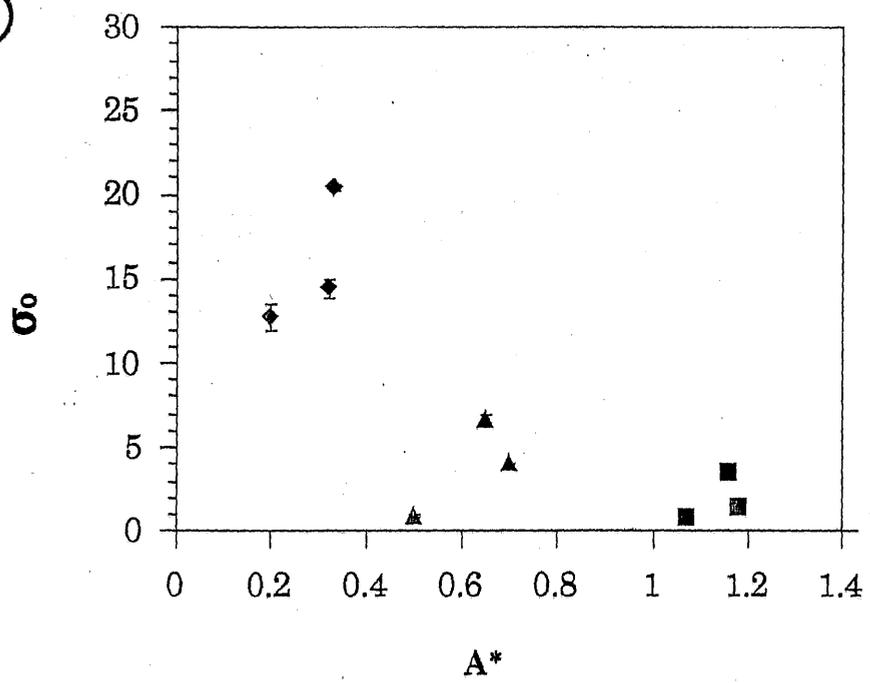


Fig. 14 : Évolution du module de Weibull et de la qualité de l'ajustement pour les diverses distributions analysées en supposant une seule population de défauts répartis dans le volume :  
A) Régression linéaire,  
B) Maximum de vraisemblance.

A

Facteur de normalisation



B

Facteur de normalisation

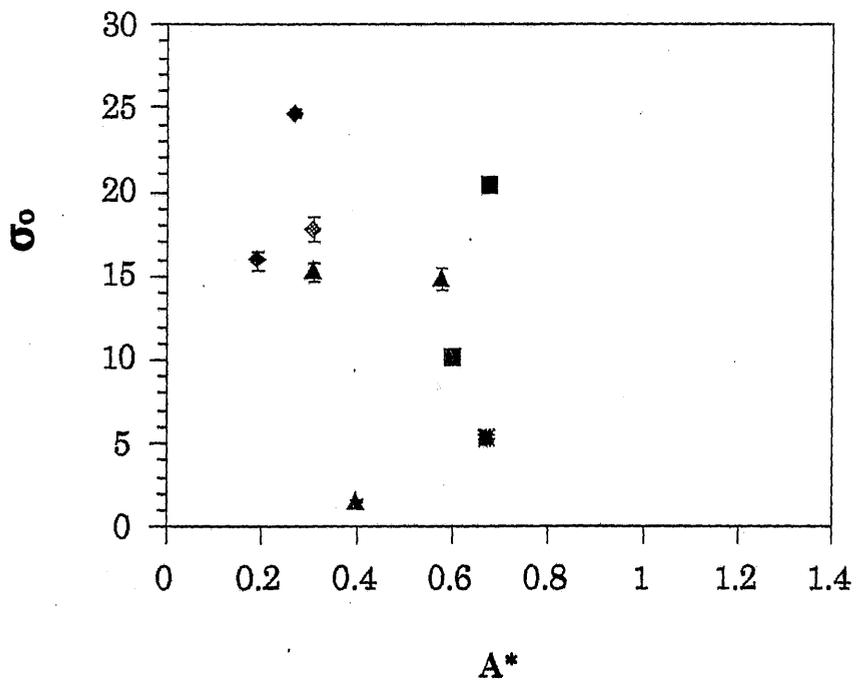


Fig. 15 : Évolution du facteur de normalisation et de la qualité de l'ajustement pour les diverses distributions analysées en supposant une seule population de défauts répartis dans le volume :

- A) Régression linéaire,
- B) Maximum de vraisemblance

représentent respectivement les paramètres de  $m$  et  $\sigma_0$ , estimés par la méthode de régression linéaire en fonction de la valeur du test d'Anderson Darling pour les trois longueurs de jauge et les quatre distributions considérées. Les résultats obtenus par le maximum de vraisemblance sont donnés aux figures 18 et 19. Le module de Weibull associé aux défauts de volume est en moyenne supérieur à celui des défauts de surface. Cependant, en raison du faible nombre de ruptures initiées par des défauts de volume (20-30 %), l'écart type associé aux valeurs de  $m_{fv}$  est très élevé. Elles sont alors peu représentatives.

Les valeurs limites de  $A^*$  (annexe 6) ont été définies pour une population unique de défauts [29]. Dans ce cas, les valeurs de  $A^*$  calculées (équation (11)) en supposant la présence de populations bimodales, ne pourront pas être comparées aux valeurs des tables. Cependant, une comparaison des valeurs  $A^*$  entre elles, permet d'examiner les divers ajustements. En effet, plus la valeur de  $A^*$  est faible, plus l'ajustement est de bonne qualité.

De manière générale, les valeurs de  $A^*$  sont plus faibles que celles obtenues en considérant une seule population de défaut surtout pour l'analyse par régression linéaire. Cependant cette dernière est satisfaisante uniquement pour la longueur de jauge de 50 mm (figure 20). Par contre, l'analyse par le maximum de vraisemblance est quasiment satisfaisante quelle que soit la longueur de jauge (figure 22). Les figures 20 et 21 représentent les distributions expérimentales et les distributions théoriques calculées à l'aide de l'équation (16). Ces graphes permettent de vérifier que plus la valeur de  $A^*$  est faible, plus l'accord entre les distributions théoriques et expérimentales est satisfaisant.

**La contrainte de transition  $\sigma^*$**  représente la limite entre le domaine où la rupture est gouvernée par les défauts de nature volumique et celui où la rupture est dictée par les défauts situés dans la surface de l'échantillon. Ce point de transition peut être déterminé de façon expérimentale (figure 22) par l'intersection des distributions de défauts de surface et de défauts de volume obtenues après séparation.

La figure 23 compare les contraintes de transition théoriques (données par l'équation 19) et expérimentales en fonction des longueurs de jauge. Les points de transition expérimentaux et théoriques sont en excellent accord.

Les valeurs relativement élevées signifient une dominance des défauts de surface, ainsi que l'ont montré les observations au MEB des faciès de rupture. Les graphes mettent en évidence une diminution de la contrainte de transition lorsque la longueur de jauge augmente, ce qui peut s'expliquer par l'augmentation du volume par rapport à la surface ( $L=V/S$ ).

### ○ Populations partiellement concurrentes

Les résultats sont résumés par les tableaux 7 et 8 et les figures 24 et 25. La règle définie précédemment reste valable, plus les valeurs de  $A^*$  sont faibles plus l'accord entre les courbes théoriques et expérimentales est correct. De manière générale, la qualité de l'ajustement est meilleure que précédemment. Les paramètres obtenus par régression linéaire sont moins dispersés. Ils sont alors peu affectés par la longueur de jauge. De plus, les paramètres statistiques caractérisant les défauts intrinsèques responsables de la rupture aux longueurs de jauge de 25 et 75 mm, sont comparables à ceux obtenus pour les fibres de longueur de jauge de 50 mm ne présentant que la population de nature intrinsèque. Le module de Weibull de celle-ci est voisin de 5-6. Par contre, les résultats obtenus par le maximum de vraisemblance sont un peu plus dispersés mais l'ajustement est de meilleure qualité. Les résultats de cette analyse confortent l'hypothèse que ces points atypiques constituent une population distincte.

Les résultats précédents concernent l'influence des méthodes et des populations de défauts sur les paramètres statistiques. Il est aussi important d'analyser l'effet du champ de contrainte non uniforme.

Les analyses effectuées, en considérant un champ de contrainte non uniforme, conduisent en moyenne à un meilleur ajustement entre les points expérimentaux et théoriques. En effet, les valeurs  $A^*$  du test d'Anderson-Darling sont plus faibles. Cependant, les paramètres statistiques évalués à l'aide de cette distribution sont peu différents de ceux obtenus pour les distributions  $\sigma_{dmoy}$  et  $\sigma_{dMEB}$ . L'approximation d'un champ de contrainte dans les fibres par un champ uniforme malgré les variations du diamètre est satisfaisante pour déterminer les paramètres statistiques.

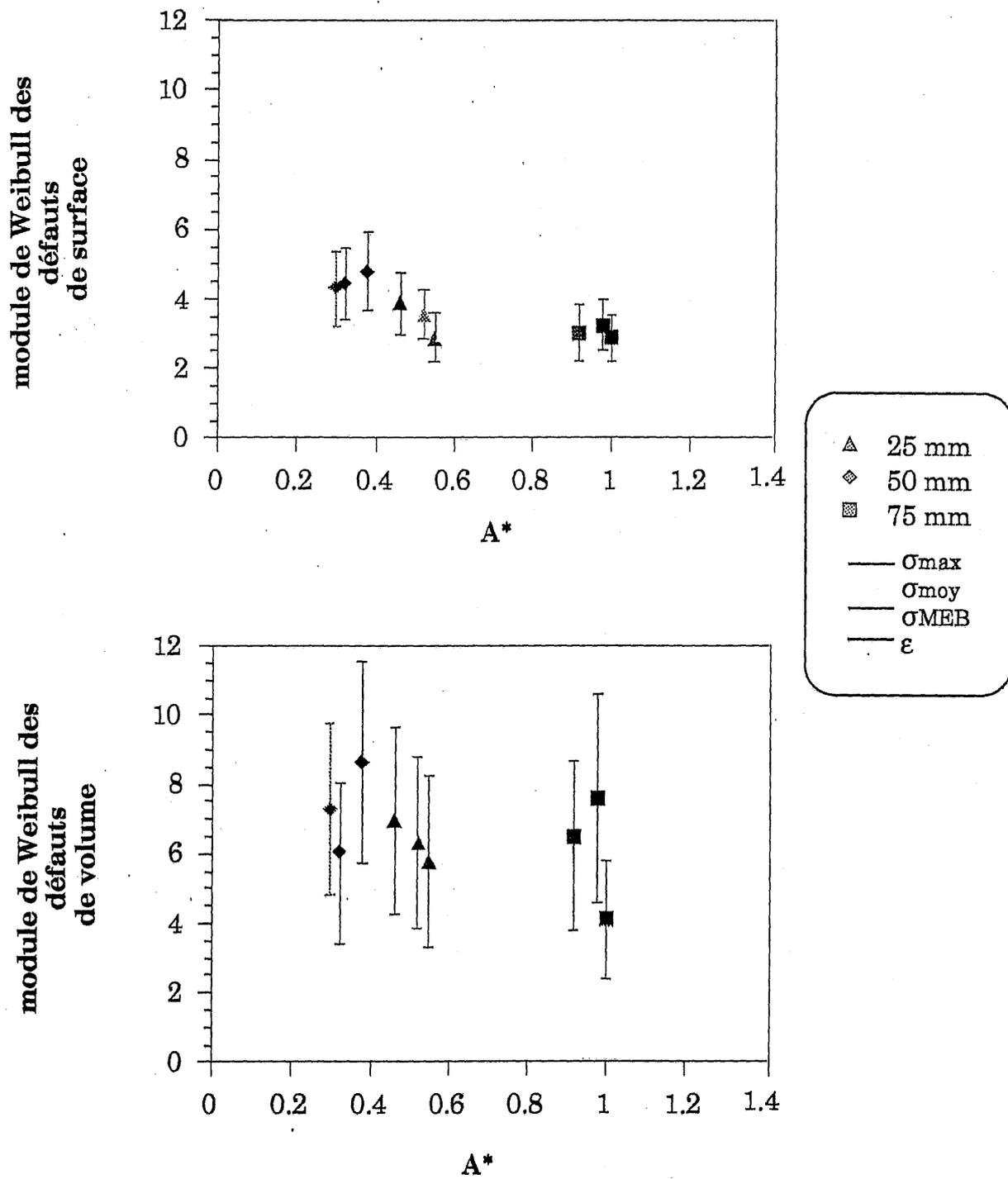
L'analyse en déformations permettant de s'affranchir du problème lié à la détermination du diamètre conduit à de bons résultats. Cette distribution ne présentant aucune difficulté d'obtention peut être conseillée pour

	L=25 mm					L=50 mm					L=75 mm				
	$m_s$	$\sigma_{os}$	$m_V$	$\sigma_{oV}$	$A^*$	$m_s$	$\sigma_{os}$	$m_V$	$\sigma_{oV}$	$A^*$	$m_s;$	$\sigma_{os}$	$m_V$	$\sigma_{oV}$	$A^*$
$\sigma_{dmoy}$	<b>2,96</b> (0,69)*	<b>28</b> (1,42)	<b>6,85</b> (2,66)	<b>65</b> (5,27)	<b>0,57</b>	<b>4,48</b> (1)*	<b>127</b> (6,46)	<b>8,63</b> (3)	<b>123</b> (10)	<b>0,36</b>	<b>2,98</b> (0,69)*	<b>32</b> (1,63)	<b>6,14</b> (2,5)	<b>40</b> (3,5)	<b>0,72</b>
$\sigma_{dMEB}$	<b>3,5</b> (0,23)	<b>77</b> (3,9)	<b>6,3</b> (2,45)	<b>54</b> (4,38)	<b>0,52</b>	<b>4,45</b> (1)	<b>151</b> (7,69)	<b>6,03</b> (2)	<b>47</b> (3,81)	<b>0,32</b>	<b>2,88</b> (0,67)	<b>33</b> (1,68)	<b>4,08</b> (1,7)	<b>6,77</b> (0,6)	<b>1</b>
$\sigma_{MAX}$	<b>2,87</b> (0,66)	<b>18,43</b> (1,5)	<b>5,45</b> (2,31)	<b>25,68</b> (2,03)	<b>0,55</b>	<b>4,32</b> (1)	<b>80</b> (4)	<b>7,42</b> (2,87)	<b>64,65</b> (5,5)	<b>0,3</b>	<b>3,03</b> (0,72)	<b>20,35</b> (2,86)	<b>6,47</b> (2,48)	<b>39,03</b> (2,34)	<b>0,92</b>
$\epsilon_r$	<b>3,84</b> (0,89)	<b>3,8e-4</b> (2e-5)	<b>6,94</b> (2,7)	<b>3,3e-4</b> (2,6e-5)	<b>0,46</b>	<b>4,8</b> (1,12)	<b>2e-4</b> (1e-5)	<b>8,6</b> (2,9)	<b>6,2e-4</b> (5e-5)	<b>0,38</b>	<b>3,26</b> (0,76)	<b>2e-4</b> (1e-5)	<b>7,6</b> (3)	<b>4e-4</b> (3,6e-5)	<b>0,98</b>

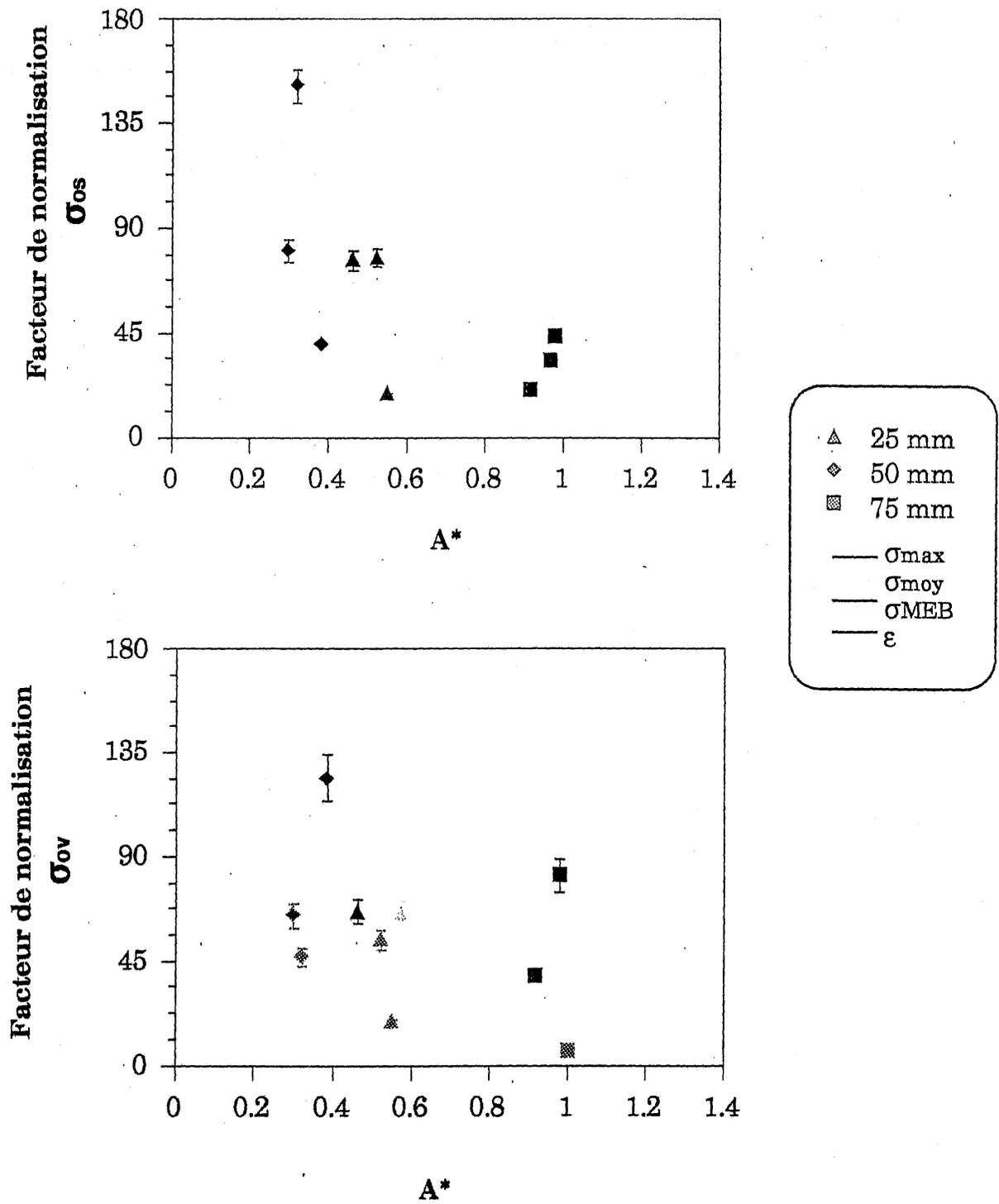
**Tableau 5 - Paramètres statistiques de Weibull estimés par régression linéaire pour les fibres SiC en considérant des populations de défauts concurrentes**  
 (\* Écart type)

	L=25 mm					L=50 mm					L=75 mm				
	$m_s$	$\sigma_{os}$	$m_V$	$\sigma_{oV}$	$A^*$	$m_s$	$\sigma_{os}$	$m_V$	$\sigma_{oV}$	$A^*$	$m_s;$	$\sigma_{os}$	$m_V$	$\sigma_{oV}$	$A^*$
$\sigma_{dmoy}$	<b>3,5</b> (0,66)*	<b>71,64</b> (3,7)	<b>6,72</b> (2)	<b>50,3</b> (4,13)	<b>0,51</b>	<b>4,75</b> (0,9)	<b>162</b> (8,14)	<b>7,86</b> (2,2)	<b>86</b> (6,3)	<b>0,31</b>	<b>4,45</b> (0,84)	<b>135</b> (6,79)	<b>5,5</b> (1,8)	<b>22,6</b> (1,99)	<b>0,42</b>
$\sigma_{dMEB}$	<b>4,3</b> (0,81)	<b>128</b> (6,4)	<b>8</b> (2,5)	<b>143</b> (11,8)	<b>0,46</b>	<b>4,3</b> (0,81)	<b>152</b> (7,64)	<b>5,1</b> (1,43)	<b>19</b> (1,4)	<b>0,31</b>	<b>4,2</b> (0,8)	<b>157</b> (7,8)	<b>5,47</b> (1,78)	<b>27</b> (2,38)	<b>0,60</b>
$\sigma_{Max}$	<b>3,465</b> (0,57)	<b>34,77</b> (1,81)	<b>4,85</b> (1,46)	<b>48</b> (3,92)	<b>0,54</b>	<b>4,67</b> (0,79)	<b>88,49</b> (4)	<b>7,09</b> (2,14)	<b>48,75</b> (3,43)	<b>0,24</b>	<b>5,34</b> (1)	<b>118,2</b> (0,62)	<b>6,25</b> (1,89)	<b>29,58</b> (2,41)	<b>0,56</b>
$\epsilon_r$	<b>4,68</b> (0,88)	<b>6,2e-4</b> (3e-5)	<b>7</b> (2,1)	<b>2,8e-4</b> (2,3e-5)	<b>0,40</b>	<b>5,28</b> (1)	<b>9,6e-4</b> (4,8e-5)	<b>7,45</b> (2)	<b>3,6e-4</b> (2,6e-5)	<b>0,29</b>	<b>5,13</b> (0,97)	<b>9e-4</b> (4,52)	<b>7,35</b> (2,4)	<b>3e-4</b> (2,64e-5)	<b>0,62</b>

**Tableau 6 - Paramètres statistiques de Weibull estimés par le maximum de vraisemblance pour les fibres SiC en considérant des populations de défauts concurrentes**  
 (\* Écart type)



**Fig. 16 : Évolution des modules de Weibull estimés par régression linéaire - Population de défauts concurrentes**



**Fig. 17 : Évolution du facteur de normalisation  $\sigma_0$  estimé par régression linéaire - Populations de défauts concurrents**

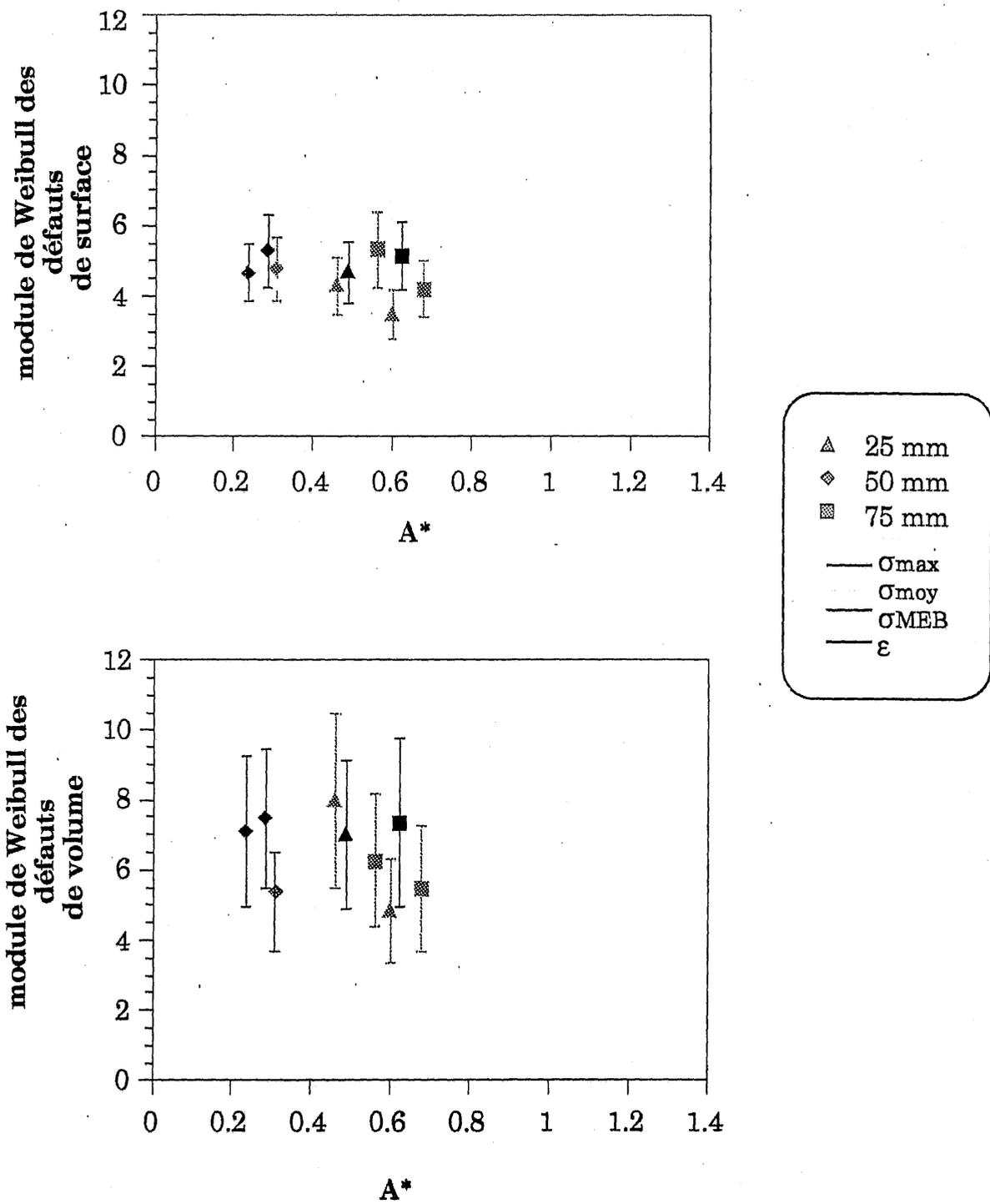
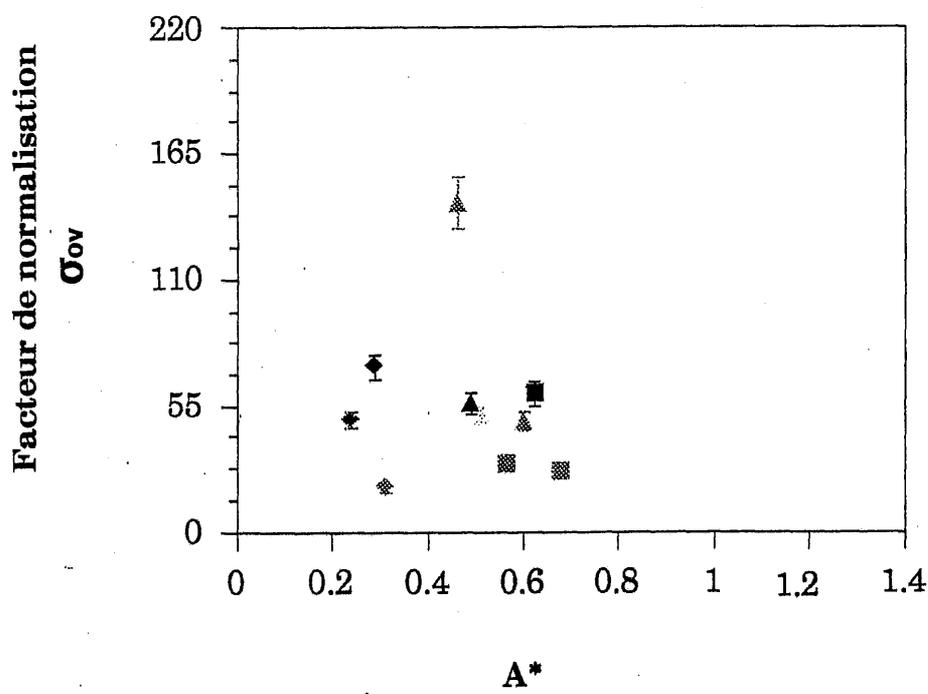
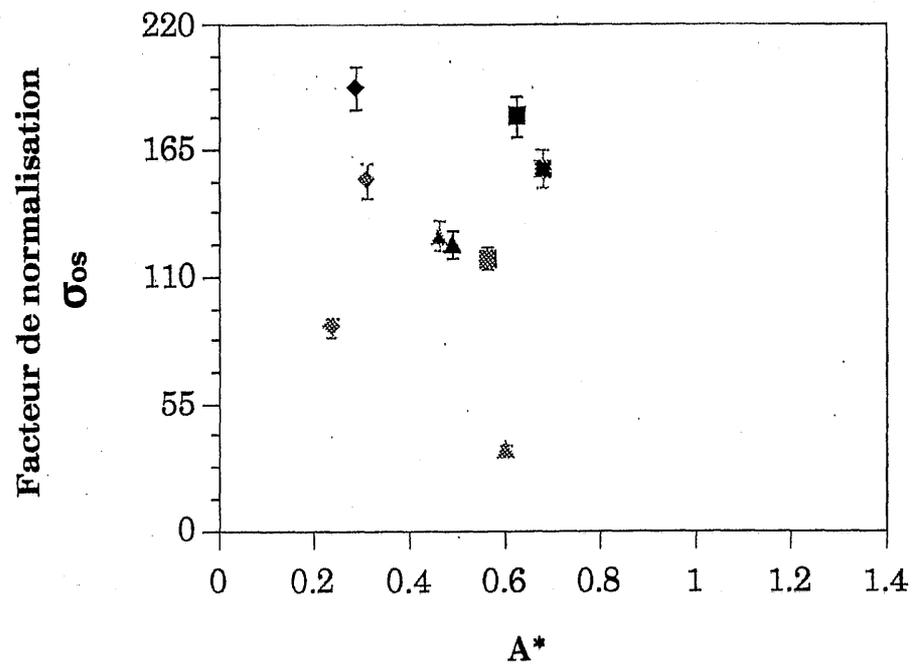


Fig. 18 : Évolution des modules de Weibull estimés par le maximum de vraisemblance - Population de défauts concurrents



- $\triangle$  25 mm
- $\diamond$  50 mm
- $\square$  75 mm
- $\sigma_{max}$
- $\sigma_{moy}$
- $\sigma_{MEB}$
- $\epsilon$

Fig. 19 : Évolution du facteur de normalisation  $\sigma_0$  estimé par le maximum de vraisemblance - Populations de défauts concurrents

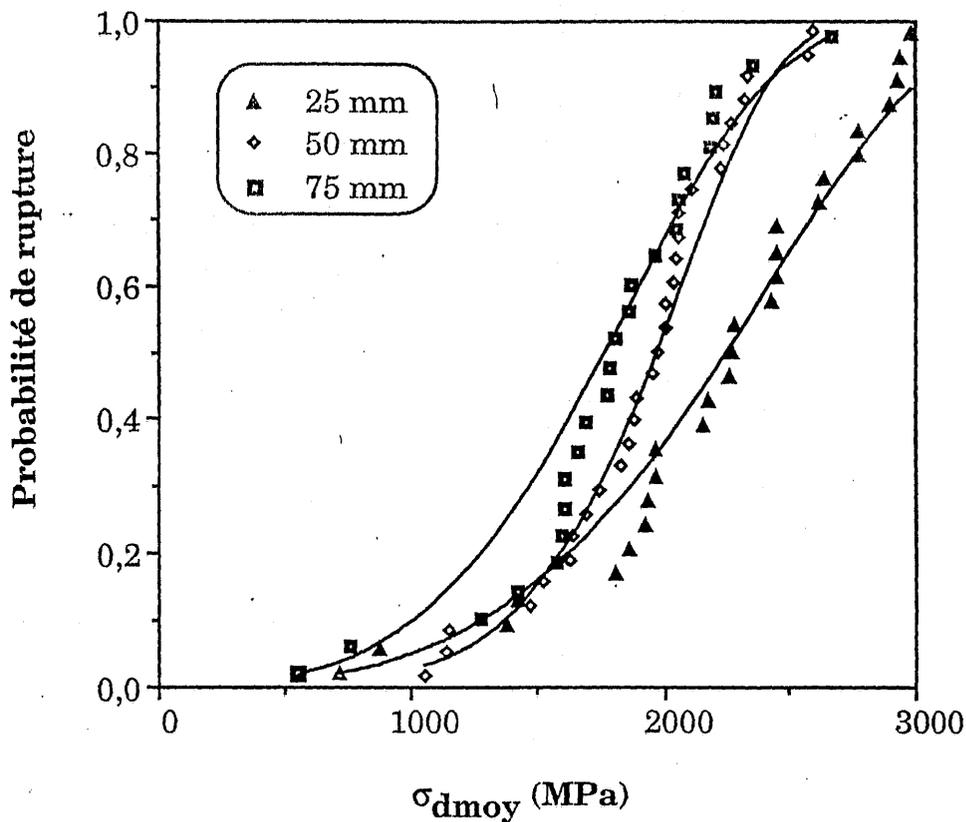


Fig. 20 : Comparaison entre les distributions calculées selon l'équation 16 avec les paramètres déterminés par la méthode de regression linéaire et les données expérimentales dans le cas de populations concurrentes de surface et de volume et d'un champ uniforme de contrainte.

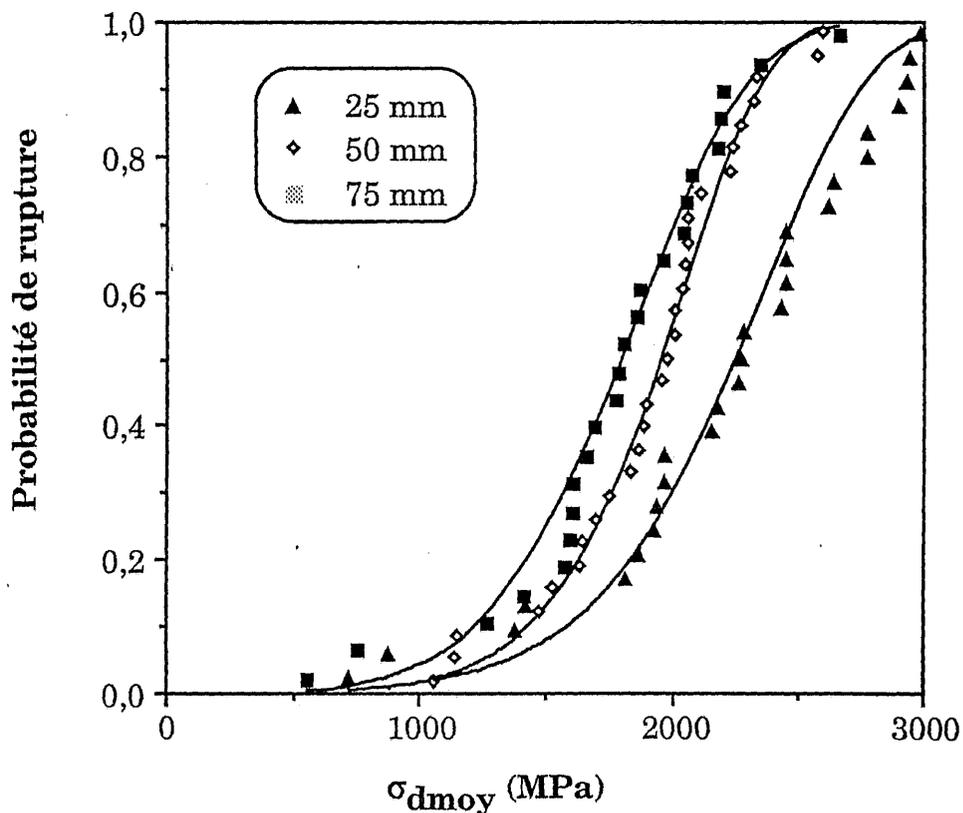


Fig. 21 : Comparaison entre les distributions calculées selon l'équation 16 (Paramètres obtenus par le maximum de vraisemblance) et les données expérimentales dans le cas de populations concurrentes de surface et de volume et d'un champ uniforme de contrainte.

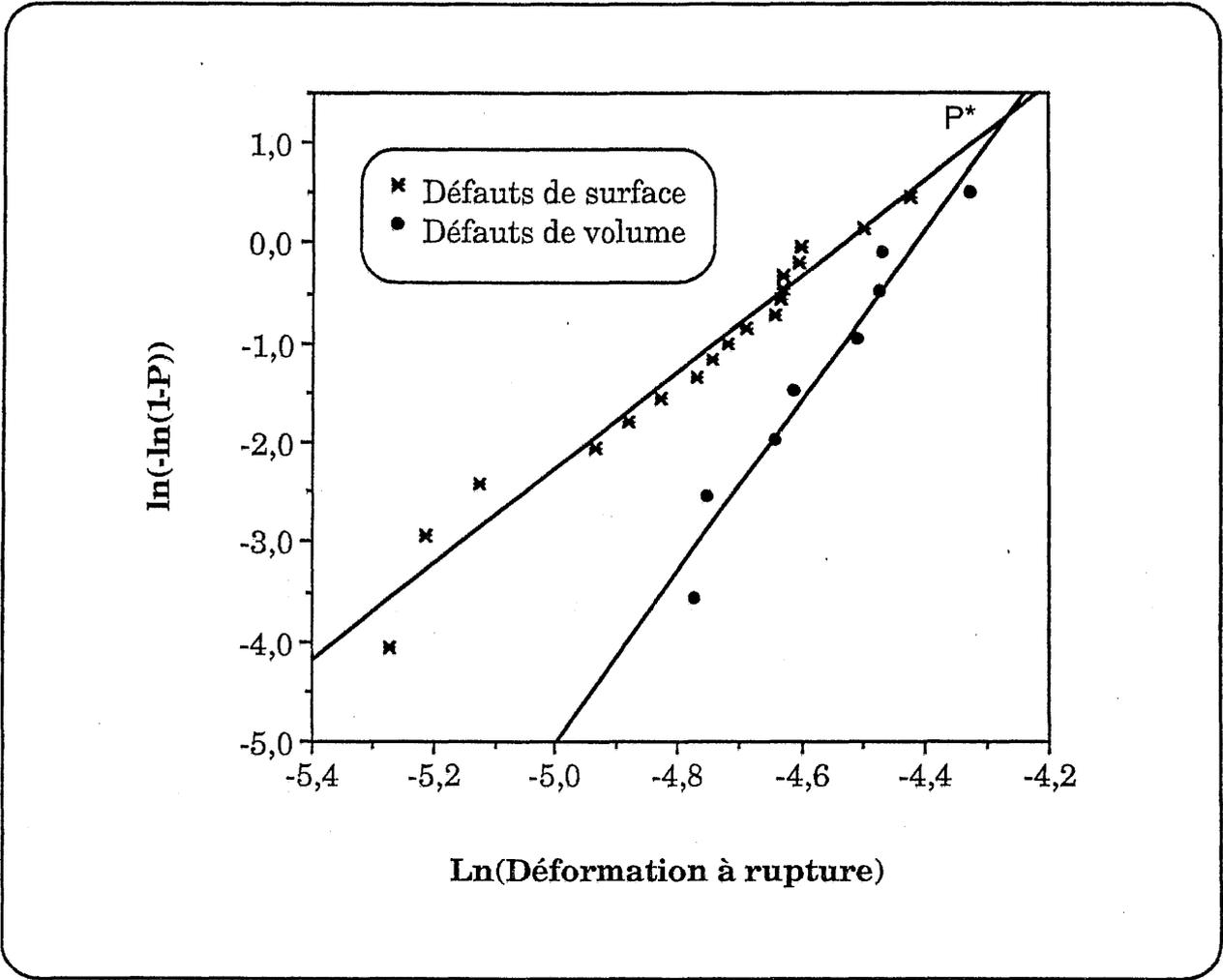
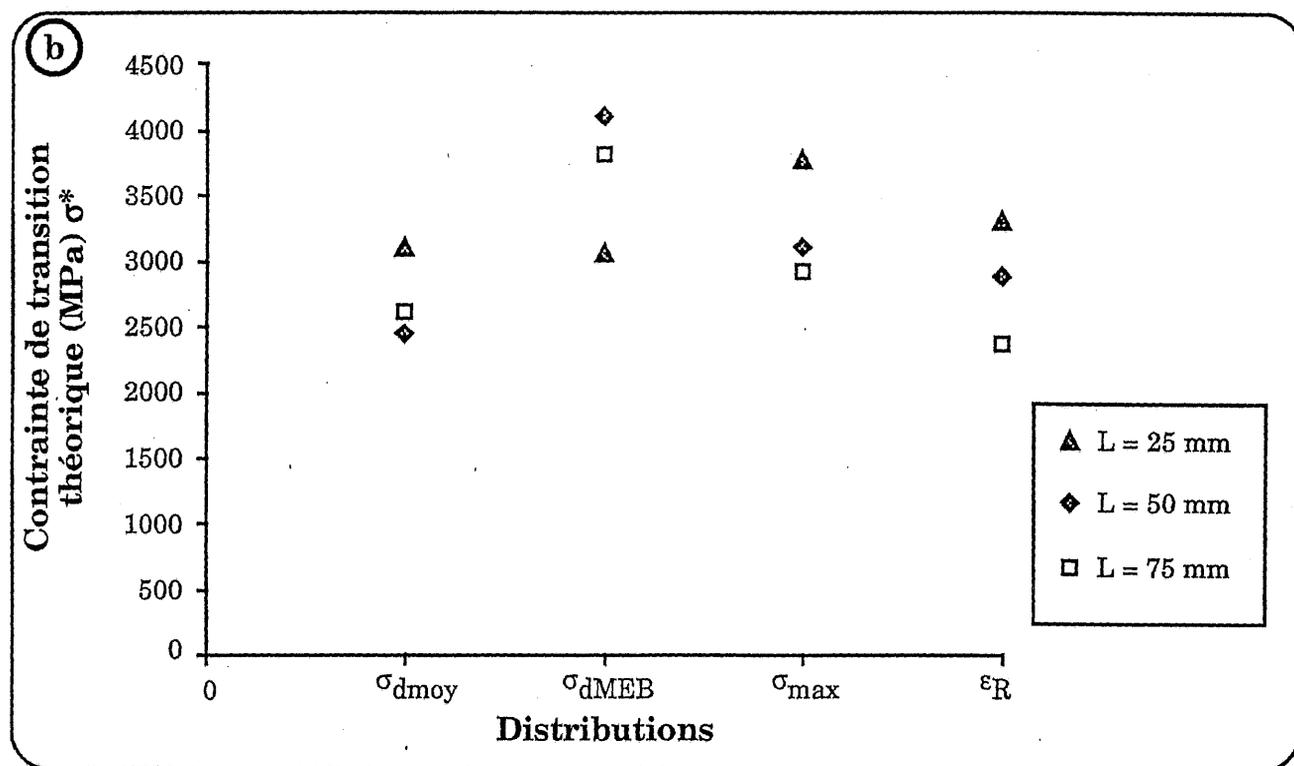
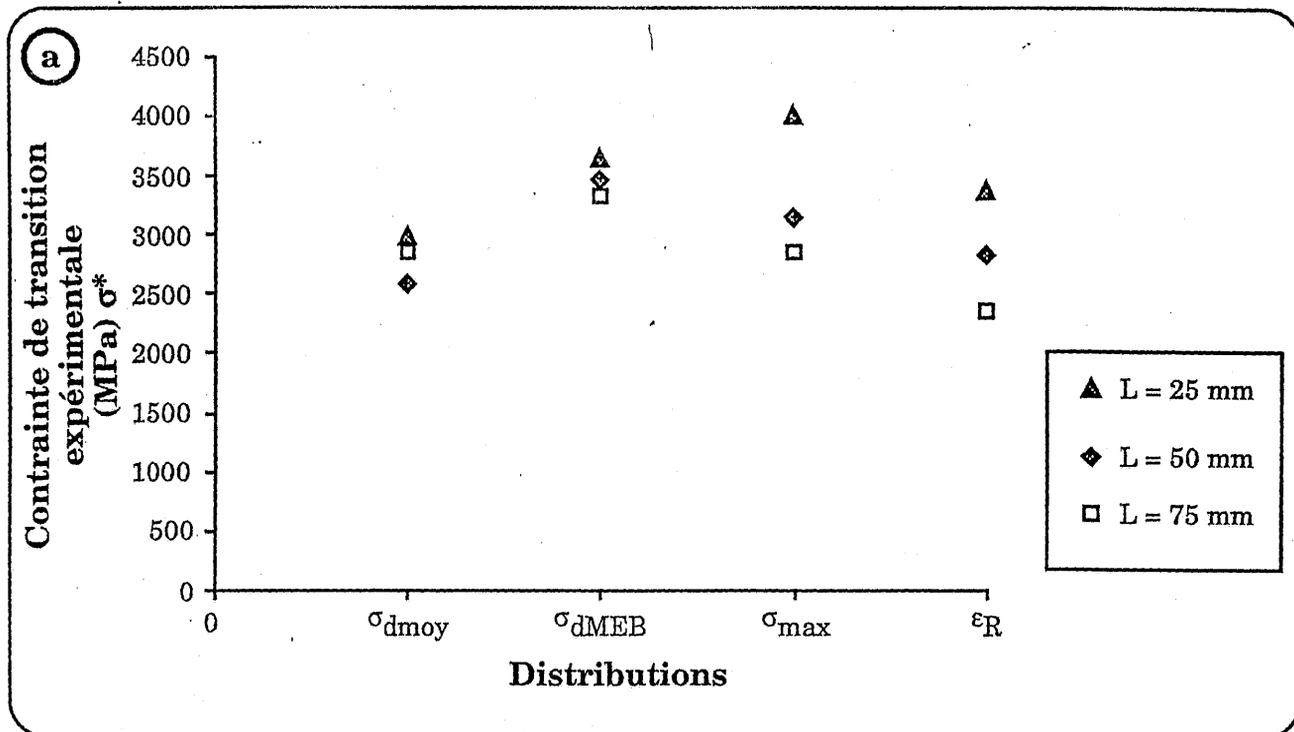


Fig. 22 : Détermination du point de transition



**Fig. 23 : Évolution de la contrainte de transition avec la longueur de jauge et la distribution considérée :**

- a) contrainte expérimentale  
b) contrainte théorique

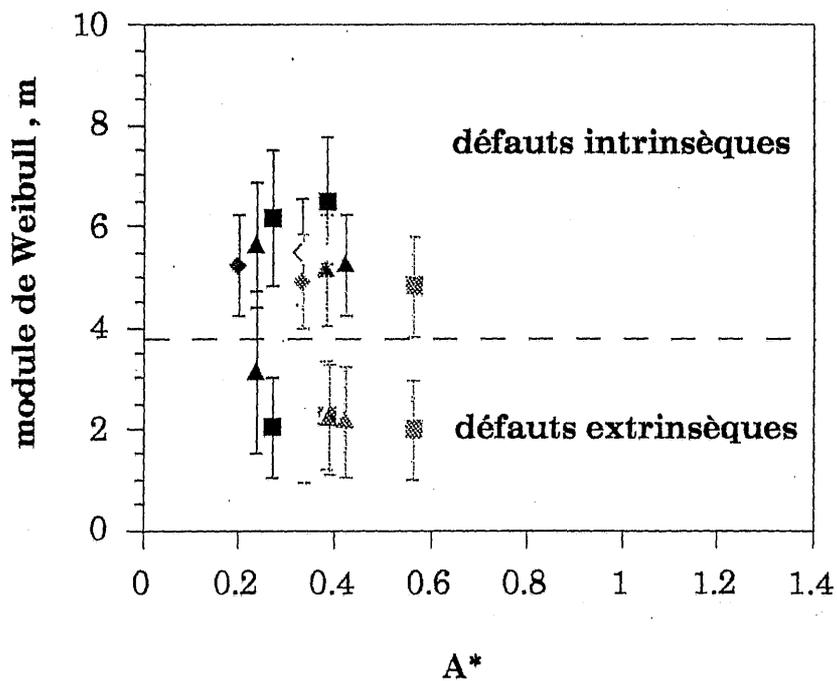
	L=25 mm					L=50 mm					L=75 mm				
	m1	$\sigma_{01}$	m2	$\sigma_{02}$	A*	m1	$\sigma_{01}$	m2	$\sigma_{02}$	A*	m1	$\sigma_{01}$	m2	$\sigma_{02}$	A*
$\sigma_{dmoy}$	<b>5,13</b> (1,11)*	<b>14,7</b> (0,66)	<b>2,29</b> (1,16)	<b>0,04</b> (4,2e-3)	<b>0,38</b>	<b>5,46</b> (1)	<b>19,5</b> (0,81)			<b>0,34</b>	<b>5,45</b> (1,2)	<b>19,5</b> (0,93)	<b>1,92</b> (0,97)	<b>7e-3</b> (7,4e-4)	<b>0,34</b>
$\sigma_{dMEB}$	<b>5,24</b> (1)	<b>19,5</b> (0,93)	<b>2,14</b> (1,1)	<b>0,027</b> (2,8e-3)	<b>0,42</b>	<b>4,91</b> (0,95)	<b>14,49</b> (0,58)			<b>0,33</b>	<b>4,81</b> (1)	<b>13,31</b> (0,63)	<b>1,99</b> (1)	<b>0,013</b> (1,3e-3)	<b>0,56</b>
$\sigma_{MAX}$	<b>5,48</b> (1,17)	<b>20</b> (0,69)	<b>2,2</b> (1,1)	<b>0,017</b> (2,3e-3)	<b>0,39</b>	<b>5,22</b> (0,98)	<b>12,78</b> (0,8)			<b>0,20</b>	<b>5,69</b> (1,25)	<b>31,10</b> (0,9)	<b>2,26</b> (1,07)	<b>0,026</b> (1,7e-3)	<b>0,38</b>
$\epsilon_r$	<b>5,64</b> (1,21)	<b>1,1e-4</b> (5e-6)	<b>3,12</b> (1,59)	<b>3,4e-6</b> (3,6e-7)	<b>0,24</b>	<b>5,5</b> (1,03)	<b>1e-4</b> (4e-6)			<b>0,33</b>	<b>6,16</b> (1,34)	<b>1e-4</b> (4,8e-6)	<b>2,04</b> (1)	<b>8e-8</b> (8e-9)	<b>0,27</b>

**Tableau 7 - Paramètres statistiques de Weibull estimés par régression linéaire pour les fibres SiC en considérant des populations de défauts partiellement concurrentes  
(\* Écart type)**

	L=25 mm					L=50 mm					L=75 mm				
	m1	$\sigma_{o1}$	m2	$\sigma_{o2}$	A*	m1	$\sigma_{o1}$	m2	$\sigma_{o2}$	A*	m1	$\sigma_{o1}$	m2	$\sigma_{o2}$	A*
$\sigma_{dmoy}$	<b>6,63</b> (1,09)	<b>48,2</b> (2,16)	<b>3,85</b> (1,42)	<b>1,2</b> (0,13)	<b>0,31</b>	<b>5,97</b> (0,87)	<b>28,6</b> (1,1)			<b>0,28</b>	<b>6,37</b> (1)	<b>40</b> (1,84)	<b>3,15</b> (1,16)	<b>0,32</b> (0,034)	<b>0,38</b>
$\sigma_{dMEB}$	<b>6,31</b> (1)	<b>47,6</b> (2,19)	<b>4,75</b> (1,7)	<b>6,54</b> (0,7)	<b>0,44</b>	<b>5,14</b> (0,8)	<b>17,73</b> (0,73)			<b>0,30</b>	<b>5,88</b> (1)	<b>35</b> (1,62)	<b>3,65</b> (1,34)	<b>0,98</b> (0,1)	<b>0,59</b>
$\sigma_{Max}$	<b>4,95</b> (0,84)	<b>12,59</b> (0,52)	<b>3,45</b> (1,27)	<b>0,38</b> (3,2e-2)	<b>0,34</b>	<b>5,46</b> (0,8)	<b>15,87</b> (0,61)			<b>0,24</b>	<b>8</b> (1,45)	<b>76,15</b> (3,7)	<b>3,6</b> (1,33)	<b>0,68</b> (0,01)	<b>0,4</b>
$\epsilon_r$	<b>6,98</b> (1,15)	<b>3e-4</b> (1,4e-6)	<b>4,47</b> (1,65)	<b>3e-6</b> (3,2e-7)	<b>0,34</b>	<b>5,81</b> (0,85)	<b>1,2e-4</b> (4,7e-6)			<b>0,26</b>	<b>7,85</b> (1,342)	<b>3,9e-4</b> (1,8e-5)	<b>3,21</b> (1,18)	<b>2,6e-6</b> (2,6e-7)	<b>0,21</b>

**Tableau 8 - Paramètres statistiques de Weibull estimés par le maximum de vraisemblance pour les fibres SiC en considérant des populations de défauts partiellement concurrentes**  
 (\* Écart type)

A



B

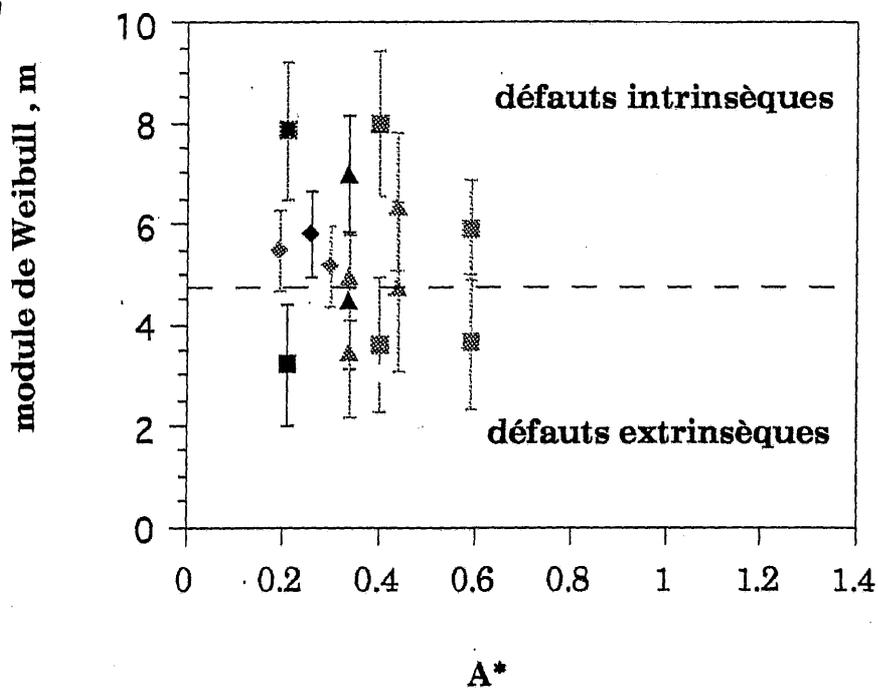


Fig. 24 : Évolution du module de Weibull et de la qualité de l'ajustement en considérant des populations de défauts partiellement concurrents :

A) Régression linéaire

B) Maximum de vraisemblance

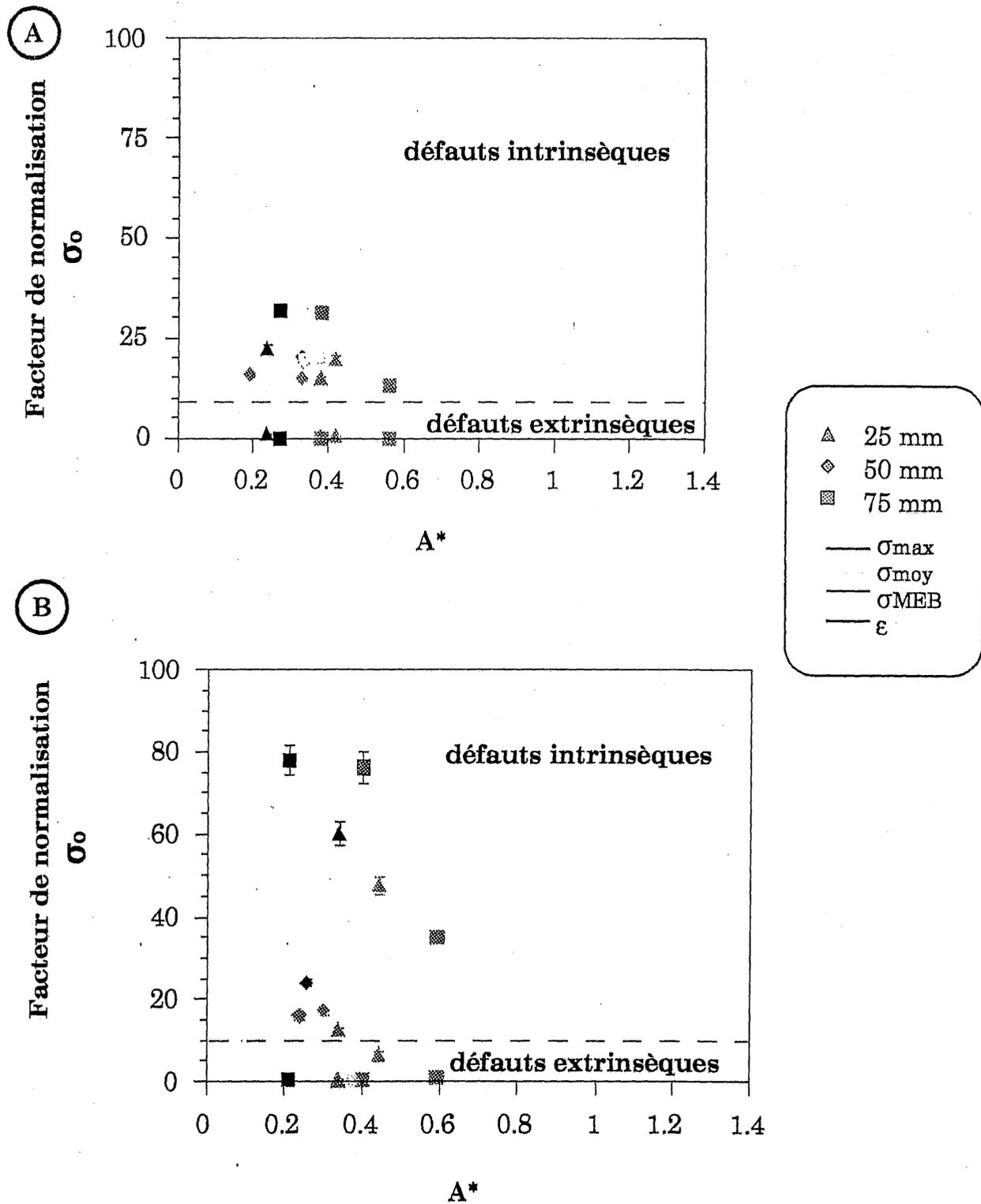


Fig. 25 : Évolution du facteur de normalisation - Populations de défauts partiellement concurrents :

A) Régression linéaire,

B) Maximum de vraisemblance

effectuer une analyse statistique. En effet, les paramètres sont peu affectés par la longueur de jauge.

L'analyse des contraintes à rupture estimées par les mesures des diamètres des fibres après rupture serait la plus exacte.

#### **4.3 - Prévision de la distribution des contraintes à différentes longueurs de jauge**

Il n'est pas suffisant lors d'une analyse statistique de pouvoir estimer les paramètres avec le plus de précision possible. Il faut pouvoir les utiliser pour effectuer des prévisions en dehors de l'échelle d'observation.

Les distributions ont été calculées pour chaque longueur de jauge à l'aide de :

- l'équation (16) si l'on considère des populations de défauts concurrentes de surface et de volume,
- l'équation (21) dans le cas de populations partiellement concurrentes.

Les calculs sont effectués sur la base des paramètres obtenus pour la longueur de jauge de 25 mm. Les couples de paramètres utilisés sont ceux résultant de :

- l'analyse du maximum de vraisemblance en traitant la distribution des déformations, les défauts sont séparés en défauts de surface et de volume.
- la méthode de la régression linéaire en traitant la distribution des contraintes  $\sigma_{moy}$ , les défauts sont différenciés en défauts intrinsèques et extrinsèques partiellement concurrents.

Ces couples de paramètres sont choisis pour effectuer la prévision à d'autres longueurs de jauge car ils sont peu dispersés et l'ajustement obtenu est de bonne qualité. La figure 26 représente la comparaison entre les résultats expérimentaux aux longueurs de jauge de 50 mm et 75 mm et les prévisions à ces mêmes longueurs de jauge, avec les paramètres obtenus par la méthode du maximum de vraisemblance, en supposant les

populations de défauts concurrentes. La prévision effectuée avec les paramètres donnés par la régression linéaire pour des populations de défauts partiellement concurrentes est représentée à la figure 27. On constate un meilleur accord entre les prévisions et les valeurs expérimentales en supposant l'existence de populations de défauts partiellement concurrentes. Ce résultat conforte l'hypothèse de différencier les points atypiques de basses contraintes ou de faibles déformations.

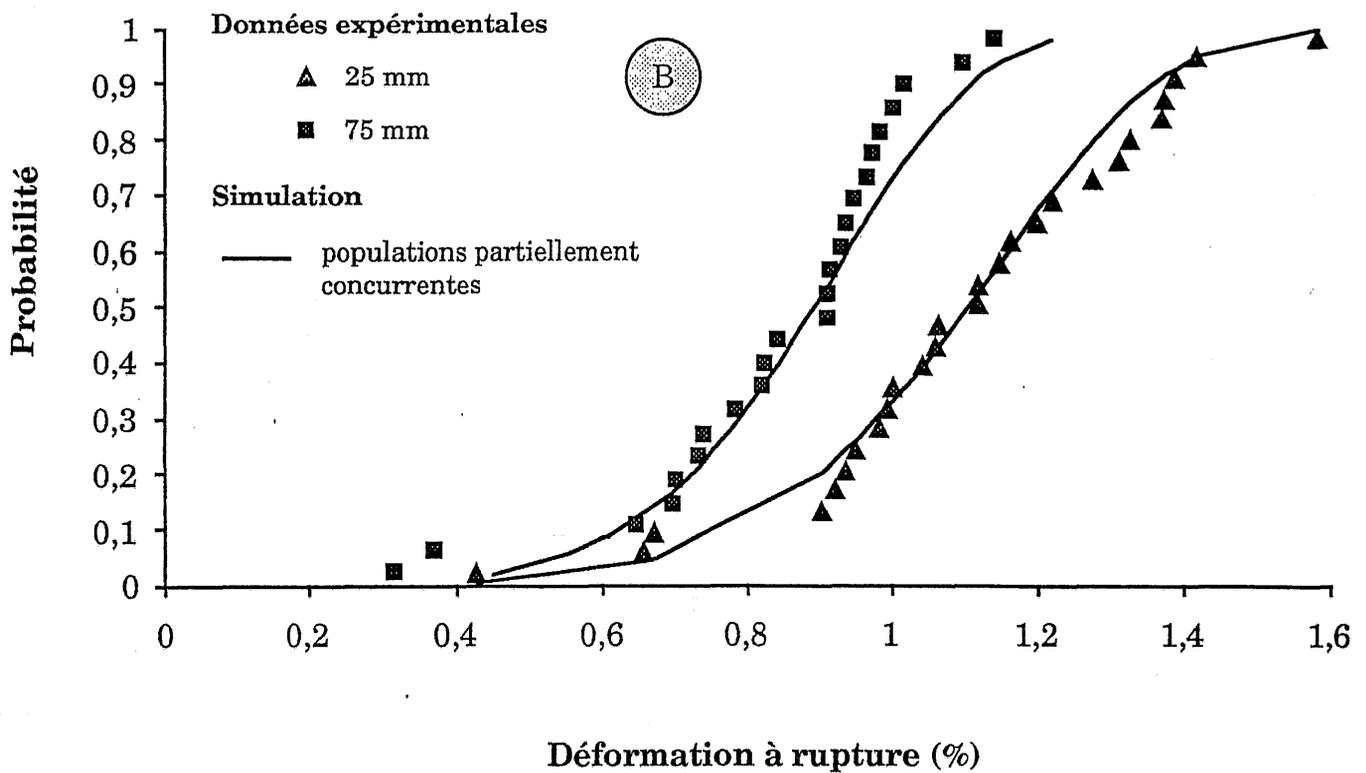
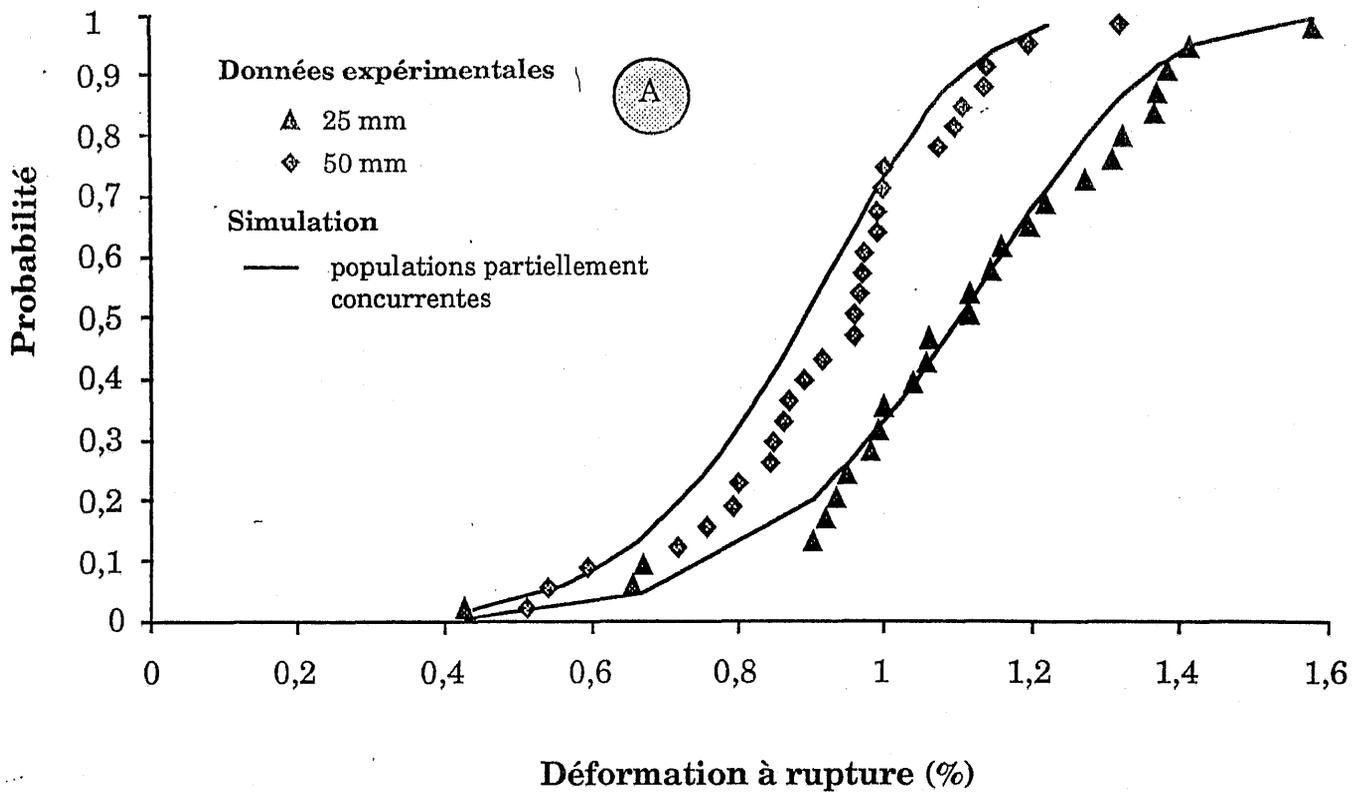
#### **4.4 - Conséquences d'une incertitude sur le module de Weibull et le facteur de normalisation**

Les résultats précédents montrent la difficulté pour obtenir les paramètres statistiques avec précision. Il est alors légitime de s'interroger sur l'effet d'une incertitude lors de l'évaluation de  $m$  sur le calcul de la probabilité de rupture. L'annexe 8 résume les étapes du calcul de l'incertitude relative de la probabilité de rupture en fonction de l'incertitude relative sur le module de Weibull. L'estimation est effectuée pour un couple de paramètre évalué par le maximum de vraisemblance. Les calculs sont effectués pour différentes valeurs de la probabilité.

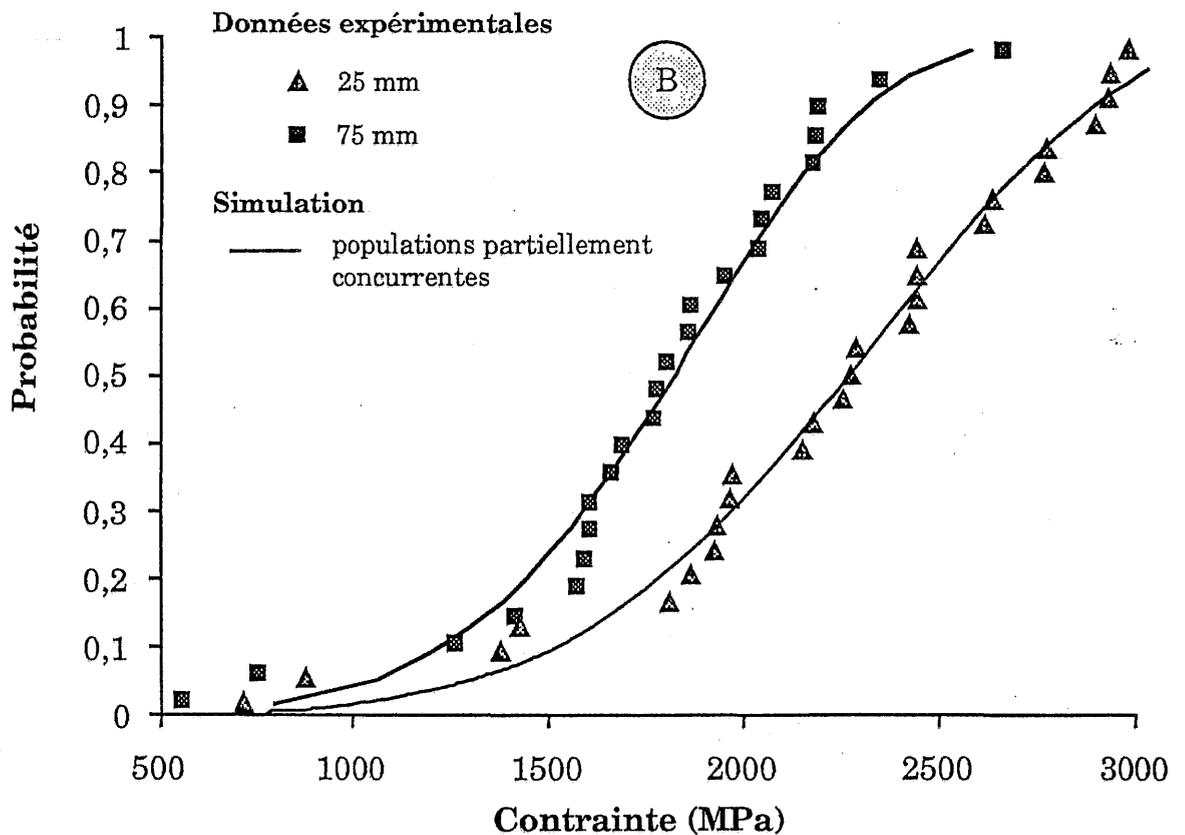
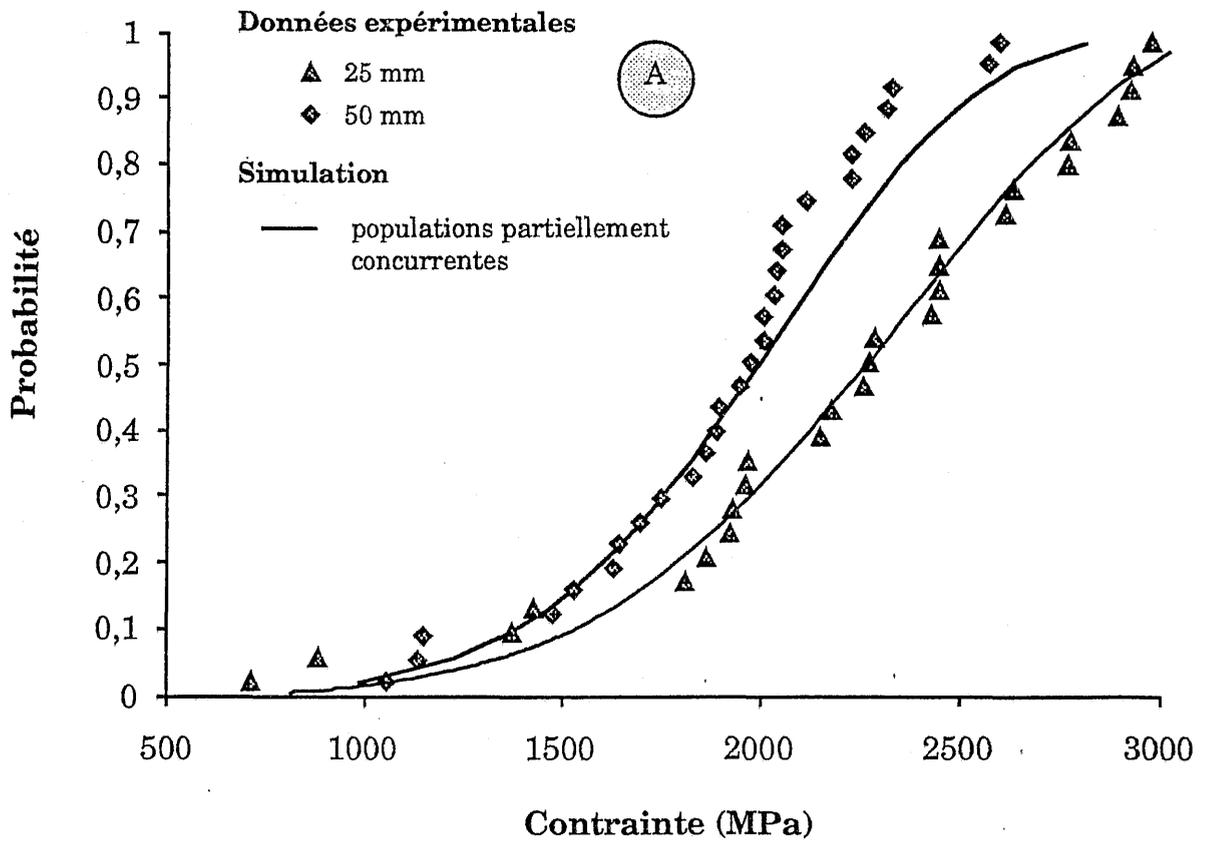
La figure 28 représente l'évolution de l'incertitude relative de la probabilité de rupture en fonction de l'incertitude relative du module de Weibull. Il apparaît nettement que le calcul aux faibles probabilités de rupture est très sensible à l'incertitude sur le module. Expérimentalement, cette dernière est comprise entre 5 % et 50 %. Les valeurs élevées correspondent aux paramètres des défauts volumiques ou des défauts extrinsèques. L'incertitude relative de la probabilité est alors comprise entre 2 et 25 % pour le calcul d'une probabilité de rupture de 0,5 par contre, elle est comprise entre 12,25 et 123 % pour le calcul d'une probabilité de rupture de 0,1. De manière générale, la prévision des extrêmes inférieurs d'une distribution ou le calcul des faibles probabilités de rupture est très influencée par l'incertitude sur le module de Weibull.

## **5 - CONCLUSION**

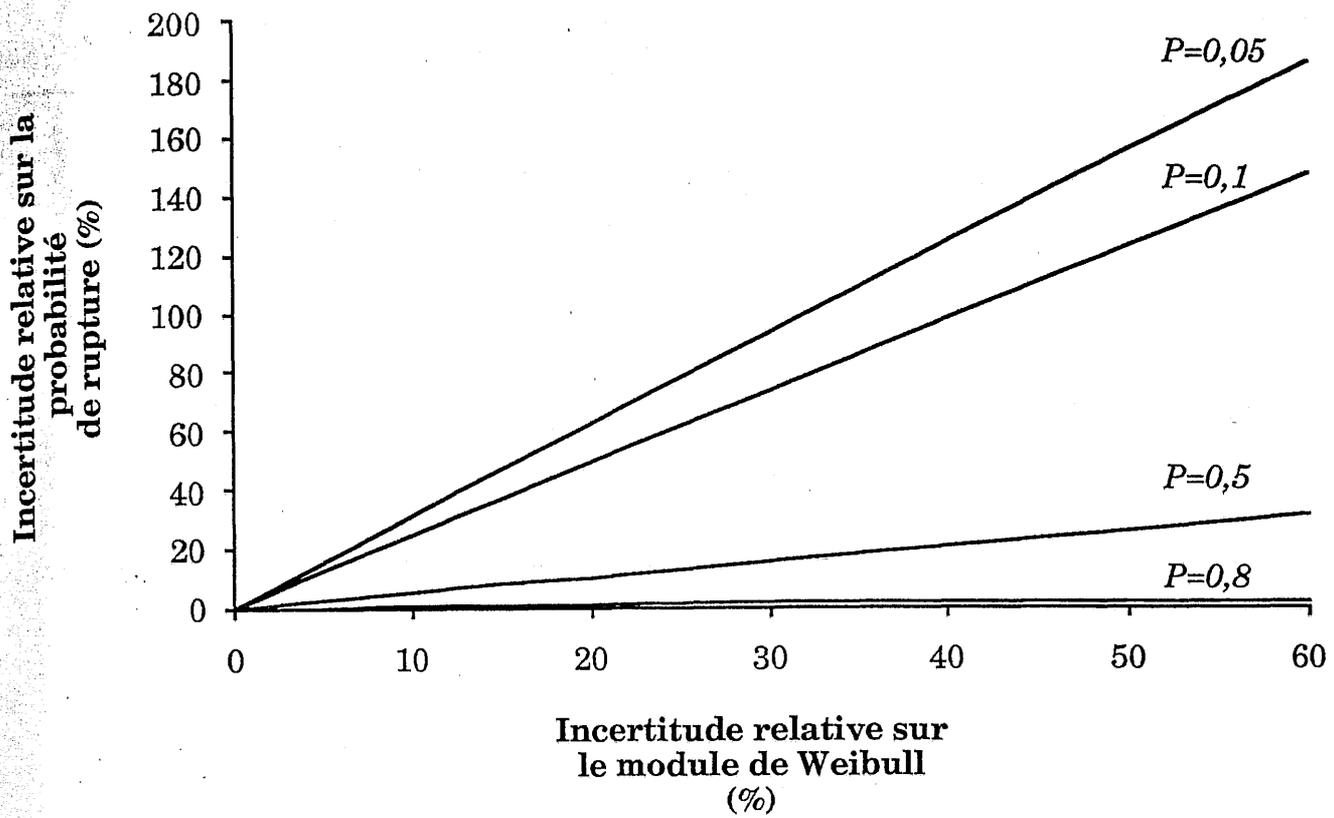
L'analyse des distributions des contraintes et des déformations à rupture des fibres de carbure de silicium Nicalon NLM 202, est effectuée en considérant que les défauts appartiennent soit à : (i) une population unique répartie dans le volume, (ii) des populations concurrentes de défauts de



**Fig. 26 : Simulation de la distribution des contraintes à rupture pour la longueur de jauge de 50 mm (A) et de 75 mm (B) à partir des données obtenues pour la longueur de jauge de 25 mm par le maximum de vraisemblance (Défauts concurrents de surface et de volume)**



**Fig. 27 : Simulation de la distribution des contraintes à rupture pour la longueur de jauge de 50 mm (A) et de 75 mm (B) à partir des données obtenues pour la longueur de jauge de 25 mm par regression linéaire (Défauts partiellement concurrents)**



**Fig. 28 : Évolution de l'incertitude relative sur la probabilité de rupture en fonction de l'incertitude relative sur le module de Weibull**

surface ou de volume identifiés au MEB, (iii) des populations partiellement concurrentes de défauts intrinsèques et de défauts extrinsèques. Ces derniers sont les plus sévères. Ils ne sont pas présents dans toutes les fibres et leur fréquence d'apparition est faible.

Les analyses confortent l'hypothèse de différencier les défauts en une population principale de nature intrinsèque et une population de nature extrinsèque. Le module de Weibull de la population intrinsèque est voisin de 5 - 6. Il est très nettement supérieur à celui caractérisant les défauts extrinsèques, voisin de 2 - 3. A la différence des analyses qui considèrent une population unique de défauts, cette analyse fournit des paramètres statistiques peu influencés par la longueur de jauge. De plus, ils permettent de prévoir les distributions aux autres longueurs de jauge en bon accord avec les données expérimentales, ils respectent l'effet de volume.

L'analyse par le maximum de vraisemblance en considérant des populations concurrentes conduit à des paramètres peu dispersés. Cependant, ils ne permettent pas de prévoir de manière satisfaisante les distributions à d'autres longueurs de jauges.

La méthode d'évaluation des paramètres statistiques influe sur les résultats obtenus. En effet, les analyses par le maximum de vraisemblance sont peu sensibles aux extrêmes des distributions comparativement à la méthode de régression linéaire.

Les paramètres statistiques ne sont pas affectés de manière significative si l'on considère le champ de contrainte non uniforme induit par les variations du diamètre des fibres. L'approximation de ce dernier, par un champ uniforme, est satisfaisante pour effectuer une analyse statistique de la rupture. Cependant, l'analyse des distributions en déformations est préconisée. En effet, elle permet d'obtenir des paramètres peu dispersés. Par la suite, il serait intéressant d'effectuer l'analyse de la rupture des fibres de carbure de silicium par une statistique autre que celle de Weibull.

## **6-RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] J. Lamon, "Structural reliability of ceramics", 11<sup>th</sup> Riso International Symposium, Riso National Laboratory, Roskilde, Danemark, 3-7 September (1990).

- [2] W. Weibull, "A statistical theory of the strength of materials", Royal Swedish Academy of Eng. Sci. Proc. 151, (1939), pp. 1-45.
- [3] W. Weibull, "A statistical distribution function of wide applicability", Journal of Applied Mechanics, (1951), pp. 293-297
- [4] G. Simon, A. R. Bunsell, "Mechanical and structural characterization of the Nicalon Silicon carbide fibre", J. Mat. Sc. 19 (1984), pp. 3649-3657.
- [5] C. H. Andersson, R. Warren, " The strength and elastic modulus of multifilament SiC fibres", Advances in Comp. Mat., vol 2, ICCM3, Edited by A.R. Bunsell, (1980), pp. 1129-1139.
- [6] D. B. Fischbach, P. M. Lemoine, G. V. Yen, "Mechanical properties and structure of a new commercial SiC-Type fibre Tyranno", J. Mat. Sc., 23 (1988), pp. 987-993.
- [7] EL. M. Asloun, J. B. Donnet, G. Guilpain, M. Nardin, J. Schultz, "On the estimation of the tensile strength of carbon fibres at short lengths", Journal of Materials Science, 24 (1989), pp. 3504 - 3510.
- [8] J. Lamon, "Mécanique de la rupture des torons de fibres Nicalon : Approche Probabiliste-Statistique", Comptes rendus des septièmes Journées Nationales sur les Composites, publiés par G. Fantozzi et P. Fleischmann, AMAC, Paris, (1990), 337-350.
- [9] V. Lavaste, "Étude du comportement mécanique et de l'évolution microstructurale des fibres céramiques à base d'alumine", Thèse, École Supérieure des Mines de Paris, (1993).
- [10] K. Goda, H. Fukunaga, "The evaluation of the strength distribution of silicon carbide and alumina fibres by a multi-modal Weibull distribution", J. Mat. Sc. 21 (1986), pp. 4475-4480.
- [11] C. P. Beetz , "The analysis of carbon fibre strength distributions exhibiting multiple modes of failure", Fibre Science and Technology 16 (1982), pp. 45-59.
- [12] K. K. Phani, "A new modified Weibull distribution function for the evaluation of the strength of Silicon carbide and alumina fibres", J. Mat. Sci., 23 (1988), pp. 2424-2428.
- [13] A. S. Watson and R. L. Smith, "An examination of statistical theories for fibrous materials in the lighth of experimenatl data", J. Mater. Sci. 20 (1985), pp. 3260 - 3270.
- [14] S. L. Phoenix, P. Schwartz and H. H. Robinson, Compos. Sci. Technol. 32 (1988) pp. 81.
- [15] C. A. Johnson, W. T. Tucker, "Weibull estimators for fracture data", Life predictions methodologies and for ceramic materials, ASTM STP 1201, C.R. Brinkman and S.F. Duffy, eds., American Society for testing

- and materials, Philadelphia (1994).
- [16] J. Lamon, *ibid* [15]
- [17] B. Bergman "On the variability of the fracture stress of brittle materials", *J. Mat. Sci. Let.* 4 (1985) pp. 1143-1146.
- [18] M. Leon, P. Kittl, "On the estimation of Weibull's parameters in brittle materials", *J. Mat. Sci.* 20 (1985) pp. 3778-3782.
- [19] J. F. Villeneuve, "Étude de la dilatation thermique et du comportement thermomécanique en traction et torsion de quelques fibres céramiques monofilamentaires", Thèse n° 661, Université de Bordeaux, (1991).
- [20] P. Gagnaire, "Étude de la morphologie des fibres de Carbone par analyse de leurs images", Thèse n° 2145, Université de Bordeaux, (1986).
- [21] Chi-tang Li, J. V. Tietz, "Improved accuracy of the laser diffraction technique for diameter measurement of small fibres", *J. Mat. Sci.* 25 (1990), pp. 4694-4698.
- [22] Chi-tang Li and R. Langley , "Improvement in fiber testing of high-modulus single-filament materials", *J. of Am. Ceram. Soc.* 68 [8] (1985), C 202-C 204.
- [23] A. Khalili, K. Kromp, "Statistical properties of Weibull estimators", *J. Mat. Sci.* 26 (1991) pp. 6741-6752.
- [24] L. G. Johnson, "The statistical treatment of fatigue experiments", Elsevier Pub. Co., New York-London, (1964), pp. 37-46.
- [25] D. R. Thoman, L. J. Bain, C. E. Antle, "Inferences on the parameters of Weibull distribution", *Technometrics*, 11 [3], (1969), pp. 445-461.
- [26] K. Trustum, A. De S. Jayatilaka, "On estimating the Weibull modulus for a brittle material", *J. Mat. Sci.* 14 (1979), pp. 1080-1084.
- [27] B. Bergman, "On the estimation of Weibull modulus", *J. Mat. Sci. Let.* 3 (1984), pp. 689-692.
- [28] J. D. Snedden, C. D. Sinclair, "Statistical mapping and analysis of engineering ceramics data", *Mechanics of creep brittle materials-1*, Elsevier applied science, edited by A.C.F Cocks and A.R.S Ponter, (1988), pp. 99-116
- [29] R. B. D'Agostino, M. A. Stephens, "Goodness of fit techniques", Marcel Dekker, New York (1986).
- [30] C. A. Johnson, "Fracture mechanics of ceramics", volume 5, edited by : R.G Bradt, A.G Evans, D.PH. Hasselman, and F.F Lange, (1981), pp. 365-385.

*CHAPITRE 3*

*ANALYSE STATISTIQUE - PROBABILISTE DE LA RUPTURE  
DES FILS BRUTS*

CHAPITRES  
ANALYSE STATISTIQUE-PROBABILISTE DE LA RUPTURE  
DES FILS BRUTS

1 - INTRODUCTION.....	60
2 - PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE.....	62
2.1 - Description de l'essai.....	62
2.2 - Courbes de comportement.....	62
2.3 - Traitement des données.....	63
3 - DÉTERMINATION DES CARACTÉRISTIQUES STATISTIQUES ET MÉCANIQUES DES FILS BRUTS ET DES FIBRES.....	64
3.1 - Pourcentage de ruptures préliminaires.....	64
3.2 - Facteur de surcharge critique.....	67
3.3 - Contrainte à rupture du fil.....	68
3.4 - Distributions des données à rupture des monofilaments et paramètres statistiques des fibres.....	70
3.5 - Fonction de distribution des contraintes à rupture du fil.....	71
4 - RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	72
4.1 - Principaux résultats.....	72
4.2 - Pourcentage de fibres cassées lors de l'essai de traction.....	74
4.3 - Distribution des contraintes à rupture du fil.....	75
4.4 - Distribution des contraintes à ruptures des monofilaments et évaluation des paramètres statistiques.....	75
4.5 - Prévion de la courbe de comportement.....	78
4.6 - Influence de divers facteurs.....	79
4.6.1 - La longueur de jauge.....	79
4.6.2 - Le nombre de filaments.....	80
4.6.3 - Les populations de défauts.....	80
4.6.4 - L'effet des surtensions.....	81
4.6.5 - Endommagement des fibres.....	82
5 - CONCLUSION.....	83
6 - RÉFÉRENCES.....	84

ANALYSE STATISTIQUE - PROBABILISTE  
DE LA RUPTURE DES FILS BRUTS

---

N. Lissart, J. Lamon

Laboratoire des Composites Thermostructuraux

(UMR-47 CNRS-SEP-UB1)

3, allée de la Boétie, 33600-Pessac.

---

**RÉSUMÉ**

*L'objectif de cet article est de relier les caractéristiques probabilistes et mécaniques du fil brut à celles des fibres en incluant les différentes populations de défauts. En effet, les essais de traction sur filaments unitaires révèlent une distribution bimodale constituée de défauts intrinsèques et de défauts extrinsèques de plus grande sévérité. Des essais de traction monotone ont été réalisés sur des fils bruts constitués de fibres de carbure de silicium. Un paramètre caractéristique de la rupture des fils bruts a été tout particulièrement examiné, le pourcentage de ruptures préliminaires ( $\alpha$ ). Un modèle théorique du comportement mécanique des fils bruts est proposé. Il a permis de prévoir l'influence de nombreux facteurs tels que la longueur de jauge, le nombre de fibres, le pourcentage de défauts extrinsèques, la fraction de fibres surtendues et les paramètres statistiques. Par ailleurs, les essais sur fils bruts permettent de déterminer les paramètres statistiques des fibres, permettant ainsi de vérifier la représentativité des valeurs obtenues en traction sur monofilaments.*

**Mots clés : fil brut, ruptures préliminaires, statistique de Weibull, fibre.**

## 1 - INTRODUCTION

Une charge appliquée à un fil constitué de  $N$  fibres parallèles entraîne des ruptures aléatoires de fibres n'occasionnant pas instantanément la ruine de l'ensemble. La contrainte à rupture d'un tel système dépend des propriétés des fibres et du partage de la charge qui détermine au moment de la rupture le mode suivant lequel l'effort appliqué est distribué parmi les fibres non cassées. En raison de l'absence de liens physiques, il semble raisonnable de postuler un partage global de la charge. En outre, les fibres sont déchargées sur toute leur longueur. La surcharge d'une fibre non cassée dépend du nombre de fibres rompues et non de leur position. La rupture se produit lorsque les fibres survivantes ne peuvent plus supporter l'effort. Cet aspect de la rupture du fil brut confère un intérêt particulier à cette analyse en vue de la modélisation de la rupture des minicomposites. En effet, en raison de la fissuration importante de la matrice, le partage de charge semble être identique au sein d'un minicomposite.

Le processus de rupture débute au point le plus faible, mais, contrairement à la théorie du lien le plus faible, si les ruptures individuelles de fibres sont indépendantes, il n'entraîne pas la rupture de l'ensemble. La relation entre la contrainte à rupture d'un fil constitué de fibres parallèles et les propriétés individuelles des monofilaments a été étudiée par de nombreux auteurs. H. E. Daniels [1] a réalisé une importante étude du fil classique de  $N$  fibres parallèles de même longueur sans contact entre elles et parfaitement alignées. Il a montré que la distribution des contraintes à rupture d'un tel système tend vers une loi normale quand  $N$  augmente indéfiniment. B. D. Coleman [2] en utilisant les résultats asymptotiques de Daniels et en supposant une distribution de Weibull [3] pour les contraintes à rupture des monofilaments, a relié la contrainte principale du fil à celle des monofilaments, mettant en évidence une réduction de la contrainte à rupture par rapport à celle des fibres. S. L. Phoenix et H. M. Taylor [4, 5] ont étendu les résultats asymptotiques de Daniels pour inclure des chargements inégaux causés par des fibres de longueur différente et non alignées. Ils ont démontré que la non-linéarité initiale de l'enregistrement de l'essai de traction est due aux déformations inégales des fibres. Ils ont mis en évidence une réduction de la contrainte à rupture de 10 à 20 % par rapport au modèle de Daniels. De plus, ils ont étendu leur modèle au fils hybrides constitués de plusieurs types de fibres pouvant présenter des déformations plastiques.

L'objectif de cet article est double : d'une part, déterminer les propriétés des fibres à partir d'un essai sur fil brut et, d'autre part, simuler le comportement mécanique du fil brut à partir des propriétés des monofilaments. L'analyse concerne le fil brut de fibres de carbure de Silicium Nicalon NLM 202<sup>(1)</sup>. Les paramètres statistiques caractéristiques de la rupture des monofilaments déterminés à partir des essais sur monofilaments seuls [6] ont révélé la présence de plusieurs populations de défaut. En effet, la distribution des contraintes à rupture suit une loi de Weibull bimodale correspondant à deux populations de défauts partiellement concurrentes constituées de défauts intrinsèques et de défauts extrinsèques. La fréquence d'apparition de ces derniers est plus faible, mais leur sévérité est plus grande.

En raison de la sélection inévitable opérée lors du prélèvement des monofilaments au sein du fil, il est raisonnable de s'interroger sur la distribution obtenue à partir des essais sur fibres seules et donc des paramètres statistiques. C'est pourquoi, les paramètres statistiques des monofilaments ont aussi été déterminés à partir :

- des courbes de traction sur fils bruts [7 - 10],
- des mesures des rayons miroirs des fibres au sein du fil brut.

En outre, un des objectifs du présent article est d'établir les relations entre la rupture des fils sous chargement uniforme et les différentes populations de défauts inhérentes aux fibres, et de déterminer les caractéristiques mécaniques (contrainte, déformation, pourcentage de ruptures préliminaires, facteur critique de surcharge) des fils bruts. Une attention particulière sera accordée à l'analyse du pourcentage de ruptures préliminaires au point de chargement maximal.

Des expressions analytiques simples sont utilisées pour décrire la rupture individuelle des fibres au sein du fil brut et la rupture ultime de ce dernier. La simulation de la courbe de comportement permet d'examiner l'influence de nombreux paramètres (la longueur de jauge, le nombre de fibres, le pourcentage de défauts extrinsèques, le taux de fibres surtendues dès le début de l'essai, les paramètres statistiques) sur la rupture du fil.

---

(1) de Nippon Carbon, Japon

## 2 - PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

### 2.1 - Description de l'essai

Les essais de traction monotone ont été réalisés sur des fils constitués de 500 fibres Nicalon NLM 202<sup>(1)</sup>. Les fils bruts ont été préalablement désensimés à l'aide d'un solvant (l'acétone). La section moyenne de chaque échantillon a été déterminée par pesée en utilisant la densité des fibres SiC ( $\rho=2,55^{(2)}$  g/cm<sup>3</sup>). La valeur moyenne obtenue est de  $8,13E^{-8}$  mm<sup>2</sup> avec un écart type de  $2,9E^{-9}$  mm<sup>2</sup>. Les extrémités des fils sont ensuite collées dans des tubes de diamètre intérieur 2 mm et d'une longueur de 40 mm (figure 1). Afin d'assurer un bon alignement des fibres avec l'axe de traction, les tubes sont fixés sur un support, la colle est injectée à l'aide d'une seringue. Une légère tension est exercée de façon à tendre les monofilaments au sein du fil.

Les essais ont été réalisés sur une machine de traction<sup>(3)</sup> à température ambiante et à la vitesse d'élongation de 0,08 mm/min. Deux longueurs de jauge, 75 et 100 mm, ont été sélectionnées. Le déplacement était mesuré par un capteur inductif de course +/- 1 mm fixé sur les mors. Le capteur piézo-électrique d'une chaîne d'émission acoustique est fixé directement sur les mors (figure 2). La compliance du système a été déterminée selon la méthode usuelle fondée sur des échantillons ayant des longueurs de jauge décroissante [11] ( $C_S = 2 \cdot 10^{-7}$  mm/N).

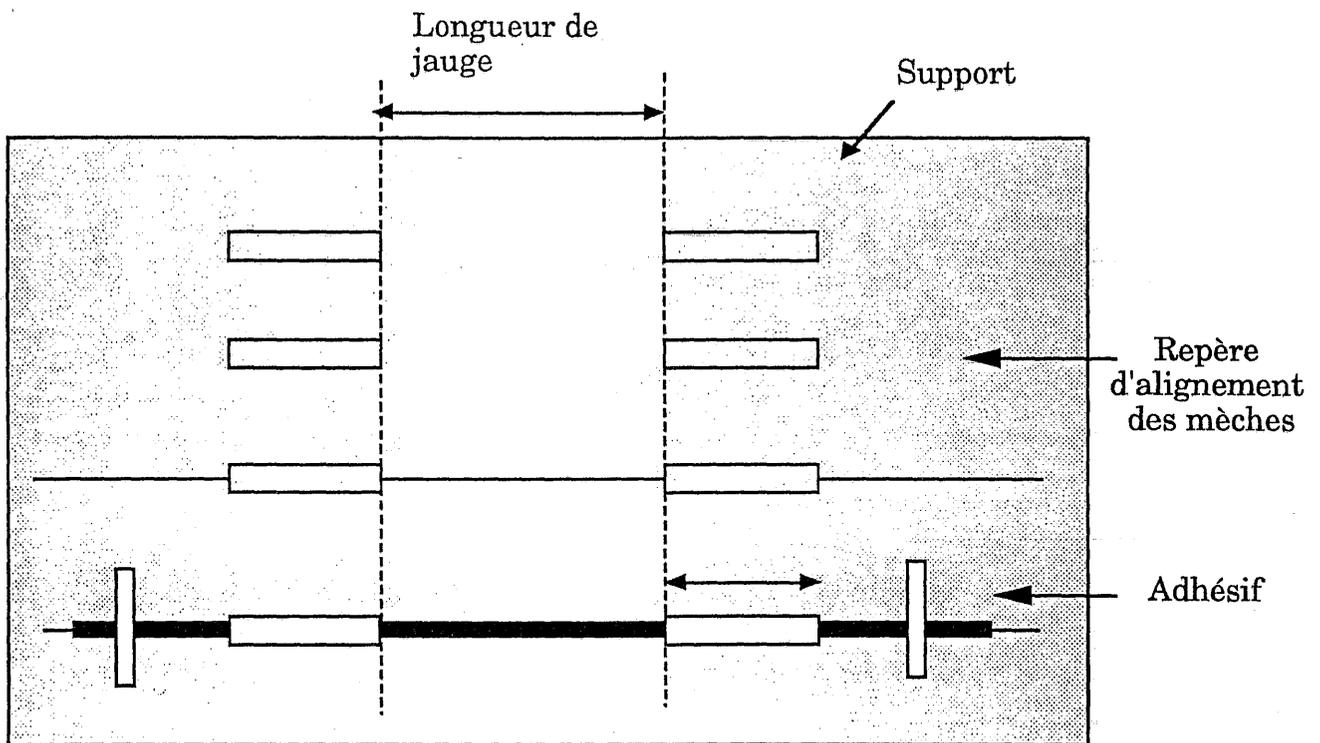
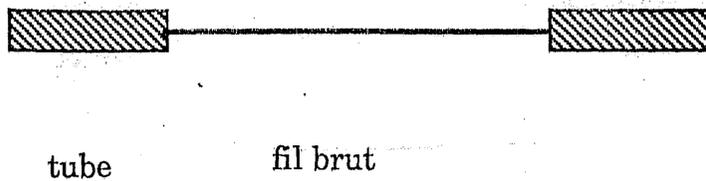
### 2.2 - Courbes de comportement

La courbe force - déformation (figure 3) est composée d'une partie linéaire correspondant au comportement élastique des fibres, suivie d'une zone non linéaire en raison des ruptures individuelles de celles-ci. L'émission acoustique permet de détecter les premières ruptures de fibres. (figures 3 et 4). Pour les faibles déformations l'enregistrement force-déformation n'est pas linéaire : tous les filaments ne sont pas tous parfaitement tendus au début de l'essai, malgré les précautions prises lors de la préparation des éprouvettes. L'origine de la courbe est alors définie par extrapolation de la partie linéaire à la force nulle (figure 3). La surtension  $\epsilon_i$

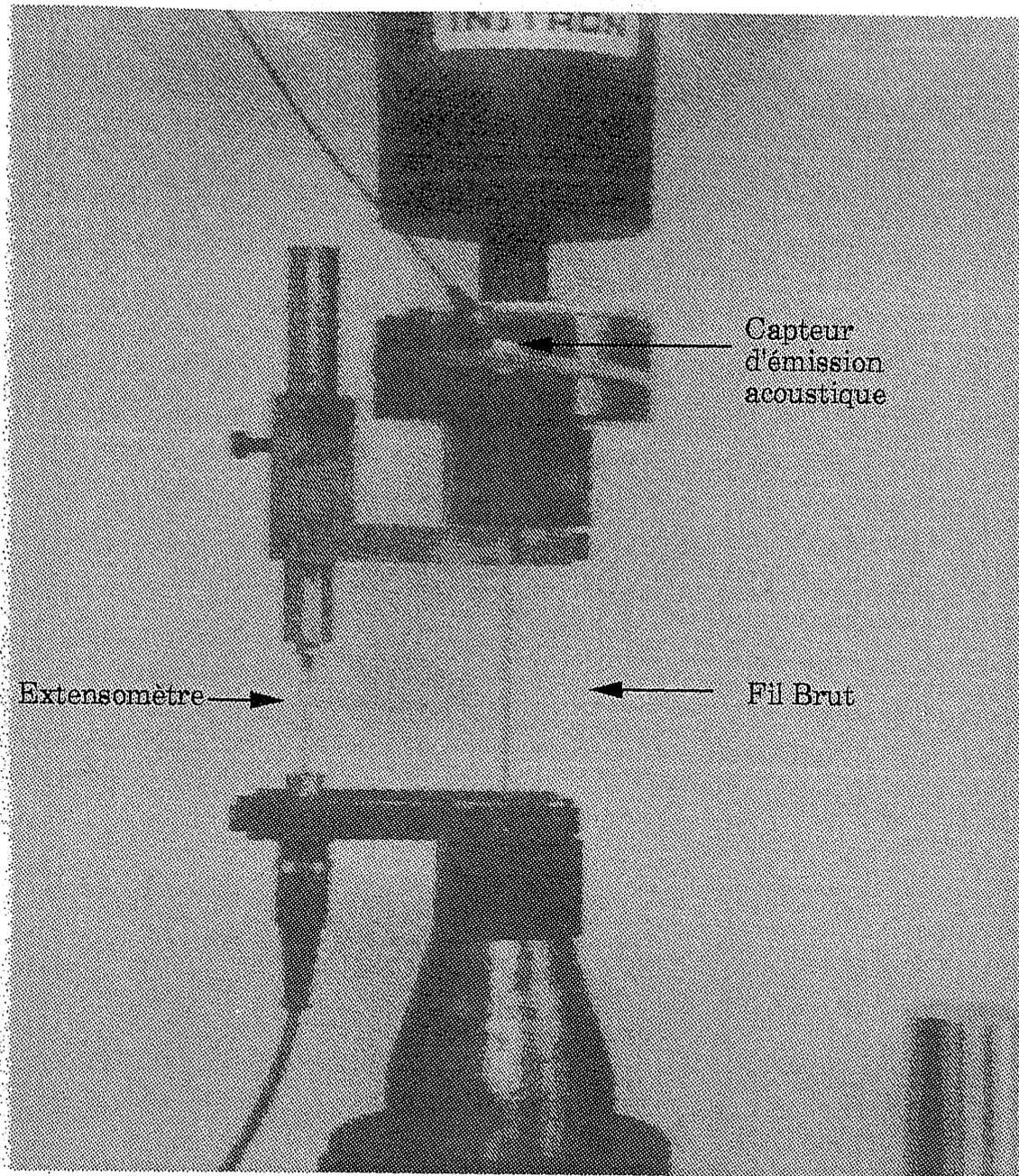
(1) produites par Nippon Carbon

(2) valeur communiquée par la SEP

(3) Instron



**Fig. 1: Préparation des éprouvettes de traction sur fil brut**



**Fig. 2 : Montage expérimental utilisé pour les essais de traction sur fils bruts**

de certains filaments est cependant négligée. Les longueurs de jauge ont été choisies de façon à limiter l'effet de l'enchevêtrement. Effectivement, les grandes longueurs risquent de présenter un enchevêtrement important. Ce phénomène provoque, lors de la rupture d'une fibre, la ruine des voisines. La courbe est alors caractérisée par des marches plus ou moins prononcées (figures 3 et 4). Les effets dynamiques sont prépondérants pour tous les enregistrements conformes à la figure 3. De ce fait, ces enregistrements ne sont pas exploités au-delà de la force maximale. Seuls 10 essais sur 25 pour chaque longueur de jauge présentent une rupture stable au-delà du chargement maximal (figure 4). Ces deux types de rupture ont déjà été mis en évidence par Moeller et al. [12] pour des fils bruts de carbure de silicium, qui attribuent la rupture contrôlée (figure 4) à un chargement non uniforme des fibres, et la rupture brutale au-delà de la force maximale à un chargement uniforme. Après la rupture, les fils ressemblent à des plumeaux (figure 5) et, souvent, en raison de l'enchevêtrement, une force supplémentaire est nécessaire pour séparer les deux moitiés.

### 2.3 - Traitement des données

L'analyse de la partie linéaire de la courbe force - déformation permet d'estimer le module d'Young des fils ( $E_{\text{fil brut}}$ ). La différence observée entre le module d'Young des monofilaments ( $E_f = 200$  GPa) et celui des fils bruts obtenu en supposant qu'aucune fibre n'est rompue résulte de la présence de fibres rompues. Le pourcentage de fibres rompues ( $\gamma$ ) est donné par l'équation (1) :

$$(1) \quad \gamma = 1 - \frac{E_{\text{fil brut}}}{E_f}$$

L'évaluation de la contrainte supportée par les fils nécessite, au-delà de la limite de linéarité, la connaissance du pourcentage de ruptures rompues en cours d'essai (ruptures préliminaires). L'effort est alors, en raison du partage global de la charge, uniquement supporté par les fibres non cassées. Ce pourcentage de ruptures préliminaires est donné par la différence entre le comportement linéaire du fil en l'absence de ruptures de fibres et le comportement non linéaire réel (figure 3).

Au-delà de la limite de linéarité, la contrainte ainsi obtenue représente la contrainte à rupture d'une fibre au sein du fil. Le traitement

statistique de la distribution de ces contraintes à rupture de monofilaments déduite de la courbe force - déformation d'un fil est effectué par la méthode de la régression linéaire. La section à considérer pour calculer la contrainte correspondante est seulement celle des fibres non cassées.

La rupture ultime du fil est évaluée au point de chargement maximal. Le traitement statistique des contraintes à rupture des fils sera effectué en supposant que la distribution suit une loi normale. Les paramètres utilisés sont ceux évalués expérimentalement. L'ajustement est déterminé par le test d'Anderson Darling [13].

Les faciès de rupture des fibres ont été examinés en Microscopie Électronique à Balayage (MEB). Les mesures des rayons des miroirs de rupture ont été effectuées uniquement pour les fils de longueur de jauge 75 mm afin de comparer les contraintes ainsi obtenues avec celles déduites de monofilaments testés individuellement. Les contraintes à rupture ( $\sigma$ ) des monofilaments au sein des fils ont été calculées à partir des mesures de rayons miroirs ( $r_m$ ) grâce à la relation suivante [14] :

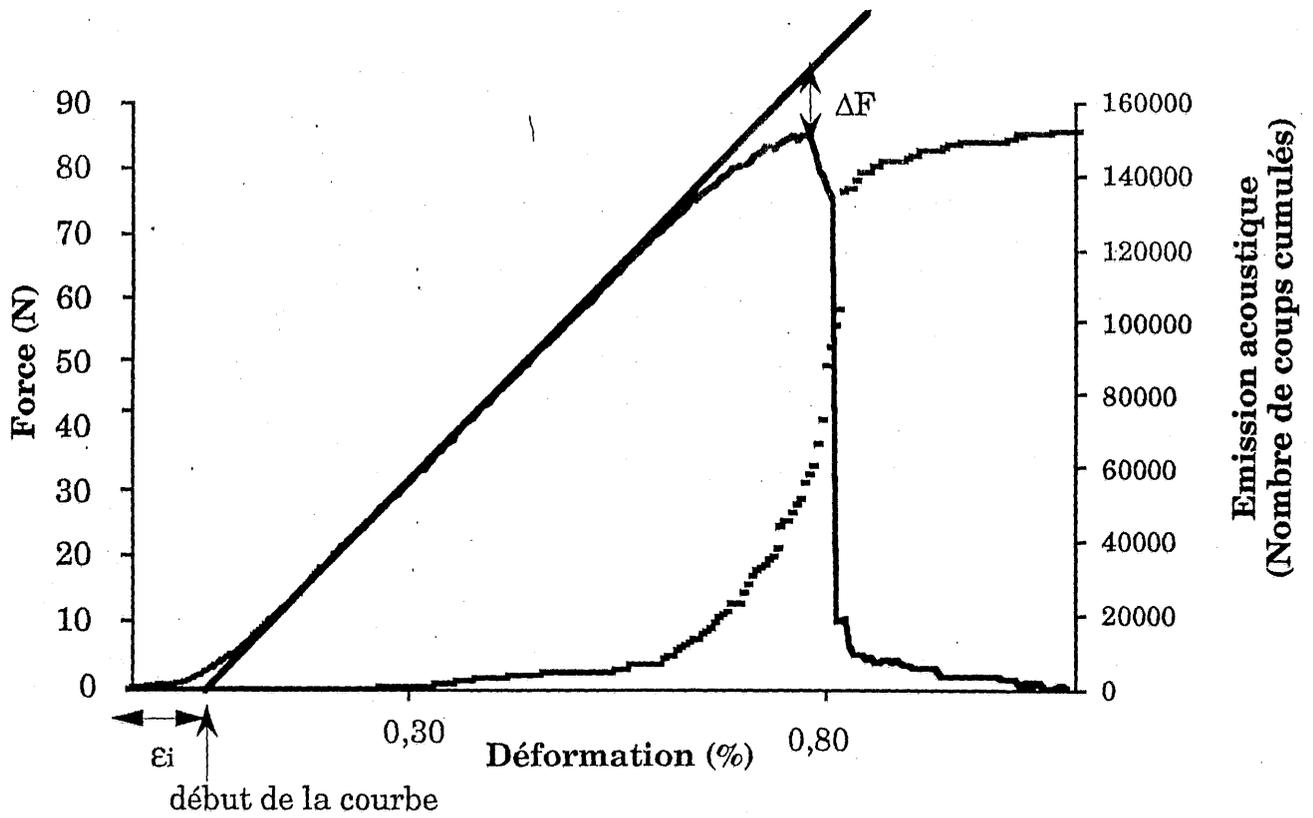
$$(2) \quad \sigma = \frac{A}{\sqrt{r_m}}$$

A est une constante caractéristique du matériau. Dans la littérature de nombreuses valeurs de A sont proposées pour les fibres de carbure de silicium. Elles varient entre 2 [15] et 3,5 MPa $\sqrt{m}$  [16]. De nombreux auteurs ont obtenu une valeur voisine de 2,5 MPa $\sqrt{m}$  i.e. 2,45 MPa $\sqrt{m}$  [17] ou 2,51 MPa $\sqrt{m}$  [18].

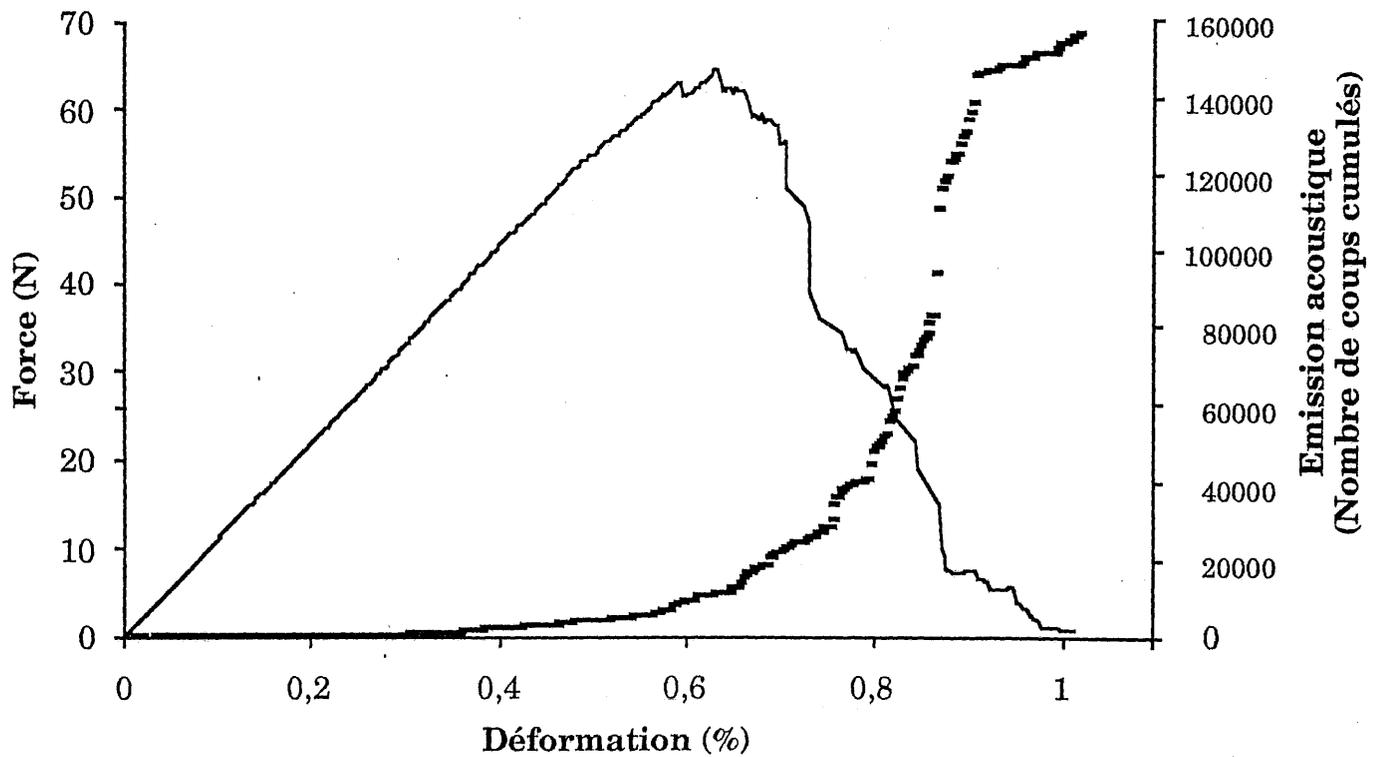
### 3 - DÉTERMINATION DES CARACTÉRISTIQUES STATISTIQUES ET MÉCANIQUES DES FILS BRUTS ET DES FIBRES

#### 3.1 - Pourcentage de ruptures préliminaires

Le pourcentage ( $\alpha$ ) des ruptures individuelles de fibres est déterminé expérimentalement à partir de l'enregistrement de l'essai de traction (méthode A). Diverses méthodes (B, C, D) permettent de l'évaluer et de le relier aux caractéristiques des monofilaments. La valeur au point



**Fig. 3 : Enregistrement d'une traction sur fil brut présentant une rupture non contrôlée**



**Fig. 4 : Enregistrement d'une traction sur fil brut présentant une rupture contrôlée**



**Fig. 5 : Aspect des fils bruts après rupture**

particulier du chargement maximal est définie comme la valeur critique notée  $\alpha_c$ .

### Méthode A : Évaluation expérimentale

La courbe charge - déformation d'un ensemble de fibres est linéaire en l'absence de ruptures de fibres avec une pente égale à leur rigidité. La chute de force  $\Delta F$  à une déformation imposée permet de calculer le pourcentage de fibres qui ont été rompues (figure 3) :

$$(3) \quad \alpha = \frac{\Delta F}{F + \Delta F}$$

F : la force réelle supportée par le fil,

$\Delta F$  : la différence entre la force que supporterait le fil en l'absence de ruptures préliminaires et F.

Cette relation peut être appliquée en tout point de la courbe même au-delà du chargement maximal si la rupture reste contrôlée (figure 4).

### Méthode B : Simulation du comportement

Les essais étant réalisés à déformation imposée, connaissant la déformation du fil, il est possible de calculer le nombre de fibres rompues. Il résulte du produit du nombre de fibres initiales non cassées  $N_0$  dans le fil par leur probabilité de rupture (équation 4). En présence de fibres cassées avant l'essai de traction,  $N_0$  est évalué par la relation (5) en fonction du nombre total de fibres dans le fil  $N_t$  et du taux de fibres cassées avant l'essai  $\gamma$ . En considérant une seule population de défauts, à chaque déformation  $\varepsilon$  le nombre de fibres cassées  $N$  se détermine grâce à l'équation (6).

$$(4) \quad N = N_0 P$$

$$(5) \quad N_0 = N_t (1 - \gamma)$$

$$(6) \quad N = N_0 \left[ 1 - \exp \left( -V_f \left( \frac{\varepsilon}{\varepsilon_{of}} \right)^{m_f} \right) \right]$$

$V_f$  : volume de la fibre,

$m_f$  : module de Weibull des fibres,

$\epsilon_{0f}$  : facteur de normalisation.

En tenant compte des deux populations de défauts partiellement concurrentes identifiées sur les monofilaments [6], l'expression (6) du nombre de fibres cassées devient :

$$(7) \quad N = N_0 \left[ 1 - (1 - \pi_2) \left[ \exp \left( -V_f \left( \frac{\epsilon}{\epsilon_{0f1}} \right)^{m_{f1}} \right) \right] - \pi_2 \left[ \exp \left( -V_f \left( \frac{\epsilon}{\epsilon_{0f1}} \right)^{m_{f1}} - V_f \left( \frac{\epsilon}{\epsilon_{0f2}} \right)^{m_{f2}} \right) \right] \right]$$

$\pi_2$  : fraction de fibres contenant des défauts extrinsèques,

$m_{f1}$  : module de Weibull des défauts intrinsèques.

$m_{f2}$  : module de Weibull des défauts extrinsèques.

Le pourcentage de ruptures préliminaires est simplement le rapport entre le nombre de fibres cassées et le nombre initial de fibres non cassées (équation 8). La valeur critique  $\alpha_c$  est obtenue en appliquant la relation (9).

$$(8) \quad \alpha = \frac{N}{N_0} = P$$

$$(9) \quad \alpha_c = \frac{N}{N_0} \Big|_{\epsilon = \epsilon_{\max}}$$

$\epsilon_{\max}$  est la déformation au point de chargement maximal.

Les relations précédentes (6) et (7) supposent que toutes les fibres ont la même déformation. Si l'on tient compte d'un taux  $\beta$  de fibres surtendues dès le début de l'essai, soumises à une déformation  $\epsilon_i$ , l'expression (7) devient :

$$(10) \quad N = N_0(1 - \beta) \left[ 1 - (1 - \pi_2) \left[ \exp \left( -V_f \left( \frac{\epsilon}{\epsilon_{0f1}} \right)^{m_{f1}} \right) \right] - \pi_2 \left[ \exp \left( -V_f \left( \frac{\epsilon}{\epsilon_{0f1}} \right)^{m_{f1}} - V_f \left( \frac{\epsilon}{\epsilon_{0f2}} \right)^{m_{f2}} \right) \right] \right] \\ + N_0\beta \left[ 1 - (1 - \pi_2) \exp \left( -V_f \left( \frac{\epsilon + \epsilon_i}{\epsilon_{0f1}} \right)^{m_{f1}} \right) - \pi_2 \left[ \exp \left( -V_f \left( \frac{\epsilon + \epsilon_i}{\epsilon_{0f1}} \right)^{m_{f1}} - V_f \left( \frac{\epsilon + \epsilon_i}{\epsilon_{0f2}} \right)^{m_{f2}} \right) \right] \right]$$

Les paramètres statistiques déterminés par analyse des essais sur monofilaments caractérisant les diverses populations de défauts des fibres

Si C sont résumés par le tableau 1. Ces paramètres ont été choisis car ils permettent de prévoir de manière satisfaisante les distributions des contraintes à ruptures aux autres longueurs de jauge.

### Méthode C : Analyse de la distribution des déformations à rupture

La comparaison des déformations à rupture des monofilaments et des fils permet de déterminer le pourcentage de ruptures préliminaires critique ( $\alpha_c$ ). La distribution des déformations à rupture des fils fournit les déformations à rupture du monofilament qui conduit à la rupture du fil. La distribution correspondante des déformations à rupture de monofilaments donne donc les probabilités de rupture de ces monofilaments particuliers, lesquels représentant les pourcentages critiques de ruptures préliminaires ( $\alpha_c$ ). Sur la figure 6 sont représentées les distributions expérimentales des déformations à rupture des monofilaments obtenues à la suite des essais sur fibres unitaires de 75 mm de longueur de jauge et celle des fils à la même longueur de jauge. La déformation à rupture du fil à la probabilité de 50 % permet de déterminer la valeur moyenne de  $\alpha_c$  comme le montre la figure 6. Les extrêmes de la distribution des déformations à rupture des fils donnent le domaine de dispersion des valeurs de  $\alpha_c$ .

### Méthode D : Relation de Coleman

La proportion de fibres rompues avant l'instabilité est donnée par Coleman [2], en tenant compte d'une seule population de défauts suivant une loi de Weibull, par la relation suivante :

$$(11) \quad \alpha = 1 - \exp(-m_r^{-1})$$

### 3.2 - Facteur de surcharge critique

Un paramètre important caractéristique de la rupture des fils bruts, est l'augmentation de la contrainte supportée par les fibres non cassées à chaque rupture de fibre. A l'instabilité, cette surcharge  $\Delta\sigma_r$  devient critique, elle entraîne alors la ruine du système. On peut alors déterminer le facteur de surcharge critique k (équation 12), qui représente l'augmentation de contrainte sur les fibres survivantes induite par les ruptures de fibres. Il est défini par rapport à un état de référence où aucune fibre ne serait rompue.

$$(12) \quad k = \frac{\sigma_r + \Delta\sigma_r}{\sigma} \quad \text{avec} \quad \Delta\sigma_r = \frac{\sigma_r}{N_s}$$

$\sigma_r$  est la contrainte supportée par  $N_s+1$  fibres,

$\sigma$  est la contrainte de référence : la contrainte qui serait supportée par les fibres sans rupture individuelle.

$k$  s'exprime simplement en fonction du nombre de fibres :

$$(13) \quad k = 1 + \frac{N}{N_s}$$

$$(14) \quad k = \frac{1}{1-\alpha}$$

### 3.3 - Contrainte à rupture du fil

La contrainte à rupture du fil est déduite de la charge maximale et du pourcentage de ruptures préliminaires critiques (équation 15) compte tenu qu'au moment de la rupture, seules les fibres non cassées supportent les efforts.

$$(15) \quad \sigma_{\text{fil brut}} = \frac{F}{A_t(1-\alpha_c)}$$

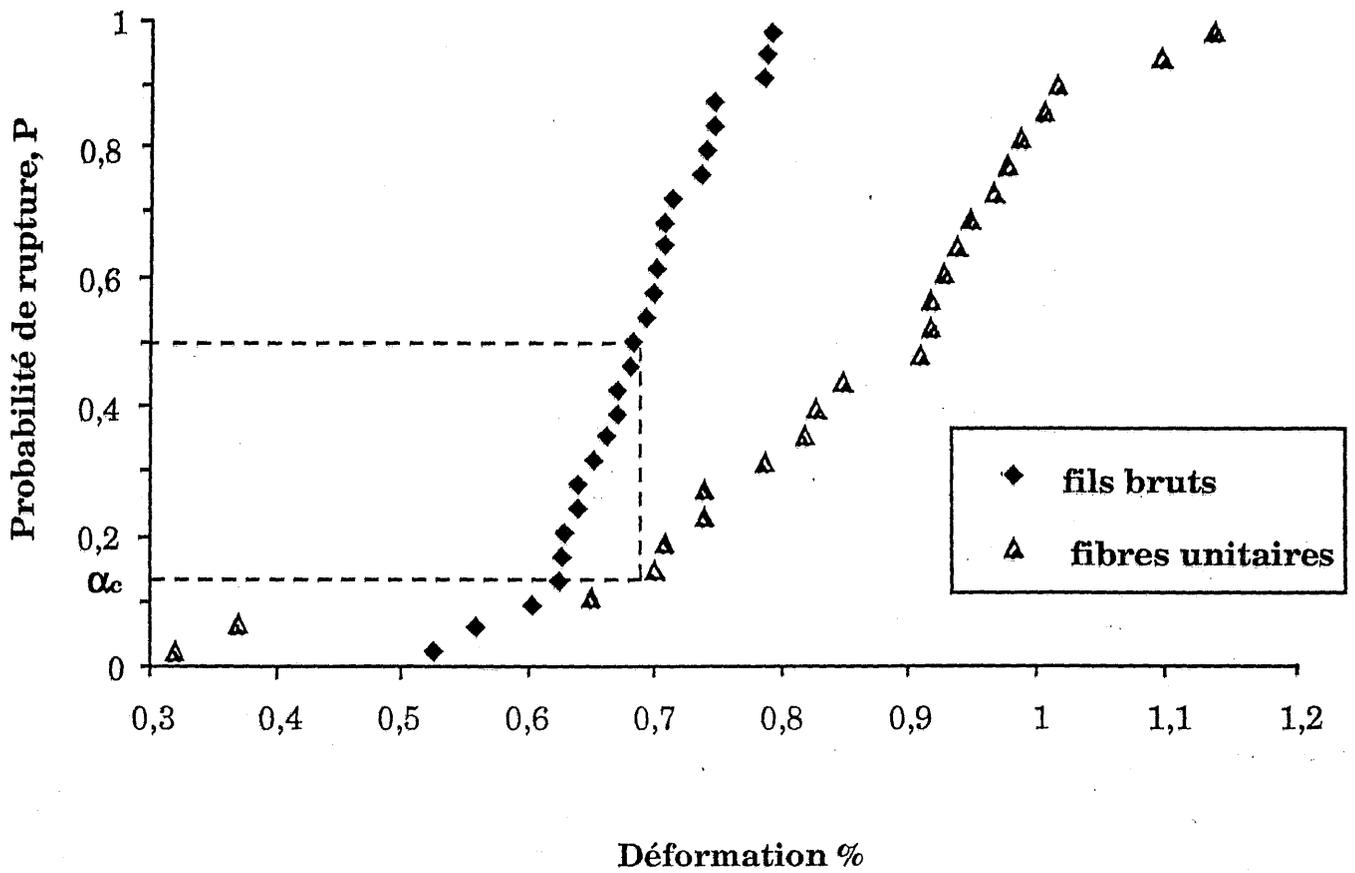
où  $A_t$  est la section initiale du fil. En présence de fibres rompues avant l'essai de traction, la section initiale à considérer est seulement celle des fibres non rompues qui s'exprime en fonction de la section totale du fil  $A_t'$  par la relation (16).

$$(16) \quad A_t = A_t'(1-\gamma)$$

Coleman a établi dans le cadre d'une distribution unimodale de Weibull, la relation suivante entre la contrainte principale à rupture du fil et la contrainte à rupture moyenne des monofilaments ( $\sigma_{\text{fibre}}$ ) :

Nature de la population de défauts		$m_f$	$\sigma_{of}$ (MPam <sup>3/m<sub>f</sub></sup> )	$\epsilon_{of}$ (m <sup>3/m<sub>f</sub></sup> )
Uni-modale	défauts non différenciés	3,47	1,43	7,15e-6
Bi-modale	défauts intrinsèques	5,45	19,5	9,7e-5
Populations partiellement concurrentes	défauts extrinsèques	1,92	7e-3	3,5e-8

**Tableau 1 - Valeurs des paramètres statistiques caractéristiques des populations de défauts des fibres [6]**



**Fig. 6 : Distributions des déformations à ruptures des fibres unitaires et des fils bruts**

$$(17) \quad \sigma_{\text{fil brut}} = \sigma_{\text{fibre}} \frac{(em_r)^{-1/m_r}}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{m_r}\right)}$$

$\Gamma(1+1/m)$  est la fonction Gamma,  $e$  est une constante ( $e = 2,718$ ).

Le nombre de fibres rompues en fonction de la déformation imposée permet de déterminer la rupture des fils, en tenant compte des diverses populations de défauts au sein des monofilaments. En effet, la loi de Hooke et l'équation (15) permettent d'exprimer la force en fonction du pourcentage de ruptures préliminaires donné par l'équation (8) :

$$(18) \quad F(\varepsilon) = A_t(1-\alpha)\varepsilon E_r = A_t'(1-\gamma)(1-\alpha)\varepsilon E_r = (1-\alpha)S_0\varepsilon$$

où :

$S_0$  est la pente à l'origine de la courbe force-déformation.

La recherche du maximum de la fonction  $F(\varepsilon)$  (résolution de l'équation 19) permet d'accéder aux caractéristiques ( $F_{\text{max}}$ ,  $\varepsilon_{\text{max}}$ ) de la rupture du fil brut. La résolution conduit à une expression relativement simple [7] reliant la force et la déformation à rupture aux caractéristiques et aux paramètres statistiques des fibres (équations 20 et 21) en supposant l'existence d'une seule population de défauts.

$$(19) \quad \left. \frac{dF(\varepsilon)}{d\varepsilon} \right|_{\varepsilon=\varepsilon_{\text{max}}} = 0$$

$$(20) \quad \varepsilon_{\text{max}} = \varepsilon_{\text{of}} \left( \frac{1}{V_r m_r} \right)^{1/m_r}$$

$$(21) \quad F_{\text{max}} = A_t E_r \varepsilon_{\text{of}} \left( \frac{1}{V_r m_r e} \right)^{1/m_r} = S_0 \varepsilon_{\text{of}} \left( \frac{1}{V_r m_r e} \right)^{1/m_r}$$

Il n'est pas possible d'établir une relation aussi simple avec les équations (7) ou (10) qui prennent en compte les populations de défauts partiellement concurrentes. Une résolution numérique est alors nécessaire. Pour cela, une simulation en déformation a été effectuée. À chaque

déformation le nombre de fibres cassées est calculé grâce aux équations (7) et (10). Ensuite la force supportée par le fil (figure 7) est déduite grâce à l'équation (18). La rupture correspond au maximum de la force obtenue. Cette simulation permet non seulement de déterminer la rupture du fil brut mais aussi la rupture de la première fibre.

### **3.4 - Distributions des données à rupture des monofilaments et paramètres statistiques des fibres**

Les paramètres statistiques des monofilaments ont été déterminés à partir des essais sur fils bruts [7 - 10] grâce aux deux méthodes simples mises au point par Chi et al. [7].

#### **○ Méthode I :**

La première méthode nécessite que la courbe force - déformation présente une rupture contrôlée au-delà du chargement maximal (figure 4). Le pourcentage de ruptures préliminaires  $\alpha_j$  associé à chaque déformation  $\varepsilon_j$  est déterminé en différents points de la courbe (au moins 20). Les points doivent être choisis de façon à couvrir l'ensemble de l'enregistrement. La courbe enveloppe est utilisée en raison de la présence de petites marches au-delà de la force maximale.

Les valeurs du pourcentage de ruptures préliminaires représentent la probabilité de rupture des monofilaments au sein du fil (équation 8). Les données  $(\varepsilon_j, \alpha_j)$  ainsi obtenues constituent la distribution des déformations à rupture des monofilaments au sein des fils bruts. La même analyse peut être effectuée avec les contraintes. Néanmoins, l'utilisation d'une distribution en déformation permet de s'affranchir de la présence de fibres rompues avant l'essai de traction. Un traitement statistique usuel (la méthode de la régression linéaire ou l'analyse par le maximum de vraisemblance) permet d'accéder aux paramètres statistiques des fibres. Les diverses populations de défauts présentes au sein des monofilaments sont mises en évidence si elles sont naturellement déconvoluées.

En outre, cette analyse permet d'évaluer les propriétés mécaniques des monofilaments. En effet, les valeurs de la contrainte ou de la déformation à rupture pour une probabilité de rupture de 50 % correspondent aux valeurs moyennes des propriétés des fibres. Cette

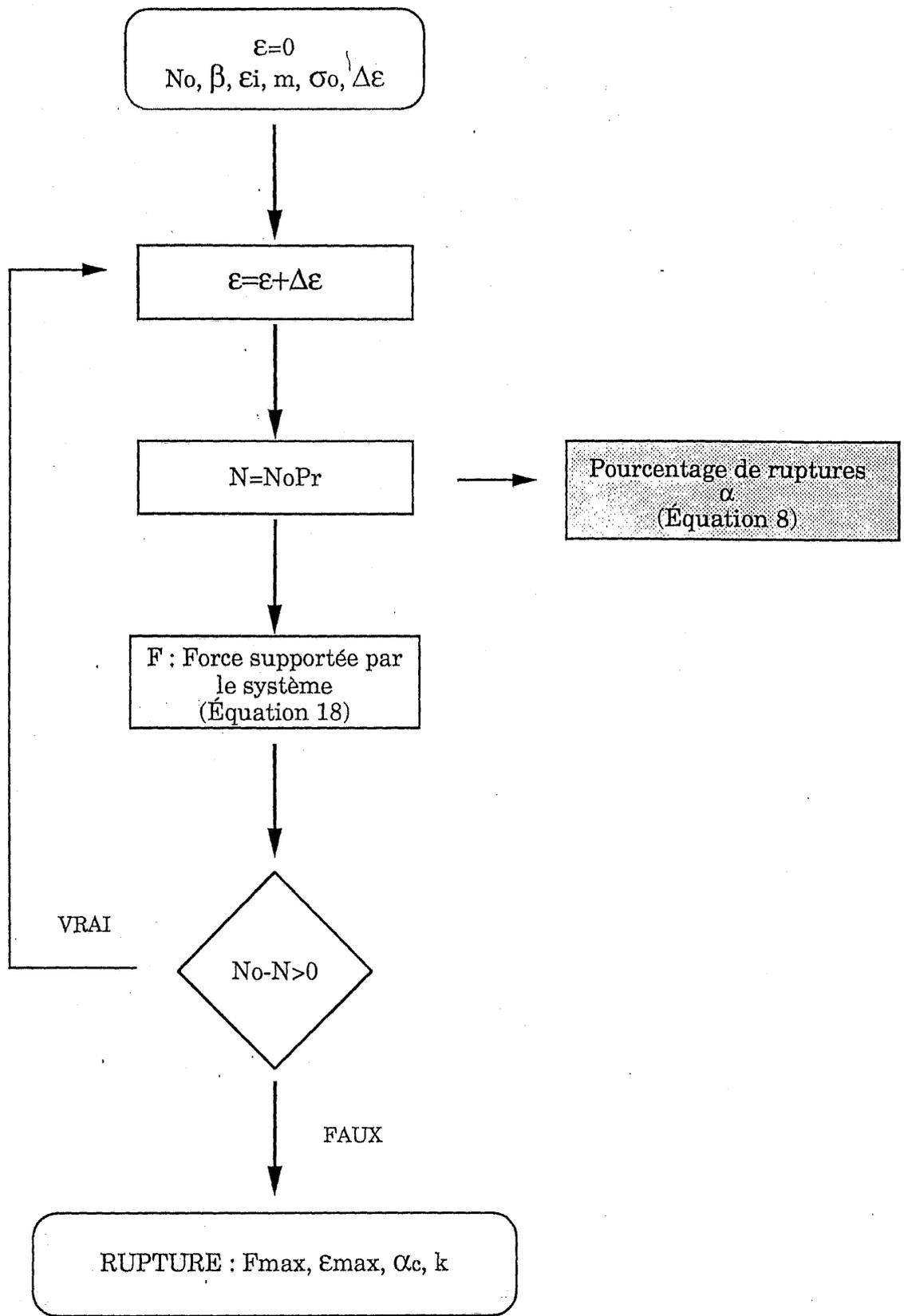


Fig. 7 : Schéma de l'algorithme de la simulation numérique de la rupture des fils bruts

démarche est très intéressante car elle permet à partir d'un seul essai sur fil d'obtenir l'ensemble de la distribution des monofilaments.

### ○ Méthode II :

La deuxième méthode est fondée sur la relation entre le maximum de charge et les paramètres statistiques des fibres. Elle suppose l'existence d'une seule population de défauts au sein des fibres. Les relations (20) et (21) conduisent aux expressions suivantes :

$$(22) \quad m_f = \frac{1}{\ln \frac{\epsilon_{\max} S_0}{F_{\max}}} \quad \sigma_{0f} = E_f \epsilon_{\max} (V_f m_f)^{1/m_f}$$

L'inconvénient de cette méthode est qu'elle ne permet pas de différencier les divers types de défauts à l'origine de la rupture. De plus, si l'on suppose que les données à rupture des fibres suivent une loi de Weibull, cette hypothèse ne peut être vérifiée.

Les mesures des rayons miroirs des fibres au sein des fils permettent d'obtenir la distribution des contraintes à ruptures des monofilaments au sein du fil. Le traitement statistique des contraintes à rupture ainsi obtenues fournit alors les paramètres statistiques caractéristiques de la rupture des fibres. Cette analyse est tributaire, pour le calcul du facteur de normalisation  $\sigma_0$ , de la valeur de la constante A. Les distributions des contraintes à rupture ont été déterminées à l'aide de l'estimateur  $P_i = \frac{i-0,5}{n}$  où i est le rang associé à chaque donnée après classement par ordre croissant.

### 3.5 - Fonction de distribution des contraintes à rupture du fil

La rupture du fil n'obéit pas au concept du lien le plus faible. Par conséquent, la statistique de Weibull ne sera pas utilisée. J. Lamon [19], en assimilant la rupture du fil à la rupture fragile des  $N_0(1-\alpha_c)$  fibres critiques considère qu'il suit une loi de Weibull. Cette hypothèse suppose une rupture brutale au-delà du chargement maximal. Cette analyse ne sera pas effectuée ici car dans certains cas, les courbes force-déformation montrent qu'au-delà

de la charge maximale, la rupture n'est pas instantanée (figures 3 et 4). Conformément à l'analyse de Daniels [1] qui a démontré que le comportement d'un ensemble de N fibres tend de manière asymptotique vers une loi normale, une loi normale a été considérée. La densité est de la forme :

$$(23) \quad f(x) = \frac{1}{\mu\sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(\sigma - \bar{\sigma})^2}{2\mu^2}\right]$$

$\bar{\sigma}$  et  $\mu$  sont les premiers moments de la distribution, en effet  $\bar{\sigma}$  est la moyenne et  $\mu$  l'écart type de la distribution expérimentale.

## 4 - RÉSULTATS ET DISCUSSION

### 4.1 - Principaux résultats

Les principaux résultats obtenus sont résumés par le tableau 2. Comme on pouvait s'y attendre la déformation des fils au point maximal de chargement est inférieure à celle des monofilaments. Ce résultat s'explique par les faibles pourcentages de ruptures préliminaires de fibres ( $\alpha_c = 17\%$ ) qui dictent le point maximal.

Le module d'Young du fil de carbure de silicium est légèrement inférieur (10%) à celui obtenu pour des monofilaments testés individuellement en traction ( $E_f = 200$  GPa). Cette différence peut être attribuée à la présence de fibres rompues avant l'essai. L'équation (1) conduit à un taux  $\gamma$  de ruptures de fibres avant essai de 10%. Par conséquent, les contraintes à ruptures ont été calculées :

(i) soit en négligeant les ruptures initiales de fibres, cette valeur sera notée  $\sigma_{m1}^1$ ,

(ii) soit en tenant compte de la présence de 10 % de fibres rompues avant l'essai de traction, la valeur ainsi obtenue sera notée  $\sigma_{m1}^2$ .

La contrainte moyenne à rupture du fil brut, déterminée au point de chargement maximal, est très inférieure à celle des monofilaments (tableau 3). Ne disposant pas de donnée expérimentale pour la contrainte à rupture

Longueur de jauge (mm)	F <sub>max</sub> (N)	ε <sub>max</sub> (%)	Force à rupture de la première fibre (N)	Module d'Young du fil brut E <sub>fil brut</sub> (GPa)	Pourcentage critique de ruptures préliminaires (α <sub>c</sub> ) Méthode A	Déformation moyenne à rupture des monofilaments (%)
75	77 (8)*	0,68 (0,06)	25 (6)	179 (12)	17,1 (3,76)	0,84 <sup>(1)</sup> (0,19)
100	75 (9,41)	0,64 (0,05)	22 (5,3)	181 (14)	16 (3,2)	0,79 <sup>(2)</sup>

(1) valeur expérimentale obtenues par essais de traction sur monofilaments

(2) valeur estimée par la relation 24 appliquée aux déformations en considérant seule la population de défauts intrinsèques

**Tableau 2 - Valeurs moyennes des résultats expérimentaux des essais de traction effectués sur des fils bruts constitués de fibres de Carbure de Silicium NLM 202.**

(\* Écart type)

Longueur de jauge (mm)	Contrainte à rupture des fibres unitaires $\sigma_f$ (MPa)	CV (fibres) (%)	Contrainte à rupture du fil brut (MPa)		CV (fil brut) (%)
			$\sigma_{f1}^1$ (MPa)	$\sigma_{f1}^2$ (MPa)	
75	1773(1) (466)*	26	1152 (179)	1266 (179)	15
100	1681(2)		1060 (134)	1218 (134)	12

(1) valeur expérimentale

(2) valeur estimée par la relation (24) en considérant seule la population de défauts de nature intrinsèque

**Tableau 3 - Valeurs expérimentales des contraintes à rupture des monofilaments et des fils (\* Écart type) mesurées en traction**

d'une fibre d'une longueur de 100 mm, celle ci a été évaluée à l'aide de la relation suivante :

$$(24) \quad \sigma_2 = \sigma_1 \left( \frac{L_{f1}}{L_{f2}} \right)^{1/m_r}$$

où  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  sont respectivement les contraintes à rupture des fibres de longueur  $L_{f1}$ ,  $L_{f2}$ .

La réduction de la contrainte à rupture par rapport à celle du monofilament est de 36 % si l'on néglige la présence de fibres initialement rompues. Elle est de 29 % si l'on intègre les fibres cassées avant l'essai. Cette réduction résulte du mécanisme de rupture des fils qui implique des ruptures individuelles de fibres. La rupture se produit pour un taux faible de 17 % de fibres rompues. Le coefficient de variation (CV) exprimé en pourcentage est défini par le rapport des deux premiers moments de la distribution (rapport de l'écart type et de la valeur moyenne). Le coefficient de variation associé à la rupture des fils est réduit de moitié (tableau 3) par rapport à celui des monofilaments. Par la loi des grands nombres, la dispersion d'un fil brut tendrait vers zéro si N augmentait indéfiniment.

La figure 8 - A représente l'évolution de la contrainte à rupture du fil brut avec le pourcentage critique de ruptures préliminaires  $\alpha_c$ . Aucune corrélation nette n'apparaît. Il en est de même avec la déformation à rupture (figure 8-B).

L'effet de volume est relativement faible sur la contrainte à rupture des fils. La diminution de contrainte est de l'ordre de 4 - 8 % selon que l'on tient compte ou non des ruptures initiales de fibres. Elle est comparable à celle calculée pour les monofilaments grâce à l'équation (24) déduite de l'équation de Weibull. Ce résultat confirme que le pourcentage de rupture  $\alpha$  est peu influencé par la longueur de jauge comme le montre le tableau 4, pour les longueurs de 75 et 100 mm que nous avons examinées. En appliquant la relation (17) on démontre que :

$$(25) \quad \frac{\sigma_2^{\text{fil brut}}}{\sigma_1^{\text{fil brut}}} = \frac{\sigma_2^f}{\sigma_1^f} = \text{cste} \quad \forall P \quad \Rightarrow \alpha = \text{cste}$$

Des réductions semblables ont été obtenues par Helmer [10]. Cependant d'après ses résultats, l'évolution de la contrainte à rupture est plus marquée aux faibles longueurs de jauge. Une augmentation de la longueur de jauge de 50 mm à 100 mm est suivie d'une réduction de la contrainte de 17,6 % alors que la réduction obtenue est seulement de 8,54 % lorsque la longueur de jauge évolue de 100 à 200 mm.

#### 4.2 - Pourcentage de fibres cassées lors de l'essai de traction

La valeur moyenne du pourcentage critique  $\alpha_c$  de ruptures préliminaires déterminé expérimentalement (méthode A) est voisin de 16 - 17 % pour les deux longueurs de jauge testées (tableau 4). L'écart type associé est relativement faible (figure 8 et tableau 4). La valeur critique de  $\alpha_c$  varie entre 10 et 25 %.  $\alpha_c$  est peu sensible à la longueur de jauge du fil. Le pourcentage de ruptures préliminaires semble donc être une valeur caractéristique du matériau.

La détermination théorique du nombre de fibres cassées, en tenant compte des populations de défauts présentes dans les fibres de carbure de silicium, a permis d'estimer le pourcentage critique de ruptures préliminaires (méthode B), en considérant les diverses populations de défauts identifiées au sein des fibres dans la référence 6 :

- (1) une population **unimodale de défauts non différenciés** répartis dans le volume (équation 6) ;
- (2) **deux populations de défauts partiellement concurrentes** situées dans le volume de l'échantillon : les défauts extrinsèques sont de plus grande sévérité que les défauts intrinsèques (équation 7) ;
- (3) en raison de la faible quantité de défauts extrinsèques, ils sont négligés et **seuls les défauts intrinsèques** sont pris en compte (équation 6).

La nécessité de différencier les populations de défauts est confirmée. En effet, la valeur moyenne de  $\alpha_c$  obtenue en tenant compte d'une seule population de défauts non différenciée, est largement surestimée (tableau 4). Par contre, dans l'hypothèse d'une population bimodale constituée de défauts intrinsèques et extrinsèques, on observe une bonne corrélation entre les calculs et les données expérimentales. De plus, l'estimation de  $\alpha_c$  est satisfaisante lorsqu'on ne considère que les défauts intrinsèques. De même, l'utilisation de l'expression de Coleman (méthode D) conduit à une

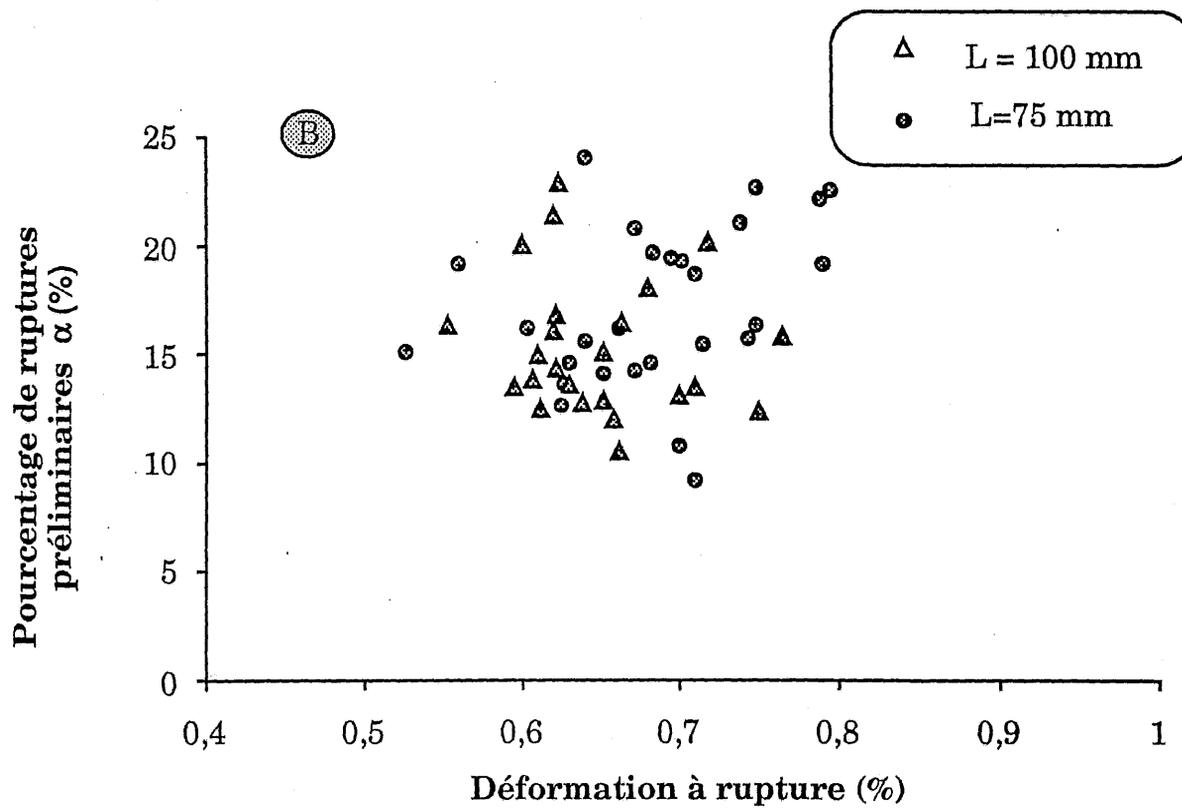
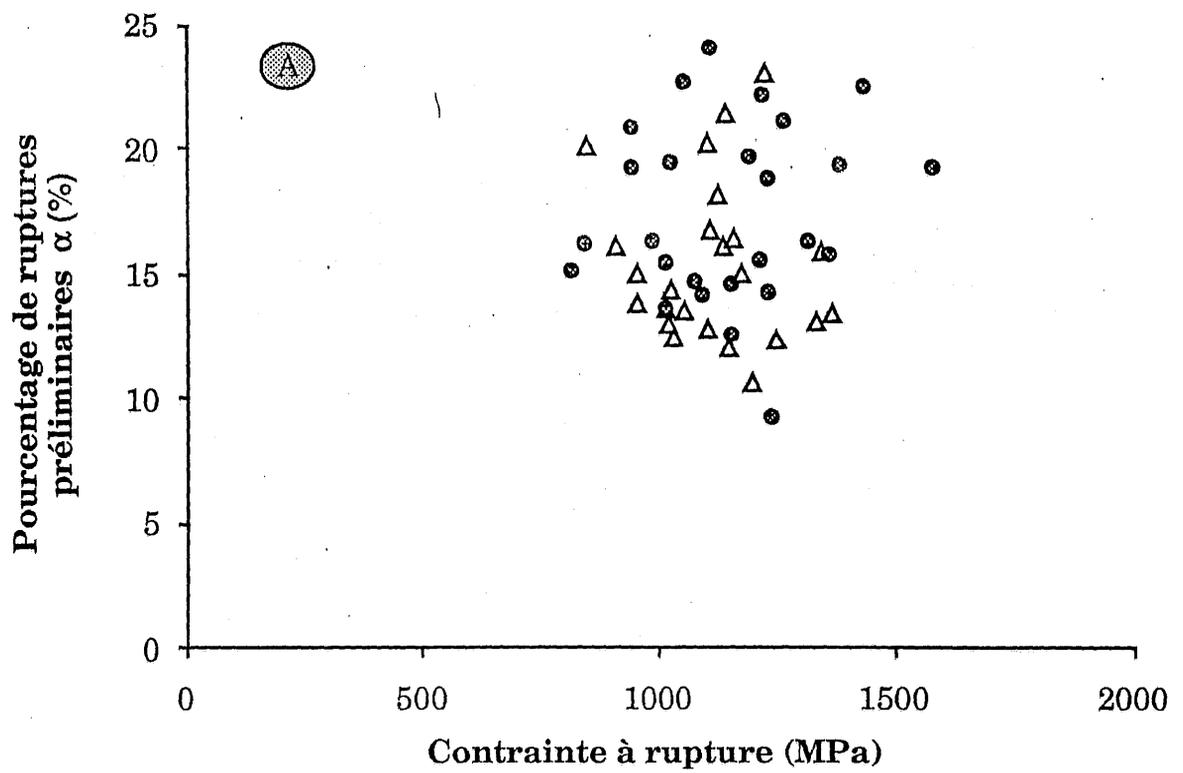


Fig. 8 : Évolution de la contrainte à rupture (A) et de la déformation (B) avec le pourcentage de ruptures préliminaires

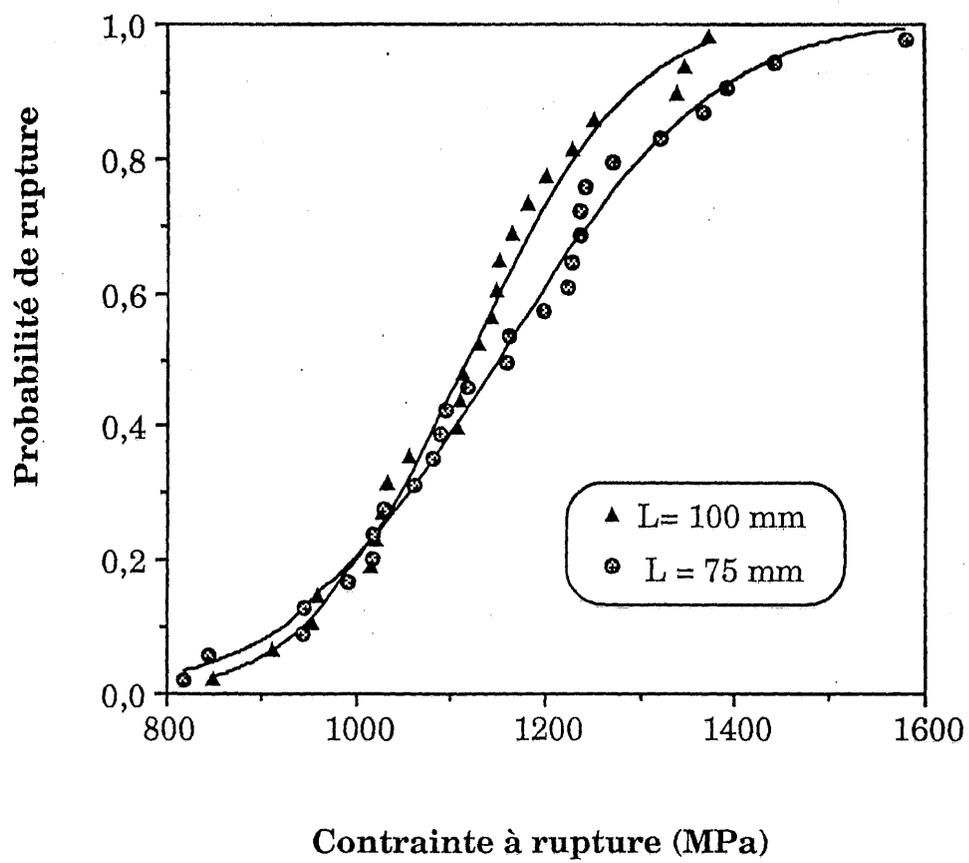
Longueur de jauge (mm)	$\alpha$ expérimentale (%) (Méthode A)	$\alpha$ (%) (Méthode B)			$\alpha$ (%) (Méthode C)	$\alpha$ (%) (Méthode D)
75	17,1 (3,76)*	25,2 <sup>(1)</sup>	18 <sup>(2)</sup>	17,2 <sup>(3)</sup>	14	16,9 <sup>(3)</sup>
100	16 (3,2)	25,2	18,2	17,4	/	16,9

(1) population uni-modale (défauts non différenciés)

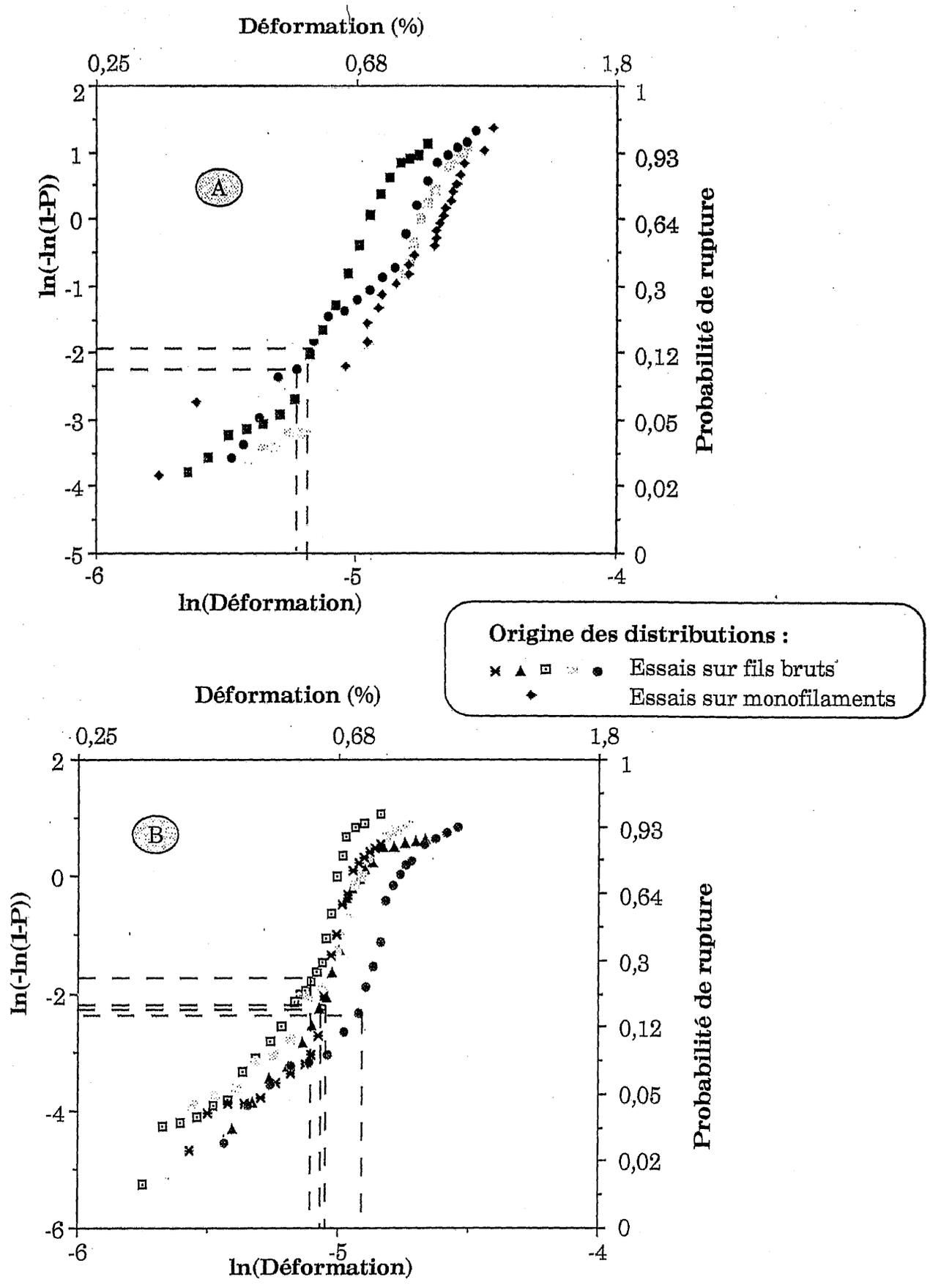
(2) population bi-modale : défauts intrinsèques et extrinsèques partiellement concurrents

(3) population uni-modale : défauts intrinsèques

**Tableau 4 - Valeurs moyennes du pourcentage critique de ruptures préliminaires. (\* Écart type)**



**Fig 9 : Distributions expérimentales et distributions normales correspondantes des contraintes à rupture des fils bruts**



**Fig. 10 : Distributions des déformations à rupture des monofilaments issues des essais sur fils bruts, A) L = 75 mm, B) L = 100 mm**

appréciation satisfaisante de  $\alpha_c$  en considérant uniquement les défauts intrinsèques. Par ailleurs, les valeurs de  $\alpha_c$  obtenues à partir de la distribution des monofilaments (méthode C) sont légèrement inférieures aux valeurs expérimentales. Cette différence peut s'expliquer par l'existence de fibres surtendues au sein du fil réduisant ainsi les déformations à rupture du monofilament particulier qui contrôle la force maximale. Ceci a pour effet de déplacer la distribution des déformations à rupture vers les faibles valeurs et donc de diminuer les valeurs de  $\alpha_c$ . Cette analyse n'a pu être effectuée que pour la longueur de jauge de 75 mm, en raison de l'absence de données expérimentales pour la longueur de jauge de 100 mm.

#### 4.3 - Distribution des contraintes à rupture du fil

L'analyse est effectuée sur les contraintes à rupture en négligeant la présence des fibres rompues avant l'essai. Les paramètres utilisés pour la Loi Normale sont déterminés par la "méthode des moments", ils correspondent aux deux premiers moments de la distribution expérimentale (la moyenne et l'écart type). La distribution empirique met en évidence un effet de volume (figure 9). La figure 9 montre également la qualité de l'ajustement. Les coefficients d'Anderson - Darling sont respectivement de 0,25 et 0,21 pour les longueurs de jauge de 75 mm et 100 mm. Les valeurs données dans les tables pour un risque d'erreur de 5 % sont 1,321 pour la limite supérieure et 0,208 pour la limite inférieure (annexe 6). La convergence vers la normalité est vérifiée. Considérant que la distribution suit une loi de Weibull, les coefficients d'Anderson-Darling sont 0,64 pour la longueur de jauge de 75 mm et 0,75 pour la longueur de 100 mm, montrant que la qualité de l'ajustement d'une statistique de Weibull est significativement moindre que celle d'une Loi normale. Les paramètres statistiques obtenus étaient  $m_t = 7,82$ ,  $\sigma_0 = 106,36 \text{ MPam}^{(3/m_t)}$  pour la longueur de jauge de 75 mm et  $m_t = 10,16$ ,  $\sigma_0 = 182,25 \text{ MPam}^{(3/m_t)}$  pour la longueur de 100 mm.

#### 4.4 - Distribution des contraintes à ruptures des monofilaments et évaluation des paramètres statistiques.

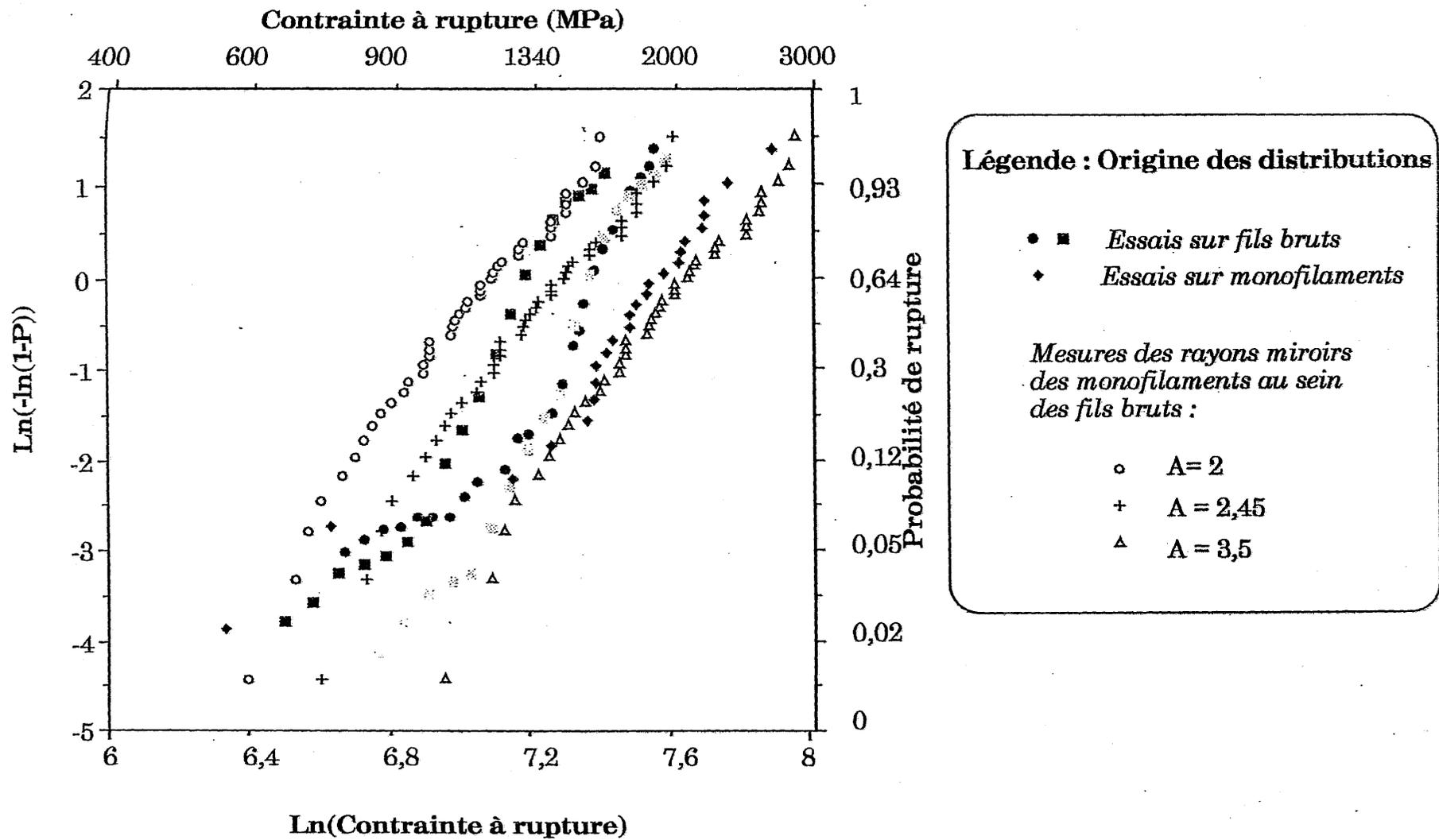
Les distributions des déformations à ruptures obtenues en appliquant la méthode I fondée sur l'analyse de l'ensemble de la courbe force - déformation sont représentées à la figure 10 pour les deux longueurs de jauge (75 et 100 mm). La figure 11 représente les distributions de contraintes

à rupture obtenues pour la longueur de jauge de 75 mm. Les distributions des contraintes à rupture déduites des mesures des rayons miroirs des fibres au sein des fils sont représentées à la figure 11. Les distributions en déformations ou en contraintes à rupture pour la longueur de jauge de 75 mm, provenant de l'analyse des essais de traction sur fils, sont comparables avec les résultats fournis par les essais de traction sur monofilaments. Cependant quelle que soit la longueur de jauge, une certaine dispersion est observée entre les distributions obtenues à partir de fils différents suggérant que les distributions de données à rupture des fibres diffèrent d'un fil à l'autre. Ces disparités seraient à l'origine de la dispersion des contraintes à rupture des fils.

Les représentations sous forme loglog des distributions ne sont pas linéaires mais sont constituées, pour la plupart, de trois parties distinctes qui pourraient être attribuées à la présence de plusieurs populations de défauts n'apparaissant pas sur la distribution des contraintes dérivées de la mesure des rayons des miroirs des faciès de rupture des fibres (figure 11). Par ailleurs, ces changements de pente se produisent dans les zones où l'évaluation de  $\alpha$  peut être entachée d'erreur. Des effets dynamiques précipitent les ruptures de fibres et donc affectent les ruptures préliminaires de fibres. Ils sont moindres au début et à la fin du processus séquentiel de ruptures. La différenciation des familles de données n'a pas été effectuée car elles ne semblent pas correspondre à des populations distinctes de défauts.

Les distributions de contraintes à rupture obtenues par la mesure des rayons miroirs sont différentes (figure 11) selon les valeurs de A. Pour une valeur proche de  $3,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , la distribution coïncide avec celle obtenue à partir des essais de traction sur monofilaments, elle s'en éloigne pour les valeurs de A plus faibles proches de  $2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Il est important de signaler que les mesures des rayons des miroirs de rupture des fibres ont été effectuées dans un fil qui n'avait pas présenté une rupture contrôlée. Les faciès des fibres sont constitués de faciès lisses et de faciès miroirs. Selon l'origine attribuée à la formation du faciès lisse, deux mécanismes de ruptures des fils peuvent être envisagés correspondant à des valeurs différentes de A :

(1) les faciès lisses sont caractéristiques de la rupture instable de fibres se produisant au-delà du maximum alors que les faciès miroirs correspondent à une rupture stable initiée par un défaut. Les distributions



**Fig. 11 : Distribution des contraintes à ruptures des monofilaments d'une longueur de jauge de 75 mm**

obtenues ne peuvent alors coïncider avec les distributions des monofilaments. En effet, si la rupture est brutale au-delà d'un certain taux de fibres cassées supérieur ou égal à  $\alpha_c$  conformément à la figure 3, la distribution évaluée à l'aide des mesures de miroirs ne représente pas la distribution des monofilaments mais seulement la partie des ruptures préliminaires de fibres. Les contraintes à rupture doivent varier dans un intervalle borné par  $\alpha_c$ . L'emploi des faibles valeurs de A (2 MPa $\sqrt{m}$ ) corrobore cette hypothèse.

(2) les faciès lisses sont en réalité des grands miroirs correspondant aux très faibles contraintes ( $\sigma < 500 - 800$  MPa). Les faciès miroirs seraient alors associés aux contraintes plus élevées. Même les ruptures de fibres lors des ruptures "en cascade" seraient caractérisées par la formation d'un miroir. La distribution doit alors être voisine de celle obtenue pour les monofilaments. Effectivement, les distributions obtenues pour des valeurs de A comprises entre 2,45 et 3,5 MPa $\sqrt{m}$  sont comparables aux distributions obtenues par analyse de la courbe enveloppe des essais sur fils SiC.

La distribution déterminée à partir des mesures des rayons miroirs permet d'évaluer les paramètres statistiques (tableau 5). Seul  $\sigma_0$  dépend bien entendu de A. La comparaison de  $\sigma_0$  avec les valeurs obtenues à partir des contraintes de rupture mesurées en traction semble plaider en faveur de la seconde hypothèse.

Le tableau 5 résume les paramètres statistiques obtenus par les méthodes I et II et par les mesures de miroirs. Les paramètres statistiques évalués soit par la méthode II (équation 22) en supposant la présence d'une seule population de défauts au sein du fil soit à partir des mesures de miroirs sont proches des paramètres caractéristiques des défauts intrinsèques (tableau 5) obtenus par les essais sur monofilaments (tableau 1). En particulier on notera que c'est pour la valeur de A = 3,5 MPa $\sqrt{m}$  que  $\sigma_0$  obtenu à partir des miroirs de rupture est comparable aux facteurs d'échelle dérivés des contraintes à rupture des fils (tableau 5) ou des monofilaments (tableau 1) mesurés en traction. Des résultats moins satisfaisants sont obtenus pour la longueur de jauge de 100 mm. Les paramètres statistiques ont des valeurs plus élevées que pour la longueur de jauge de 75 mm, surtout pour ceux obtenus par la méthode I. L'origine de cette dispersion n'a pas été clairement élucidée.

Les distributions des données à rupture des monofilaments déterminées par la méthode I ont permis d'estimer des caractéristiques moyennes à rupture des monofilaments pour une probabilité de 50 %. Les valeurs obtenues sont reportées au tableau 6. La contrainte à rupture a été calculée en considérant soit que les ruptures de fibres avant l'essai de traction étaient négligeables soit que pour chaque fil, 10 % des fibres étaient initialement rompues.

Les déformations à rupture sont légèrement inférieures mais voisines de celles mesurées sur des monofilaments. Par contre, les contraintes sont significativement inférieures à celles mesurées sur les monofilaments surtout si on néglige l'existence de fibres rompues avant l'essai. La prise en compte des ruptures de fibres avant l'essai de traction conduit à des valeurs proches de celles des monofilaments. La légère réduction des propriétés peut être attribuée aux surtensions ou à l'enchevêtrement des fibres et aux effets dynamiques au-delà de la charge maximale qui accélèrent le processus de rupture.

#### **4.5 - Prévision de la courbe de comportement.**

Les courbes de comportement  $F(\epsilon)$  (figure 12) calculées considérant des populations de défauts partiellement concurrentes (dont les paramètres statistiques sont donnés au tableau 1) et 10 % des fibres initialement rompues sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. Cependant au-delà de la charge maximale, les forces sont surestimées, suggérant la présence d'un processus qui favorise la rupture des fibres tels que des effets dynamiques provoquant la rupture de paquets de fibres. Les effets dynamiques sont moindres dans la phase précédant la charge maximale. Ces résultats indiquent que l'existence de l'un ou l'autre type de courbe n'est pas liée à l'application d'un chargement uniforme ou non uniforme comme Moeller [12] l'a suggéré.

Le tableau 7 montre que les caractéristiques de la rupture des fils au point de charge maximale, sont en excellent accord avec les résultats expérimentaux. L'accord est généralement meilleur lorsqu'on considère les populations de défauts partiellement concurrentes. Toutefois, une appréciation correcte de la rupture est obtenue en négligeant les défauts extrinsèques (tableau 7). En effet, les défauts extrinsèques étant de grande sévérité et peu nombreux, ils ont une action négligeable sur la rupture. Par

Longueur de jauge (mm)	Méthode I ( $m_f$ ; $\sigma_{of}$ )	Méthode II ( $m_f$ ; $\sigma_{of}$ )	Distributions des contraintes à ruptures évaluées par les mesures des rayons miroirs ( $m_f$ ; $\sigma_{of}$ )	
			A = 3,5 Mpa√m	A = 2 Mpa√m
75	(5,86 ; 17,81) (0,5 ; 5,26)	(5,55 ; 19,16) (1,42 ; 9)*	(5,01 ; 14,21)	(5,01 ; 7,9)
100	(7,2 ; 40,48) (0,51 ; 13)	(6 ; 26) (1,32 ; 3)*	/	/

**Tableau 5 - Paramètres statistiques caractéristiques de la rupture des fibres déterminés à partir des distributions résultantes des mesures des rayons miroirs ou en appliquant les méthodes I ou II à l'essai sur fil brut (\* Écart type respectivement sur  $m_f$  et  $\sigma_{of}$ )**

Longueur de jauge (mm)	$\epsilon_{50\%}$ (%)	Contrainte <sub>50%</sub> $\sigma_{fil}^1$ (MPa)	Contrainte <sub>50%</sub> $\sigma_{fil}^2$ (MPa)
75	0,78 (0,078)	1450 (124)	1611 (138)
100	0,71 (0,06)	1294 (133)	1430 (148)

**Tableau 6 : Propriétés des monofilaments évaluées à l'aide des essais de traction sur fils bruts (Méthode I)**

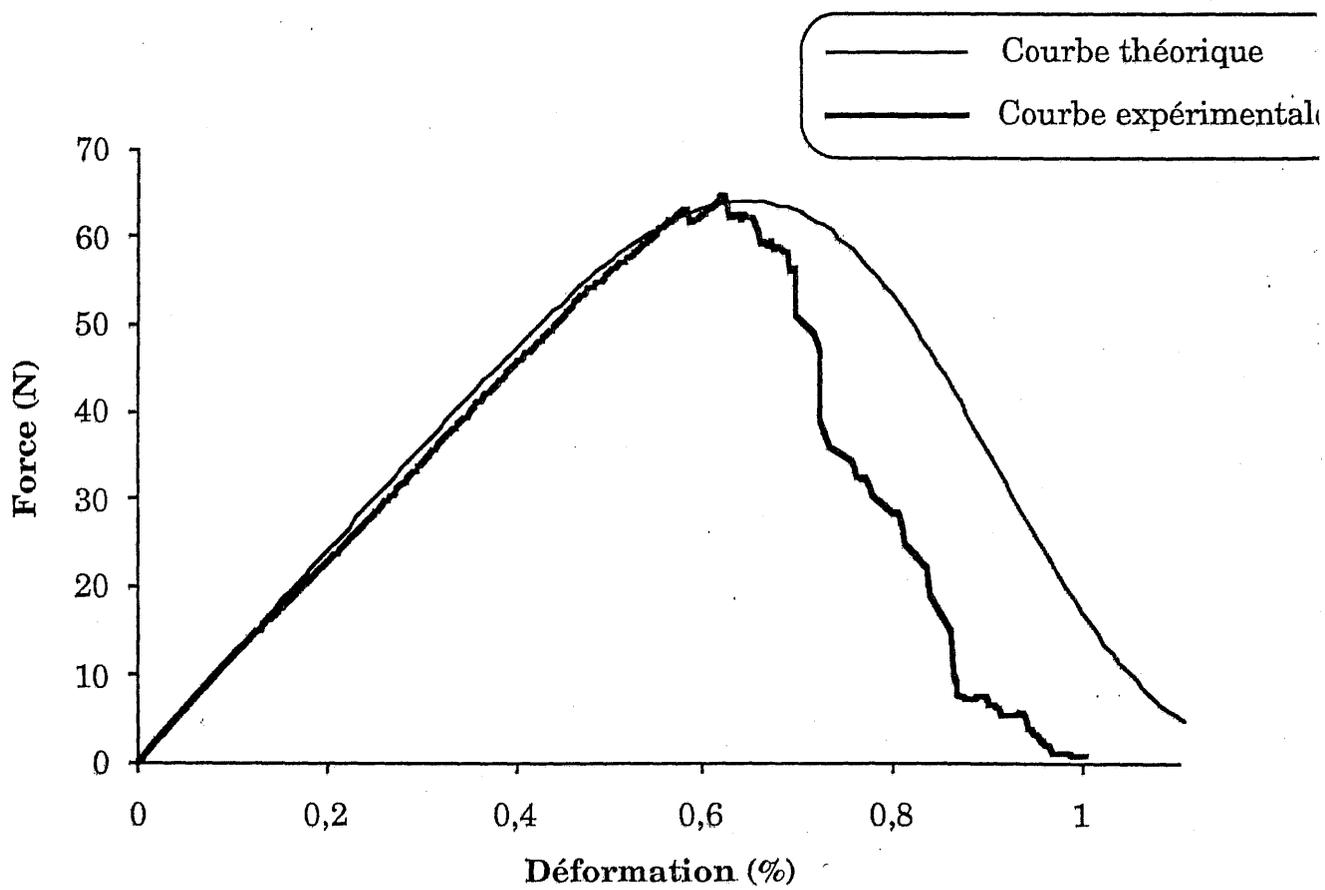
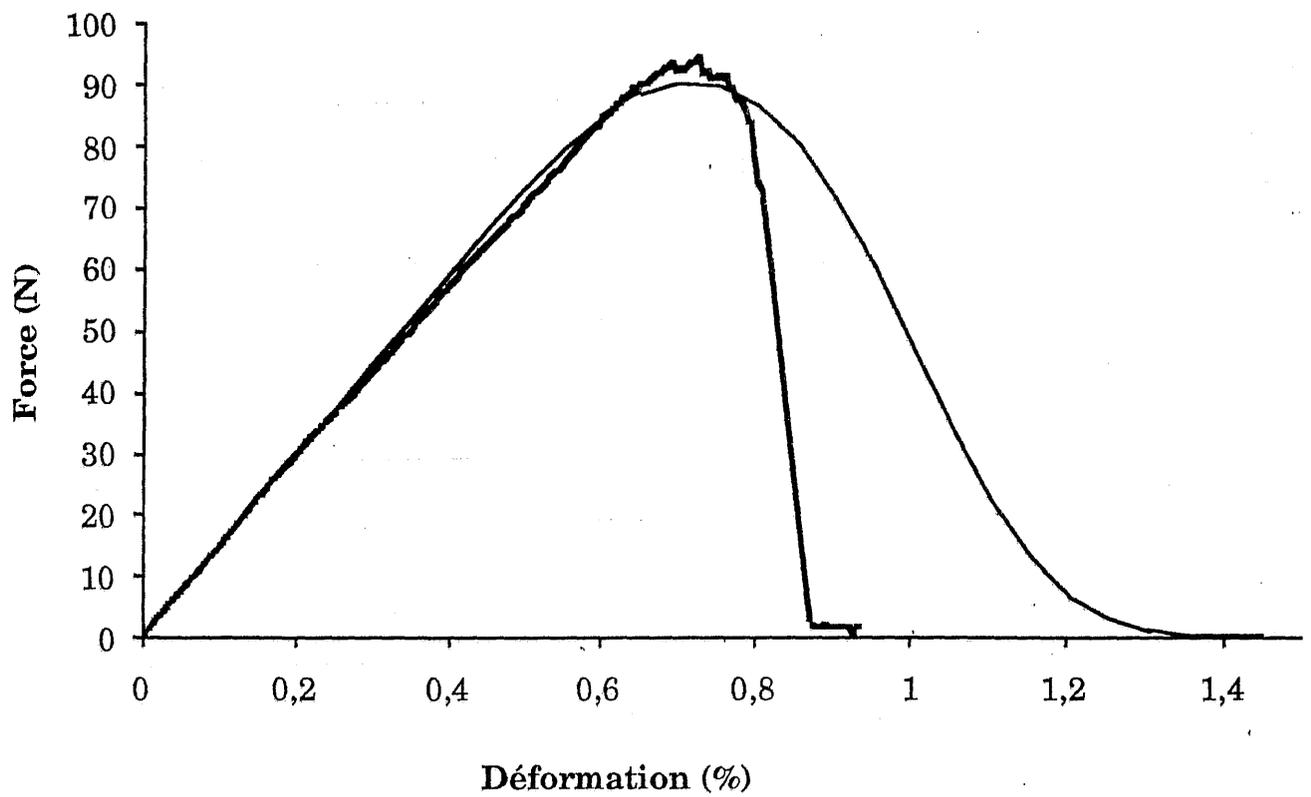


Fig. 12 : Comparaison entre les courbes expérimentales et théoriques

	L = 75 mm				L = 100 mm			
	F max (N)	$\epsilon$ max (%)	$\sigma$ max (MPa)	$k_c$	F max (N)	$\epsilon$ max (%)	$\sigma$ max (MPa)	$k_c$
Résultats expérimentaux	77	0,68	$\sigma_{fl}^1$ 1152 $\sigma_{fl}^2$ 1266	1,20	75	0,64	$\sigma_{fl}^1$ 1060 $\sigma_{fl}^2$ 1218	1,19
(1) Population uni - modale : (défauts non différenciés)	71,33	0,66	1188	1,33	65,65	0,60	1097	1,33
(2) Population bi - modale partiellement concurrentes	81,84	0,68	1229	1,21	77,9	0,64	1167	1,22
(3) Population uni - modale : défauts intrinsèques	82,46	0,68	1232	1,20	79,03	0,65	1181	1,21
Relation de Coleman : défauts intrinsèques			1103	1,2(1)			1045	1,2(1)

(1) la relation de Coleman :  $k_c = \exp(m_f^{-1})$

Tableau 7 - Résultats de la simulation de la rupture des fils de fibres de carbure de silicium.

Longueur de jauge (mm)	Contrainte théorique de rupture de la première fibre (MPa)			Contrainte expérimentale : 0 % de fibres initialement rompues (MPa)	Contrainte expérimentale : 10 % de fibres initialement rompues (MPa)
	(1)	(2)	(3)		
75	285	329	503	312	346
100	263	305	477	285	316

(1) population uni-modale (défauts non différenciés)

(2) population bi-modale : défauts intrinsèques, et extrinsèques partiellement concurrents

(3) population uni-modale : défauts intrinsèques

**Tableau 8 - Valeurs expérimentales et théoriques de la contrainte à rupture de la première fibre.**

contre, ils sont responsables des premières ruptures de fibres. Le tableau 8 montre que les contraintes de rupture des premières fibres sont en excellent accord avec les résultats expérimentaux, à condition que l'on considère la présence de populations bimodales partiellement concurrentes de défauts et 10 % de fibres initialement rompues. Il est intéressant de noter que les faciès de rupture de ces premières ruptures de fibres seraient lisses quelle que soit la valeur de  $A$ . En effet, un rapide calcul (équation 2) montre que le rayon miroir associé à ces premières ruptures de fibres serait supérieur au rayon de la fibre. L'utilisation d'une double distribution alourdit de manière considérable les calculs. Cependant la notion de la double distribution est nécessaire pour la compréhension des processus de rupture.

Le facteur de surcharge critique est voisin de 1,2. En outre, l'évaluation de la rupture par les relations de Coleman en supposant une seule population de défauts intrinsèques est satisfaisante (tableau 7).

#### 4.6 - Influence de divers facteurs

##### 4.6.1 - La longueur de jauge

La rupture des fils de carbure de silicium a été calculée à différentes longueurs de jauge, à l'aide, d'une part, de la relation de Coleman (équation 17), la contrainte à rupture des monofilaments aux différentes longueurs de jauge étant donnée par l'équation (24) pour une seule population de défaut et, d'autre part, à l'aide de l'équation (18), pour des défauts intrinsèques (équation (6)) et pour des populations de défauts partiellement concurrentes (équation (7)). Les surtensions ont été négligées. Le pourcentage de défauts extrinsèques est de 10 %.

Les graphes de la figure 13 représentent l'évolution de la contrainte à rupture et du pourcentage critique  $\alpha_c$  de ruptures préliminaires avec la longueur de jauge. Pour faciliter la lecture des graphes, l'échelle des abscisses est une échelle logarithmique. Les deux calculs donnent des résultats identiques pour la contrainte à rupture. Cependant, le pourcentage de ruptures préliminaires semble évoluer avec la longueur de jauge, sa valeur croît de 16,6 % à 24,7 % lorsque la longueur de jauge passe de 5 microns à 5000 mm si l'on considère les deux populations de défauts. Plus la longueur de jauge est grande, plus les fibres sont sensibles aux défauts extrinsèques. En effet, cette évolution n'est pas observée si on les néglige. Le

facteur de surcharge critique évolue légèrement avec une augmentation de la longueur de jauge si l'on tient compte de la présence de défauts extrinsèques (figure 14). Il suit la même évolution que le pourcentage de ruptures préliminaires. De même, la surcharge critique croît lorsque la longueur de jauge diminue.

#### ***4.6.2 - Le nombre de filaments***

L'influence du nombre de fibres au sein du fil a été analysée pour un fil d'une longueur de 75 mm, en considérant l'existence des deux populations de défauts, la proportion de défauts extrinsèques est de 10 %. La présence de fibres surtendues est négligée.

La figure 15 représente l'évolution de la déformation à rupture en fonction du nombre de filaments alors que la figure 16 montre l'évolution du pourcentage de ruptures préliminaires et de la contrainte à rupture du fil avec le nombre de filaments. L'échelle des abscisses est une échelle logarithmique. Une modification du nombre de fibres est sans effet sur la déformation à rupture, la contrainte à rupture et le pourcentage critique de ruptures préliminaires tant que le nombre de fibres reste supérieur à 10. En-deçà de cette valeur le pourcentage de ruptures préliminaires ainsi que la contrainte et la déformation à rupture augmentent de façon considérable. La déformation et la contrainte à rupture se rapprochent des valeurs de la fibre unitaire. "L'effet fil" caractérisé par une réduction importante des propriétés à rupture du fil par rapport au monofilament n'est pas modifié par une évolution du nombre de fibres tant que celui-ci reste supérieur à 10. L'évolution du facteur de surcharge est semblable (figure 17). Plus le pourcentage de ruptures préliminaires est important plus le facteur de surcharge critique est élevé (figure 18). Il semble qu'une augmentation du nombre de fibres n'influence pas les propriétés du fil. Par ailleurs, plus le nombre de fibres est faible, plus on se rapproche des propriétés de la fibre unitaire. Le pourcentage critique de ruptures préliminaires caractéristique de la rupture des fils ne dépend pas du nombre de fibres tant que celui-ci reste supérieur à 10 mais seulement des propriétés de celles-ci.

#### ***4.6.3 - Les populations de défauts***

Une simulation du comportement du fil est effectuée de façon à déterminer la sensibilité de la rupture aux défauts extrinsèques. L'analyse

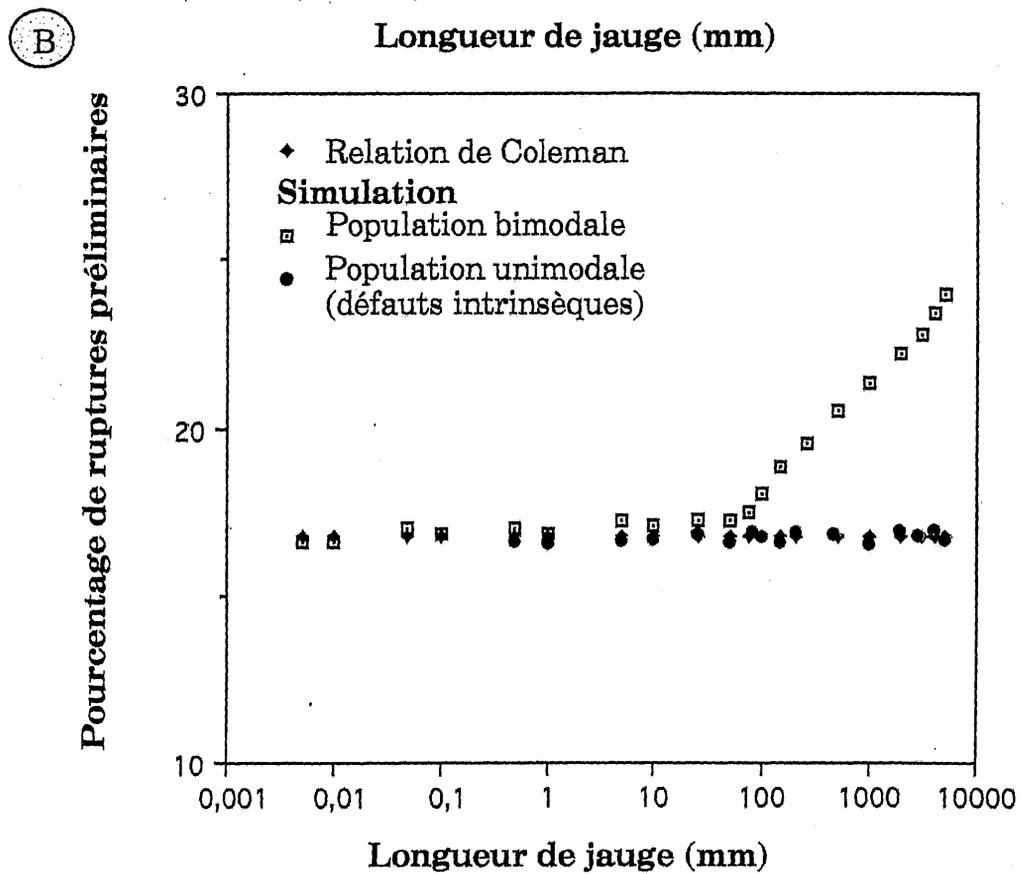
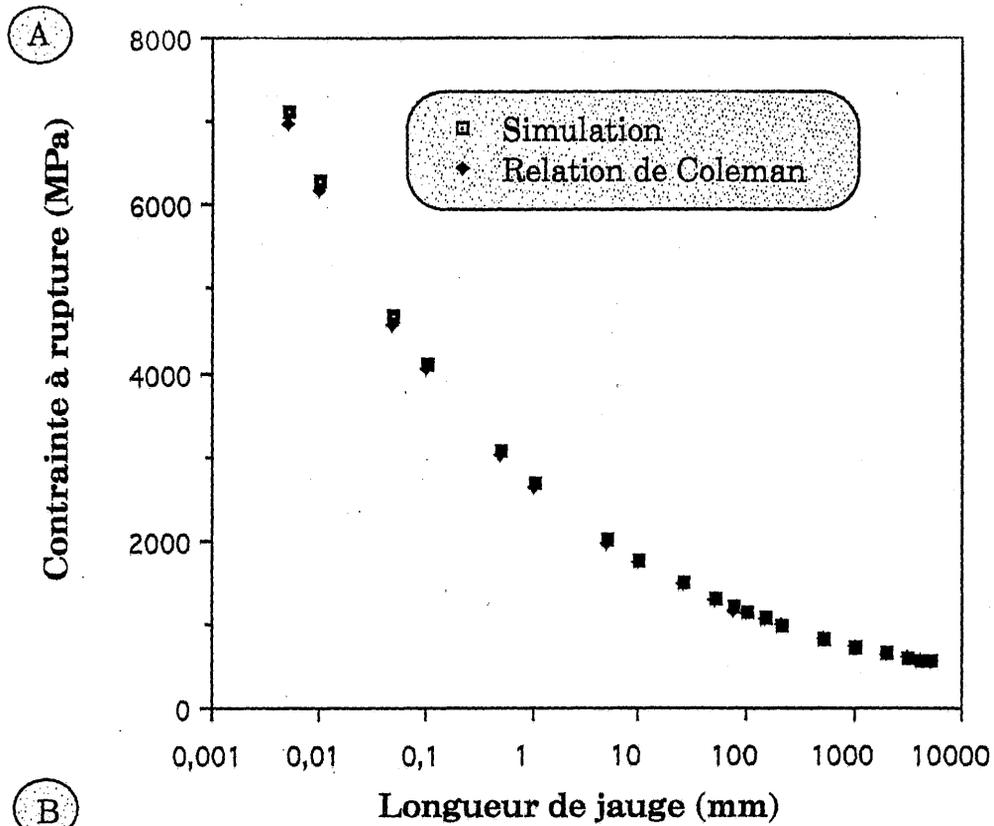
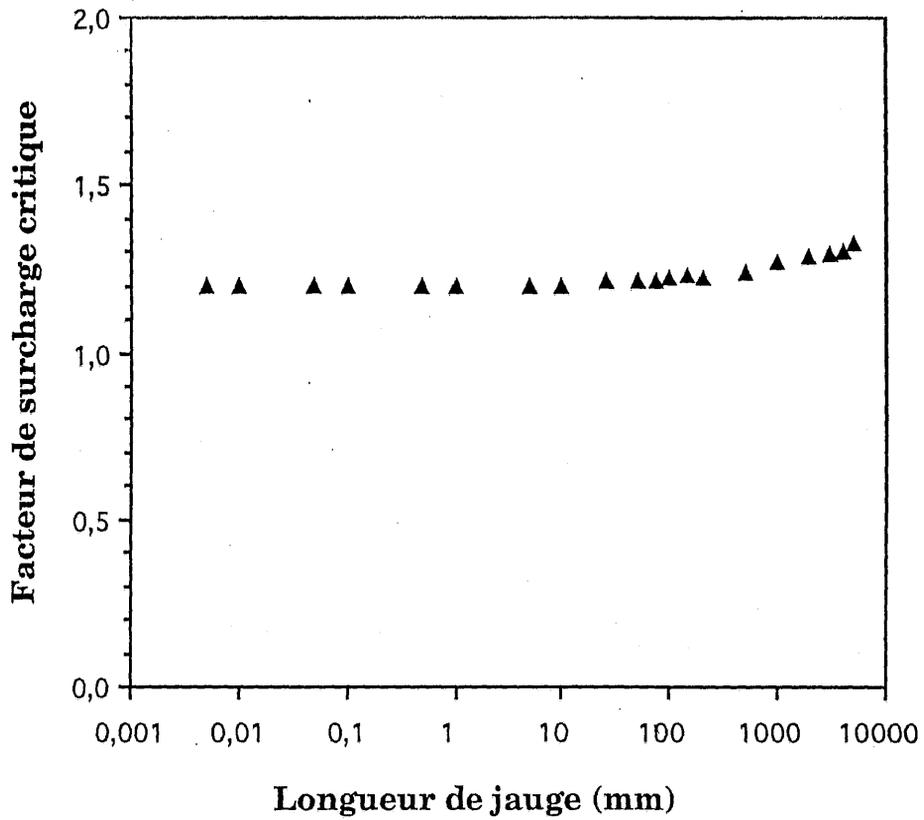


Fig. 13 : Évolution de la contrainte à rupture du fil brut (A) et du pourcentage de ruptures préliminaires (B) en fonction de la longueur de jauge ( $N=500$ ,  $\pi_2=10\%$ ,  $\beta=0\%$ )

A



B

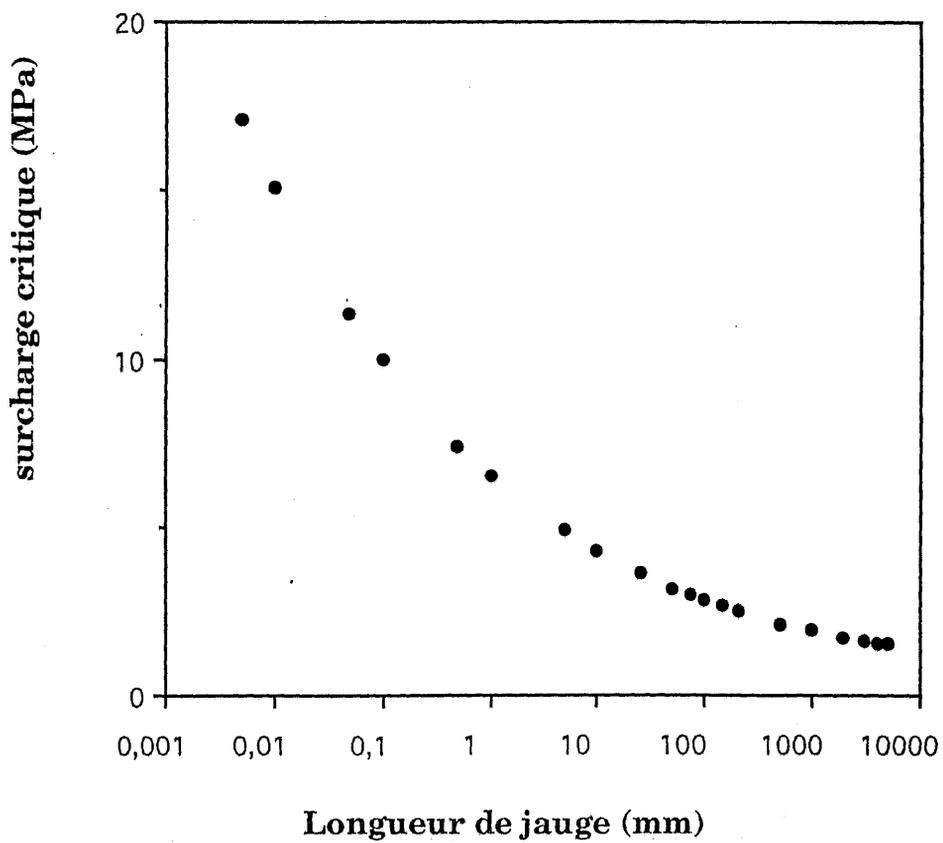


Fig. 14 : Influence de la longueur de jauge sur le facteur de surcharge (a) et la surcharge critique (b) à l'instabilité ( $N=500$ ,  $\pi_2 = 10\%$ ,  $\beta = 0\%$ ).

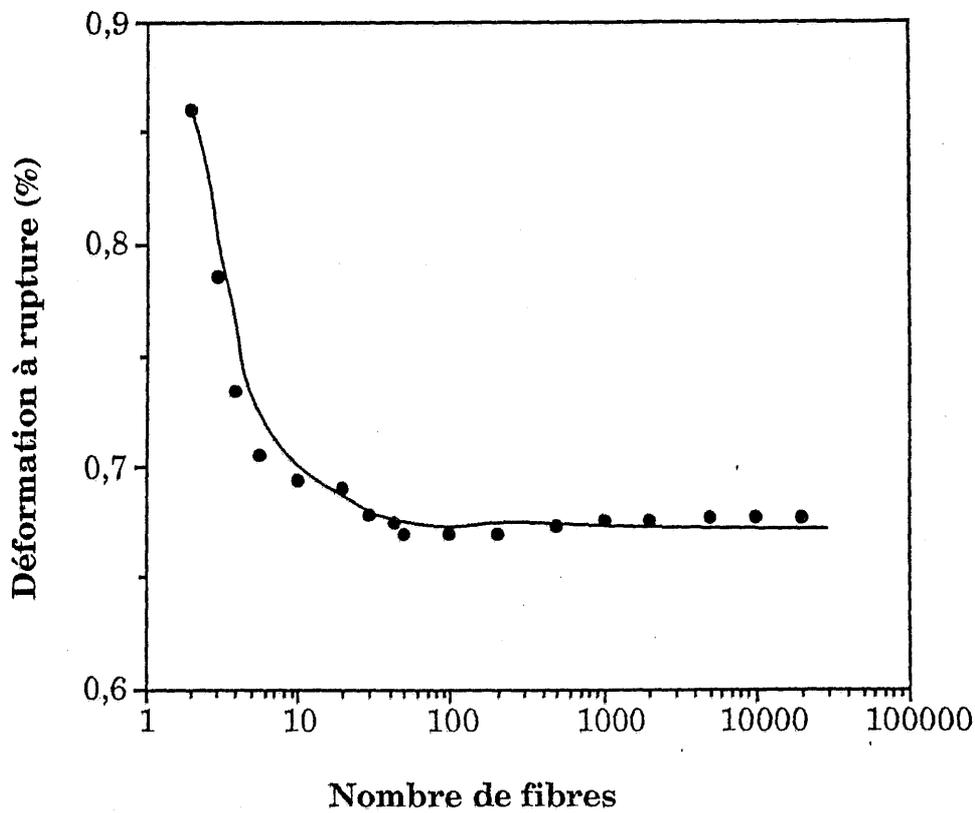


Fig. 15 : Évolution de la déformation à rupture du fil brut en fonction du nombre de fibres  
( $L = 75 \text{ mm}$ ,  $\pi_2 = 10 \%$ ,  $\beta = 0 \%$ )

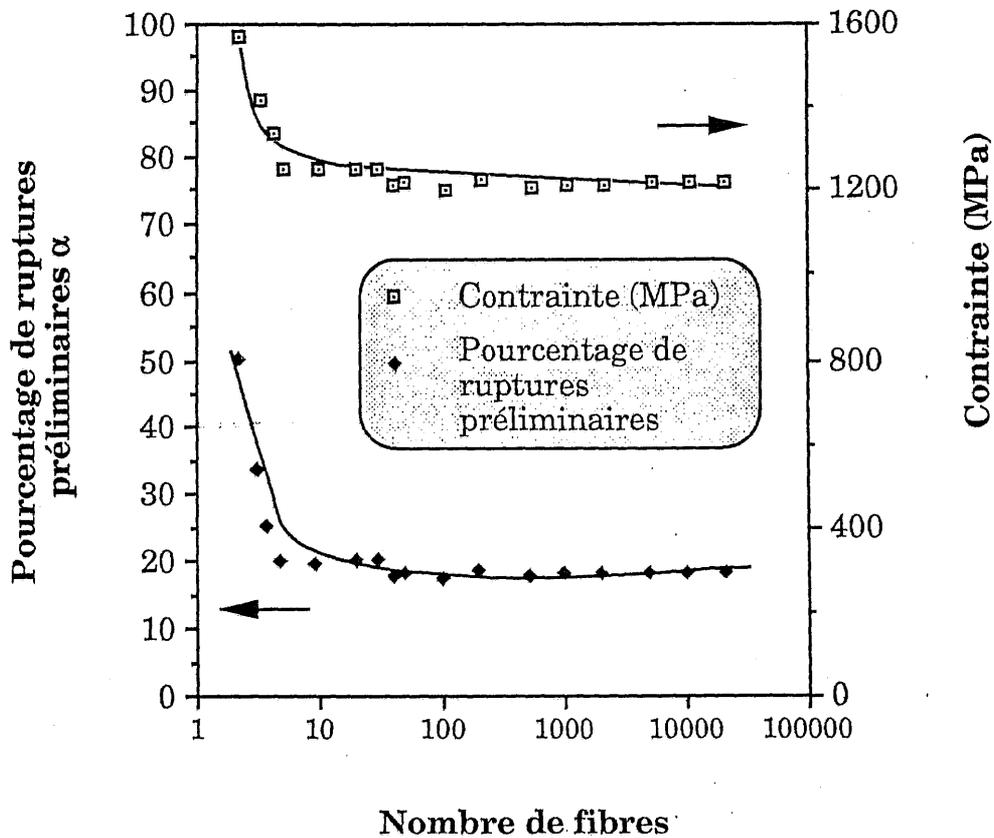


Fig. 16 : Évolution de la contrainte à rupture du fil brut et du pourcentage de ruptures préliminaires en fonction du nombre de fibres  
( $L = 75 \text{ mm}$ ,  $\pi_2 = 10 \%$ ,  $\beta = 0 \%$ )

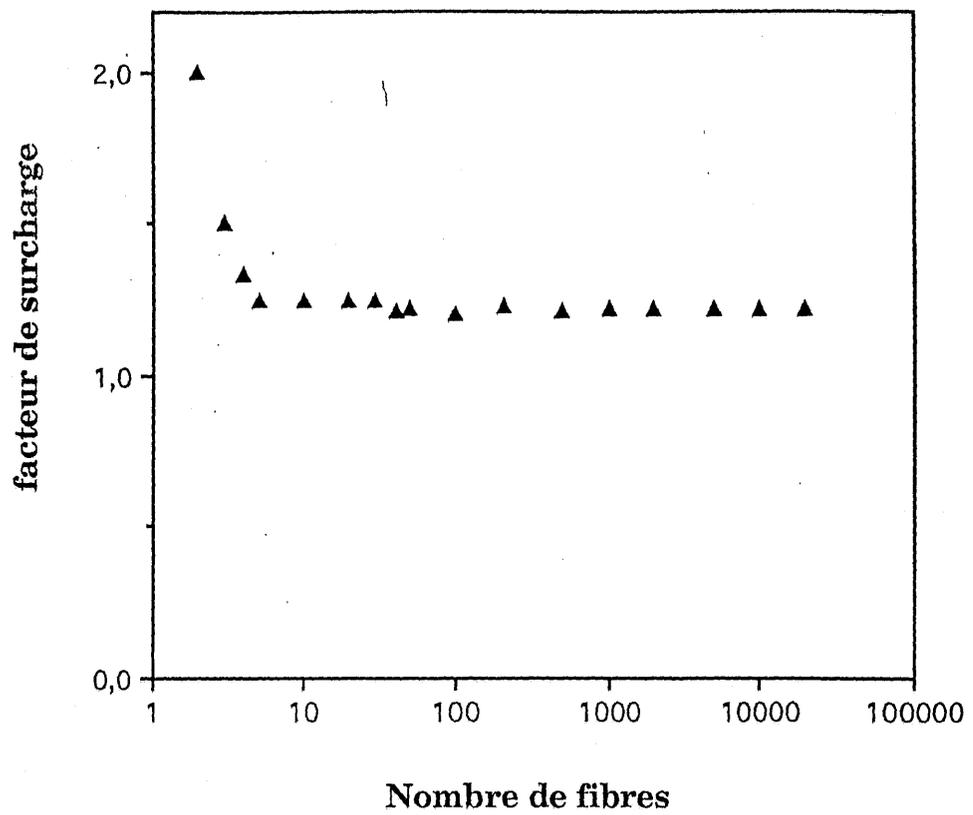


Fig. 17 : Évolution du facteur de surcharge critique en fonction du nombre de fibres dans le fil brut ( $L = 75 \text{ mm}$ ,  $\pi_2 = 10 \%$ ,  $\beta = 0 \%$ )

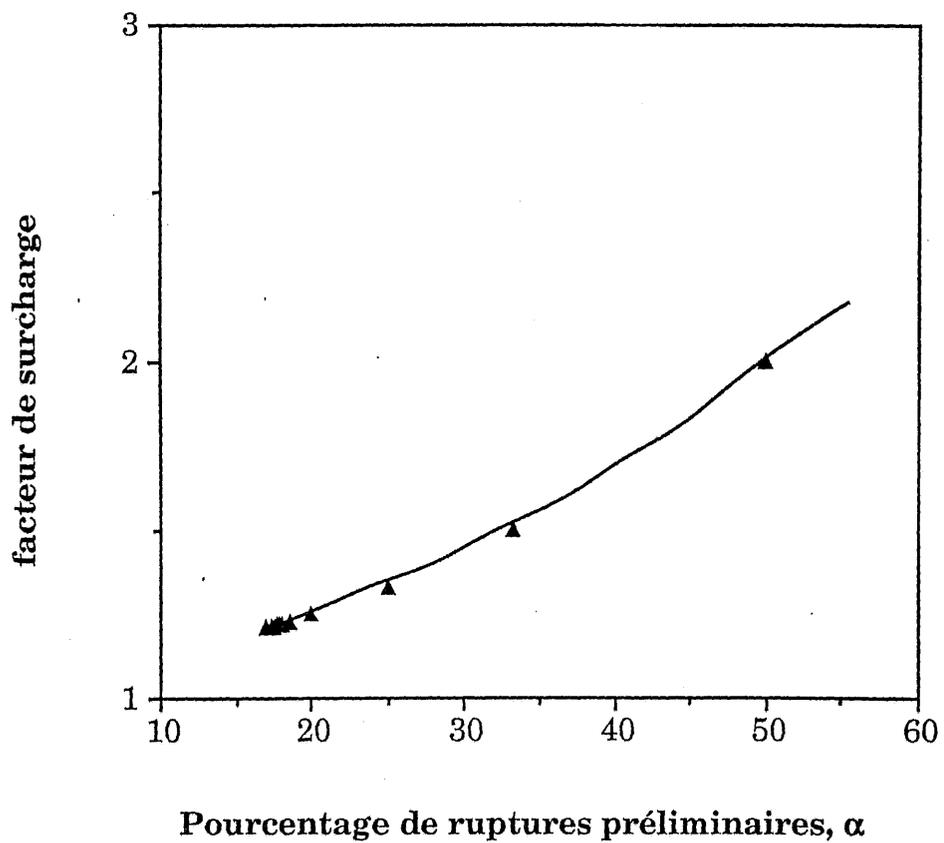


Fig. 18 : Évolution du facteur de surcharge critique en fonction du pourcentage de ruptures préliminaires ( $L = 75 \text{ mm}$ ,  $\pi_2 = 10 \%$ ,  $\beta = 0 \%$ )

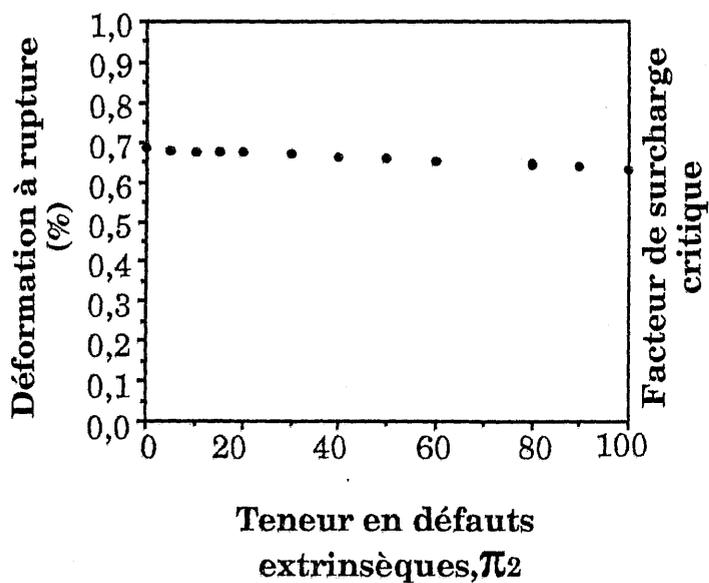


Fig. 19 : Influence de la nature des défauts sur la déformation à rupture des fils bruts ( $L = 75$  mm,  $N = 500$ ,  $\beta = 0$  %)

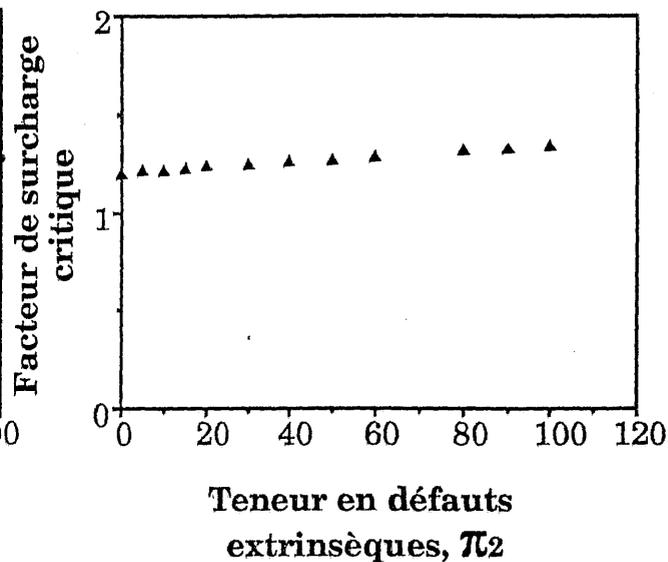


Fig. 21 : Influence de la nature des défauts sur le facteur de surcharge critique des fils bruts ( $L = 75$  mm,  $N = 500$ ,  $\beta = 0$  %)

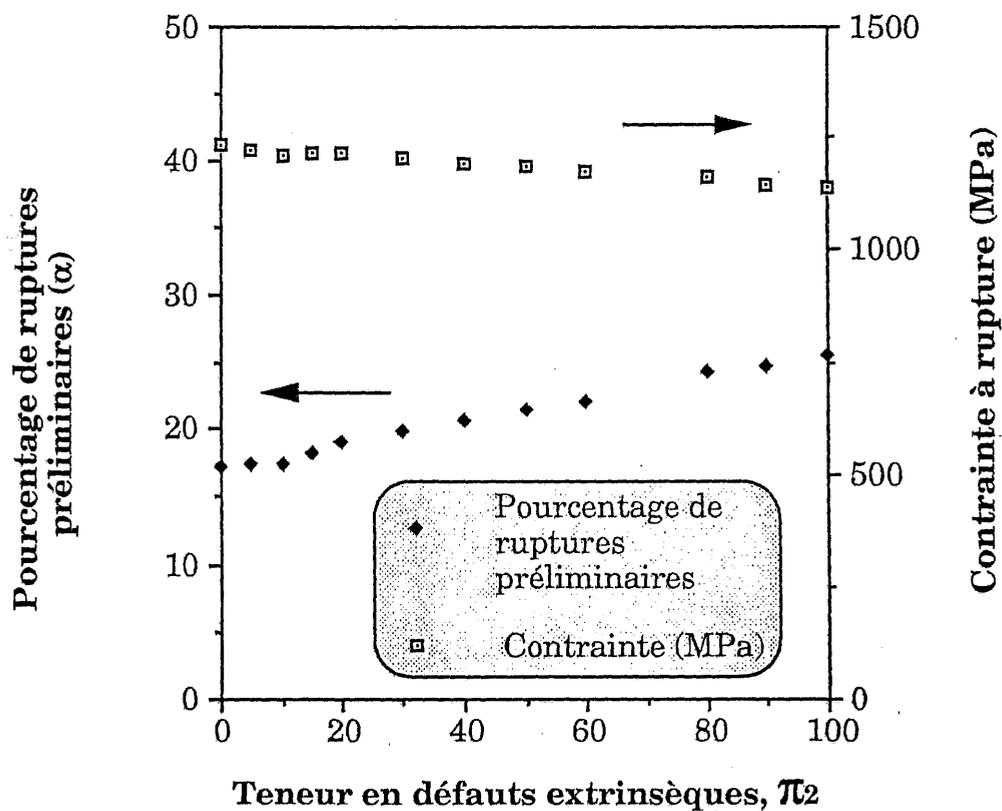


Fig. 20 : Évolution de la contrainte à rupture et du pourcentage de ruptures préliminaires en fonction de la teneur en défauts extrinsèques ( $L = 75$  mm,  $N = 500$ ,  $\beta = 0$  %)

de l'influence de la longueur de jauge a mis en évidence une plus grande sensibilité des grandes longueurs de jauge aux défauts extrinsèques. En effet, plus la longueur de jauge est importante plus la probabilité de rencontrer des défauts extrinsèques est grande. Les fibres sont fragilisées et les ruptures préliminaires de fibres augmentent. Les calculs ont été réalisés pour un fil d'une longueur de jauge de 75 mm et comportant 500 fibres en négligeant la présence de fibres surtendues. La figure 19 représente l'évolution de la déformation à rupture avec le pourcentage de fibres contenant des défauts extrinsèques. Lorsque la proportion de défauts extrinsèques devient importante, la déformation à rupture décroît faiblement (figure 19). Si toutes les fibres contiennent à la fois les défauts extrinsèques et les défauts intrinsèques, les défauts sont devenus concurrents, la déformation à rupture est réduite de 10 %. La contrainte à rupture (figure 20) suit la même évolution, un taux de 100 % cause une réduction de la contrainte de 10 %. Par contre l'évolution du pourcentage de ruptures préliminaires est plus marqué, pour la même évolution du taux de défauts extrinsèques,  $\alpha$  augmente de 45 %. Le facteur de surcharge critique croît avec le taux de défauts extrinsèques (figure 21). Ces résultats sont tout à fait prévisibles, en effet plus la quantité de défauts de grande sévérité augmente, plus le pourcentage de ruptures préliminaires croît et plus le fil est affaibli.

#### 4.6.4 - L'effet des surtensions

Les courbes force - déformation des essais de traction sur fils (figure 3) ne sont pas linéaires pour les faibles déformations. Les fibres de longueurs inégales ne sont pas toutes tendues dès le début de l'essai. Jusqu'à présent, cette surtension a été négligée. Une approche relativement simple, pour appréhender l'influence des surtensions consiste à supposer l'existence d'un certain taux  $\beta$  de fibres soumises à une déformation  $\epsilon_j$ . Les simulations suivantes ont été effectuées pour un fil d'une longueur de jauge de 75 mm constitué de 500 fibres. La teneur en défauts extrinsèques est de 10 %. L'équation (10) permet de calculer en fonction de la déformation du système le nombre de fibres rompues, en tenant compte d'un taux  $\beta$  de fibres surtendues. Les figures 22 et 23 représentent l'évolution de la déformation à rupture du fil, du pourcentage de ruptures préliminaires et de la contrainte à rupture, en fonction de  $\beta$  et pour différentes valeurs de la surtension  $\epsilon_j$ .

Plus la surtension ou le taux de fibres surtendues sont importants,

plus les propriétés à rupture sont réduites. Le pourcentage de ruptures préliminaires augmente avec la surtension. Elle fragilise le fil. Pour des valeurs de  $\beta$  supérieures à 40%, la progression du pourcentage de ruptures préliminaires est moins marquée (figure 23). La figure 24 représente la réduction de la contrainte à rupture du fil en fonction des taux de fibres surtendues. Lors des essais, les surtensions observées lors de la mise en place du système sont inférieures à 0,1%. La valeur moyenne est voisine de 0,05%. Si 50% des fibres sont soumises à une surtension de 0,05% dès le début de l'essai, la réduction de la contrainte est de 2,9% et de 6,4% si la surtension est de 0,1%. L'effet des fibres surtendues semble négligeable pour des surtensions inférieures à 0,1% et pour des taux  $\beta$  inférieurs à 30%. La contrainte à rupture des fils testés en traction ici est réduite d'environ 3 % par les surtensions.

La figure 25 représente la déformation du fil lors de la rupture de la première fibre. Des surtensions trop élevées entraînent des ruptures de fibres lors de la mise en place du système. La figure 26 représente la réduction de la contrainte à rupture en tenant compte de 40% de fibres soumises à une surtension de 0,15% en fonction de la longueur de jauge. Plus la longueur de jauge est grande, plus l'effet des fibres surtendues est important.

#### 4.6.5 - Endommagement des fibres

La simulation de la rupture des fils a été effectuée en considérant une réduction de la contrainte à rupture des monofilaments de façon à représenter une dégradation des fibres pouvant se produire lors de l'élaboration du composite. La dispersion est supposée non modifiée, la valeur du module de Weibull  $m$  reste alors constante. Seul, le facteur de normalisation évolue avec une réduction de la contrainte moyenne selon la relation suivante :

$$(26) \quad \sigma_{of} = \frac{\bar{\sigma}_{\text{fibre}} V^{1/m_f}}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{m_f}\right)}$$

$\bar{\sigma}_{\text{fibre}}$  : Valeur moyenne de la contrainte à rupture des fibres.

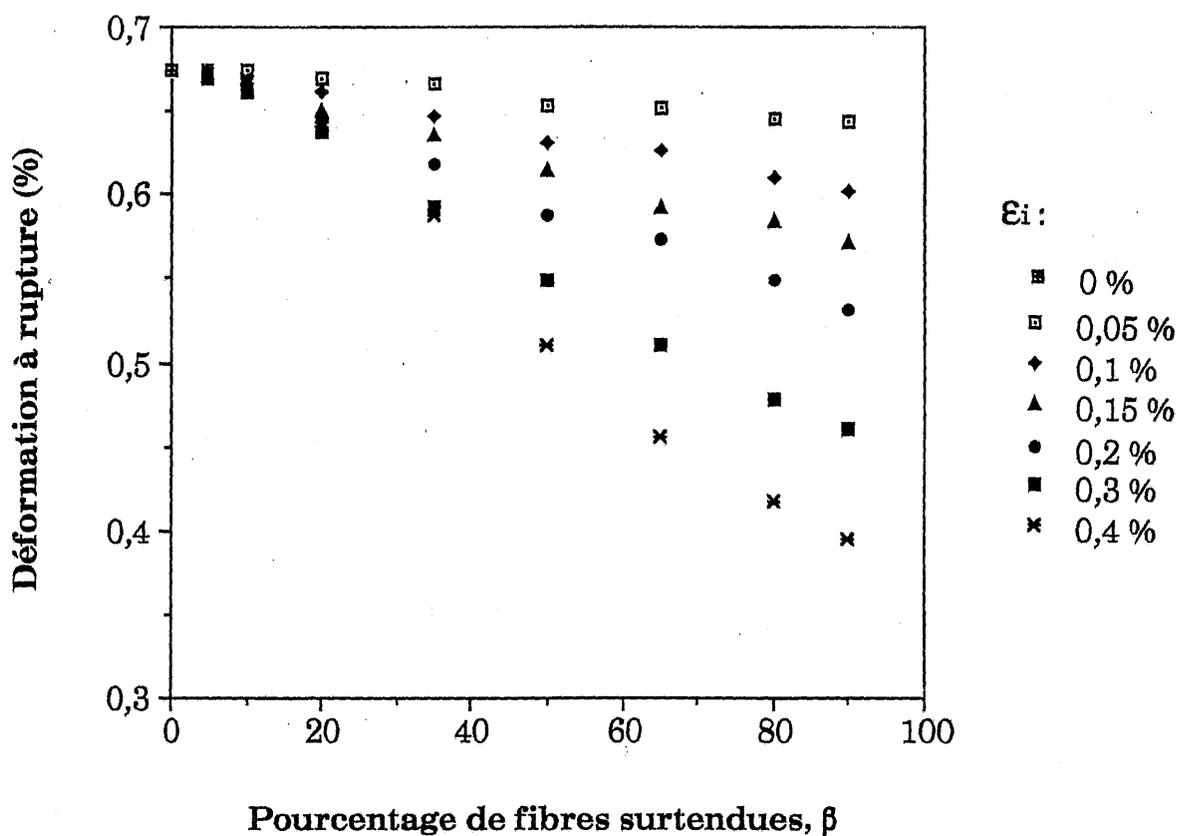
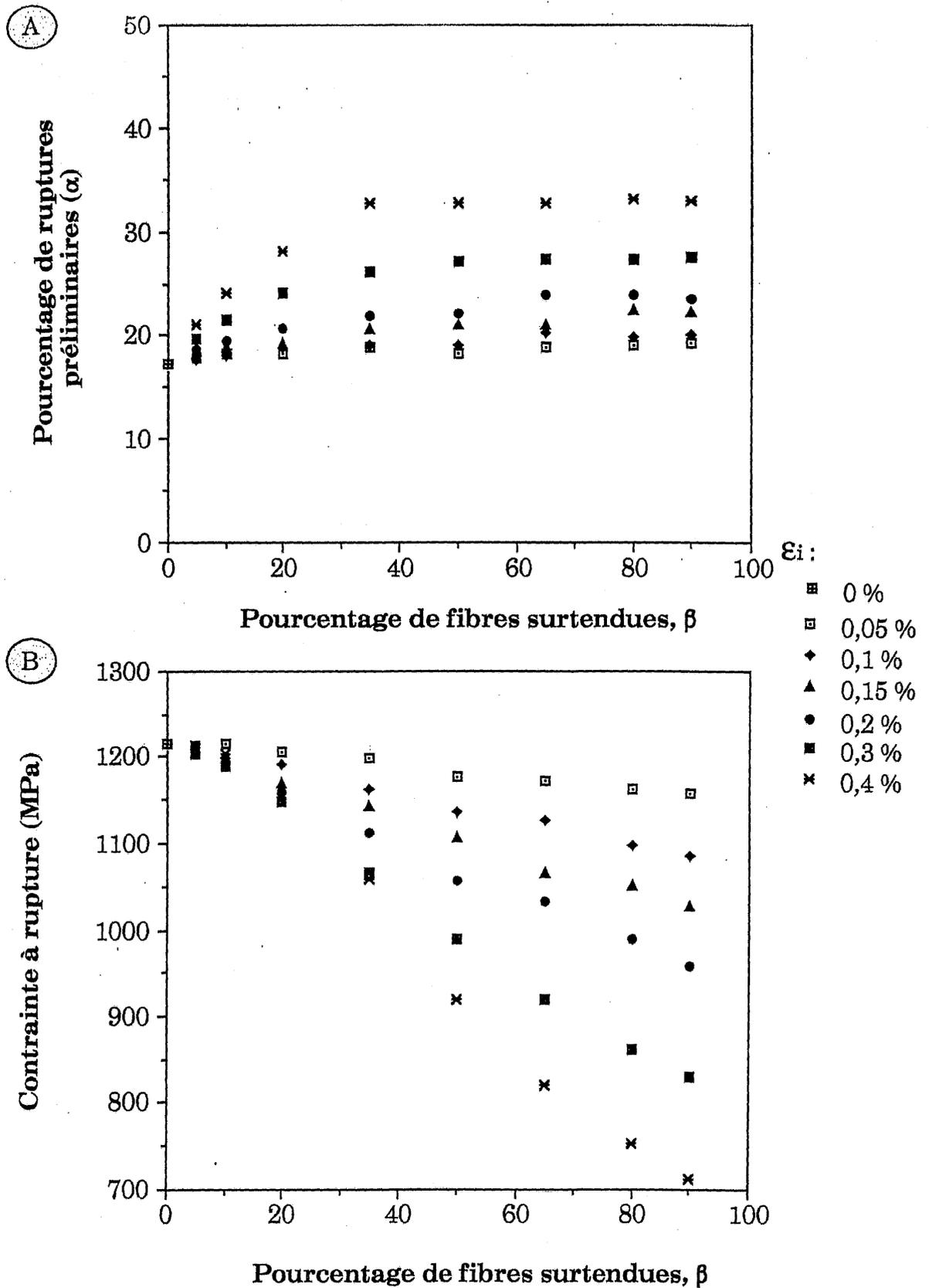


Fig. 22 : Évolution de la déformation à rupture du fil brut en fonction du pourcentage de fibres surtendues et pour différentes valeurs de la surtension ( $N = 500$ ,  $L = 75$  mm,  $\pi_2 = 10\%$ ).



**Fig. 23 : Évolution du pourcentage de ruptures préliminaires (a) et de la contrainte à rupture (b) en fonction du taux de fibres surtendues (N = 500, L = 75 mm,  $\pi_2 = 10\%$ )**

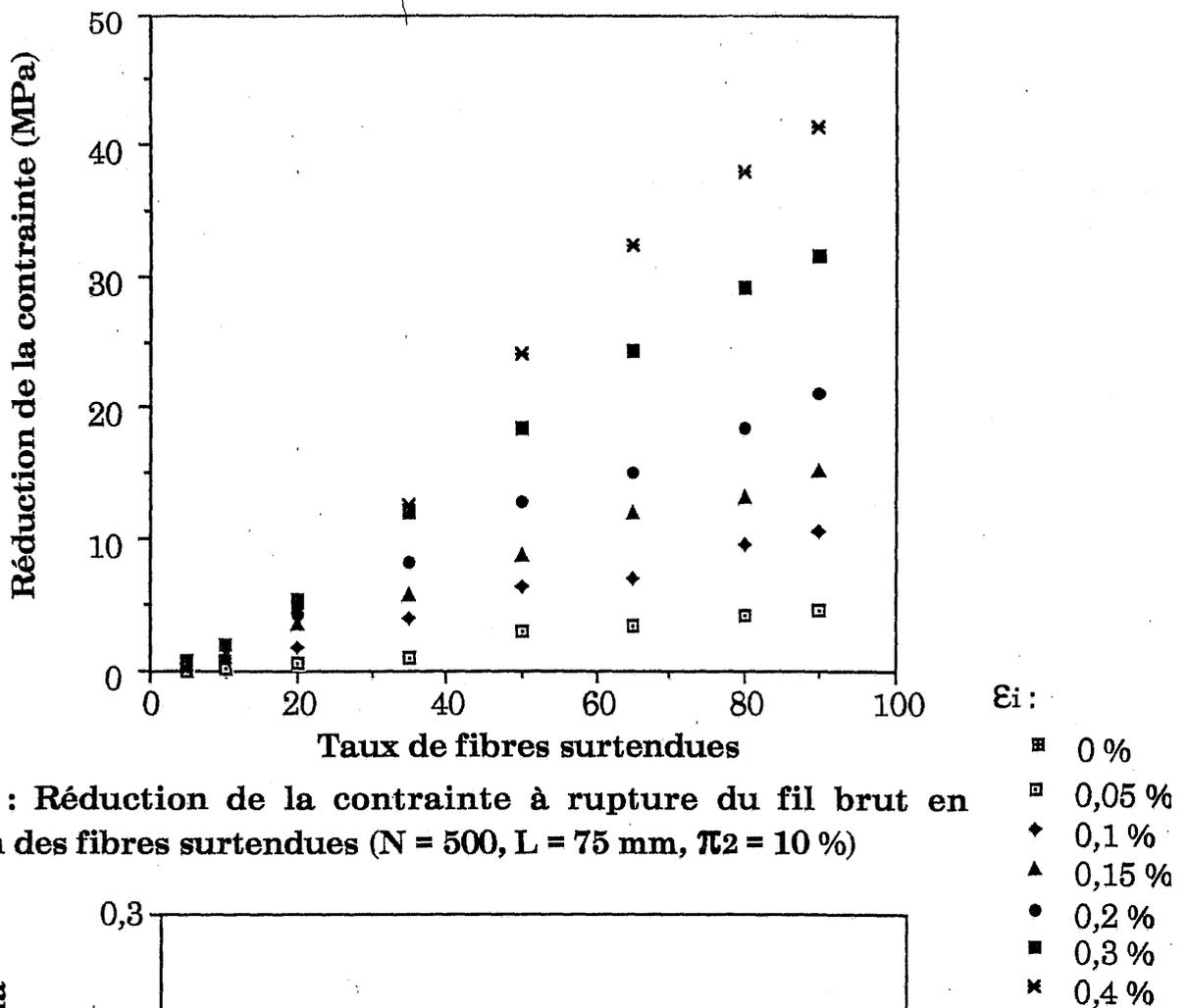


Fig. 24 : Réduction de la contrainte à rupture du fil brut en fonction des fibres surtendues (N = 500, L = 75 mm,  $\pi_2 = 10\%$ )

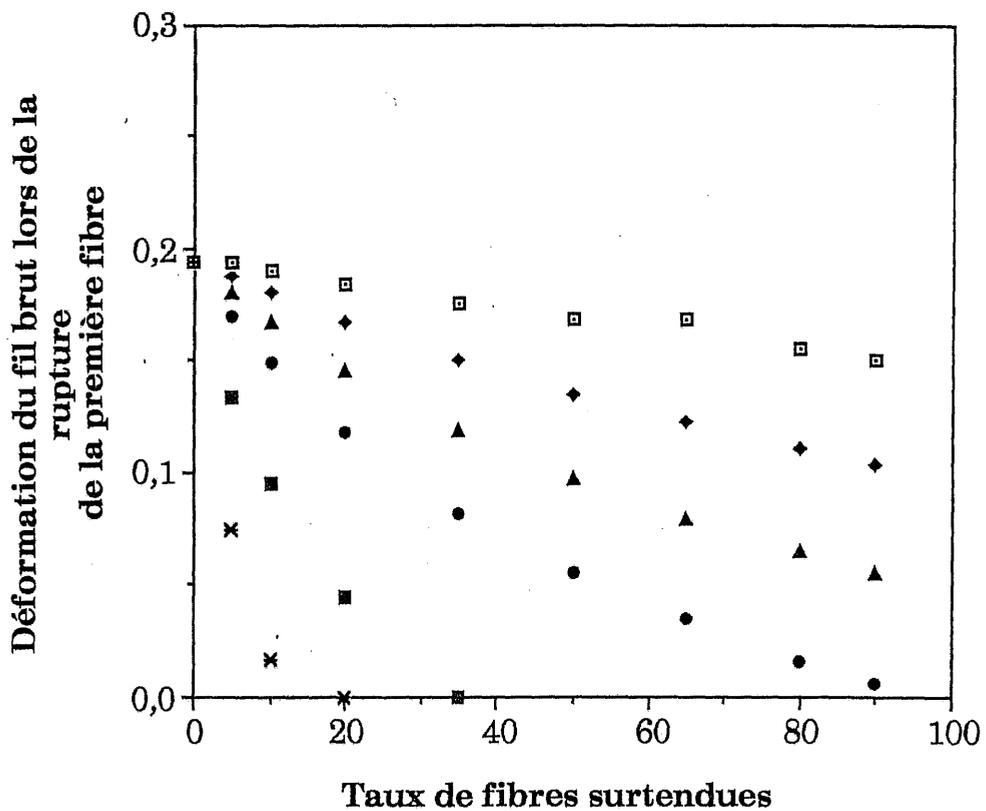


Fig. 25 : Déformation du fil brut lors de la rupture de la première fibre en fonction du taux de fibres surtendues (N = 500, L = 75 mm,  $\pi_2 = 10\%$ )

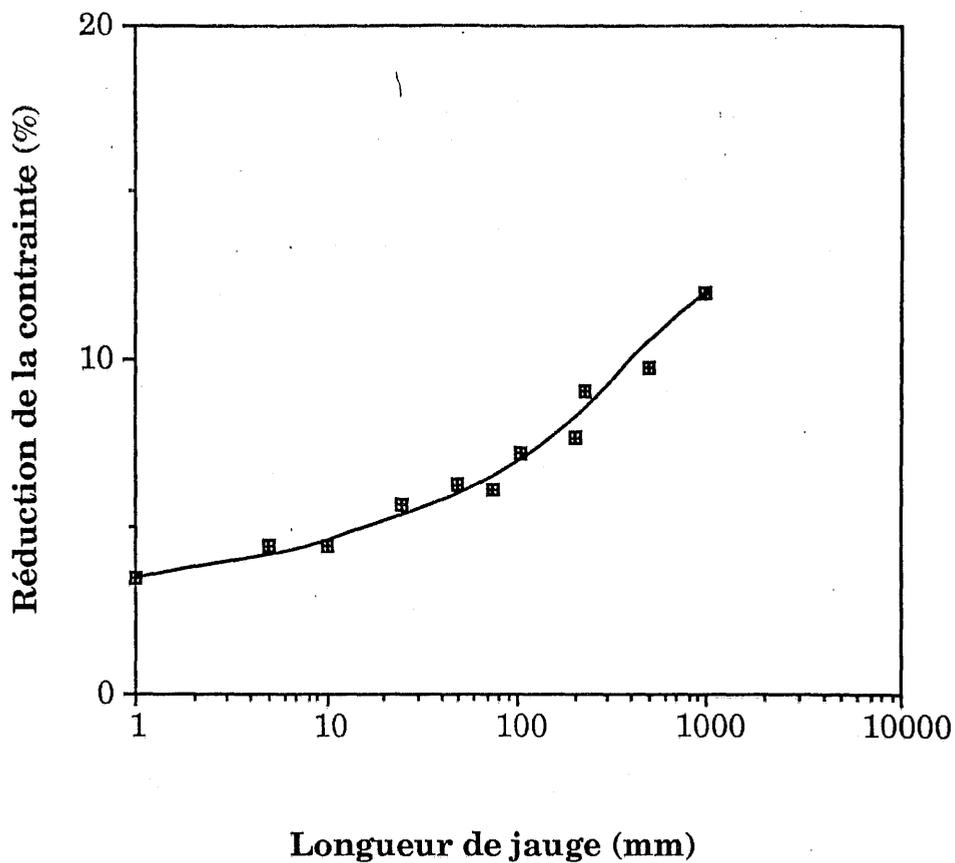


Fig. 26 : Évolution de la réduction de la contrainte à rupture du fil brut en fonction de la longueur de jauge en considérant 40 % des fibres soumises à une surtension de 0,15 % ( $N=500, \pi_2=10 \%, \beta=40 \%, \epsilon_i=0,15 \%$ )

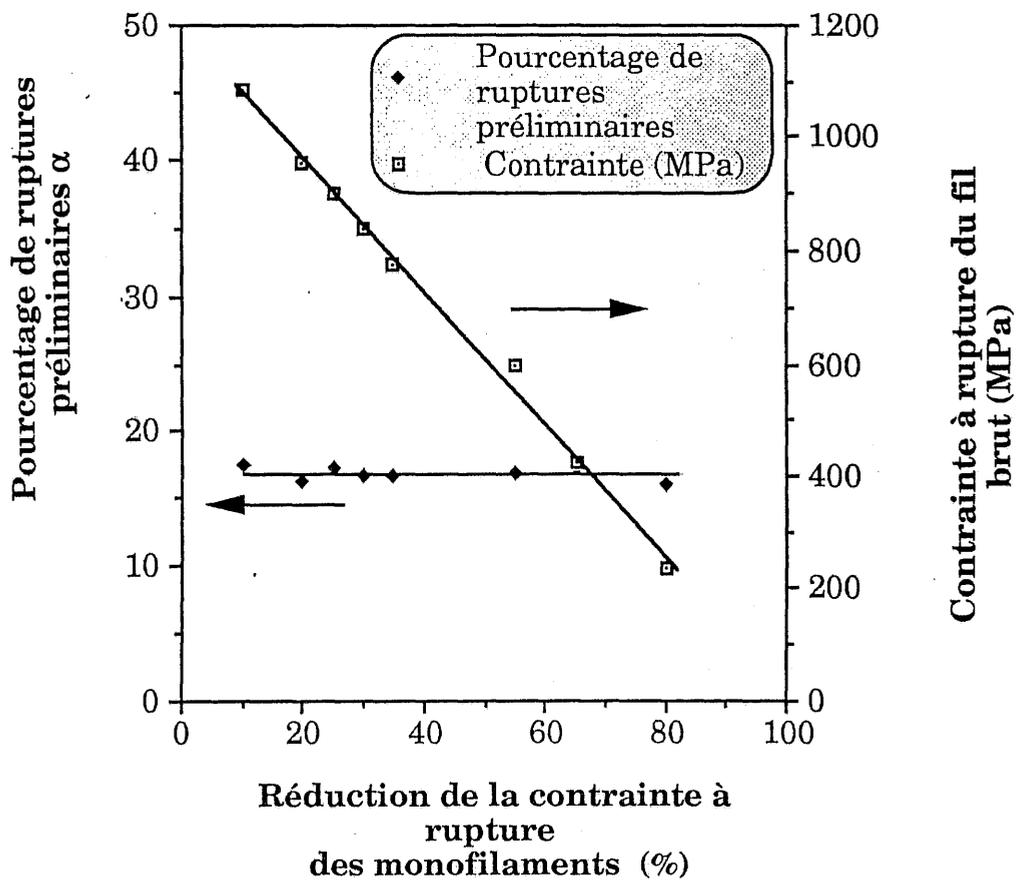


Fig. 27 : Influence d'une réduction de la contrainte à rupture des fibres sur le pourcentage de ruptures préliminaires et sur la contrainte à rupture du fil brut ( $N = 500, L = 75 \text{ mm}, \pi_2 = 0\%, \beta = 0$ )

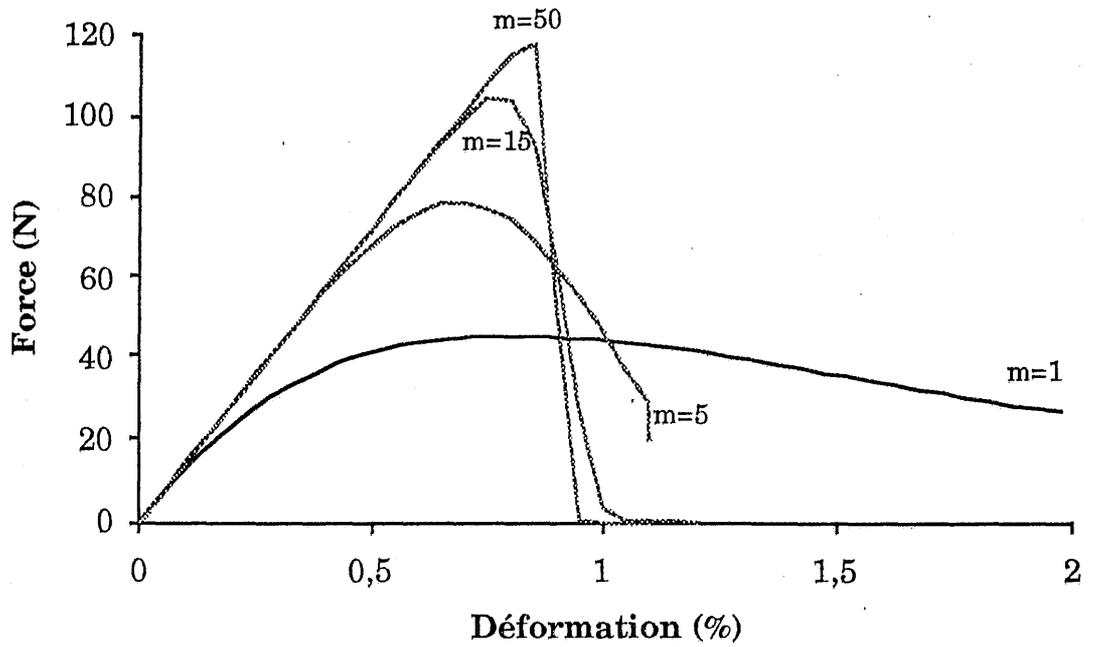


Fig. 28 : Simulation des courbes de comportement pour différentes valeurs de m et de  $\sigma_0$  ( $N = 500$ ,  $L = 75$  mm,  $\pi_2 = 0\%$ ,  $\beta = 0$ )

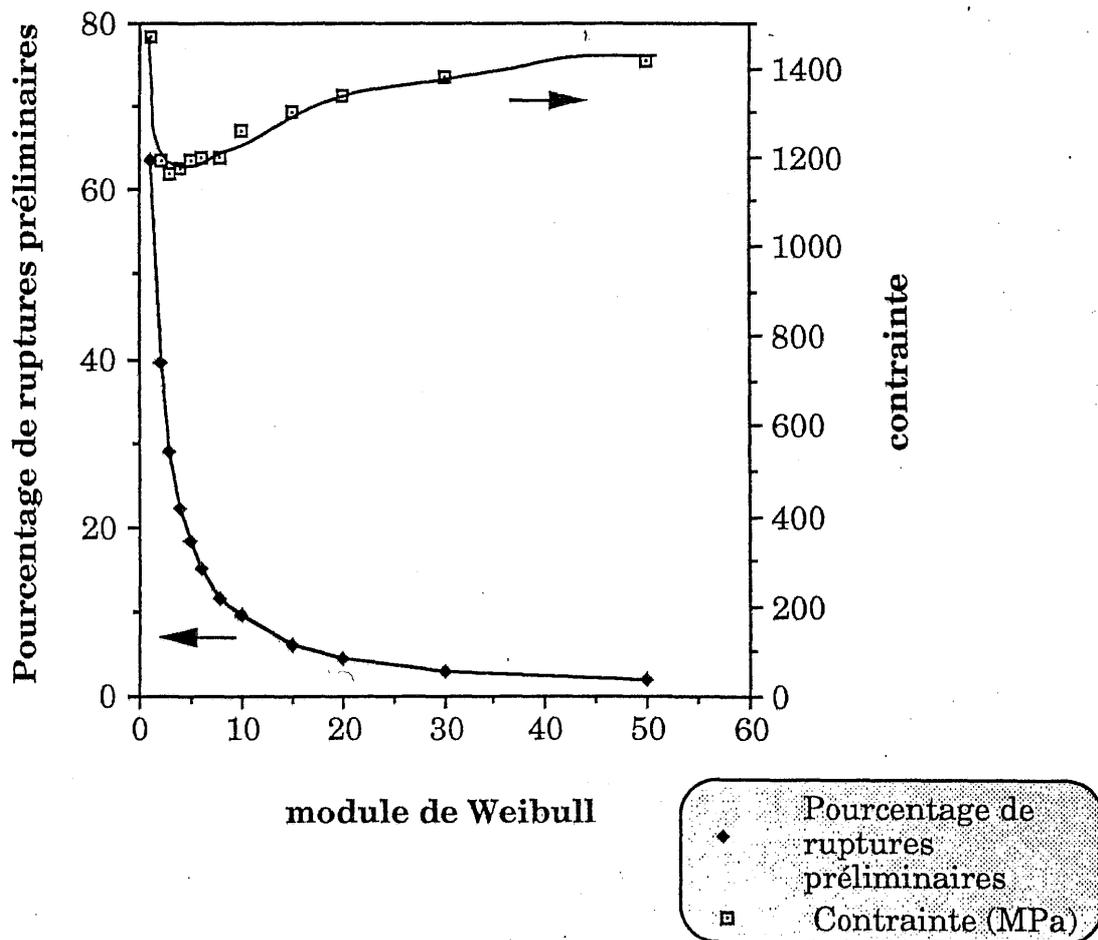


Fig. 29 : Influence du module de Weibull sur le pourcentage de ruptures préliminaires et la contrainte à rupture du fil brut ( $N = 500$ ,  $L = 75$  mm,  $\pi_2 = 0\%$ ,  $\beta = 0$ )

Les calculs ont été réalisés en négligeant les défauts extrinsèques, pour un fil comprenant 500 fibres de 75 mm de longueur de jauge. Plus les fibres sont affaiblies, plus la contrainte à rupture du fil est faible, le pourcentage de ruptures préliminaires reste constant (figure 27). En effet, il dépend uniquement de la dispersion, donc de la valeur de  $m$ .

Une analyse semblable a été effectuée pour diverses valeurs de  $m$ , la valeur moyenne à rupture des monofilaments est supposée non modifiée, seule la dispersion autour de cette valeur évolue. Le facteur de normalisation pour chaque valeur de  $m$  est évalué par la relation (25). Plus  $m$  est élevé, plus le comportement du fil tend vers un comportement fragile (figure 28). En effet, plus la dispersion des filaments est faible, plus le pourcentage de ruptures préliminaires est faible (figure 29). La contrainte à rupture évolue peu avec les valeurs de  $m$  lorsque  $m$  varie entre 3 et 15. En dehors de cet intervalle, la contrainte à rupture croît.

La relation de Coleman qui établit que le pourcentage de ruptures préliminaires dépend uniquement du module de Weibull est vérifiée par l'analyse de l'influence des divers facteurs dans le cadre d'une population de défauts unimodale.

## 5 - CONCLUSION

Le présent article présente une analyse expérimentale et théorique de la rupture des fils de monofilaments à base de SiC. Il a été démontré que la rupture des fils résulte de la rupture individuelle des monofilaments au fur et à mesure que les déformations imposées augmentent. Au-delà du point maximum, le processus de rupture peut s'accélérer conduisant à une rupture plus ou moins brutale des monofilaments intacts.

Le pourcentage critique de ruptures préliminaires est un facteur important. Le pourcentage de ruptures préliminaires de monofilaments, critère de rupture du fil, a été mesuré expérimentalement et déterminé à partir des caractéristiques des monofilaments. Il implique la troncature de la distribution des contraintes à ruptures des fibres unitaires éliminant les fibres les plus faibles. Un calcul simple met en évidence l'absence de corrélation entre le pourcentage de ruptures préliminaires et le nombre de

fibres dans le fil ainsi qu'avec la longueur de jauge dans le cas d'une population unimodale. Il dépend essentiellement des surtensions de fibres et du module de Weibull,  $m$ . C'est un paramètre caractéristique de la rupture des fils.

Les défauts intrinsèques peuvent être pris en compte seuls dans l'analyse de la rupture. En effet, les résultats obtenus avec la distribution bimodale de défauts partiellement concurrents sont peu différents de ceux obtenus avec une distribution classique de Weibull prenant en compte exclusivement les défauts intrinsèques. L'utilisation d'une distribution bimodale ne se justifie pas pour le calcul de la rupture du fil brut. Cependant, cette notion reste essentielle pour la compréhension des processus de rupture individuelle des fibres. En effet, les ruptures des premières fibres sont générées par des défauts extrinsèques.

L'effet des surtensions est faible, si moins de 30 % des fibres sont soumises à une surtension inférieure à 0,1 %. Dans le cadre des essais, il semble que les surtensions aient affecté les propriétés du fil en les réduisant d'environ 3 %.

L'analyse des essais sur fils permet par ailleurs de reconstituer la distribution des données à rupture des monofilaments. Cette méthode permet à partir d'un seul essai sur fil d'obtenir l'ensemble de la distribution. Cependant, pour appliquer cette analyse, il est nécessaire que la rupture soit contrôlée tout au long de l'essai. Il est préférable d'effectuer une analyse en déformations en raison des ruptures de fibres préalablement à l'essai de traction.

Les résultats théoriques sont généralement en excellent accord avec les résultats expérimentaux. Ensuite, le modèle théorique a permis de prévoir l'influence d'un certain nombre de facteurs importants sur la rupture des fils. Les tendances mises en évidence étaient conformes à l'état des connaissances ou à la logique.

## 6 - RÉFÉRENCES

- [1] H. E. Daniels, "The statistical theory of the strength of bundles of threads", Proc. Royal Soc., A 183 (1945) pp. 405.
- [2] B. D. Coleman, "On the strength of classical fibres and fibre bundles", J.

- Mech. Phys. Solids, 7 (1958) pp.60.
- [3] W. Weibull, "A statistical theory of the strength of materials", Royal Swedish Academy of Eng. Sci. Proc., 151, (1939) pp. 1-45.
- [4] S. L. Phoenix and H. M. Taylor, "The asymptotic strength distribution of a general fiber bundle", Adv. Appl. Prob., 5, (1973) pp. 200-216.
- [5] S. L. Phoenix, "Probabilistic strength analysis of fibers and fiber bundles", Ph. D thesis, Cornell University (1972).
- [6] N. Lissart, "Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique", chapitre 2, Thèse n°1207, Université de Bordeaux, (1994).
- [7] Z. Chi, Tsu-Wei, Tsu-Wei Chou, G. Shen, "Determination of single fibre strength distribution from fibre bundle testings", J. Mater. Sci, 19 (1984) pp. 3319-3324.
- [8] P. W. Manders and Tsu-Wei Chou, "Variability of Carbon and Glass fibers and the strength of aligned composites", Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2 (1983) pp. 43-59.
- [9] D. Singh and J. P. Singh, "Effect of high-temperature loading on mechanical properties of Nicalon fibers and Nicalon fiber/SiC matrix composites", Proceedings of the 17th annual conference on composites and advanced ceramic, January 10-15, (1993), Cocoa Beach, Florida.
- [10] T. Helmer, "Essais de traction sur fils bruts et exploitation statistique", rapport de DEA, Université de Stuttgart, (1989) en allemand.
- [11] Chi-Tang Li, "Improvement in Fiber testing of high modulus single filament materials", J. Amer. Ceram. Soc. 68 [8] (1985) pp. C202-C204.
- [12] H. H. Moeller and J. H. Worley, "Tensile testing of ceramic fiber tows", Proceedings of the 9th annual conference on composites and advanced ceramic materials, January 20-23, (1985), pp. 559-565, Cocoa Beach, Florida
- [13] J. D. Sneden, C. D. Sinclair, "Statistical Mapping and analysis of engineering ceramics data", Mechanics of creep brittle materials - I, Edited by A.C.F. Cocks and A.R.S Ponter, Elsevier Applied Science (1988) pp. 99-116.
- [14] H. P. Kirchner, J. W. Kirchner, "Fracture mechanics of fracture mirrors", J. Amer. Soc., 62 [3-4] (1979) pp. 198-202.
- [15] N. Lissart, "Analyse statistique de la rupture des fibres SiC, carbone et des microcomposites", Rapport de DEA, (1991).
- [16] M. D. Thouless, O. Sbaizero, L. S. Sigl and A. G. Evans, "Effect of interface mechanical properties on pull-out in a SiC-fiber reinforced Lithium Aluminium Silicate glass ceramic, J. Amer. Ceram. Soc., 72 [4] (1989) pp. 525-532.

- [17] J.F Villeneuve, " Étude de la dilatation thermique et du comportement thermomécanique en traction et torsion de quelques fibres céramiques monofilamentaires", Thèse n° 661, Université de Bordeaux, (1991).
- [18] L. C. Sawyer, M. Yamieson, "Strength, structure and fracture properties of ceramic fibers produced from polymeric precursors : I, Base-line studies", J. Amer. Ceram. Soc., 70 [11] (1987) pp. 798-810.
- [19] J. Lamon, "Probabilistic fracture analysis of unidirectional long-fiber composites", Fatigue of advanced materials, (eds. R.O. Ritchie, R.H. Dauskardt, B.N. Cox, MPCE Birmingham), Engineering Foundation Meeting Santa Barbara, (1991),pp. 111-127 .

*CHAPITRE 4*

*MODÈLE STATISTIQUE-PROBABILISTE DE LA RUPTURE  
DES MINICOMPOSITES sic/C/sic*

## CHAPITRE 4

### MODÈLE STATISTIQUE PROBABILISTE DE LA RUPTURE DES MINICOMPOSITES SiC/C/SiC

1 - INTRODUCTION.....	88
2 - DÉTERMINATION DES DONNÉES EXPÉRIMENTALES.....	90
2.1 - Présentation des échantillons.....	90
2.2 - Dispositif expérimental.....	91
2.3 - Courbes de comportement.....	91
2.4 - Traitement des données expérimentales.....	92
2.4.1 - Première fissure matricielle.....	92
2.4.2 - Contrainte de cisaillement interfacial.....	93
2.4.3 - Rupture des monofilaments.....	94
3 - MODÈLE STATISTIQUE - PROBABILISTE DE L'ENDOMMAGEMENT ET DE LA RUPTURE DES MINICOMPOSITES.....	95
3.1 - Présentation du modèle.....	95
3.1.1 - Fissuration matricielle au sein du minicomposite.....	95
3.1.2 - Rupture des fibres au sein du minicomposite.....	97
3.1.3 - Calcul de la longueur équivalente de fibre.....	99
3.1.4 - Calcul de la déformation du minicomposite.....	102
3.2 - Application aux minicomposites SiC/C/SiC.....	104
4 - RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	105
4.1 - Analyse des courbes de comportement.....	105
4.1.1 - Domaine linéaire initial.....	105
4.1.2 - Fissuration matricielle.....	106
a - Apparition de la première fissure matricielle.....	106
b - Pas de fissuration.....	107
4.1.3 - Rupture ultime.....	108
a - Dispersion de la rupture ultime.....	108
b - Analyse des faciès de rupture.....	109
c - Distribution des contraintes à rupture des monofilaments.....	109
d - Déchaussement des fibres.....	110
4.1.4 - Analyse des cycles de charge et décharge.....	110
4.2 - Comparaison entre les résultats théoriques et expérimentaux.....	110
4.2.1 - Simulation du comportement.....	110
4.2.2 - Influence des propriétés des fibres.....	111

4.2.3 - Influence des propriétés de la matrice.....	113
4.2.4 - Influence de la longueur de jauge.....	114
5 - CONCLUSION.....	114
6 - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	115

MODÈLE STATISTIQUE - PROBABILISTE DE LA RUPTURE DES  
MINICOMPOSITES SiC/C/SiC

---

N. Lissart, J. Lamon  
Laboratoire des Composites Thermostructuraux  
(UMR-47 CNRS-SEP-UB1)  
3, allée de la Boétie, 33600 - Pessac.

---

RÉSUMÉ

*Une analyse expérimentale et théorique de l'endommagement et de la rupture ultime des minicomposites SiC/C/SiC est présentée. Des essais de traction monotone à la température ambiante ont été réalisés sur des minicomposites présentant des fractions volumiques de matrice comprises entre 27 % et 70 %. Un modèle a été développé pour décrire le comportement de ce système en fonction des propriétés des divers constituants (fibre, matrice et interphase). En raison de la dispersion des contraintes à rupture des fibres et de la matrice, une approche statistique-probabiliste est adoptée. Elle permet de décrire d'une part la fissuration matricielle en fonction des efforts appliqués et d'autre part, les ruptures individuelles de fibres et la rupture ultime du minicomposite en fonction de l'endommagement de la matrice. Par ailleurs, une simulation de la courbe de comportement a permis de quantifier l'influence des propriétés de la matrice et des fibres sur la courbe de comportement .*

**Mots clés :** Minicomposites, statistique de la rupture, partage global de la charge, pourcentage de ruptures de fibres.

## 1 - INTRODUCTION

Au-delà d'un seuil d'endommagement de la matrice, les fils longitudinaux gouvernent la rupture des composites à architecture fibreuse bidirectionnelle (2D) [1]. La compréhension et la description des mécanismes d'endommagement et de rupture des fils infiltrés constituent donc une étape indispensable pour la prévision du comportement mécanique des composites à matrice céramique.

Le comportement mécanique des composites à matrice céramique a fait l'objet de nombreux travaux [1 - 5]. La majorité s'est concentrée sur la formation de la première fissure matricielle dans les systèmes unidirectionnels. Plusieurs modèles micromécaniques ont été proposés pour prévoir la fissuration matricielle. Le premier fut établi par Aveston, Cooper et Kelly (ACK) [6]. De nombreux auteurs l'ont ensuite étendu [7, 8]. Ce modèle considère une multifissuration matricielle à chargement constant. L'expérience montre au contraire que l'endommagement de la matrice s'effectue à chargement croissant et de manière aléatoire. Il est alors apparu nécessaire d'introduire une loi statistique décrivant la rupture de la matrice [1, 5]. Péres [5] en supposant une fissuration matricielle organisée, simule la courbe de comportement d'un microcomposite (une seule fibre revêtue d'une interphase et d'un dépôt de matrice). Guillaumat a proposé une approche plus générale du microcomposite [1]. De nombreux auteurs se sont intéressés à la rupture ultime des matériaux composites [9 - 12]. La plupart de ces modèles présentent le même point commun trop restrictif : l'endommagement progressif de la matrice est occulté.

Un modèle statistique-probabiliste est développé pour décrire l'endommagement par fissuration matricielle et la rupture ultime des minicomposites constitués de fibres Si-C-O Nicalon<sup>(1)</sup> et infiltrés par CVI d'une matrice céramique (SiC). Ce modèle doit permettre de retracer, d'une part, la séquence d'apparition des fissures dans la matrice et, d'autre part, la rupture des fibres en fonction de l'endommagement de la matrice, à partir des propriétés des constituants. La matrice comme tous les matériaux fragiles n'est pas caractérisée par une valeur unique de la contrainte à rupture en raison de la présence de populations de défauts

---

(1) produites par Nippon Carbon

microstructuraux répartis de façon aléatoire. La contrainte à rupture de la matrice semble suivre une distribution de Weibull [13]. La fissuration apparaît comme une séquence de ruptures fragiles et stochastiques. Les propriétés des divers éléments constitutifs du minicomposite (fil infiltré) sont déterminées par des essais de traction monotone.

Sous un chargement uniforme parallèle à la direction des fibres, la matrice se rompt la première. Les contraintes au voisinage du plan de fissure sont transférées aux fibres. Le processus de fissuration se poursuit jusqu'à saturation. Le modèle des mini-mèches indépendantes [14, 15] n'a pas été adopté, en effet il imposait une répartition régulière des fissures. Dans le modèle proposé, les fissures générées dans la matrice sont distribuées de manière aléatoire au sein de l'échantillon. Cependant, la notion d'une longueur de jauge spécifique pour décrire la rupture est conservée. Elle résulte non pas du découpage du minicomposite en éléments placés en série mais du champ de contrainte supporté par les fibres, qui est affecté localement par les fissures matricielles et les interactions avec la matrice dans la zone de décohésion.

Les ruptures individuelles des fibres ont surtout été étudiées dans les composites à matrice organique [16 - 19]. Dans les composites à matrice céramique, des différences sont à noter en raison de la présence d'un grand nombre de fissures dans la matrice lors de la rupture des fibres. En raison de cet endommagement important, la notion de partage global de la charge s'impose, car la force supportée par une fibre cassée est alors répartie sur toutes les fibres intactes, et pas seulement sur les fibres voisines. La rupture est évaluée en assimilant l'ensemble des fibres à un fil brut soumis à un champ de contrainte non uniforme induit par les fissures matricielles [12]. Contrairement à la simulation effectuée par Fretty [2] à partir du modèle de Pères [5], la rupture ultime n'est pas fixée par la saturation de la fissuration matricielle. Elle résulte d'une accumulation d'événements fragilisant le minicomposite et provoquant la ruine de l'ensemble. Cette situation est caractérisée par un taux critique de fibres rompues individuellement qui rend instable la rupture des autres fibres intactes. L'influence de divers paramètres sur les courbes de comportement en traction des minicomposites, notamment les propriétés statistiques et mécaniques des fibres et de la matrice, a été discutée.

## 2 - DÉTERMINATION DES DONNÉES EXPÉRIMENTALES

### 2.1 - Présentation des échantillons

Les essais de traction monotone à température ambiante ont été réalisés sur des minicomposites de carbure de silicium constitués de fibres Nicalon NLM 202 recouvertes d'une interphase de pyrocarbone et densifiés par une matrice de carbure de silicium infiltrée par voie gazeuse (CVI) [20]. Trois types de minicomposite ont été étudiés :

- des minicomposites prélevés au sein d'un composite unidirectionnel. Ils forment deux lots (A - B) en fonction de la fraction volumique de matrice,

- un troisième lot, noté, C a été élaboré par infiltration directe des fils bruts.

La section et les fractions volumiques de fibre et de matrice ont été déterminées par pesées des échantillons avant les essais de traction. La différence de masse entre le minicomposite ( $m_{\text{mini}}$ ) et le fil brut ( $m_{\text{brut}}$ ) donne le volume de matrice déposée ( $\rho_{\text{matrice}} = 3,2 \text{ g/cm}^3$ ) ( $V_{\text{matrice}} = \frac{m_{\text{mini}} - m_{\text{brut}}}{\rho_{\text{matrice}}}$ ). La masse ( $m_{\text{brut}}$ ) et le volume ( $V_{\text{brut}}$ ) d'un fil de 500 fibres de 75 mm de longueur de jauge sont respectivement 0,01555 g et  $6,09 \times 10^{-3} \text{ cm}^3$  [21]. L'interface de pyrocarbone d'une épaisseur de 0,1  $\mu\text{m}$  est négligée. Le volume total du minicomposite ( $V_{\text{pesée}}$ ), hors porosité, est la somme du volume de matrice déposée et du volume du fil brut. La section est alors aisément déduite.

Les mesures de volume ( $V_{\text{pyc}}$ ) des minicomposites ont été effectuées à l'aide d'un pycnomètre à hélium<sup>(1)</sup>. La différence entre le volume mesuré au pycnomètre à hélium ( $V_{\text{pyc}}$ ) et celui obtenu par pesée des minicomposites ( $V_{\text{pesée}}$ ) permet de déterminer le volume de porosité fermée au sein des minicomposites. Les fractions volumiques des divers constituants peuvent alors être calculées. Les mesures au pycnomètre n'ont pu être effectuées sur le lot A en raison d'un degré d'infiltration trop faible (figure 1).

Les caractéristiques des minicomposites sont rassemblées au tableau

(1) Accupyc 1330 pycrometer

1. La porosité est très importante pour les minicomposites du lot C (figure 2). Par ailleurs, leur section est relativement circulaire par rapport à celle des minicomposites du lot B. Les observations au Microscope Électronique à Balayage (MEB) et au Microscope Optique (MO) ont révélé :

- la présence de fissures longitudinales au sein de la matrice des minicomposites du lot A avant essai (figure 3),
- en général, un non alignement des fibres provenant de la torsion du fil avant la densification,
- plus rarement, des fibres rompues sur la surface externe du minicomposite.

## 2.2 - Dispositif expérimental

La préparation des éprouvettes pour les essais de traction était identique à celle des fils bruts décrite par ailleurs [21]. Les extrémités des minicomposites ont été collées dans des tubes de diamètre intérieur de 2 mm et de longueur de 40 mm. Pour guider l'alignement lors de la préparation des échantillons, les tubes sont fixés sur un support plan, la colle est injectée dans les tubes à l'aide d'une seringue.

Les essais de traction sont réalisés à température ambiante et à la vitesse de 0,08 mm/min sur une machine de traction ayant un bâti rigide<sup>(1)</sup>. Une seule longueur de jauge, 75 mm, a été examinée. Elle est celle qui a été utilisée pour les essais sur monofilaments et sur fils bruts [22, 21]. La mesure de la charge est effectuée grâce à une cellule d'une capacité de 1 kN. L'élongation du minicomposite est mesurée à l'aide d'un capteur inductif de course + ou - 1 mm fixé sur les mors. Le capteur<sup>(2)</sup> piézo-électrique d'une chaîne d'émission acoustique est placé directement sur les mors. La complaisance du système utilisé a été prise égale à celle déterminée lors des essais sur fils bruts [21].

## 2.3 - Courbes de comportement

Les enregistrements force-déformation mettent en évidence un comportement non-linéaire (figure 4) quelle que soit la fraction volumique ( $V_m$ ) de matrice. La phase d'endommagement, correspondant à la

---

(1) Instron

(2) EPA série 3000

fissuration matricielle, est éventuellement suivie par une partie linéaire correspondant à la reprise des efforts par les fibres. Pour le lot B ( $V_m = 60 \%$ ), sont représentés les deux comportements extrêmes qui ont été observés. La phase de reprise des efforts par les fibres (figure 5) a été obtenue seulement pour quelques minicomposites du lot B (25 % des échantillons).

La saturation matricielle est indiquée par un changement de pente très net de l'émission acoustique précédant la partie linéaire de reprise des efforts par les fibres. L'enregistrement de l'émission acoustique montre que pour les lots A et C comprenant respectivement 27 % et 70 % de matrice, le changement de pente ne se produit pas, indiquant que la fissuration matricielle n'est jamais atteinte (figure 6). On notera également que la rupture ultime des minicomposites des lots A et C a lieu pour des déformations deux fois plus faibles que pour les minicomposites du lot B présentant la saturation matricielle.

La partie linéaire initiale de l'enregistrement force-déformation permet de déterminer le module d'Young des minicomposites,  $E$ . La valeur obtenue sera comparée à celle donnée par la loi des mélanges :

$$(1) \quad E = V_m E_m + V_f E_f$$

$E_f$  : module d'Young des fibres,

$E_m$  : module d'Young de la matrice,

$V_f$  : fraction volumique de fibre,

$V_m$  : fraction volumique de matrice.

## 2.4 - Traitement des données expérimentales

### 2.4.1 - Première fissure matricielle

La force d'apparition de la première fissure matricielle a été déterminée soit à l'aide de la fin du domaine linéaire de la courbe force - déformation soit à l'aide de l'émission acoustique.

Le partage des contraintes entre les fibres et la matrice selon la loi des mélanges à l'apparition de la première fissure dans la matrice, permet de calculer la contrainte à rupture de celle-ci :

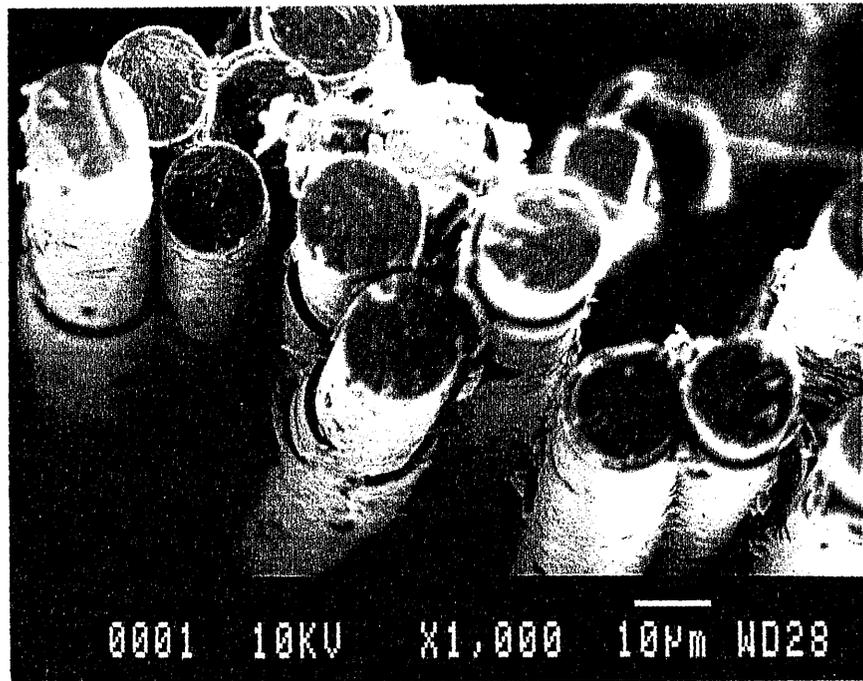
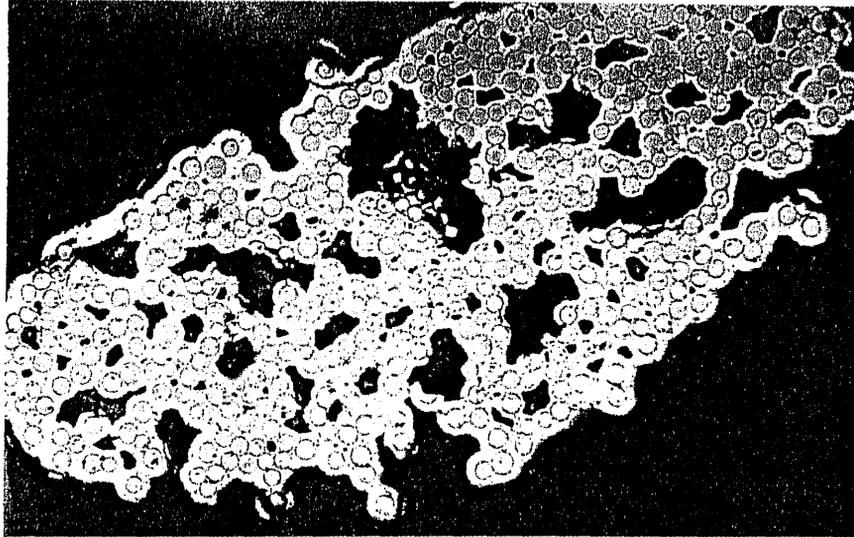


Fig. 1 : Aspect des minicomposites du lot A ( $V_m = 27\%$ )

A



100  $\mu\text{m}$

B

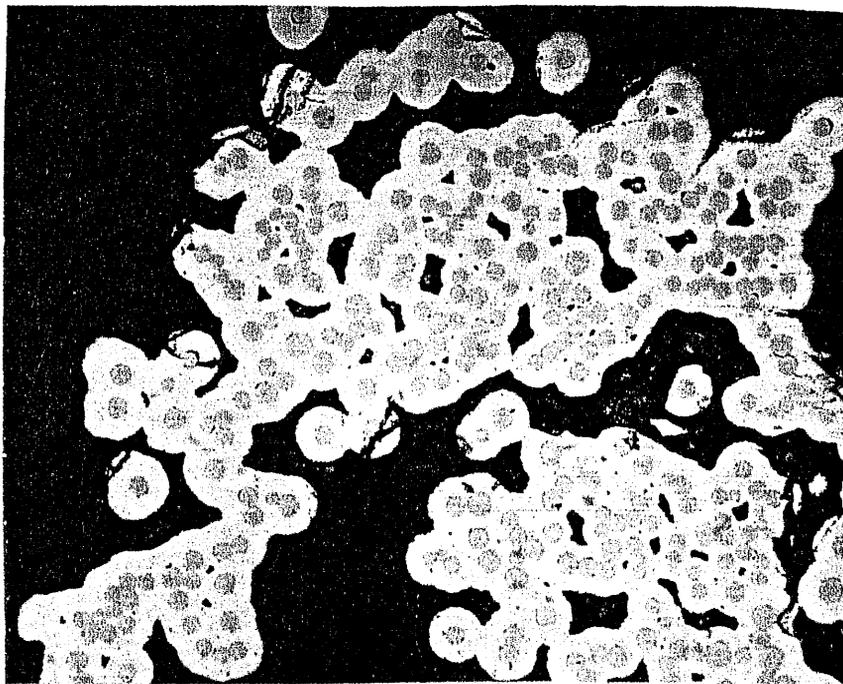
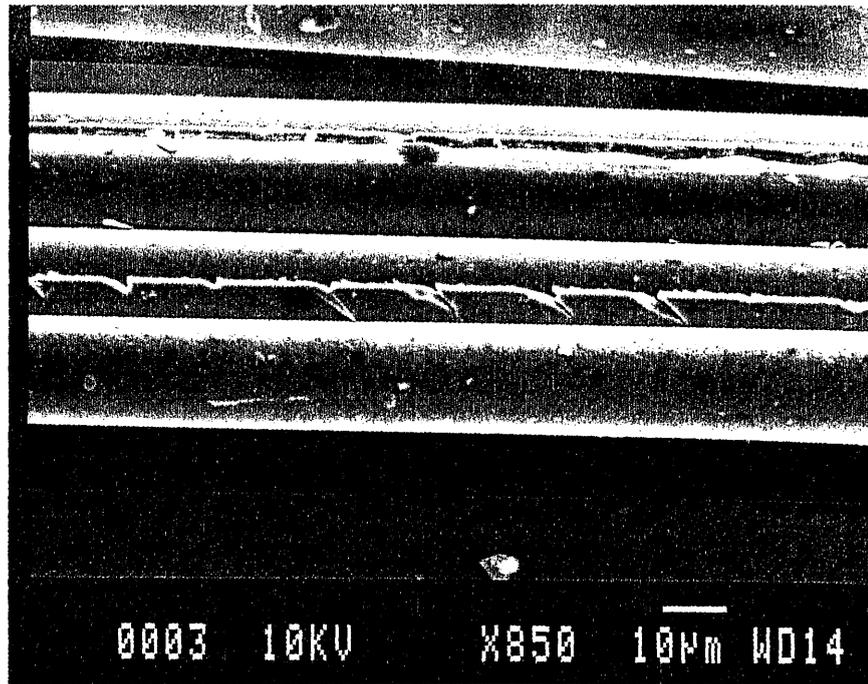


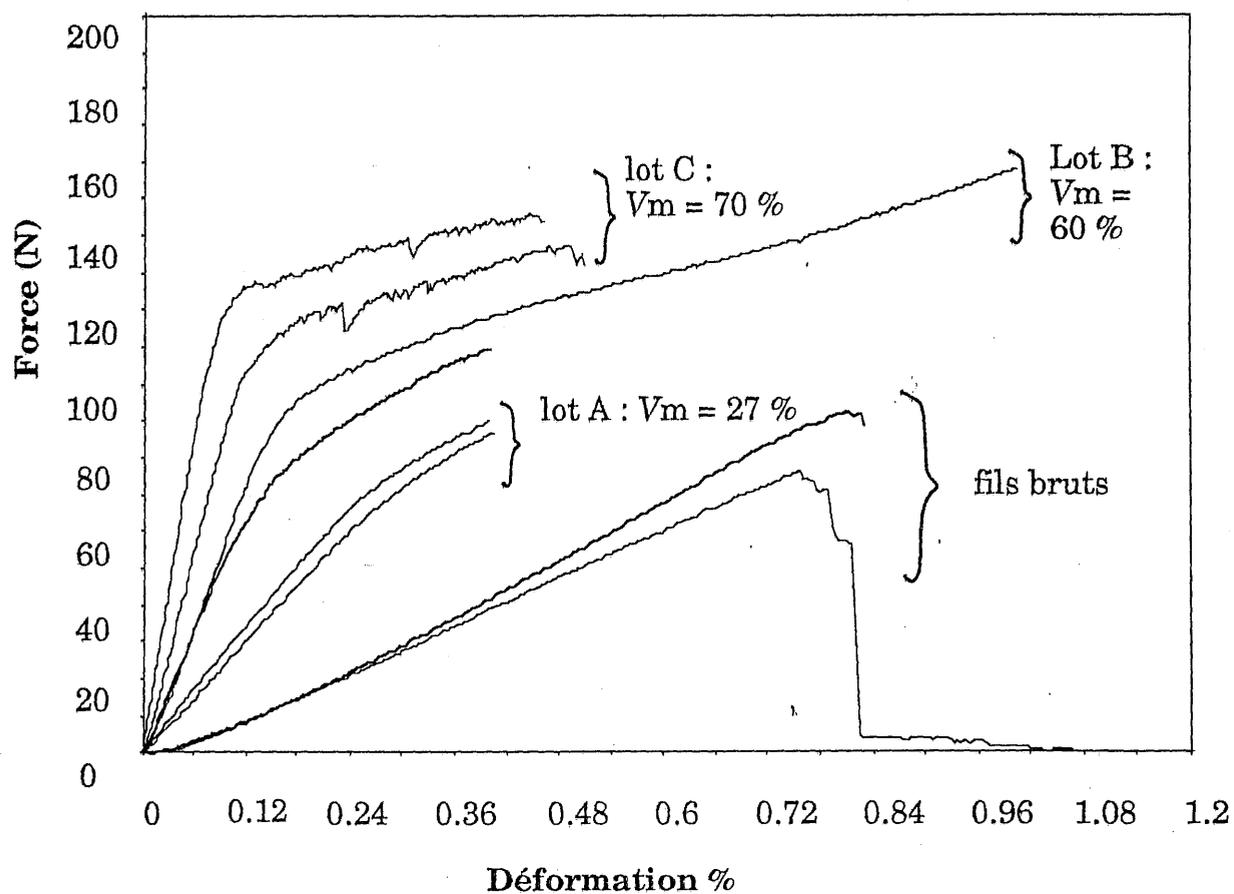
Fig. 2 : Sections transversales des minicomposites : A) Lot B,  $V_m = 60\%$   
B) Lot C,  $V_m = 70\%$



**Fig. 3 : Fissures observées au sein des minicomposites du lot A avant les essais de traction ( $V_m = 27\%$ )**

	Fraction volumique de matrice $V_m$ (%)	Fraction volumique de fibres $V_f$ (%)	Porosité $V_p$ (%)	Paramètre de microstructure $a$	Section totale ( $cm^2$ )	Nombre d'éprouvettes
Lot A	27 (4)*	73 (4)	/	0,775 (0,15)	1,12e-3 (5,65e-5)	25
Lot B	60 (5,5)	32,5 (4)	7,5 (2,8)	3,98 (0,88)	2,59e-3 (3,37e-4)	12
Lot C	70 (6)	16 (3,5)	14 (8,8)	9,21 (1,715)	5,31e-3 (1,55e-3)	30

Tableau 1 - Caractéristiques morphologiques des minicomposites de carbure de silicium SiC/C/SiC analysés (\* Écart type).



**Fig. 4 : Courbes de traction Force - Déformation pour les divers types de minicomposites testés**

$$(2) \quad \sigma_{\text{matrice}} = \frac{F}{A_m \left(1 + \frac{1}{a}\right)}$$

$A_m$  : section de la matrice,

$a$  : paramètre de la microstructure,  $a = E_m V_m / E_f V_f$ .

Le traitement statistique des contraintes  $\sigma_{\text{matrice}}$  ainsi obtenues pour chaque lot de minicomposites a été effectué par la méthode de la régression linéaire et par l'analyse par le maximum de vraisemblance (annexe 3). Les données ayant été classées par ordre croissant, la probabilité cumulée au rang  $i$  pour un lot de  $N$  échantillons est évaluée grâce à l'estimateur suivant :

$$(3) \quad P = \frac{i - 0,5}{N}$$

En considérant que la rupture matricielle suit une loi de Weibull unimodale, la probabilité de rupture d'un bloc de matrice de volume  $V_m$  soumis à la contrainte  $\sigma$  s'écrit en fonction des paramètres statistiques  $m_m$  et  $\sigma_{om}$ , pour un champ de contraintes uniaxial :

$$(4) \quad P = 1 - \exp \left[ -V_m \left( \frac{\sigma}{\sigma_{om}} \right)^{m_m} \right]$$

La qualité de l'ajustement entre les données expérimentales et théoriques a été évaluée à l'aide du test d'Anderson - Darling [23]. Plus le coefficient  $A^*$  d'ajustement (annexe 6) est faible plus l'ajustement peut être considéré comme satisfaisant.

### 2.4.2 - Contrainte de cisaillement interfacial

Des cycles de charge et décharge ont été effectués sur des minicomposites des lots B et C (figures 7 et 8) afin de suivre l'évolution de l'endommagement et d'estimer la contrainte de cisaillement interfacial  $\tau$ .  $\tau$  est déterminé à partir d'une relation établie sur des microcomposites [24]. Cette méthode est fondée principalement sur la mesure de la largeur des boucles d'hystéresis. La relation entre la contrainte de cisaillement  $\tau$  à l'ouverture du cycle  $\delta\Delta$  et à la contrainte  $\sigma$  est donnée par l'équation

suivante :

$$(5) \quad \tau = \frac{b_2 N (1 - a_1 V_f)^2 R_f \sigma_p^2}{2 E_m V_f^2 \delta \Delta} \frac{\sigma}{\sigma_p} \left[ 1 - \frac{\sigma}{\sigma_p} \right]$$

avec [25] :

$$(6) \quad b_2 = \frac{(1 + \nu) E_m [E_f + (1 - 2\nu)E]}{E_f [(1 + \nu)E_f + (1 - \nu)E]}$$

$$a_1 = \frac{E_f}{E}$$

$R_f$  est le rayon de la fibre,  $\nu$  le coefficient de Poisson. Les coefficients  $a_1$  et  $b_2$  (6) de Hutchinson [25] ont été établis pour  $\nu_f = \nu_m = \nu$ . La mesure de l'ouverture  $\delta \Delta$  du cycle d'hystérésis, correspondant au point de décharge  $\sigma_p$ , est effectuée en différents points  $\sigma$  tout au long du cycle (figure 7). La représentation de  $\frac{\delta \Delta}{\sigma_p^2}$  en fonction de  $\frac{\sigma}{\sigma_p} \left[ 1 - \frac{\sigma}{\sigma_p} \right]$  est une droite dont la pente permet l'évaluation de  $\tau$  connaissant le nombre de fissures dans le matériau. Cette méthode a été appliquée sur le dernier cycle effectué juste avant la rupture du minicomposite, le nombre de fissures présentes dans le matériau étant évalué au microscope optique.

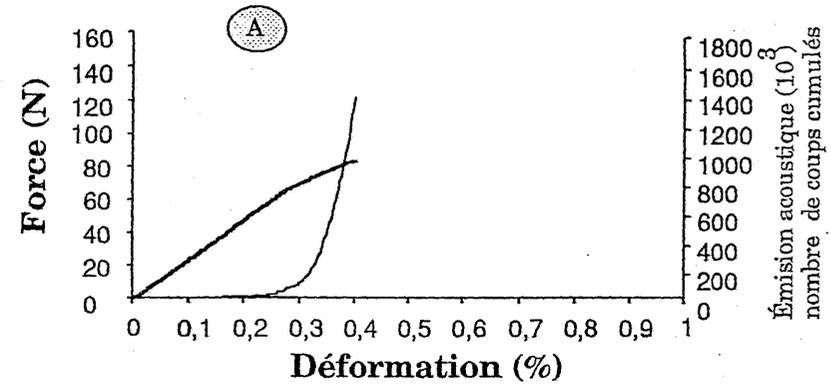
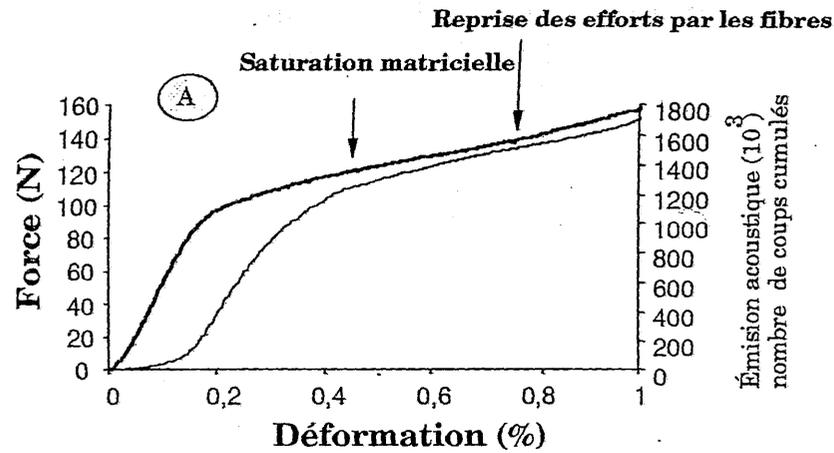
L'application de cette méthode revient à assimiler le minicomposite à un microcomposite équivalent. Ce calcul fournit ainsi une valeur de la contrainte de cisaillement apparente.

### 2.4.3 - Rupture des monofilaments

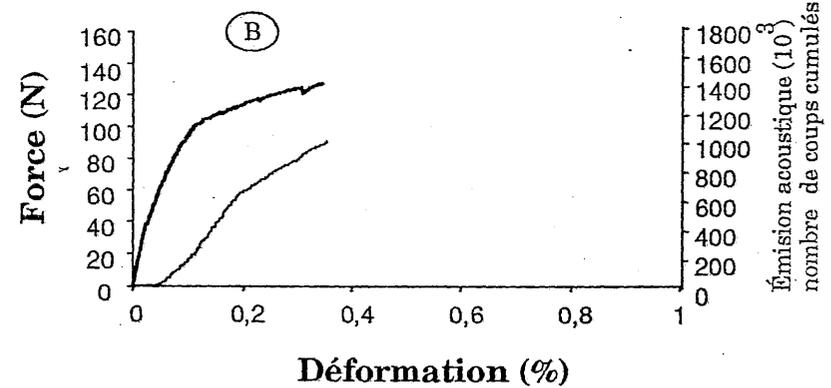
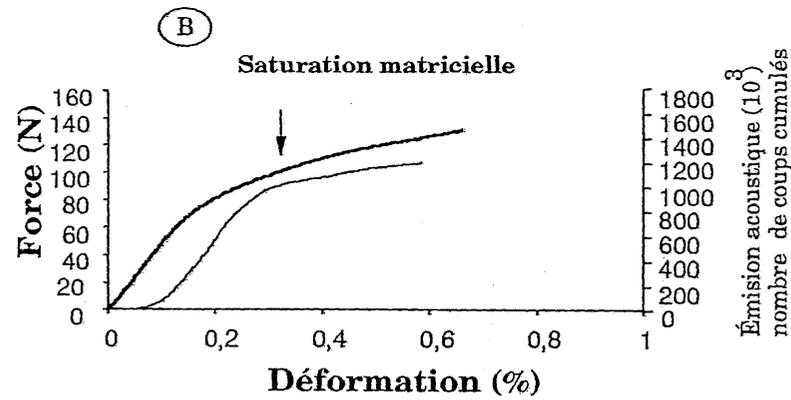
Les faciès de rupture ont été observés au MEB. Les rayons  $r_m$  des miroirs de rupture des monofilaments ont été mesurés pour les 3 lots de minicomposites. Les contraintes à rupture ( $\sigma$ ) des monofilaments au sein des minicomposites ont été calculées grâce à la relation [26] :

$$(7) \quad \sigma = \frac{A}{\sqrt{r_m}}$$

où  $A$  est une constante caractéristique du matériau. Dans la littérature plusieurs valeurs de  $A$  sont proposées pour les fibres de carbure de silicium.



— Force - déformation  
 - - - Émission acoustique



**Fig. 5 : Enregistrements force-déformation des minicomposites du lot B ( $V_m = 60\%$ )**  
 A : rupture après la reprise des efforts par les fibres,  
 B : rupture avant la reprise des efforts par les fibres

**Fig. 6 : Enregistrements force-déformation :**  
 A) lot A :  $V_m = 27\%$  ;  
 B) lot C :  $V_m = 70\%$

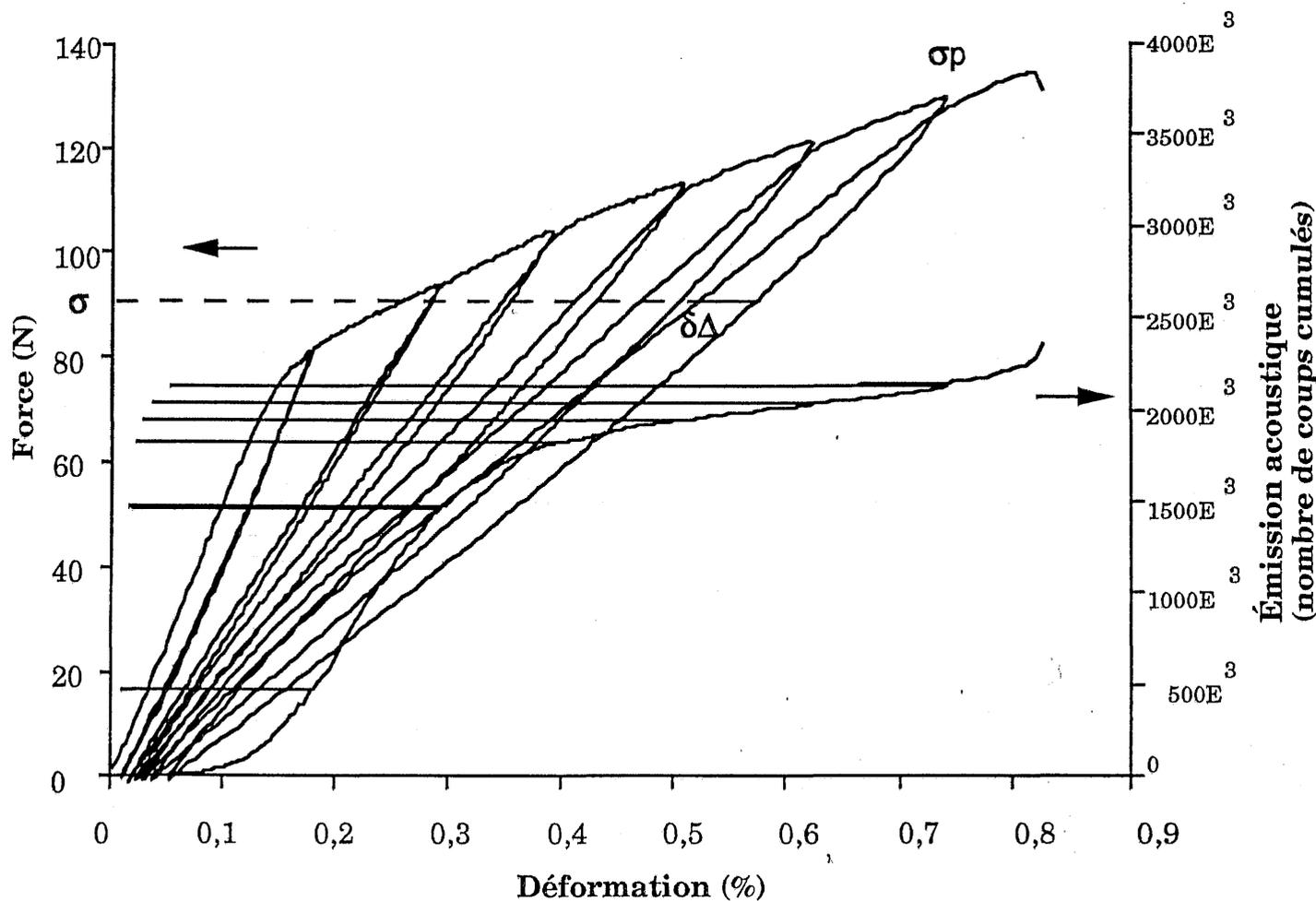


Fig. 7 : Cycles de charge et décharge sur un minicomposite : lot B ( $V_m = 60\%$ )

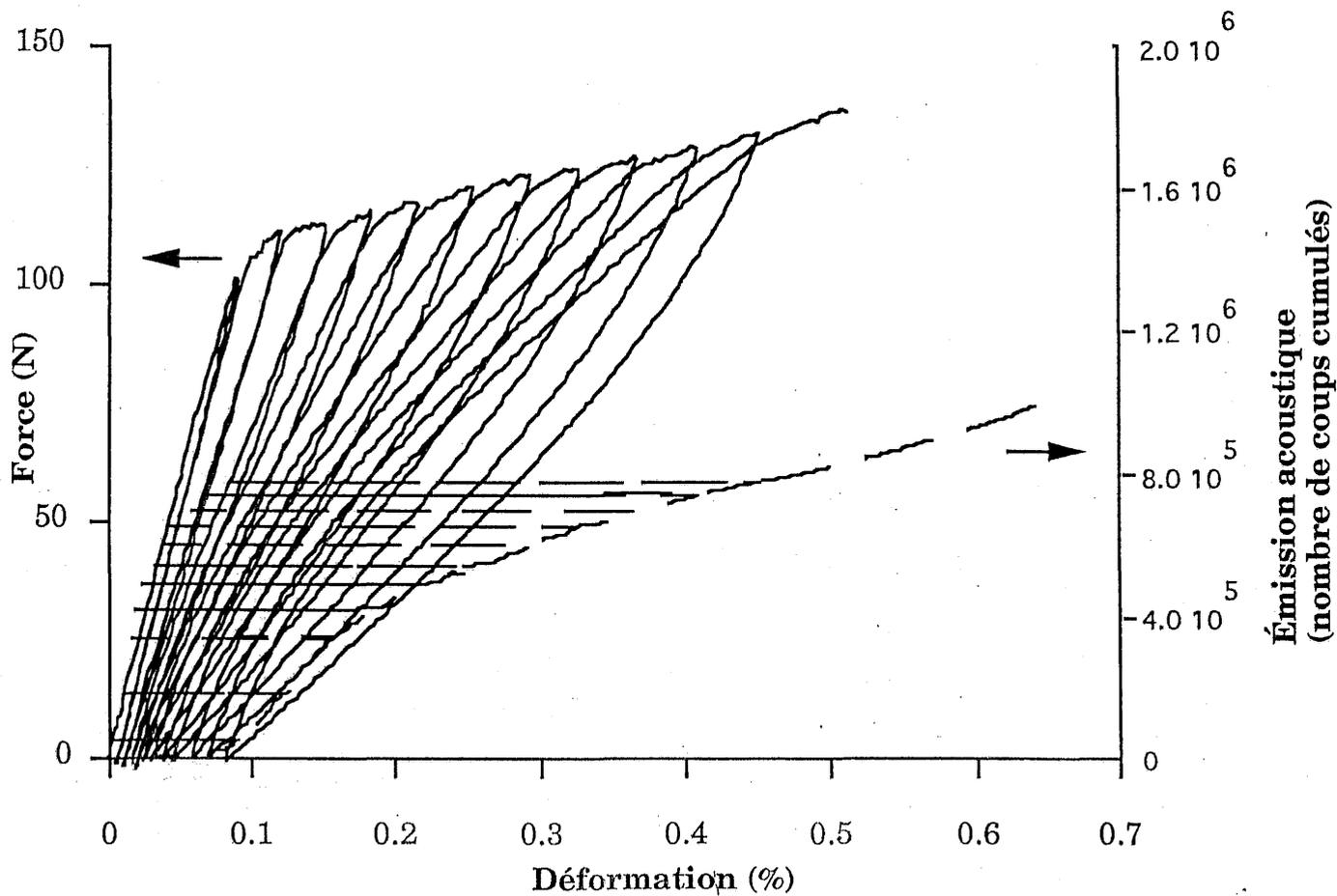


Fig. 8 : Cycles de charge et décharge sur un minicomposite : lot C ( $V_m = 70\%$ )

Elles varient entre 2 [27] et 3,5 MPa√m [28]. De nombreux auteurs ont obtenu une valeur voisine de 2,5 MPa√m [29, 30]. La valeur choisie est de 2,45 MPa√m [29]. Les distributions des contraintes à rupture des fibres ont été comparées à celles déterminées antérieurement à l'aide des :

- essais de traction sur monofilaments de 75 mm de longueur de jauge [22],
- rayons miroirs des fibres au sein des fils bruts de 75 mm de longueur de jauge [21].

### 3 - MODÈLE STATISTIQUE - PROBABILISTE DE L'ENDOMMAGEMENT ET DE LA RUPTURE DES MINICOMPOSITES

#### 3.1 - Présentation du modèle

Ce modèle tient compte de l'aspect statistique de la rupture de la matrice et des fibres. La rupture des deux constituants est décrite par une loi statistique de Weibull en supposant l'existence d'une seule population de défauts répartis dans le volume de la matrice et d'une seule population de défauts répartis dans le volume des fibres.

##### 3.1.1 - Fissuration matricielle au sein du minicomposite

La simulation de la fissuration matricielle s'intéresse à l'initiation des fissures au sein de la matrice et non à la propagation des fissures, car celles-ci se propagent de manière instantanée à travers la section de la matrice du minicomposite, ainsi que cela a pu être observé lors d'essais de traction sous MEB [3]. La probabilité de rupture d'un bloc de matrice de volume  $V_m$ , soumis à un champ de contrainte uniforme  $\sigma$  (équation (2)), suit une loi statistique de Weibull à deux paramètres ( $m_m$ ,  $\sigma_{0m}$ ). Les contraintes résiduelles axiales au sein de la matrice sont supposées uniformes.

$$(8) \quad P = 1 - \exp \left[ -V_m \left( \frac{\sigma + \sigma_m^T}{\sigma_{0m}} \right)^{m_m} \right]$$

$\sigma$  : contrainte appliquée à la matrice,

$\sigma_m^T$  : contraintes résiduelles axiales d'origine thermique.

Les fissures sont créées en séquence pour une probabilité de rupture de 0,5. Cette valeur particulière a été choisie pour décrire le comportement moyen d'un lot donné de minicomposites. N'importe quelle autre valeur de probabilité aurait pu être considérée selon qu'on s'intéresse à tel ou tel minicomposite du lot. Des ensembles quelconques de valeurs de la probabilité peuvent être même employés. Les fissures sont ensuite distribuées de manière aléatoire au sein de l'échantillon. Pour cela, un nombre aléatoire ( $x$ ) compris entre 0 et 1 est généré. Soit  $L$  la taille du bloc de matrice avant fissuration, les nouvelles tailles ( $L_1, L_2$ ) des blocs après la fissuration matricielle sont définies de la manière suivante :  $L_1 = Lx$  et  $L_2 = L(1-x)$ .

La formation de chaque fissure au sein de la matrice est accompagnée d'une décohésion de longueur  $2l$  au niveau de l'interface. Cette hypothèse est justifiée par la présence des fibres déchaussées (figure 9). Le calcul de la séquence d'apparition des fissures ne prend en compte que le volume de matrice situé entre les décohésions interfaciales, soumis au champ de contrainte uniforme décrit par l'équation 2. Ce volume représente le volume effectif de matrice. La formation d'une fissure matricielle dans la zone de décohésion est alors exclue. A chaque incrément de la force, la probabilité de rupture de chaque bloc de matrice est calculée. Tous les blocs, dont la probabilité de rupture atteint la valeur de 0,5, sont fissurés de manière aléatoire suivant la méthode indiquée précédemment.

Le comportement interfacial est représenté par une contrainte de cisaillement  $\tau$ , constante. Le profil de surcharge de la fibre est triangulaire (figure 10). La contrainte appliquée à la fibre est donnée par la relation suivante :

$$(9) \quad \begin{aligned} \sigma_f(x) &= \sigma_{\max}^f - \frac{2\tau}{R_f} x & 0 < x < 1 \\ \sigma_f(x) &= \sigma_{\min}^f + \sigma_f^T & x > 1 \end{aligned}$$

$\sigma_f^T$  représente les contraintes résiduelles longitudinales dans les fibres.  $\sigma_{\max}^f$  est la contrainte au droit de la fissure. La longueur nécessaire au transfert de charge est donnée par la relation (10).

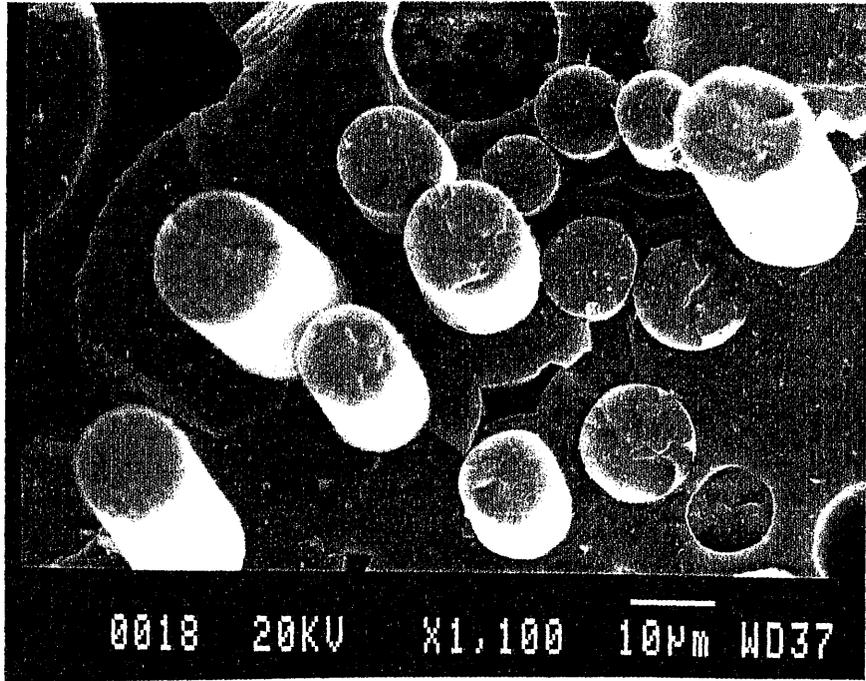
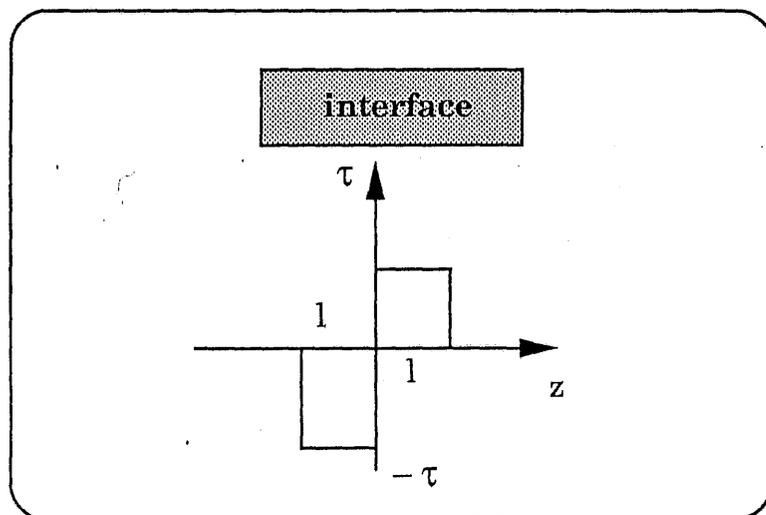
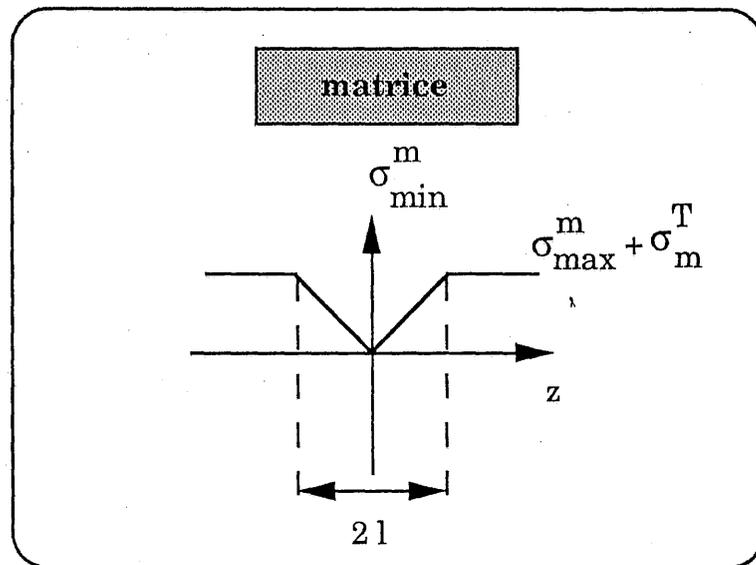
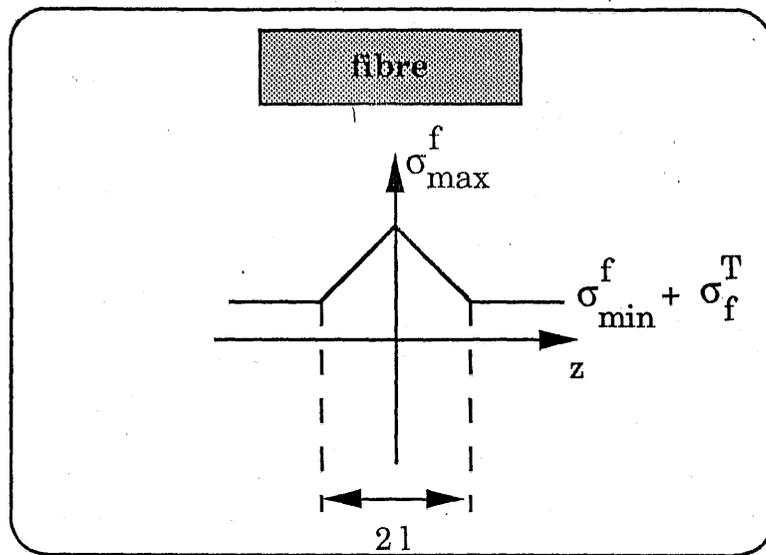
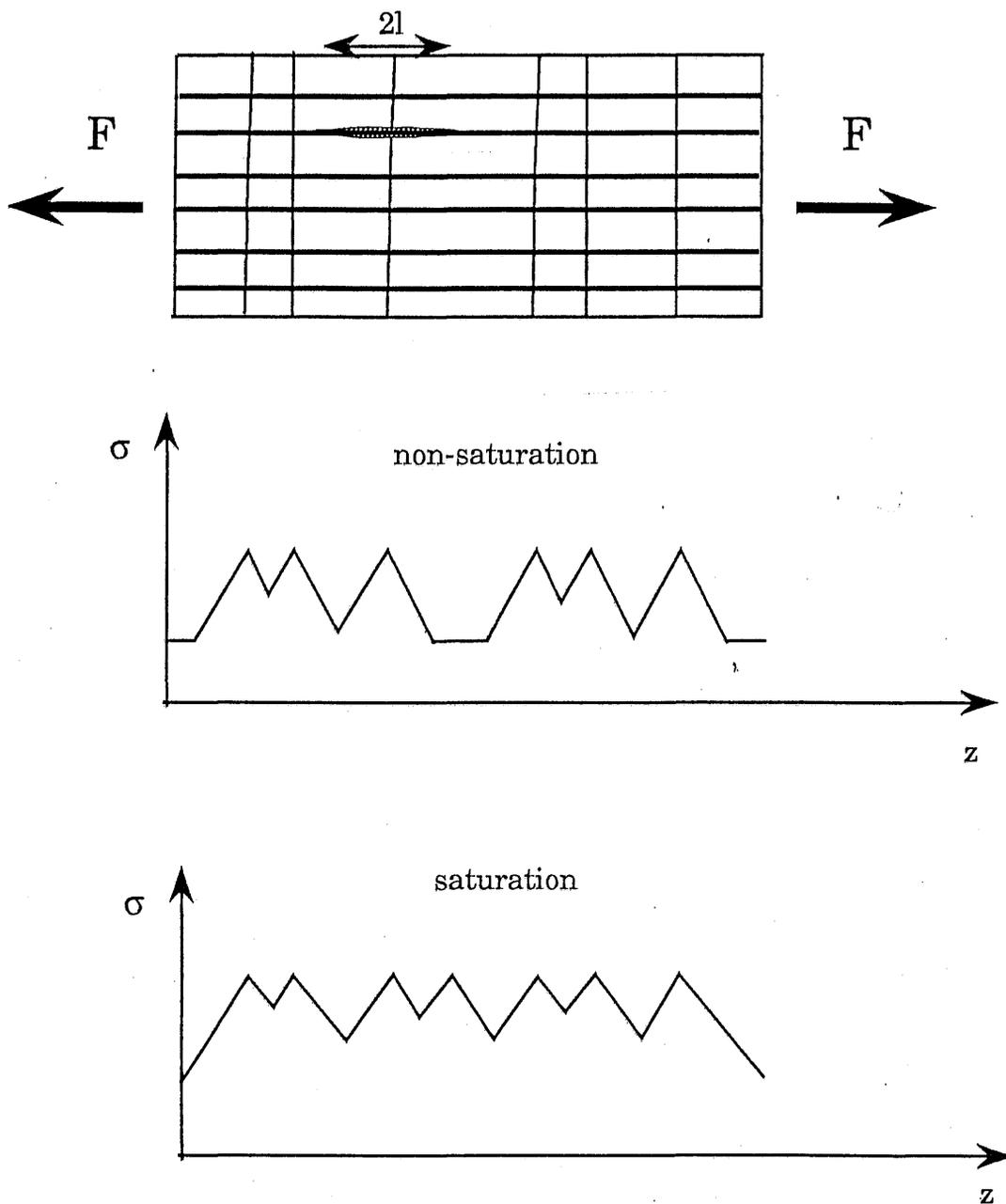


Fig. 9 : Micrographie montrant des fibres déchaussées (lot C,  $V_m = 70\%$ )



**Fig. 10 : Profil de contraintes dans la fibre et dans la matrice après glissement à cisaillement constant**



**Fig. 11 : Distributions des contraintes dans un filament non cassé**

$$(10) \quad 2l = R_r \left[ \frac{\sigma_{\max}^f - (\sigma_{\min}^f + \sigma_f^T)}{\tau} \right]$$

L'hypothèse de cisaillement interfacial constant qui est à la base de la plupart des modèles conduit à des expressions simples et aisément exploitables. L'effet Poisson responsable d'un profil de cisaillement variable selon la force appliquée à la fibre, est négligé.

Les décohésions peuvent se chevaucher en raison de la position aléatoire des fissures. Les blocs de matrice ne sont donc pas indépendants. La saturation matricielle est atteinte lorsque le volume effectif du plus grand bloc de matrice devient nul. La décohésion interfaciale affecte alors toute la longueur du bloc et donc du minicomposite (figure 11).

### 3.1.2 - Rupture des fibres au sein du minicomposite

Parallèlement à la fissuration de la matrice, la probabilité de rupture des fibres a été déterminée. Les ruptures de fibres sont statistiquement indépendantes. La contrainte à rupture dépend non seulement du champ des contraintes s'exerçant dans les fibres mais aussi de la loi de partage de charge selon laquelle, la charge appliquée est distribuée parmi les fibres intactes au fur et à mesure de leur rupture. L'hypothèse la plus réaliste ici, est un partage global de la charge comme dans les fils bruts [21], accompagné de la décharge de chaque fibre rompue sur toute sa longueur. En effet, les premières ruptures de fibres se produisent lorsque le degré de fissuration matricielle est déjà très avancé. De plus, les ruptures de fibres se localisent préférentiellement dans la zone de décohésion. La matrice étant fortement endommagée par des fissures traversantes peu distantes les unes des autres et les décohésions occupant la majeure partie voire l'ensemble de la région interfaciale le long de la fibre, la matrice ne peut donc plus jouer un rôle efficace dans la transmission des efforts. En d'autres termes, la longueur ineffective est trop grande par rapport à la taille des blocs de matrice. Une fibre rompue est donc déchargée sur toute sa longueur. La charge qu'elle supportait, est alors répartie parmi toutes les autres fibres non cassées.

Ce mécanisme implique qu'une fibre ne peut se rompre qu'une seule

fois mais en un point quelconque de sa longueur totale. Ces hypothèses sont surtout appropriées en présence d'une fissuration matricielle importante et pour des longueurs de décohésion interfaciale étendues. Par contre, si la fissuration matricielle est peu développée et les décohésions interfaciales sont très réduites, la matrice peut encore jouer un certain rôle. En effet, elle peut recharger une fibre rompue au-delà d'une certaine distance. La longueur ineffective est alors petite, comparée à la taille effective des blocs <sup>(1)</sup> de matrice.

La probabilité de rupture des fibres au sein des minicomposites est calculée en fonction du nombre de fissures présentes dans l'échantillon. Elle est exprimée en fonction d'une longueur équivalente,  $L_{\text{equi}}$  qui est définie comme la longueur qu'auraient les fibres pour la même probabilité de rupture sous la contrainte  $\sigma_{\text{max}}^f$ , répartie de manière uniforme. La probabilité de rupture d'une fibre au sein du minicomposite s'écrit :

$$(11) \quad P = 1 - \exp \left[ -A_f L_{\text{equi}} \left( \frac{\sigma_{\text{max}}^f}{\sigma_{\text{of}}} \right)^{m_f} \right]$$

avec

$$(12) \quad \sigma_{\text{max}}^f = \frac{F}{A_f^t (1 - \alpha)}$$

$F$  : force appliquée au minicomposite,

$A_f$  : section d'un monofilament,

$A_f^t$  : section de l'ensemble des fibres,

$m_f$  et  $\sigma_{\text{of}}$  : paramètres statistiques des fibres.

$\alpha$  : pourcentage de ruptures de fibres.

La proportion de fibres rompues  $\alpha$ , représente la probabilité de rupture de la  $N^{\text{ième}}$  fibre. Le nombre de fibres cassées,  $N$ , sous la charge  $F$  est donc donné par la relation (13) en fonction du nombre de fibres initiales  $N_0$ .

$$(13) \quad N = N_0 P$$

La relation (14) donne le pourcentage de fibres non cassées continuant à

(1) La taille effective des blocs réfère à la partie du bloc dans laquelle la fissuration est susceptible de se produire.

supporter les efforts.

$$(14) \quad q = 1 - \alpha = \exp \left[ -A_f L_{\text{equi}}(\alpha) \left( \frac{F}{A_f^t (1 - \alpha) \sigma_{of}} \right)^{m_f} \right]$$

La rupture du minicomposite se produit lorsque la force appliquée conduit à une évolution instable de la rupture des fibres. Cela correspond au critère suivant :

$$(15) \quad \left. \frac{\partial F}{\partial \alpha} \right|_{\alpha=\alpha^*} = 0$$

$\alpha^*$  correspond au pourcentage critique de fibres rompues. La figure 12 résume les étapes de la simulation du comportement du minicomposite en traction uniaxiale. La courbe de comportement force-déformation est obtenue en calculant la déformation associée.

### 3.1.3 - Calcul de la longueur équivalente de fibre

La probabilité de rupture  $P$ , d'une fibre au sein du minicomposite s'écrit :

$$(16) \quad P = 1 - (1 - P_i)^k (1 - P_j)^t$$

Le terme  $(1 - P_i)^k$  correspond à la probabilité de survie de la fibre dans les  $k$  blocs de matrice où les longueurs de décohésion ne se chevauchent pas (blocs de type I). Le terme  $(1 - P_j)^t$  représente la probabilité de survie de la fibre dans les  $t$  blocs de matrice où les longueurs de décohésion se chevauchent (blocs de type II) (figure 13).

#### □ Calcul de la probabilité de survie de la fibre dans un bloc de type I :

Le profil des contraintes est représenté par la figure 13, si le bloc considéré n'est pas un bord. La longueur équivalente s'exprime en fonction du pourcentage de fibres rompues  $\alpha$  et des contraintes résiduelles dans les fibres,  $\sigma_f^T$ . Sur la longueur de décohésion  $2l$  donnée par la relation (17), la contrainte dans les fibres varie de  $\sigma_{\max}^f$  à  $\sigma_{\min}^f + \sigma_f^T$ .

$$(17) \quad 2l = \frac{R_f}{\tau} \left( \frac{F}{A_f^t(1-\alpha)} \frac{a}{(1+a)} - \sigma_f^T \right)$$

$$(18) \quad \sigma_{\max}^f = \frac{F}{A_f^t(1-\alpha)}$$

$$\sigma_{\min}^f = \frac{F}{A_f^t(1-\alpha)(1+a)}$$

La contrainte dans la fibre en fonction de la position  $z$  est donnée par la relation (19) en tenant compte des contraintes résiduelles.

$$(19) \quad \begin{cases} (a) & \sigma_f(z) = \sigma_{\max}^f \left[ \frac{z}{l} B + 1 \right] & 0 < z < l \\ (b) & \sigma_f(z) = \frac{F}{A_f^t(1-\alpha)(1+a)} + \sigma_f^T & z > l \end{cases}$$

avec :

$$(20) \quad B = \frac{-a}{(1+a)} + \frac{\sigma_f^T}{F} A_f^t(1-\alpha)$$

La probabilité de survie d'une fibre dans un bloc de taille  $L_i(I)$  s'écrit, considérant qu'elle suit une loi unimodale de Weibull :

$$(21) \quad 1 - P_i = \exp \left[ -2A_f \int_0^l \left( \frac{\sigma_f(z)}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} dz \right] \times \exp \left[ -A_f (L_i(I) - 2l) \left( \frac{\sigma_{\min}^f + \sigma_f^T}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right]$$

La probabilité de survie se réduit donc à l'équation suivante :

$$(22) \quad 1 - P_i = \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_{\max}^f}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} A_f \left[ \frac{2l}{B(m_f + 1)} (-1 + (1+B)^{m_f+1}) + (L_i(I) - 2l) \left( \frac{1}{1+a} + \frac{\sigma_f^T}{F} A_f^t(1-\alpha) \right)^{m_f} \right] \right]$$

La longueur de fibre équivalente dans le bloc  $i$  de type I est :

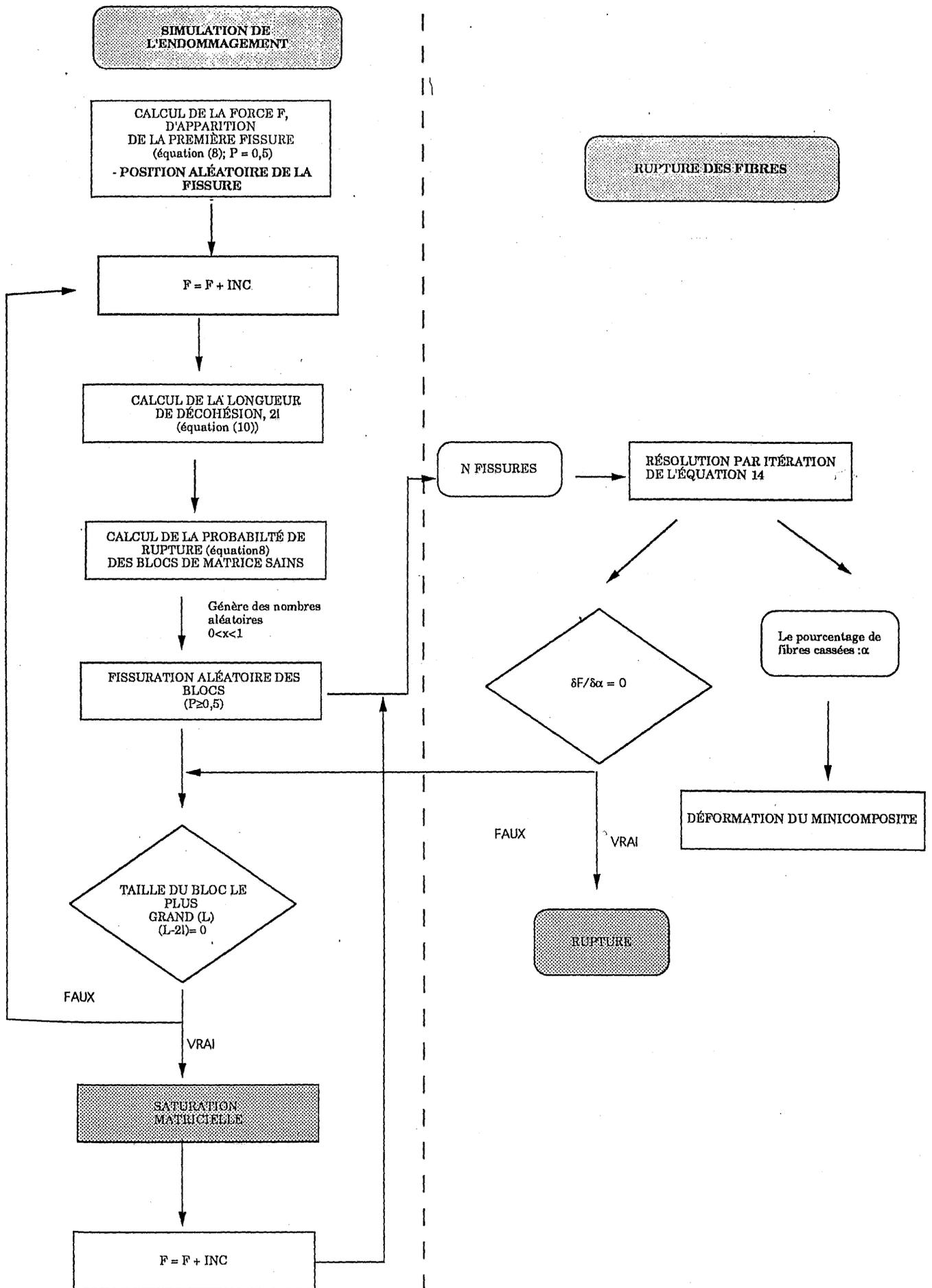
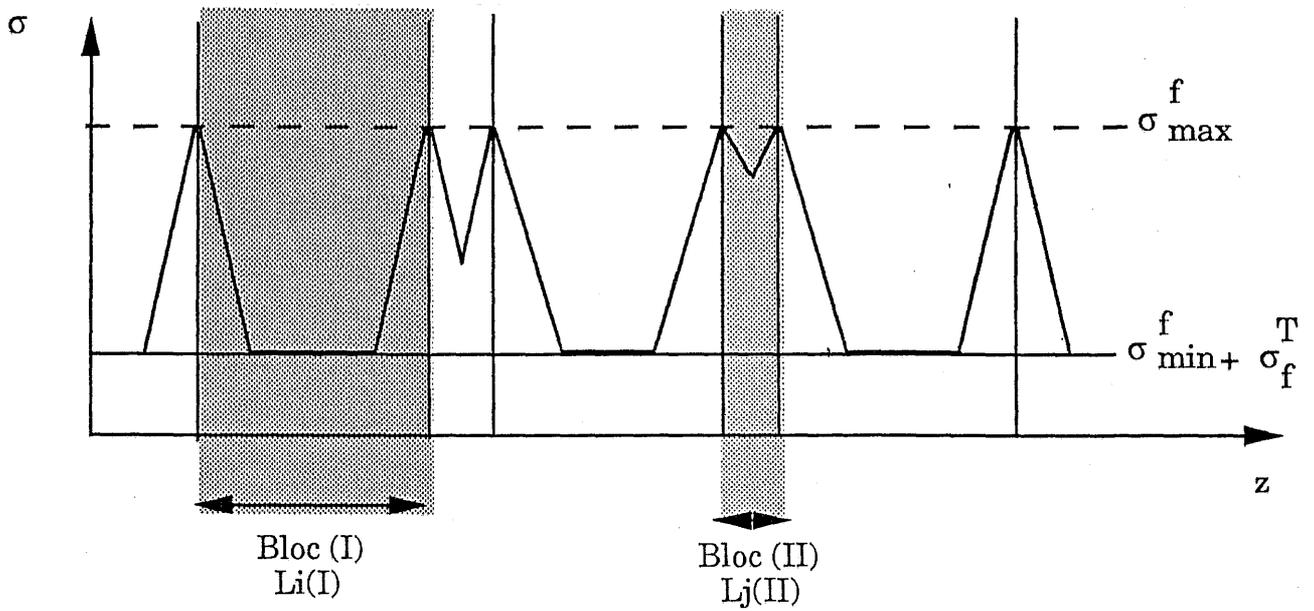
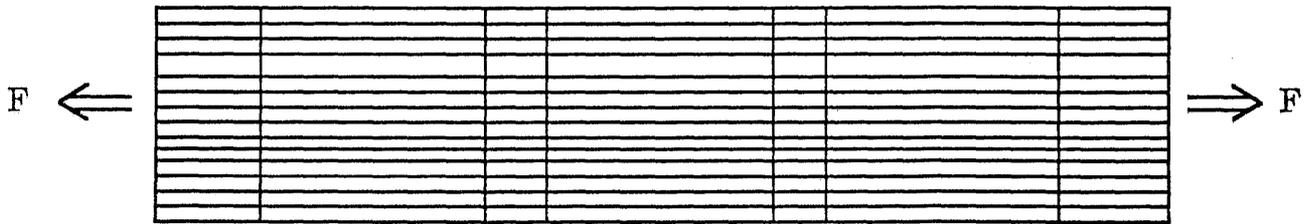


Fig. 12 : Algorithme du calcul de la rupture des minicomposites



$$\sigma_{\max}^f = \frac{F}{A_f^{t(1-\alpha)}}$$

$$\sigma_{\min}^f = \frac{F}{A_f^{t(1-\alpha)(1+a)}}$$

Fig. 13 : Profil des contraintes appliquées aux fibres

$$(23) \quad L_{\text{equi}}^{I,i}(\alpha) = L_i(I) \left[ \frac{2l}{L_i(I)} \frac{[(1+B)^{m_r+1} - 1]}{B(m_r+1)} + \left( 1 - \frac{2l}{L_i(I)} \right) \left( \frac{1}{1+a} + \frac{\sigma_f^T}{F} A_f^t (1-\alpha) \right)^{m_r} \right]$$

La longueur équivalente à tous les blocs de type I est :

$$(24) \quad L_{\text{equi}}^k(\alpha) = \sum_{i=0}^k L_{\text{equi}}^{I,i}(\alpha)$$

La probabilité de survie de la fibre en présence de k blocs de type I est donnée par la relation (25) :

$$(25) \quad (1-P_i)^k = \exp \left[ -A_f L_{\text{equi}}^k(\alpha) \left( \frac{F}{A_f^t (1-\alpha) \sigma_{of}} \right)^{m_r} \right]$$

□ Calcul de la probabilité de survie d'une fibre dans un bloc de type II et de longueur  $L_j(II)$  :

La probabilité de survie s'écrit :

$$(26) \quad 1-P_j = \exp \left[ -2A_f \int_0^{L_j} \left( \frac{\sigma_f(z)}{\sigma_{of}} \right)^{m_r} dz \right]$$

$$1-P_j = \exp \left[ -A_f \left( \frac{F}{A_f^t (1-\alpha) \sigma_{of}} \right)^{m_r} \left[ \frac{2l}{B(m_r+1)} \left( -1 + \left( \frac{L_j(II)}{2l} B + 1 \right)^{m_r+1} \right) \right] \right]$$

La longueur équivalente de la fibre dans un bloc de taille  $L_j(II)$  s'écrit :

$$(27) \quad L_{\text{equi}}^{II,j}(\alpha) = L_j(II) \left[ \frac{2l}{B(m_r+1)} \left( -\frac{1}{L_j(II)} + L_j^m(II) \left( \frac{1}{2l} B + \frac{1}{L_j(II)} \right)^{m_r+1} \right) \right]$$

La longueur totale équivalente pour tous les blocs de type II est donnée par la relation (28) :

$$(28) \quad L_{\text{equi}}^t(\alpha) = \sum_{j=0}^t L_{\text{equi}}^{\text{II},j}(\alpha)$$

La probabilité de survie de la fibre en présence de  $t$  blocs de type II est donnée par la relation (29).

$$(29) \quad (1 - P_j)^t = \exp \left[ - A_r L_{\text{equi}}^t(\alpha) \left( \frac{F}{A_r^t (1 - \alpha) \sigma_{\text{of}}} \right)^{m_r} \right]$$

La probabilité de survie de la fibre s'exprime :

$$(30) \quad 1 - \alpha = q = \exp \left[ - A_r \left( \frac{F}{A_r^t (1 - \alpha) \sigma_{\text{of}}} \right)^{m_r} L_{\text{equi}}(\alpha) \right]$$

avec

$$L_{\text{equi}}(\alpha) = L_{\text{equi}}^t(\alpha) + L_{\text{equi}}^k(\alpha)$$

### 3.1.4 - Calcul de la déformation du minicomposite

Les déformations des minicomposites sont dictées par les déformations des fibres. Celles ci sont déterminées en fonction du nombre de fissures apparues dans la matrice et du pourcentage de fibres cassées  $\alpha$ .

□ Calcul de l'allongement du minicomposite au niveau d'un bloc  $L_j(I)$  de type I :

- Allongement des fibres au niveau de zone de décohésion :

$$(31) \quad \Delta L_1 = \frac{2}{E_r} \int_0^l \sigma_r(z) dz$$

$$(32) \quad \Delta L_1 = \frac{2l}{2E_r} \left( \frac{F}{A_r^t (1 - \alpha)} \frac{2 + a}{1 + a} + \sigma_r^r \right)$$

- Allongement des fibres dans la partie intacte du minicomposite ( $l < z < L_j$ ) :

$$(33) \quad \varepsilon = \varepsilon_m = \varepsilon_r$$

$$(34) \quad \Delta L_2 = \frac{1}{E_f} \int_0^{(L_i(I)-2l)} \sigma_f(z) dz = \frac{1}{E_m} \int_0^{(L_i(I)-2l)} \sigma_m(z) dz$$

$$(35) \quad \Delta L_2 = \frac{L_i(I) - 2l}{E_f} \left( \frac{F}{A_f^t(1-\alpha)(1+a)} + \sigma_f^T \right)$$

$$\Delta L_2 = \frac{L_i(I) - 2l}{E_m} \left( \frac{F}{A_m \left(1 + \frac{1}{a}\right)} + \sigma_m^T \right)$$

$$(36) \quad \Delta L_i = \Delta L_1 + \Delta L_2 = \frac{L_i(I)}{E_f} \left( \frac{F \left(1 + \frac{al}{L_i(I)}\right)}{A_f^t(1-\alpha)(1+a)} + \sigma_f^T \left(1 - \frac{l}{L_i(I)}\right) \right)$$

L'allongement total de la fibre au sein des k blocs de matrice où les longueurs de décohesion ne se chevauchent pas (type I) :

$$(37) \quad \Delta L^I = \sum_{i=0}^k \Delta L_i$$

□ Allongement de la fibre au sein d'un bloc  $L_j$  de type II (les longueurs de décohesion se chevauchent).

Le champ de contrainte dans les fibres est donné par la relation (19 a) pour z compris entre 0 et  $L_j(II)/2$ . La déformation est obtenue par intégration de l'équation (31) comme précédemment :

$$(38) \quad \Delta L_j = \frac{L_j(II)}{E_f} \left( \frac{F}{A_f^t(1-\alpha)} \left( 1 - \frac{a}{1+a} \frac{L_j(II)/2}{2l} \right) + \sigma_f^T \frac{L_j(II)/2}{2l} \right)$$

L'allongement de la fibre au sein des blocs de type II où les longueurs de décohesion se chevauchent :

$$(39) \quad \Delta L^{II} = \sum_{j=0}^t \Delta L_j$$

L'allongement total du minicomposite :

$$(40) \quad \Delta L = \Delta L^I + \Delta L^{II}$$

La déformation du minicomposite associée est :

$$(41) \quad \varepsilon = \frac{\Delta L}{L}$$

### 3.2 - Application aux minicomposites SiC/C/SiC

La simulation de la courbe de comportement est effectuée à force croissante (figure 12). La longueur de décohesion  $2l$ , associée à chaque fissure est calculée à l'aide de la relation (10). La comparaison entre la taille des blocs de matrice et la longueur de décohesion renseigne sur le chevauchement des longueurs de décohesion. Si la taille du bloc est plus grande que  $2l$  alors le bloc est de type II, sinon il est de type I. Une fois le calcul de la longueur équivalente effectué, la fraction de fibres cassées  $\alpha$  est obtenue grâce à l'équation (14) résolue par itérations. La rupture ultime correspond au point pour lequel une augmentation de  $\alpha$  entraîne une baisse de la force (équation 15).

Les contraintes résiduelles dans les fibres et dans la matrice ont été négligées. Les données caractéristiques du matériau nécessaires au calcul sont les suivantes :

◇ le module d'Young des fibres et de la matrice,

$$E_f = 200 \text{ GPa [21]}$$

$$E_m = 400 \text{ GPa [27]}$$

◇ le volume de l'échantillon (tableau 1),

◇ les fractions volumiques des divers constituants,  $V_m, V_f, V_p$  (tableau 1),

◇ les paramètres statistiques de la matrice ( $m_m, \sigma_{0m}$ ) (tableau 3) et des fibres ( $m_f, \sigma_{0f}$ ) [22],

$$m_f = 5,45$$

$$\sigma_{0f} = 19,5 \text{ MPam}^{(-3/m_f)}$$

◇ la contrainte de cisaillement interfaciale  $\tau$ .

Les paramètres statistiques caractéristiques de la rupture de la matrice de carbure de silicium ont été obtenus à partir de la distribution statistique des contraintes d'apparition de la première fissure dans la

matrice des minicomposites détectée grâce à l'enregistrement de l'émission acoustique. La linéarité de la représentation loglog de ces contraintes, suggère que la rupture est causée par la présence d'une population unique de défauts, ainsi que cela avait été observé sur des microcomposites [13]. En outre, l'analyse statistique des contraintes d'apparition des fissures successives au sein de la matrice des microcomposites, a montré que toutes les fissures matricielles résultent de la présence d'une population unique de défauts. Les paramètres statistiques obtenus à chaque étape de la fissuration sont analogues.

Les paramètres statistiques des fibres de carbure de silicium ont été déterminés par régression linéaire des contraintes de rupture mesurées sur des monofilaments d'une longueur de jauge de 75 mm, sollicités en tension [22]. Les défauts extrinsèques ont été négligés, la simulation du comportement en traction uniaxiale de fils bruts a montré en effet qu'ils exercent une influence négligeable sur la rupture [21, 22].

## 4 - RÉSULTATS ET DISCUSSION

### 4.1 - Analyse des courbes de comportement

#### 4.1.1 - *Domaine linéaire initial*

Les modules d'Young des minicomposites déterminés à l'aide de la pente de la partie linéaire des courbes expérimentales force-déformation sont rassemblés dans le tableau 2. La figure 14 montre que le module d'Young des minicomposites augmente avec la fraction volumique de matrice de façon à peu près linéaire. La loi des mélanges (équation (1)) donne un module d'Young supérieur aux valeurs mesurées expérimentalement, suggérant que le module d'Young des fibres utilisé pour le calcul est supérieur au module des fibres au sein du minicomposite. En effet, le module d'Young des fibres aurait pu être réduit par l'élaboration du minicomposite. Cependant, le module des fibres n'est modifié qu'au-delà de 1000°C [2]. Une mauvaise estimation des fractions volumiques et de la section totale, en raison des dispersions morphologiques inhérentes aux matériaux, pourrait également expliquer cet écart.

### 4.1.2 - Fissuration matricielle

#### a - Apparition de la première fissure matricielle

La fissuration détectée par émission acoustique est antérieure à la fin du domaine linéaire (tableau 2) confirmant que les premières fissures n'affectent pas de manière significative la rigidité du minicomposite. L'amorçage de la fissuration est influencé par la fraction volumique de matrice (figure 15). Plus la fraction volumique de matrice est élevée plus la contrainte ou la déformation à rupture est basse. Cet effet s'explique par des effets d'échelle inhérents aux matériaux céramiques fragiles, comme le montre la tendance indiquée par les courbes théoriques calculées à l'aide de l'équation suivante déduite de l'équation de Weibull :

$$(42) \quad \sigma^{m_m} = \frac{\sigma_{om}^{m_m}}{V_{fibres} \frac{V_m}{1-V_m}} \ln \frac{1}{(1-P)}$$

où  $V_{fibres}$  représente le volume des fibres.

Une équation semblable peut être obtenue en fonction des déformations. Les courbes ont été calculées pour des paramètres statistiques du lot C (tableau 3). L'écart croissant qui apparaît entre les courbes théoriques et les données expérimentales aux faibles fractions volumiques de matrice peut être attribué à la présence de contraintes résiduelles qui augmentent au fur et à mesure que la fraction volumique de matrice diminue s'il s'agit de contraintes de compression ou qui diminuent s'il s'agit de contraintes de tension. La deuxième hypothèse semble la plus satisfaisante si l'on se base sur les coefficients de dilatation respectifs de la fibre et de la matrice. Toutefois ce raisonnement ne tient pas compte des interactions possibles entre fibres, qui ont été mises en évidence par plusieurs auteurs [31, 32]. Les fissures longitudinales observées dans la matrice des minicomposites du lot A sont induites par les composantes tangentielles des contraintes résiduelles.

La linéarité (figure 16) des distributions statistiques des contraintes à rupture de la matrice met en évidence l'existence d' **une seule population de défauts**. Les modules de Weibull obtenus pour les différents lots de minicomposites et pour des microcomposites [27], sont voisins (tableau 3).

Lot		A ( $V_m = 27\%$ )	B ( $V_m = 60\%$ )	C ( $V_m = 70\%$ )
Module d'Young	(GPa)	215 (9,13)*	262 (22)	295 (27)
Début de la fissuration matricielle : fin du domaine linéaire	Force (N)	46 (11)	39 (6)	58 (11)
	Déformation (%)	0,17 (0,039)	0,065 (0,011)	0,046 (0,011)
Début de la fissuration matricielle : émission acoustique	Force (N)	43 (10)	36 (4,83)	54 (13)
	Déformation (%)	0,15 (0,036)	0,052 (0,01)	0,041 (0,08)
	Contrainte (MPa)	626 (127)	195 (34)	146 (37)
Saturation matricielle	Force (N)	?	114 (7)	?
	Déformation (%)	?	0,42 (0,066)	?
Rupture ultime	Force (N)	80 (9)	120 (21)	132 (10)
	Déformation (%)	0,34 (0,048)	0,64 (0,2)	0,41 (0,099)
Pas de fissuration à rupture	( $\mu\text{m}$ )	?	71 <sup>(1)</sup> (50)	480 (350)
			120 <sup>(2)</sup> (96)	
Longueur de déchaussement	( $\mu\text{m}$ )	?	69 (47)	43 (24)
Contrainte de cisaillement interfaciale $\tau$	(MPa)	?	115	21

(1) valeur du pas de fissuration mesuré au-delà de la saturation matricielle  
(2) valeur du pas de fissuration à rupture mesuré avant la saturation matricielle

Tableau 2 - Valeurs caractéristiques des minicomposites (\* Écart type)

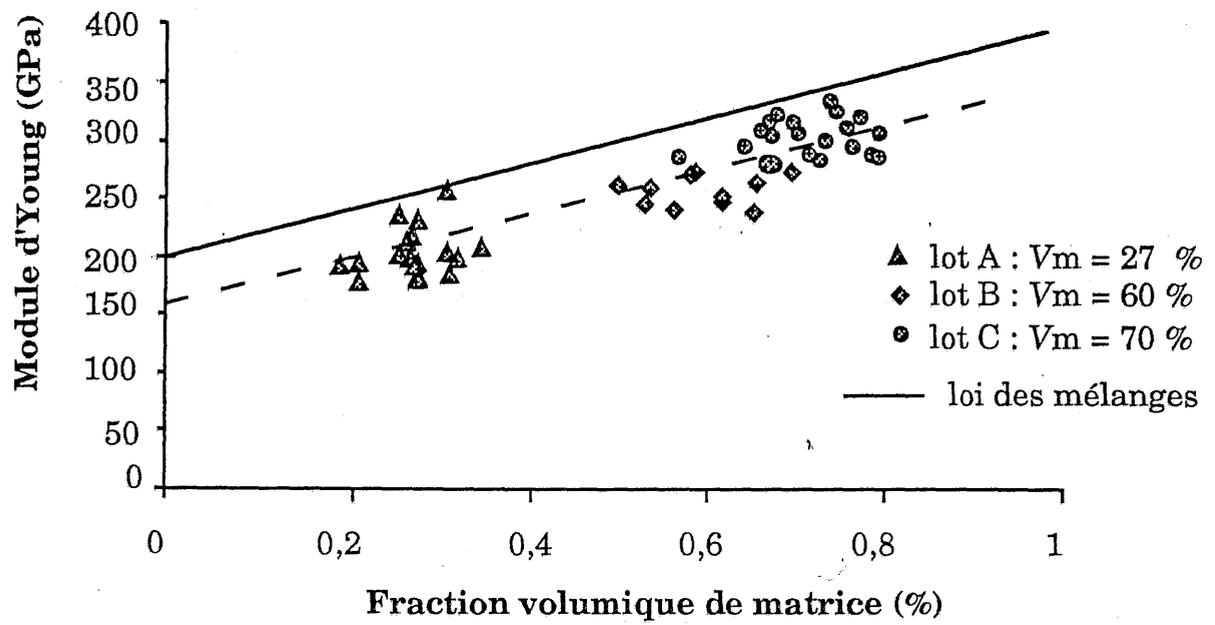
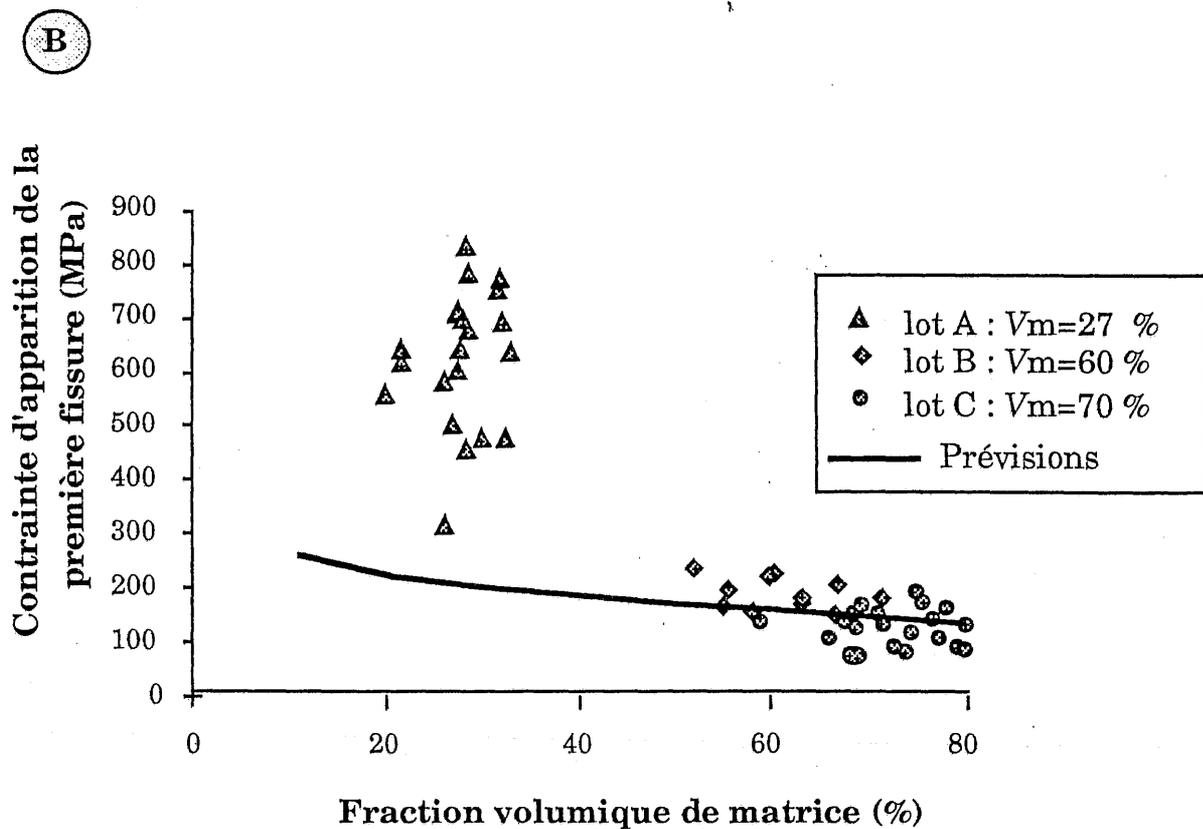
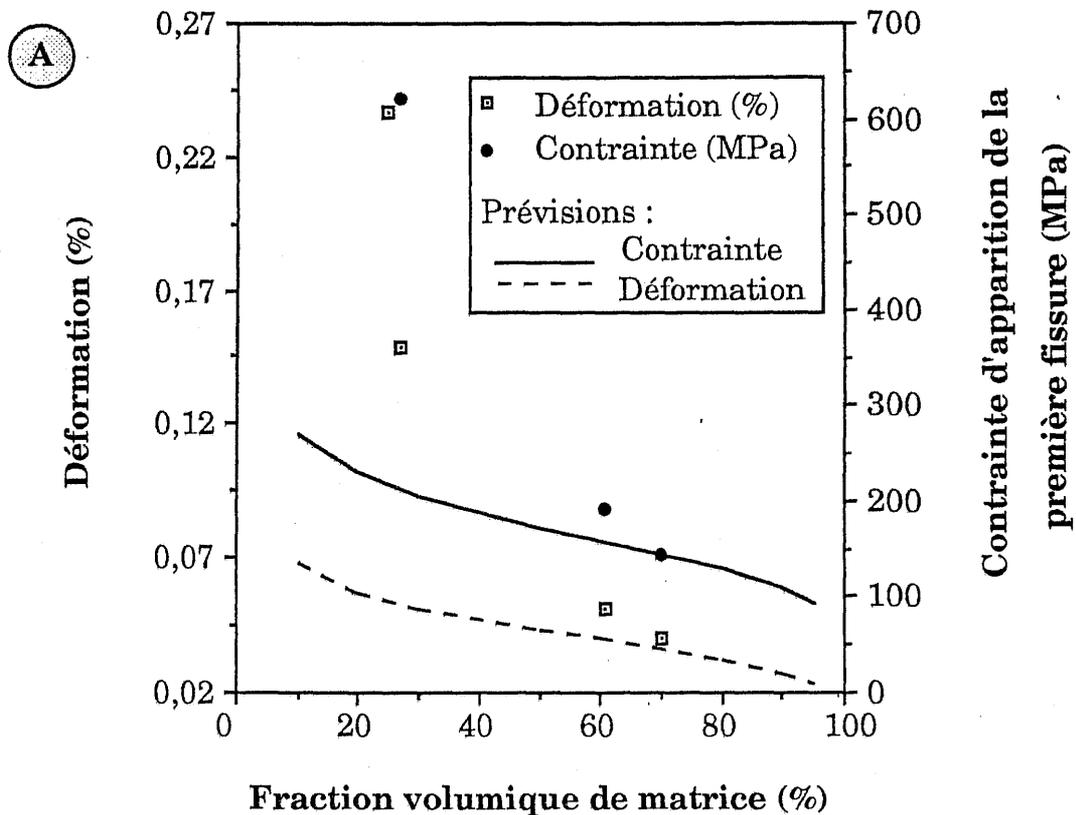


Fig. 14 : Évolution du module d'Young des minicomposites avec la fraction volumique de matrice

	<i>Régression linéaire</i>			<i>Maximum de vraisemblance</i>		
	$m_m$	$\sigma_{om}$	$A^*$	$m_m$	$\sigma_{om}$	$A^*$
<b>Lot A</b> $V_m = 27 \%$	5,39 (1,17)*	17 (1)	0,21	6,14 (1,1)	26,54 (0,72)	0,19
<b>Lot B</b> $V_m = 60 \%$	6,24 (1,88)	11,36 (0,60)	0,22	6,08 (1,66)	10,51 (1,23)	0,20
<b>Lot C</b> $V_m = 70 \%$	5,14 (1)	5,26 (0,22)	0,3	4,84 (0,74)	4,26 (0,18)	0,23
<b>Microcomposites</b> $V_m = 63 \%$	4,45 (1,57)	1,27 (0,05)	0,45	5,04 (1,76)	2,07 (0,09)	0,38

Tableau 3 - Paramètres statistiques de Weibull caractéristiques de la fissuration matricielle (\* écart type)



**Fig. 15 : Influence de la fraction volumique de matrice sur :**  
 A) la déformation moyenne et de la contrainte moyenne d'apparition de la première fissure  
 B) la contrainte d'apparition de la première fissure.

La rupture de la matrice est donc décrite à l'aide d'une statistique de Weibull unimodale. L'analyse de la distribution des contraintes d'apparition de la première fissure matricielle a été effectuée par régression linéaire et par le maximum de vraisemblance (tableau 3). Les valeurs du test d'ajustement  $A^*$  reportées dans le tableau 3 montrent que les paramètres statistiques obtenus par le maximum de vraisemblance sont plus satisfaisants que ceux obtenus par régression linéaire. Ce résultat est confirmé par la figure 17 qui indique que le meilleur ajustement entre les distributions théoriques et expérimentales correspond aux paramètres obtenus par le maximum de vraisemblance. Ce sont ces paramètres qui seront utilisés par la suite.

La dispersion observée sur le module de Weibull  $m$  résulte de l'écart type [33] lié au nombre d'échantillons testés (annexe 5). Par contre, la dispersion sur le facteur de normalisation  $\sigma_{0m}$  n'est pas liée au nombre d'échantillons testés, en effet, c'est un paramètre relativement peu biaisé (tableau 3). Plus le taux de matrice des minicomposites est faible, plus  $\sigma_{0m}$  est élevé. Les écarts peuvent être attribués à la présence des contraintes résiduelles de tension dans la matrice précédemment évoquées qui sont plus ou moins importantes selon la fraction volumique de matrice. On notera que, à teneur de matrice comparable, les valeurs de  $\sigma_{0m}$  sont du même ordre de grandeur pour les minicomposites et pour les microcomposites [27]. En outre, il est légitime de penser que  $\sigma_{0m}$  pour le lot A est surestimé en raison des fissures préexistantes dans la matrice qui affectent le volume de matrice à considérer. Cela n'est pas pris en compte dans le calcul de  $\sigma_{0m}$ .

La rupture des minicomposites des lots A et B calculée avec les paramètres du lot C est sous-estimée (figure 16) confirmant les résultats précédents. L'écart avec les données du lot B est peu important, suggérant que les contraintes résiduelles ne sont pas significativement différentes. Par contre, la divergence avec les données du lot A est beaucoup plus importante. Elle peut être attribuée en outre au fait que les contraintes expérimentales de formation de la première fissure sont surestimées en raison de la présence de fissures avant essai au sein des échantillons du lot A.

*b - Pas de fissuration.*

Les fissures se forment perpendiculairement aux fibres et sont traversantes (figure 18). Des observations avant essai montrent la présence de fissures longitudinales point de départ de petites fissures radiales (figure 4) ne faisant pas le tour de la fibre pour le lot A ( $V_m = 27\%$ ). Cette fissuration absente de deux autres lots est attribuée à la présence de contraintes résiduelles de tension importantes dans la matrice et supérieures à la contrainte d'apparition de la première fissure.

L'espacement entre les fissures à rupture a été mesuré en microscopie optique (figure 19). Il a été nécessaire pour le lot B d'effectuer une attaque au réactif de Murakami<sup>(1)</sup>. Cela n'a pas été utile pour le lot C, car les fissures étaient très ouvertes. La fissuration du lot A n'a pas pu être analysée. La figure 19 et le tableau 2 montrent que le pas de fissuration est le plus faible pour les minicomposites du lot B. Ce résultat peut être attribué au fait que la saturation matricielle a été observée seulement pour le lot B (tableau 2).

*4.1.3 - Rupture ultime**a - Dispersion de la rupture ultime*

La figure 20 représente les distributions des déformations et des forces à rupture pour les trois lots de minicomposites. Leur rupture est relativement dispersée (figure 20), surtout pour le lot B. En fonction de la force ou de la déformation à rupture, le lot B peut être scindé en deux catégories : (1) la déformation à rupture est inférieure à 0,65 % (force < 120 N), (2) la déformation à rupture est supérieure à 0,65 %. Le tableau 4 résume les caractéristiques morphologiques de ces deux groupes. La dispersion observée n'a pu être corrélée avec des variations dans les fractions volumiques de matrice ou de porosité. La figure 21 représente l'évolution de la déformation à rupture avec la porosité. La morphologie des matériaux ne semble pas être à l'origine de cette dispersion importante.

---

(1) Ce réactif constitué de soude et d'hexacyanoferrate de potassium permet de révéler les fissures.

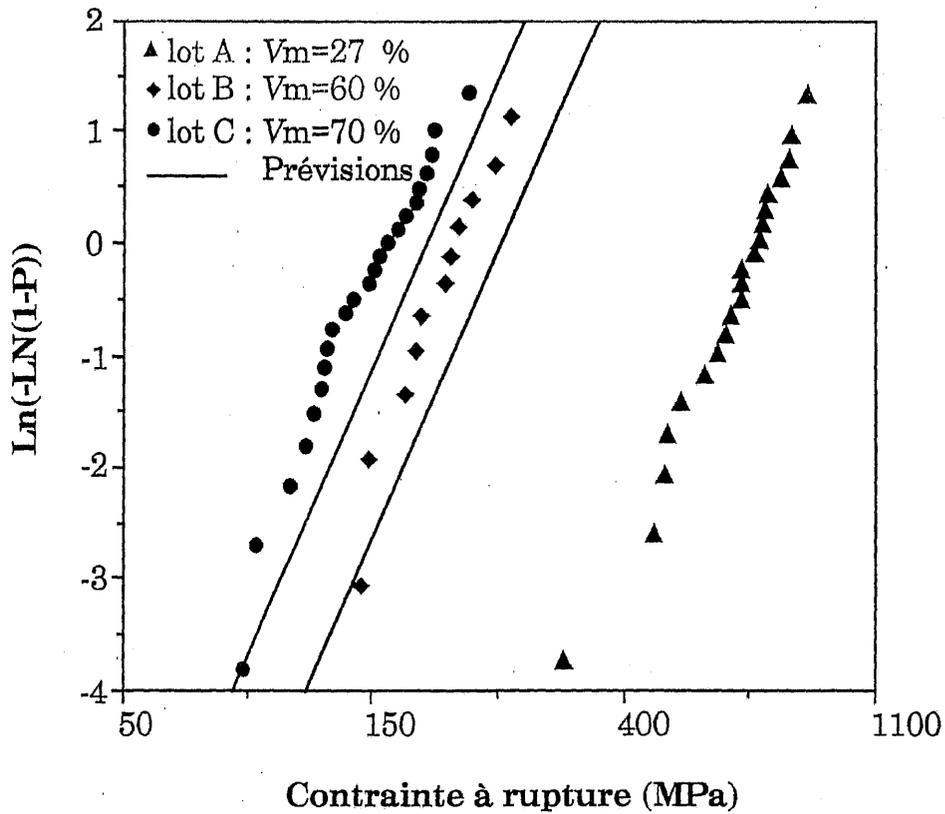


Fig. 16 : Distributions expérimentales et théoriques des contraintes d'apparition de la première fissure dans la matrice pour les divers types de minicomposites

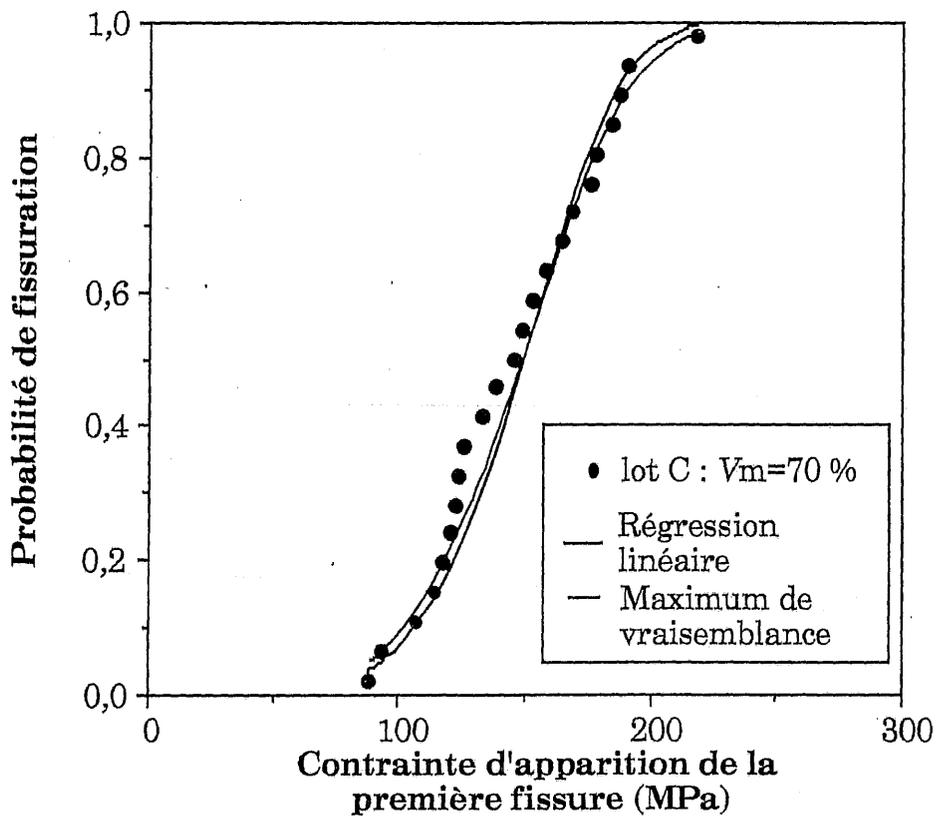
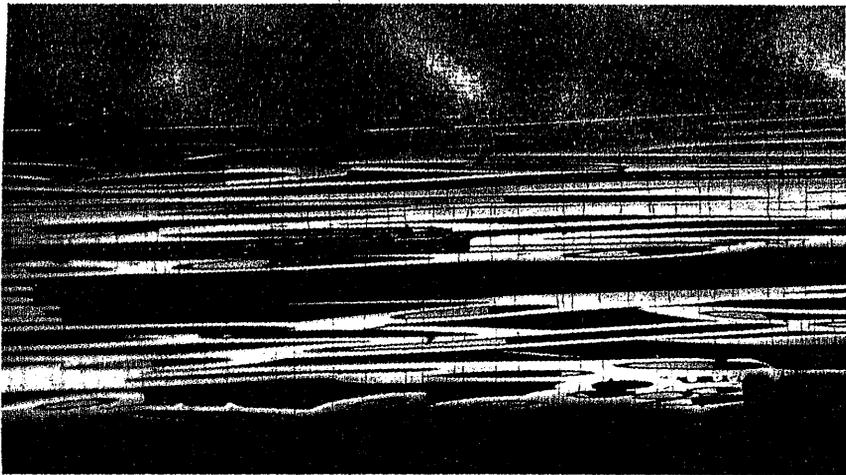


Fig. 17 : Comparaison entre les distributions expérimentales et les distributions théoriques.

A



100  $\mu\text{m}$

B

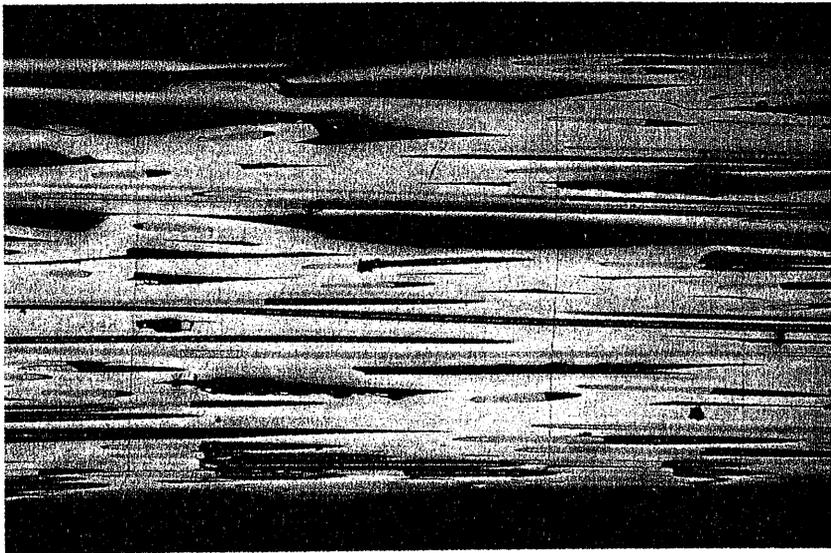
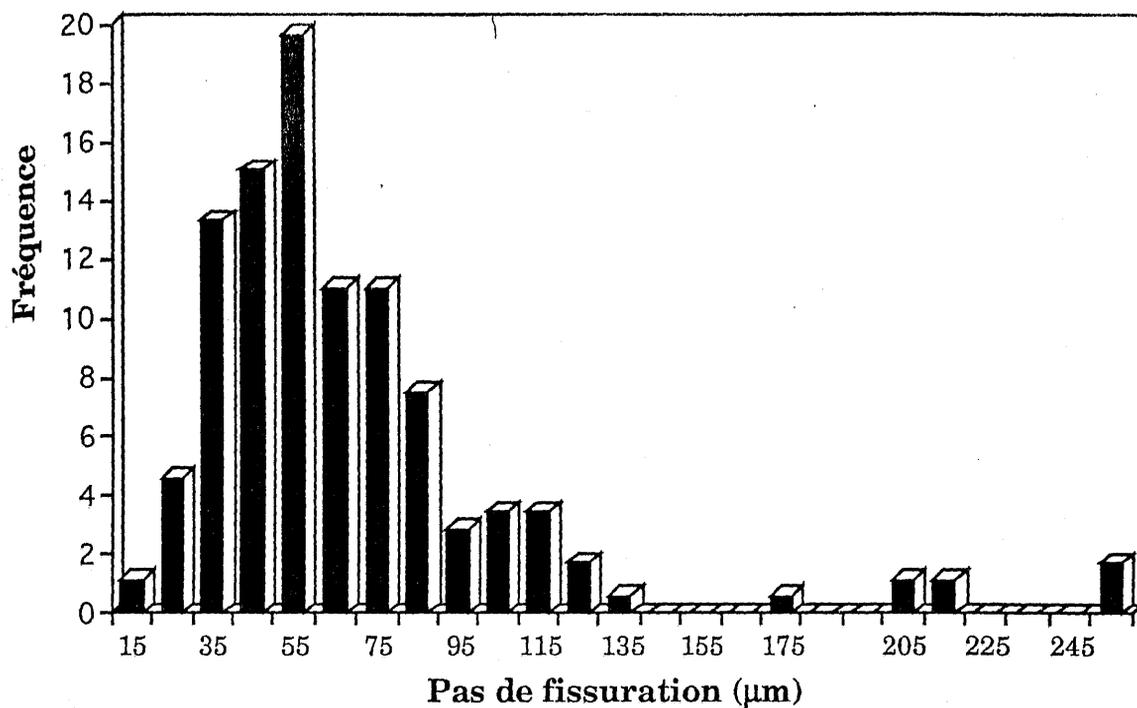


Fig. 18 : Fissuration des minicomposites : A) Lot B,  $V_m = 60\%$   
B) Lot C,  $V_m = 70\%$

a) lot B :  $V_m = 60\%$



b) lot C :  $V_m = 70\%$

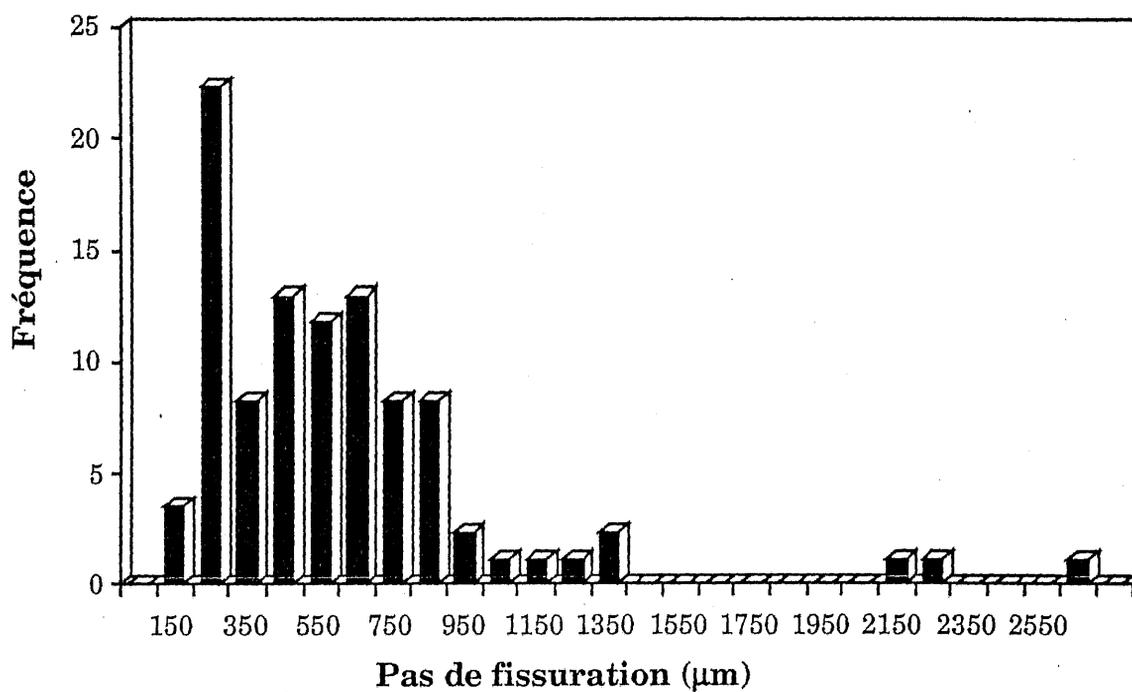


Fig. 19 : Histogramme des pas de fissuration mesurés après rupture pour les minicomposites SiC/C/SiC

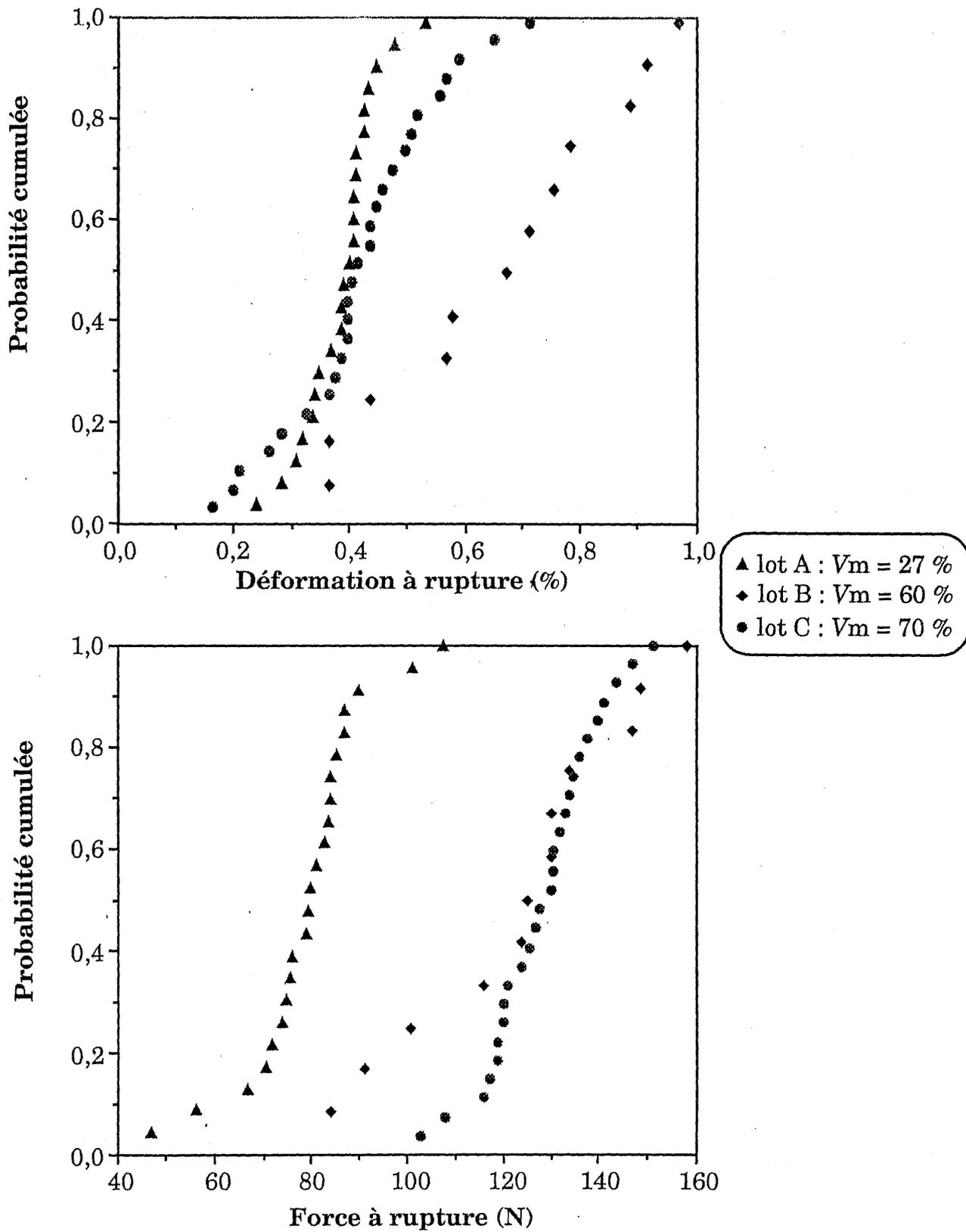


Fig. 20 : Distributions des déformations et des forces à rupture des minicomposites

	Déformation à rupture (%)	Force à rupture (N)	Fraction volumique de matrice (%)	Porosité (%)
Valeurs moyennes pour les échantillons dont la rupture est supérieure à 0,65 %	0,82 (0,1)	142,8 (13)	60,9 (6,25)	8,38 (3,2)
Valeurs moyennes pour les échantillons dont la rupture est inférieure à 0,65 %	0,45 (0,1)	105,53 (21)	59 (8,8)	8,36 (7)

Tableau 4 - Séparation du lot B ( $V_m = 60\%$ ) en deux catégories en fonction de la déformation à rupture

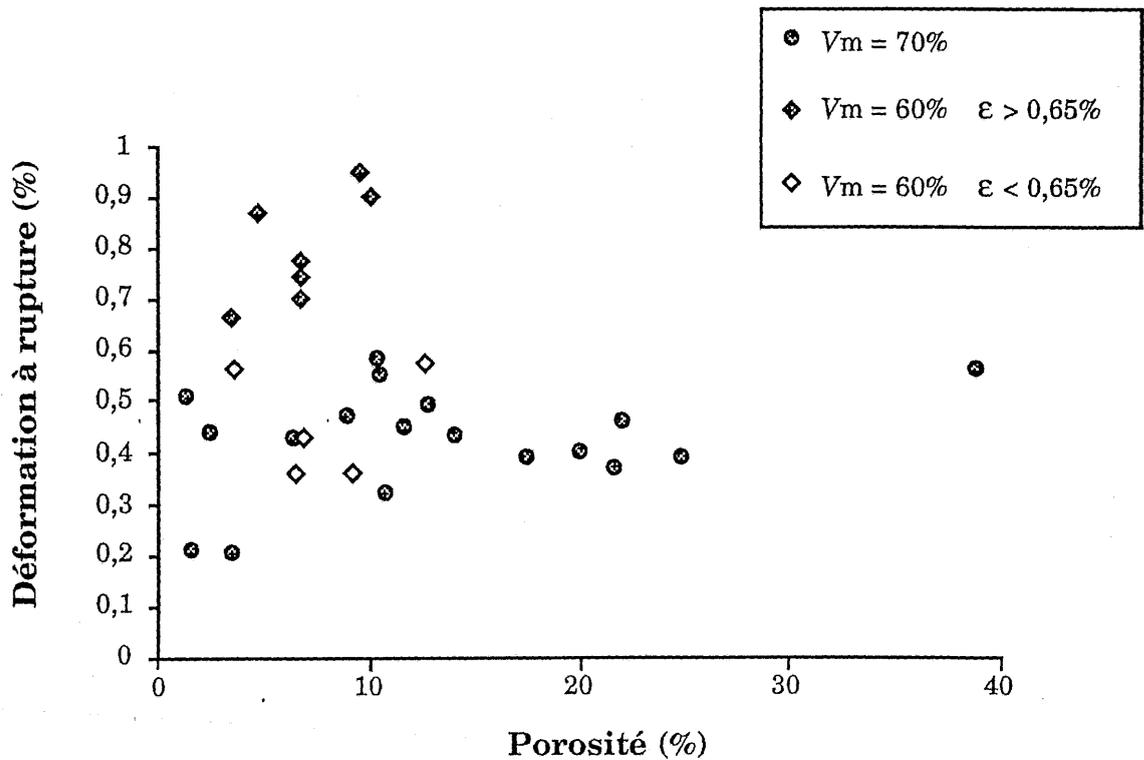


Fig. 21 : Évolution de la déformation à rupture en fonction de la porosité dans la matrice

*b - Analyse des faciès de rupture*

Les surfaces de rupture des minicomposites ont été observées après traction. Les lots B et C présentent des surfaces relativement planes comparativement au lot A. En fonction de la fraction volumique de matrice, on observe une évolution des faciès des fibres (figure 22). Plus le taux de matrice est important, plus les faciès dits "tourmentés" (figure 23) sont nombreux et plus le taux de faciès miroirs est faible. Le taux de faciès lisses quant à lui reste constant. Pour le lot B, les mesures ont été effectuées dans des échantillons présentant un comportement moyen. Les faciès tourmentés s'apparentent à des faciès miroirs perturbés. Ils pourraient être liés à la violence de la rupture. Il est difficile d'associer les faciès de rupture à la présence ou non d'un déchaussement. Cependant, dans le lot B, les faciès lisses appartiennent principalement à des fibres déchaussées.

*c - Distribution des contraintes à rupture des monofilaments.*

Les mesures des rayons des faciès miroirs ont permis de calculer les contraintes à rupture des fibres de carbure de silicium au sein des minicomposites (figure 24). Sur cette figure sont représentées les distributions des contraintes à rupture des fibres déterminées à partir :

- des essais sur monofilaments de 75 mm de longueur de jauge [22],
- des mesures de miroirs au sein des fils bruts [21],
- des mesures de miroirs des fibres au sein des minicomposites.

Les distributions obtenues pour les minicomposites coïncident avec celles obtenues à partir des fils bruts [21]. Or, la longueur effective des fibres au sein du minicomposite est inférieure à celle des fils bruts en raison du champ des contraintes. Cela suggère donc que les fibres ont subi une certaine dégradation.

Les valeurs de  $m_f$  obtenues sont comprises entre 4,1 et 4,45 pour les trois lots de minicomposites. La valeur de  $m_f$  est comparable à celle mesurée sur les monofilaments. L'évaluation du facteur de normalisation n'est pas aisée car le champ exact de contrainte supportée par les fibres examinées n'est pas connu. De plus, la mesure du rayon miroir nous renseigne uniquement sur la contrainte locale de rupture.

*d - Déchaussement des fibres.*

Le déchaussement des fibres a été mesuré au MEB. Les déchaussements semblent légèrement plus faibles pour les échantillons du lot C (tableau 2 et figure 25).

*4.1.4 - Analyse des cycles de charge et décharge*

L'émission acoustique reste constante au cours des cycles, aucun endommagement supplémentaire n'est donc induit pas les décharges (figures 7 et 8). L'allongement résiduel mesuré à chaque cycle est plus important si le taux de matrice est plus élevé. Il en est de même pour l'aire des boucles d'hystérésis.

Le calcul de la contrainte de cisaillement interfacial a été effectué, pour les lots B et C, pour les cycles réalisés soit en deçà de la saturation matricielle (lot C) soit juste avant la rupture du minicomposite (lot B) mais au-delà de la saturation matricielle. La figure 26' représente l'évolution de  $\frac{\delta\Delta}{\sigma_p^2}$  en fonction de  $\frac{\sigma}{\sigma_p} \left[ 1 - \frac{\sigma}{\sigma_p} \right]$ . Pour l'échantillon du lot B analysé, les deux cycles au-delà de la saturation matricielle ont été exploités. Les points ne se placent pas tout à fait sur une droite, mais forme une légère boucle. En effet, les cycles ne sont pas symétriques. Par contre, l'analyse du cycle effectué sur un échantillon du lot C juste avant rupture conduit à une droite. Les valeurs de  $\tau$  obtenues sont reportées au tableau 2.

Cette analyse met en évidence des contraintes de cisaillement interfacial différentes suivant le lot considéré, la fraction volumique de matrice, et selon que la saturation a pu ou non être atteinte. Les valeurs les plus élevées ont été obtenues pour le lot B. Ce modèle d'évaluation de la contrainte de cisaillement interfacial a été développé pour des microcomposites. Son extension aux minicomposites fournit une estimation de la contrainte de cisaillement apparente.

*4.2 - Comparaison entre les résultats théoriques et expérimentaux.**4.2.1 - Simulation du comportement*

En raison d'une exploitation expérimentale réduite des

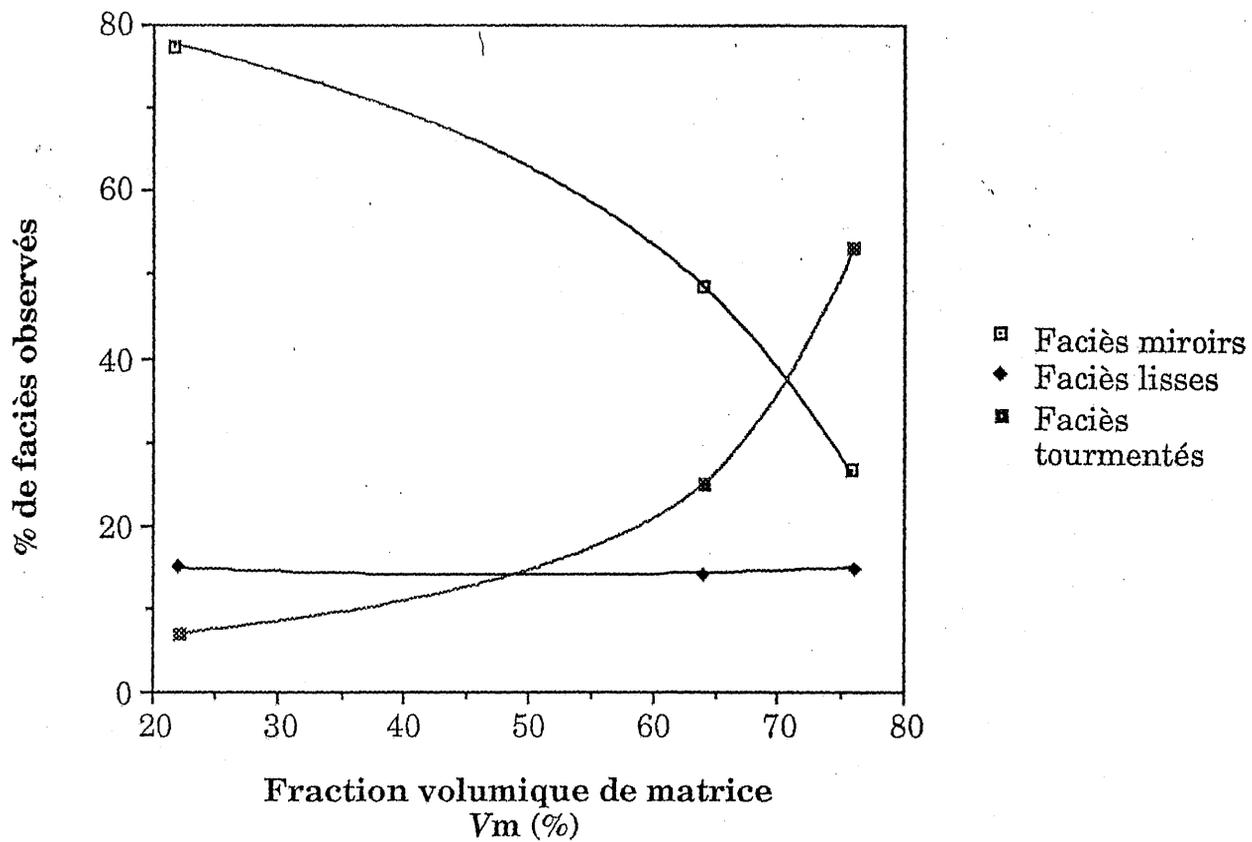


Fig. 22 : Évolution des faciès de rupture des fibres en fonction de la fraction volumique de matrice.

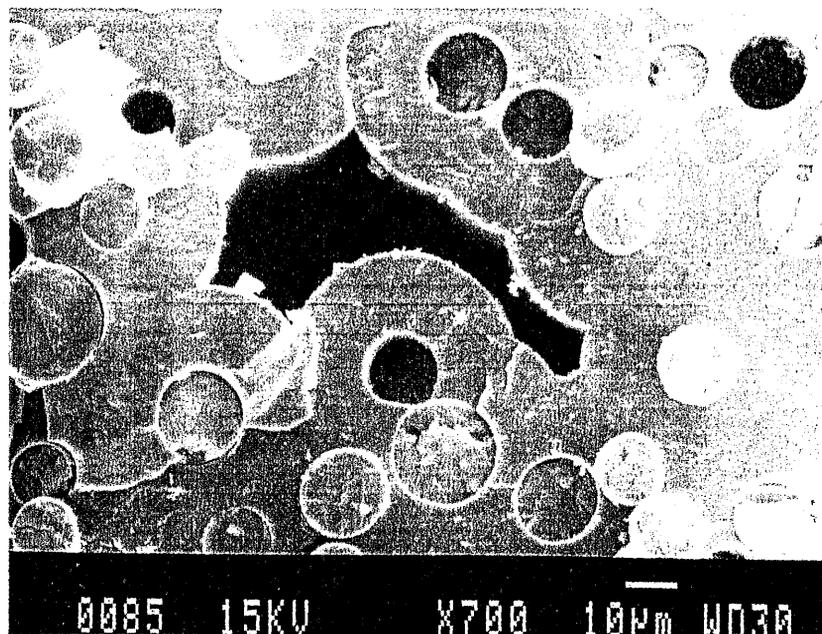
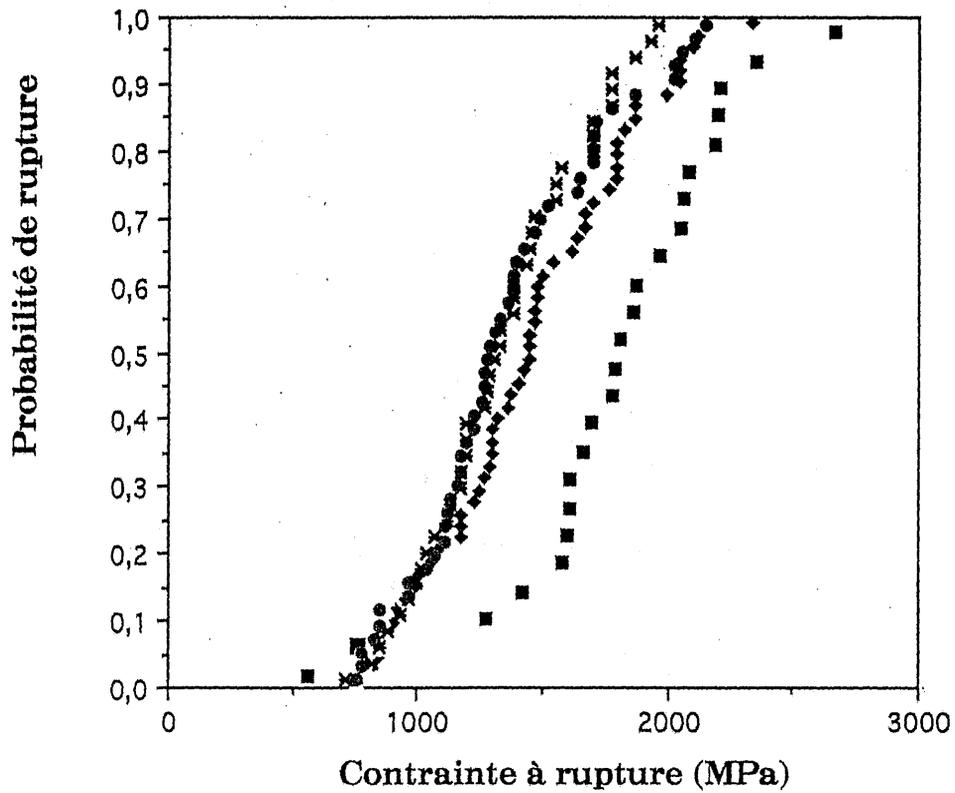


Fig. 23 : Faciès tourmentés



■ Essais de traction sur  
monofilaments  
(L = 75 mm)

Mesure des rayons miroirs :

× fils bruts (L = 75 mm)

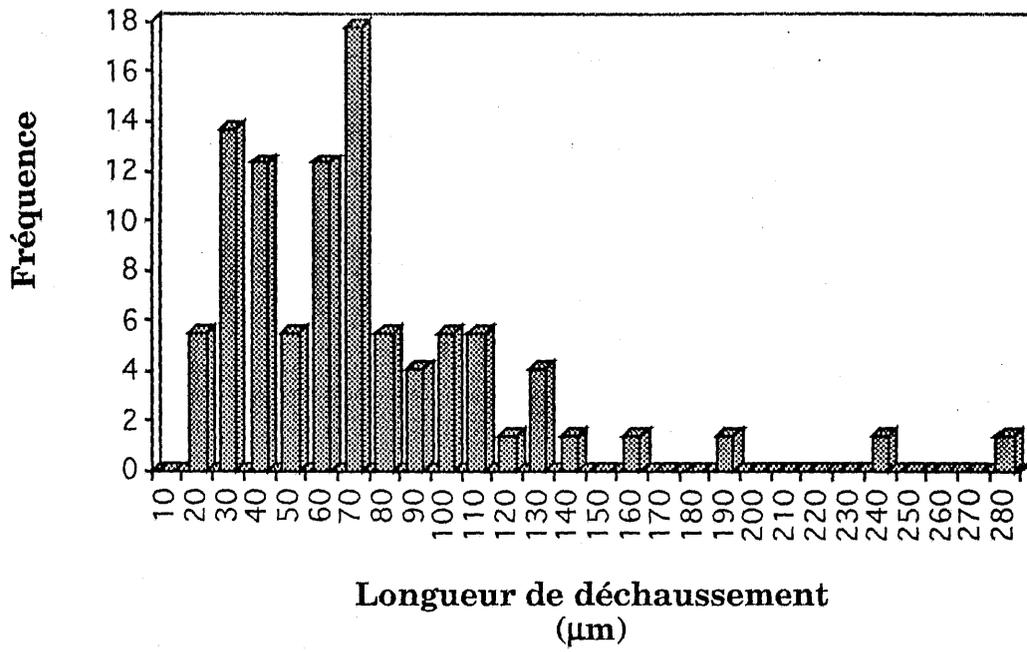
lot A :  $V_m = 27\%$

♦ lot B :  $V_m = 60\%$

• lot C :  $V_m = 70\%$

**Fig. 24 : Distributions des contraintes à ruptures des fibres  
au sein des minicomposites  
(A = 2,45 MPa/m)**

A



B

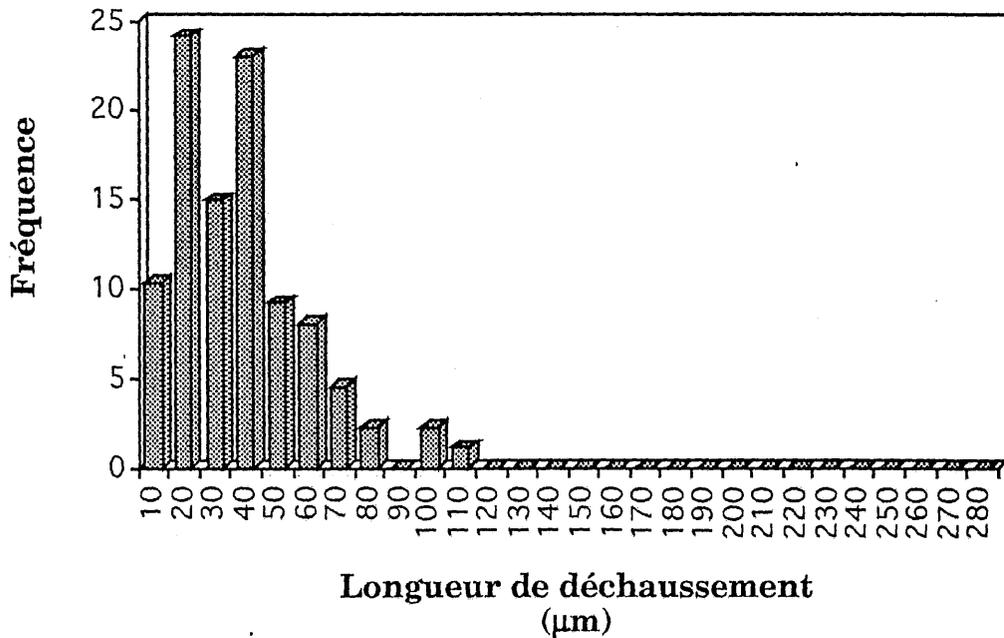


Fig. 25 : Histogramme des longueurs de déchaussement pour les minicomposites SiC/C/SiC  
A : lot B,  $V_m = 60\%$   
B : lot C,  $V_m = 70\%$

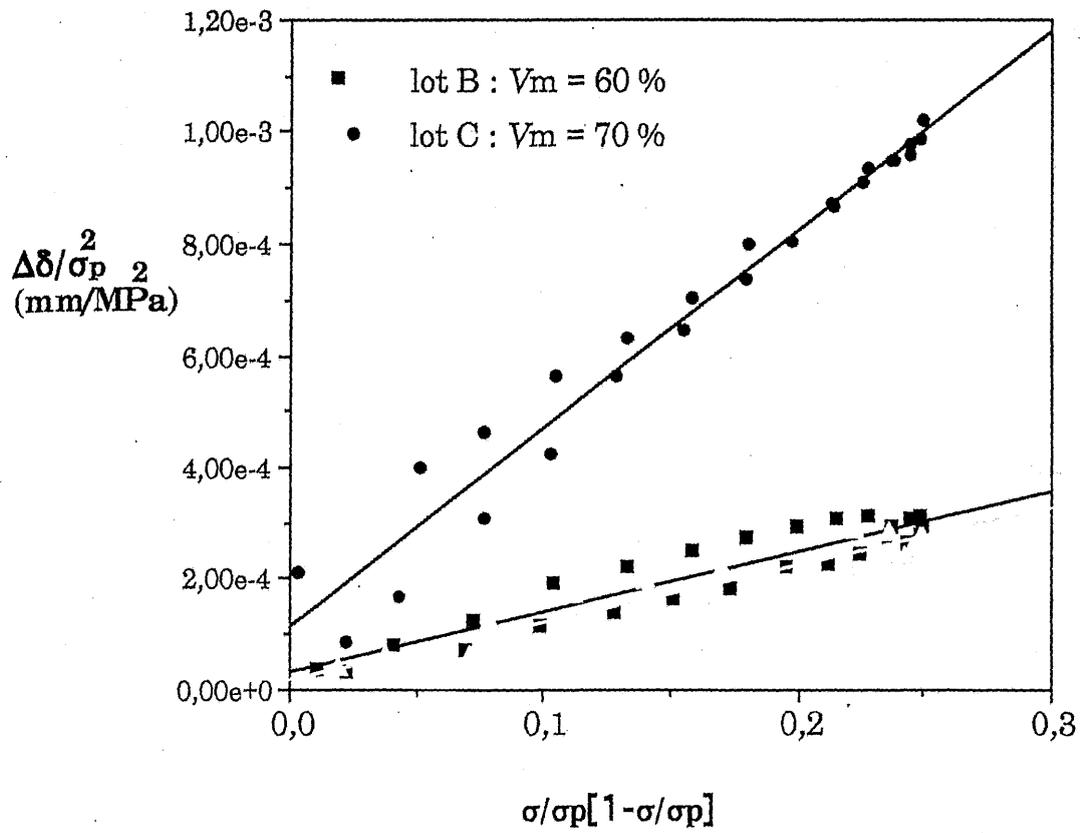


Fig. 26 : Évaluation de la contrainte de cisaillement  
 interfaciale des minicomposites SiC/C/SiC

minicomposites du lot A, due aux nombreuses imperfections qu'ils présentaient, la simulation n'a été effectuée que pour les lots B et C. La courbe de comportement des minicomposites des lots B et C a été simulée pour diverses valeurs de la contrainte de cisaillement interfacial (figure 27). Pour le lot B, la simulation a été réalisée pour les échantillons correspondant au comportement moyen. Le tableau 5 compare les valeurs à rupture expérimentales et théoriques des deux types de minicomposites. Une bonne corrélation est obtenue entre les valeurs expérimentales et théoriques avec une valeur de  $\tau$  de l'ordre de (figure 28) :

- 80 MPa pour le lot avec 60 % de matrice (lot B)
- 40 MPa pour le lot avec 70 % de matrice (lot C)

Ces valeurs des contraintes de cisaillement sont différentes de celles déterminées à l'aide des boucles d'hystérésis (tableau 2) qui montraient une dépendance semblable vis à vis de la fraction de matrice :  $\tau$  diminue lorsque la fraction volumique de matrice est plus grande. Dans la suite les calculs destinés à déterminer l'influence des propriétés de la matrice et des fibres sur le comportement du minicomposite seront fondés sur ces deux valeurs de  $\tau$ .

Plus la valeur de la contrainte de cisaillement interfacial est élevée, plus la déformation à rupture est faible, par contre la force supportée par le système est plus grande. Pour une même valeur de  $\tau$ , le nombre de fissures à rupture diminue avec la fraction de matrice ainsi que la déformation. Pour une valeur de  $\tau$  (80 MPa), le pas de fissuration à rupture évolue de 79 à 309  $\mu\text{m}$  lorsque le taux de matrice évolue de 60 à 70 %.

Le pourcentage de ruptures préliminaires est de 16,76 %, cette valeur est comparable à celle caractérisant la rupture des fils bruts [21]. Les ruptures de fibres se produisent préférentiellement lorsque la fissuration matricielle est intense (figure 29). Ces observations corroborent les hypothèses émises sur l'impossibilité pour la matrice à recharger les fibres au-delà d'une certaine distance.

#### **4.2.2 - Influence des propriétés des fibres**

L'influence des propriétés statistiques des fibres a été analysée de deux façons de manière à évaluer l'incidence de différents degrés de

dégradation des fibres au sein des minicomposites décrits par la dispersion des paramètres statistiques autour d'une valeur moyenne.

□ **ANALYSE 1** : la contrainte à rupture moyenne des fibres a été modifiée par une réduction ou une augmentation du facteur de normalisation, la dispersion quant à elle n'est pas altérée ;

□ **ANALYSE 2** : la valeur moyenne des contraintes à rupture n'est pas modifiée seule la dispersion évolue.

En fonction de la valeur du module de Weibull, le facteur de normalisation  $\sigma_{of}$  est évalué par la relation suivante en fonction de la valeur moyenne de la contrainte à rupture moyenne des fibres  $\bar{\sigma}_{\text{fibre}}$  :

$$(43) \quad \sigma_{of} = \frac{\bar{\sigma}_{\text{fibre}} V_f^{1/m_f}}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{m_f}\right)}$$

Une modification de la contrainte à rupture moyenne des fibres a des répercussions importantes sur la courbe de comportement (figure 30, A). Cette figure représente l'évolution des courbes de comportement en fonction de l'évolution de la contrainte moyenne des fibres. L'analyse de la rupture des fibres au sein des fils bruts a révélé une disparité dans les propriétés des fibres d'un fil à un autre. Ainsi pour un même matériau, il est possible d'obtenir des paramètres statistiques légèrement différents, représentant une réduction ou une augmentation de 10 % autour de la contrainte moyenne à rupture des fibres. La figure 30, A montre qu'une telle variation produit des variations importantes de la déformation à rupture autour de la valeur moyenne observée pour les minicomposites.

Une dispersion importante des propriétés des fibres liée à l'élaboration peut être à l'origine de la dispersion de la rupture importante observée pour les minicomposites du lot B. Le faisceau de courbes représentées à la figure 30, A couvre toutes les courbes de comportement obtenues pour les minicomposites du lot B, et permet de prévoir les extrêmes inférieurs et supérieurs.

L'analyse 2 met en évidence l'influence de la dispersion des contraintes à rupture des fibres sur la rupture du minicomposite (figure 30, B). Sur cette figure, sont représentées les courbes de comportement pour

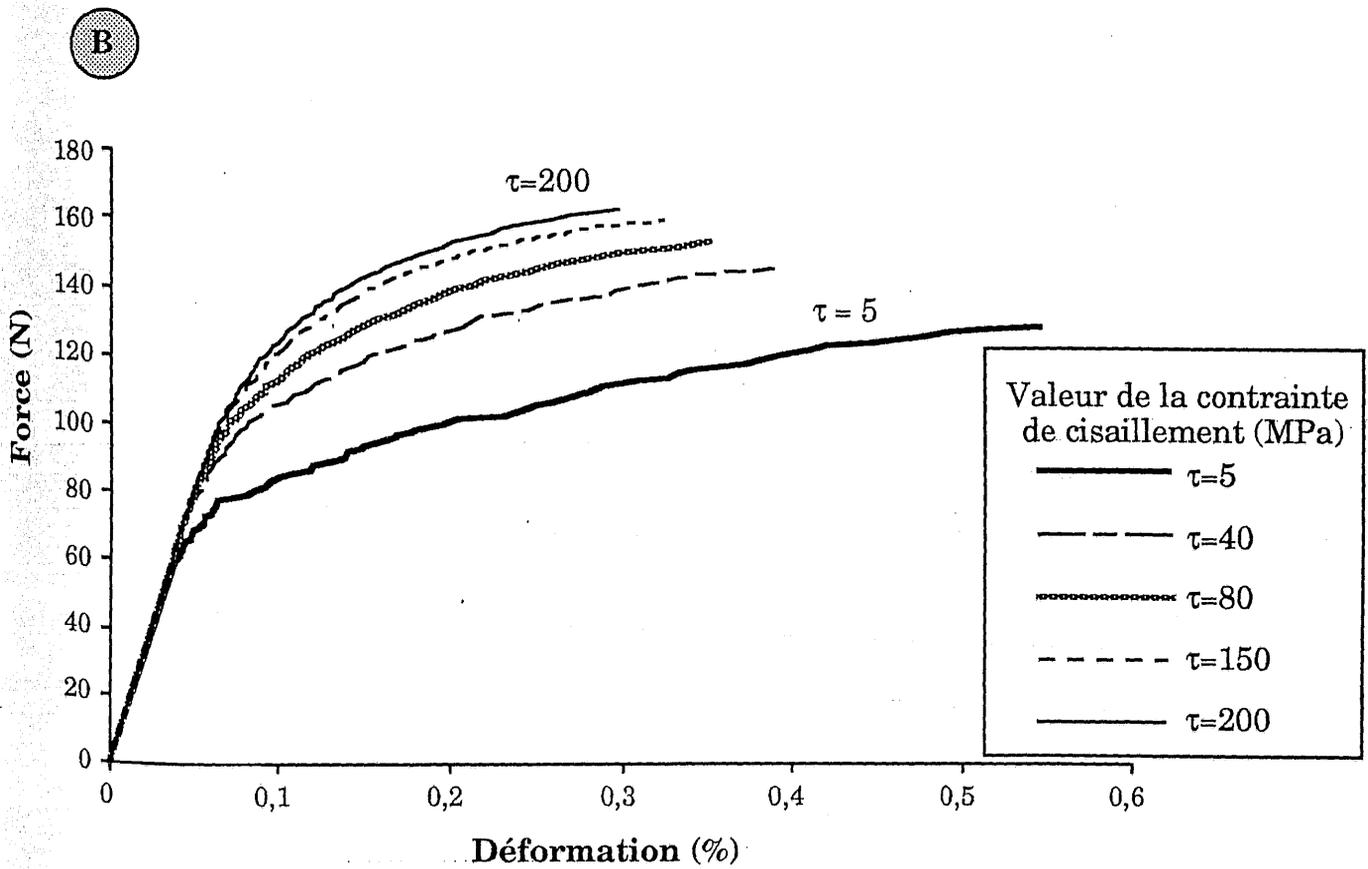
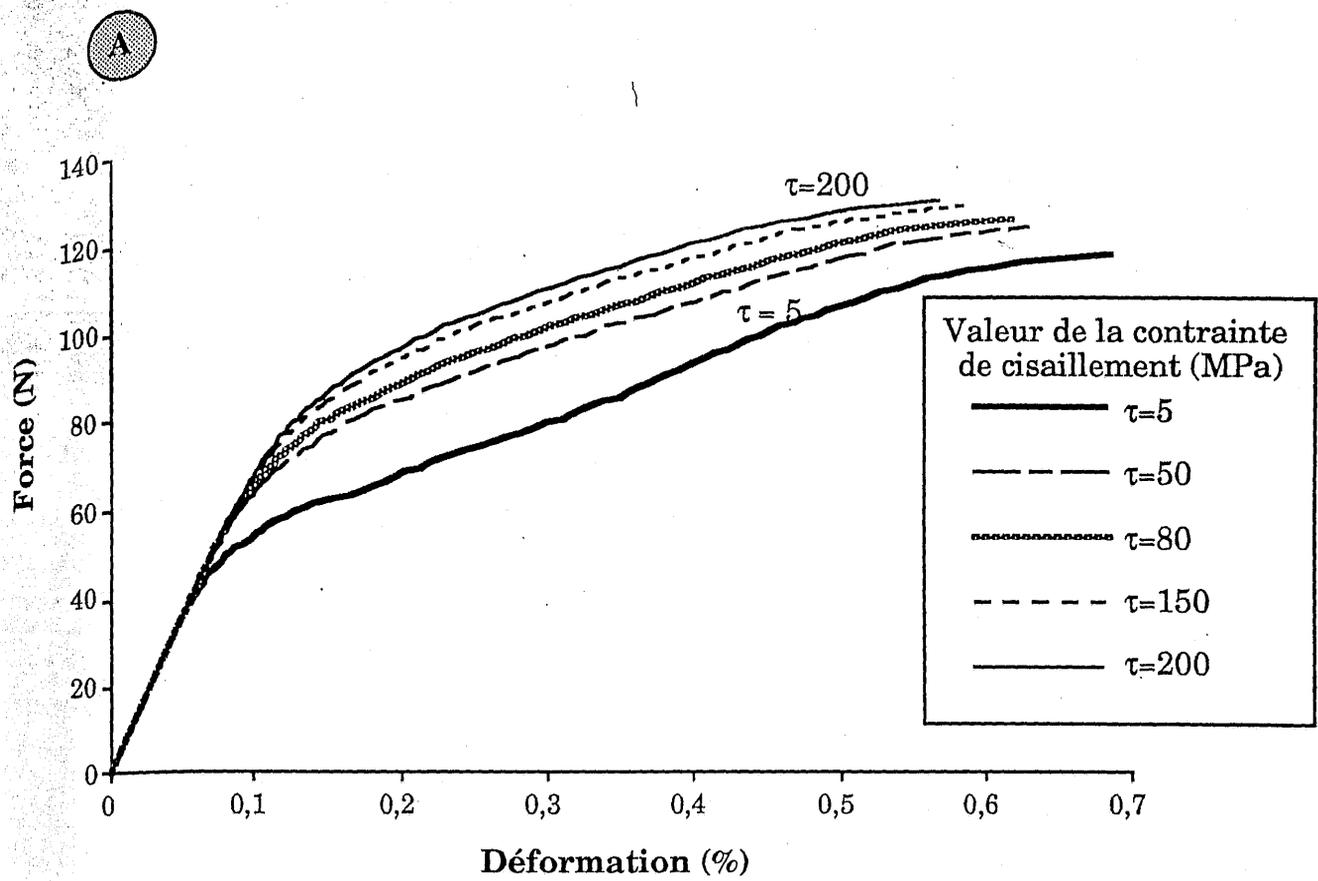


Fig. 27 : Simulation de la courbe de comportement des minicomposites SiC/C/SiC pour diverses valeurs de  $\tau$  - A : lot B,  $V_m = 60\%$  B : lot C,  $V_m = 70\%$

		Force d'apparition de la première fissure (N)	Déformation à l'apparition de la première fissure (%)	Force à rupture (N)	Déformation à rupture (%)	Pas de fissuration ( $\mu\text{m}$ )	Pourcentage critique de ruptures de fibre
Lot B	Valeurs expérimentales	36,8	0,051	130	0,65	71	?
	Valeurs théoriques $\tau = 80 \text{ MPa}$	35,78	0,05	125	0,61	79	16,76
Lot C	Valeurs expérimentales	54	0,034	127	0,36	480	?
	Valeurs théoriques $\tau = 40 \text{ MPa}$	60	0,038	145	0,39	510	16,76

Tableau 5 - Comparaison entre les résultats théoriques et expérimentaux

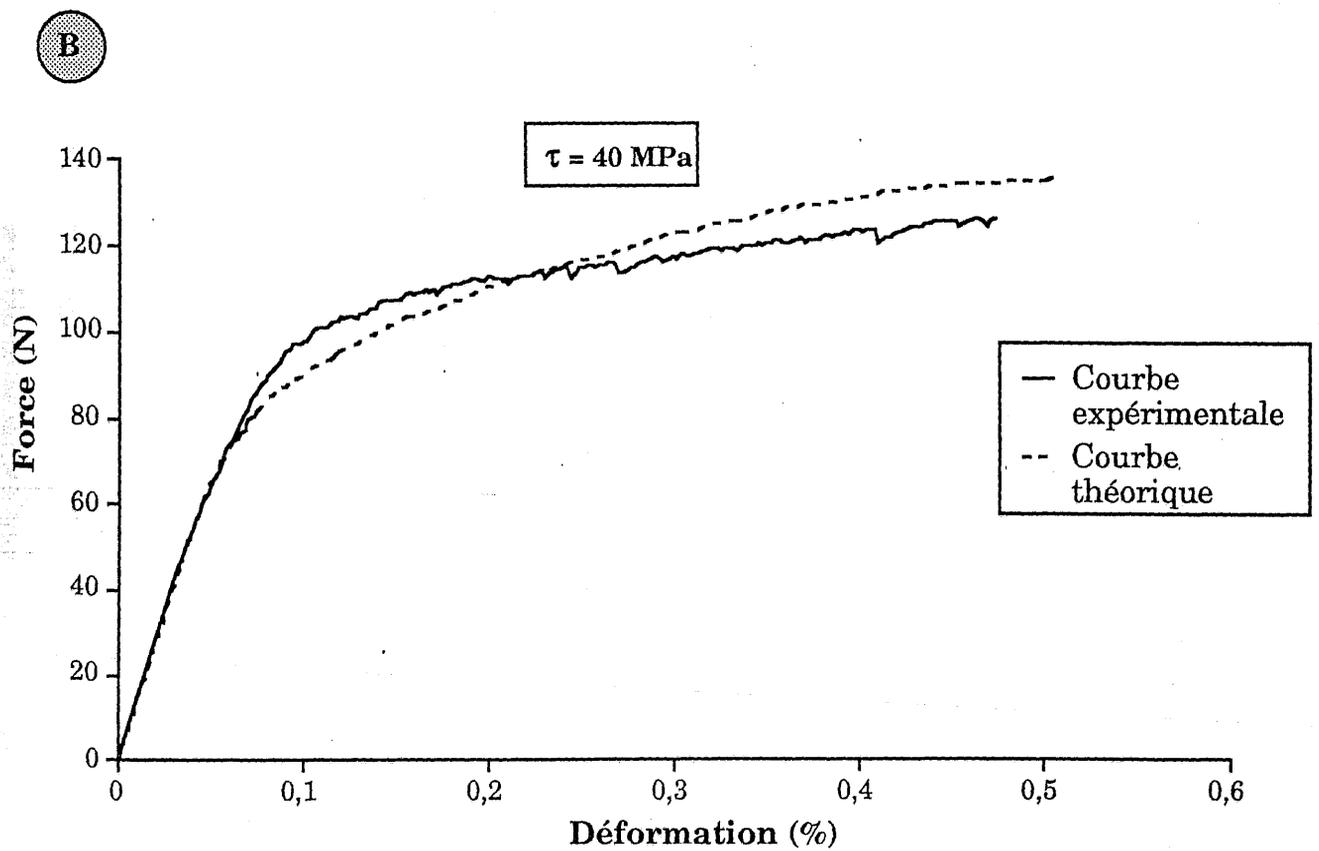
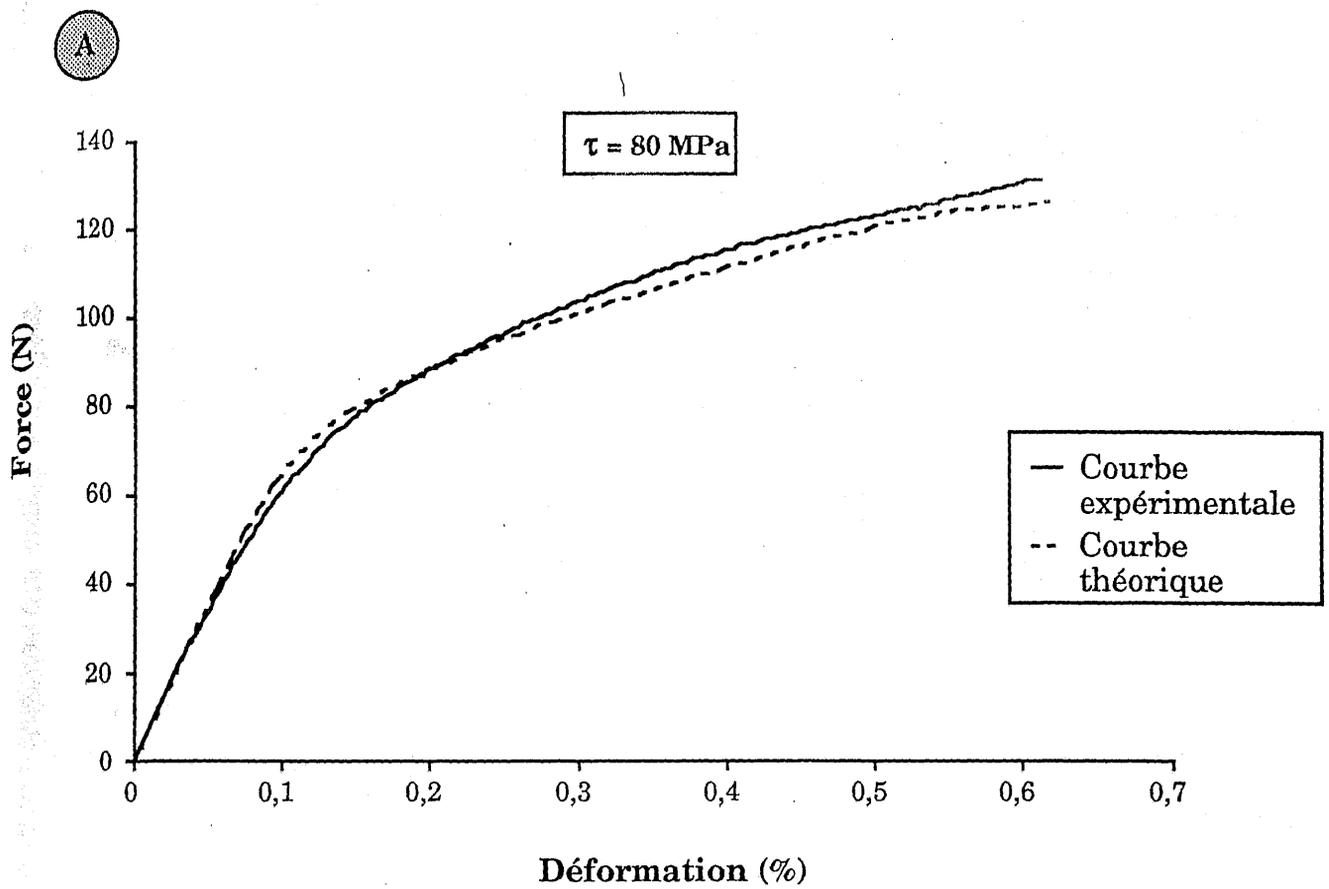


Fig. 28 : Comparaison entre la courbe expérimentale et théorique - A) lot B :  $V_m = 60\%$  ; B) lot C :  $V_m = 70\%$

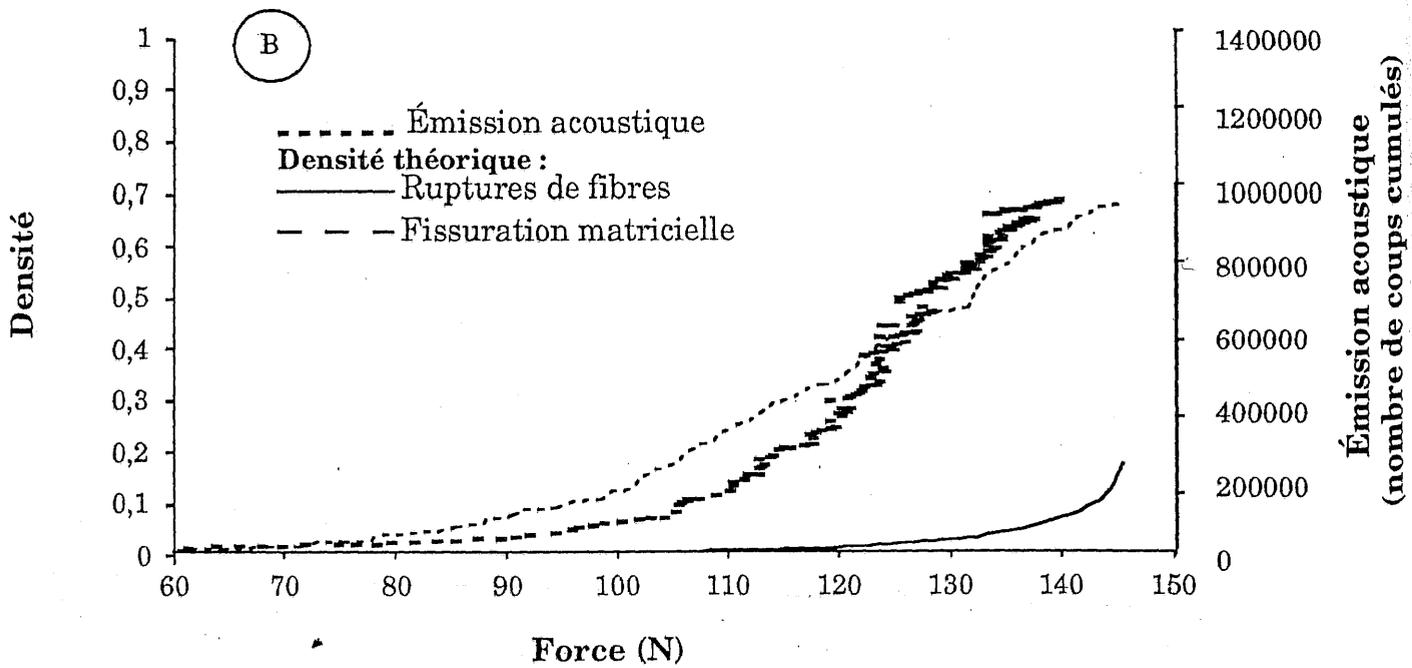
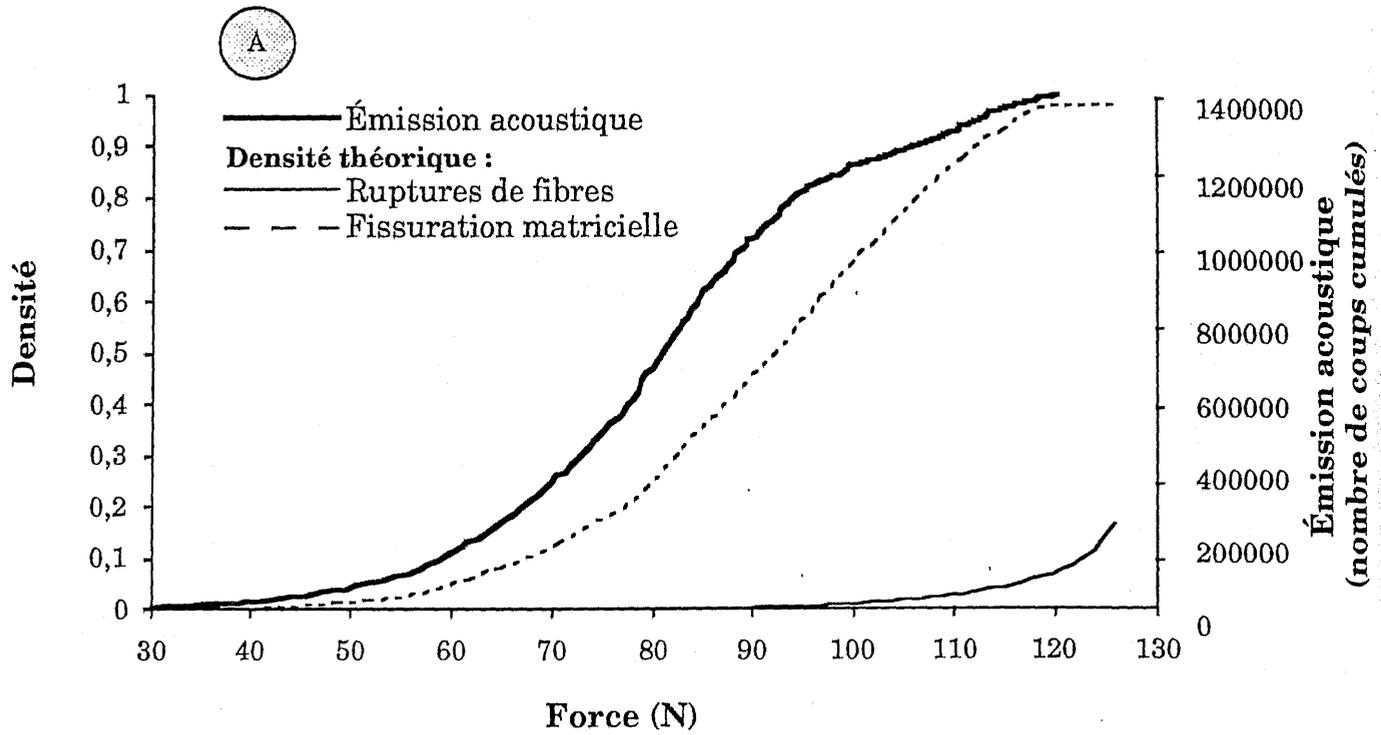
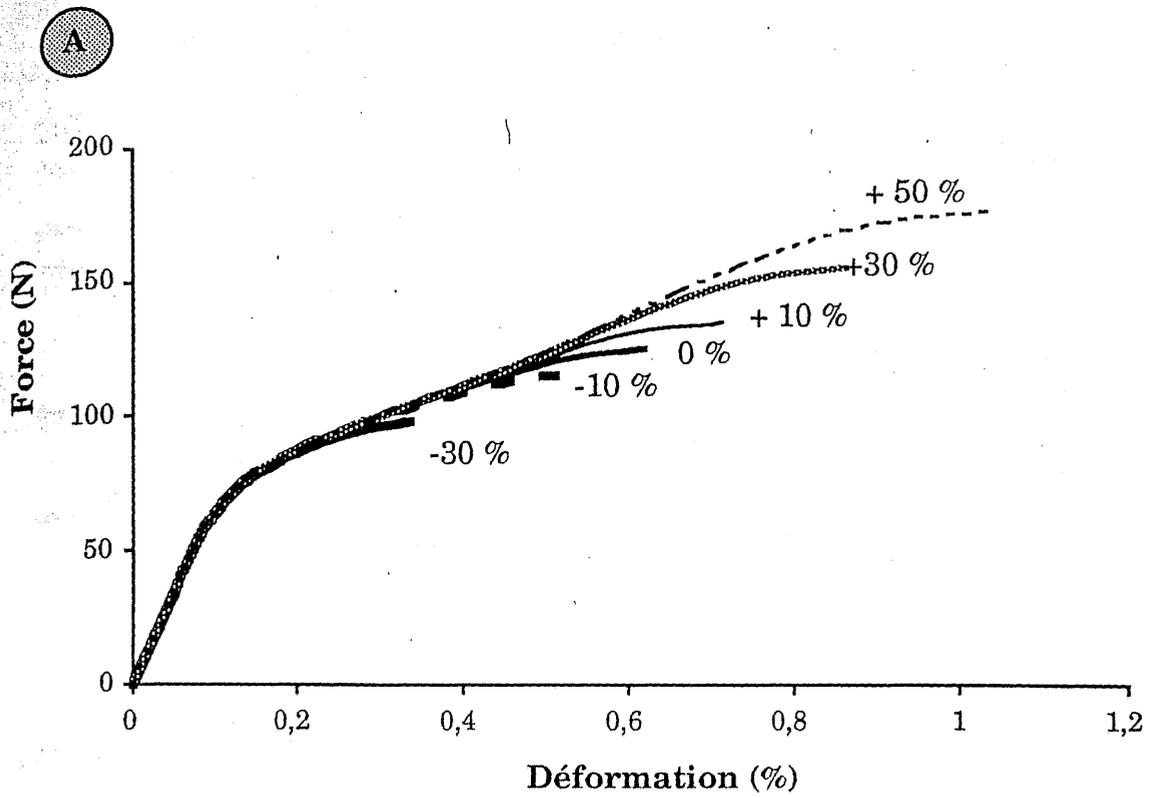


Fig. 29 : Évolution des ruptures de fibres et de la fissuration en fonction de la force appliquée : A) lot B,  $V_m = 60\%$ , B) lot C,  $V_m = 70\%$

Émission acoustique  
(nombre de coups cumulés)



Émission acoustique  
(nombre de coups cumulés)

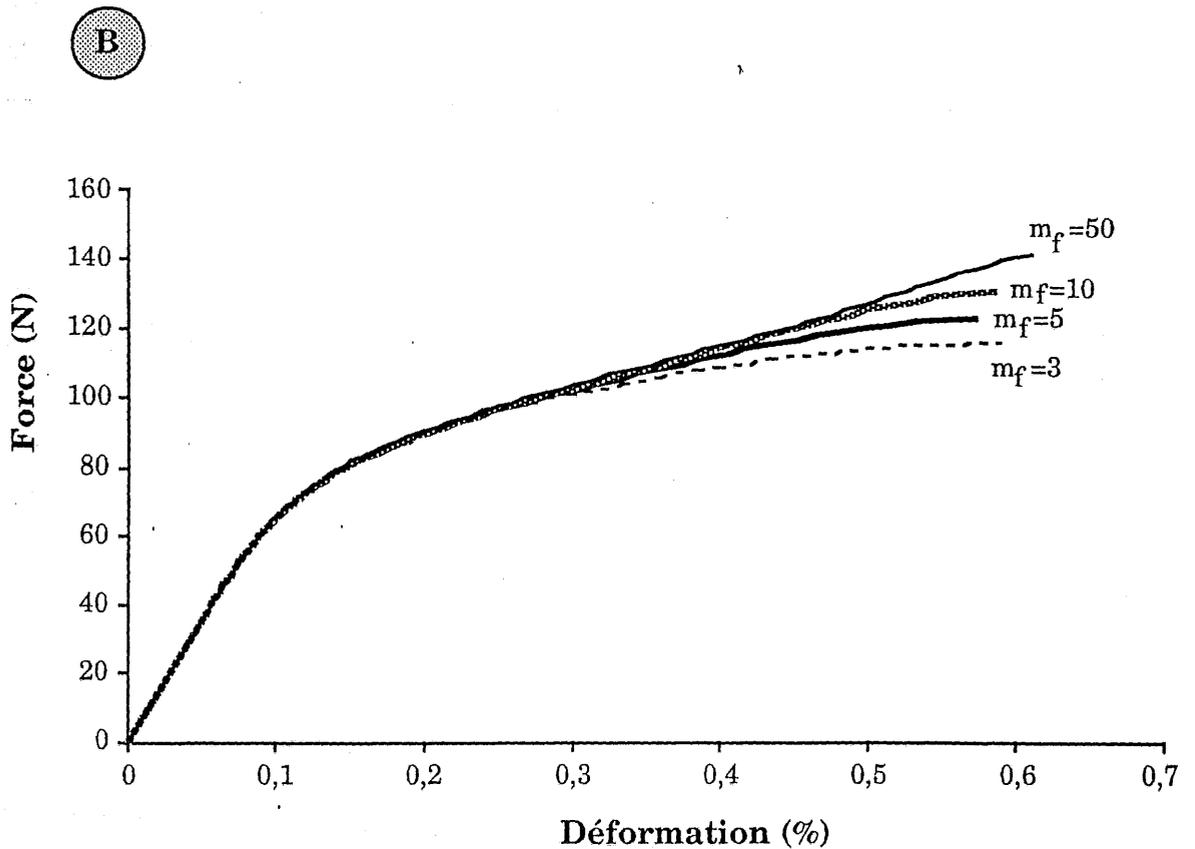


Fig. 30 : Influence des propriétés des fibres ( lot B,  $\tau = 80$  MPa)

A) analyse 1 (le signe (+) indique une augmentation des propriétés des fibres, le signe (-) une réduction)

B) analyse 2

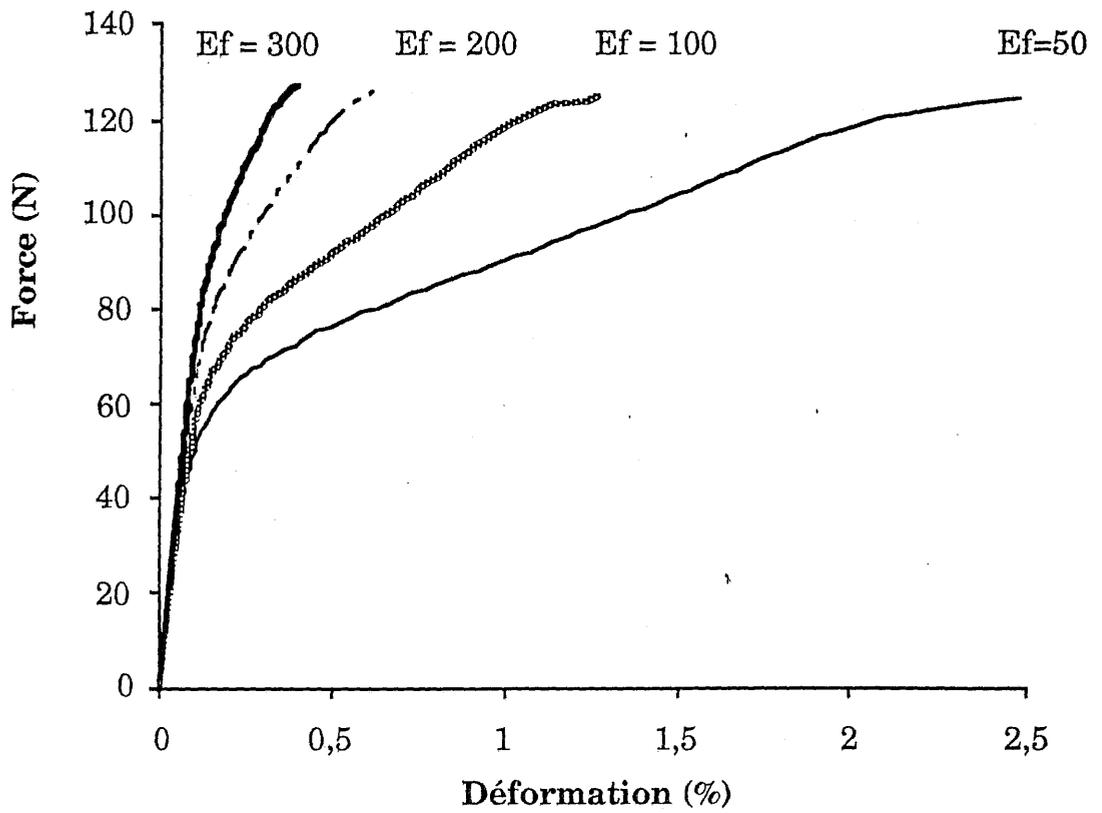


Fig. 31 : Influence du module d'Young (GPa) des fibres sur la courbe de comportement (lot B,  $\tau = 80$  MPa)

différentes valeurs du module de Weibull. Une augmentation de la dispersion entraîne une augmentation du pourcentage de ruptures préliminaires. Si le module de Weibull évolue de 3 à 50, le pourcentage critique de ruptures de fibres décroît de 29 à 2 %.

L'influence des propriétés des fibres est analysée à travers une évolution du module d'Young (figure 31). Plus le module d'Young des fibres est élevé plus la déformation à rupture est faible. Ce résultat est en accord avec la logique.

#### **4.2.3 - Influence des propriétés de la matrice**

La figure 32 représente l'influence des caractéristiques statistiques de rupture de la matrice sur la courbe de comportement. Une réduction de la contrainte à rupture de la matrice (analyse 1) entraîne une fissuration à force de plus en plus constante. Au contraire, le pas de fissuration au moment de la rupture décroît quand la contrainte à rupture de la matrice est plus élevée : il évolue de 79 à 195  $\mu\text{m}$  pour des contraintes de 50 % supérieures.

De même plus la dispersion est faible (analyse 2), plus la courbe tend vers une courbe à plateau. Le pas de fissuration à rupture évolue de 1017 à 22  $\mu\text{m}$  lorsque  $m_m$  croît de 3 à 30. Lorsque  $m_m$  augmente, la fissuration se produit à charge constante. On retrouve ici l'hypothèse d'ACK [6] qui a considéré la matrice d'un point de vue déterministe caractérisée par des valeurs élevées de  $m_m$ . Les matériaux dont le module de Weibull est inférieur à 10 ne peuvent pas suivre le modèle d'ACK.

L'effet sur la courbe de comportement du module d'Young de la matrice est résumé à la figure 33. Plus la rigidité de la matrice est faible, plus l'endommagement à rupture est faible. Lorsque le module d'Young de la matrice est divisé par 10, le pas de fissuration à rupture est divisé par 20. Le comportement devient dominé par les fibres. Le comportement tend vers un comportement linéaire fragile. Ces résultats sont en accord avec les observations expérimentales faites sur des composites ayant diverses matrices (C, verres) plus ou moins rigides.

#### **4.2.4 - Influence de la longueur de jauge**

La figure 34 représente les courbes de comportement des minicomposites du lot B à différentes longueurs de jauge. On retrouve l'effet de volume, plus le volume sous contrainte est faible, plus la déformation ou la force à rupture est élevée.

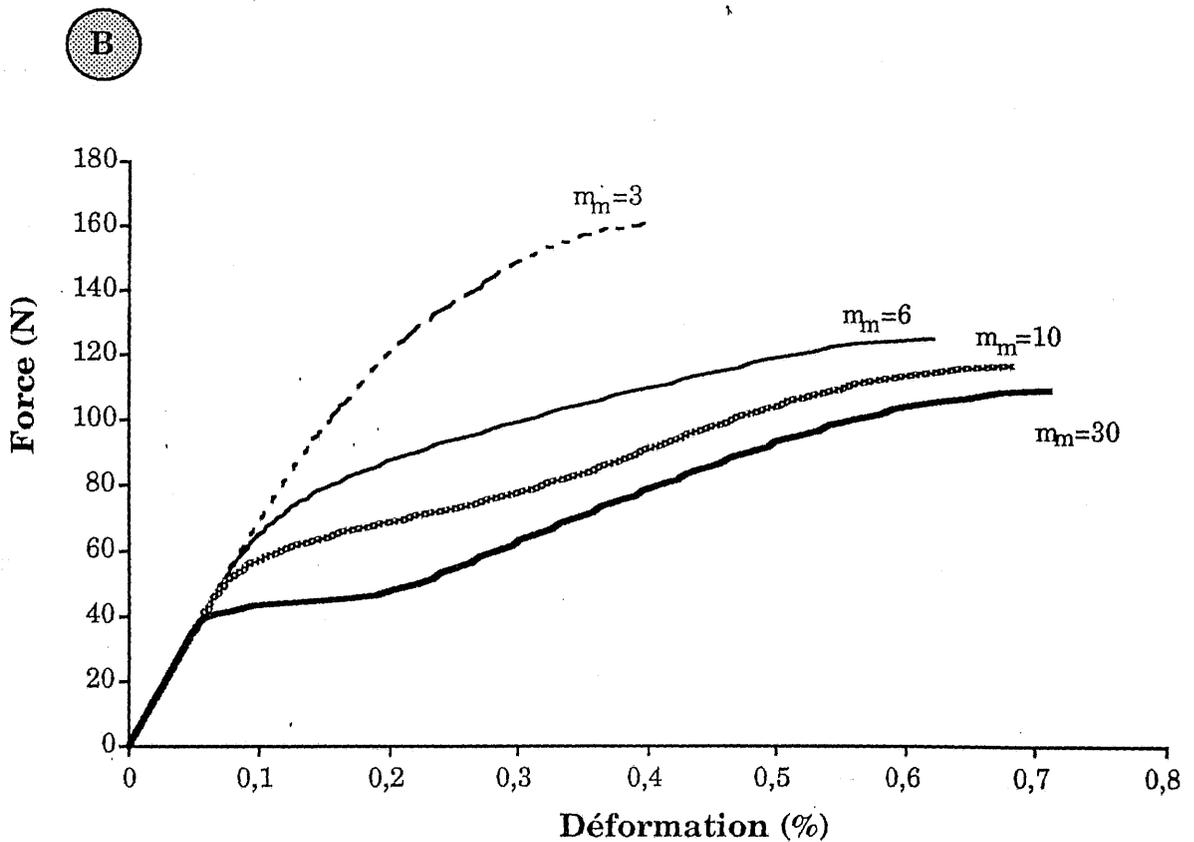
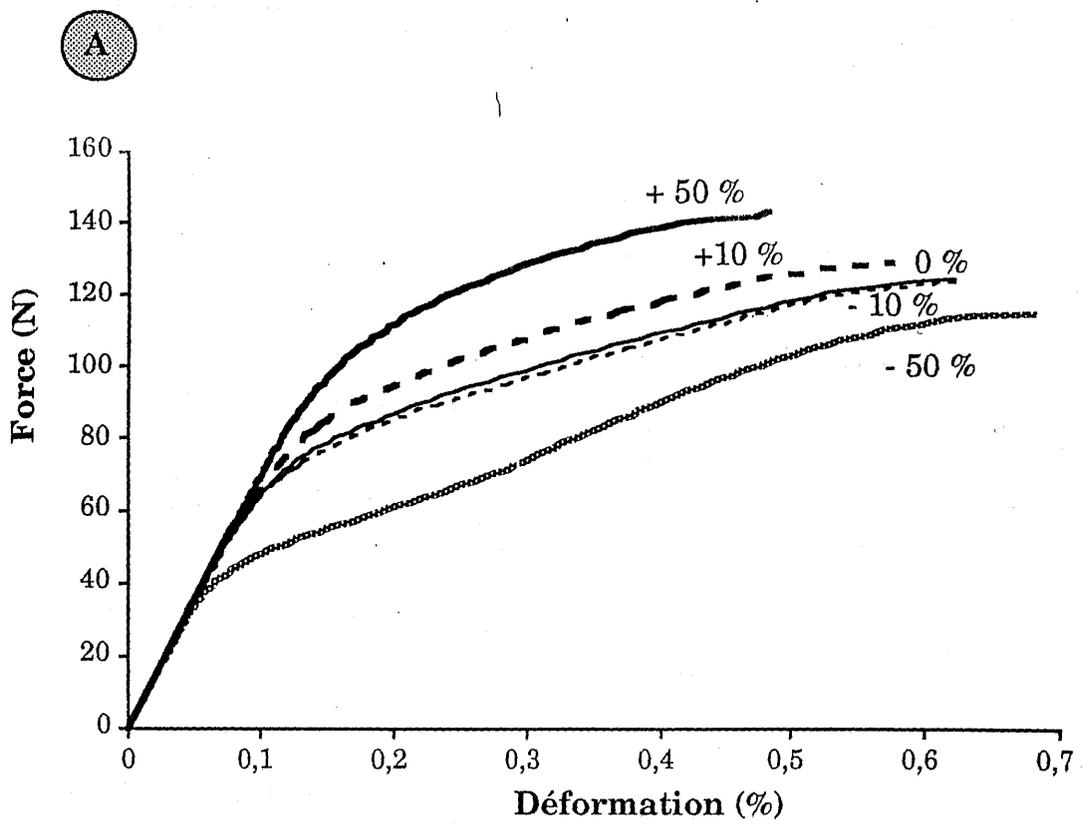
### **5 - CONCLUSION**

L'analyse de la rupture des minicomposites met en évidence l'influence de la fraction volumique de matrice sur le comportement mécanique. Une faible fraction volumique de matrice est accompagnée d'une fissuration matricielle avant essai. Par contre, une quantité de matrice trop importante entraîne une réduction de la déformation à rupture.

Un modèle de comportement a été développé pour des minicomposites. Il repose sur l'aspect erratique de la rupture des fibres et de la matrice. La simulation du comportement est effectuée en tenant compte des propriétés statistiques des fibres et de la matrice. La rupture de ces éléments est décrite par une statistique de Weibull. Les propriétés du minicomposite ont été calculées en fonction des propriétés de chaque constituant. La rupture est assimilée à celle d'un fil brut soumis à un champ de contrainte particulier en raison de la fissuration importante de la matrice. Les courbes de comportement simulées apparaissent en excellente corrélation avec les courbes expérimentales.

En outre, ce modèle a permis de mettre en évidence l'influence décisive des propriétés statistiques des fibres et de la matrice sur les courbes de comportement. Elles démontrent que l'on peut ainsi obtenir les mêmes effets qu'en modifiant les propriétés interfaciales. Il a aussi permis de démontrer que la rupture des composites est sensible aux effets d'échelle. Ce modèle permet en outre de déterminer les valeurs de la contrainte interfaciale de cisaillement, par comparaison des calculs de comportement avec les courbes expérimentales.

Ce modèle a également permis de montrer que les minicomposites,



**Fig. 32 : Influence des propriétés de la matrice (lot B,  $\tau = 80$  MPa)**  
 A) analyse 1 (le signe (+) indique une augmentation des propriétés de la matrice, le signe (-) une réduction)  
 B) analyse 2

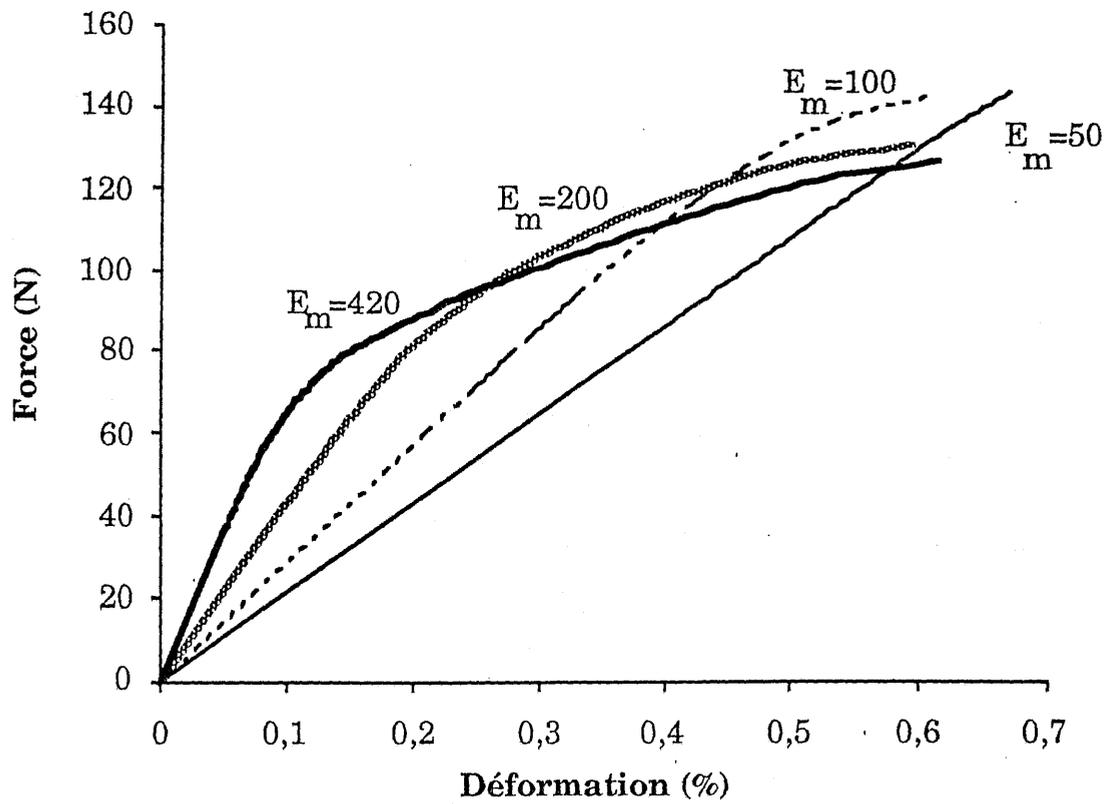


Fig. 33 : Influence du module d'Young (GPa) de la matrice sur la courbe de comportement (lot B,  $\tau = 80$  MPa)

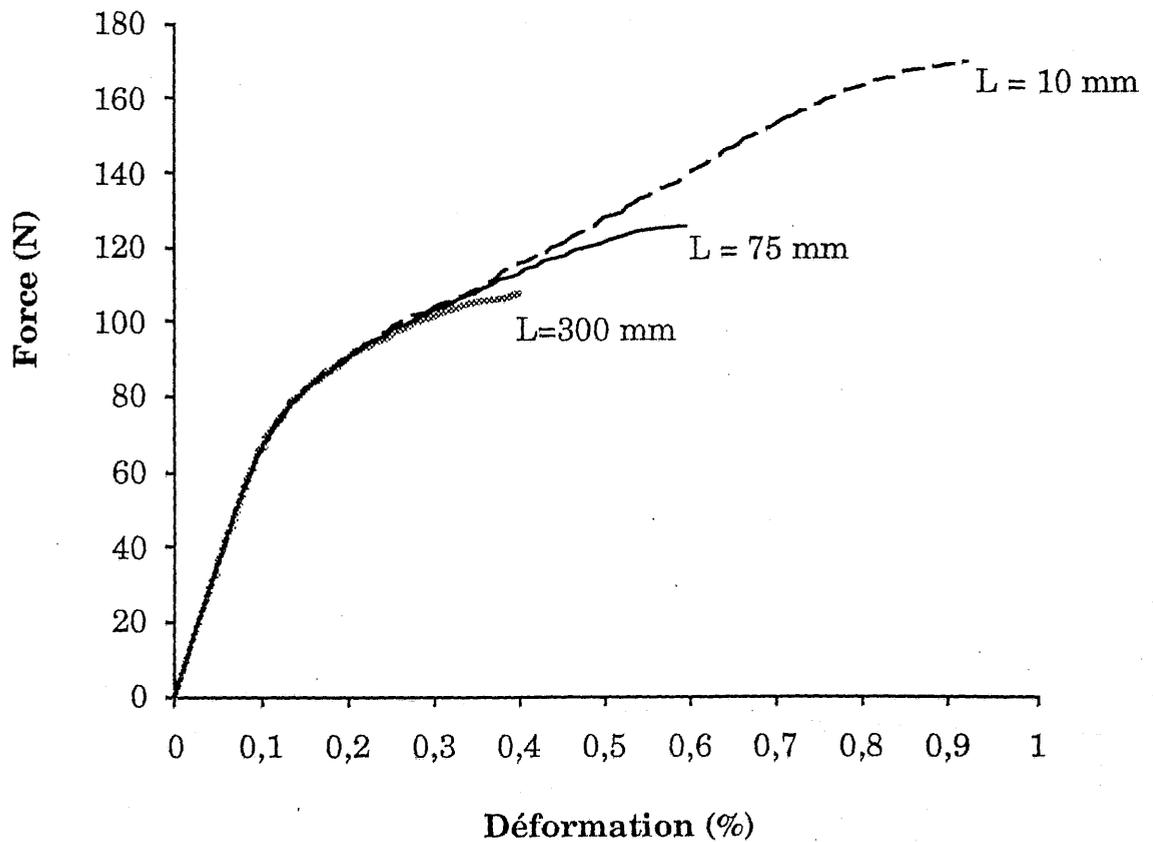


Fig. 34 : Influence de la longueur de jauge des minicomposites sur la courbe de comportement (lot B,  $V_m = 60\%$ ,  $\tau = 80$  MPa)

bien qu'appartenant au même lot, élaborés en même temps, présentent un comportement fortement erratique que l'on a attribué à une dégradation plus ou moins sévère des fibres d'un échantillon à l'autre. Ce comportement erratique peut être responsable de comportements mécaniques de composites qui sont restés inexplicables tant qu'on a considéré que l'interphase était le facteur prépondérant.

## 6 - RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] L. Guillaumat, "Microfissuration des CMC : Relation avec la microstructure et le comportement mécanique", Thèse n°1056, Université de Bordeaux (1994).
- [2] N. Fretty, "Comportement et endommagement mécanique de torons densifiés et de matériaux 1D et 2D SiC/SiC, influence de vieillissements sous air à haute température" Thèse, École Supérieure des Mines de Paris (1991).
- [3] V. Arnault, "Relations entre microstructure et comportement mécanique des composites SiC/SiC : Analyse du rôle de l'interface dans le processus de fissuration matricielle dans des matériaux multifilamentaires", Thèse n°89 ISAL 0098, Université de Lyon (1989).
- [4] G. Navarre, "Étude des mécanismes d'endommagement et de rupture des matériaux composites à fibres et à matrice céramique", Thèse n°90 ISA L 0026, Université de Lyon (1990).
- [5] P. Péres, "Analyse théorique et expérimentale du rôle des paramètres de microstructure sur le comportement des composites à matrice fragile", Thèse n° 3781, Université de Lyon (1988).
- [6] J. Aveston, G. A. Cooper and A. Kelly, "Single and multiple fracture", Conference Proceedings of national physical laboratory, Teddington, UK, London, Sciences and Technology (1971) pp. 15-26.
- [7] B. Budiansky, J. W. Hutchinson and A. G. Evans, "Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics", *J. Mech. Phys. Solids*, 34 [2] (1986) pp. 167-169.
- [8] D. B. Marshall, B. N. Cox and A. G. Evans, "The mechanics of matrix cracking in brittle matrix fibers composites", *Acta Metallurgica*, 33 [11] (1985) pp. 2013-2021.
- [9] H. R. Schweitert and P. S. Steif, "The tensile strength of a fiber reinforced ceramic", *Int. J. Solids Structures*, 28 [3] (1991) pp. 299-315.

- [10] S. L. Phoenix, "Statistical issues in the fracture of brittle-matrix fibrous composites", *Composites Science and technology*, 48 (1993) pp. 65-80.
- [11] W. A. Curtin, "The "though" to brittle transition in brittle matrix composites", *J. Mech. Phys. Solids*, vol 41, N° 2, (1993) pp. 217-245.
- [12] H. Cao and M. D Thouless, "Tensile tests of ceramic-matrix composites : theory and experiment", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73 [7] (1990) pp. 2091-94.
- [13] J. Lamon, N. Lissart, C. Rechiniac, D.H Roach, J. M. Jouin, "Micromechanical and statistical approach to the behavior of CMC's", *Ceramic Engineering Science Proceedings*, 17<sup>th</sup> annual conference on composites and advanced ceramics, The American Ceramic Society, (1993) pp. 1115 - 1124.
- [14] B. W. Rosen, "Tensile failure of fibrous composites", *AIAA Journal*, 2 [11] (1964) pp. 1985-1991.
- [15] P. S. Steif and H. R. Schweitert, "Ultimate strength of ceramic matrix composites", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 11 [9-10] (1990) pp. 1567-1576.
- [16] S. B. Batdorf, "Failure statistics of unidirectional long-fiber composites", *Probabilistic methods in the mechanics of solids and structure*, Proceedings of the IUTAM Symposium, Edited by S. Eggweitz and N.C. Lind, pp. 299-305.
- [17] M. G. Bader, "Tensile strength of uniaxial composites", *Sciences and Engineering of Composite Materials*, 1 [1] (1998).
- [18] D. G. Harlow, "Probabilistic models for the tensile strength of composite materials", Thèse n° 78-1627 , Cornell University (1977).
- [19] R. E. Pitt, S. L. Phoenix, " Probability distributions for the strength of composite materials IV : localized load - sharing with tapering", *Int. Journ. of Fracture*, 22 (1983) pp. 243 - 276.
- [20] R. Naslain, J. Y. Rossignol, P. Hagenmuller, F. Christin, L. Héraud and J. J. Choury, *Rev. Chimie Minérale*, 18 (1981) pp. 544.
- [21] N. Lissart, "Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique" Chapitre 3, Thèse N° 1207, Université de Bordeaux (1994).
- [22] N. Lissart, "Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique" Chapitre 2, Thèse N° 1207, Université de Bordeaux (1994).
- [23] J. D. Sneden, C. D. Sinclair, "Statistical Mapping and analysis of engineering ceramics data", *Mechanics of creep brittle materials - I*, Edited by A.C.F. Cocks and A.R.S Ponter, Elsevier Applied Science (1988) pp. 99-116.
- [24] J. Lamon, F. Rebillat, A. G. Evans, "A microcomposite test procedure for evaluate the constituent properties of ceramic matrix composites",

- J. Am. ceram. Soc. sous presse.
- [25] J. W. Hutchinson, H. M. Jensen, "Models of fiber debonding and pullout in brittle composites with friction", *Mechanics of materials* 9 (1990) pp. 139 - 163.
- [26] H. P. Kirchner, J. W. Kirchner, " Fracture mechanics of fracture mirrors", *J. Amer. Soc.*, [62], N°3-4, (1979) pp. 198-202
- [27] N. Lissart, "Analyse statistique de la rupture des fibres SiC, carbone et des microcomposites", *Rapport de DEA*, (1991).
- [28] M. D. Thouless, O. Sbaizero, L. S. Sigl and A. G. Evans, "Effect of interface mechanical properties on pull-out in a SiC-fiber reinforced Lithium Aluminium Silicate glass ceramic, *J. Amer. Ceram. Soc.*, 72 [4] (1989) pp. 525-532.
- [29] J. F. Villeneuve, " Étude de la dilatation thermique et du comportement thermomécanique en traction et torsion de quelques fibres céramiques monofilamentaires", *Thèse N° 661, Université de Bordeaux*, (1991)
- [30] Linda C. Sawyer, M. Yamieson, "Strength, structure and fracture properties of ceramic fibers produced from polymeric precursors : I, Base-line studies", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 70 [11] (1987) pp. 798-810.
- [31] J. L. Bobet, J. Lamon, "Thermal residual stresses in ceramic matrix composites part 1 - Axisymmetrical model and finite element analysis", to be published in *Acta Metallurgica et Materialia*.
- [32] B. F. Sorensen, R. Talreja, "Effects on interphase and coating on thermally-induced damage in ceramic matrix composites", *HTCMC 1*
- [33] K. Trustum, A. De S. Jayatilaka, "On estimating the Weibull modulus for a brittle material", *J. Mater. Sci.* 14 (1979) pp. 1080-1084.

## CONCLUSION GÉNÉRALE

## CONCLUSION GÉNÉRALE

En raison du rôle prépondérant des fils longitudinaux dans le comportement mécanique et la rupture des matériaux composites 2D-SiC/SiC, cette étude a porté essentiellement sur les minicomposites, constitués d'un ensemble de fibres sur lequel ont été déposés successivement le matériau d'interphase (i.e. du pyrocarbone) et la matrice.

L'objectif de ce travail était d'établir les relations entre le comportement des minicomposites SiC/SiC et les propriétés des divers constituants (fibre, matrice et interphase) et de développer un modèle approprié. Une approche statistique - probabiliste a été choisie en raison de l'aspect erratique de la rupture des fibres et de la fissuration de la matrice.

En premier lieu, un soin tout particulier a été apporté à la détermination des propriétés statistiques des fibres car les paramètres statistiques présentent une grande sensibilité à un grand nombre de facteurs tels que les méthodes d'évaluation, la présence de plusieurs populations de défauts, le calcul des contraintes de rupture à partir des mesures de force et de diamètre des fibres. Toutes les analyses conduisent à différencier les populations de défauts en familles partiellement concurrentes. Les défauts de nature extrinsèque, de plus grande sévérité que les défauts intrinsèques, ont une fréquence d'apparition relativement faible. Leur nature exacte n'a pu être identifiée. Toutefois il semble qu'ils soient préférentiellement présents dans les fibres de diamètre plus important que la moyenne.

En raison des variations du diamètre des fibres, une analyse des distributions en déformations est préférable pour déterminer les paramètres statistiques. De plus en général, les paramètres obtenus par le maximum de vraisemblance sont supérieurs à ceux donnés par la régression linéaire et peu sensibles à la longueur de jauge. Les valeurs retenues pour les défauts

intrinsèques sont :  $m_f = 5,45$   $\sigma_{of} = 19,5 \text{ MPam}^{3/m_f}$

La rupture des fils bruts constitué de 500 fibres met en jeu des ruptures individuelles de fibres. Lorsqu'un nombre critique de fibres rompues est atteint la rupture des monofilaments a tendance à s'accélérer. Les ruptures se produisent par paquets ou de manière catastrophique.

Un modèle de la rupture des fils bruts fondé sur les propriétés individuelles des fibres, montre qu'il n'est pas nécessaire de tenir compte de la présence d'une population bimodale de défauts extrinsèques et intrinsèques au sein des fibres. En effet, les défauts intrinsèques gouvernent la rupture tandis que les défauts extrinsèques sont responsables des premières ruptures de fibres.

Le pourcentage critique de ruptures préliminaires est un facteur important, car il constitue le critère de rupture des fils. Au point d'instabilité de la rupture en traction des fils de fibres de carbure de silicium, seul 17 % des fibres sont rompues. Le pourcentage critique de ruptures préliminaires dépend essentiellement des surtensions éventuelles des fibres et du module de Weibull. Il ne dépend pas de manière significative du nombre de monofilaments et de la longueur de jauge.

Par ailleurs, le modèle a permis d'identifier les paramètres qui gouvernent le comportement mécanique des fils bruts et de mesurer leur influence. Ce sont : la longueur de jauge, le nombre de fibres, le pourcentage de fibres surtendues et le module de Weibull.

En outre, l'analyse de la courbe de comportement d'un fil brut présente un intérêt considérable. En effet, elle permet à partir d'un seul essai sur fil de déterminer les propriétés statistiques des monofilaments. Cependant pour effectuer cette analyse, permettant de s'affranchir du problème d'extraction des fibres, il est nécessaire d'obtenir une rupture contrôlée des fibres tout au long de l'essai. Cette analyse a mis en évidence une dispersion des propriétés des fibres d'un fil à l'autre.

Enfin, le dernier chapitre propose un modèle de comportement mécanique des minicomposites SiC/SiC en fonction de l'endommagement progressif de la matrice par fissuration. En raison de la fissuration matricielle importante et des longueurs de décohésions associées, le

minicomposite peut être assimilé à un fil brut de fibres soumis à un champ de contrainte non uniforme induit par les fissures créées dans la matrice. La rupture du minicomposite est dictée comme précédemment par un nombre critique de fibres rompues. Une valeur identique à celle mesurée pour les fils bruts a été obtenue grâce au modèle.

L'étude expérimentale du comportement mécanique des minicomposites a mis en évidence le caractère erratique de leur rupture qui est fortement influencée par les propriétés des fibres, de la matrice et par la fraction volumique de matrice. Les lots de minicomposites présentaient des différences morphologiques significatives. Les prévisions des courbes de comportement sont apparues en excellente corrélation avec les résultats expérimentaux.

Le modèle s'est donc révélé être un outil qui permet de déterminer les propriétés interfaciales et les propriétés de la fibre et de la matrice, à partir des courbes force-déformation mesurées sur des minicomposites. Il a en outre permis de montrer que l'on peut modifier à volonté les courbes de comportement en jouant sur les caractéristiques des fibres et de la matrice. Les effets obtenus sont analogues à ceux provoqués par les modifications de l'interphase. Il a aussi montré que les variations des propriétés des fibres et leur dégradation différentielle lors de l'élaboration affectent de manière considérable les courbes de comportement, montrant que la dispersion des propriétés des minicomposites contrôlera de manière importante le comportement des composites. Des considérations prenant en compte les propriétés des fibres et de la matrice et leurs variations sous l'effet des procédés d'élaboration du composite, permettront d'expliquer des phénomènes qui ne pouvaient l'être sur la seule base des propriétés interfaciales.

Le passage à la simulation du comportement du composite réel nécessiterait de définir le mode de rupture du composite. En effet plusieurs cas de figure peuvent être considérés :

(1) La rupture du composite peut s'expliquer par la loi du lien le plus faible, la rupture du minicomposite le plus faible au sein du composite entraîne alors la ruine de l'ensemble.

(2) la rupture d'un des minicomposites au sein du composite est suivie

## Conclusion générale

---

d'une redistribution des efforts parmi les minicomposites sains. Il est alors nécessaire de définir les reports d'efforts entre les minicomposites (partage local ou global de la charge). Dans les composites tissés, un partage local par l'intermédiaire des minicomposites transversaux peut être envisagé.

ANNEXES

ANNEXE 1.....	123
LA FONCTION DE DISTRIBUTION DE WEIBULL	
ANNEXE 2.....	127
DÉTERMINATION DU DIAMÈTRE DES FIBRES PAR DIFFRACTOMÉTRIE LASER	
ANNEXE 3.....	129
ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE WEIBULL	
ANNEXE 4.....	133
SÉPARATION DES POPULATIONS DE DÉFAUTS : MÉTHODE DES DONNÉES CENSURÉES DE JOHNSON	
ANNEXE 5.....	135
BIAIS DES ESTIMATEURS	
ANNEXE 6.....	138
TESTS STATISTIQUES	
ANNEXE 7.....	145
CALCUL DU VOLUME OU DE LA SURFACE ÉQUIVALENTE	
ANNEXE 8.....	148
CALCUL DE L'INCERTITUDE SUR LA PROBABILITÉ DE RUPTURE	
ANNEXE 9.....	150
LISTE DES PUBLICATIONS	

## ANNEXE 1

### LA FONCTION DE DISTRIBUTION DE WEIBULL

Cette distribution établie par Weibull en 1939 [1, 2] est relativement populaire. Elle repose sur le concept du lien le plus faible. L'élément est constitué d'une chaîne d'unité de longueur imaginaire  $l_0$ , caractérisée par une contrainte  $\sigma_i$  à rupture (figure 1). Le modèle n'est pas relié à la nature physique des processus de rupture. Il suppose que la rupture est due à une soudaine croissance d'un défaut préexistant. Chaque défaut étant caractérisé par une contrainte de rupture locale.

Ce modèle repose sur les hypothèses suivantes :

- le gradient du champ de contrainte est suffisamment faible pour que les éléments de volume soient considérés comme des variables aléatoires indépendantes. De ce fait, il ne peut y avoir interaction entre les défauts.
- soumis à la même contrainte, la probabilité de rupture des éléments de même volume est identique. Le matériau est considéré homogène et isotrope vis à vis des défauts.

Si  $F'(\sigma)$  est la probabilité de rupture d'une unité soumise à la contrainte  $\sigma$ , pour une chaîne constituée de  $N$  maillons, la probabilité de rupture s'écrit :

$$(1) \quad F_N(\sigma) = 1 - [1 - F'(\sigma)]^N$$

Si  $N$  est assez grand :

$$(2) \quad F_N(\sigma) = 1 - \exp[-NF'(\sigma)]$$

Par ailleurs, si  $N$  est proportionnel au volume  $V$  de l'échantillon, l'équation (2) devient :

$$(3) \quad F(\sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{V}{V_0} \phi(\sigma)\right)$$

Weibull a proposé la forme suivante pour la fonction  $\phi(\sigma)$  de manière empirique :

$$(4) \quad \phi(\sigma) = \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m$$

$\sigma$  est la contrainte appliquée,  $\sigma_u$  représente le seuil (contrainte en dessous de laquelle la probabilité de rupture est nulle),  $\sigma_o$  le facteur d'échelle et  $m$ , un paramètre sans dimension appelé module de Weibull. En combinant les équations (3) et (4) la fonction de distribution devient :

$$(5) \quad F(\sigma) = 1 - \exp \left[ -\frac{V}{V_o} \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m \right]$$

Cette relation est habituellement écrite :

$$(6) \quad \boxed{F(\sigma) = 1 - \exp \left[ -V \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m \right]}$$

La fonction densité associée :

$$(7) \quad f(\sigma) = \frac{d F(\sigma)}{d \sigma} = \frac{V m}{\sigma_o^m} (\sigma - \sigma_u)^{m-1} \exp \left[ -V \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m \right]$$

La probabilité de rupture s'écrit de manière générale pour un champ de contrainte non uniforme :

$$(8) \quad \begin{cases} F(\sigma) = 1 - \exp \left[ \int_v \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m dv \right] & \text{si } \sigma > \sigma_u \\ F(\sigma) = 0 & \text{si } \sigma \leq \sigma_u \end{cases}$$

Si  $m = 1$ , la distribution de Weibull est la simple distribution exponentielle qui a été largement utilisée pour décrire la rupture de nombreux produits. Mais elle s'est révélée inadaptée pour de nombreux systèmes.

Pour  $m = 2$ , la distribution de Weibull est la distribution de Rayleigh. Pour des grandes valeurs de  $m$ ,  $m \geq 10$ , la forme de la fonction de distribution



Fig. 1 : Schéma d'une fibre constituée de  $N$  maillons caractérisés par une contrainte à rupture  $\sigma_i$

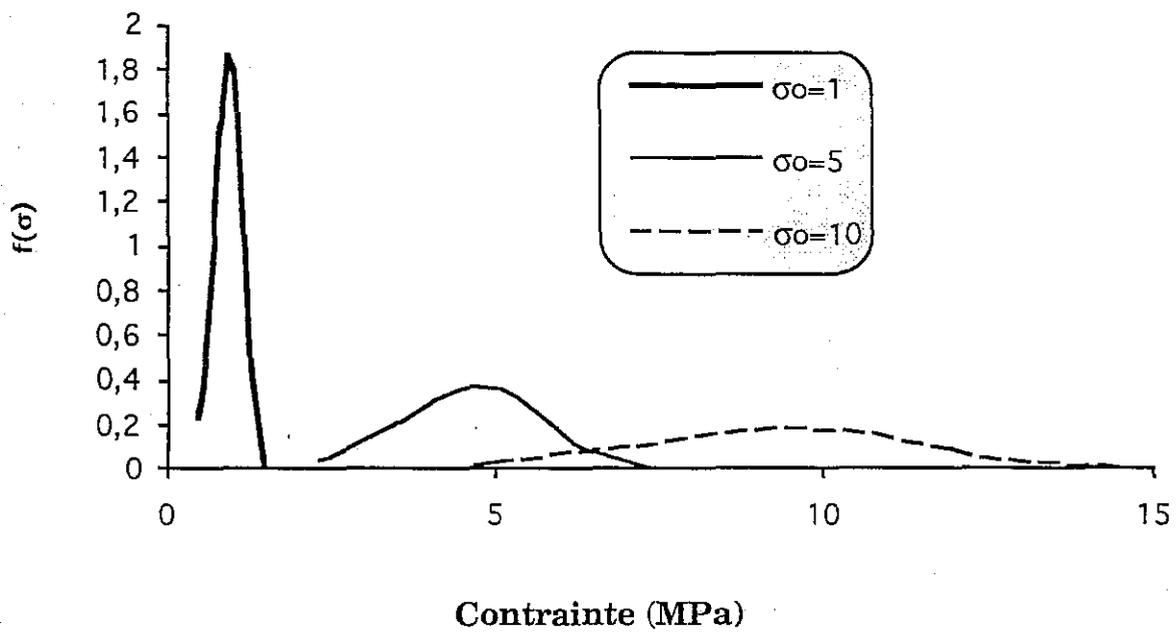


Fig. 2 : Fonction de densité de Weibull ( $m = 5, V = 1$ )

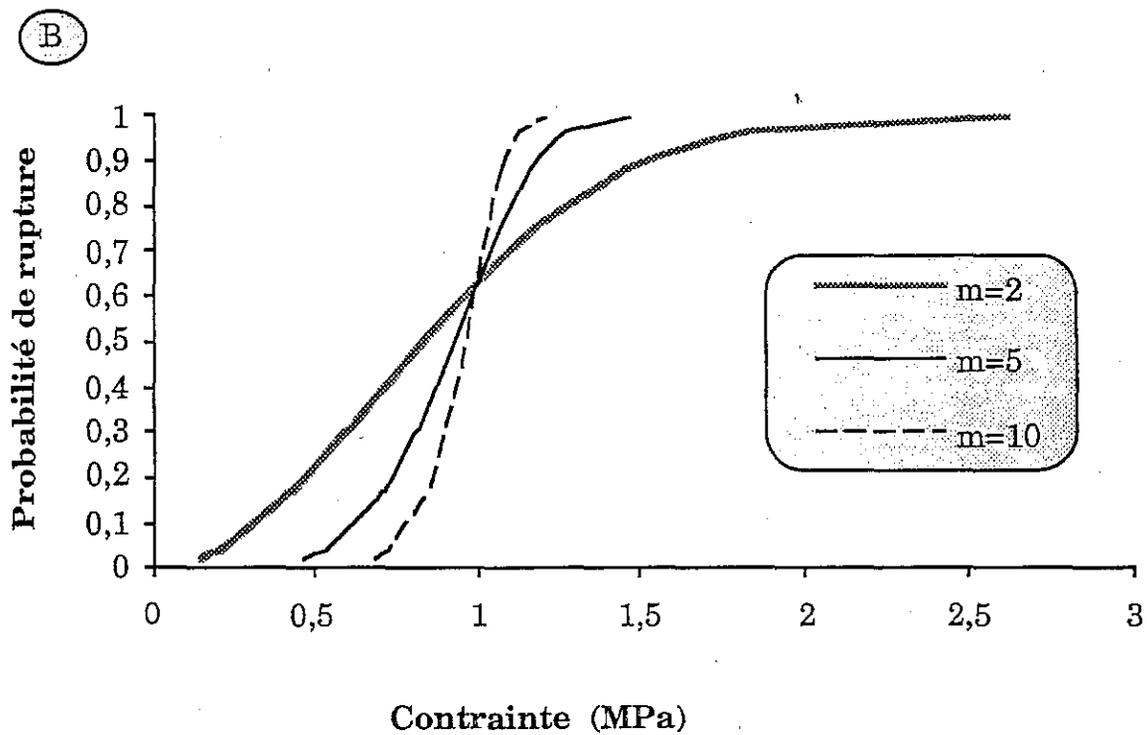
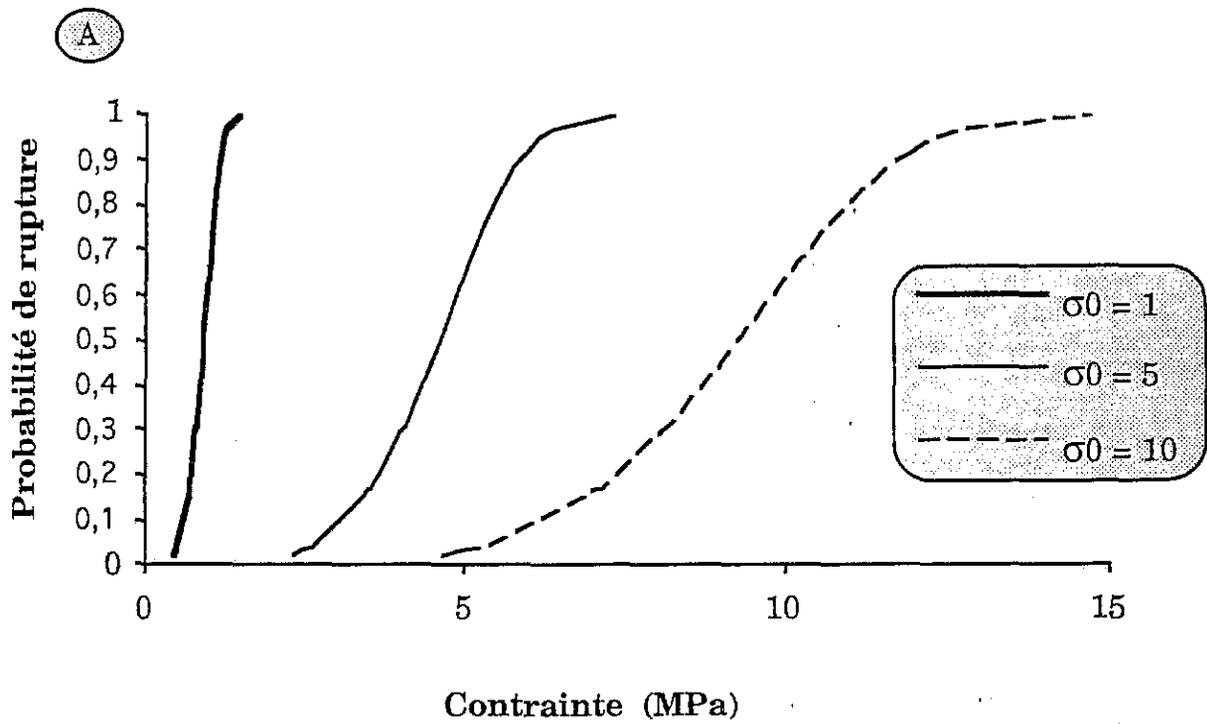


Fig. 3 : fonction de distribution de Weibull

A)  $m = 5$ ,  $V = 1$

B)  $\sigma_0 = 1$ ,  $V = 1$

est proche de celle des valeurs extrêmes. Si  $Y$  suit une distribution de Weibull, alors  $\ln Y$  correspond à la distribution des valeurs extrêmes [3, 4].

La figure 2 représente la fonction densité pour différentes valeurs du facteur de normalisation,  $\sigma_0$ . La figure 3 représente la fonction de distribution pour différentes valeurs de  $m$  et  $\sigma_0$ . Pour des valeurs de  $m$  comprises entre 3 et 4, la forme de la fonction de distribution est proche de celle de la distribution normale.

La contrainte à rupture moyenne est reliée aux paramètres statistiques par la relation suivante :

$$(9) \quad \bar{\sigma} = \frac{\sigma_0 \Gamma(1 + 1/m)}{V^{1/m}} + \sigma_u$$

$\Gamma(x)$  est la fonction gamma.

La déviation standard est donnée par la relation suivante :

$$(10) \quad S = \frac{\sigma_0}{V^{1/m}} \left\{ \Gamma(1 + 2/m) - \left[ \Gamma(1 + 1/m) \right]^2 \right\}^{1/2}$$

Les contraintes à rupture moyennes  $\bar{\sigma}_1$  et  $\bar{\sigma}_2$ , de deux échantillons de volume  $V_1$  et  $V_2$  sont liées par la formule suivante déduite de l'équation (6) :

$$(11) \quad \frac{\bar{\sigma}_1 - \sigma_u}{\bar{\sigma}_2 - \sigma_u} = \left( \frac{V_2}{V_1} \right)^{1/m}$$

Plus les valeurs de  $m$  sont élevées, plus l'effet du volume est faible (figure 4). Pour de nombreuses données, la distribution de Weibull est plus adaptée que la distribution exponentielle, normale ou celle des valeurs extrêmes. Une des difficultés est de déterminer les paramètres  $m$ ,  $\sigma_0$  et  $\sigma_u$  pour un jeu de valeurs expérimentales. Expérimentalement  $\sigma_u$  est très difficile à déterminer. En pratique la valeur est prise égale à zéro.

### Références bibliographique

- [1] W. Weibull, "A statistical theory of the strength of materials", Royal Swedish Academy of Eng. Sci. Proc., 151, (1939) pp.1- 45.

- [2] W. Weibull, "A statistical distribution function of wide applicability", *J. Appl. Mech.*, 18, (1951) pp. 293-297.
- [3] E. J. Gumbel, "Les valeurs extrêmes des distributions statistiques", *Ann. Inst. Henri Poincaré*, 5, (1936), pp. 115.
- [4] B. Epstein, "Statistical aspects of fracture problems", *J. Appl. Phys.*, 19, (1948), pp. 140-147.

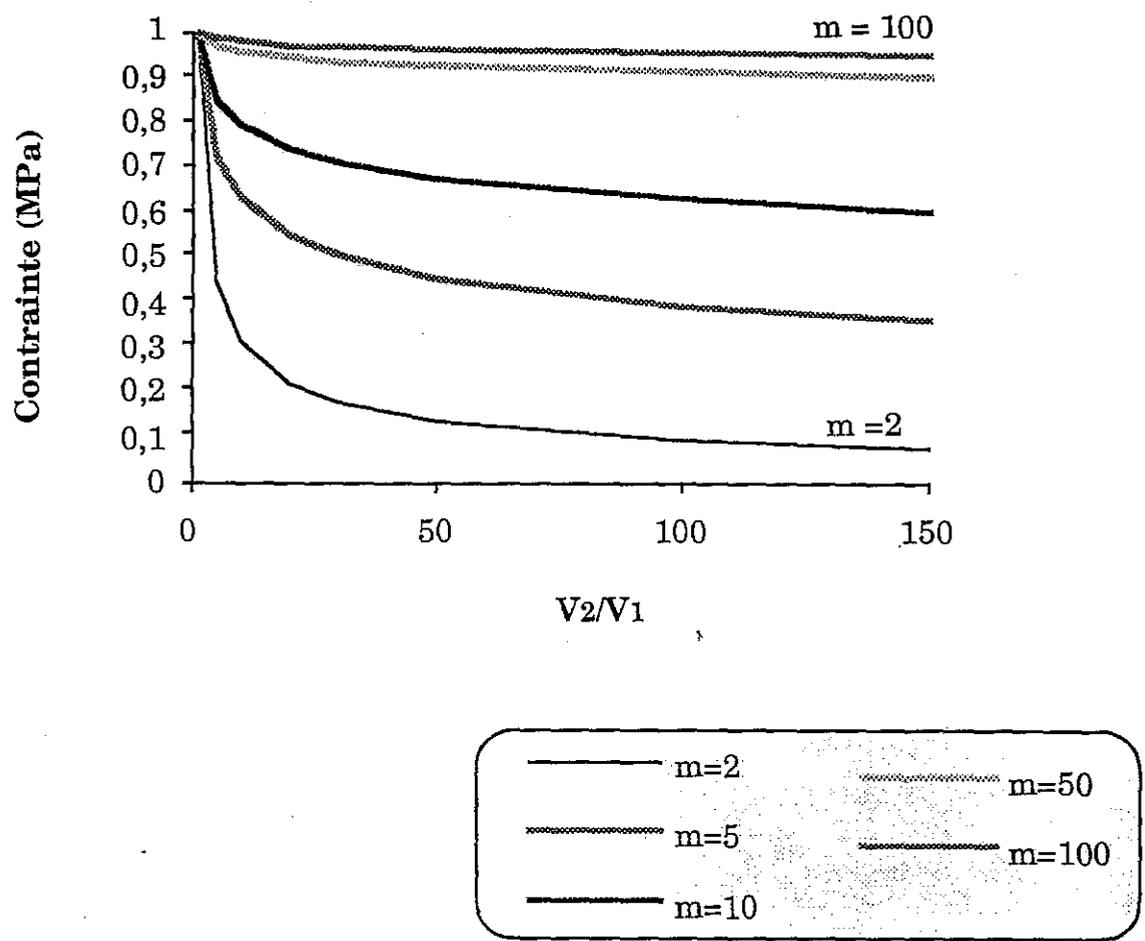


Fig. 4 : Évolution de la contrainte à rupture en fonction d'une augmentation de la longueur de jauge ( $\sigma_1 = 1\text{MPa}$ )

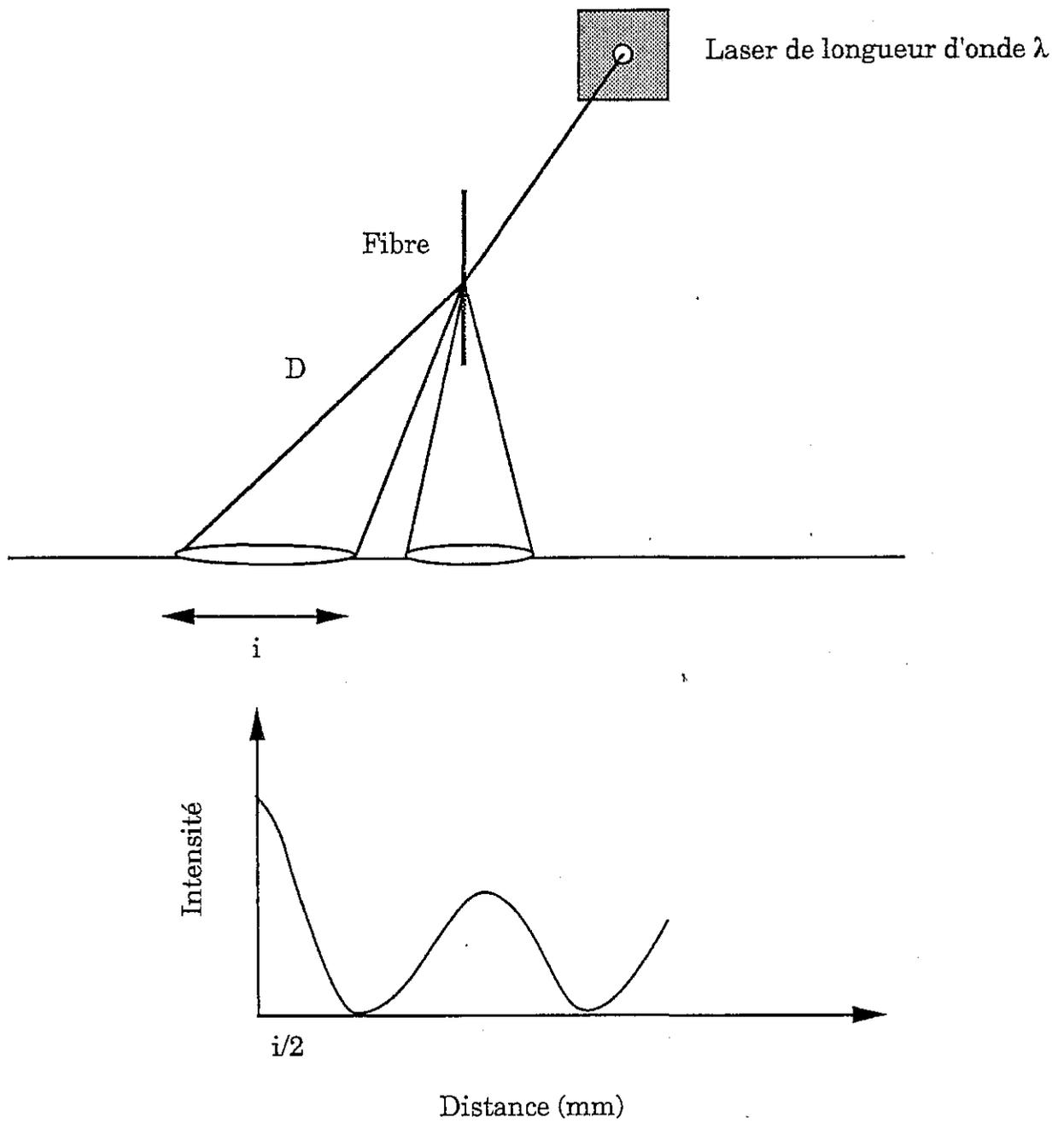


Fig. 1 : Mesure du diamètre des fibres par diffraction laser

## ANNEXE 2

### DÉTERMINATION DU DIAMÈTRE DES FIBRES PAR DIFFRACTOMÉTRIE LASER.

La mesure du diamètre par diffractométrie laser est une technique usuelle [1, 2]. Pour évaluer le diamètre moyen des fibres avant les essais de traction, on utilise un laser He-Ne dont la longueur d'onde est de  $0,6328 \mu\text{m}$  [3]. Cette technique repose sur le principe de diffraction de Fraunhofer. La fibre représente alors la fente de diffraction. L'interaction entre le rayonnement et la source forme sur l'écran un spectre de diffraction présentant des minima (figure 1).

En mesurant la distance entre deux minima, il est possible de calculer le diamètre de la fibre. La condition pour que l'intensité diffractée s'annule de part et d'autre du maximum central est :

$$(1) \quad d \cdot \sin\theta = \lambda$$

$d$  est le diamètre du filament,  $\lambda$  représente la longueur d'onde du faisceau incident.

$$(2) \quad \sin\theta = i/(2D)$$

$D$  est la distance entre la fibre et l'écran,  $i$  est la largeur du maximum central de diffraction. On peut alors calculer le diamètre :

$$(3) \quad d = 2 \cdot \lambda \cdot D / i$$

La valeur du diamètre obtenue n'est pas exacte. Une correction de l'erreur systématique est nécessaire. La correction utilisée est celle établie par Gagnaire [5] (équation (4)). Selon les auteurs diverses formules peuvent être utilisées [4 - 6].

$$(4) \quad d_v = \frac{d - 0,22}{1,0365}$$

## Références bibliographiques

- [1] C. F. Bohren and D. R. Huffman, "Absorption and scattering of light by small particles", Wiley, New York, (1983).
- [2] M. Koedan, Philips Tech. Rund 27 (1966) pp.1982.
- [3] J. F. Villeneuve, "Étude de la dilatation thermique et du comportement thermomécanique en traction et torsion de quelques fibres céramiques monofilamentaires", Thèse N° 661, Université de Bordeaux, (1991)
- [4] A. J. Perry et al., Fibre Sci. Tech. 3 (1971) pp. 317
- [5] CHi-Tang LI, J. V. Tietz, "Improved accuracy of the laser diffraction technique for diameter measurement of small fibres", J. Mat. Sci. 25 (1990) pp. 4694-4698
- [6] P. Gagnaire, "Étude de la morphologie des fibres de carbone par analyse de leurs images", Thèse N° 2145, Université de Bordeaux 1 - (1986).

## ANNEXE 3

### ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE WEIBULL

De nombreuses méthodes permettent d'évaluer les paramètres statistiques d'une loi de Weibull [1- 3]. Elles ont toutes comme point de départ l'équation [(8) annexe 1]. Seules les trois méthodes les plus utilisées, sont décrites dans cette annexe ; la régression linéaire, le maximum de vraisemblance et la méthodes des moments. D'autres moyens d'évaluation des paramètres statistiques de la loi de Weibull, peuvent être employés tels l'utilisation de monogramme [4] ou l'utilisation de fonction poids [5].

#### 1 - la régression linéaire

Les contraintes à rupture de N échantillons sont classées par ordre croissant. La probabilité associée à la donnée de rang  $i$  est calculée grâce à l'un des estimateurs suivants [6, 7] :

$$(1) \quad P_i = \frac{i}{N+1}$$

$$(2) \quad P_i = \frac{i-0,5}{N}$$

L'équation (1) est connue sous le nom de l'équation de la valeur moyenne, la relation (2) donne la valeur moyenne de la fonction de densité empirique au saut  $\sigma_i$ . Ce sont les estimateurs les plus utilisés.

$$(3) \quad P_i = \frac{i-0,3}{n+0,4}$$

$$(4) \quad P_i = \frac{i-3/8}{n+1/4}$$

La relation (3), est l'équation de la valeur médiane. Elle donne un résultat presque identique à celui de la relation (2) mais avec une moins bonne corrélation. L'équation (4) est mieux adaptée pour des lots constitués d'un petit nombre d'échantillons ( $N < 20$ ). La fonction de distribution [(8) annexe 1] peut s'écrire dans le cas d'un champ de contrainte uniforme et en considérant la

contrainte seuil  $\sigma_u$  égale à zéro :

$$(5) \quad F(\sigma) = 1 - \exp \left[ -V \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

Cette relation peut être réécrite sous la forme logarithmique suivante :

$$(6) \quad \ln[-\ln[1 - F(\sigma)]] = \ln V + m \ln \sigma - m \ln \sigma_0$$

La représentation graphique de  $\ln(-\ln(1-P))$  en fonction de  $\ln \sigma$  est une droite. La pente de la droite est égale à  $m$ . L'ordonnée à l'origine permet d'évaluer  $\sigma_0$ .

## 2 - La méthode des moments

Une distribution est caractérisée par ses moments. Le premier moment est la valeur moyenne,  $\bar{\sigma}$ , le second est défini par la variance,  $S^2$ . Ils peuvent se calculer à partir des paramètres de Weibull.

$$(7) \quad \bar{\sigma} = \frac{\sigma_0 \Gamma(1 + 1/m)}{V^{1/m}}$$

$$(8) \quad S^2 = \frac{\sigma_0^2}{V^{2/m}} \left\{ \Gamma\left(1 + \frac{2}{m}\right) - \Gamma^2\left(1 + \frac{1}{m}\right) \right\}$$

Le coefficient de variation pour la distribution de Weibull est :

$$(9) \quad C_{\text{var},\sigma} = \frac{S}{\bar{\sigma}} = \frac{\left\{ \Gamma\left(1 + \frac{2}{m}\right) - \Gamma^2\left(1 + \frac{1}{m}\right) \right\}^{1/2}}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{m}\right)}$$

Connaissant la moyenne  $\bar{\sigma}$  et l'écart type  $S$  pour un jeu de données expérimentales, le module de Weibull peut être évalué en résolvant l'équation (9) par itération. L'équation (7), connaissant  $m$ , fournit le facteur de normalisation  $\sigma_0$ .

### 3 - Maximum de vraisemblance

Dans cette approche, les valeurs des paramètres  $m$  et  $\sigma_0$  sont celles qui rendent maximale la fonction densité de probabilité.

$$(10) \quad L = f_N = f(\sigma_1) f(\sigma_2) \dots f(\sigma_N) = \prod f(\sigma_N)$$

Les dérivées partielles en  $m$  et  $\sigma_0$  permettent d'évaluer les paramètres. La dérivée est réalisée sur le logarithme de  $L$ .

$$(11) \quad \ln L = -V \sum_{i=1}^N \left( \frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^m + N \ln \left( \frac{mV}{\sigma_0^m} \right) + (m-1) \sum_{i=1}^N \ln \sigma_i$$

$$(12) \quad \frac{\partial \ln L}{\partial \sigma_0} = 0 \quad \Rightarrow \quad \sigma_0^m = \frac{V}{m} \sum_{i=1}^N \sigma_i^m$$

$$(13) \quad \frac{\partial \ln L}{\partial m} = 0 \quad \Rightarrow \quad \frac{N}{m} + \sum_{i=1}^N \ln \sigma_i - N \frac{\sum_{i=1}^N \sigma_i^m \ln \sigma_i}{\sum_{i=1}^N \sigma_i^m} = 0$$

La résolution par itération de l'équation (13) permet d'évaluer  $m$ . L'équation (12) connaissant  $m$  donne  $\sigma_0$ .

### Références bibliographiques

- [1] J. W. Heavens and P. N. Murgatroyd, "Analysis of brittle fracture stress statistics", J. Am. Ceram. Soc., 53 [9] (1970) pp. 503-505.
- [2] A. Khalili, K. Kromp, "Statistical properties of Weibull estimators", J. Mat. Sci. 26 (1991) pp. 6741-6752.
- [3] C. A. Johnson, W. T. Tucker, "Weibull estimators for fracture data", Life predictions methodologies and for ceramic materials, ASTM STP 1201, C.R. Brinkman and S.F. Duffy, eds., American Society for testing and materials, Philadelphia (1994).
- [4] M. Leon, P. Kittl, "On the estimation of Weibull's parameters in brittle materials", J. Mat. Sci. 20 (1985) pp. 3778-3782.
- [5] N. Kamiya, O. Kamigaito, "Estimation Weibull parameters by omission of

some data in a sample", J. Mat. Sci. 19 (1984) pp. 4021-4025.

[6] B. Bergman "On the variability of the fracture stress of brittle materials", J. Mat. Sci. Let. 4 (1985) pp. 1143-1146.

[7] J. D. Sullivan, P. H. Lauzon, "Experimental probability estimators for Weibull plots" J. Mat. Sci. Let. 5 (1986) pp. 1245-1247.

ANNEXE 4

SÉPARATION DES POPULATIONS DE DÉFAUTS :  
MÉTHODES DES DONNÉES CENSURÉES DE JOHNSON

Soit un lot d'échantillons dont la rupture est caractérisée par deux populations de défauts concurrentes A et B. Si les deux populations ne sont pas naturellement déconvoluées, il est nécessaire, pour accéder aux paramètres statistiques caractéristiques de chaque population, de les séparer en utilisant la méthode des données censurées de Johnson [1].

La probabilité de rupture d'un échantillon contenant deux populations de défauts concurrentes s'écrit :

$$(1) \quad P = 1 - (1 - P_A)(1 - P_B)$$

La population de défauts A est caractérisée par deux paramètres  $m_A$  et  $\sigma_{0A}$ ,  $m_B$  et  $\sigma_{0B}$  sont associés à la population B. Pour appliquer la méthode des données censurées, il est nécessaire pour chaque échantillon d'identifier l'origine de la rupture, défaut critique de type A ou de type B. Un nouveau rang peut alors être déterminé pour les données au sein de chaque famille (figure 1). Prenons l'exemple des défauts de type A montrés sur la figure 1. L'origine de la rupture pour les échantillons 1 et 2 est de type A, les rangs sont inchangés. Par contre pour la rupture suivante de type A soit l'échantillon 4, un nouveau rang est évalué parce que une donnée de la famille B a été rencontrée entre les deux données successives 2 et 4 de la famille A. De façon générale, un incrément  $\Delta$  est déterminé par la relation (2) pour calculer le nouveau rang  $r'(i)$  chaque fois qu'une ou plusieurs données de l'autre famille sont intercalées entre des données consécutives de la famille examinée.

$$(2) \quad \Delta = \frac{N + 1 - r'(i - 1)}{N + 1 - j}$$

$$(3) \quad r'(i) = r'(i - 1) + \Delta$$

N est le nombre total d'échantillons, j représente le rang de l'échantillon dans le tri initial sans différencier les divers types de défauts,  $r'(i-1)$  est le rang précédent de la donnée de la famille de type A précédent. Ce processus est

appliqué aux données de type B. Cela conduit à deux distributions, respectivement pour les ruptures de type A et pour les ruptures de type B. Les nouvelles probabilités de ruptures sont calculées à l'aide des nouveaux rang  $r'$  (équation 4). Les paramètres sont ensuite déterminés à l'aide des méthodes décrites dans l'annexe 3.

$$(4) \quad p = \frac{r'(i) - 0,5}{N}$$

### Références Bibliographiques

- [1] L. G. Johnson, "The statistical treatment of fatigue experiments" Elsevier Pub. Co, New York London, (1964) pp. 37-46.

$\sigma_1 < \sigma_2 < \sigma_3 < \sigma_4 < \sigma_5 < \sigma_6 < \dots < \sigma_j < \dots < \sigma_N$

Rang initial

1 2 3 4 5 6 j ... N

Type du défaut à l'origine de la rupture

A A B A B A.....

Nouveau rang

1 2  $r'(i-1)$   $r'(i)$   
          ↑          ↑  
           $\Delta$          $\Delta$

Fig. 1 : Principe de la séparation des données par la méthode des données censurées

## ANNEXE 5

### BIAIS DES ESTIMATEURS

Les principales méthodes d'évaluation des paramètres statistiques sont présentées dans l'annexe 3. Quels que soient les estimateurs utilisés, les valeurs obtenues pour les paramètres de Weibull  $m$  et  $\sigma_0$  sont elles-mêmes des variables aléatoires qui possèdent leur propre fonction de répartition. Les dispersions attachées aux mesures des paramètres augmentent naturellement lorsque la taille de l'échantillon décroît, mais elles dépendent également de la méthode d'estimation utilisée. Il est alors intéressant de connaître les incertitudes sur les valeurs de  $m$  et  $\sigma_0$ .

Des simulations de Monte Carlo ont été utilisées pour comparer les différentes méthodes d'évaluation [1-3]. Les articles dans la littérature présentent les résultats des simulations pour des tailles d'échantillons peu diversifiées et ne correspondant pas au problème analysé. De ce fait, les biais des estimateurs sont déterminés pour les deux méthodes utilisées au cours de ce travail, à savoir la régression linéaire et le maximum de vraisemblance.

#### 1 - Procédure de simulation

Supposons que la rupture d'un matériau suive une distribution de Weibull dont les paramètres sont connus. Ce sont les paramètres vrais de la distribution,  $m$  et  $\sigma_0$ .

Si l'on choisit  $N$  échantillons de ce matériau, l'analyse statistique des  $N$  contraintes à rupture devrait nous conduire aux paramètres  $m$  et  $\sigma_0$ . En réalité, les paramètres obtenus sont différents. Cela est liée au fait que les paramètres vrais ne sont seulement connus que pour un nombre infini de valeur.

La simulation de Monte Carlo est présentée par la figure 1.  $N$  nombres aléatoires compris entre 0 et 1 sont générés, ils correspondent à la probabilité de rupture d'un échantillon de taille  $N$ . En utilisant les paramètres  $m$  et  $\sigma_0$  de la distribution pré-définie de Weibull, les contraintes à rupture sont évaluées. Les données ainsi obtenues sont traitées de façon à déterminer les paramètres apparents  $m_A$ ,  $\sigma_{0A}$  de la distribution. Pour étudier, l'effet de la taille de

l'échantillon N croît de 3 à 50. L'opération est répétée 5000 fois pour chaque valeur de N analysée.

## 2 - Résultats : Biais des estimateurs

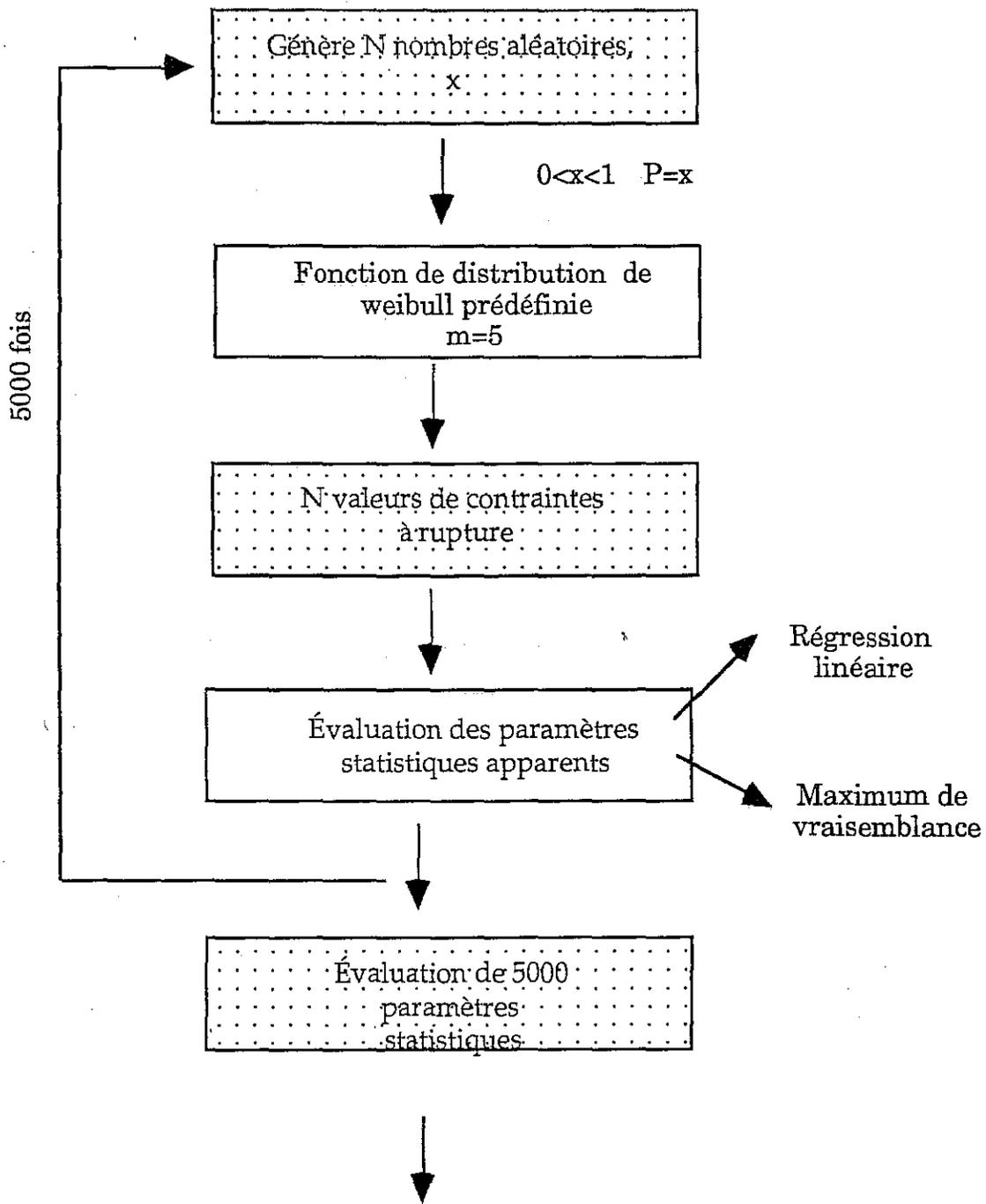
Les tableaux 1 et 2 résument les résultats obtenus respectivement pour la régression linéaire avec  $P = \frac{i-0,5}{N}$  comme estimateur. Ce dernier conduit aux paramètres les moins biaisés [1,2]. Les résultats obtenus avec le maximum de vraisemblance sont reportés dans les tableaux 3 et 4. Le coefficient de variation pour une série de mesures est défini par la relation suivante (1). C'est une mesure classique de la dispersion d'une distribution.

$$(1) \quad C_{v,m} = \frac{S_m}{\overline{m_A}}$$

$S_m$  représente l'écart type et  $\overline{m_A}$  la valeur moyenne de  $m_A$  obtenue à la suite des 5000 simulations. La figure 2 représente l'évolution du coefficient de variation en fonction de N et pour les deux méthodes d'évaluation. Il est très sensible au nombre d'échantillons surtout pour des valeurs de N inférieures à 30. L'ordre du polynôme qui décrit cette courbe tend vers zéro pour  $N \rightarrow \infty$ , le paramètre vrai est obtenu pour un nombre infini d'échantillons. Il est clair que le maximum de vraisemblance conduit au plus petit coefficient de variation. Pour avoir la même précision, le maximum de vraisemblance nécessite moins d'échantillons que la régression linéaire. De plus, ce graphe montre qu'un minimum de 30 échantillons est nécessaire pour des résultats convenables. La figure 3 représente l'évolution de  $\frac{\overline{m_A}}{m}$  en fonction de N. Il apparaît nettement que le maximum de vraisemblance surestime plus la valeur du module que la méthode de régression linéaire.

Les tableaux 2 et 4 résument les résultats obtenus pour le facteur de normalisation  $\sigma_0$ . Il apparaît, que quelle que soit la méthode d'évaluation, ce paramètre est peu biaisé. Cependant il intervient dans l'exponentielle au niveau de l'équation de Weibull  $(\sigma/\sigma_0)^m$ . De ce fait, une dispersion même faible exerce une influence importante sur la forme de la distribution.

Les tables obtenues peuvent être utilisées pour ajuster les paramètres et déterminer l'erreur standard, liée à l'évaluation de m et  $\sigma_0$ . Si la valeur de  $m_A$  estimée par régression linéaire est de 7 pour un lot de 30 échantillons, la



**Fig. 1 : Schéma d'évaluation des paramètres apparents  $m_A$ ,  $\sigma_{OA}$**

Nbre d'échantillons N	$\bar{m}_A$	$S_{m_A}$	$C_{V,m}$	$\frac{\bar{m}_A}{m}$
3	8,802	13,14	1,49	1,760
4	6,459	4,249	0,659	1,291
5	5,994	3,442	0,574	1,198
6	5,682	2,588	0,455	1,136
7	5,555	2,400	0,432	1,111
8	5,476	2,040	0,372	1,095
9	5,320	1,873	0,353	1,064
10	5,310	1,732	0,326	1,062
12	5,216	1,528	0,293	1,043
14	5,190	1,425	0,274	1,038
16	5,152	1,295	0,244	1,027
18	5,108	1,220	0,238	1,021
20	5,077	1,124	0,221	1,015
22	5,080	1,109	0,209	1,017
24	5,077	1,004	0,1979	1,015
26	5,066	0,939	0,185	1,012
28	5,035	0,950	0,188	1,007
30	5,031	0,931	0,185	1,006
35	5,032	0,897	0,178	1,006
40	5,012	0,807	0,161	1,002
50	4,998	0,728	0,145	0,999

Tableau 1 -Incertitude liée à la détermination du paramètre de Weibull m par régression linéaire.

Nbre d'échantillons N	$\bar{\sigma}_{0A}$	$S_{\sigma_{0A}}$	$C_V, \sigma_0$	$\frac{\bar{\sigma}_{0A}}{\sigma_0}$
3	1,076	0,134	0,125	0,988
5	1,089	0,114	0,105	0,994
7	1,087	0,088	0,081	0,998
10	1,090	0,072	0,063	1,001
20	1,089	0,052	0,047	1,000
30	1,091	0,043	0,039	1,001
40	1,090	0,040	0,036	1,000
50	1,0914	0,032	0,030	1,001

**Tableau 2- Incertitude liée à la détermination du paramètre du facteur de normalisation  $\sigma_0$  par régression linéaire**

Nbre d'échantillons N	$\bar{m}_A$	$S_{m_A}$	$Cv, m$	$\frac{\bar{m}_A}{m}$
3	7,935	5,111	0,644	1,587
4	7,422	4,072	0,548	1,484
5	6,912	3,339	0,483	1,382
6	6,553	2,808	0,422	1,310
7	6,334	2,431	0,383	1,266
8	6,122	2,106	0,344	1,224
9	5,930	1,889	0,318	1,186
10	5,825	1,763	0,302	1,165
12	5,667	1,467	0,258	1,133
14	5,600	1,295	0,231	1,120
16	5,479	1,201	0,219	1,095
18	5,461	1,132	0,207	1,092
20	5,355	1,043	0,194	1,071
22	5,343	0,973	0,182	1,068
24	5,335	0,917	0,171	1,067
26	5,293	0,879	0,166	1,058
28	5,276	0,813	0,154	1,051
30	5,244	0,794	0,151	1,048
35	5,201	0,713	0,137	1,040
40	5,189	0,672	0,129	1,037
45	5,165	0,608	0,1177	1,033
50	5,130	0,561	0,109	1,026

**Tableau 3 - Incertitude sur l'évaluation du paramètre de Weibull m  
avec la méthode de maximum de vraisemblance**

Nbre d'échantillons N	$\bar{\sigma}_{0A}$	$S_{\bar{\sigma}_{0A}}$	$C_V, \sigma_0$	$\frac{\bar{\sigma}_{0A}}{\sigma_0}$
3	1,063	0,129	0,121	0,976
5	1,070	0,113	0,105	0,982
7	1,078	0,087	0,081	0,991
10	1,083	0,074	0,068	0,994
20	1,085	0,050	0,046	0,996
30	1,087	0,040	0,037	0,998
40	1,087	0,036	0,033	0,997
50	1,087	0,031	0,029	0,998

**Tableau 4 - Incertitude liée à l'évaluation du facteur de normalisation  $\sigma_0$   
par la méthode du maximum de vraisemblance**

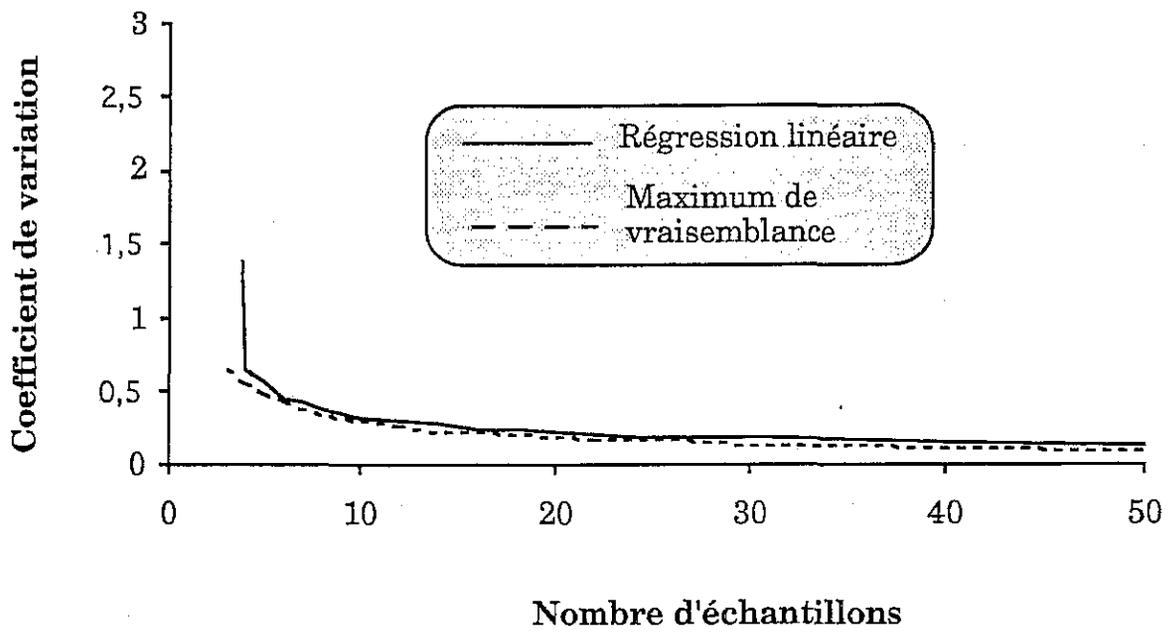


Fig. 2 : Évolution du coefficient de variation en fonction du nombre d'échantillons

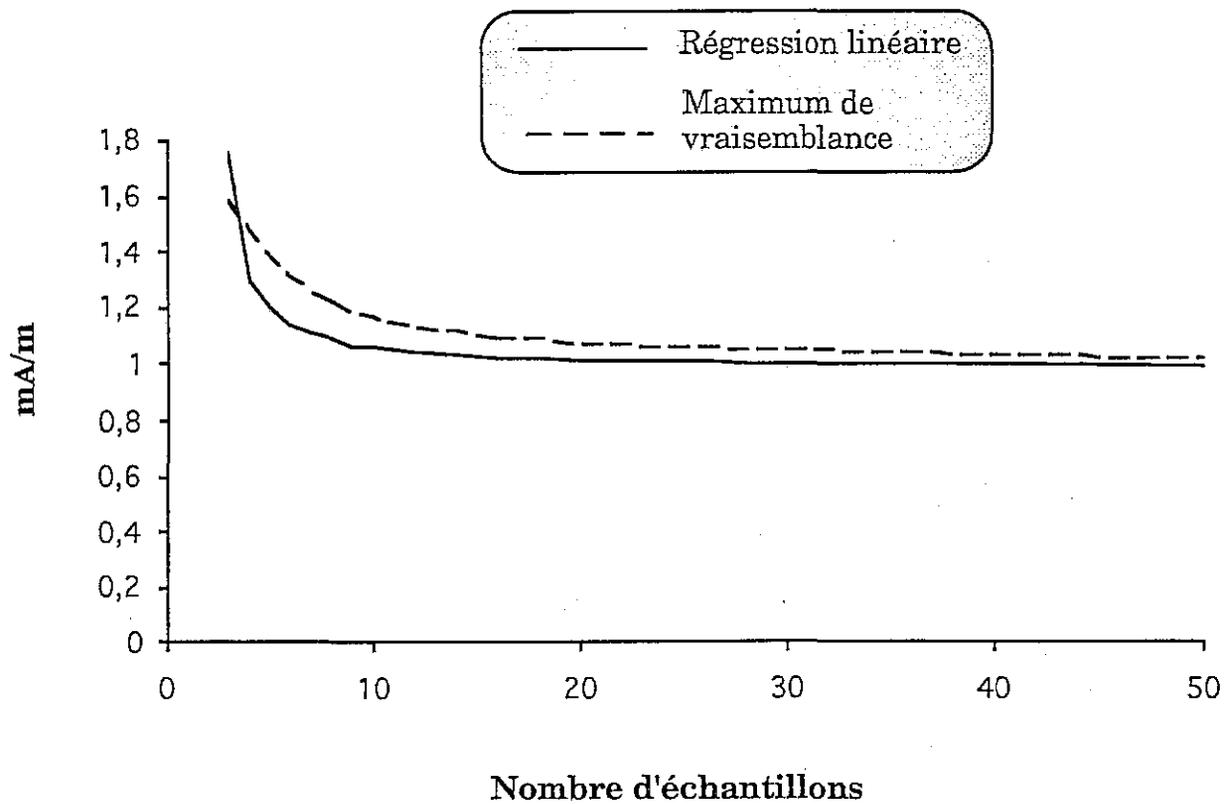


Fig. 3 : Évolution de mA/m en fonction du nombre d'échantillons

valeur corrigée  $m$  est donnée par  $7/1,006 = 6,95$  avec un écart type de  $6,95 \times 0,185 = 1,287$ .

### **Références Bibliographiques**

- [1] K. Trustum and A. de S. Jayatilaka, "On the estimating the Weibull modulus for a brittle material", *J. Mat. Sci.*, 14, (1979) pp. 1080-1084.
- [2] A. Khalili , K. Kromp, "Statistical properties of Weibull estimators", *J. Mat. Sci.*, 26 (1991) pp. 6741-6752.
- [3] B. Bergman, "On the estimation of the Weibull modulus," *J. Mat. Sci. Let.*, 3 (1984) pp. 689-692.

## ANNEXE 6

### TESTS STATISTIQUES

En règle générale, un test statistique est une règle permettant de prendre une décision à partir de résultats expérimentaux. Sa réalisation suppose trois opérations :

- définir  $H_0$  l'hypothèse à contrôler, elle est souvent appelée hypothèse nulle. Elle peut concerner par exemple :

- la forme des lois de distribution,
- les paramètres de la loi,

- choisir la fonction discriminante, fonction plus ou moins simple des résultats expérimentaux,

- juger en fonction des risques d'erreurs admis. Pour cela, on définit un risque d'erreur de première espèce  $\alpha$  (probabilité de refuser  $H_0$  quand elle est exacte). De même, un risque d'erreur de deuxième espèce  $\beta$  peut être défini (probabilité de ne pas refuser  $H_0$  quand elle est fausse). Si la valeur de la statistique excède la limite supérieure donnée par les tables au risque d'erreur  $\alpha$ , alors  $H_0$  est rejetée avec une probabilité d'erreur  $\alpha$ .

Nous allons nous intéresser aux tests statistiques basés sur les fonctions de distributions empiriques. Ils mesurent la différence entre la fonction de distribution empirique et la fonction de distribution théorique. Ces tests sont utilisés pour apprécier la qualité de l'ajustement entre les distributions théoriques et les valeurs expérimentales [1,2].

#### 1 - Les tests basés sur des fonctions de distribution empirique

##### 1.1 - Le test de Kolmogorov-Smirnov [3]

Il constitue probablement, le test le plus connu. Il mesure la différence entre la fonction de distribution empirique  $i/n$  et la fonction de distribution théorique  $F(x_i)$ . Il mesure le maximum de divergence. Cependant, ce test n'est pas très puissant.

$$(1) \quad D_n^* = \max \left\{ \frac{i}{n} - F(x_i) \right\}$$

$$D_n^- = \max \left\{ F(x_i) - \frac{(i-1)}{n} \right\}$$
$$D_n = \max (D_n^+, D_n^-)$$

### 1.2 - Le test de Cramer Von-Mises [1]

Ce test est meilleur que celui de Kolmogorov Smirnov, en effet il mesure l'ensemble de la divergence, c'est à dire qu'il traite l'aire plutôt que le point maximal.

Le test statistique  $\omega_n^2$  est donné pour la relation :

$$(2) \quad \omega_n^2 = \sum_{i=1}^n \left\{ F(x_i) - \frac{(i-0,5)}{n} \right\}^2 + \frac{1}{(12n)}$$

### 1.3 - Le test d'Anderson-Darling [1,4]

Il constitue le meilleur test. Il repose sur la mesure de l'aire entre la fonction de distribution empirique et la fonction de distribution théorique. Ce test donne plus d'importance aux extrêmes de la distribution. Il est plus approprié pour des échantillons de données de petite taille. Le test statistique est donné par la relation suivante :

$$(3) \quad A_n^2 = -n \cdot \sum_{i=1}^n \frac{2i-1}{n} [\ln F(x_i) + \ln(1-F(x_{n+1-i}))]$$

Une autre formule  $A_n^2$  est :

$$(4) \quad A_n^2 = -n \cdot \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n [(2i-1) \ln F(x_i) + (2n+1-2i) \ln(1-F(x_i))]$$

Pour mesurer la qualité de l'ajustement entre les distributions théoriques et expérimentales, le test d'Anderson-Darling est recommandé. Une règle [2] indique que seules les valeurs  $A_n^2 \leq 0,5$  sont significatives. Ces tests sont en général plus performants que le test du  $\chi^2$ , cela s'explique par le fait que pour réaliser le test du  $\chi^2$  les données doivent être groupées, entraînant une perte d'informations surtout pour les échantillons de petite taille.

## 2 - Évaluation de la qualité de l'ajustement en fonction des tests statistiques

### 2.1 - Les statistiques modifiées

L'hypothèse nulle  $H_0$  à tester est : l'échantillon de  $N$  valeurs dérive d'une fonction de distribution  $F(x, \theta)$ .  $\theta$  est un vecteur de paramètres. Par exemple pour une distribution de Weibull,  $\theta = (m, \sigma_0, \sigma_u)$ . Quand  $\theta$  est parfaitement connu, les tests statistiques sont bien développés même pour des échantillons de taille finie. Les tables sont toujours valables. Par contre si  $\theta$  contient un ou plusieurs paramètres inconnus, ils sont alors remplacés par des estimations. Les tests statistiques sont alors bien différents de ceux réalisés pour le cas précédent. Ils dépendent de la distribution testée, des paramètres estimés, de la méthode d'estimation et aussi de la taille de l'échantillon. Cela doit être pris en compte pour réaliser le test statistique approprié même pour des échantillons de grande taille. Pour les tests correspondant aux différentes familles de distributions, Stephens [1] a proposé des modifications en fonction du nombre d'échantillons. Un défaut de ces modifications réside dans le fait qu'elles ne dépendent pas de  $\alpha$  (risque d'erreur). Elles ont été calculées pour  $\alpha$  égal à 0,05 %. Mais en général, elles donnent de bons résultats pour des valeurs de  $\alpha$  inférieures à 0,2%.

### 2.2 - Tests pour une distribution normale

L'hypothèse nulle est :

$H_0$  : la distribution  $(X_1, \dots, X_n)$  dérive d'une loi normale  $F(x, \theta)$  avec un ou plusieurs paramètres inconnus  $\theta \equiv (\mu, \sigma^2)$ . La fonction de distribution pour une loi normale est de la forme suivante :

$$(5) \quad F(x) = \int \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} \exp\left(-\frac{1}{2} \left[\frac{X-\mu}{\sigma}\right]^2\right) dX$$

Suivant Stephens, 3 cas sont considérés :

**Cas 1 :** La variance  $\sigma^2$  est connue et  $\mu$  est inconnue, estimée par  $\bar{X}$ , la moyenne de la population.

**Cas 2 :** La moyenne  $\mu$  est connue et non  $\sigma^2$ , estimée par :

$$\delta^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \mu)^2}{n}$$

**Cas 3 :**  $\mu$  et  $\sigma^2$  sont inconnues et sont estimées par  $\bar{X}$  et  $\delta^2$

$$\delta^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}$$

Ce dernier cas est le plus fréquemment rencontré. La réalisation du test est composée par les étapes suivantes :

a) Calcul de  $\omega_i$  pour  $i = 1, \dots, n$

$$\omega_i = \frac{(X_{(i)} - \bar{X})}{\sigma} \quad (\text{cas 1})$$

$$\omega_i = \frac{(X_{(i)} - \mu)}{\delta} \quad (\text{cas 2})$$

$$\omega_i = \frac{(X_{(i)} - \bar{X})}{\delta} \quad (\text{cas 3})$$

b) Calcul de  $Z(i) = \Phi(\omega_i)$

$\Phi(x)$  est donnée par les tables de la loi normale.

c) Évaluation du test statistique :

$$D_n, \omega_n^2 \text{ ou } A_n^2$$

d) Pour les cas 1 et 2, le tableau 1 résume les limites supérieures des tests. Par contre pour le cas 3, il faut calculer la statistique modifiée et utiliser les valeurs du tableau 2. Si la valeur statistique évaluée ou la valeur modifiée excède au risque d'erreur  $\alpha$  choisi la valeur de la table, l'hypothèse  $H_0$  est rejetée avec une probabilité d'erreur  $\alpha$ .

Statistique choisie	Risque d'erreur $\alpha$							
	0,25	0,15	0,10	0,05	0,025	0,01	0,05	0,0025
$\omega_n^2$ cas 1	0,094	0,117	0,134	0,165	0,197	0,238	0,27	0,302
$\omega_n^2$ cas 2	0,190	0,263	0,327	0,442	0,562	0,725	0,851	0,978
$A_n^2$ cas 1	0,644	0,782	0,894	1,087	1,285	1,551	1,756	1,964
$A_n^2$ cas 2	1,072	1,430	1,743	2,308	2,898	3,702	4,324	4,954

Tableau 1 - Limites supérieures des tests statistiques de normalité (cas 1 et 2) [1]

### 2.3 - Test pour une distribution des valeurs extrêmes

La fonction de distribution est de la forme suivante :

$$(6) \quad F(x) = \exp \left[ -\exp \left\{ -\frac{(X - \alpha)}{\beta} \right\} \right] \quad -\infty < X < +\infty$$

L'hypothèse nulle est la suivante :

$H_0$  : un échantillon  $X_1, \dots, X_n$  dérive d'une distribution des valeurs extrêmes.  
Trois cas sont considérés comme pour la loi normale.

**Cas 1 :** seul  $\beta$  est connu,  $\alpha$  est estimé,

**Cas 2 :**  $\beta$  est estimé,  $\alpha$  est connu,

**Cas 3 :**  $\alpha$  et  $\beta$  sont estimés.

Les paramètres peuvent être estimés par exemple à l'aide du maximum de vraisemblance. Le déroulement du test statistique est le suivant :

a) estimation des paramètres,

b) calcul de  $Z(i) = F(x_i)$  pour  $i$  variant de 1 à  $n$  à l'aide de l'équation (6) et en utilisant si nécessaire les paramètres estimés,

c) calcul du test statistique,  $D_n$ ,  $\omega_n^2$  ou  $A_n^2$ ,

d) calcul du test modifié si nécessaire et utilisation du tableau 3 pour

Limite supérieure		Risque d'erreur $\alpha$								
Statistique choisie	forme modifiée	.25	.20	.15	.10	.05	.025	.01	.005	.0025
D	$(D-0.2/n) (\sqrt{n}+0.26+0.25/\sqrt{n})$			.926	.995	1.094	1.184	1.298		
W <sup>2</sup>	$W^2(1.0+0.16/n)$	.116	.130	.148	.175	.222	.271	.338	.390	.442
A <sup>2</sup>	$A^2(1.0+0.6/n)$	.736	.816	.916	1.062	1.321	1.591	1.959	2.244	2.534
Limite inférieure		Risque d'erreur $\alpha$								
Statistique choisie	forme modifiée	.01	.025	.05	.10	.15	.20	.25	0.50	
W <sup>2</sup>	$W^2(1.0+0.16/n)$	.0192	.0233	.0276	.0338	.039	.044	.048	.074	
A <sup>2</sup>	$A^2(1.0+0.6/n)$	.150	.178	.208	.249	.280	.312	.342	.502	

Tableau 2 - Modifications des tests statistiques et limites inférieures et supérieures pour un test de Normalité (cas 3) [1]

		Risque d'erreur $\alpha$				
Statistique	Modification	.25	.10	.05	.025	.01
$W^2$						
cas 1	$W^2(1 + 0.16/n)$	.116	.175	.222	.271	.338
cas 2	Aucune	.186	.320	.431	.547	.705
cas 3	$W^2(1 + 0.12/\sqrt{n})$	.073	.102	.124	.146	.175
$A^2$						
cas 1	$A^2(1 + 0.3/n)$	.736	1.062	1.321	1.591	1.959
cas 2	Aucune	1.060	1.725	2.277	2.854	3.640
cas 3	$A^2(1 + 0.2/\sqrt{n})$	.474	.637	.757	.877	1.038
Statistique	n	.10	.05	.025	.01	
$\sqrt{n} D$	10					
cas 1	20	.934	1.026	1.113	1.206	
	50	.954	1.049	1.034	1.239	
	$\infty$	.970	1.067	1.148	1.263	
		.995	1.094	1.184	1.298	
$\sqrt{n} D$	10	1.14	1.27	1.39	1.52	
cas 2	20	1.15	1.28	1.40	1.53	
	50	1.16	1.29	1.41	1.53	
	$\infty$	1.16	1.29	1.42	1.53	
$\sqrt{n} D$	10	.760	.819	.880	.944	
cas 3	20	.779	.843	.907	.973	
	50	.790	.856	.922	.988	
	$\infty$	.803	.874	.939	1.007	

Tableau 3 - Statistiques modifiées et limites supérieures pour la distribution des valeurs extrêmes ou de Weibull

comparer les valeurs du test à celles des tables au risque d'erreur choisi.

#### 2.4 - Test statistique pour une distribution de Weibull

La forme générale de la loi de Weibull à 2 paramètres :

$$(7) \quad F(x) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x}{\sigma_0}\right)^m\right]$$

L'hypothèse nulle :

$H_0$  : un échantillon  $X_1, \dots, X_n$  dérive d'une distribution de Weibull avec  $\theta = (m, \sigma_0)$ .

Le facteur seuil  $\sigma_u$  étant pris égal à zéro, le test se ramène à celui de la distribution des valeurs extrêmes. Les trois cas considérés sont les mêmes que ceux décrits au paragraphe 2.3. Pour ce test, les tables des valeurs extrêmes peuvent être utilisées.

Si on pose :

$$(8) \quad Y = -\ln X$$

La distribution devient :

$$(9) \quad F(y) = \exp\left[-\exp\left(-\frac{y-\theta}{\emptyset}\right)\right] \quad -\infty < y < +\infty$$

avec :

$$(10) \quad \emptyset = 1/m \\ \theta = -\ln \sigma_0$$

La procédure pour réaliser le test est la suivante :

- a) réaliser la transformation  $Y_i : -\ln X_i, i = 1, \dots, n$ .
- b) classer les  $Y_i$  par ordre croissant
- c) tester l'échantillon  $Y$  comme provenant d'une distribution des valeurs extrêmes (§ 2.3).

Pour conclure, nous pouvons signaler l'existence d'autres tests statistiques fondés sur des espacements normalisés (L et S statistiques) [6].

## Références bibliographiques

- [1] R. B. D'Agostino, M.A. Stephens, "Goodness of fit Techniques" Marcel Dekker, New York, (1986).
- [2] J. D. Snedden, C. D. Sinclair, "Statistical mapping and analysis of engineering ceramics data", Mechanics of crack brittle materials-1, edited by ACF Cocks and ARS Ponter (1988).
- [3] J. L. Lawless, "Statistical models and methods for lifetime data", John Wiley and Sons (1982).
- [4] T. W. Anderson and D. A. Darling, "Asymptotic theory on certain", Goodness of fit criteria based on stochastic process", Ann. Math. Statis, 23, (1952) pp. 193-212.
- [5] T. W. Anderson and D. A. Darling, "A test of goodness of fit", J. Amer. Statis. Assoc. 49 (1954) pp. 765-769.
- [6] N. R. Mann, E.M. Scherrer, K.W. Fertig, "A new goodness of fit test for the two parameters Weibull or extreme value distribution with unknown parameters", communications in statistics, 2 [5] (1973) pp.383-400.

## ANNEXE 7

## CALCUL DU VOLUME OU DE LA SURFACE ÉQUIVALENTE

La statistique de Weibull peut facilement être étendue à un champ de contrainte uniaxial non uniforme. Les variations du diamètre mesuré tous les 5 mm sont la source d'un champ de contrainte non uniforme au sein des fibres. Pour déterminer la probabilité de rupture d'un tel élément, il est nécessaire de prendre en compte la variation de la contrainte suivant l'élément de volume considéré. La probabilité de rupture d'une fibre (équation (1)) s'écrit alors en fonction de  $V_E$  (équation (2)).

$$(1) \quad P = 1 - \exp \left[ - \int_V \left( \frac{\sigma}{\sigma_{0r}} \right)^{m_r} dV \right] \quad \sigma \geq 0$$

$$(2) \quad P = 1 - \exp \left[ - V_E \left( \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_{0r}} \right)^{m_r} \right] \quad \sigma \geq 0$$

$V_E$  appelé volume effectif, dépend du volume de la pièce considérée ainsi que du régime de contraintes. Il représente le volume que devrait avoir une éprouvette de traction qui, soumise uniformément à la contrainte  $\sigma_{\max}$  aurait la même probabilité de rupture que la fibre réelle.

Dans le cas de pièces de forme complexe soumises à des contraintes hétérogènes, une valeur du volume effectif peut être calculée par la méthode des éléments finis. Dans le cas d'essais simples, le calcul analytique est possible.

Pour les monofilaments, les mesures du diamètre réalisées tous les 5 mm ont permis de définir le champ de contrainte non uniforme au sein de la fibre induit par les variations locales du diamètre. La variation du diamètre entre deux points de mesure est supposée linéaire (figure 1).

### 1 - Calcul du volume équivalent

Si on considère un élément de fibre dont le rayon varie linéairement de  $R_i$  à  $R_{i+1}$  sur une longueur  $l$ , la probabilité de rupture s'écrit :

$$(3) \quad P = 1 - \exp \left[ - \int_0^V \left( \frac{\sigma(z)}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} dV \right] \quad \sigma \geq 0$$

avec  $dV = \pi R^2(z) dz$

L'expression de la variation du rayon avec  $z$  est :

$$(4) \quad R(z) = \frac{z}{l} (R_{i+1} - R_i) + R_i$$

La probabilité de rupture s'écrit alors :

$$(5) \quad P = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{F}{\pi \sigma_{of}} \right)^{m_f} \pi \int_0^l R^{2-2m_f}(z) dz \right]$$

Une fois l'intégration réalisée, l'expression (5) devient :

$$(6) \quad P = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{F}{\pi \sigma_{of}} \right)^{m_f} \pi l \frac{1}{(3-2m_f)(R_{i+1} - R_i)} (R_{i+1}^{3-2m_f} - R_i^{3-2m_f}) \right]$$

Sur la longueur du filament,  $n$  mesures ont été effectuées. La probabilité de rupture du monofilament s'écrit :

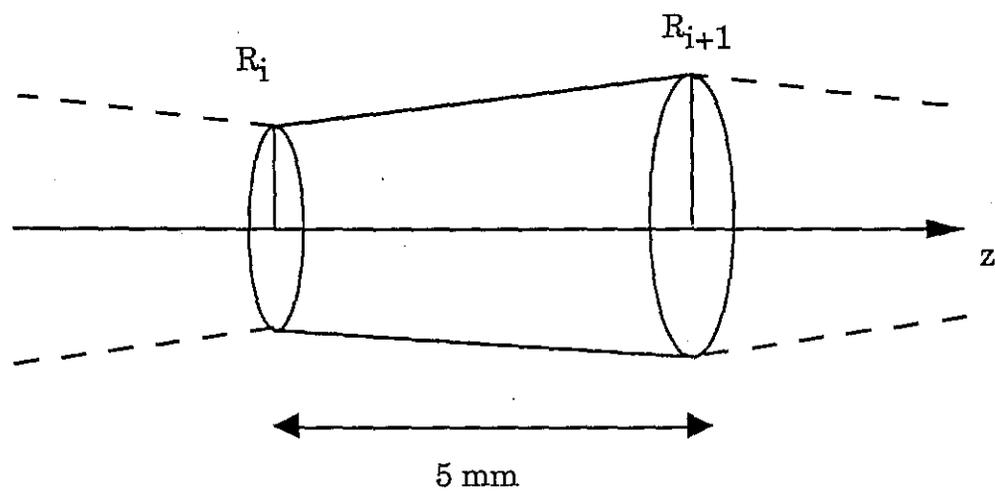
$$(7) \quad P = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{F}{\pi \sigma_{of}} \right)^{m_f} \sum_{i=1}^{n-1} \frac{\pi l}{(3-2m_f)(R_{i+1} - R_i)} (R_{i+1}^{3-2m_f} - R_i^{3-2m_f}) \right]$$

Soit  $R_{\min}$ , le rayon minimal mesuré le long du monofilament, c'est à dire la plus petite valeur obtenue pour  $R_i$ . La contrainte associée est  $\sigma_{\max}$ . La probabilité de rupture peut s'écrire en fonction de  $\sigma_{\max}$  :

$$(8) \quad P = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \sum_{i=1}^{n-1} \frac{\pi l R_{\min}^{2m_f}}{(3-2m_f)(R_{i+1} - R_i)} (R_{i+1}^{3-2m_f} - R_i^{3-2m_f}) \right]$$

Le volume équivalent  $V_E$  :

$$(9) \quad V_E = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{\pi l R_{\min}^{2m_f}}{(3-2m_f)(R_{i+1} - R_i)} (R_{i+1}^{3-2m_f} - R_i^{3-2m_f})$$



**Fig. 1 : Schéma des étranglements le long de la fibre**

## 2 - Calcul de la surface équivalente

Un raisonnement analogue peut être effectué dans le cas d'une distribution surfacique de défauts. Une surface équivalente est alors définie, notée  $S_E$ .

$$(10) \quad P = 1 - \exp \left[ - \int_S \left( \frac{\sigma(z)}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} dS \right]$$

avec  $dS = 2\pi r(z) dz$

$$(11) \quad P = 1 - \exp \left[ - V_E \left( \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right]$$

Tous calculs faits, on obtient la relation suivante :

$$(12) \quad P = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \sum_{i=1}^{n-1} \frac{2\pi l R_{min}^{2m_f}}{(2-2m_f)(R_{i+1} - R_i)} (R_{i+1}^{2-2m_f} - R_i^{2-2m_f}) \right]$$

avec

$$(13) \quad S_E = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{2\pi l R_{min}^{2m_f}}{(2-2m_f)(R_{i+1} - R_i)} (R_{i+1}^{2-2m_f} - R_i^{2-2m_f})$$

ANNEXE 8

CALCUL DE L'INCERTITUDE SUR LA PROBABILITÉ DE RUPTURE

Il est important de savoir à la suite de la détermination des paramètres statistiques ( $m, \sigma_0$ ) et connaissant l'incertitude  $\Delta m$ , la valeur de l'incertitude  $\Delta P$ . Pour simplifier les calculs, l'expression de probabilité considérée est celle de Weibull en supposant une seule population de défaut répartie dans le volume.

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

L'incertitude sur l'évaluation du volume ou sur l'estimation de la contrainte n'est pas prise en compte. Seule l'incertitude sur  $m$  et  $\sigma_0$  est considérée. Mathématiquement, notre question peut être formulée ainsi : étant donnée la fonction  $P$  des variables  $m$  et  $\sigma_0$ , quelle est la valeur  $dP$  de la variation de  $P$  quand les variables  $m$  et  $\sigma_0$  varient respectivement de  $dm$  et  $d\sigma_0$  ? Si ces variations sont infiniment petites, la réponse nous est fournie par le calcul différentiel :

$$(2) \quad dP = \left( \frac{\partial P}{\partial m} \right) dm + \left( \frac{\partial P}{\partial \sigma_0} \right) d\sigma_0$$

Toutes les variables ne sont pas indépendantes  $P = f(m, \sigma_0)$  mais  $\sigma_0 = g(m)$ . Si les paramètres sont évalués par l'analyse par le maximum de vraisemblance, le facteur de normalisation est relié au module de Weibull par la relation suivante :

$$(3) \quad \sigma_0 = \left( \frac{V}{N} \sum_{i=1}^N \sigma_i^m \right)^{1/m}$$

L'expression (2) reste valable mais peut être développée davantage :

$$(4) \quad dP = \left( \frac{\partial P}{\partial m} \right) dm + \left( \frac{\partial P}{\partial \sigma_0} \right) \left[ \left( \frac{\partial g}{\partial m} \right) dm \right]$$

Les termes peuvent être regroupés en fonction de la même différentielle :

$$(5) \quad dP = \left[ \left( \frac{\partial P}{\partial m} \right) + \left( \frac{\partial P}{\partial \sigma_0} \right) \left( \frac{\partial g}{\partial m} \right) \right] dm$$

La limite supérieure de l'erreur ou l'incertitude absolue est obtenue en remplaçant  $dm$  par sa limite supérieure  $\Delta m$  (grandeur strictement positive) et en prenant la valeur absolue de son coefficient.

$$(6) \quad \Delta P = \left| \frac{\partial P}{\partial m} + \frac{\partial P}{\partial \sigma_0} \frac{\partial g}{\partial m} \right| \Delta m$$

avec

$$\begin{aligned} \frac{\partial P}{\partial m} &= V(\ln \sigma - \ln \sigma_0) \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \exp \left[ -V \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \\ \frac{\partial P}{\partial \sigma_0} &= -V \frac{m}{\sigma_0} \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \exp \left[ -V \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \\ g(m) &= \left( \frac{V}{N} \sum_{i=1}^N \sigma_i^m \right)^{1/m} \\ \frac{\partial g}{\partial m} &= \left[ \frac{-1}{m^2} \ln \left( \frac{V}{N} \sum_{i=1}^N \sigma_i^m \right) + \frac{1}{m} \frac{\sum_{i=1}^N \ln(\sigma_i) \sigma_i^m}{\sum_{i=1}^N \sigma_i^m} \right] \left( \frac{V}{N} \sum_{i=1}^N \sigma_i^m \right)^{1/m} \end{aligned}$$

L'incertitude absolue de la probabilité de rupture est donnée par la relation (7). L'incertitude relative est calculée par  $\frac{\Delta P}{P}$ .

$$(7) \quad \Delta P = \Delta m \left[ V \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \exp \left[ -V \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \left[ \ln(\sigma) - \frac{\sum_{i=1}^N \ln(\sigma_i) \sigma_i^m}{\sigma_0^m \frac{V}{N}} \right] \right]$$

*ANNEXE 9*

*LISTE DES PUBLICATIONS*

Ce travail a déjà donné lieu aux publications suivantes :

C. Rechiniac, N. Lissart, J. Lamon, P. Corne, "Determination of interfacial properties in ceramic matrix composites using microcomposites specimens", ECCM-5- Fifth European Conference on Composite Materials, (A.R. Bunsell and al. eds), 7-10 april 1992, Bordeaux (France).

N. Lissart, J. Lamon, "Analyse statistique multimodale de la rupture des fibres de Carbone de Silicium", Comptes rendus des huitièmes journées nationales sur les composites (O. Allix, J.P. favre, P. Ladevèze eds), 16-18 novembre 1992, Palaiseau (Amac, Paris, 1992) p5.

J. Lamon, N. Lissart, C. Rechiniac, D. H. Roach, J. M. Jouin, "Micromechanical and statistical approach to the behavior of CMC's", 17th Annual Conference on composites and advanced ceramics, The American Ceramic Society, January 10 - 15, 1993 Cocoa Beach, Florida (USA).

N. Lissart, J. Lamon, "Statistical analysis of SiC fiber failure in the presence of bimodal flaw populations", Eighth Cimtec (International context on modern materials technologies. 8th Edition : World Ceramics congress and forum on news materials, Florence 1994.

N. Lissart, J. Lamon, "Évaluation des caractéristiques de rupture de monofilaments à partir d'un essai de traction sur mèche", Comptes rendus des neuvièmes journées nationales sur les composites (O. Allix, J.P. favre, P. Ladevèze eds), 22-24 novembre 1994, Saint Etienne.

## RÉSUMÉ

Une approche statistique - probabiliste du comportement mécanique des composites SiC/SiC, fondée sur les phénomènes stochastiques à l'origine de la rupture des fibres et de la matrice, a été développée. L'analyse a été effectuée sur des minicomposites (fil brut sur lequel la matrice a été déposée) en raison de leur rôle prépondérant dans l'endommagement et la rupture de la structure composite.

Dans un premier temps on a évalué les valeurs des caractéristiques statistiques de la rupture des fibres et de la matrice à partir des essais de traction sur fibres unitaires, fils bruts et minicomposites en fonction de divers paramètres tels que les populations de défauts, les variations de diamètre des fibres, etc.

Puis l'analyse du comportement mécanique en traction des fils bruts constitués de fibres SiC, a mis en évidence un paramètre important, le pourcentage de ruptures préliminaires qui constitue le critère de rupture du fil brut.

Enfin, on a décrit la rupture des minicomposites en les assimilant à des fils bruts soumis à un champ de contraintes spécifique induit par la fissuration intense de la matrice. Ce modèle a permis de calculer de manière satisfaisante les courbes de comportement. Par ailleurs, il a permis d'anticiper l'influence des propriétés des fibres et de la matrice et aussi de leur dispersion statistique sur le comportement mécanique et la rupture des composites.

## MOTS CLES

Composite céramique/céramique, Weibull, fibres, modèles statistiques probabilistes.