

Déviation des fissures par une interface ou une interphase dans les composites et les multicouches Stéphane Pompidou

▶ To cite this version:

Stéphane Pompidou. Déviation des fissures par une interface ou une interphase dans les composites et les multicouches. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Bordeaux 1, 2003. Français. NNT : . tel-03621377

HAL Id: tel-03621377 https://hal.science/tel-03621377v1

Submitted on 28 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. N° d'ordre : 2694

THESE

PRESENTEE A

L'UNIVERSITE BORDEAUX 1

ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR

Par Stéphane POMPIDOU

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPECIALITE : Mécanique

Déviation des fissures par une interface ou une interphase dans les composites et les multicouches

Soutenue le 11 juillet 2003

Après avis de :MMD. Rouby, Professeur à l'INSA de LyonRapporteursF. Hild, Chargé de Recherche au CNRS, LMT-Cachan

Devant la Commission d'examen formée de :

MM D. Guitard, Professeur à l'Université Bordeaux 1
 J. Lamon, Directeur de Recherche au CNRS
 E. Martin, Professeur à l'Université Bordeaux 1
 M.Bourgeon, Ingénieur à Snecma Propulsion Solide

N° d'ordre : 2694

THESE

PRÉSENTÉE À

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1

ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR

Par M Stéphane POMPIDOU

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

Spécialité : Mécanique

Déviation des fissures par une interface ou une interphase dans les composites et les multicouches

Soutenue le 11 juillet 20	03		
Après avis de :	MM	D. ROUBY, Professeur à l'INSA de Lyon F. HILD, Chargé de Recherche au CNRS, LMT-Cachan	Rapporteurs
Devant la commission d'e	xame) formée de	
	MM	 D. GUITARD, Professeur à l'Université Bordeaux 1 J. LAMON, Directeur de Recherche au CNRS E. MARTIN, Professeur à l'Université Bordeaux 1 M. BOURGEON, Ingénieur à Snecma Propulsion Solide 	Président Examinateurs

Avant-propos

Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Composites Thermostructuraux, unité mixte de recherche CNRS, Snecma Propulsion Solide, CEA et Université Bordeaux 1.

Monsieur le Professeur Roger Naslain, Directeur du Laboratoire des Composites Thermostructuraux, et Monsieur le Professeur Alain Guette qui lui a succédé à ce poste, m'ont permis d'effectuer ce travail au sein du laboratoire. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je tiens à remercier Monsieur Daniel Guitard, Professeur à l'Université Bordeaux 1, pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant mon jury de thèse.

Monsieur Dominique Rouby, Professeur à l'INSA de Lyon, et Monsieur François Hild, Directeur de Recherche au Laboratoire de Mécanique et Technologie de Cachan, ont accepté de juger ce travail. Je tiens à leur adresser mes sincères remerciements.

Monsieur Jacques Lamon, Directeur de Recherche au CNRS, a bien voulu me guider dans mon travail de recherche. Je le remercie pour l'aide, le soutien et la confiance qu'il m'a accordés. Ses conseils et ses grandes qualités humaines m'ont permis de mener à bien ce travail.

Monsieur le Professeur Eric Martin a co-dirigé ce travail. Je le remercie pour ses précieux conseils, sa rigueur, ses compétences scientifiques et sa franchise. Qu'il trouve ici l'expression de toute ma considération.

Que Monsieur Michel Bourgeon, ingénieur à Snecma Propulsion Solide, trouve ici l'expression de ma gratitude pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse.

Je remercie toux ceux qui m'ont fait bénéficier de leur compétence techniques au LCTS :

Bruno Humez, assistant ingénieur, pour ses précieux conseils et l'aide qu'il m'a apportée pour la partie expérimentale,

Muriel Alrivie, technicienne au laboratoire, pour son aide concernant la préparation des échantillons,

Vincent Boutin et Vincent Raffin, techniciens au laboratoire, pour leur aide dans les différents travaux qui ont jalonné ce travail et pour leur amitié. Je remercie également Josette Forget, Florence Croizer, Cécile Dupouy et Christian Duhau, secrétaires au LCTS, pour leur aide, leur gentillesse et leur sympathie. Je remercie également Michel Saux et Christian Pourtau pour leur aide et leur constante disponibilité.

Je remercie enfin Franck Demaria, stagiaire de l'ENS Cachan, pour son aide précieuse et son amitié.

Au cours de la première année de thèse, une partie de ce travail a été effectuée au sein du Laboratoire de Génie Mécanique. Je tiens à remercier Monsieur le Professeur Michel Danis, directeur du LGM, de m'y avoir accueilli. Je remercie également Bernard, Corinne, Jean-Michel, Olivier, Philippe, Sylvie, Thierry et Véronique pour l'accueil qu'ils m'y ont toujours réservé depuis de nombreuses années.

Pendant trois ans, j'ai également pu enseigner les Mathématiques au sein du Département Mesures Physiques de l'IUT Bordeaux 1. Je remercie Monsieur Jacques Grislain, Directeur du Département, de m'y avoir accueilli. Je n'oublie évidemment pas Caroline Del Borrello et Eric Lacoste grâce à qui j'ai pu effectuer ces enseignements.

Merci enfin et surtout aux étudiants du Département Mesures Physiques.

« A y bien réfléchir, on peut diviser l'humanité en quatre grandes catégories qu'on a plus ou moins le temps d'aimer. Les amis. Les copains. Les relations. Les gens qu'on connaît pas.

Les amis (...) sont extrêmement rares et précieux. On peut faire du vélo avec eux sans parler pendant que le soir tombe négligemment sur les champs de blé, et on n'a même pas mal dans les jambes dans les côtes.

La caractéristique principale d'un ami est sa capacité à vous décevoir. Certes on peut légèrement être déçu par la gauche ou par les performances de l'AS Saint-Etienne, mais la déception profonde, la vraie, celle qui peut vous faire oublier le goût des grands saint-émilion, ne peut venir que d'un véritable ami. »¹

J'adresse donc ces remerciements à Sarah, FX et Vincent à qui j'« ai prouvé [mon amitié], puisque, une fois, au moins, je [les] ai déçu[s] moi-même »¹… Merci pour leur soutien, leur confiance et tout ce qu'ils m'ont apporté, tout au long de ce travail et depuis de longues années.

J'associe également à ces remerciements Pierre, le Nantais, qui malgré la distance a toujours été présent dans les périodes difficiles et les moments de doute. Merci pour sa confiance, son soutien et sa précieuse amitié. Merci aussi à Pierre, le Bordelais, de m'avoir soutenu et de s'être toujours montré attentif et patient.

¹ Pierre Desproges, L'humanité, Chroniques de la Haine Ordinaire, 10 mars 1986

Je remercie aussi les stagiaires croisés au LCTS pour tous les moments qu'on a partagés et les souvenirs qu'il nous reste. Je tiens à remercier tout particulièrement Ludovic, Luc et Fred.

Je remercie enfin Arthur, Christian, François, Georges, Hélène, Jérôme, Maggy, Matthieu, Nicolas, Seb', Sophie, Soizick, Stéphan et Stéphanie. Merci aussi à tous les membres du LCTS, permanents et thésards, que je ne peux tous citer ici mais que je n'oublierai pas.

Sommaire général

SOMMAIRE GENERAL

TERMINOLOGIE ET SYMBOLES UTILISES - LEXIQUE	
INTRODUCTION GENERALE	25
CHAPITRE 1	31
Rôles des interfaces et de l'interphase dans les composites à matrice céramique (CMC) Analyse de l'interaction fissure/interface	
1. Introduction	35
2. Comportement mécanique des CMC. Rôles des interfaces et de l'interphase	35
2.1. Les matériaux composites	35
2.2. Les composites à matrice céramique	36
2.2.1. Les céramiques monolithiques	36
2.2.2. Composites simples (type fibre/matrice)	36
2.3. Interfaces et interphases	39
2.3.1. Echelle macroscopique : influence de la liaison fibre/matrice sur le comportement mécanique	du matériau
2.3.2 Echelle locale : rôle des interfaces et des interphases	40
2.4. Conclusions : prévoir la déviation de fissure	
3. Analyse de l'interaction fissure/interface	46
3.1. Cadre de l'étude	46
3.1.1. Le matériau	46
3.1.2. Fissure initiale	48
3.2. Rappels et généralités	49
3.2.1. Modes de rupture	49
3.2.2. Paramètres de Dundurs	50
3.2.3. Théorie des singularités en élasticité et rappels sur les développements asymptotiques	51
3.2.4. Rappels de mécanique de la rupture	54
3.3. Analyse de la fissuration	56
3.4. Conditions et critères de déviation de fissure	57
3.4.1. Exemple d'approche énergétique : condition de He et Hutchinson et variantes	57
3.4.2. Exemple d'approche en contrainte : condition de Kaw et Pagano	67
3.4.3. Comparaison des approches en contrainte et en énergie	70
4. Autre mécanisme de déviation de fissure. Approche suivie	70

alyse de la propagation de fissures matricielles dans un microcomposite	
Introduction	77
Rappels et généralités	77
2.1. Calcul du taux de restitution d'énergie	
2.1.1. Méthodes asymptotiques	
2.1.2. Transformées intégrales	
2.1.3. Calcul par intégrale de surface	
2.1.4. Calcul par refermeture de la fissure	
2.2. Analyse du champ de contrainte	80
Développement du modèle éléments finis	80
3.1. Modélisation	80
3.1.1. Géométrie de la structure	80
3.1.2. Mécanisme	
3.1.3. Modèle géométrique : cellules élémentaires	
3.1.4. Modèle mécanique : conditions aux limites	
3.1.5. Modèle numérique : principe de l'utilisation des maillages	
3.2. Mise en œuvre du programme de création de maillage	
3.2.1. Intérêt d'un programme de création de maillage	83
3.2.2. Rôle du programme	83
3.2.3. Génération du modèle éléments finis	
3.3. Validation du modèle éléments finis	
3.3.1. Principe de la validation	
3.3.2. Cellule élémentaire constituée de deux matériaux identiques	
3.3.3. Cellule élémentaire bimatériau	
3.4. Courbes G	
Nucléation d'une fissure interfaciale. Analyse en contraintes	
4.1. Analyse du champ de contrainte interfaciale d'ouverture	
4.2. Amorçage de la décohésion interfaciale	102
4.2.1. Condition de type contrainte maximale	102
4.2.2. Condition de type moyenne de contraintes	103
4.2.3. Conclusions	105
Propagation de fissures. Analyse énergétique	
5.1. Rappel du mécanisme et notations	106
5.2. Propagation de la fissure matricielle	106
5.2.1. Notations	106
5.2.2. Amorçage de la propagation de la fissure matricielle	106
5.3. Amorçage de la décohésion interfaciale	107
5.4. Extension instable de la fissure interfaciale	108
5.5. Propagation des deux fissures : compétition	110
5.6. Coalescence des fissures	111
Conclusions	

CHAPITRE 3	115
Analyse du champ de contrainte au voisinage d'une interface Condition de décohésion et applications	
1. Introduction	120
2. Champ de contrainte à l'extrémité d'une fissure réelle dans un solide cristallin : triaxialité des contra	aintes induite 120
2.1. Fissure dans un solide cristallin	120
2.2. Fissure réelle dans un matériau homogène	121
2.2.1. Solution analytique (cas bidimensionnel) : matériau homogène	121
2.2.2. Calcul tridimensionnel par éléments finis de Dorlot et al. [86]	124
2.2.3. Conclusion	124
2.3. Fissure réelle dans un bimatériau	125
2.3.1. Modèle éléments finis développé sous CASTEM 2000	125
2.3.2. Validation	127
2.3.3. Sensibilité du maillage à la géométrie	128
3. Condition de décohésion et utilisation	128
3.1. Expression de la condition de décohésion	128
3.2. Domaine de validité des résultats	131
3.3. Représentation graphique de la condition de décohésion	131
3.4. Description de la courbe	131
3.5. Validation de la condition (matériau homogène isotrope)	133
3.6. Utilisation de la condition de décohésion	135
3.6.1. Les caractéristiques des matériaux sont connues	135
3.6.2. Méthodes inverses	135
3.6.3. Matériaux anisotropes lamellaires	137
4. Application de la condition de décohésion	138
4.1. Matériau homogène isotrope	138
4.2. Bimatériau homogène (constituants identiques)	141
4.3. Bimatériau : matériau composite sans interphase	142
4.3.1. Liaison fibre/matrice nulle	142
4.3.2. Comparaison de quelques composites classiques	142
4.3.3. Filament assimilé à un bimatériau	145
4.4. Interphases laminaires	147
4.4.1. Pyrocarbone	147
4.4.2. Nitrure de Bore	155
4.5. Matériau composite avec interphase	158
4.5.1. Composite SiC/PyC/SiC	158
4.5.2. Interphases séquencées à base de BN et BN(Si)	160
4.5.3. Déviations et rebranchements	164
4.6. Matrices séquencées	
4.6.1. Séquençage à base du ternaire Si-B-C	
4.6.2. Microcomposite SiC(SCS-6)/SiC assimilé à un multimatériau	
4.7. Autres materiaux	
4.7.1. G/resine	
4. / . Z. La nacre	

5. Application à l'optimisation du séquençage d'un matériau	
6. Discussion	174
6.1. Déviation de la fissure plus loin que ne le prévoit la condition	
6.2. Prise en compte des contraintes résiduelles d'origine thermique	175
6.3. Prise en compte de l'anisotropie des propriétés	175
7. Conclusions	175

CHAPITRE 4

177

Détermination expérimentale de ténacités et de résistances interfaciales	
1. Introduction	183
2. Choix des essais mécaniques	183
2.1. Solution analytique du taux de restitution d'énergie	183
2.2. Détermination de la contrainte interfaciale critique par calculs éléments finis	186
2.3. Conclusions	187
3. Eprouvettes	188
3.1. Dimensionnement des éprouvettes	188
3.2. Matériaux	191
3.2.1. Céramiques	191
3.2.2. Eprouvettes verre/verre	194
4. Dispositif d'essai	196
4.1. Références normatives	196
4.2. Eprouvettes	197
4.3. Description du montage	197
4.4. Acquisition	197
4.5. Mode opératoire des essais	199
4.6. Déformation du système	199
4.6.1. Principe	199
4.6.2. Détermination	200
4.7. Comparaison du déplacement des points d'application des forces à la flèche maximale	200
5. Campagne d'essais et analyse	201
5.1. Essais sur substrats vierges	201
5.2. Essais sur bimatériaux	202
5.2.1. Description de la courbe force/déplacement	202
5.2.2. Déduction du module d'Young du dépôt	203
5.2.3. Déduction de la ténacité interfaciale	207
5.2.4. Détermination de la résistance interfaciale	209
6. Conclusions	211

CONCLUSION GENERALE

ANNEXES	219
Annexe 1 - Modes d'élaboration des composites	223
A1.1 Enrobage en phase solide	223
A1.2 Impregnation en phase liquide	223
A1.3 Infiltration chimique en phase vapeur	223
Annexe 2 - États plans de déformations et de contraintes	224
A2.1 Etat plan de déformations	224
A2.2 Etat plan de contraintes	224
Annexe 3 - Modèle de rupture d'un solide cristallin	226
Annexe 4 - Caractéristiques des matériaux	229
A4.1 Propriétés de fibres	229
A4.2 Proprietes de materiaux d'interphase	229
A4.3 Propriétés de matrices	231
A4.4 Propriétés de constituants divers	231
Annexe 5 - Calcul analytique de la déformation maximale d'une poutre sollicitée en flexion 4 points	233

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Terminologie et symboles utilisés Lexique

Terminologie et symboles utilisés

Lemaitre et Chaboche [96] rappellent que "la modélisation est la gangrène des notations". Ainsi dans ce rapport, malgré le soin apporté à l'homogénéisation des notations, certains symboles désigneront malheureusement plusieurs quantités distinctes.

ABREVIATIONS

CMC	: composite à matrice céramique
cte	: constante
CVD	: dépôt chimique en phase vapeur (chemical vapour deposition)
CVI	: infiltration chimique en phase vapeur (chemical vapour infiltration)
EF	: éléments finis
MEB	: microscope/microscopie électronique à balayage
MET	: microscope/microscopie électronique à transmission
MET-HR	: microscope/microscopie électronique à transmission à haute résolution
РуС	: pyrocarbone
PyG	: pyrographite
SEA	: spectrométrie d'électrons Auger
USB	: unité structurale de base

ELEMENTS COMPOSES

Al ₂ O ₃	: alumine
B_2O_3	: trioxyde de bore
B ₄ C	: carbure de bore
BN	: nitrure de bore
SiC	: carbure de silicium
Si ₃ N ₄	: nitrure de silicium
SiO ₂	: silice
TiC	: carbure de titane
ZrO ₂	: zircone

FONCTIONS ET OPERATEURS MATHEMATIQUES

f	: fonction
3	: partie imaginaire
Max(x)	: maximum de x
Min(x)	: minimum de x
R	: partie réelle
\overline{x}	: valeur moyenne de x

PARAMETRES GEOMETRIQUES

a	: longueur de fissure
а	: longueur entre appui et charge concentrée
b	: largeur de l'éprouvette
С	: longueur entre les points d'application des forces
d	: demi-longueur de décohésion interfaciale
da	: incrément d'avancée de fissure
dS	: incrément de surface
е	: épaisseur
h	: hauteur
l	: ligament
l	: longueur entre appuis extérieurs
L	: longueur totale d'échantillon
L _c	: longueur caractéristique
h	: épaisseur de l'échantillon plan
R	: rayon
r	: rayon de courbure de l'éprouvette
S	: surface
V	: fraction volumique
z_0	: position de la fibre neutre
z_0	: point où la contrainte d'ouverture s'annule
ź	: ordonnée, longueur à définir
γ	: longueur à définir
ε	: longueur infinitésimale
ρ	: rayon de courbure en pointe de fissure

PARAMETRES MECANIQUES		
A	: facteur de forme	
Ε	: module d'Young	
\overline{E}	: module d'Young réduit	
f	: flèche	
G	: module de Coulomb (cf. μ)	
G	: taux de restitution d'énergie	
G^{c}	: ténacité (taux de restitution d'énergie critique)	
Ι	: moment quadratique de la section droite de la poutre	
k	: raideur en flexion	
k	: pseudo-facteur d'intensité de contrainte	
Κ	: facteur d'intensité de contrainte	
M	: moment fléchissant	
Р	: charge totale appliquée	
Т	: température	
α	: coefficient de dilatation thermique	
α, β	: paramètre de Dundurs	
Yij	: cf. ϵ_{ij}	
Δx	: variation de x	
ε	: déformation	
\mathcal{E}_{ii}	: déformation	
\mathcal{E}_{ij}	: cisaillement $(i \neq j)$	
μ	: module de cisaillement	
V	: coefficient de Poisson	
σ	: contrainte	
σ_{ii}	: contrainte normale	
σ_{ij}	: contrainte de cission $(i \neq j)$	
σ^c_i	: contrainte interfaciale critique, résistance interfaciale	
$ au_{ij}$: cf. σ_{ij}	

DIVERS

ξ	: paramètre adimensionnel
λ	: paramètre adimensionnel

INDICES HAUT ET BAS

Indice haut

С	: critique
(<i>k</i>)	: dans le k ^{ème} constituant
R	: à rupture
+	: coalescence
Ť	: borne (supérieure ou inférieure) de la résistance interfaciale

Indice bas

0	: initial	
1,, <i>j</i> , <i>n</i>	: numéro de l'étape	
1,, <i>k</i> , <i>n</i>	: numéro du matériau	
a	: appliqué	
С	: caractéristique	
С	: composite	
d	: déviation	
f	: fibre	
i	: interface	
i	: interphase	
I, II, III	: sollicitation en mode I, II, III	
т	: matrice	
р	: pénétration	
r, θ, z	: coordonnées en repère cylindrique	
<i>x</i> , <i>y</i> , <i>z</i>	: coordonnées en repère cartésien	

Lexique

- **Fibre :** élément constitutif d'un fil. Elle se caractérise par sa flexibilité, sa finesse et sa grande longueur. Elle peut être continue (filament) ou discontinue.
- Fil : faisceau de fibres. Les fils utilisés dans l'élaboration de composites SiC/SiC sont constitués de 500 fibres.
- **MEB :** microscope/microscopie électronique à balayage. Un flux d'électrons balaye l'échantillon et les électrons secondaires réfléchis par l'échantillon sont analysés. Le MEB permet des observations à un grossissement de l'ordre de 10⁵.
- **Mèche :** assemblage de quelques milliers de filaments, éventuellement maintenus par une légère torsion.
- MET : microscope/microscopie électronique à transmission. Des électrons plus énergétiques que dans le cas du MEB bombardent un échantillon et sont récupérés sous l'échantillon. L'épaisseur doit donc en être la plus petite possible (quelques dizaines de nanomètres maximum). Le MET permet des observations à un grossissement de l'ordre de 10⁶.
- **MET-HR :** microscope/microscopie électronique à transmission à haute résolution. L'image obtenue est la figure d'interférence entre un faisceau incident et du réseau (seconde source) orienté dans une position de Bragg particulière. Le MET-HR permet des observations à un grossissement de l'ordre de 10⁶.
- **Microcomposite :** composite modèle unidirectionnel constitué d'une fibre insérée dans une gaine de matrice, et éventuellement d'une interphase.
- **Minicomposite :** composite modèle unidirectionnel constitué d'une mèche de fibres noyée dans une matrice, et comportant éventuellement une interphase.

Introduction générale

Introduction générale

Différents secteurs de l'industrie (aéronautique, spatiale, défense, etc.) sont demandeurs de matériaux pouvant être soumis à des conditions extrêmes rencontrées au cœur de chambres de combustion, turbines à gaz, etc. Le développement des matériaux céramiques s'est imposé en raison de leur tenue à haute température, de leur faible densité et d'une résistance à l'oxydation excellente.

Toutefois, l'inconvénient majeur des céramiques monolithiques réside dans leur fragilité et leur manque de fiabilité, c'est à dire dans leur facilité à rompre de façon catastrophique et aléatoire. Pour pallier cette faiblesse, elles sont renforcées par des fibres. Celles-ci augmentent l'anisotropie du matériau et induisent un comportement à rupture plus complexe.

Par ailleurs, les fissures matricielles restent la principale cause de la pénétration de l'oxygène dans le matériau, risquant de provoquer une dégradation du renfort par oxydation à haute température. Une interphase entre les fibres et la matrice permet de dévier les fissures matricielles avant qu'elles n'atteignent les fibres, protégeant ainsi le renfort fibreux non seulement d'un risque de rupture fragile, mais aussi de l'oxydation.

Enfin, pour rendre encore plus difficile la propagation des fissures au sein des composites, des interphases et des matrices multicouches ont été développées. Le chemin de fissuration est ainsi augmenté, retardant l'arrivée de l'oxygène au voisinage du renfort. Par conséquent, les caractéristiques de chaque interface doivent être adaptées pour éviter au maximum la rupture du matériau.

L'objectif de ce travail est donc la détermination des facteurs qui contrôlent la déviation des fissures matricielles le long des interfaces ou dans les interphases au sein des composites. Il est en effet souhaitable de disposer d'un outil permettant de (i) prévoir le comportement d'un matériau en fonction des propriétés des constituants et des interfaces, et (ii) moduler le chemin de fissuration au cœur même du composite.

L'étude des mécanismes de déviation des fissures s'appuie (i) sur des considérations énergétiques et (ii) sur une analyse de la perturbation du champ des contraintes par la présence d'une fissure dans la matrice d'un microcomposite. Une approche expérimentale est ensuite proposée pour d'une part identifier et estimer les propriétés pertinentes des interfaces/interphases, mais également pour valider la condition de déviation de fissure établie grâce au modèle numérique.

Introduction générale

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique s'orientant sur deux axes. Le cadre dans lequel s'inscrit la recherche est d'abord détaillé. Dans une première partie les matériaux composites à matrice céramique et les évolutions notables qu'ils ont connues sont présentés. La structuration de plus en plus complexe de ces matériaux est engendrée par la recherche de performances jusqu'alors inégalées. Une analyse des mécanismes d'endommagement se produisant en particulier au niveau des interfaces est nécessaire pour prévoir les mécanismes de déviation de fissure. En ce sens, une seconde partie présente quelques conditions de déviations de fissures. Plusieurs exemples caractéristiques sont détaillés. Deux approches sont en effet généralement suivies, l'une s'appuyant sur des considérations énergétiques, l'autre sur une analyse du champ de contraintes. Un mécanisme fondé sur l'approche de Cook et Gordon [64] tentant de lier ces deux approches est enfin décrit.

Le deuxième chapitre porte sur l'analyse de la propagation des fissures au sein d'un microcomposite. La propagation des fissures dépend du taux de restitution d'énergie. Pour déterminer ce dernier, un calcul par éléments finis est mené. Afin de simplifier l'utilisation de l'outil numérique, un programme de création de maillage assurant une densité optimale à l'extrémité des fissures est mis au point. La répartition des éléments dans le maillage ainsi que l'incrément d'avancée de fissure nécessaire au calcul du taux de restitution d'énergie sont contrôlés automatiquement. Le modèle ayant été validé, il est appliqué à l'analyse de la propagation de fissures transverses dans un microcomposite sollicité en traction. Différentes configurations ont été examinées : fissure matricielle unique se propageant vers une interface, fissure se propageant dans la matrice vers une fissure interfaciale nucléée en amont, et enfin fissure déviée (coalescence des deux fissures en présence).

En parallèle, le modèle est adapté afin de simplifier l'analyse du champ de contraintes. Les contraintes d'ouverture engendrées par la présence de la fissure matricielle sont susceptibles de provoquer une décohésion avant que cette première fissure n'atteigne l'interface. Toutefois, l'échelle du microcomposite ne permet pas une analyse suffisamment fine et se révèle même insuffisante à la mise en œuvre de cette condition de décohésion.

La modélisation est donc effectuée ensuite à une échelle beaucoup plus fine (chapitre 3). Seule la configuration critique suivante est modélisée : une fissure atteint le très proche voisinage de l'interface. Le champ de contrainte d'ouverture le long de l'interface et dans la phase non encore fissurée sont comparés. Une condition de décohésion considérant la contrainte maximale a été proposée. Elle permet de prévoir la déviation des fissures matricielles. Elle est appliquée à de nombreux exemples de matériaux composites. Elle a permis soit d'estimer une limite de la résistance de la liaison interfaciale, soit de prévoir la déviation de fissures dans différentes combinaisons de fibres, de matrices ou d'interphases.

Enfin, le dernier chapitre (chapitre 4) présente la partie expérimentale. Un montage de flexion 4 points adapté aux bimatériaux modèles développés par Snecma Propulsion Solide est mis en œuvre.

Une campagne d'essais permet enfin de déduire la ténacité de l'interface entre les matériaux par le calcul de Charalambides *et al.* [89] ainsi que la résistance interfaciale par confrontation avec les calculs par éléments finis.

CHAPITRE 1

Rôles des interfaces et de l'interphase dans les composites à matrice céramique (CMC)

Analyse de l'interaction fissure/interface

CHAPITRE 1

Rôles des interfaces et de l'interphase dans les composites à matrice céramique (CMC)

Analyse de l'interaction fissure/interface

Résumé Les matériaux composites possèdent un ensemble de propriétés originales, supérieures à celles du renfort et de la matrice les constituant. Les composites à matrice céramique (CMC) se distinguent en outre par leurs propriétés mécaniques et thermomécaniques élevées, en particulier dans les conditions extrêmement sévères de température ou d'environnement.

Le renfort fibreux et la matrice imposent leurs propres caractéristiques mécaniques et thermiques à l'ensemble de la structure, mais la qualité de l'interface fibre/matrice joue également un rôle essentiel sur le comportement global du matériau. Pour protéger le renfort fibreux et dévier les fissures matricielles, cette liaison doit être optimisée. Dans ce but, une interphase est généralement insérée entre le renfort et la matrice.

Par la suite, interphases et matrices séquencées ont été développées pour dévier les fissures et rendre plus difficile leur propagation vers les fibres. La qualité de chaque phase et de chaque interface peut et doit donc être adaptée pour retarder au maximum la rupture du matériau.

Après avoir défini le cadre de l'étude, quelques rappels de mécanique sont effectués. L'analyse de l'interaction entre une fissure et une interface est illustrée ensuite au travers de critères couramment utilisés. Ces critères s'appuient soit sur une étude du champ de contrainte, soit sur une analyse énergétique.

Généralement, deux approches sont proposées pour modéliser le mécanisme de déviation d'une fissure le long d'une interface : soit la fissure matricielle atteint l'interface pour y être éventuellement déviée, soit une seconde fissure est nucléée à l'interface avant que la fissure principale ne l'atteigne ; la déviation résulte alors de la coalescence des deux fissures [Cook et Gordon 64]. Ce second mécanisme sur lequel s'appuie la présente étude, a déjà été observé sur plusieurs bimatériaux, mais il n'a pas encore été modélisé de façon pleinement satisfaisante. Cette modélisation nécessite une analyse en contraintes (nucléation de la fissure interfaciale) et en énergie (propagation des fissures).

Sommaire

1. Introduction	35
2. Comportement mécanique des CMC. Rôles des interfaces et de l'interphase	35
2.1. Les matériaux composites	35
2.2. Les composites à matrice céramique	36
2.2.1. Les céramiques monolithiques	36
2.2.2. Composites simples (type fibre/matrice)	36
2.3. Interfaces et interphases	39
2.3.1. Echelle macroscopique : influence de la liaison fibre/matrice sur le comportement mécanique du matériau	40
2.3.2. Echelle locale : rôle des interfaces et des interphases	43
2.4. Conclusions : prévoir la déviation de fissure	45
3. Analyse de l'interaction fissure/interface	46
3.1. Cadre de l'étude	46
3.1.1. Le matériau	46
3.1.2. Fissure initiale	48
3.2. Rappels et généralités	49
3.2.1. Modes de rupture	49
3.2.2. Paramètres de Dundurs	50
3.2.3. Théorie des singularités en élasticité et rappels sur les développements asymptotiques	51
3.2.4. Rappels de mécanique de la rupture	54
3.3. Analyse de la fissuration	56
3.4. Conditions et critères de déviation de fissure	57
3.4.1. Exemple d'approche énergétique : condition de He et Hutchinson et variantes	57
3.4.2. Exemple d'approche en contrainte : condition de Kaw et Pagano	67
3.4.3. Comparaison des approches en contrainte et en énergie	70
4. Autre mécanisme de déviation de fissure. Approche suivie	70

1. INTRODUCTION

L'emploi des métaux a longtemps prédominé dans les applications de l'industrie aéronautique et spatiale. Mais la recherche de performances jusqu'alors inégalées en terme de résistance structurale a rapidement imposé l'utilisation des céramiques dans ces secteurs industriels. Plus précisément, c'est l'emploi des composites à matrice céramique (CMC) qui cherche à être généralisé. Leur structure complexe supprime le caractère fragile propre aux céramiques massives et permet un *assouplissement* du matériau [Droillard 93].

Un premier paragraphe décrit les principales étapes de l'évolution des CMC. Elles ont été essentiellement motivées par l'amélioration du comportement mécanique du composite. Ainsi, sa résistance à la fissuration peut être augmentée par une liaison fibre/matrice bien adaptée. La déviation de la fissure retarde la rupture du matériau et supprime son caractère fragile.

L'introduction d'une interphase entre le renfort et la matrice permet également de contrôler la déviation de la fissure. Il a en outre été démontré que ce troisième constituant détermine les propriétés mécaniques du composite (résistance à la rupture, ténacité, ...), la résistance à l'oxydation, et par conséquent sa durée de vie.

Le développement des CMC nécessite donc la mise en œuvre d'un outil permettant de prévoir la déviation des fissures et les sites de déviation, en fonction des propriétés des constituants des composites. De nombreux travaux ont ainsi analysé l'interaction entre une fissure et une interface. Ceux qui nous semblent être les principaux sont détaillés.

Pour modéliser la déviation d'une fissure matricielle, deux approches sont généralement suivies : soit la fissure matricielle atteint l'interface pour y être éventuellement déviée, soit une seconde fissure est nucléée à l'interface avant que la fissure principale ne l'atteigne ; la déviation résulte alors de la coalescence des deux fissures [Cook et Gordon 64]. Ce mécanisme, sur lequel s'appuie la présente étude, est décrit dans un dernier paragraphe. Il a été observé sur plusieurs bimatériaux, mais il n'a pas encore été modélisé de façon pleinement satisfaisante.

2. COMPORTEMENT MECANIQUE DES CMC. ROLES DES INTERFACES ET DE L'INTERPHASE

2.1. Les matériaux composites

Un matériau composite est un solide polyphasé composé d'au moins deux constituants intimement liés. Les matériaux sont choisis de manière que leurs caractéristiques soient complémentaires. A l'échelle macroscopique, le composite possède un ensemble de propriétés originales, éventuellement supérieures à celles de chaque constituant. Par convention, la dénomination des composites indique d'abord le nom du renfort et se termine par celui de la matrice.

Puisqu'elles sont fonctions des propriétés de chaque constituant, les caractéristiques du matériau sont modulables. Les spécificités d'un composite sont liées [Naslain 85]

- (i) aux <u>propriétés globales</u> recherchées (mécaniques, magnétiques, optiques, ...). La présente étude se porte essentiellement sur la compréhension, voire l'optimisation de propriétés mécaniques.
- (ii) à la <u>nature des constituants</u> (organique, métallique, céramique, ...). Le choix des constituants dépend en grande partie de la température d'utilisation de la pièce composite.
- (iii) à la <u>morphologie du renfort</u> (sphères, particules, whiskers, fibres longues, ...). Elle induit le caractère isotrope ou anisotrope du matériau.
- (iv) à <u>l'architecture</u> des constituants (aléatoire, uni- ou multidirectionnelle, tissages, ...). Les composites structuraux sont formés d'un renfort à hautes caractéristiques mécaniques. Il sert d'armature à la pièce définitive et sa structure est développée en fonction de l'utilisation de la pièce. Il est imprégné par une matrice.

2.2. Les composites à matrice céramique

2.2.1. Les céramiques monolithiques

Les céramiques monolithiques présentent de nombreux avantages. Outre un coût avantageux, elles offrent avant tout une faible densité et une bonne tenue à la fatigue. Elles peuvent être utilisées à très haute température (> 1000°C) et se distinguent aussi par une importante réfractarité. Par ailleurs, leur dureté est importante. Enfin, elles présentent une bonne inertie chimique.

En revanche, elles pâtissent de leur grande fragilité et d'un manque de fiabilité. En d'autres termes, leur rupture est caractérisée par

- (i) l'absence de déformation permanente avant la rupture, contrairement aux métaux par exemple, qui présentent une plastification importante,
- (ii) le caractère brutal de la rupture (dès son initiation, la fissure se propage et s'accélère),
- (iii) la planéité de la surface de rupture (le qualificatif "plan" sous-entend perpendiculaire à la direction de contraintes principales),
- (iv) une forte dispersion des caractéristiques (contrainte de rupture, déformation à rupture)

[Naslain *et al.* 85]. En effet, les céramiques présentent de nombreux défauts dont la taille et la distribution sont aléatoires. Ceci induit une grande dispersion de la résistance à rupture. En outre, elles sont extrêmement sensibles aux défauts de fabrication ; elles le sont enfin également à l'effet d'entaille.

Pour pallier les faiblesses des céramiques massives, une première technique consiste à élaborer des céramiques à haut degré d'homogénéité. Pour les renforcer, elles peuvent être chargées de particules. Une seconde approche consiste à les renforcer par des fibres longues.

2.2.2. Composites simples (type fibre/matrice)

Concrètement, un renfort fibreux sert d'ossature à la pièce composite. Une matrice est

introduite pour lier les fibres¹. Elle assure en outre à terme la répartition des efforts et la protection du renfort.

A l'origine, les composites carbone/carbone (C/C) avaient ouvert la voie au développement des composites dits thermostructuraux, élaborés par infiltration chimique en phase gazeuse (CVI). Ils présentent avant tout des propriétés mécaniques et thermomécaniques élevées, en atmosphère neutre ou réductrice. Ils se sont aussi imposés par leur faible densité et aussi grâce à leurs remarquables caractéristiques de friction. Enfin, leur biocompatibilité se révélait intéressante dans le cadre d'applications médicales.

En revanche, leur sensibilité élevée à l'oxydation avait induit le développement de nouveaux composites. Les matrices suivantes ont été développées par CVI : carbure (SiC [Christin 79], TiC [Rossignol *et al.* 84], B₄C [Hannache *et al.* 85], ...), nitrure (BN [Hannache *et al.* 83], Si₃N₄ [Fitzer 78], ...), oxyde (Al₂O₃ [Colmet *et al.* 82], SiO₂, ...) ou vitrocéramique (ZrO₂ [Bender *et al.* 86, Minet *et al.* 91], ...).

Parallèlement, de nouvelles fibres apparaissent (de type carbure de silicium (SiC) ou alumine). La multiplication des combinaisons fibre/matrice permet d'étendre le champ d'applications des CMC, leurs propriétés étant modulables par le choix des constituants. Les CMC les plus avancés sont les SiC/SiC et C/SiC auxquels s'ajoutent les C/C. Ils ont tous présenté un développement industriel important (Sepcarb[®], Cerasep[®], ...). Quelques applications de composites thermostructuraux sont présentées au tableau 1.1.

L'intérêt majeur de ces matériaux est qu'ils présentent un comportement élastique non linéaire, alors que fibre et matrice ont tous deux un comportement fragile. Pour détailler les origines de ce comportement, considérons un matériau unidirectionnel. Les caractéristiques mécaniques de la fibre et de la matrice sont respectivement E_f et E_m (modules d'Young) et ε_f^R et ε_m^R (déformations à rupture). En supposant que chaque constituant a un comportement élastique fragile, la contrainte à rupture du constituant *j* (*j* = *f*, *m*) s'écrit :

$$\sigma_j^R = E_j \varepsilon_j^R \tag{1.1}$$

Plusieurs cas doivent être distingués :

- (i) La fibre est plus rigide que la matrice ($E_f > E_m$). Selon les déformations à rupture relatives de chaque constituant, deux comportements s'opposent (figure 1.1a et b) :
 - $\varepsilon_f^R < \varepsilon_m^R$: la rupture des fibres entraînera nécessairement celle du composite si la fraction volumique de fibre V_f est supérieure à la valeur V_f^{\max} déduite de la condition de rupture unique ou multiple des fibres (figure 1.2a) :

$$V_{f}^{\max} = \frac{E_{m}\left(\varepsilon_{m}^{R} - \varepsilon_{f}^{R}\right)}{E_{f}\varepsilon_{f}^{R} + E_{m}\left(\varepsilon_{m}^{R} - \varepsilon_{f}^{R}\right)}$$
(1.2)

¹ Les modes d'élaboration de la matrice sont rapidement décrits à l'ANNEXE 1

Domaines d'application	C/C	СМС
Aéronautique	Frein d'avion	Volets secondaires du moteur M88 du Rafale
(dont pièces de moteur)	Pistons	Volets secondaires du moteur F414 du GE
		sur F18 Hornet
		Diffuseur
		Anneau accroche-flamme
		Turbine
Aérospatial	Col de tuyère	Nez
	Divergent de tuyère	Bord d'attaque
	Boucliers thermiques (corps de rentrée,	Protection thermique
	navette spatiale)	Entrée d'air
Propulsion		Gouverne de jet (Prop. à poudre)
		Chambre de combustion (Prop. Liquide)
		Eléments de turbine (Prop. Liquide)
Nucléaire	Matériau de première paroi pour four de	Four de fusion nucléaire
	fusion nucléaire	
Energie		Systèmes de filtration à chaud
		Systèmes d'incinération
		Systèmes de récupération de chaleur
		Brûleurs
		Moteurs thermiques
Outillage	Soles de four (pour les fours de traitement	
	thermique)	
	Turbines	
	Eléments de fixation	
Automobiles,	Freins de voiture de Formule I	
	Freins de voiture de haut de gamme	
	Freins de poids lourd	
	Freins de train à grande vitesse	
Biomédical	Biomatériaux	

<u>tableau 1.1</u> : exemples d'applications des C/C et CMC dans différents domaines industriels (d'après Cavalier [98] et Broquère et al. [85])

• $\varepsilon_f^R > \varepsilon_m^R$: la rupture de la matrice ne provoquera pas celle du composite si V_f est supérieure à la valeur minimale V_f^{\min} déduite de la condition de rupture unique ou multiple de la matrice (figure 1.2b) :

$$V_{f}^{\min} = \frac{E_{m}\varepsilon_{m}^{R}}{E_{m}\varepsilon_{m}^{R} + E_{f}\left(\varepsilon_{f}^{R} - \varepsilon_{m}^{R}\right)}$$
(1.3)

(ii) Si la matrice est le constituant le plus rigide ($E_f < E_m$), la seule configuration couramment rencontrée est celle pour laquelle $\varepsilon_f^R > \varepsilon_m^R$.

Dans ce cas de figure, les matériaux sont appelés *composites inverses*. Les composites SiC/SiC et plus généralement les CMC en sont un parfait exemple. Sous une sollicitation mécanique, la matrice se fissure dès que la déformation imposée atteint la déformation à rupture de la matrice ($\varepsilon_c = \varepsilon_m^R$), ce qui ne conduit d'ailleurs pas à la rupture immédiate du composite (figure 1.1c). En effet, le renfort préserve l'intégrité du matériau. La rigidité du composite n'est pas augmentée, mais il présente un caractère non-fragile. Cependant la condition majeure à ce comportement reste la qualité de la liaison fibre/matrice.

En conclusion, les matériaux fragiles peuvent bénéficier d'un effet de renforcement par l'introduction d'un renfort, même fragile [Naslain 91, 94, 95]. Ce dernier induit dans le matériau [Donald et McMillan 76] :



- (i) une diminution de l'énergie potentielle relaxable localement grâce au confinement de la matrice dans le renfort. La rupture est alors retardée.
- (ii) une augmentation de la surface de rupture via une microfissuration matricielle.
- (iii) une dissipation d'énergie, due par exemple au frottement entre fibre et matrice lors du déchaussement des fibres (pull-out).

Les performances mécaniques des composites dépendent des caractéristiques de chaque constituant (fibre et matrice), mais également de leur liaison. Ce point sera largement détaillé dans le paragraphe suivant.

2.3. Interfaces et interphases

La liaison fibre/matrice joue à l'évidence un rôle prépondérant dans le comportement du

composite. Dans un premier temps, il est nécessaire d'introduire la notion d'*interface*. Ce terme désigne la frontière ou la zone de contact entre deux constituants. L'objectif de ce paragraphe est d'analyser son rôle dans le comportement global du matériau.

La liaison fibre/matrice peut être toutefois contrôlée simplement par l'introduction d'un troisième élément entre le renfort et la matrice : l'*interphase*. Là encore, le comportement mécanique, les propriétés thermiques et la résistance à l'oxydation du composite pourront être optimisés par un choix judicieux de ce constituant.

Le séquençage de l'interphase voire celui de la matrice ont enfin conduit à un *assouplissement* des CMC [Droillard 93]. Plusieurs exemples choisis dans la littérature illustrent les nombreux intérêts du développement des composites multicouches.

Deux échelles d'observation sont considérées pour (i) apprécier le rôle de l'interphase et des interfaces sur le comportement mécanique macroscopique du matériau et (ii) décrire les phénomènes se produisant à échelle locale en attirant l'attention sur les moyens de protection du renfort.

2.3.1. Echelle macroscopique :

influence de la liaison fibre/matrice sur le comportement mécanique du matériau

Dans un composite simple (type fibre/matrice), la liaison est de deux ordres :

- (i) couplage mécanique : la liaison mécanique est due
 - à la <u>rugosité</u> propre de la fibre et/ou de la matrice
 - aux <u>contraintes internes</u> dont l'origine est liée aux conditions d'élaboration. En effet, suite à l'élaboration du composite à haute température, des contraintes résiduelles sont engendrées. Ces contraintes résiduelles sont étroitement liées aux coefficients de dilatation thermiques respectifs *α* longitudinaux ou transversaux (*L* ou *T*) de la fibre ou de la matrice (*f* ou *m*) :
 - $\alpha_m^T > \alpha_f^T$: frettage de la fibre par la matrice
 - $\alpha_m^T < \alpha_f^T$: contrainte radiale de tension le long de l'interface
- (ii) <u>adhésion physico-chimique</u>: des réactions chimiques peuvent se produire le long de l'interface et conduire à la formation d'un troisième corps. L'adhésion physico-chimique peut être augmentée par une inter-diffusion des constituants d'origine, et l'interface renforcée jusqu'à induire une rupture fragile du matériau (figure 1.3). Ce phénomène est bien entendu généralisable à toutes les interfaces et non plus seulement à celle fibre/matrice.

Lorsque le composite est soumis à une sollicitation, l'interface assure le transfert des charges entre les deux constituants. Ce transfert de charge permet en outre d'étendre la microfissuration à tout le matériau [Naslain *et al.* 85].



figure 1.3 : faciès de rupture fragile d'un composite SiC/BN(Si)/SiC/BN_{cristallisé}/SiC dû à des liaisons interfaciales fortes [Le Gallet 01]

Lorsque le composite est soumis à une sollicitation, l'interface assure le transfert des charges entre les deux constituants. Ce transfert de charge permet en outre d'étendre la microfissuration à tout le matériau [Naslain *et al.* 85].

Par ailleurs, l'interface peut être le lieu de la déviation d'une fissure, préservant ainsi le matériau d'une rupture brutale. La *qualité de l'interface* tient donc un rôle important dans le comportement mécanique macroscopique du matériau. Deux grandes tendances peuvent ainsi être distinguées selon l'*intensité de la liaison*. Pour les illustrer, considérons un CMC unidirectionnel.

- (i) Si la liaison est trop forte, la fissure pénètre dans le renfort ; les fibres rompent. Le comportement du matériau est alors de type fragile (figure 1.4c).
- (ii) Si au contraire la liaison est très faible, la courbe contrainte/déformation présente un palier (figure 1.4a). Les fissures sont déviées le long de l'interface. Le renfort n'est pas endommagé. En raison de grandes longueurs de décohésion interfaciale, le transfert de charge n'est plus assuré et le renfort supporte toute la charge. La déformation à rupture du composite tend vers celle des fibres $(\varepsilon_c \rightarrow \varepsilon_f^R)$, mais sa contrainte à rupture reste faible $(\sigma_c^R < \sigma_f^R)$.

Il faut donc disposer d'une liaison fibre/matrice intermédiaire, c'est-à-dire à la fois suffisamment faible pour éviter un comportement fragile (la fissure matricielle doit être arrêtée et/ou déviée le long de l'interface), et forte de manière à conserver un transfert de charge entre fibre et matrice (figure





1.4b). Adapter la liaison permet donc de favoriser en même temps *résistance* et *ténacité* [Lamon 93, Droillard et Lamon 96]. L'interface joue le rôle d'un *fusible mécanique*. Le composite présente un comportement non-fragile, *i.e.* endommageable qui se traduit par un domaine non-linéaire sur la courbe contrainte/déformation.

Un moyen simple de contrôler l'intensité de la liaison est d'insérer une interphase entre le renfort et la matrice. Un choix judicieux du matériau d'interphase permet en outre aux fissures matricielles d'être déviées au cœur même de cette phase.

Pour améliorer la fonction de fusible mécanique et conserver les propriétés mécaniques du composite, l'interphase doit remplir différentes fonctions :

- (i) assurer le transfert de charge entre la fibre et la matrice.
- (ii) dévier les fissures matricielles, parallèlement à la direction des fibres.

Diefendorf et Boisvert [88] ont ainsi introduit une couche de carbone dans des SiC/SiC, supprimant le caractère fragile de ces composites. Le carbone agit comme une *barrière déviatrice des fissures*. Boisvert *et al.* [89] ont rapidement proposé de multiplier les zones de ruptures potentielles *i.e.* les interfaces, en multipliant le nombre de phases. Un séquençage C/SiC a ainsi été élaboré par imprégnation en phase liquide. Ceci a permis d'améliorer nettement la déformation à rupture et la résistance à la flexion. Ces travaux montrent en outre que très peu de carbone doit être introduit sous peine d'une rupture à faible niveau de charge. Par ailleurs, l'amélioration des performances mécaniques est essentiellement due à la première phase de carbone, *i.e.* le long la fibre.

Droillard a étudié le rôle de l'interphase multicouche microséquencée de composites 2D-SiC/(PyC/SiC)_n/SiC [Droillard et Lamon 96]. Elle a également analysé le rôle de déviateur du pyrocarbone, et souligné l'importance des premières couches de l'interphase. La tenue mécanique de l'ensemble est en effet conditionnée par cette adhésion. Ce comportement est illustré par les courbes expérimentales de la figure 1.5. Il a ensuite été modélisé par Lissart [97].

Les travaux de Heurtevent [96] se sont portés sur le développement d'une interphase nanoséquencée. Les épaisseurs des couches (PyC et SiC) varient de 3 à 50 nm seulement. Le pyrocarbone est discrétisé en plusieurs sous-couches. La liaison fibre/matrice du matériau (microcomposite) est renforcée ; le comportement en fatigue statique ou cyclique, sous air et à haute température est amélioré, et sa durée de vie nettement augmentée.

D'autres types de séquençages jouent davantage sur la force de liaison entre les couches. Si jusqu'alors des couches de natures différentes étaient superposées dans l'interphase, Carpenter et al. [92] ont développé des composites SiC/SiC dont l'interphase est constituée de 7 à 10 couches de SiC CVD faiblement liées. Ces interfaces faibles sont alors le siège des déviations de fissures. Enfin, Clegg *et al.* [97] ont étudié des interphases de type alumine poreuse. La déviation des fissures en flexion n'est observée que pour un taux de porosité minimum.



<u>figure 1.5</u> : courbes contrainte-déformation de composites 2D SiC/SiC à interphase de carbone (0.5 μm) renforcées par des fibres Nicalon (NLM 202) traitées (1) ou non (2). Mécanismes de déviation associés (d'après Droillard et Lamon [96])

Le séquençage consiste à multiplier le nombre de phases et donc d'interfaces autour du renfort. Si jusqu'alors il se limitait à une subdivision de l'interphase, il a rapidement été étendu à l'ensemble de la matrice. Ce concept a été introduit en premier lieu par Héraud *et al.* [89]. La matrice des composites SiC/SiC ainsi développés contenait de fines couches de pyrocarbone ou de nitrure de bore. Ceci avait pour effet de retarder l'amorçage de la rupture, augmenter l'énergie de rupture et diminuer la sensibilité du composite à l'effet d'entaille.

En résumé, un assouplissement des CMC par séquençage est recherché (*i.e.* il convient de donner au matériau un caractère non-fragile). L'interphase ou la matrice séquencée permettent d'optimiser les performances mécaniques

- (i) en contrôlant l'endommagement des composites à matrice fragile en assurant une multifissuration de la matrice,
- (ii) en déviant les fissures parallèlement aux fibres et donc en évitant une rupture brutale,
- (iii) en limitant le nombre et la taille des fissures déviées.

2.3.2. Echelle locale : rôle des interfaces et des interphases

L'intérêt du séquençage de l'interphase ou de la matrice sur le comportement mécanique des CMC a été démontré au paragraphe précédent. Mais pour compléter cette analyse, il est essentiel d'appréhender les mécanismes de fissuration à échelle locale et d'analyser le rôle du séquençage et des interactions entre les différentes phases.

A échelle locale, l'interface doit d'une part assurer le *transfert de charge* entre la fibre et la matrice, et d'autre part être le siège de *dissipation d'énergie* par

- (i) décohésion fibre/matrice qui permet d'augmenter le travail à rupture,
- (ii) glissement de la fibre avec frottement,
- (iii) rupture des fibres,
- (iv) extraction des fibres.

Toutefois, même si la rupture du matériau est évitée dans un premier temps par une déviation de la fissure matricielle le long de l'interface fibre/matrice, le renfort n'est pas protégé contre l'oxydation et peut être endommagé par une fissuration sous-critique.

A l'origine, Veltri et Galasso [84a et b] ont développé des dépôts multicouches de PyC, SiC et Si_3N_4 qui apportent au C/C une bonne résistance à l'oxydation, pour des températures pouvant être supérieures à 1370 °C. Sur les composites 2D-SiC/(PyC/SiC)_n/SiC étudiés, Pasquier [97] a montré l'intérêt de discrétiser le pyrocarbone de l'interphase en plusieurs couches : les séquences de SiC protègent les couches de pyrocarbone sous-jacentes de l'oxygène.

Le pyrocarbone et le nitrure de bore se sont imposés par leur capacité à dévier les fissures en raison de leur structure lamellaire [Bertrand 98, Heurtevent 98]. Et si les caractéristiques mécaniques d'un composite contenant une interphase borée sont parfois moins intéressantes qu'avec du PyC [Héraud *et al.* 89], le BN assure une bonne protection du renfort vis-à-vis l'oxydation [Rebillat *et al.* 98].

Des matrices séquencées dites *auto-cicatrisantes* sont également apparues pour protéger le renfort de l'oxydation. Elles sont constituées de SiC et SiBC [Goujard *et al.* 90, 95]. Ce concept a rapidement été étendu par Lamouroux *et al.* [95] à l'élaboration de C/(BC/B₄C/BC/SiC)_n. Les constituants de la matrice forment un verre (B_2O_3) sous air et en température. Il obstrue les fissures matricielles, protégeant le renfort de l'oxydation. De nombreuses autres études portent sur ces séquençages à composition variable dans le système Si-B-C [Carrère 96, Vandenbulcke et Goujard 96].

Outre la résistance à l'oxydation, le séquençage permet également d'améliorer les propriétés thermiques de certains composites. Sasaki *et al.* [89] ont développé des matériaux résistants aux chocs thermiques grâce à un *gradient de fonction* C/SiC. Cela consiste en une évolution progressive de la nature des dépôts CVD (SiC, SiC/C, C/SiC, C). Ce principe a été utilisé par Jacques [95]. L'interphase multicouche mise en œuvre au sein de SiC/SiC était constituée de pyrocarbone dopé au bore (C(B)) dont le taux en bore évoluait de couche en couche.

L'insertion d'une interphase se traduit évidemment par l'apparition d'au moins une nouvelle interface dont le rôle peut être prépondérant sur le comportement global du matériau (cf. figures 1.4a à c). Cette analyse est développée par Droillard et Lamon [96]. Leur étude compare le comportement de composites SiC/PyC/SiC et SiC/(PyC/SiC)_n/SiC, dont les fibres ont subi ou pas un traitement

thermique. Ce traitement modifie la surface des fibres ; il influe en premier lieu sur la force de la liaison fibre/matrice et conditionne par conséquent les mécanismes de déviation de fissure au niveau de l'interphase et des interfaces. En résumé :

- <u>fibres non-traitées</u>: liaison fibre/matrice faible. Le mode de rupture est *adhésif* (figures 1.6a et b). Les fissures sont déviées à l'interface fibre/interphase.
- <u>fibres traitées</u> : liaison fibre/matrice forte. Le mode de rupture est *cohésif* (figures 1.6c et d). Les fissures sont déviées dans les couches de pyrocarbone.

Cette étude souligne donc l'importance capitale de la première interface, *i.e.* de l'accrochage de la première couche de l'interphase sur la fibre. L'intérêt de l'interphase est assuré si la liaison fibre/interphase est forte.



2.4. Conclusions : prévoir la déviation de fissure

Le comportement mécanique du composite dépend fortement des interfaces et des interphases. En effet, pour conférer au CMC un caractère endommageable, il faut provoquer la déviation des fissures

- (i) <u>à l'échelle microscopique</u> : en multipliant les interfaces par le développement d'interphases et matrices séquencées ou par l'utilisation d'interphase poreuse (Al₂O₃, ZrO₂)
- (ii) <u>à l'échelle nanométrique</u> : entre des plans atomiques de matériaux à structure lamellaire (pyrocarbone, nitrure de bore, ...)

En plus d'assurer au composite un comportement mécanique satisfaisant, l'interphase doit enfin remplir différentes fonctions [Heurtevent 96] :

(i) limiter les surcontraintes locales dues aux contraintes résiduelles d'origine thermique,
- (ii) avoir un coefficient de dilatation thermique proche de celui des constituants,
- (iii) dissiper l'énergie libérée lors de la propagation de la fissure matricielle,
- (iv) jouer le rôle de *barrière de diffusion* dans le cas d'une réaction possible entre fibre et matrice à haute température,
- (v) être compatible chimiquement, avec les fibres et la matrice, à haute température.

Par ailleurs, le séquençage de l'interphase ou de la matrice permet une protection contre l'oxydation grâce à la multifissuration de la matrice et la déviation des fissures, allongeant le chemin vers les fibres.

Toutefois, les conditions de fissuration et les mécanismes mis en jeu lors de la déviation des fissures matricielles sont encore mal connus. Il est donc essentiel de décrire ces mécanismes pour pouvoir, à terme, anticiper la rupture du matériau et prévoir les lieux de déviation des fissures, en fonction des constituants du composite. L'établissement d'une condition permettant de prévoir la déviation d'une fissure s'impose donc naturellement.

3. ANALYSE DE L'INTERACTION FISSURE/INTERFACE

Bien que certains efforts aient été accomplis pour décrire l'interaction entre une fissure et une interface, les critères de déviation en fonction des propriétés mécaniques de l'interphase, d'une part, et de celles du couple fibre/matrice, d'autre part, n'ont pas encore été parfaitement établis. Dans un premier temps, le cadre de l'étude est précisé. Les conventions de notations sont détaillées et quelques notions de mécaniques essentielles à la compréhension du travail sont exposées. L'analyse de l'interaction entre une fissure et une interface ayant conduit à de nombreuses études, les grands axes de ces travaux seront présentés en insistant sur la comparaison entre méthodes énergétiques et en contraintes.

3.1. Cadre de l'étude

Dans un premier temps, il est indispensable de préciser les conventions de notation et les hypothèses de l'étude.

3.1.1. Le matériau

3.1.1.1. Matériau homogène

Le matériau est homogène, isotrope, élastique fragile. Ses caractéristiques mécaniques sont le module d'Young *E*, le coefficient de Poisson ν , et le module de cisaillement (ou module de Coulomb) noté μ pour éviter toute confusion avec le taux de restitution d'énergie. μ est lié aux caractéristiques

élastiques E et v par la relation :

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \tag{1.4}$$

La ténacité est notée G^c.

3.1.1.2. Multi-matériau

Pour les distinguer, les différentes phases sont numérotées et indicées *j* (*j* = 1, ..., *k*, ..., *n*). Si le matériau est fissuré, la pointe de la fissure initiale est située dans le $k^{\text{ème}}$ constituant, et se propage de phase en phase dans la direction $k \rightarrow k-1 \rightarrow ... \rightarrow 1$ (figure 1.7).



figure 1.7 : direction de propagation d'une fissure au voisinage de l'interface des constituants k-1 et k

Dans le cas d'une géométrie simple, les numéros des constituants seront généralement remplacés par les indices f, i, m, respectivement associés à la fibre (j = 1), l'interphase (j = 2) et la matrice (j = 3) ; là encore, la matrice est initialement fissurée.

Chaque matériau est homogène, isotrope, élastique fragile. Ses caractéristiques mécaniques sont le module d'Young E_j , le coefficient de Poisson v_j , et le module de cisaillement μ_j . Sa ténacité sera notée G_j^c . Puisque plusieurs matériaux sont en présence, il faut également caractériser l'interface entre les deux matériaux consécutifs k-1 et k. La résistance et la ténacité sont respectivement notées σ_i^c et G_i^c . L'indice i désigne ici l'interface, et non l'interphase. Il pourra éventuellement être remplacé par un indice de la forme k-1/k s'il réside une ambiguïté dans la notation.

<u>Remarque</u>: dans le cas particulier d'un bimatériau dont les caractéristiques de part et d'autre de l'interface sont identiques, on suppose toujours la présence de l'interface, qui conserve évidemment ses caractéristiques σ_i^c et G_i^c .

La liaison entre deux matériaux consécutifs et donc les conditions de transmission sont, sauf indication contraire, supposées parfaites. Soit donc le repère polaire local (r, θ) défini dans le repère cartésien global (x,y) (figure 1.8). Les champs de déplacement et de contrainte sont respectivement notés u_i ($i = r, \theta$) et σ_{ij} ($i, j = r, \theta$).



 $\frac{figure \ 1.8}{exprimé \ dans \ le \ repère \ global \ (x,y) \ et \ local \ (r,\theta) }$

En notant

$$\xi(r,\alpha^{-}) = \lim_{\substack{\theta \to \alpha \\ \theta < \alpha}} \xi(r,\theta)$$
$$\xi(r,\alpha^{+}) = \lim_{\substack{\theta \to \alpha \\ \theta > \alpha}} \xi(r,\theta)$$

et

la continuité des déplacements et des contraintes le long de l'interface s'écrit comme suit :

$$u_r\left(r,\pm\frac{\pi}{2}\right) = u_r\left(r,\pm\frac{\pi}{2}\right)$$
(1.5a)

$$u_{\theta}\left(r,\pm\frac{\pi^{-}}{2}\right) = u_{\theta}\left(r,\pm\frac{\pi^{+}}{2}\right)$$
(1.5b)

$$\sigma_{\theta\theta}\left(r,\pm\frac{\pi^{-}}{2}\right) = \sigma_{\theta\theta}\left(r,\pm\frac{\pi^{+}}{2}\right)$$
(1.6a)

$$\sigma_{r\theta}\left(r,\pm\frac{\pi^{-}}{2}\right) = \sigma_{r\theta}\left(r,\pm\frac{\pi^{+}}{2}\right)$$
(1.6b)

3.1.2. Fissure initiale

Le matériau est initialement fissuré². La longueur initiale de la fissure est notée a_0 ; a représente

² Il est important de bien différencier *fissure* et *entaille*, les deux termes étant parfois confondus. Une *entaille* est créée mécaniquement. Elle est caractérisée par l'important rayon de courbure ρ de sa pointe. Au cours de l'essai, une *fissure* est nucléée à ce niveau et c'est elle qui est enfin représentée dans la partie modélisation. Sa pointe a un rayon de courbure extrêmement petit. Une nuance peut alors être apportée selon l'échelle d'observation. A l'échelle du matériau, la fissure est qualifiée d'*idéale* : son rayon de courbure est supposé nul. A une échelle plus fine, au niveau de sa pointe par exemple, la fissure *réelle* a un rayon de courbure non nul (de l'ordre d'une distance interatomique). Ce point sera détaillé lors de la modélisation du matériau (cf. Chapitres 2 et 3)

sa longueur après extension, éventuellement indicée *j* pour spécifier un numéro d'étape dans l'analyse $(a_0 < a_1 < ... < a_n)$. On pourra également être amené à considérer la longueur fissurée dans la phase *k* seulement ; elle sera alors notée $a^{(k)}$. Le ligament représente la distance entre la pointe de la fissure et l'interface suivante dans la direction de propagation (figure 1.9). Si e_k est l'épaisseur de la phase dans laquelle se situe la pointe de la fissure, le ligament mesurera donc

$$l = e_k - a^{(k)}$$



<u>figure 1.9</u> : longueur d'une fissure dont la pointe est située dans le k^{eme} constituant et longueur de ligament

Dans le repère local défini précédemment (figure 1.8), les conditions aux limites le long de la fissure s'expriment par

$$\sigma_{\theta\theta}(r,\pm\pi) = 0 \tag{1.7a}$$

$$\sigma_{r\theta}(r,\pm\pi) = 0 \tag{1.7b}$$

Le ligament, distance de la pointe de la fissure (de longueur *a*) à l'interface, est noté *l* :

$$l = (e_d - a)$$
 géométrie plane (1.8)

$$l = (R_m - R_f) - a$$
 géométrie axisymétrique (1.9)

3.2. Rappels et généralités

Quelques rappels sur les états plans de déformations et de contraintes pouvant être nécessaires à la compréhension de ce chapitre sont effectués à l'annexe 2.

<u>NB</u>: par soucis de simplification des notations et pour éviter toute ambiguïté avec d'autres paramètres, les contraintes de cission τ_{ij} ($i \neq j$) seront simplement notées σ_{ij} . Il en sera fait de même avec les cisaillement γ_{ij} ($i \neq j$) = $2\varepsilon_{ij}$.

3.2.1. Modes de rupture

La propagation d'un défaut (schématisé par une entaille à la figure 1.10) peut être provoquée

par trois modes de chargement [Labbens 80] :

- (i) un mode de chargement plan par ouverture (Mode I)
- (ii) un mode de chargement plan par glissement (Mode II)
- (iii) un mode de chargement anti-plan ou déchirure (Mode III)



<u>figure 1.10</u> : modes de rupture d'une fissure. Les flèches indiquent les déplacements des faces de la fissure. (d'après Labbens [80])

Pour chaque mode, l'évaluation de l'état de chargement en fond de fissure fait appel à la définition d'un facteur d'intensité de contrainte.

3.2.2. Paramètres de Dundurs

Soit un bimatériau plan formé de deux constituants élastiques isotropes parfaitement liés. Les conditions de transmission à l'interface sont supposées parfaites. Lorsque le matériau est soumis à un effort de traction, le champ de contrainte s'exprime généralement grâce à trois paramètres directement liés aux constantes élastiques. Ce sont par exemple les coefficients de Poisson de chaque phase et le rapport des modules de cisaillement. Dundurs [69] parvient cependant à décrire ce champ de contrainte dans le bimatériau grâce à deux paramètres adimensionnels seulement, notés α et β , et définis comme suit :

$$\begin{cases} \alpha = \frac{\Gamma(\kappa_2 + 1) - (\kappa_1 + 1)}{\Gamma(\kappa_2 + 1) + (\kappa_1 + 1)} \\ \beta = \frac{\Gamma(\kappa_2 - 1) - (\kappa_1 - 1)}{\Gamma(\kappa_2 + 1) + (\kappa_1 + 1)} \end{cases} \text{ avec } \Gamma = \frac{\mu_1}{\mu_2} \end{cases}$$
(1.10)

κ, coefficient caractéristique de l'état dans le matériau j, s'exprime par :

$$\kappa_i = 3 - 4\nu_i$$
 en déformations planes (1.11a)

$$\kappa_j = \frac{3 - \nu_j}{1 + \nu_j}$$
 en contraintes planes (1.11b)

L'état de déformation étant supposé plan (cf. annexe 2), α et β s'expriment par :

$$\begin{cases} \alpha = \frac{\mu_{1}(1-\nu_{2}) - \mu_{2}(1-\nu_{1})}{\mu_{1}(1-\nu_{2}) + \mu_{2}(1-\nu_{1})} \\ \beta = \frac{1}{2} \frac{\mu_{1}(1-2\nu_{2}) - \mu_{2}(1-2\nu_{1})}{\mu_{1}(1-\nu_{2}) + \mu_{2}(1-\nu_{1})} \end{cases}$$
(1.12)

Le premier paramètre est souvent noté $\alpha = \frac{\overline{E}_1 - \overline{E}_2}{\overline{E}_1 + \overline{E}_2}$ où \overline{E} , module d'Young réduit, s'exprime

par

$$\overline{E}_{j} = \frac{E_{j}}{1 - v_{j}^{2}}$$
(1.13)

Chaque couple (α , β) relatif aux quatre constantes d'élasticité (μ_1 , μ_2 , ν_1 , ν_2 ,) est contenu dans le parallélogramme défini à la figure 1.11 [Suga *et al.* 88]. D'une manière générale, ces paramètres expriment le contraste entre les caractéristiques élastiques des deux matériaux.

<u>Remarque</u> : l'inversion des indices 1 et 2 induit que α et β changent de signe tout en conservant leur valeur absolue.



<u>figure 1.11</u> : valeurs admissibles des paramètres de Dundurs (d'après Suga et al. [88])

3.2.3. Théorie des singularités en élasticité et rappels sur les développements asymptotiques

Le problème de l'élasticité admet des solutions régulières de carré intégrable (comme le sont leur dérivées au premier ordre). Toutefois en certains points, le gradient de ces solutions devient infini – tout en restant de carré intégrable. Les solutions sont alors dites *singulières* [Lacroix 01].

Les équations de l'élasticité impliquent ainsi que le champ de contrainte devient infini. Ceci traduit en fait les limites du modèle élastique qui n'intègre pas les mécanismes d'endommagement, de plasticité, ... Des informations reprises par la mécanique de la rupture fragile (en termes d'énergie et de concentration de contraintes) peuvent cependant être déduites.

<u>Remarque</u> : on suppose à présent que le chargement appliqué est en mode I.

3.2.3.1. Fissure dans un matériau homogène. Facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure

La définition du facteur d'intensité de contrainte se fera dans le cadre de l'élasticité linéaire bidimensionnelle. Soit une pièce (de forme quelconque) fissurée et soumise à un chargement. Un agrandissement au voisinage de l'extrémité de la fissure est effectué (figure 1.12). Un repère cartésien local est affecté à la pointe O (figure 1.13) ; l'un des axes est le prolongement de la fissure, et le second lui est orthogonal.



figure 1.12 : structure fissurée soumise à un chargement quelconque. Observation de la pointe de fissure

figure 1.13 : repère local en pointe de fissure

Le vecteur de déplacement $\underline{U}(x_1, x_2)$ au voisinage de la pointe de la fissure doit satisfaire à l'équilibre le système d'équations :

$$\begin{aligned} & -\frac{\partial \sigma_{ij}(\underline{U})}{\partial x_j} = 0 & \text{équilibre} \\ & \sigma_{ij}(\underline{U}) = a_{ijkl} \varepsilon_{kl}(\underline{U}) & \text{contrainte-déformation} \\ & \varepsilon_{kl}(\underline{U}) = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial U_k}{\partial x_l} + \frac{\partial U_l}{\partial x_k} \right) & \text{déformation} \\ & + \sigma_{ij}(\underline{U}) \cdot \underline{n}_j = 0 \text{ sur les bords de la fissure condition de Neumann} \\ & + \text{ conditions aux bords} \end{aligned}$$

où a_{ijkl} est le tenseur d'élasticité.

Des coordonnées polaires peuvent alors se déduire du repère cartésien local :

$$\begin{cases} x_1 = r\cos\theta \\ x_2 = r\sin\theta \end{cases}$$

Pour simplifier les notations, les champs de déplacement en coordonnées cartésiennes *et* polaires seront tous deux désignés par \underline{U} .

La forme asymptotique du déplacement au voisinage de la pointe de la fissure s'exprime par un développement en puissance de *r* :

$$\underline{U}_{\lambda} = r^{\lambda} \underline{u}_{\lambda} \left(\theta \right) \tag{1.15}$$

Le système d'équation admet dans le cas d'un matériau homogène une infinité de solutions :

$$\lambda = \frac{2n+1}{2} \qquad (n = 0, 1, 2, ...) \tag{1.16}$$

Par conséquent la plus petite solution, qui contrôle donc le champ de contrainte en pointe de fissure, est $\lambda_{min} = 1/2$, partie principale du développement. Le champ de contrainte local est de l'ordre $\sigma \sim r^{\lambda-1} = r^{-1/2}$. Les contraintes sont infinies en fond de fissure, résultat classique de la mécanique de la rupture, avec :

$$\begin{cases} U_i = \frac{k}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} g_i(\theta) + \dots \\ \sigma_{ij} = \frac{k}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) + \dots \end{cases}$$
(1.17)

Williams [59] montre ainsi que les champs locaux de contraintes et de déformation au voisinage de r = 0 ont toujours la même forme, quels que soient les géométries de la pièce et de la fissure, et le chargement. Ces paramètres sont en fait regroupés dans le facteur d'intensité de contrainte k.

3.2.3.2. Fissure située à l'interface d'un bimatériau. Singularité de cette fissure

Soit à présent un bimatériau fissuré. Une fissure semi-infinie chargée symétriquement est placée dans le matériau 2 par convention (cf. § 3.1.1.2). Elle atteint l'interface à angle droit (figure 1.14).



<u>figure 1.14</u> : fissure stationnaire ayant atteint l'interface à angle droit et y étant stationnaire

La théorie des singularités permet de montrer que le champ de déplacement s'exprime en coordonnées polaires par

$$U(r,\theta) = kr^{\lambda}u(\theta) \tag{1.18}$$

où *k* est assimilable à un pseudo-facteur d'intensité de contrainte et $u(\theta)$ le mode associé à la singularité en déplacement λ . λ est à présent fonction des propriétés élastiques des matériaux de part et d'autre de l'interface (E_1 , E_2 , v_1 , v_2) et est différente de la valeur 1/2 obtenue dans le cas d'une fissure située dans un matériau homogène. Trois cas de figures peuvent d'ores et déjà se déduire

selon que λ est inférieur, égal ou supérieur à 1/2. Cette distinction sera développée ultérieurement (cf. § 3.4.1.2).

En pointe de fissure, le champ de contrainte s'exprime par

$$\sigma_{vv}(x,0) = k_I (2\pi x)^{-\lambda_s}$$
(1.19)

où k_i est un facteur proportionnel à la charge appliquée. λ_s est l'exposant de la singularité en contraintes que Zak et Williams [63] évaluent grâce à la relation (1.20).

$$\cos\left(\lambda_{s}\pi\right) = 2\left(\frac{\beta-\alpha}{1+\beta}\right)\left(1-\lambda_{s}\right)^{2} + \frac{\alpha+\beta^{2}}{1-\beta^{2}} \qquad (0 \le \lambda_{s} < 1) \qquad (1.20)$$

 λ_s est lié à λ par la relation (figure 1.15) :

$$\lambda = 1 - \lambda_s \tag{1.21}$$



figure 1.15: exposant de la singularité en déplacement λ (en rouge) en fonction de α (β = 0)comparé à l'exposant de la singularité en contrainte λ_s (en bleu)

3.2.4. Rappels de mécanique de la rupture

3.2.4.1. Facteur d'intensité de contrainte

Irwin [56] exprime les contraintes au voisinage de l'extrémité d'une fissure par une relation du

type

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{\sqrt{r}} f_{ij}(\theta)$$
(1.22)

où *K* est appelé facteur d'intensité de contrainte. Suivant le mode I (le plus apte à propager une fissure), ce coefficient devient K_I et s'exprime par

$$K_I = \alpha P \sqrt{a} \tag{1.23}$$

où a est la longueur de fissure et α le coefficient qui caractérise la géométrie et la position de la

fissure, la taille et la forme de l'échantillon, ainsi que la manière dont le chargement extérieur *P* est appliqué. Si K_I atteint une valeur critique K_I^c , la fissure se propage de façon catastrophique. K_I^c est l'une des expressions de la ténacité.

3.2.4.2. Taux de restitution d'énergie

Griffith [20] propose une théorie fondée sur la compétition entre l'énergie élastique restituée lors de l'avancée d'une fissure au sein de ce matériau et l'énergie dissipée sous forme de création de nouvelles surfaces.

En notant *W* l'énergie potentielle stockée dans la structure et δA l'incrément de surface correspondant à l'extension de la fissure, le taux de restitution d'énergie élastique s'exprime par

$$G = -\frac{\delta W}{\delta A} \tag{1.24}$$

Griffith [20, 24] énonce alors qu'une fissure peut se propager quand la quantité d'énergie potentielle relaxée au cours d'un incrément d'avancée da est supérieure ou égale à la quantité d'énergie dissipée au cours de cette propagation :

$$G \ge G^c \tag{1.25}$$

G^c est la valeur critique du taux de restitution d'énergie. C'est également l'une des expressions de la ténacité du matériau.

<u>Remarque</u> : Irwin [48] et Orowan [50] étendent cette approche énergétique à toute dissipation d'énergie par la rupture.

G étant le travail nécessaire à la fermeture de la fissure par unité de surface rompue, il peut être calculé à l'aide des contraintes σ_{ij} . *G* peut finalement être relié à *K* par

$$G = \frac{K^2}{E}$$
 en contraintes planes³ (1.26a)

$$G = \frac{K^2}{\overline{E}}$$

= $\frac{1 - v^2}{E} K^2$ en déformations planes³ (1.26b)

Or, le coefficient de Lamé μ est lié aux caractéristiques élastiques *E* et ν par la relation (1.4). D'où en déformations planes :

$$G = \frac{1 - \nu}{2\mu} K^2 \tag{1.27}$$

³ Cf. Annexe 2

3.3. Analyse de la fissuration

Tout d'abord, à l'aide d'hypothèses énergétiques simples, Aveston *et al.* [71] puis Aveston et Kelly [73] analysent la <u>fissuration</u> de la matrice dans des composites unidirectionnels à matrice fragile. Les travaux dans ce domaine sont poursuivis par Marshall *et al.* [85]. A partir de principes de mécanique de la rupture (approche en contrainte), ils estiment la déformation nécessaire à la propagation instable d'un défaut préexistant dans la matrice. McCartney [87] modifie leur approche et établit un lien avec les bilans énergétiques utilisés par Aveston *et al.* [71].

Enfin, Budiansky *et al.* [86] s'intéressent à la croissance d'une fissure matricielle semi-infinie pour différents contrastes fibre/matrice. Pour des fibres maintenues par des conditions thermiques par exemple, leur approche généralise celle de Aveston *et al.* [71]. Les cas de multifissuration (périodique sur la hauteur d'un composite 1D) ont été examinés par Wijeyewickrema et Keer [91].

En ce qui concerne la propagation même de la fissure, les premières approches étudient séparément <u>déviation</u> et <u>pénétration</u> d'une fissure. Cook et Erdogan [72] et Erdogan et Biricikoglu [73] analysent seulement la déviation de la fissure le long de l'interface qu'elle a atteint à angle droit. Par ailleurs, les travaux de Goree et Venezia [77], prolongés par ceux de Lu et Erdogan [83], étudient en plus la pénétration de la fissure dans l'autre matériau. Le cadre de l'étude est enfin élargi par Erdogan et Arin [75] puis Lardner *et al.* [90] qui étudient l'influence de l'inclinaison de la fissure atteignant l'interface. La plupart des techniques de résolution est basée sur des méthodes d'équations intégrales.

Mais la capacité d'une fissure à être déviée peut aussi être analysée en terme de compétition entre la <u>déviation</u> et la pénétration d'une fissure stationnaire ayant atteint l'interface. La condition de déviation s'exprime alors sous la forme d'un rapport de caractéristiques du matériau 2 et de l'interface (contraintes critiques ou ténacités). He et Hutchinson [89] et Gupta *et al.* [92] proposent ainsi des critères simples et faciles d'utilisation. Mais bien qu'ils aient été appliqués avec succès pour différentes combinaisons de bimatériau [Kumar et Singh 98, Liu *et al.* 97], ils se révèlent parfois insuffisants [Ahn *et al.* 98, Warrier *et al.* 97]. Leguillon propose alors plusieurs adaptations de ces modèles [Leguillon et Sanchez-Palencia 92].

Si pour les critères précédents la fissure doit nécessairement atteindre l'interface pour y être déviée (He *et al.* [94]), une seconde voie suppose que la fissure interfaciale est amorcée avant même que la fissure principale l'ait atteinte. Ce mécanisme s'appuie sur les travaux de Cook et Gordon [64] ; il a été confirmé par de nombreuses observations sur des bimatériaux fragiles [Theocaris et Milios 83, Zhang *et* Lewandowski 97, Warrier *et al.* 97, Kagawa et Goto 98, Majumdar *et al.* 98, Barber *et al.* 02]. Enfin, bien que considérant des matériaux aux propriétés identiques, Lee *et al.* [96] et Clegg *et al.* [97] analysent l'interaction entre la fissure principale et un défaut interfacial préexistant.

L'analyse du champ de contrainte au voisinage d'une fissure annulaire dans un solide de type

microcomposite a été aussi étudiée [Liu et al 97, Chen 94], donnant également lieu à des critères de déviation [Kaw et Pagano 93]. Gao *et al.* [88] puis Sigl et Evans [89] portent leurs travaux sur le transfert de charge par frottement interfacial, lors de pull-out par exemple. McCartney [89] s'intéresse aux mêmes phénomènes lors d'une décohésion partielle. Il est à noter que Pigott [78] et Stief [84] avaient déjà introduit la notion de frottement de Coulomb au niveau d'une interface.

3.4. Conditions et critères de déviation de fissure

L'analyse de la propagation d'une fissure dans un matériau multicouche nécessite avant tout de connaître l'influence de chaque interface sur son avancée. En d'autres termes, il faut prévoir si la fissure traversera l'interface (et donc pénétrera le second matériau) ou si elle y sera déviée (protégeant ainsi la seconde phase).

Différents auteurs se sont intéressés à la prévision de la déviation d'une fissure et plusieurs critères et conditions⁴ ont été établis. Outre quelques variations de géométrie (plane ou axisymétrique), tous considèrent un bimatériau. Les grandes lignes de ces travaux sont détaillés dans un premier paragraphe.

Pour illustrer ces études, deux exemples de conditions ont été choisies. Ils comparent tous deux les caractéristiques de l'interface et de la phase non fissurée à un rapport de ténacités [He et Hutchinson 89] ou de contraintes [Kaw et Pagano 93]. Bien que souvent utilisés avec succès, ils échouent parfois.

3.4.1. Exemple d'approche énergétique : condition de He et Hutchinson et variantes

3.4.1.1. Approche

He et Hutchinson [89] considèrent une fissure stationnaire ayant atteint l'interface à angle droit. Trois modes possibles d'avancée de cette fissure sont alors envisagés (figure 1.16) :

- (i) <u>pénétration</u> dans le second matériau sur une longueur a_p
- (ii) <u>déviation simple</u> le long de l'interface, c'est-à-dire dans une seul sens le long de l'interface sur une longueur a_d
- (iii) <u>déviation double</u>, c'est-à-dire dans chaque sens le long de l'interface et pour chacun sur une longueur a_d

Les taux de restitution d'énergie dans les directions de pénétration (i) et de déviation (ii et iii) sont calculés en pointe de ces fissures virtuelles.

⁴ Un *critère* est une condition nécessaire et suffisante. En d'autres termes, s'il est satisfait, la réponse attendue se produit. Le terme *condition* traduit simplement une condition nécessaire non-suffisante. Elle doit être satisfaite pour que la réponse puisse avoir lieu, mais une autre condition au moins doit être remplie pour que la réponse se produise.



Dans le cas de la <u>pénétration</u>, la fissure est sollicitée uniquement en mode I. Le taux de restitution d'énergie dans la direction de pénétration se déduit des relations (1.4) et (1.26) et s'exprime par

$$G_p = \frac{1 - \nu_1}{2\mu_1} K_I^2$$
 (1.28)

Or, le facteur d'intensité de contrainte vaut

$$K_{I} = c(\alpha, \beta)k_{I}a_{p}^{\frac{1}{2}-\lambda_{s}}$$
(1.29)

où $c(\alpha,\beta)$ est un coefficient adimensionnel et k_i un facteur proportionnel à la charge appliquée. Le taux de restitution d'énergie se déduit finalement :

$$G_{p} = \frac{1 - v_{1}}{2\mu_{1}} c^{2} k_{I}^{2} a_{p}^{1 - 2\lambda_{s}}$$
(1.30)

Dans le cas de la déviation, Rice [88] exprime la traction sur l'interface par

$$\sigma_{xx}(0, y) + i\sigma_{xy}(0, y) = (K_I + iK_{II}) \frac{r^{i\varepsilon}}{\sqrt{2\pi r}}$$

$$r = y - a_d$$

$$i^2 = -1$$

$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln\left(\frac{1-\beta}{1+\beta}\right)$$
(1.31)

оù

Ce dernier paramètre est appelé *index d'oscillation* [He *et al.* 94]. Par ailleurs, le terme
$$(K_I + iK_{II})$$
 est de la forme

$$K_{I} + iK_{II} = k_{I}a_{d}^{\frac{1}{2}-\lambda_{s}}\left(d\left(\alpha,\beta\right)a^{i\varepsilon} + e\left(\alpha,\beta\right)a^{-i\varepsilon}\right)$$
(1.32)

où $d(\alpha,\beta)$ et $e(\alpha,\beta)$ sont deux coefficient complexes.

Le taux de restitution d'énergie s'exprime par

$$G_{d} = \left(\frac{1 - v_{1}}{\mu_{1}} + \frac{1 - v_{2}}{\mu_{2}}\right) \frac{K_{1}^{2} + K_{11}^{2}}{4 \operatorname{ch}^{2} \pi \varepsilon}$$
(1.33)

$$K_{I}^{2} + K_{II}^{2} = k_{I}^{2} a_{d}^{1-2\lambda_{s}} \left(\left| d \right|^{2} + \left| e \right|^{2} + 2\Re(de) \right)$$
(1.34)

Les fonctions *c*, *d*, et *e* de α et β sont déterminées par des méthodes d'équations intégrales.

La compétition entre la pénétration et la déviation peut alors être analysée en comparant les taux de libération d'énergie relatifs à chaque mode. Ainsi, la condition de déviation est privilégiée si

$$G_d = G_i^c \tag{1.35}$$

$$G_p < G_1^c \tag{1.36}$$

où G_i^c et G_1^c sont respectivement la ténacité interfaciale et la ténacité en mode l du second matériau. La condition de déviation à l'interface se déduit aisément :

$$\frac{G_d}{G_p} \ge \frac{G_i^c}{G_1^c}$$
(1.37)

En supposant que le chargement s'accroît de façon monotone, on déduit des relations (1.33) à (1.35) la valeur de k_i en fonction de G_i^c à appliquer pour que la fissure puisse être déviée. En introduisant cette valeur dans (1.28), puis G_p dans (1.36), le rapport G_d/G_p s'exprime par

$$\frac{G_d}{G_p} = R \left(\frac{a_d}{a_p}\right)^{1-2\lambda_s}$$
(1.38)

où

avec

$$R = \frac{1 - \beta^2}{1 - \alpha} \left(\frac{|d|^2 + |e|^2 + 2\Re(de)}{c^2} \right)$$
(1.39)

Enfin, He et Hutchinson supposent que

$$a_p = a_d \tag{1.40}$$

Le rapport (1.38) est donc indépendant des incréments d'avancée de fissure. Il s'écrit

$$\frac{G_d}{G_p} = R \tag{1.41}$$

La condition HH est représenté à la figure 1.17 en fonction de α et pour β = 0.

La déviation est prédite si le rapport des ténacités G_i^c / G_2^c est inférieur à la courbe représentée. On constate que cette déviation est plus facile si la fissure se situe dans le matériau le moins rigide $(\alpha > 0)$. Dans cette approche, le choix de l'incrément d'avancée de fissure a ($a_p = a_d = a$) est purement arbitraire. He *et al.* [94] nuancent leur approche et introduisent des longueurs de pénétration (a_p) et de déviation (a_d) différentes (figure 1.18).



 $\frac{figure \ 1.17}{dans} : \text{condition de He et Hutchinson (}\beta = 0)$ $\frac{dans}{dans} = cas \ des \ déviations \ simple \ et \ double$



D'un point de vue énergétique, il peut sembler alors plus juste de supposer, pour la déviation, une même longueur de décohésion, quelle que soit sa forme (déviation simple ou double). La condition s'exprime alors à nouveau sous la relation (1.38). Cette correction est ajoutée dans les figures 1.19 et 1.20. La première présente les courbes associées à des perturbations de même longueur mais de géométries différentes ; elles sont presque confondues. La condition est donc peu sensible à la géométrie de la perturbation.

En revanche, l'écart entre les deux courbes associées à une déviation double (figure 1.20) souligne la sensibilité de la condition au choix d'une longueur d'incrément.

Le décalage est d'autant plus marqué que le contraste entre les caractéristiques mécaniques des deux matériaux est important [Ahn *et al.* 98].



<u>figure 1.19</u> : condition de He et Hutchinson (β = 0) dans le cas des déviations simple et double corrigée



figure 1.20 : condition de He et Hutchinson (β = 0) dans le cas des déviations double et double corrigée

En conclusion, l'analyse de He et Hutchinson permet d'établir une condition simple de déviation, mais correspondant à des hypothèses bien particulières :

- fissure (i) statique
 - (ii) déjà placée à l'interface
 - (iii) soumise à un chargement incrémental
- incréments dans chaque direction supposés identiques ou proportionnels
- condition peu sensible à la géométrie de la perturbation

très sensible au choix de la longueur de déviation interfaciale

Par ailleurs, la déviation n'est pas systématiquement prédite [Kovar *et al.* 97, Warrier *et al.* 97]. Ahn *et al.* [98] soulignent également que cette condition sous-estime la pénétration de la fissure dans le second matériau.

Enfin, cette condition ne prévoit ni le lieu de déviation en fonction de l'intensité des liaisons, ni l'arrêt d'une fissure le long d'une interface.

3.4.1.2. Approche de Leguillon

• Théorie de la perturbation

La détermination du taux de restitution d'énergie en pointe de fissure découle d'un bilan énergétique entre deux états. Leguillon et Sanchez-Palencia [92] considèrent donc

- (i) <u>état initial</u>: une fissure intercepte l'interface à angle droit (état semblable à celui de He et Hutchinson [89])
- (ii) <u>état final</u> : une perturbation (*i.e.* un incrément d'avancée de fissure) de forme quelconque et de longueur η est ajoutée au voisinage de la singularité. η est de la forme

$$=\varepsilon a$$
 (1.42)

où *a* est la longueur de fissure et ε un paramètre adimensionnel ($\varepsilon << 1$) (figure 1.21).

η



figure 1.21 : théorie de la perturbation : état initial et final

G se déduit de la variation d'énergie potentielle entre ces deux états, *i.e.* avant et après extension de la fissure :

(1.24) $G = -\frac{\partial W}{\partial A}$

$$\Rightarrow G = -\lim_{\eta \to 0} \frac{W(\eta) - W(0)}{\eta}$$
(1.43)

La théorie des développements asymptotiques effectue un changement d'échelle : $(x,y) \rightarrow (x' = x/\varepsilon, y' = y/\varepsilon)$. Ceci permet de zoomer vers la singularité.

La théorie des développements asymptotiques raccordés montre que la variation d'énergie potentielle est de la forme

$$\Delta W = W(0) - W(\eta) = k^2 K \left(\frac{\eta}{a}\right)^{2\lambda} + \dots$$
(1.44)

et donc que

$$G = \frac{2\lambda}{a}k^2 K \left(\frac{\eta}{a}\right)^{2\lambda-1}$$
(1.45)

où *k* est le facteur d'intensité de contraintes, et *K* un coefficient ne dépendant que des propriétés locales et de la forme de la perturbation (pas de sa taille). On le notera K_p ou K_d selon la direction de propagation. Ces coefficients sont calculés à l'aide d'une intégrale de contour à partir d'une solution par éléments finis.

Notons que la relation (1.44) coïncide avec la formulation classique de la mécanique de la rupture fragile au sein d'un matériau homogène ($\lambda = 1/2$).

Remarque : trois cas de figure se déduisent :

- λ < 1/2: le matériau fissuré est plus rigide que l'autre (E₂ > E₁; α < 0). On parle alors de singularité forte : la fissure semble être attirée par l'interface.
- $\lambda = 1/2$: le matériau est homogène ($E_1 = E_2$; $\alpha = 0$).

λ > 1/2: le matériau fissuré est plus souple que l'autre (E₂ < E₁; α > 0). On parle alors de singularité faible : la fissure ne peut atteindre l'interface sans augmenter le chargement appliqué.

En revanche, la discontinuité de la singularité au niveau d'une interface entraîne donc les paradoxes suivants :

- (i) dans le cas d'une <u>singularité faible</u> (le matériau fissuré est plus souple que l'autre : E₂ < E₁; α > 0), la fissure ne peut pas atteindre l'interface même si la contrainte appliquée est très grande (lim_{η→0} G(η) = 0).
- (ii) dans le cas d'une <u>singularité forte</u> (le matériau fissuré est plus rigide que l'autre : $E_2 > E_1$; $\alpha < 0$), la fissure atteint toujours l'interface même si la contrainte appliquée est très faible $\left(\lim_{\eta \to 0} G(\eta) = +\infty\right)$.

Pour éliminer ces contradictions issues de la théorie différentielle classique de la mécanique de la rupture, une théorie incrémentale peut être utilisée en remplaçant les incréments de fissure infiniment petits par des incréments de longueur finie.

• Condition de Leguillon et Sanchez-Palencia (LS)

Dans cette approche, Leguillon et Sanchez-Palencia [92] envisagent trois états finaux (figure 1.22).



En utilisant la relation (1.44), les conditions nécessaires à la pénétration et à la déviation s'écrivent :

$$\Delta W_{p} = W(0) - W_{p}(\eta)$$

$$= k^{2} K_{p} \eta_{p}^{2\lambda}$$

$$\Delta W_{p} \ge G_{2}^{c} \eta_{p}$$
(1.46a)

$$\Delta W_{d} = W(0) - W_{d}(\eta)$$

= $k^{2} K_{d} \eta_{d}^{2\lambda}$
$$\Delta W_{d} \ge G_{i}^{c} \eta_{d}$$
 (1.46b)

En appliquant le même raisonnement que pour HH, c'est-à-dire en supposant que la fissure est chargée de façon incrémentale, on déduit la condition de déviation à l'interface

$$\frac{K_d}{K_p} \ge \frac{G_i^c}{G_1^c}$$
(1.47)

où le rapport K_d/K_p s'exprime par

$$\frac{K_d}{K_p} = R \left(\frac{a_d}{a_p}\right)^{2\lambda - 1}$$
(1.48)

Alors que HH examinent les champs voisins de ces nouvelles pointes à une distance constante de la celle de la fissure initiale, LS s'intéressent à la création de longueurs égales ($a_d = a_p = a$). Ainsi, le rapport K_d/K_p devient (comme dans HH) indépendant de *a* et du chargement appliqué. Toutefois, il résulte une différence importante pour la double déviation (figure 1.23). En effet, en se souvenant que $a_d = 2a$ pour HH et $a_d = a$ pour LS, on montre facilement que

$$\frac{K_d}{K_p} = 2^{1-2\lambda} R \tag{1.49}$$



<u>figure 1.23</u> : condition de Leguillon et Sanchez-Palencia (LS) comparée à HH (déviation double) (β = 0)</u>

• Modèle de Lawn-Leguillon (LL)

Des développements asymptotiques identiques aux précédents [Leguillon et Martin 98,

Leguillon *et al.* 99] permettent d'exprimer le taux de restitution d'énergie en pointe de fissure lorsque la fissure matricielle se rapproche de l'interface ($K_s < 0$) (figure 1.24). Il se déduit en effet de la relation (1.44) et s'exprime par

$$G_l = -2\lambda k^2 K_s l^{2\lambda - 1} \tag{1.50}$$



figure 1.24 : perturbation imposée dans le modèle LL

Intéressons nous au cas particulier $\lambda < 1/2$. Il induit que $\lim_{\delta l \to 0} G(\delta l) = +\infty$, c'est-à-dire que la croissance est instable (dans le cas $\lambda > 1/2$, la fissure serait stable). On peut donc estimer l'excédent d'énergie quand la fissure atteint l'interface. Supposons donc qu'après pénétration ou déviation il existe deux longueurs $a_{0p,d}$ (figure 1.25) définies par

$$2\lambda k^2 K_p a_{0p}^{2\lambda-1} = G_2^c$$
 (1.51a)

$$2\lambda k^2 K_d a_{0d}^{2\lambda - 1} = G_i^c$$
 (1.51b)

au delà desquelles les taux de restitution d'énergie deviennent inférieurs aux ténacités respectives G_2^c et G_i^c . En ces points, l'excès d'énergie est maximum :

$$\Delta W_p = \Delta W + G_2^c a_{0p} \frac{1 - 2\lambda}{2\lambda}$$
(1.52a)

$$\Delta W_d = \Delta W + G_i^c a_{0d} \frac{1 - 2\lambda}{2\lambda}$$
(1.52b)

La fissure continue de progresser jusqu'à ce qu'elle ait consommé cet excédent d'énergie.

La condition de Lawn indique que le chemin privilégié par la fissure est celui qui assure la décroissance maximale de l'énergie totale [Lawn 93]. La déviation sera favorisée si l'excédent d'énergie est plus important en déviation qu'en pénétration, c'est à dire $\Delta W_d > \Delta W_p$. La condition de Leguillon fondé sur celle de Lawn devient

$$\left(\frac{K_d}{K_p}\right)^{\frac{1}{2\lambda}} \ge \frac{G_i^c}{G_2^c}$$
(1.53)

La figure 1.26 compare les conditions LS et LL. L'intérêt majeur de cette condition est qu'aucune hypothèse n'est faite sur une quelconque longueur. Les longueurs d'incréments de fissure sont simplement déterminées en minimisant l'énergie totale. Toutefois, il est moins favorable à la déviation

que LS pour les singularités fortes ($\lambda < 1/2$). Il coïncide néanmoins avec lui pour un matériau homogène ($\lambda = 1/2$). Son utilisation dans le cas d'une singularité faible ($\lambda > 1/2$) reste encore discutable.



<u>fiqure 1.25</u> : évolution du taux de restitution d'énergie en pointe de fissure en fonction du ligament l et des incréments a_p et a_d (d'après Martin et al. [01])



<u>figure 1.26</u> : condition de Lawn-Leguillon (LL) comparée à LS (β = 0)

3.4.1.3. Conclusions

Toutes les conditions précédentes correspondent à des hypothèses particulières :

- fissure située au voisinage de l'interface
- chargement appliqué de façon incrémentale

Par ailleurs, il est certain que ces conditions ne décrivent pas la situation rencontrée dans les CMC où la fissure est amorcée dans la matrice puis se propage vers l'interface. Il apparaît donc nécessaire de développer une approche différente décrivant la propagation d'une fissure matricielle dans un microcomposite. Elle a débuté dans le travail de Carrère [97, *et al.* 98] qui sera évoqué au chapitre 2.

3.4.2. Exemple d'approche en contrainte : condition de Kaw et Pagano

Plusieurs auteurs se sont intéressés à l'analyse du champ de contraintes au voisinage d'une fissure annulaire, émergente ou non, dans un solide de type microcomposite soumis à différentes sollicitations [Liu *et al.* 97, Chen 94]. Suivant une approche du même type, Kaw et Pagano [93] établissent en plus des conditions de déviation de fissure en contrainte.

3.4.2.1. Enoncé du problème

Soit un matériau modèle de type microcomposite infiniment long constitué d'une fibre et d'une matrice annulaire (figure 1.27).

La fibre est infiniment longue et de rayon *a*.

La matrice est infiniment longue, de rayon intérieur *a* et extérieur *d*. Son comportement est élastique linéaire, isotrope. Si le composite est soumis à une déformation axiale ε_0 , les déformations axiales de la fibre et de la matrice sont les mêmes. En général la déformation à rupture de la fibre est supérieure à celle de la matrice. La fissure est donc amorcée dans la matrice au niveau d'une imperfection (impureté ou porosité par exemple). Elle se situe dans un plan orthogonal à la direction de chargement. A mesure que la charge augmente, la fissure se propage et entoure la fibre. Une redistribution des charges s'effectue entre fibre et matrice, la fibre supportant alors plus de charge [Wijeyewickrema et Keer 91]. Ainsi, la matrice contient une fissure annulaire de longueur (c - b) située à une distance (b - a) de l'interface ($a \le b < c \le d$) dans le plan z = 0.

La liaison interfaciale est imparfaite et modélisée par une raideur K_s de cisaillement, répartie uniformément. Le cas d'une interface parfaite (infiniment rigide) se déduit en faisant tendre K_s vers l'infini. Au contraire, la décohésion totale est traduite par K_s = 0.

Le microcomposite est soumis à un effort de traction sur ses extrémités (induisant selon *z* une déformation ε_0), ainsi qu'à une variation constante de température ΔT (cf. figure 1.28).





figure 1.27 : schéma du microcomposite (d'après Kaw et Pagano [93])

figure 1.28 : chargement appliqué au matériau

La direction de propagation de la fissure peut se déduire de la connaissance du facteur d'intensité de contrainte. Pour ce faire, le problème est assimilé à la superposition d'un premier purement mécanique et d'un second purement thermique (*i.e.* prenant en compte les contraintes résiduelles dues à l'élaboration), sous couvert de vérifier les superpositions des fissures, des contraintes à l'infini et des champs de contrainte au niveau de la fissure.

Le problème mécanique peut également être dissocié en deux cas plus simples (figure 1.29). La première étape consiste à appliquer au solide <u>non fissuré</u> la déformation ε_0 selon la direction *z*. Dans la seconde étape, le solide fissuré est libre de toute sollicitation excepté sur la fissure alors soumise à une pression normale

Le chargement thermique peut aussi avoir une influence en raison de la différence de coefficients de dilatation thermique de la fibre et de la matrice. Sur le même principe que précédemment, deux problèmes sont considérés (figure 1.30) : tout d'abord, le matériau <u>non fissuré</u> soumis à la variation de température, puis la fissure seule aux lèvres de laquelle une pression normale est appliquée

La méthode de résolution n'est pas détaillée ici afin d'attirer l'attention sur les principaux résultats.

3.4.2.2. Principaux résultats

A l'issue de l'étude numérique, Kaw et Pagano proposent les conditions suivantes. Pour une fissure extrêmement proche de l'interface, la décohésion a lieu si

$$\left| \frac{\sigma_{ir}}{\sigma_f} < \frac{\sigma_{ir}^1(a,0)}{\sigma_{zz}^1(a,z) \Big|_{\max}} \right|$$
(1.54)

et/ou

$$\boxed{\frac{\sigma_{is}}{\sigma_{f}} < \frac{\left|\sigma_{rz}^{1}(a,z)\right|_{\max}}{\left.\sigma_{zz}^{1}(a,z)\right|_{\max}}}$$
(1.55)



figure 1.30 : décomposition du chargement thermique

où σ_{ir} est la résistance radiale à l'interface (mode I), σ_{is} est la résistance au cisaillement à l'interface (mode II), et σ_{f} est la résistance axiale de la fibre.

De plus, la fibre a d'autant plus tendance à rompre au fur et à mesure que la fissure avance si

$$\frac{\sigma_{it}}{\sigma_{f}} < \frac{\sigma_{\theta\theta}^{1}(a,0)}{\sigma_{zz}^{1}(a,z)\Big|_{\max}}$$
(1.56)

où σ_{it} est la résistance tangentielle de la fibre.

Pour souligner l'intérêt de ces conditions, intéressons nous à l'exemple d'un composite modèle présentant une déviation de fissure au niveau de l'interface. σ_f étant connue et le rapport $\left(\sigma_{\theta\theta}^1(a,0)/\sigma_{zz}^1(a,z)\right|_{\max}$) étant calculable, il est possible, en se référant à l'équation (1.57) d'estimer σ_{ir} . Toutefois, cette estimation n'est correcte que si l'on excepte le cas d'une décohésion due à du cisaillement.

Dans le cas d'une fissure émergente (c = d), Kaw et Pagano [93] montrent entre autres que pour une interface parfaite, le facteur d'intensité de contrainte en pointe de fissure décroît en approchant d'une fibre rigide. Dans le cas d'une interface déformable (K_s fini), le facteur d'intensité de contrainte augmente avec la complaisance interfaciale. Ces déductions sont bien du même type que celles effectuées avec les conditions énergétiques.

3.4.3. Comparaison des approches en contrainte et en énergie

Les conditions énergétiques appréhendent la compétition entre déviation et pénétration d'une manière globale. Par exemple, la condition de Lawn-Leguillon se fonde sur le principe simple que le chemin privilégié par la fissure est celui qui assure la décroissance maximale de l'énergie totale [Lawn 93]. L'approche en contrainte donne en plus une idée de la distribution des contraintes lors de l'avancée de la fissure, mais ne fournit pas *G* qui décrit la propagation. Par ailleurs, l'approche énergétique nécessite l'existence d'une fissure dans l'interface ou dans la fibre, pour pouvoir décrire son extension.

Au contraire, les conditions en contraintes permettent d'appréhender l'amorçage de la fissure. Cook et Gordon [64] décrivaient ainsi le phénomène de décohésion à l'interface : elle peut être provoquée par la concentration de contraintes en fond de fissure, avant même que la fissure n'ait atteint l'interface. Ce point est présenté au paragraphe suivant.

Ces deux approches sont complémentaires et elles seront suivies parallèlement au cours de cette étude.

4. AUTRE MECANISME DE DEVIATION DE FISSURE. APPROCHE SUIVIE

Plusieurs critères et conditions de déviation de fissure ont été proposés, mais aucun ne donne encore pleinement satisfaction. Proposer une nouvelle approche nécessite en fait de s'intéresser à un autre <u>mécanisme</u> de déviation. En effet deux approches sont généralement proposées :

- soit la fissure matricielle atteint l'interface pour y être éventuellement déviée [He et Hutchinson 89],
- soit une seconde fissure est nucléée à l'interface avant que la fissure principale ne l'atteigne ; la déviation résulte alors de la coalescence des deux fissures [Cook et Gordon 64].

C'est cette seconde approche, basée sur le mécanisme de Cook et Gordon [64], qui sera développée dans cette étude. Cook et Gordon avaient calculé le champ de contrainte dans le prolongement d'une fissure semi-elliptique placée au cœur d'un matériau homogène. Ils montrent que la contrainte orthogonale à la direction d'application de l'effort, dans le prolongement de la fissure, présente un maximum (figure 1.31).



figure 1.31 : champ de contrainte ramené à la contrainte appliquée dans le prolongement de la fissure (distance en Å)

Ils supposent ensuite, dans le prolongement de la fissure, la présence d'une interface le long de laquelle la fissure pourrait être déviée. Ils énoncent alors que le champ de contrainte d'ouverture σ_{xx} peut suffire à ouvrir l'interface (*i.e.* à nucléer une fissure interfaciale) avant même que la fissure matricielle n'atteigne l'interface. La déviation résulterait alors de la coalescence de ces deux fissures.

Ce mécanisme a déjà été observé sur plusieurs bimatériaux [Theocaris et Milios 83, Clegg 97, Zhang et Lewandowski 97, Warrier *et al.* 97, Kagawa et Goto 98, Majumdar *et al.* 98, Barber *et al.* 02 : cf. figure 1.32], mais il n'a pas encore été modélisé de façon pleinement satisfaisante [Leguillon *et al.* 00].



<u>figure 1.32</u> : mécanisme de décohésion équivalent à celui proposé par Cook et Cordon au sein d'un minicomposite Kevlar/Polypropylène isotactique [Barber et al. 02] (A titre indicatif, la fibre a un diamètre de 12 µm)

Toutefois Lacroix *et al.* [02] définissent une condition de décohésion interfaciale à partir d'un bilan <u>énergétique</u>. Le problème réside alors dans la détermination d'une longueur d'amorçage. Dans le cas d'une singularité forte, cette longueur reste faible et peut être déterminée par une analyse

asymptotique. Une condition de décohésion de la forme $G_i^c/G_2^c < g(E_1, E_2, v_1, v_2)$. Dans le cas d'une singularité forte, la longueur d'amorçage est plus importante et dépend de la géométrie. Une condition du type $G_i^c/G_2^c < g(E_1, E_2, v_1, v_2, l)$ peut alors être obtenue [Martin et Leguillon, *publication en préparation*]. Dans le cas des SiC/SiC, les résultats de Lacroix [02] permettent d'estimer la valeur de la ténacité interfaciale qui favorise la déviation au sein d'une interphase.

L'approche suivie dans la suite de cette étude s'appuie (i) sur des considérations <u>énergétiques</u> pour analyser la propagation des fissures et (ii) sur l'analyse du <u>champ de contrainte</u> pour prévoir la décohésion en amont de la fissure matricielle. Le mécanisme de déviation proposé est schématisé à la figure 1.33. Il prend donc en compte les événements suivants :

- (i) propagation de la fissure matricielle
- (ii) nucléation d'une fissure le long de l'interface
- (iii) compétition entre les avancées de chaque fissure jusqu'à leur coalescence



L'objectif de ce travail est donc de déterminer la déviation d'une fissure matricielle en fonction des propriétés des constituants (matrice, interphase, renfort) et de l'intensité des liaisons. A terme, l'outil à développer doit permettre de choisir les constituants pour moduler le chemin de fissuration au cœur du composite. Une approche locale est choisie pour prendre en compte l'intensité de la liaison entre constituants.

CHAPITRE 2

Analyse de la propagation de fissures matricielles dans un microcomposite

CHAPITRE 2

Analyse de la propagation de fissures matricielles dans un microcomposite

Résumé L'analyse de la propagation d'une fissure est régie par le calcul du taux de restitution d'énergie à son extrémité. La nucléation d'une fissure interfaciale telle qu'elle est envisagée dans le mécanisme de Cook et Gordon [64], dépend du champ de contrainte d'ouverture le long de l'interface. Le microcomposite est une cellule élémentaire représentative du comportement mécanique d'un matériau composite renforcé unidirectionnellement par des fibres longues. Cette cellule est simple à modéliser. Une étape préliminaire au calcul numérique sous MODULEF est la mise en œuvre du maillage. Un programme permettant de générer automatiquement des maillages en fonction de la structure du matériau, sa géométrie, etc. a été développé. Un élément particulier a été créé afin de contrôler parfaitement l'extension de la fissure (lors du calcul du taux de restitution d'énergie par la méthode de refermeture de la fissure), et la répartition des éléments au voisinage de ce point de calcul. Après avoir été validé dans le cas d'un matériau homogène et un bimatériau par comparaison à des valeurs de la littérature, le modèle est appliqué à l'analyse de la propagation des fissures au sein d'un microcomposite de type fibre/matrice.

La condition de décohésion est appréhendée en termes de contraintes. Deux approches sont considérée en recherchant un maximum de la contrainte d'ouverture et en calculant une moyenne de contraintes. Si cette dernière ne représente pas la capacité à ouvrir l'interface, la première se révèle constamment satisfaite. Différentes étapes de la propagation des fissures sont ensuite détaillées.

Si des résultats intéressants peuvent être tirés de l'analyse énergétique pour étudier la propagation de fissures, la nucléation de la fissure interfaciale ne peut en revanche être prédite par cette approche. L'analyse du champ de contrainte ne permet en outre pas dans cette configuration de proposer une condition de décohésion en amont de la fissure matricielle et donc de déviation de la fissure.

Sommaire

1. Introduction	77
2. Rappels et généralités	77
2.1. Calcul du taux de restitution d'énergie	
2.1.1. Méthodes asymptotiques	
2.1.2. Transformées intégrales	
2.1.3. Calcul par intégrale de surface	
2.1.4. Calcul par refermeture de la fissure	
2.2. Analyse du champ de contrainte	80
3. Développement du modèle éléments finis	80
3.1. Modélisation	80
3.1.1. Géométrie de la structure	80
3.1.2. Mécanisme	81
3.1.3. Modèle géométrique : cellules élémentaires	81
3.1.4. Modèle mécanique : conditions aux limites	81
3.1.5. Modèle numérique : principe de l'utilisation des maillages	82
3.2. Mise en œuvre du programme de création de maillage	
3.2.1. Intérêt d'un programme de création de maillage	
3.2.2. Rôle du programme	83
3.2.3. Génération du modèle éléments finis	
3.3. Validation du modèle éléments finis	
3.3.1. Principe de la validation	87
3.3.2. Cellule élémentaire constituée de deux matériaux identiques	89
3.3.3. Cellule élémentaire bimatériau	
3.4. Courbes G	
4. Nucléation d'une fissure interfaciale. Analyse en contraintes	100
4.1. Analyse du champ de contrainte interfaciale d'ouverture	100
4.2. Amorçage de la décohésion interfaciale	102
4.2.1. Condition de type contrainte maximale	102
4.2.2. Condition de type moyenne de contraintes	103
4.2.3. Conclusions	105
5. Propagation de fissures. Analyse énergétique	
5.1. Rappel du mécanisme et notations	106
5.2. Propagation de la fissure matricielle	106
5.2.1. Notations	106
5.2.2. Amorçage de la propagation de la fissure matricielle	106
5.3. Amorçage de la décohésion interfaciale	107
5.4. Extension instable de la fissure interfaciale	
5.5. Propagation des deux fissures : compétition	110
5.6. Coalescence des fissures	111
6. Conclusions	112

1. INTRODUCTION

Bien que certains efforts aient été accomplis pour décrire l'interaction d'une fissure et d'une interface [He et Hutchinson 89, Toya 90, He et al. 94], les critères de déviation en fonction des propriétés mécaniques des constituants, d'une part, et de l'intensité de la liaison, d'autre part, n'ont pas encore été complètement établis. De plus, les caractéristiques mécaniques pertinentes que doit posséder un matériau d'interphase sont encore mal connues.

Toutefois, une première étude a déjà été menée en ce sens [Carrère *et al.* 98]. Fondé sur une condition énergétique, l'outil numérique alors développé a permis de déterminer des conditions de pénétration (interface matrice/interphase) ou de déviation (interface interphase/fibre ou cœur de l'interphase), en essayant de prendre en compte l'intensité des liaisons. D'autre part, il montre que l'influence des contraintes d'origine thermique est faible. Il souligne en revanche l'importance de l'anisotropie de l'interphase. Malgré tout, cette approche ne permettait pas de rendre compte de l'effet du renforcement d'une des interfaces au cœur du matériau.

Ces premiers résultats démontraient toutefois la pertinence de l'approche suivie dans ce travail : l'outil numérique semble prometteur pour la compréhension de l'interaction entre une fissure et une interface. En prenant en considération d'autres paramètres, l'approche numérique devrait en outre permettre de :

- (i) déterminer les propriétés de l'interphase autorisant la déviation de la fissure matricielle pour un système fibre/matrice donné,
- (ii) estimer la valeur des caractéristiques à la rupture des interphases ou des interfaces par des corrélations avec des observations expérimentales.

Un microcomposite est un matériau modèle constitué d'une fibre insérée dans une gaine de matrice. C'est une cellule élémentaire représentative du comportement mécanique d'un matériau composite renforcé unidirectionnellement par des fibres longues. Il permet d'appréhender les phénomènes élémentaires mécaniques et physico-chimiques [Guillaumat et Lamon 96].

Cette cellule élémentaire se révèle également idéale pour la modélisation numérique. Dans un premier temps, un outil numérique est établi puis validé. Des calculs sont effectués pour analyser d'une part le champ de contrainte induit par la sollicitation mécanique en présence d'une fissure, et déterminer d'autre part le taux de restitution d'énergie en pointe de la (des) fissure(s) en présence.

La nucléation d'une fissure interfaciale est ainsi déterminée par l'analyse du champ de contrainte au voisinage de la fissure matricielle. Enfin, la propagation des fissures en présence est déterminée par des calculs du taux de restitution d'énergie.

2. RAPPELS ET GENERALITES

Dans un premier temps, quelques rappels sur les méthodes de calcul du taux de restitution

d'énergie G et l'analyse du champ de contrainte sont effectués.

2.1. Calcul du taux de restitution d'énergie

Il existe plusieurs méthodes de calcul du taux de restitution d'énergie *G* [Maiti 90, Wassef *et al.* 99]. L'approche globale de la fissuration repose sur un bilan d'énergie entre deux états. Elle permet de découpler les étapes du calcul d'intégration. L'approche locale consiste à déterminer les contraintes et les déformations au voisinage de la fissure [Lemaitre et Chaboche 96].

Parmi les méthodes classiques, citons par exemple la procédure de dérivation de la raideur, la méthode de l'intégrale J, les méthodes G_{Theta} ou G_{diff} . D'autres exemples caractéristiques des principes de résolution sont rapidement présentés.

2.1.1. Méthodes asymptotiques

Benthem et Koiter [73] obtiennent l'évolution du facteur d'intensité de contrainte dans un matériau homogène isotrope pour une géométrie cylindrique de rayon R, par des approximations asymptotiques. K_I s'exprime alors par

$$K_{I} = \frac{P}{\pi \left(R-a\right)^{2}} \sqrt{\pi \left(R-a\right)} f_{I}\left(\xi\right)$$
(2.1)

où

$$f_I(\xi) = \frac{1}{2} \left(1 + \frac{1}{2}\xi + \frac{3}{8}\xi^2 - 0.363\xi^3 + 0.731\xi^4 \right) \sqrt{1 - \xi}$$
(2.2)

P est la charge totale appliquée au solide, *a* le rayon de l'extrémité de la fissure annulaire émergeante et $\xi = \frac{R-a}{R}$ un paramètre adimensionnel.

2.1.2. Transformées intégrales

C'est la technique de résolution la plus fréquemment rencontrée. Keer *et al.* [77], par exemple, considèrent un microcomposite soumis à une contrainte de traction σ_0 . Le problème ne peut se résoudre analytiquement qu'en utilisant les transformées intégrales. Pour traiter ce problème, une technique d'intégration numérique directe basée sur les travaux d'Erdogan *et al.* [73] peut être adoptée. Les facteurs d'intensité de contrainte sont ainsi calculés en fonction de la longueur de la fissure et des caractéristiques des matériaux en présence. Les résultats de Keer *et al.* [77]sont souvent cités en référence dans la littérature et nous serviront également à valider le présent modèle numérique.

2.1.3. Calcul par intégrale de surface

C'est une approche globale qui consiste à écrire :

$$G(a) = \frac{1}{2} \int_{S} \left(\vec{F} \frac{d\vec{u}}{dA} - \vec{u} \frac{d\vec{F}}{dA} \right) dS$$
(2.3)

où \vec{F} et \vec{u} sont respectivement les efforts et les déplacements appliqués sur *S*, surface frontière du solide, lors d'une variation d'aire fissurée *dA*.

Dans des conditions de déplacement imposé (figure 2.1), pour un incrément d'aire fissurée ΔA :

$$G(a) = -\frac{1}{2} \int_{S} \vec{u} \frac{d\vec{F}}{dA} dS$$
(2.4)

La résolution par éléments finis conduit finalement à :

$$G(a) = \frac{u}{2\Delta a} \left[F(a + \delta a) - F(a) \right]$$
(2.5)

Deux résolutions par éléments finis sont nécessaires.



figure 2.1 : microcomposite fissuré soumis à un déplacement imposé

2.1.4. Calcul par refermeture de la fissure

L'évolution du travail nécessaire à la refermeture de la fissure conduit à :

$$G(a) = \lim_{\Delta a \to 0} \frac{1}{2\Delta A} \int_{0}^{\Delta A} f \Delta u dA$$
(2.6)

où Δu est l'ouverture des lèvres de la fissure avant refermeture, *f* est l'effort de refermeture, et *A* l'aire fissurée. La discrétisation du système liée à la méthode des éléments finis (figure 2.2) permet finalement d'écrire :

$$G(a) = \frac{1}{2\Delta a} F(a)u(a + \Delta a)$$
(2.7)

où F(a) est l'effort de fermeture en fond de fissure, $u(a + \Delta a)$ le déplacement des nœuds en fond de fissure après propagation, et ΔA la variation d'aire fissurée lors d'un incrément de fissure Δa . Il faut donc évaluer les grandeurs locales à l'aide, là encore, de deux résolutions par éléments finis.

Les deux méthodes précédentes fournissent des résultats identiques. La méthode de refermeture de la fissure a été choisie car elle est particulièrement simple à mettre en œuvre.



figure 2.2 : calcul de *G* par refermeture de la fissure. Représentation schématique de la fermeture au niveau d'un nœud du maillage par application d'une force.

2.2. Analyse du champ de contrainte

Dans la description de la propagation simple d'une fissure, le champ de contrainte doit être relevé le long de l'interface. Les contraintes sont calculées aux points de Gauss des éléments. Dans le cas d'un maillage à base de triangles, les points de Gauss sont leurs centres de gravité. Or dans un maillage, la répartition en éléments dépend de la position dans le modèle et de la précision désirée. Pour simplifier l'analyse, des éléments quadrangulaires pourront être utilisés. Ce point sera détaillé au paragraphe 4.1.

3. DEVELOPPEMENT DU MODELE ELEMENTS FINIS

3.1. Modélisation

3.1.1. Géométrie de la structure

Trois types de structures peuvent être considérés dans la simulation numérique : matériau homogène (pour valider les modèles), bimatériau (permettant d'approcher les phénomènes interfaciaux) voire trimatériau (plus représentatif du matériau fibre/interphase/matrice réel). Du troisième cas peuvent se déduire les deux autres.

Intéressons nous au cas du bimatériau qui sera très largement détaillé au cours de ce chapitre. Sa géométrie est axisymétrique : il s'agit par exemple d'une fibre insérée dans une gaine de matrice (figure 2.3). Le second constituant est initialement fissuré sur une longueur *a*. La fibre et la matrice ont respectivement pour rayon R_f et R_m . La fraction volumique de fibre notée V_f est telle que

$$V_f = \left(\frac{R_f}{R_m}\right)^2 \tag{2.8}$$

La longueur 2*H* du microcomposite est supposée très supérieure à R_m . L'ensemble est soumis à une sollicitation de traction ; la contrainte appliquée est notée σ_a .

<u>NB</u> : dans les applications numériques, la configuration suivante est retenue : la fibre a un rayon de 7.5 μ m ; le rayon de la matrice est tel que la fraction volumique de fibre soit de 0.4 ($R_m \approx 11.85 \mu$ m). La demi-hauteur *H* est de 115 μ m.



figure 2.3 : géométrie d'un bimatériau axisymétrique (vue en coupe partielle)

Ces notations sont évidemment généralisables au cas du trimatériau.

3.1.2. Mécanisme

Le mécanisme de déviation de fissure a été proposé au chapitre 1, § 4. Trois modèles représentatifs des trois étapes principales de la déviation de fissure doivent être développés. Ce sont :

- (i) la propagation simple : la fissure principale se propage en direction de l'interface
- (ii) l'existence d'une <u>décohésion</u> en amont de la fissure principale
- (iii) la déviation de la fissure le long d'une interface

Pour calculer le taux de restitution d'énergie, le maillage doit être extrêmement fin en pointe de fissure. Il faut d'ores et déjà prévoir toutes les positions possibles du front de fissure afin de mieux appréhender le raffinement du maillage et donc le calcul de *G*.

3.1.3. Modèle géométrique : cellules élémentaires

Outre la modélisation d'un microcomposite, des essais mécaniques de flexion 4 points sont envisagés pour (i) valider l'outil numérique et (ii) déterminer certaines caractéristiques mécaniques. Par conséquent, les résultats des essais numériques et expérimentaux devront être confrontés. C'est pourquoi l'outil numérique doit également permettre de modéliser les essais de flexion.

La prise en compte des géométries des matériaux, permet de réduire le système géométrique en se ramenant à un problème 2D axisymétrique (figure 2.4).

3.1.4. Modèle mécanique : conditions aux limites

Le modèle mécanique est représentés à la figure précédente. Dans le cas de la traction, un déplacement est imposé à l'échantillon axisymétrique. Les liaisons sont toutes de types *glissières*, empêchant un déplacement dans une direction de l'espace 2D.



figure 2.4 : modélisation du microcomposite. Définition de la cellule élémentaire

3.1.5. Modèle numérique : principe de l'utilisation des maillages

Le modèle numérique est développé sur le code de calcul MODULEF [Bernadou *et al.* 88]. La première étape est la mise en œuvre du maillage. Pour simuler l'avancée de la fissure, il est absurde de procéder à un déboutonnage systématique de la partie inférieure du maillage (figure 2.5). En effet, cela nécessiterait une répartition régulière d'éléments ainsi qu'un nombre d'éléments et une concentration trop importants. Par ailleurs, la longueur d'ouverture de fissure nécessaire au calcul du taux de libération d'énergie G doit être contrôlée.



figure 2.5 : ouvertures successives de la partie inférieure du maillage

Dans cette optique, la création d'une géométrie contrôlée en pointe de fissure afin d'assurer le contrôle de la longueur de refermeture de la fissure et la répartition des éléments, est envisagée. Par conséquent, il ne sera pas développé un maillage unique dont les conditions de liaisons des éléments de la partie inférieure seront modifiées pas à pas pour simuler la progression de la fissure. Au contraire, une longueur *a* de fissure sera d'abord choisie, puis un maillage particulier associé à cette valeur de *a* sera ensuite créé (figure 2.6). Ainsi, en considérant uniquement la partie inférieure du maillage, il n'y aura aucune condition aux limites sur la longueur *a*, mais une liaison *glissière* sera imposée sur ($R_m - a$), quel que soit *a*.



figure 2.6 : conditions aux limites imposées pour plusieurs valeurs successives de a
Parallèlement, pour chaque longueur de fissure, une <u>longueur d'incrément</u> d'avancée de fissure δa doit être fixée pour calculer le taux de restitution d'énergie. Ce paramètre est fonction de la géométrie de la structure. Il est choisi proportionnel à une <u>longueur caractéristique</u> de la structure L_c afin d'obtenir une bonne convergence des résultats. Cette dimension sera précisée ultérieurement (cf. § 3.3.2.1).

3.2. Mise en œuvre du programme de création de maillage

Même si l'ensemble des calculs est effectué *via* le code de calcul MODULEF, un programme est nécessaire pour contrôler automatiquement les différents paramètres du modèle numérique : géométrie, nombre de constituants, présence d'une fissure interfaciale, position et dimension du bloc de fond de fissure, etc.

3.2.1. Intérêt d'un programme de création de maillage

L'intérêt majeur du programme réside essentiellement dans la simplification et la réduction des données devant être saisies par l'utilisateur. Ainsi, seules doivent être entrées :

- le type de matériau (matériau homogène, bimatériau, trimatériau)

- ses dimensions caractéristiques (hauteur, diamètre/épaisseur, longueur fissurée)

sans avoir à préciser les coordonnées des principaux points du maillage dans chaque configuration (cette étape pouvant se révéler extrêmement fastidieuse). Le programme permet en outre de contrôler le raffinement du maillage et la répartition des éléments, comme détaillé au paragraphe suivant.

3.2.2. Rôle du programme

MODULEF peut générer automatiquement le maillage d'un domaine dont la frontière, le nombre de nœuds sur les segments la constituant et leur répartition sont préalablement définis. Sa bibliothèque propose plusieurs algorithmes de maillage en dimension 2. Pour mettre en œuvre les maillages, deux procédures ont été retenues. La première est manuelle, tandis que la seconde, plus largement utilisée, s'appuie sur une technique de Voronoï [Bernadou *et al.* 88]. L'appel de ces mailleurs est effectué *via* un fichier de données décrivant la structure globale du maillage.

Le choix du nombre d'éléments est guidé par le nombre et/ou la précision des valeurs que l'on cherche à atteindre [Rapin 93]. Le maillage doit donc être affiné au voisinage de la zone d'étude, c'est-à-dire en pointe de fissure. Pour cela, un *bloc de fond de fissure* (noté A) doit être mis en œuvre.

Toutefois, le maillage doit aussi être affiné dans d'autres régions afin de satisfaire la condition suivante : il a été décidé d'imposer un élancement des éléments (rapport de la grande base du triangle à sa hauteur) strictement inférieur à 1/10 pour limiter les imprécisions. Une procédure contrôlant d'une part l'élancement des éléments et assurant d'autre part le raffinement et la

régularisation du maillage a donc été développée.

Enfin, le développement d'une bibliothèque de maillages permettant de décrire les trois grandes étapes de la déviation de fissure, avec dans chaque cas plusieurs longueurs de fissures, nécessite que le modèle soit <u>efficace</u> et <u>modulaire</u>. Des unités de base sont donc développées indépendamment afin d'être assemblées ultérieurement.

3.2.3. Génération du modèle éléments finis

Pour contrôler au mieux la génération du maillage, le modèle gagne à être subdivisé en plusieurs parties maillées indépendamment. Ces sous-ensembles *primaires* peuvent être assemblés et recombinés pour créer le(s) modèle(s) choisi(s). En outre, cette décomposition facilite le paramétrage choisi.

Pour les 3 premiers cas d'étude retenus (cf. § 3.1.2), 5 blocs *primaires* notés A à E de dimensions paramétrées ont été isolés (figure 2.7). Chacun a été divisé verticalement en deux afin de pouvoir imposer de part et d'autre de cette ligne des caractéristiques matériaux éventuellement différentes. Enfin, pour contrôler la densité du maillage dans la direction verticale, les blocs B, C, D, et E ont été divisés en trois sous-ensembles.



<u>figure 2.7</u> : structure globale du maillage associé à la propagation (a) simple, (b) avec décohésion en amont et (c) avec déviation, et position de la fissure (en rouge)

3.2.3.1. Maillage en pointe de fissure

Un maillage très fin en pointe de fissure est indispensable. En ce sens, une procédure garantissant cet affinement a été développée. Dans cette optique, Menandro *et al.* [95] avaient déjà créé un bloc s'insérant dans le maillage global du matériau au niveau de la pointe de la fissure (figure 2.8). Il a en effet été démontré que cinq anneaux sont suffisants et que le nombre optimal d'éléments est de 8 sur 180°.



figure 2.8 : détail du maillage de fond de fissure (d'après Menandro et al. [95])

La création du bloc s'appuie sur cet exemple. Mais afin d'assurer le raffinement du maillage et éviter la juxtaposition d'éléments de dimensions trop différentes, une longueur d'éléments décroissant vers le centre est imposée. D'autre part, pour simplifier la mise en œuvre, aucun élément à bord courbe n'est retenu, et seuls des triangles et des quadrangles sont utilisés.

Le bloc de fond de fissure est schématisé à la figure 2.9. Sa taille est paramétrable afin de s'adapter à tous les cas envisagés. Le bloc est dimensionné à chaque étape de telle manière que l'incrément d'avancée de fissure soit proportionnel (selon le rapport fixé au préalable) à la longueur caractéristique, et qu'il s'intègre parfaitement à la géométrie de l'ensemble.



figure 2.9 : bloc de fond de fissure développé sur MODULEF

• Structure du bloc de fond de fissure

Le bloc de fond de fissure se déduit en fait simplement d'un triangle maillé par des éléments triangulaires et quadrangulaires (figure 2.10) par symétrie.







r = 1 <u>figure 2.10</u> : influence du paramètre r sur la répartition des éléments sur la face inférieure du bloc

La longueur du $n^{\text{ème}}$ élément sur la base est

$$L_n = n \cdot a_1 \frac{L_A}{6a_1 + 15r}$$

où *n* est le numéro de l'élément considéré, a_1 est la longueur du premier élément du bloc (déduite de L_c), et *r* un paramètre permettant de moduler la répartition des éléments sur la face inférieure du bloc. Ce paramètre permet de jouer, à incrément Δa fixé, sur les dimensions extérieures du bloc. Elles peuvent ainsi être modulées en fonction des dimensions générales du maillage dans lequel le bloc va s'insérer.

Un exemple de maillage déformé avant et après ouverture de la fissure d'un incrément δa est représenté à la figure 2.11.



figure 2.11 : détail du maillage de fond de fissure pour un microcomposite soumis à un effort de traction. La fissure de longueur initiale a progresse d'un incrément δa. ε = 0.05 % (Coefficient de déformée : 50)

3.2.3.2. Génération du maillage : assemblages des éléments

Comme indiqué précédemment, une longueur *a* de fissure est choisie, puis utilisée pour la construction du maillage. Considérons l'exemple¹ de la propagation simple d'une fissure dans un trimatériau (figures 2.12 et 2.13). Des calculs simples permettent de déduire d'une part où se situe la pointe de la fissure, et d'autre part la longueur caractéristique L_c . Le bloc A est alors dimensionné proportionnellement à l'incrément d'avancée de fissure δa , soit donc à L_c . Les blocs C, puis B sont ensuite ajoutés.

Les caractéristiques des matériaux sont imposées aux sous-ensembles secondaires pour la modélisation du cas d'étude choisi (figure 2.14). Dans un dernier temps, les dimensions du microcomposite sont imposées aux contours du modèle. Les différents blocs sont ensuite déformés <u>géométriquement</u> en adaptant leurs dimensions caractéristiques (paramétrées) ; le bloc A doit rester centré à une distance *a* de la surface du matériau de manière qu'une ou plusieurs frontières de bloc (primaire ou secondaire) coïncident avec les interfaces des matériaux (figure 2.15). Une subroutine de calcul assure cette concordance.

Les différentes procédures assurant enfin la création propre du maillage sont alors exécutées

¹ La procédure est identique dans les autres cas

(figures 2.16 et 2.17). Tout d'abord, le calcul du nombre de points par ligne du contour, puis le contrôle de le raffinement du maillage et de l'élancement des éléments dans chaque domaine tertiaire sont menés tour à tour *via* plusieurs subroutines. Le bloc A peut aussi être redimensionné automatiquement pas à pas jusqu'à satisfaire toutes ces conditions.

<u>Remarque</u> : les éléments retenus sont des triangles à trois nœuds sur l'ensemble du maillage et 40 quadrangles à quatre nœuds pour le bloc A

- <u>axisymétriques</u> pour le modèle associé au microcomposite
- 2D pour le modèle associé au matériau plan

Il est enfin à noter que le modèle de déviation de fissure peut se déduire simplement du modèle de décohésion en amont de la fissure principale par relâchement d'une condition aux limites (figure 2.18). Seuls deux cas ont finalement été envisagés dans la mise en œuvre et l'application du modèle : propagation simple et propagation avec décohésion en amont.

3.3. Validation du modèle éléments finis

Les résultats présentés dans cette partie concernent la validation du modèle éléments finis développé sur MODULEF dans le cas d'une géométrie axisymétrique. Cette validation s'effectue par le calcul du taux de restitution d'énergie, la littérature offrant de nombreuses références. Le bimatériau modèle est une cellule élémentaire constituée d'une fibre dans une gaine de matrice de rayon R_m (figure 2.19). Une fissure annulaire émergente de longueur *a* est placée dans la matrice.

3.3.1. Principe de la validation

L'objectif de la validation du modèle numérique est de s'assurer que les valeurs de G données par les présents calculs sont proches de celles couramment trouvées dans la littérature (pour des géométrie de types matériau homogène ou bimatériau), et obtenues généralement par d'autres méthodes. Le plus souvent les valeurs de la littérature sont exprimées en fonction du facteur d'intensité de contrainte K. La relation entre ces deux expressions doit donc être à présent établie.

Comme exposé précédemment, c'est la détermination du taux de restitution d'énergie qui est retenue pour les calculs. La mécanique de la rupture indique que le taux de restitution d'énergie de la fissure matricielle de longueur a, G(a) peut se mettre sous la forme :

$$G(a) = A\left(\frac{a}{R}\right)\sigma^2$$
(2.9)

où $A(a/R_m)$ est un facteur de forme et σ la contrainte uniaxiale appliquée sur la cellule [Carrère *et al.*98].



figure 2.12 : exemple d'étude : modélisation du cas particulier d'un trimatériau pour une propagation simple de fissure au moment où la fissure est à l'interface fibre/matrice



<u>figure 2.14</u> : ETAPE 2 affectation des caractéristiques des matériaux à partir de la longueur de la fissure $(a = e_m)$ et des caractéristiques du modèle (trimatériau)



figure 2.13 : ETAPE 1 choix du modèle (propagation simple)



<u>fiqure 2.15</u> : ETAPE 3 déformation <u>géométrique</u> des blocs pour faire coïncider certaines frontières du modèle à celles du matériau réel choisi





figure 2.17 : détail du maillage en pointe de fissure



figure 2.18 : le maillage (b) est obtenu en relâchant les conditions aux limites (en bleu) du maillage (a)



figure 2.19 : bimatériau modèle

La comparaison entre deux valeurs de *G* s'obtient en estimant la différence entre les taux de restitution d'énergie normalisés :

$$\frac{G(a)}{\sigma^2}\frac{E}{R} = \frac{AE}{R}$$
(2.10)

où E est le module de la fibre ou de la matrice. En rappelant qu'en déformations planes

$$G(a) = \frac{K_I^2(a)(1-v^2)}{E}$$

[François et al. 93], les valeurs normalisées s'expriment aussi sous la forme :

$$\frac{K_I(a)}{\sigma\sqrt{\pi a}} = f\left(\frac{a}{R}\right)$$
(2.11)

où f est une fonction de (a/R_m) .

3.3.2. Cellule élémentaire constituée de deux matériaux identiques

La cellule élémentaire est constituée de deux matériaux identiques ($E_m = E_f$ et $v_m = v_f$). C'est donc un cylindre homogène infiniment long de rayon R_m . L'échantillon est fissuré annulairement sur une longueur *a*.

3.3.2.1. Choix de l'incrément d'avancée de fissure

Etant donnée la méthode de calcul de *G* retenue (refermeture de fissure, cf. § 2.1.4), il est indispensable d'étudier l'influence de l'incrément d'avancée de fissure δa sur les résultats. Dans un premier temps, δa a été choisi constant, proportionnel au rayon R_m du matériau. Différents calculs sont effectués et les résultats sont d'abord comparés à ceux de Keer *et al* [77]. Des résultats corrects sont uniquement obtenus pour $a = R_m/2$, malgré la finesse du pas : $\delta a = 0.5$ % de R_m . L'écart entre les résultats de cette calibration et les valeurs références de Keer *et al.* est donné à la figure 2.20, et aux tableaux 2.1 et 2.2.

Ces résultats médiocres nous ont contraint à définir à la place de *R* une nouvelle longueur de référence. Cette longueur caractéristique est notée L_c . Pour un cylindre homogène, L_c est égale à la longueur de la fissure si elle est inférieure à la moitié du rayon, et au ligament dans le cas contraire (figure 2.21). Ainsi, *da* est calculée proportionnellement à L_c . Pour $\delta a = 0.05L_c$, une erreur élevée mais constante est obtenue. En revanche, les résultats sont nettement meilleurs pour un incrément plus petit (1 % de L_c). Enfin, pour $\delta a = 0.5$ %, les résultats obtenus pour une fissure courte sont mauvais, même si loin du bord libre ils avoisinent les valeurs obtenues pour l'incrément précédent. Ceci est en fait dû à une concentration en éléments trop importante au voisinage de la surface libre. En effet, δa est à l'origine du dimensionnement du bloc de fond de fissure, et par conséquent des éléments qui se trouvent à proximité comme décrit dans le rapport précédent.

Une dernière méthode consistait non plus à considérer L_c , mais la surface S_c (couronne ou disque) qui lui est associée (figure 2.21). C'est alors, incrément d'avancée de fissure exprimé en terme de surface, qui est alors considéré. dS est choisi proportionnellement à S_c ; l'incrément d'avancée de fissure da est finalement déduit par la résolution d'une équation du second degré. De



<u>figure 2.20</u> : courbes de calibration $\frac{K_{i}}{\sigma\sqrt{\pi a}} = f\left(\frac{a}{R}\right)$ pour différentes longueurs d'incrément d'avancée de fissure comparée à Keer et al. [77]



 $\frac{\textit{figure 2.21}}{\textit{etsurface caractéristique } L_c \text{ selon la longueur a de fissure}} \\ et surface caractéristique S_c associée (matériau homogène)}$

même, les résultats intéressants sont obtenus pour dS = 1 % de S_c , alors que pour un incrément deux fois plus petit, la concentration en éléments réduit considérablement la qualité des résultats pour les fissures courtes.

En comparant enfin les résultats obtenus pour plusieurs méthodes de calcul de da, il a été choisi de considérer l'incrément d'avancée de fissure issu du calcul de dS = 1 % de S_c , pour lesquels les résultats comparés à ceux de Keer sont très satisfaisants.

3.3.2.2. Analyse des résultats

Jusqu'alors, les résultats n'ont été comparés qu'à ceux de Keer *et al.* [77]. Il convient de valider le modèle en multipliant les références de la littérature. En considérant toujours que l'incrément d'avancée de fissure se déduit de dS = 1% de S_c , les résultats obtenus grâce à notre modèle pour un matériau homogène sont maintenant comparés à ceux présentés par différents auteurs [Keer *et al.* 77, Bueckner 73, Zahn 65, Hellen 73, Benzley *et al.* 73, Benthem et Koiter 73, Liu *et al.* 97, Nisitani et Noda 84, Atsumi et Shindo 79], et obtenus par différentes méthodes de calcul déjà évoquées au paragraphe 2.1 Les écarts entre nos résultats et ceux des différents auteurs sont donnés à la figure 2.22.



figure 2.22 : erreur comparée à différents auteurs

Les résultats issus de notre modèle diffèrent le plus des valeurs données par la relation de Benthem et Koiter (cf. § 2.1.1) pour lesquelles l'écart reste toutefois extrêmement correct ; il n'est au maximum que de 3.6 %. Cependant, les valeurs convergent bien avec l'avancée de la fissure.

Par ailleurs, les résultats du présent travail sont extrêmement proches de ceux obtenus par Nisitani et Noda [84] par exemple (moins de 1 % d'écart). En reprenant en outre la comparaison avec les résultats de Keer *et al.* [77] qui ont servi de référence jusqu'ici, l'erreur maximale reste inférieure à 1.8 %.

Les résultats sont donc très satisfaisants. La méthode de calcul de l'incrément d'avancée de fissure pourra en outre être adaptée au cas d'un multimatériau.

3.3.3. Cellule élémentaire bimatériau

Le modèle a été validé dans le cas du matériau homogène. Il convient à présent d'étudier l'influence d'un second matériau. On considère donc maintenant un matériau modèle de type microcomposite (fibre/matrice). L'incrément d'avancée de fissure *da* est déduit de dS = 1 % de S_c . S_c se calcule de même à partir de L_c , longueur caractéristique <u>dans la phase</u> (et non plus le microcomposite entier) où se trouve la pointe de la fissure. Lorsque le composite est soumis à une sollicitation de traction, la déformation axiale ε est la même dans la fibre et la matrice en l'absence de fissure. La contrainte axiale dans la matrice seule est notée σ_m .

3.3.3.1. Etude de Liu et al. [97]

Le calcul du facteur d'intensité de contrainte effectué par Liu *et al.* [97] est assez voisin de celui de Keer *et al.* [77]. La principale différence entre les deux méthodes est liée chez Liu *et al.* [97] à l'introduction des fonctions *contrainte de Love* [44]. Les résultats qu'ils donnent sont fonction d'une part du paramètre adimensionnel η défini comme suit :

$$\eta = \frac{\mu_1}{\mu_2}$$
(2.12)

et d'autre part des paramètres de Dundurs (cf chapitre 1, § 3.22).

3.3.3.2. Analyse des résultats

Liu *et al.* [97] considèrent un bimatériau tel que $R_f/R_m = 0.5$. La fissure se propage en direction de l'interface, sans l'atteindre. Les couples (α,β) peuvent satisfaire plusieurs ensembles (μ_f , μ_m , v_f , v_m) de caractéristiques mécaniques, et par conséquent plusieurs valeurs de η (tableaux 2.3, 2.4, 2.5). Le facteur d'intensité de contrainte normalisé $K_I / \sigma_m \sqrt{\pi a}$ est calculé (σ_m est la contrainte axiale dans la matrice) (figures 2.23, 2.24, 2.25 et 2.26).

Comme prévu, les résultats concernant la cellule élémentaire bimatériau sont globalement moins bons que ceux obtenus lorsque les deux constituants sont identiques (cf. § 3.3.2). En effet, Petit [90] a montré que les erreurs sont toujours plus grandes pour $\eta \neq 1$. Le contraste entre les caractéristiques des matériaux augmentant, les déformées des maillages au voisinage de l'interface peuvent illustrer les différences de comportement (figure 2.27). Malgré tout, une très bonne corrélation entre les résultats est en général observée pour les fissures courtes, l'écart maximum étant relevé évidemment près de l'interface. C'est cette valeur la plus défavorable qui sera considérée dans la suite de cette discussion.

Les résultats sont extrêmement bons dans les cas 5 et 6 (tableau 2.6). L'écart est inférieur à 4.7 % dans le cas n°5 et à 3 % dans le cas n°6. Le cas symétrique ($\alpha = -1/3; \beta = -1/4$) est légèrement moins favorable mais l'écart maximum reste inférieur à 10 %. Plus on s'éloigne du cas homogène, plus les erreurs sont importantes. Un écart atteignant 39 % est même relevé dans le cas n°7 ($\alpha = 0.9; \beta = 0$). On a donc été amené à s'interroger sur l'origine de ces erreurs pouvant être assez élevées. Elles sont certes liées à la différence de module Fibre/Matrice comme évoqué précédemment, mais aussi aux valeurs extrêmes du coefficient de Poisson trop proches des cas limites $\nu = 0$ et surtout $\nu = 0.5$. Alors que cette influence est faiblement marquée, voire négligeable lorsque le contraste entre les caractéristiques mécaniques est moindre, les subroutines de calcul gèrent ici plus difficilement ces cas extrêmes.

Une première étude a permis de confirmer cette supposition. En rappelant que (α,β) est relatif aux 4 constantes d'élasticité (μ_{f} , μ_{m} , v_{f} , v_{m}), on peut définir pour chaque couple plusieurs combinaisons où certaines caractéristiques seraient alors moins critiques. Ainsi dans le cas 8', le couple (α,β) est identique au 8 (tableau 2.6), mais la valeur de v_{m} est légèrement moins critique ; en revanche, v_{f} tend vers 0, autre valeur limite. On note toutefois que l'erreur passe de 10.2 à 7.6 %.

Une seconde étude confirme cette hypothèse. En modifiant cette fois-ci directement la valeur la plus critique du coefficient de Poisson, une corrélation bien meilleure est obtenue entre les deux sources de résultats (tableau 2.6, cas 7" et 8"). L'erreur maximale devient même inférieure à 4.7 % dans le cas n°8.

3.3.3.3. Conclusion

En utilisant simplement les valeurs de Liu *et al.* [97]associées à des cas d'études bien particuliers, les erreurs relevées pouvaient être relativement importantes. Ces problèmes ont d'ailleurs été observés par Petit [90]. Cependant, les caractéristiques mécaniques des matériaux réels sont bien entendu moins extrêmes que celles utilisées dans ces cas modèles ; les erreurs sont alors moindres comme cela a été montré au travers de plusieurs calculs. On peut donc admettre la validité du programme et du modèle.

Notons par ailleurs que le calcul de l'incrément d'avancée de fissure se fera pour un bi- ou un trimatériau à l'aide de la longueur caractéristique L^c définie comme suit : lorsque la fissure est dans une phase, L^c équivaut à la longueur fissurée <u>dans cette phase</u> si elle est inférieure à la moitié de son épaisseur ; dans le cas contraire, elle est prise égale au ligament.







<u>figure 2.24</u> : facteur d'intensité de contrainte normalisé pour la propagation d'une fissure dans le bimatériau tel que α = - 1/3 ; β = - 1/4













(a) matrice plus rigide que la fibre cas 1

(b) matrice plus souple que la fibre cas 8

<u>figure 2.27</u> : maillages de fond de fissure (après ouverture de la fissure) Fissure au voisinage de l'interface.

a/R	Keer <i>et al</i> .	Bueckner	Zahn [65]	Hellen [73]	Chiles	Benthem et	Liu <i>et al</i> . [97]	Nisitani et	Atsumi et
	[77]	[73]			[Benzley 73]	Koiter [73]		Noda [84]	Shindo [79]
0.001	1.1224					1.123			
0.02						1.125	1.1339	1.133	
0.03						1.127	1.1397	1.139	
0.05	1.1513		1.111			1.133	1.1506	1.150	1.152
0.1	1.1807		1.161			1.153	1.1793	1.180	1.181
0.2	1.2608	1.24	1.242	1.265	1.254	1.225	1.2602	1.261	1.261
0.3	1.3904	1.365		1.371	1.401	1.353	1.3904	1.393	1.390
0.4	1.597	1.584	1.582	1.604	1.623	1.561	1.5921	1.602	1.596
0.5	1.932	1.921	1.92	1.944	1.963	1.901	1.9328	1.940	1.928
0.6	2.502		2.5		2.546	2.481	2.4929	2.516	2.494
0.7	3.598				3.652	3.590	3.5775	3.618	3.571
0.8	6.201		6.249		6.254	6.223	6.1493	6.243	6.115
0.9	16.46					16.657	16.4049	16.67	

tableau 2.1 : valeurs de	<u>K</u> ,	obtenues par différents auteurs
<u></u>	$\sigma \sqrt{\pi a}$	

a/R	Keer et al. [77]		Présente étude				
		$(da = 1\% L_c)$	$(da = 0.5\% L_c)$	$(dS = 1\% S_c)$	$(dS = 0.5\% S_c)$		
0.1	1.1807	1.219	1.700	1.185	2.028		
0.2	1.2608	1.270	1.269	1.271	1.269		
0.3	1.3904	1.401	1.401	1.403	1.400		
0.4	1.597	1.614	1.611	1.611	1.612		
0.5	1.932	1.955	1.951	1.955	1.949		
0.6	2.502	2.534	2.533	2.533	2.531		
0.7	3.598	3.642	3.643	3.639	3.640		
0.8	6.201	6.286	6.279	6.279	6.276		
0.9	16.46	16.769	16.776	16.756	16.749		

<u>tableau 2.2</u> : valeurs de $\frac{K_i}{\sigma\sqrt{\pi a}}$ obtenues pour les incréments d'avancée de fissure les moins défavorables comparées à Keer et al. [77]

	$\alpha = -0.9$ $\beta = 0$			$\alpha = -\frac{1}{3}$ $\beta = -\frac{1}{4}$				$\alpha = 1/3$ $\beta = 1/4$				$\alpha = 0.9$ $\beta = 0$				
	$\eta = 0$ $\nu_1 = 0$ $\nu_2 = 0$	0.03 0.488 = 0.1	$\eta = 0$ $\nu_1 = 0$ $\nu_2 = 0$	0.05).4975 - 045	$\eta = 0$ $\nu_1 = 0$ $\nu_2 = 0$.7547 .01886 0.35	$\eta = 0$ $\nu_1 = 0$ $\nu_2 = 0$).7843).1372 0.45	$\eta = 1$ $\nu_1 = 1$ $\nu_2 = 0$	1.275 0.45).1372	$\eta = \frac{1}{\nu_1}$ $\nu_2 = 0$	1.325 0.35 .01886	$\eta = \nu_1 = \nu_2 = 0$	= 20 0.45 0.4975	$\eta = v_1 = v_2 = 0$	33.3 = 0.1 0.488
a/R	Ť	\$	Ť	\$	Ť	\$	Ť	‡	Ť	\$	Ť	‡	Ť	‡	Ť	\$
0.1	1.226	1.223	1.218	1.150	1.194	1.212	1.190	1.167	1.167	1.161	1.172	1.184	1.136	0.687	1.135	1.001
0.2	1.383	1.358	1.383	1.287	1.316	1.323	1.312	1.276	1.196	1.182	1.200	1.205	1.141	0.729	1.140	1.027
0.3	1.648	1.566	1.666	1.504	1.535	1.507	1.531	1.459	1.230	1.199	1.231	1.221	1.156	0.733	1.154	1.036
0.4	2.225	2.001	2.258	1.938	1.965	1.856	1.963	1.804	1.248	1.198	1.247	1.217	1.151	0.719	1.147	1.024
0.45	2.973	2.540	2.992	2.458	2.392	2.190	2.392	2.138	1.210	1.154	1.207	1.171	1.108	0.707	1.104	0.991

<u>tableau 2.3</u> : valeurs de $\frac{K_{I}}{\sigma_{0}\sqrt{\pi a}}$ en fonction de $\frac{a}{R}$ pour un bimatériau (R_{f}/R_{m} = 0.5) ^(†) Liu [97] - ^(‡) Présente étude

α	β	η	v_1	ν_2	μ_1	μ_2	E_1	E_2
					(GPa)	(GPa)	(GPa)	(GPa)
-0.90	0.00	0.03	0.488	0.1	1.364	45.455	4.058	100.000
-0.90	0.00	0.05	0.4975	0.45	1.724	34.483	5.164	100.000
-0.33	-0.25	0.7547	0.01886	0.35	27.952	37.037	56.958	100.000
-0.33	-0.25	0.7843	0.1372	0.45	27.045	34.483	61.511	100.000
0.00	0.00	1	0.3	0.3	38.462	38.462	100.000	100.000
0.33	0.25	1.275	0.45	0.1372	56.059	43.968	162.570	100.000
0.33	0.25	1.325	0.35	0.01886	65.024	49.075	175.564	100.000
0.90	0.00	20	0.45	0.4975	667.780	33.389	1936.561	100.000
0.90	0.00	33.3	0.1	0.488	1118.952	33.602	2461.694	100.000

tableau 2.4 : caractéristiques mécaniques choisies pour les essais de validation avec un bimatériau

α, β	η	ν_1, ν_2	cas d'étude
	$\eta = 0.03$	$v_1 = 0.488$	1
$\alpha = -0.9$	-	$v_2 = 0.1$	
$\beta = 0$	$\eta = 0.05$	$v_1 = 0.4975$	2
		$v_2 = 0.45$	
	$\eta = 0.7547$	$v_1 = 0.01886$	3
$\alpha = -1/3$		$v_2 = 0.35$	
$\beta = -1/4$	$\eta = 0.7843$	$v_1 = 0.1372$	4
		$v_2 = 0.45$	
	$\eta = 1.275$	$v_1 = 0.45$	5
$\alpha = 1/3$		$v_2 = 0.1372$	
$\beta = 1/4$	$\eta = 1.325$	$v_1 = 0.35$	6
		$v_2 = 0.01886$	
	$\eta = 20$	$v_1 = 0.45$	7
		$v_2 = 0.4975$	
$\alpha = 0.9$	$\eta = 33.3$	$v_1 = 0.1$	8
$\beta = 0$		$v_2 = 0.488$	
	$\eta = 36.64$	$v_1 = 0.01$	8'
	-	$v_2 = 0.4866$	

<u>tableau 2.5</u> : cas d'études pour la validation du modèle sur un bimatériau Cas 8' : adaptation des valeurs de v

α, β	η	ν_1, ν_2	cas d'étude
$\alpha = 0.9$	$\eta = 19.4$	$v_1 = 0.45$	7"
$\beta = 0.164$		$v_2 = 0.45$	
$\alpha = 0.9$	$\eta = 32.45$	$v_1 = 0.1$	8"
$\beta = 0.131$		$v_2 = 0.45$	

<u>tableau 2.6</u> : cas d'études pour la validation du modèle sur un bimatériau Modification du coefficient de Poisson le plus critique dans les cas 7 et 8

3.4. Courbes G

Des courbes du taux de restitution d'énergie en fonction de a/R peuvent à présent être tracées. Soit un bimatériau de fraction volumique de fibre $V_f = 0.4$. Les coefficients de Poisson des deux constituants sont identiques et valent 0.2. Les calculs sont menés pour différentes valeurs du rapport E_f/E_m qui conditionne la nature de la singularité (faible ou forte) à l'interface [Martin 96]. Les courbes obtenues sont bien conformes aux évolutions types de *G* (sous charge constante) en fonction de l'avancée de la fissure déjà présentées au chapitre 1 § 3.4.1.2 (figure 2.28) :

• $\lim_{a \to (R_m - R_f)} G(a) = +\infty$ dans le cas d'une singularité forte ($\alpha < 0$); la fissure atteint toujours

l'interface même si la contrainte appliquée est très faible.

• $\lim_{a \to (R_m - R_f)} G(a) = 0$ dans le cas d'une singularité faible ($\alpha > 0$); la fissure ne peut atteindre

l'interface même si la contrainte appliquée est très grande.



 $\frac{figure 2.28}{R_f = 7.5 \ \mu m}; \ V_f = 0.4$

4. NUCLEATION D'UNE FISSURE INTERFACIALE. ANALYSE EN CONTRAINTES

Le modèle éléments finis a été très largement validé. Il peut à présent être appliqué à l'établissement d'une condition de décohésion en amont de la fissure matricielle le long de l'interface. L'établissement de cette condition nécessite avant tout de limiter le nombre de caractéristiques (géométriques ou mécaniques) à introduire. L'étude a ainsi été menée pour plusieurs valeurs du rapport de modules E_d/E_m .

4.1. Analyse du champ de contrainte interfaciale d'ouverture

Dans le maillage (constitué de triangles), plus la zone d'observation s'éloigne de la pointe de la fissure, plus les dimensions des triangles augmentent et plus la répartition des points de Gauss de part et d'autre de l'interface est imprécise (figure 2.29a). Pour simplifier l'analyse, il a été décidé d'employer des éléments quadrangulaires au voisinage de l'interface. Ainsi, les points de Gauss (quatre par éléments) se répartissent de façon régulière de chaque côté (figure 2.29b) de l'interface. Puisque le champ de contrainte est continu dans la direction radiale, la contrainte le long de l'interface est déduite de la moyenne des contraintes relevées de part et d'autre pour une même ordonnée.



figure 2.29a : maillage avec des triangles Répartition des points de Gauss (en bleu) de part et d'autre de l'interface (en rouge)



<u>figure 2.29b</u> : maillage avec des quadrangles Alignement des points de Gauss (en bleu) de part et d'autre de l'interface (en rouge)

Soient σ_{rr} la contrainte radiale le long de l'interface (*i.e.* la contrainte d'ouverture) et *z* la cote le long de l'interface. Plusieurs courbes $\sigma_{rr} = f(z)$ ont été calculées pour différents couples fibre/matrice. Un exemple est donné à la figure 2.30. Plus la fissure principale est longue, plus le champ de contrainte le long de l'interface est intense.



<u>figure 2.30</u> : contrainte d'ouverture σ_{rr} relevée le long de l'interface ramenée à la contrainte appliquée, pour différentes longueurs de fissure *a* dans le cas $E_{f}/E_{m} = 0.5$ (modèle axisymétrique) (longueurs de fissure exprimées en microns)

Ceci est vérifié quel que soit le contraste des matériaux E_{f}/E_{m} . Par ailleurs, le maximum de la contrainte d'ouverture dans l'interface est relevé, quelle que soit la longueur du ligament, à l'aplomb de la fissure matricielle.

Chaque courbe $\sigma_{rr}(l,z)$ présente une partie positive pour $0 < z < z_0$ (zone soumise à un effort d'ouverture), et une autre négative pour les valeurs supérieures (soumise donc à un effort de compression). z_0 est l'ordonnée du point de l'interface où la contrainte d'ouverture s'annule. La valeur de z_0 varie peu quel que soit le contraste entre les modules des matériaux. Au cours de l'extension de la fissure matricielle, au voisinage de z_0 , $|\sigma_{rr}(z,l)|$ croît, et ce quel que soit $z \neq z_0$.





Par ailleurs la contrainte maximale est relevée pour chaque longueur de fissure en fonction du rapport des modules fibre/matrice (figure 2.31). Un maximum est relevé au voisinage du cas du bimatériau pour lequel $E_f \approx E_m$. Ceci est physiquement correct : dans le cas d'un contraste entre matériaux très important (*i.e.* l'un est beaucoup plus rigide que l'autre), le plus souple se déforme aisément. Il s'oppose peu à la déformation du plus rigide. Par conséquent la contrainte radiale σ_{rr} reste très faible à l'interface.

L'établissement d'une condition nécessite de diminuer le nombre de paramètres (E_f , E_m , l, ...) afin d'en donner une formulation la plus générale possible. Une normalisation s'impose alors. Les courbes $\sigma_{rr}(z,l_i)$ peuvent être normalisées par le maximum de cette contrainte. Elles se superposent alors parfaitement quel que soit le rapport des modules, en particulier pour $0 < z < z_0$ (figure 2.32). En revanche, il n'en est pas de même lorsque l'on introduit des longueurs de ligament différentes (figure 2.33). Alors que pour une longueur *l* fixée les courbes ont la même forme, plus le ligament décroît, moins les courbes se superposent.









4.2. Amorçage de la décohésion interfaciale

4.2.1. Condition de type contrainte maximale

Soit $\sigma_{rr}(r,\theta,z,l)$ la contrainte radiale en tout point du bimatériau exprimée en coordonnées cylindriques pour un ligament *l*. Le long de l'interface ($r = R_f$), en tenant compte de la géométrie du chargement, cette contrainte sera simplement notée $\sigma_{rr}(r = R_f, \theta, z, l) = \sigma_{rr}(z, l)$.

La condition la plus classique consiste à écrire que lorsque $\sigma_{rr}(z,l)$ atteint une valeur critique σ_i^c (résistance interfaciale), une décohésion peut apparaître le long de l'interface, à l'aplomb de la fissure matricielle. Cette condition s'exprime simplement par

$$\sigma_{rr}(z,l) \ge \sigma_i^c \tag{2.13a}$$

Le maximum étant obtenu à l'aplomb de la fissure matricielle, la relation (2.13a) équivaut à :

$$\sigma_{rr}\left(z=0,l\right) \ge \sigma_{i}^{c} \tag{2.13b}$$

Or lorsque la fissure est à l'interface, il existe un point singulier où σ_{rr} est fonction de $z^{\alpha-1}$ ($0 < \alpha < 1$) (cf. courbes $\sigma_{rr}(z,l) = f(E_f/E_m)$, figure 2.30). Ceci implique

$$\lim_{z\to 0}\sigma_{rr}\left(z,l=0\right)=+\infty$$

Par conséquent, quelle que soit la résistance interfaciale σ_i^c , il existera toujours une valeur de *l* pour laquelle la condition $\sigma_{rr}(z=0,l) = \sigma_i^c$ sera satisfaite.

La pénétration de la fissure matricielle dans la phase adjacente est donc nécessairement précédée par la nucléation d'une fissure le long de l'interface ce qui est inexact expérimentalement. Une nouvelle approche doit être envisagée.

4.2.2. Condition de type moyenne de contraintes

Une deuxième condition peut reposer sur la moyenne des contraintes d'ouverture le long de l'interface. Plusieurs auteurs ont utilisé une moyenne de contraintes [Whitney et Nuismer 74, Tandon et al. 99]. Par exemple, Kim et Soni [84] s'en servent pour prévoir un délaminage et Folias [91] comme critère de rupture de l'interface dans des composites unidirectionnels. La condition de décohésion s'exprime ici par

$$\exists l \text{ tel que } \frac{1}{\hat{z}} \int_{0}^{\hat{z}} \sigma_{rr}(z, l) dz \ge \sigma_{i}^{c}$$
(2.14)

En d'autres termes, la décohésion a lieu si la valeur moyenne de σ_{rr} sur une distance \hat{z} <u>à définir</u> est supérieure à la résistance de l'interface.

Chaque courbe $\sigma_{rr}(l,z)$ présente une partie positive pour $0 \le z \le z_0$ (zone soumise à un effort d'ouverture), et une autre négative pour les valeurs supérieures (soumise à un effort de compression) (figure 2.30). z_0 est l'ordonnée du point de l'interface où la contrainte d'ouverture s'annule. La valeur de z_0 varie peu quel que soit le contraste entre les modules des matériaux. Au cours de l'extension de la fissure matricielle, $|\sigma_{rr}(z,l)|$ croît, quel que soit $z \ne z_0$.

Soit alors le coefficient k(z,l) défini par

$$k(z,l) = \frac{\sigma_{rr}(z,l)}{\sigma_a}$$
(2.15)

En prenant $\hat{z} = z_0$ dans la relation (2.14), la moyenne des contraintes d'ouverture s'exprime alors en fonction de *k*

$$\frac{\overline{\sigma}_{rr}\left(0 \le z \le z_0, l\right)}{\sigma_a} = \frac{1}{z_0} \int_0^{z_0} k\left(z, l\right) dz$$
(2.16a)

Le coefficient $\overline{k}_{z_0}(l)$, déduit de cette dernière expression, s'exprime enfin par

$$\overline{k}_{z_0}(l) = \frac{\overline{\sigma}_{rr}(0 \le z \le z_0, l)}{\sigma_a}$$
(2.16b)

<u>NB</u> : à partir de maintenant, la contrainte moyenne sera simplement notée

$$\overline{\sigma}_{rr}\left(0\leq z\leq z_{0},l\right)=\overline{\sigma}_{rr}^{z_{0}}\left(l\right)$$

La décohésion a donc lieu si

$$\bar{\sigma}_{rr}^{z_0}(l) \ge \sigma_i^c \tag{2.17a}$$

$$\Leftrightarrow \frac{\sigma_i^c}{\sigma_a} \le \overline{k}_{z_0}(l)$$
(2.17b)

La longueur *l*₁ du ligament pour laquelle la décohésion est provoquée est à présent connue :

$$\bar{k}_{z_0}(l_1) = \frac{\sigma_i^c}{\sigma_a^*}$$
(2.18a)

$$\Rightarrow l_1 = \overline{k}_{z_0}^{-1} \left(\frac{\sigma_i^c}{\sigma_a^*} \right)$$
(2.18b)

Celle de décohésion interfaciale peut alors être déduite. C'est d_0 ($0 \le d_0 \le z_0$) telle que

$$\sigma_{rr}\left(d_{0},l_{1}\right) = \sigma_{i}^{c} \tag{2.19a}$$

$$\Rightarrow d_0 = z(\sigma_i^c, l_1)$$
(2.19b)

En résumé, la nucléation n'a lieu que si la moyenne des contraintes d'ouverture $(\overline{\sigma}_r)$ est supérieure à la résistance interfaciale (σ_i^c) , mais la décohésion se produit seulement où $\sigma_r > \sigma_i^c$.

Considérer une moyenne de contrainte permet donc

- (i) de ne pas utiliser une condition de type contrainte maximale, toujours satisfaite
- (ii) de s'affranchir de la définition d'une longueur de fissure interfaciale infiniment petite ε en pointe de laquelle devrait être calculé le taux de restitution d'énergie (calcul délicat avec le modèle numérique développé), en précisant directement une longueur finie d_0 .

Les courbes $\overline{\sigma}_{rr} (l = cte, E_f / E_m)$ ont été tracées, pour une moyenne calculée dans le cas particulier $\hat{z} = z_0$, z_0 étant la seule valeur remarquable (figure 2.34). Ceci revient à sous estimer les valeurs de la moyenne des contraintes d'ouverture ; on constate en effet que le niveau de contrainte est beaucoup trop faible comparativement à la contrainte appliquée pour que cette condition de décohésion soit valable.



<u>figure 2.34</u> : contrainte d'ouverture moyenne ramenée à la contrainte appliquée moyennée sur la longueur z₀ pour différentes longueurs de fissure en fonction du rapport des modules (modèle axisymétrique) (longueurs de fissure exprimées en microns)

Il faut donc calculer la moyenne sur une longueur d_0 qui sera la longueur de décohésion si elle se produit. Le calcul a été effectué en calculant la moyenne des contraintes d'ouverture sur $[0; \hat{z}]$ où la seconde borne est mobile. Or pour $\hat{z} \rightarrow 0$, la valeur de la moyenne diverge.

Ce critère ne peut donc être employé tel quel. On voit en effet qu'outre σ_i^c , il dépend de deux grandeurs inconnues : *l* et d_0 .

4.2.3. Conclusions

L'approche de type contrainte moyenne se révèle être très nettement insuffisante. L'approche de type contrainte maximale, *a priori* plus correcte, est au contraire constamment satisfaite. La faiblesse de cette approche réside dans le modèle développé. Même s'il semble correct pour des fissures courtes, il reste insuffisant pour une fissure extrêmement proche de l'interface.

La condition de type contrainte maximale $\sigma_{rr}(l, z = 0) \ge \sigma_i^c$ peut *a priori* sembler plus facile à employer que le critère fondé sur la moyenne des contraintes d'ouverture. Cependant elle dépend d'une inconnue : *l*.

Dans le chapitre 4, on cherchera à déterminer une borne supérieure de $\sigma_{rr}(l, z = 0)$ qui permettrait alors de s'affranchir de cette inconnue. Il faut alors déterminer le maximum de la contrainte σ_{rr} dans le prolongement de la fissure le long de l'interface, en fonctions des propriétés des matériaux en présence. En effet, d'après les résultats de la littérature [Dorlot *et al.* 86, Maugis 00], il existe une valeur maximale de la contrainte d'ouverture dans le prolongement de la fissure, maximum qui n'a pu être mis en évidence par cette approche.

5. PROPAGATION DE FISSURES. ANALYSE ENERGETIQUE

Le modèle de calcul peut également être appliqué à l'analyse de la propagation des fissures dans le microcomposite.

5.1. Rappel du mécanisme et notations

D'après les conventions de notations et le mécanisme envisagé, la déviation se produit comme décrit à la figure 2.35.



5.2. Propagation de la fissure matricielle

5.2.1. Notations

Soit $G_m(r = R_m - a, \theta, z = 0)$ le taux de restitution d'énergie en pointe d'une fissure de longueur a, exprimé en coordonnées cylindriques. En tenant compte de la géométrie de la structure et en s'appuyant sur la définition du ligament, il sera simplement noté $G_m(l)$.

5.2.2. Amorçage de la propagation de la fissure matricielle

La longueur de la fissure matricielle est initialement a_0 . Lorsque le chargement est appliqué, le taux de restitution d'énergie en pointe de la fissure matricielle peut être calculé (figure 2.36). La condition de propagation de la fissure s'exprime classiquement par la relation énergétique suivante

$$G_m(l_0) \ge G_m^c \tag{2.20}$$

où G_m^c est la ténacité de la matrice et $l_0 = R_m - (a + R_f)$.



<u>figure 2.36</u> : taux de restitution d'énergie normalisé en pointe de fissure matricielle (propagation simple) en fonction du ligament, pour plusieurs rapports de module E_{f}/E_{m}

5.3. Amorçage de la décohésion interfaciale

Aucune condition de décohésion satisfaisante n'a pu être établie au paragraphe précédent. L'analyse sera poursuivie au chapitre 4. Toutefois pour prolonger l'analyse de la propagation des fissures, on suppose qu'une fissure interfaciale ait été nuclée.

D'après le mécanisme de déviation de fissure envisagé, une décohésion apparaît en amont de la fissure matricielle. On considère donc une fissure interfaciale préexistante de longueur $2d_{min}$ ayant été nucléée pour un ligament de longueur $l = l_1$. Dans les calculs, la longueur d_{min} ramenée à l'échelle de la structure a été fixée à 0.1 µm.

Soit $G_i(r = R_f, \theta, z = d, l)$ le taux de restitution d'énergie aux pointes de la fissure, exprimé en coordonnées cylindriques pour un ligament *l*. En tenant compte de la géométrie de la structure, il sera simplement noté : $G_i(d,l)$. Au fur et à mesure que le ligament décroît (*i.e.* que la fissure matricielle se propage), le taux de restitution d'énergie $G_i(d_{min},l)$ augmente (figure 2.37) ; le défaut initial peut croître sous réserve que la condition énergétique soit satisfaite $(G_i > G_i^c)$. Par ailleurs, cette tendance est beaucoup plus marquée que le contraste entre la fibre et la matrice est faible. C'est en effet dans le cas où $E_f = E_m$ que $G_i(d_{min},l)$ est maximum (figure 2.38).



<u>figure 2.37</u> : taux de restitution d'énergie normalisé en pointe de fissure interfaciale ($d_{min} = 0.1 \ \mu m$) en fonction de la longueur du ligament



<u>figure 2.38</u> : taux de restitution d'énergie normalisé en pointe de fissure interfaciale ($d_{min} = 0.1 \ \mu m$) en fonction du rapport des modules

5.4. Extension instable de la fissure interfaciale

Il existe à présent deux fissures : la fissure matricielle (longueur a_1 , associée au ligament l_1) et la fissure interfaciale (longueur initiale $2d_0$).

Pour cette longueur de ligament l_1 , il peut y avoir encore suffisamment d'énergie pour que la fissure interfaciale se propage de façon instable sans accroissement de la charge appliquée. Il est donc nécessaire de comparer $G_i(d_0, l_1)$ à la ténacité interfaciale :

$$G_i(d_0, l_1) \gtrless G_i^{\prime}$$

Ensuite, il convient éventuellement de déterminer la longueur maximale $2d_1$ qu'elle peut atteindre "spontanément", c'est-à-dire sans augmenter le chargement, le ligament mesurant toujours l_1 :

$$G_i(d_1, l_1) = G_i^c$$
 (2.21)

Les courbes $G_i(d, l_1)$ délimitent deux régions (figures 2.39 et 2.40) : la première correspond à une décohésion instable (sous la courbe) tandis que la seconde est associée à une décohésion stable (au dessus de la courbe). Ainsi connaissant G_i^c et d_0 (la longueur l_1 étant à présent supposée connue), il est possible de prévoir l'extension de la fissure interfaciale.

Les courbes $G_i(d, l_1)$ présentent un maximum puis un minimum selon les *d* croissants. En fonction de la ténacité interfaciale, trois régions se distinguent (figures 2.33) ; chacune est associée à un type de comportement.

- (i) 0 < G_i^c < Min(G_i(d,l₁)) : quelle que soit la valeur de d₀, la ténacité est suffisamment faible pour que la fissure amorcée se propage de manière incontrôlée. La longueur de décohésion est importante.
- (ii) $\operatorname{Min}(G_i(d, l_1)) < G_i^c < \operatorname{Max}(G_i(d, l_1))$: la relation

$$G_i(d,l_1) = G_i^c$$

admet deux racines réelles positives notées $d^{(1)}$ et $d^{(2)}$ $(0 < d^{(1)} < d^{(2)})$. Le comportement de la fissure interfaciale (*i.e.* son extension éventuelle), dépend de sa longueur initiale (d_0).

• $d_0 < d^{(1)}(G_i^c, l_1)$: la fissure ne peut se propager sans que la charge appliquée ne soit augmentée :

 $d_1 = d_0$

• $d^{(1)}(G_i^c, l_1) < d_0 < d^{(2)}(G_i^c, l_1)$: la fissure s'étend jusqu'à la frontière de décohésion stable :

 $d_1 = d^{(2)}$

• $d_0 > d^{(2)}(G_i^c, l_1)$: une nouvelle fois, la fissure ne peut se propager sans accroissement de la charge appliquée :

$$d_1 = d_0$$

(iii) $G_i^c > Max(G_i(d, l_1))$: il n'y a pas d'extension possible sans accroissement du chargement :

$$d_1 = d_0$$

Ce résultat était prévisible puisqu'à présent l'interface est particulièrement tenace.



<u>figure 2.39</u> : taux de restitution d'énergie normalisé en pointe de fissure interfaciale (propagation avec décohésion) en fonction de la longueur de décohésion, pour plusieurs longueurs de ligament (E_{ℓ}/E_m = 10)



<u>figure 2.40</u> : taux de restitution d'énergie normalisé en pointe de fissure interfaciale en fonction de la longueur de ligament associé à la décohésion (*l*₁). Zones de décohésion stable et instable et domaine I à III associés

5.5. Propagation des deux fissures : compétition

Lorsque les deux fissures existent (fissures matricielle et interfaciale), elles peuvent se propager. Des conditions énergétiques sont à satisfaire en pointe de chacune d'elles.

 $G_m(r = R_m - a, \theta, z = 0, d) = G_m(l, d)$ le taux de restitution d'énergie en pointe de fissure matricielle lorsqu'il existe une décohésion de longueur 2*d* à l'interface.

La figure 2.41 montre que la présence de la fissure interfaciale nucléée a tendance à *attirer* la fissure matricielle. En revanche, si la longueur de fissure interfaciale est plus importante, le taux de

restitution d'énergie G_m tend vers 0. Entre les deux, il existe une longueur de fissure matricielle critique pour laquelle la courbe présente un minimum. Ce point correspond en fait au maximum du taux de restitution d'énergie en pointe de fissure matricielle (figure 2.39). Les propagations de chaque fissure sont donc bien étroitement liées.

L'étude de la compétition entre l'avancée de chaque fissure confirme l'importance de l'étape précédente (extension instable de la fissure). Il faut s'assurer que toute l'énergie permettant à la fissure interfaciale de se propager ait été consommée, avant d'étudier à nouveau la propagation de la fissure matricielle.



<u>figure 2.41</u> : taux de restitution d'énergie normalisé en pointe de fissure matricielle (propagation avec décohésion) en fonction de la longueur de décohésion, pour plusieurs longueurs de ligament ($E_f/E_m = 0.1$)

5.6. Coalescence des fissures

Soit $G_i(r = R_f, \theta, z = d, l = 0)$ le taux de restitution d'énergie aux pointes de la branche interfaciale de la fissure (longueur 2*d*), lorsque la fissure matricielle a atteint l'interface (*l* = 0). En tenant compte de la géométrie de la structure, il sera simplement noté : $G_i(d, l = 0) = G_i^+(d)$.

Le taux de restitution d'énergie en pointe de la fissure interfaciale reste relativement constant, excepté si la coalescence a eu lieu pour une très petite fissure interfaciale. Dans ce cas, une extension instable de la fissure se produit jusqu'à ce que la condition de propagation de type

$$G_i^+(d) \ge G_i^c \tag{2.22}$$

ne soit plus satisfaite. Ceci a lieu en particulier si la fibre est plus souple que la matrice (figure 2.42).



<u>figure 2.42</u> : taux de restitution d'énergie normalisé en pointe de fissure interfaciale (après coalescence des fissures) en fonction de la longueur de décohésion, pour plusieurs rapports de module E#Em

6. CONCLUSIONS

La propagation d'une fissure au sein d'un microcomposite, cellule élémentaire représentative du comportement mécanique d'un matériau composite, peut être facilement modélisée. Si des résultats intéressants ont été déterminés au travers des méthodes énergétiques, aucune condition de décohésion n'a pu être mise en œuvre. Ce problème ne peut être résolu qu'en modifiant l'approche retenue jusqu'alors. Ce point sera discuté et complété au chapitre suivant.

Il est enfin à noter que, conformément au cahier des charges de Snecma Propulsion Solide, un outil numérique efficace et modulable a été mis en œuvre. Il pourra encore être utilisé pour analyser la pénétration d'une fissure dans la phase suivante dans le prolongement de la fissure principale, après coalescence des fissures au centre de la déviation ou au extrémités (figure 2.43). Cette analyse n'a pas été retenue dans le cadre de la présente étude.



De même, le modèle peut enfin être étendu à l'étude de la déviation d'une fissure dans

différentes directions de + $7\pi/8$ à - $7\pi/8$ par tranche de $\pi/8$ rad (figure 2.44).



(a) fissure matricielle (b) pointe de fissure déviée ou interfaciale <u>figure 2.44</u> : exemples de directions de propagations de fissure envisageables dans les blocs de fond de fissure

CHAPITRE 3

Analyse du champ de contrainte au voisinage d'une interface

Condition de décohésion et applications

CHAPITRE 3

Analyse du champ de contrainte au voisinage d'une interface Condition de décohésion et applications

Résumé Une fissure matricielle réelle atteignant le très proche voisinage d'une interface est modélisée sous CASTEM 2000, pour déterminer le champ de contrainte complet à l'extrémité de la fissure. Cette configuration particulière permet d'introduire une longueur limite (correspondant à une distance interatomique dans un matériau cristallin), en deçà de laquelle la fissure matricielle ne pourra se propager sans atteindre l'interface.

Une condition de décohésion est établie, puis validée dans un premier temps sur l'exemple simple du matériau homogène. Les valeurs obtenues ensuite pour un bimatériau prolongent parfaitement les résultats acquis dans la modélisation du microcomposite sous MODULEF en les bornant. La condition est ensuite utilisée sur différents exemples triviaux (bimatériau dont les constituants de part et d'autre de l'interface sont identiques, ...), et plusieurs cas matériaux classiques (CMC avec ou sans interphase, matrices séquencées, ...) ou plus originaux (fibre assimilée à un microcomposite, nacre, ...). En ce qui concerne les interphases nanoséquencées, une explication de la déviation préférentielle des fissures le long de certaines interfaces et leur rebranchement est proposée. La condition est également utilisée sur d'autres composites fragile/fragile tels que les C/Epoxy.

Par extension, la condition est appliquée aux matériaux anisotropes souvent utilisés comme déviateurs de fissure : le pyrocarbone et le nitrure de bore. Des résistances caractéristiques de ces phases sont déterminées. Il est enfin montré comment la condition de décohésion peut être utilisée pour optimiser le séquençage d'un matériau.

Sommaire

1. Introduction	120
2. Champ de contrainte à l'extrémité d'une fissure réelle dans un solide cristallin : triaxialité des contraintes in	duite 120
2.1. Fissure dans un solide cristallin	120
2.2. Fissure réelle dans un matériau homogène	121
2.2.1. Solution analytique (cas bidimensionnel) : matériau homogène	121
2.2.2. Calcul tridimensionnel par éléments finis de Dorlot et al. [86]	124
2.2.3. Conclusion	124
2.3. Fissure réelle dans un bimatériau	125
2.3.1. Modèle éléments finis développé sous CASTEM 2000	125
2.3.2. Validation	127
2.3.3. Sensibilité du maillage à la géométrie	128
3. Condition de décohésion et utilisation	129
3.1. Expression de la condition de décohésion	129
3.2. Domaine de validité des résultats	131
3.3. Représentation graphique de la condition de décohésion	131
3.4. Description de la courbe	131
3.5. Validation de la condition (matériau homogène isotrope)	133
3.6. Utilisation de la condition de décohésion	135
3.6.1. Les caractéristiques des matériaux sont connues	135
3.6.2. Méthodes inverses	135
3.6.3. Matériaux anisotropes lamellaires	137
4. Application de la condition de décohésion	138
4.1. Matériau homogène isotrope	138
4.2. Bimatériau homogène (constituants identiques)	141
4.3. Bimatériau : matériau composite sans interphase	142
4.3.1. Liaison fibre/matrice nulle	142
4.3.2. Comparaison de quelques composites classiques	142
4.3.3. Filament assimilé à un bimatériau	145
4.4. Interphases laminaires	147
4.4.1. Pyrocarbone	147
4.4.2. Nitrure de Bore	155
4.5. Matériau composite avec interphase	158
4.5.1. Composite SiC/PyC/SiC	158
4.5.2. Interphases séquencées à base de BN et BN(Si)	160
4.5.3. Déviations et rebranchements	164
4.6. Matrices séquencées	166
4.6.1. Séquençage à base du ternaire Si-B-C	166
4.6.2. Microcomposite SiC(SCS-6)/SiC assimilé à un multimatériau	168
4.7. Autres matériaux	170

4.7.1. C/résine	170
4.7.2. La nacre	171
. Application à l'optimisation du séquençage d'un matériau	172
Discussion	174
6.1. Déviation de la fissure plus loin que ne le prévoit la condition	174
6.2. Prise en compte des contraintes résiduelles d'origine thermique	175
6.3. Prise en compte de l'anisotropie des propriétés	175
. Conclusions	175

1. INTRODUCTION

Le chapitre précédent a montré qu'une condition de décohésion pouvait être établie en bornant les contraintes d'ouverture critique de l'interface par le maximum de la contrainte d'ouverture générée à l'extrémité de la fissure présente dans la matrice.

L'objectif de ce chapitre est de déterminer la valeur de ce maximum en fonction des propriétés mécaniques pertinentes et d'appliquer cette condition à plusieurs résultats expérimentaux obtenus par combinaisons de fibres, d'interphases de matrice ou de couches.

Deux modèles éléments finis distincts ont donc été mis en œuvre. Le premier, développé sous MODULEF, représente un microcomposite au sein duquel est placée une fissure *idéale* (rayon de courbure nul) annulaire, émergente (chapitre 2). Le second modèle (développé sous CASTEM 2000) permet de considérer une entaille possédant un rayon de courbure très faible (présent chapitre) : c'est une fissure *réelle* qui est alors modélisée. En outre, la pointe de la fissure est située à une distance très courte de l'interface, correspondant à une distance interatomique dans un matériau cristallin. Il s'agit d'une distance limite. Cette configuration critique permet de déterminer la limite supérieure de la résistance interfaciale pour laquelle une décohésion pourrait apparaître avant que la fissure matricielle n'atteigne l'interface.

Une condition de décohésion en amont de la fissure matricielle est établie. Après avoir discuté le domaine de validité des résultats, la condition est représentée graphiquement. Elle est d'abord validée dans le cas du matériau homogène. Il est ensuite montré au travers de nombreux exemples comment l'utiliser pour prévoir la décohésion/non-décohésion d'une interface, ou déterminer une borne de la résistance interfaciale par les méthodes inverses.

2. CHAMP DE CONTRAINTE A L'EXTREMITE D'UNE FISSURE REELLE DANS UN SOLIDE CRISTALLIN : TRIAXIALITE DES CONTRAINTES INDUITE

En plus des approches présentées jusqu'alors (chapitres 1 et 2), il est possible d'appréhender les mécanismes se produisant à l'échelle des éléments constitutifs du matériau (atomes ou molécules). Une nouvelle approche consiste donc à se ramener à la structure même du matériau, fournissant par conséquent une longueur de ligament minimum en deçà de laquelle une fissure ne pourra se propager sans atteindre l'interface.

2.1. Fissure dans un solide cristallin

Les résultats numériques du chapitre précédent montrent que plus la fissure s'approche de l'interface, plus le champ de contrainte est perturbé. Un comportement singulier en pointe de fissure

est alors noté et la condition de type contrainte maximale semble toujours satisfaite ; quelle que soit la valeur de la résistance σ_i^c , une longueur de ligament (même extrêmement petite) permettrait donc de satisfaire la condition de décohésion. Il est donc à présent indispensable de choisir arbitrairement une longueur de ligament minimale l_{min} en deçà de laquelle il ne sera plus possible de tendre sans atteindre l'interface.

Dans un solide cristallin, la fissure est le lieu géométrique de séparation entre deux plans atomique (cf. Annexe 3). Mais à cette échelle, le rayon de courbure n'est pas nul. Il est de l'ordre d'une distance interatomique : $\rho \approx 1$ Å. La fissure peut est assimilée à une demi-ellipse [Dorlot *et al.* 86] de grand axe *a* et de petit axe *b* (figure 3.1). Dans cette configuration, le rayon de courbure ρ peut être défini par

$$\rho = \frac{b^2}{a} \tag{3.1}$$



<u>figure 3.1</u> : dimensions de la fissure elliptique et direction de sollicitation (σ_a)

Dans un solide cristallin, les paramètres géométriques suivants sont choisis : $a = 1 \mu m$ et b = 10 nm pour que le rayon de courbure soit de l'ordre de l'angström [Dorlot *et al.* 86]. Etant donné le mécanisme envisagé, *i.e.* la nucléation d'une fissure en amont de l'interface, la distance minimale à laquelle pourra être amorcée cette fissure est de l'ordre d'une distance interatomique. En d'autres termes, s'il y a nucléation d'une fissure interfaciale avant que la fissure matricielle n'atteigne l'interface, elle aura lieu au plus tard lorsque la fissure se trouvera à un plan interatomique de l'interface.

2.2. Fissure réelle dans un matériau homogène

Plusieurs auteurs ont analysé le champ des contraintes induit par une fissure dans un matériau homogène [Dorlot *et al.* 86, Maugis 00]. Les résultats de deux approches (l'une proposant une solution analytique, l'autre un calcul par éléments finis) sont présentés.

2.2.1. Solution analytique (cas bidimensionnel) : matériau homogène

Le champ de contrainte dans le matériau est directement lié à la forme de la fissure. Pour illustrer ceci, soit une cavité elliptique située dans un matériau homogène soumis à un chargement
uniaxial (figure 3.2). Ses demi- grand et petit axes sont respectivement notés a et b. Pour cette géométrie, le rayon de courbure en pointe du grand axe a été défini à la relation (3.1).



figure 3.2 : fissure elliptique

Le long de l'axe Ox, la contrainte mesurée ramenée à la contrainte appliquée s'exprime en coordonnées cartésiennes par [Maugis 00]

$$(a-b)^{2} \left(\frac{\sigma_{xx}}{\sigma_{a}}\right)_{y=0} = -a^{2} + \frac{a|x|}{\sqrt{x^{2} - a^{2} + b^{2}}} \left[a - \frac{b^{2}(a-b)}{x^{2} - a^{2} + b^{2}}\right]$$
(3.2a)

$$\left(a-b\right)^{2} \left(\frac{\sigma_{yy}}{\sigma_{a}}\right)_{y=0} = b^{2} + \frac{a|x|}{\sqrt{x^{2}-a^{2}+b^{2}}} \left[a-2b + \frac{b^{2}(a-b)}{x^{2}-a^{2}+b^{2}}\right]$$
(3.2b)

Avant tout, il est à noter que $\sigma_{yy}(x, y = 0)$ tend vers σ_a lorsque x tend vers l'infini. Loin de la cavité, le champ n'est plus perturbé. Par ailleurs, lorsque le rayon de courbure tend vers 0, $Max(\sigma_{yy}(y=0)) = \sigma_{yy}(x=0, y=0)$ est de l'ordre de 1 + 2a/b. En considérant une fissure de dimensions $2a = 1 \ \mu m$ et $b = 0.1 \ nm$, $\sigma_{yy}(x=0, y=0)$ est de l'ordre de 1000 fois la contrainte appliquée. On s'approche donc bien du comportement singulier relevé avec une fissure idéale (cf. chapitre 2, § 5.1).

La suite du calcul est effectuée pour *x* positif. Il est nécessaire de savoir quand les contraintes σ_{ii} (*i* = *x*,*y*) sont maximales. Leurs dérivées calculées, il est montré que chacune s'annule pour deux abscisses opposées. C'est la racine positive qui est retenue puisque par hypothèse, *x* est supposé positif ou nul.

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\left(\frac{\sigma_{xx}}{\sigma_a} \right)_{y=0} \right) = 0 \text{ pour } x = \frac{\sqrt{(a+2b)(a^3 + 2a^2b + 2ab^2 + b^3)}}{a+2b}$$
(3.3a)

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\left(\frac{\sigma_{yy}}{\sigma_a} \right)_{y=0} \right) = 0 \text{ pour } x = \frac{\sqrt{a(a^3 - 4ab^2 - 3b^3)}}{a}$$
(3.3b)

La relation (3.3a) se met sous la forme
$$x = a\sqrt{1+\lambda}$$
 avec $\lambda = \left(2\frac{b^2}{a^2} + \frac{b^3}{a^3}\right) / \left(1+2\frac{b}{a}\right)$. Quand b

tend vers 0 (*i.e.* ρ tend vers 0 : la géométrie de la fissure réelle tend vers celle d'une fissure idéale), le paramètre λ tend également vers 0 : le maximum de la contrainte d'ouverture se rapproche de la pointe de la fissure : x = a. La singularité devient de plus en plus importante.

En se plaçant dans la configuration retenue précédemment, à savoir l'ellipse centrée sur l'origine du repère et ses demi-axes ayant pour longueur $a = 1 \mu m$ et $b = 0.01 \mu m$, les contraintes maximales peuvent être repérées dans le prolongement de l'ellipse (y = 0). En ce qui concerne la contrainte d'ouverture, le maximum est obtenu pour

$$x \approx 1.0001 \,\mu\text{m} = 1 \,\mu\text{m} + 1 \,\text{\AA}$$

La longueur à partir de la pointe de l'ellipse équivaut à une distance interatomique. La longueur de ligament minimale choisie arbitrairement au paragraphe précédent correspond bien à la configuration la plus critique : la contrainte d'ouverture est maximale lorsque la fissure se situe à 1 Å de l'interface.

Le maximum (ramené à la contrainte appliquée) vaut en ce point

$$\operatorname{Max}\left(\frac{\sigma_{xx}}{\sigma_a}\right)_{y=0} = 38.45$$

La contrainte d'ouverture est bien bornée et c'est cette contrainte qui peut provoquer une décohésion en amont de la fissure matricielle.

Le maximum de la contrainte σ_{yy} est obtenue en $x \approx 0.99$ ce qui signifie pour une abscisse située *dans* la fissure elliptique (x < 1). La valeur maximale de σ_{yy}/σ_a est complexe (imaginaire). Le maximum réel est donc obtenu en bordure de fissure (x = 1). Les courbes correspondantes sont tracées aux figures 3.3 et 3.4.







2.2.2. Calcul tridimensionnel par éléments finis de Dorlot et al. [86]

Dorlot *et al.* [86] se sont consacrés à la même étude et ont développé un modèle éléments finis tridimensionnel, généralisant les calculs de Cook et Gordon [64]. Il consiste en une fissure elliptique de longueur totale 2 μ m et de rayon de courbure ρ = 0.1 nm, située au sein d'un matériau homogène (figure 3.5a).



Courbe d'isoconcentration de contrainte locale σ_{xx} dans le plan xz (b) et σ_{yy} dans le plan xy (c) (d'après Dorlot et al. [86])

Ils montrent que la contrainte d'ouverture σ_{xx} dans le prolongement de la fissure elliptique présente un maximum à 1 nm de la pointe (38 σ_a). Ce niveau de contrainte est bien équivalent à celui donné par Maugis [00]. La contrainte dans la direction d'application de l'effort σ_{yy} à cette même distance est de 79 σ_a , σ_a représentant la contrainte appliquée.

2.2.3. Conclusion

Dans le prolongement d'une fissure réelle elliptique de rayon de courbure ρ , le champ de contrainte d'ouverture σ_{ii} (*i* = *x* en géométrie plane, *i* = *r* en axisymétrique) présente un maximum. Au fur et à mesure de l'avancée de la fissure, ce maximum progresse vers l'interface (figure 3.6).

Lorsque la rupture d'un composite est étudiée, les zones où les fissures ont été déviées et au contraire celles où elles se sont propagées, peuvent facilement être distinguées. Toutefois, rien ne peut être précisé sur la longueur de ligament *l* pour laquelle la décohésion est apparue.

Toutefois, d'après les résultats précédents, lorsque la pointe de la fissure se trouve à une distance ρ de l'interface, le maximum de la contrainte d'ouverture est atteint le long de l'interface. Dans cette <u>configuration critique</u>, si le composite présente une déviation de fissure, la résistance de



figure 3.6 : champ de contrainte d'ouverture induit en amont de la fissure réelle, pouvant provoquer une décohésion

l'interface peut être majorée par le maximum de la contrainte d'ouverture. En revanche, si la fissure n'est pas déviée, ce niveau de contrainte maximum permet de minorer la résistance interfaciale.

Cependant, les résultats précédents ne sont valables que pour un matériau homogène ; ils doivent être étendus à un bimatériau grâce à des calculs éléments finis. L'objectif est donc à présent de déterminer la valeur du maximum qui, quand il atteindra l'interface, sera susceptible de satisfaire la condition de décohésion. Ce maximum dépend évidemment des matériaux en présence. Un nouveau modèle éléments finis a donc été développé.

2.3. Fissure réelle dans un bimatériau

2.3.1. Modèle éléments finis développé sous CASTEM 2000

Un modèle éléments finis a donc été développé conformément au modèle mécanique de la figure 3.7, en introduisant les dimensions évoquées ci-dessus. Le modèle s'inscrit dans un carré de dimensions $2a \times 2a$. La pièce est divisée en deux sous domaines séparés par une interface ; le premier comporte une fissure elliptique (les paramètres *a* et *b* sont ceux indiqués au paragraphe 2.1) dont la pointe est située à $10^{-4} \mu m$ de l'interface.

D'après les commentaires précédents, le modèle éléments finis est constitué d'une fissure réelle elliptique de rayon de courbure ρ situé à une distance ρ de l'interface (figure 3.8)

Chapitre 3 Analyse du champ de contrainte au voisinage d'une interface



<u>figure 3.7</u> : conditions aux limites utilisées pour le modèle numérique d'une fissure elliptique émergente(a) et insérée dans un matériau (b). L'interface est représentée par le trait pointillé



 $\frac{\textit{figure 3.8}}{\textit{L'interface est représentée par le trait pointillé}} : étude de l'influence du rayon de courbure p sur les résultats obtenus.}$

Le code de calcul MODULEF s'est révélé inadapté à la création d'un tel maillage : maillage du quart d'ellipse délicat, analyse du champ de contrainte difficile, etc. Ces nouveaux calculs numériques ont été réalisés à l'aide de CASTEM 2000.

La zone d'étude est située au très proche voisinage de la pointe de la fissure et donc de l'interface. A cette échelle, les systèmes de géométrie cylindriques et cartésiens sont équivalents. Il y a donc correspondance des indices $(i, j) \equiv (r, z) \equiv (x, y)$ (figure 3.9).

Les caractéristiques des matériaux sont les modules d'Young¹ E_1 et E_2 et les coefficients de poissons sont supposés égaux : $v_1 = v_2 = 0.2$.

¹ Conformément aux conventions établies au Chapitre 1 § 3.1.1.2, les indices (1,2) et (f,m) associés à chaque phase du bimatériau sont utilisés indifféremment. Les secondes notations, couramment employées dans la suite du chapitre, permettent toutefois de mieux distinguer la phase fissurée (indicée *m*) et celle non encore endommagée (indicée *f*).



<u>figure 3.9</u> : systèmes de coordonnées cylindriques et bidimensionnels associés aux matériaux modèles cylindrique et plan. Report de ces coordonnées dans la cellule bimatériau du modèle numérique

2.3.2. Validation

Pour valider le modèle EF, la configuration de Dorlot *et al.* [86] a été reprise (cf. § 2.2.2). Les caractéristiques mécaniques de part et d'autre de l'interface sont donc supposées identiques et une condition aux limites est ajoutée au modèle de la figure 3.7a (figure 3.7 b).

Les contraintes σ_{xx} et σ_{yy} sont relevées le long de l'interface d'une part et sur l'axe prolongeant la fissure (figures 3.10 et 3.11). A l'évidence à l'aplomb de la fissure, la contrainte radiale mesurée sur le premier axe est égale à celle calculée le long de l'interface (figure 3.10). La contrainte la plus intéressante est la contrainte d'ouverture maximale mesurée à l'aplomb de la fissure sur l'interface σ_{xx} ($x = 10^{-4} \mu m, y = 0$).

Ces courbes sont comparables à celles obtenues avec les expressions analytiques Maugis (cf. figure 3.3 et 3.4). Les valeurs maximales de σ_{xx} calculées *via* le modèle numérique sont comparées à celles obtenues par Maugis [00] et Dorlot *et al.* [86] pour un matériau homogène. Elles sont obtenues toutes trois à 1 nm de la pointe de la fissure. Les contraintes dans la direction d'application de l'effort en ce point sont également indiquées au tableau 3.1.

Les valeurs du facteur de concentration de contrainte sont en bon accord.







figure 3.11 : contrainte σ_{xx} ramenée à la contrainte appliquée en amont de la fissure le long de l'interface (située à une distance interatomique de la pointe de fissure) (cas d'une fissure elliptique dans un solide homogène semi-infini) (CASTEM 2000)

	Cook et Gordon [64]	Maugis [00]	Dorlot et al. [86]	Présente étude
σ_{rr}	39.0	38.5	38.0	37.7
σ_{zz}	78.5	79.1	79.0	81.0

<u>tableau 3.1</u> : comparaison des valeurs de la présente étude à la littérature pour un matériau homogène

2.3.3. Sensibilité du maillage à la géométrie

Le modèle éléments finis est constitué d'une fissure elliptique de rayon de courbure ho situé à

une distance ρ de l'interface entre deux matériaux homogènes isotropes (figure 3.8)

Il est important d'étudier la sensibilité du maillage à ce paramètre ρ . En conservant les dimensions extérieures du modèle, ce paramètre a été modifié en le multipliant par 5, puis par 10. La contrainte d'ouverture le long de l'interface pour plusieurs rapports de modules des constituants de part et d'autre de l'interface, est tracée dans les trois configurations (ρ , 5 ρ , 10 ρ) à la figure 3.12. Les courbes se superposent assez bien. Ce paramètre n'a donc pas d'influence sur les résultats.



figure 3.12 : étude de la sensibilité du maillage à la géométrie

3. CONDITION DE DECOHESION ET UTILISATION

3.1. Expression de la condition de décohésion

Pour que la décohésion se produise il faut que deux conditions soient satisfaites : (i) rupture de l'interface et (ii) non-rupture de la fibre avant que la fissure matricielle n'atteigne l'interface.

Dans le repère axisymétrique de la géométrie du microcomposite, ces deux conditions s'expriment par :

$$\begin{cases} \sigma_i^c \le \sigma_{rr} \\ \sigma_f^c \ge \sigma_{zz} \end{cases}$$
(3.4)

où σ_i^c et σ_f^c sont les résistances de l'interface et de la fibre, et les contraintes σ_{rr} et σ_{zz} sont fournies par les calculs par éléments finis. Ce sont respectivement la contrainte d'ouverture maximale le long de l'interface (*i.e.* à l'aplomb de la fissure matricielle ; cf. chapitre 2, § 5.1) et la contrainte de traction dans la fibre.

Une condition nécessaire de décohésion en amont de la fissure matricielle s'exprime à partir des équations précédentes par :

$$\frac{\sigma_i^c}{\sigma_f^c} \le \frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{zz}}$$
(3.5a)

La contrainte d'ouverture σ_{rr} est la contrainte maximale relevée le long de l'interface dans le prolongement de la fissure. Dans la configuration critique envisagée dans le modèle numérique, ceci fournit une borne supérieure de la contrainte d'ouverture.

Pour σ_{zz} , deux cas ont été envisagés :

- (i) soit c'est la contrainte maximale dans la fibre : elle n'est pas nécessairement située au très proche voisinage de l'interface, et s'en éloigne même pour les forts contrastes de modules E_{f}/E_{m} , comme le confirment Kaw et Pagano [93].
- (ii) soit c'est la contrainte dans la fibre au plus proche de l'interface, dans la mesure où l'on suppose que la rupture. de celle-ci se produit à partir de la zone adjacente à la décohésion (hypothèse de He et Hutchinson [89]).

Or la condition (3.5a) traduit simplement la recherche du maillon faible, c'est-à-dire le point où la rupture (phase ou interface) a lieu. Il est donc logique de considérer le point de la fibre où cette condition <u>est</u> satisfaite et non un point particulier (en l'occurrence le long de l'interface) où la condition <u>devrait l'être</u>. C'est donc le cas (i) qui est retenu.

<u>Remarque</u> : les contraintes σ_{rr} et σ_{zz} relevées sont maximales. Toutefois pour simplifier les notations, les indices hauts max ne seront pas précisés.

En raison de la dispersion statistique des valeurs des contraintes à rupture des fibres, la résistance σ_f^c sera généralement remplacée par sa valeur moyenne $\bar{\sigma}_f^c$ [Lissart et Lamon 97]. La relation (3.5a) permet cependant de tenir compte de la distribution statistique des contraintes à rupture des fibres, en devenant simplement

$$\frac{\sigma_i^c}{\overline{\sigma}_f^c} \le \frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{zz}}$$
(3.5b)

<u>Remarque</u> : afin d'alléger les notations, σ_f^c et $\overline{\sigma}_f^c$ seront généralement confondues.

Puisque la pointe de la fissure réelle est au très proche voisinage de l'interface, les systèmes de géométrie cylindriques et cartésiens sont équivalents (cf. § 2.3.1). La condition (3.5a) s'exprime donc dans ce second repère par :

$$\frac{\sigma_i^c}{\sigma_f^c} \le \frac{\sigma_{xx}}{\sigma_{yy}} \tag{3.6}$$

<u>Remarque</u> : la nuance introduite à la relation (3.5b) peut l'être, de la même manière, dans la relation (3.6)

3.2. Domaine de validité des résultats

Pour utiliser la configuration du modèle développé sous CASTEM 2000, il faut considérer une cellule bimatériau au sein du composite. Ceci induit donc les hypothèses suivantes :

- (i) l'influence des matériaux situés loin de l'interface est faible
- (ii) Les épaisseurs des phases (1) et (2) au contact desquels se trouve l'interface considérée doivent être importantes devant la longueur du ligament

3.3. Représentation graphique de la condition de décohésion

A la figure 3.13 sont représentées en fonction du rapport des modules d'élasticité des deux matériaux séparés par l'interface, les valeurs maximales des contraintes d'ouverture interfaciale σ_{rr} (a), de traction maximale dans la fibre σ_{zz} (b), et enfin leur rapport (c).

3.4. Description de la courbe

Les courbes a et b de la figure 3.13 divisent le plan en deux régions :

- (i) la première, en dessous, délimite le domaine des valeurs de σ_i^c et σ_f^c pour lesquelles les conditions (3.4) sont satisfaites.
- (ii) au contraire les secondes, au dessus, délimitent les domaines de valeurs pour lesquelles les conditions ne sont pas satisfaites.

Un calcul analytique simple permet de montrer que les tendances sont correctes.

La courbe
$$\frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{zz}} = f\left(\frac{E_f}{E_m}\right)$$
 divise donc le graphique en les deux régions suivantes (figure 3.14) :

- (i) la première, en dessous, est associée au domaine de $(E_f, E_m, \sigma_i^c, \sigma_f^c)$ pour lequel il y a décohésion en amont de la fissure matricielle
- (ii) la seconde, au-dessus de la courbe, est au contraire associée au domaine pour lequel il n'y a pas décohésion (non-décohésion.)

Chapitre 3 Analyse du champ de contrainte au voisinage d'une interface



C



figure 3.14 : régions de décohésion et de non-décohésion

La courbe présente un maximum pour un rapport E_f/E_m = 3.86 (figure 3.15). Pour ce contraste de matériaux, la capacité à voir apparaître une décohésion est optimale.

Lorsque le rapport des modules tend vers zéro, c'est-à-dire lorsque la fibre devient extrêmement souple, la décohésion devient impossible en amont de la fissure matricielle. Carrère [97, *et al.* 98] avait également montré par une approche énergétique que la déviation d'une fissure le long d'une interface souple/rigide-fissuré est pénalisée en raison du fort contraste entre matériaux.

La décohésion reste au contraire possible quand la fibre devient extrêmement rigide. Cependant pour un rapport de modules E_f/E_m supérieur à 29.2, la décohésion est moins favorisée qu'elle l'était dans le cas d'un bimatériau dont les caractéristiques de part et d'autre de l'interface sont identiques ($E_f = E_m$).

3.5. Validation de la condition (matériau homogène isotrope)

Avant tout, il est important de bien distinguer les cas du matériau homogène et du bimatériau dont les constituants de part et d'autre de l'interface sont identiques (bimatériau homogène). L'interface telle qu'elle est introduite dans le modèle du matériau homogène n'est qu'une ligne particulière (dans la représentation 2D) située à une distance *l* de la pointe de la fissure (figure 3.16a). Dans le second cas de figure, l'interface doit être caractérisée par sa résistance ou sa ténacité propre (figure 3.16b).



figure 3.15 : caractéristiques mécaniques pour que la décohésion soit favorisée et rapport des modules pour lequel la décohésion devient moins favorable que dans le cas particulier $E_f = E_m$



figure 3.16a : matériau homogène. Interface virtuelle en amont de la fissure



La validation sur le cas du matériau homogène a été effectuée précédemment au § 2.3.2 en comparant les contraintes relevées dans les calculs de Cook et Gordon [64], Maugis [00] et Masounave [Dorlot et al. 86] à celles de la présente étude. La condition étant à présent exprimée, les résultats peuvent à nouveau être comparés (Tableau 3.2). Les résultats sont en bon accord.



à la littérature pour un matériau homogène

L'étude de ce cas apparemment simple sera poursuivie dans la suite du chapitre (cf. § 4.1).

3.6. Utilisation de la condition de décohésion

3.6.1. Les caractéristiques des matériaux sont connues

Si les caractéristiques $(E_f, E_m, \sigma_i^c, \sigma_f^c)$ sont toutes connues, il faut simplement introduire dans la condition les rapports des modules et des résistances pour prévoir la décohésion ou la nondécohésion en amont de la fissure matricielle (figure 3.17). Ainsi pour la valeur particulière de E_f/E_m considérée, si $\frac{\sigma_i^c}{\sigma_f^c} < \frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{zz}}$, la décohésion se produira. En revanche si $\frac{\sigma_i^c}{\sigma_f^c}$ se trouve dans la partie supérieure du diagramme, la décohésion ne se produira pas. La rupture de la fibre aura donc lieu si la condition (3.5) n'est pas satisfaite.



<u>figure 3.17</u> : représentation de la condition et prévision de la décohésion en amont de la fissure principale en fonction du rapport des modules et des résistances de la fibre et de l'interface

3.6.2. Méthodes inverses

Les *méthodes inverses* consistent à déduire de résultats expérimentaux (*e.g.* micrographies MEB laissant apparaître le chemin de propagation de fissure) certaines caractéristiques mécaniques manquantes, à partir du mécanisme d'endommagement du matériau envisagé.

Le rapport des modules E_f/E_m et la résistance de la fibre σ_f^c sont supposées connues. La valeur

particulière de la résistance interfaciale σ_i^c pour laquelle

$$\frac{\sigma_i^c}{\sigma_f^c} = \frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{zz}}$$

c'est à dire telle que le rapport σ_i^c / σ_f^c soit situé sur la frontière entre les zones de décohésion et de non-décohésion (figure 3.17), sera notée $\sigma_i^{c^{\dagger}}$.

- Lorsque la décohésion n'est pas observée, $\sigma_i^{c\dagger}$ représente le minimum de la résistance interfaciale *vraie* : $\sigma_i^{c\dagger} \leq \sigma_i^c$.
- Au contraire lorsque la décohésion est observée, σ_i^{c†} représente le maximum de la résistance interfaciale : σ_i^{c†} ≥ σ_i^c. Elle est alors la valeur limite de σ_i^c qui permet d'obtenir une décohésion interfaciale.

Par ailleurs, les résistances interfaciales σ_i^c des couples A/B $(\sigma_{A/B}^c)$ et B/A $(\sigma_{B/A}^c)$ doivent être évidemment identiques :

$$\sigma_i^c = \sigma_{A/B}^c = \sigma_{B/A}^c \tag{3.7}$$

La courbe est non-symétrique (figure 3.13). En effet, le champ de contrainte dépend de la phase dans laquelle se trouve la fissure ; la capacité à voir apparaître une décohésion n'est pas la même selon que la fissure se trouve dans la première ou la seconde phase.

Si l'expérience montre qu'il n'y a déviation dans aucun des deux cas, alors il est possible de minorer la résistance :

$$\sigma_i^c \ge Sup\left(\sigma_{A/B}^{c\dagger}; \sigma_{B/A}^{c\dagger}\right) \tag{3.8}$$

Au contraire, si l'expérience montre qu'il y a toujours déviation de fissure :

$$\sigma_i^c \le Inf\left(\sigma_{A/B}^{c\dagger}; \sigma_{B/A}^{c\dagger}\right) \tag{3.9}$$

Si enfin l'expérience montre qu'il y a une déviation dans un cas (*e.g.* $E_A > E_B$, fissure dans le matériau *B*) et pas dans le second (fissure dans le matériau *A*), alors :

$$\sigma_{B/A}^{c\dagger} \le \sigma_i^c \le \sigma_{A/B}^{c\dagger} \tag{3.10}$$

La figure 3.18 traduit le mode d'utilisation de la condition de décohésion.



<u>figure 3.18</u> : algorithme d'utilisation de la condition de décohésion pour prévoir la décohésion ou la non-décohésion et estimer une valeur limite de la résistance interfaciale

3.6.3. Matériaux anisotropes lamellaires

Bien que le modèle soit fondé sur deux constituants élastiques isotropes, il peut être étendu aux matériaux lamellaires des interphases, *e.g.* pyrocarbone ou nitrure de bore (l'anisotropie s'entendra alors au sens lamellaire).

D'une manière générale, pour qu'un composite ait un caractère anisotrope, il doit être constitué d'une série de couches de nature différente. Ainsi, les structures lamellaires peuvent être assimilées à une superposition de couches de matériaux isotropes. Les phases (1) et (2) du modèle doivent alors

être associées à deux couches (identiques) du matériau lamellaire (bimatériau homogène). Les caractéristiques des matériaux alors retenues sont les modules d'Young dans la direction d'application de l'effort (assimilés aux modules isotropes équivalents).

4. APPLICATION DE LA CONDITION DE DECOHESION

La condition est appliquée à présent à différentes situations observées expérimentalement. Le paragraphe s'organise selon un ordre de complexité croissant dans l'organisation et la structure propre des matériaux.

La condition est d'abord appliquée au bimatériau homogène, puis à des bimatériaux hétérogènes (notamment les CMC sans interphase). Après avoir été élargie aux interphases laminaires (et donc anisotropes), la condition est enfin utilisée pour des matériaux multicouches.

Dans tout le paragraphe, la condition est soit directement appliquée lorsque toutes les caractéristiques mécaniques nécessaires sont connues, soit utilisée pour déterminer des résistances interfaciales. Les valeurs des caractéristiques matériaux utilisées dans les calculs sont regroupées dans les tableaux A4.1 à A42.11 (cf. Annexe 4). Par souci de lisibilité, ces valeurs sont toutefois rappelées à chaque étape. Enfin, les calculs effectués pour appliquer la condition de décohésion sont systématiquement détaillés.

4.1. Matériau homogène isotrope

Le cas du matériau homogène a été évoquée au paragraphe 3.5. Mais l'analyse de ce cas apparemment simple peut être approfondie en étudiant dans quel cas une décohésion (telle qu'elle a été décrite dans le mécanisme choisi) peut apparaître en amont d'une fissure réelle dans un matériau homogène.

Considérons un bimatériau dont les constituants de part et d'autre de l'interface sont identiques $(E_f = E_m)$. Dans cette configuration particulière, la résistance de l'interface est donc égale à la résistance du matériau dans chaque direction (il est isotrope), et donc en particulier égale à la résistance de traction $\sigma_1^c = \sigma_f^c$.

•
$$E_f = E_m \Rightarrow \frac{E_f}{E_m} = 1$$

• $\sigma_i^c = \sigma_f^c \Rightarrow \frac{\sigma_i^c}{\sigma_f^c} = 1$

En fait, on sait que dans un matériau homogène isotrope, la rupture en mode I prédomine sur

(3.11)

les autres. Pour confirmer ceci et valider simplement le condition de décohésion, un calcul basé sur les expressions analytiques de Maugis $[00]^2$ a été choisi. Il consiste à montrer que le rapport des contraintes d'ouverture et de traction (nécessaire à l'application de la condition) reste strictement inférieure à 1 (de manière à ce que la condition de décohésion ne soit pas satisfaite.

La condition de nucléation de fissure en amont de la fissure matricielle réelle s'exprime ainsi par :

$$(3.5a) 1 \le \frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{zz}}$$

 $\sigma_{rr} \geq \sigma_{rr}$

soit encore

Le champ de contrainte dans le repère défini à la figure 3.1 dans le prolongement de la fissure elliptique (y = 0) s'exprime analytiquement par :

(3.3a)
$$(a-b)^2 \left(\frac{\sigma_{xx}}{\sigma_a}\right)_{y=0} = -a^2 + \frac{a|x|}{\sqrt{x^2 - a^2 + b^2}} \left[a - \frac{b^2(a-b)}{x^2 - a^2 + b^2}\right]$$

(3.3b)
$$(a-b)^2 \left(\frac{\sigma_{yy}}{\sigma_a}\right)_{y=0} = b^2 + \frac{a|x|}{\sqrt{x^2 - a^2 + b^2}} \left[a - 2b + \frac{b^2(a-b)}{x^2 - a^2 + b^2}\right]$$

Le rapport des contraintes σ_{xx}/σ_{yy} vaut donc :

$$\left(\frac{\sigma_{xx}}{\sigma_{yy}}\right)_{y=0} = \frac{-a^2 + \frac{a|x|}{\sqrt{x^2 - a^2 + b^2}} \left[a - \frac{b^2(a-b)}{x^2 - a^2 + b^2}\right]}{b^2 + \frac{a|x|}{\sqrt{x^2 - a^2 + b^2}} \left[a - 2b + \frac{b^2(a-b)}{x^2 - a^2 + b^2}\right]}$$
(3.12)

Une série de calcul a été effectuée pour plusieurs rapports b/a en fixant $a = 1 \mu m$. Le rapport de contraintes ainsi exprimé a été tracé dans le prolongement de la fissure (x/a > 1) pour plusieurs rayons de courbure de la pointe (figure 3.19).

Le maximum du rapport des contraintes tend vers 1, en lui restant strictement inférieur (figure 3.20).

En conclusion, quel que soit le rapport des dimensions de l'ellipse b/a, le rapport des contraintes σ_{xx}/σ_{yy} ou σ_{rr}/σ_{zz} dans le repère axisymétrique, est borné et reste strictement inférieur à 1. La condition de décohésion (3.5) n'est donc jamais satisfaite dans un matériau homogène isotrope. En d'autres

² Cf. § 2.2.1



<u>figure 3.19</u> : rapport des contraintes d'ouverture (σ_{xx}) et de traction (σ_{yy}) en fonction de la distance x/adepuis la pointe de la fissure, pour plusieurs rapports b/a (dimensions caractéristiques de la fissure elliptique placée dans le matériau homogène)



<u>fiqure 3.20</u> : maximum du rapport des contraintes d'ouverture (σ_{xx}) et de traction (σ_{yy}) en fonction de la distance x/adepuis la pointe de la fissure, pour plusieurs rapports b/a (dimensions caractéristiques de la fissure elliptique placée dans le matériau homogène)

termes, un matériau homogène isotrope ne peut être rompu dans un plan parallèle à la direction de sollicitation, en amont d'une fissure se propageant perpendiculairement. Ceci est bien conforme à ce qui était attendu et qui est bien connu.

Le rapport σ_i^c / σ_f^c pour un *matériau homogène isotrope* est bien situé dans la région de nondécohésion (figure 3.21). La condition est bien validée pour cet exemple.



figure 3.21 : application de la condition au matériau homogène isotrope

4.2. Bimatériau homogène (constituants identiques)

Il ne s'agit plus d'un matériau homogène massif, mais d'un bimatériau dont les caractéristiques des constituants de part et d'autre de l'interface sont identiques.

•
$$E_f = E_m \implies \frac{E_f}{E_m} = 1$$

• $\sigma_i^c \neq \sigma_f^c$

Ce cas de figure est parfaitement illustré par les multicouches SiC/SiC. L'interphase de ces composites est constituée de 7 à 10 couches de SiC CVD faiblement liées. C'est la résistance de l'interface qui joue un rôle dans la déviation des fissures matricielles. Une interruption volontaire du cycle d'infiltration du renfort fibreux ou un incident lors du dépôt de l'interphase ou de la matrice, peut générer une liaison faible au cœur d'un constituant. Connaissant la résistance de l'interface ainsi créée, il est possible de prévoir la déviation de la fissure.

En se référant à la condition (figure 3.22), le rapport des résistances doit être tel que

$$\frac{\sigma_i^c}{\sigma_f^c} \le 0.46 \tag{3.13}$$

pour qu'il y ait déviation de la fissure le long de cette interface.



figure 3.22 : application de la condition de décohésion à un bimatériau dont les caractéristiques de part et d'autre de l'interface sont identiques

4.3. Bimatériau : matériau composite sans interphase

Avec ce paragraphe débute l'application de la condition de décohésion à des CMC utilisés dans l'industrie et décrits dans la littérature. Après avoir traité le cas trivial d'une résistance interfaciale nulle, une première partie s'attache à comparer le comportement de SiC/SiC, C/C et C/SiC. Le second paragraphe s'intéresse à un exemple plus original : un filament de diamant assimilé à un microcomposite.

4.3.1. Liaison fibre/matrice nulle

Soit un bimatériau dont la liaison entre les deux constituants est nulle. Dans ce cas de figure, on suppose que la résistance interfaciale σ_i^c est nulle. D'après la condition, la décohésion est systématiquement assurée, quel que soit le rapport des modules E_{f}/E_{m} . Ceci est bien conforme aux observations : une fissure est déviée lorsqu'elle se propage vers une interface faible (à plus forte raison si la résistance est nulle).

4.3.2. Comparaison de quelques composites classiques

4.3.2.1. Composite SiC/SiC

Les composites SiC/SiC ont un comportement fragile en l'absence d'interphase (liaison

fibre/matrice forte) ; les fissures ne sont pas déviées [Naslain 93]. Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues pour l'analyse sont les suivantes :

- $E_{SIC_f} = 280 \text{ GPa (Hi-Nicalon)} [*]^3$
- *E*_{*SiC_m*} = 415 GPa [Lamon *et al.* 93, Dalmaz 97]
- $\bar{\sigma}_{SiC_{\ell}}^{c} \approx 1500 \text{ MPa}$

L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface (SiC_{f}/SiC_{m}) conduit à estimer une borne inférieure de la résistance interfaciale :

• Interface (SiC_f/SiC_m)
$$\frac{E_{SiC_f}}{E_{SiC_m}} = 0.68 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{SiC_f}^c} \approx 0.28 \Rightarrow \overline{\sigma}_{SiC_f/SiC_m}^{c\dagger} \approx 420 \text{ MPa}$$

Puisque les SiC/SiC sans interphase présentent un comportement fragile, la résistance de la liaison fibre/matrice est minorée : $\sigma_{SiC_f/SiC_m}^c \ge 420 \text{ MPa}$. Cet ordre de grandeur semble tout à fait raisonnable.

4.3.2.2. Composite C/C

Les mécanismes de fissuration des composites carbone/carbone sont extrêmement complexes. L'endommagement et donc la propagation des fissures n'est pas aussi simple qu'au sein des SiC/SiC. Les fissures peuvent en effet se propager parallèlement aux fibres au sein même de la matrice. Par ailleurs, les décohésions n'interviennent pas toutes le long des interfaces fibre/matrice, mais plutôt à l'intersection des fils [Siron et Lamon 98, Tardif 98].

Toutefois à température ambiante, la contrainte à rupture des C/C est directement liée à celle de la fibre. Puisque des décohésions sont observées le long des fibres de carbone (figure 3.23), la valeur limite de la résistance interfaciale à déterminer sera une borne supérieure.



<u>fiqure 3.23</u> : faciès de rupture d'un composite carbone/carbone : essai de traction à 20°C. Cliché MEB [Mauchin 97]

³ Le signe * désigne des données fabricants ou fournisseurs

Les caractéristiques mécaniques de la fibre (T300 traîtée) sont tirées de l'étude menée par Mauchin [97] :

•	$E_{C_f} =$ 349 ± 20 GPa	[Mauchin 97]
•	$E_{C_m} =$ 40 GPa	[Rand 93, Siron et Lamon 98]

• $\sigma_{C_c}^c = 2645 \pm 558 \text{ MPa}$ [Mauchin 97]

Pour les calculs, seule la valeur moyenne des caractéristiques est retenue. L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface (C_f/C_m) conduit à estimer une borne supérieure de la résistance interfaciale :

• Interface
$$(C_f/C_m)$$
 $\frac{E_{C_f}}{E_{C_m}} = 8.73 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{C_f}^c} = 0.81 \Rightarrow \sigma_{C_f/C_m}^{c^{\dagger}} \approx 2142 \text{ MPa}$

La valeur de σ_i^c calculée est très élevée. Elle représente la valeur de résistance maximale pour que la décohésion ait lieu ($\sigma_i^c < 2.1 \text{ GPa}$). Il n'est pas possible de déterminer une valeur précise de la résistance interfaciale, mais le domaine permettant une décohésion est bien plus important que dans le cas d'un SiC/SiC. Dans un C/C, la décohésion est facilitée sans avoir à moduler les liaisons par l'ajout d'un déviateur, ce qui est d'ailleurs bien conforme aux observations.

4.3.2.3. Composite C/SiC

La procédure de calcul est identique. Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

- $E_{C_f} = 231 \text{ GPa} (T300)$ [*] • $E_{SiC_m} = 415 \text{ GPa}$ [Lamon *et al.* 93]
- $\sigma_{C_f}^c = 3650 \text{ MPa}$ [*]

L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface (C_f/SiC_m) conduit à estimer une valeur limite de la résistance interfaciale :

• Interface (C_f/SiC_m)
$$\frac{E_{C_f}}{E_{SiC_m}} \approx 0.56 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{C_f}^c} = 0.20 \Rightarrow \sigma_{C_f/SiC_m}^{c^{\dagger}} \approx 730 \text{ MPa}$$

Les C/SiC sont comparés au SiC/SiC et au C/C à la figure 3.24. La décohésion est légèrement

plus favorisée que dans le cas des SiC/SiC. Toutefois, les C/SiC n'existent en général pas sous cette forme ; ils contiennent une large interphase de pyrocarbone jouant le rôle d'*amortisseur* de contraintes résiduelles. Le PyC sert en outre de déviateur, permettant de favoriser encore plus la déviation.



figure 3.24 : application de la condition de décohésion aux composites SiC/SiC, C/SiC et C/C

4.3.3. Filament assimilé à un bimatériau

Certains filaments extrêmement rigides ont été développés à l'Université de Bristol pour obtenir des composites très résistants malgré une faible fraction volumique de fibre. Outre un coût encore élevé, les filaments de diamant correspondent à cette attente. Ils sont constitués d'une âme de tungstène recouverte d'un dépôt de diamant (figure 3.25) [Chollon *et al.* 97]. L'intérêt de cet exemple original réside dans le fait que la *matrice* est beaucoup plus rigide que dans la plupart des cas étudiés jusqu'alors. Chaque filament est assimilé à un microcomposite bimatériau de type W/C_{Diamant}.



figure 3.25 : faciès de rupture fragile du filament de diamant [Chollon et al. 97]

Les caractéristiques mécaniques retenues sont les suivantes :

- E_{W_f} = 407 GPa [Lepetitcorps 92]
- *E*_{*Diamant_m*} = 930 GPa [Chollon *et al.* 02]
- $\sigma_{W_c}^c = 300 \text{ MPa}$ [*]

L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface (W_{f} /Diamant_m) conduit à estimer une borne inférieure de la résistance interfaciale :

• Interface (W_f/Diamant_m)
$$\frac{E_{W_f}}{E_{Diamant_m}} = 0.44 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{W_f}^c} = 0.14 \Rightarrow \sigma_{W/Diamant}^{c\dagger} = 42 \text{ MPa}$$

La décohésion n'est absolument pas favorisée (figure 3.26). Ceci est d'ailleurs confirmé par le faciès de rupture (figure 3.25).

Toutefois pour ce bimatériau dont la matrice est extrêmement rigide, des effets dynamiques, non pris en compte par le modèle, sont sans doute à envisager. Après amorçage de la fissure, il pourrait y avoir suffisamment d'énergie pour provoquer une rupture totale du filament.



figure 3.26 : application de la condition de décohésion à un filament de tungstène recouvert de diamant

4.4. Interphases laminaires

Les matériaux laminaires sont constitués d'une superposition de plans atomiques très bien organisés et faiblement liés entre eux. En pratique, il est relativement difficile d'obtenir une structure parfaitement organisée. Toutefois, les plans peuvent s'orienter selon une direction préférentielle.

En raison de leur structure, ces matériaux ont une capacité élevée à dévier les fissures. Les matériaux les plus fréquemment utilisés sont le pyrocarbone et le nitrure de bore. Ces matériaux ont évidemment une structure anisotrope. L'application de la condition de décohésion s'accompagne de l'hypothèse suivante : l'interphase laminaire se ramène en première approximation à un empilement de plans isotropes, faiblement liés entre eux (cf. § 3.6.3).

4.4.1. Pyrocarbone

O C

4.4.1.1. Rappels

Le graphite est (avec le diamant) une des formes cristallines du carbone les plus connues.

Le graphite cristallise dans une structure de type hexagonal (figure 3.27). Les atomes de carbone s'organisent en un système de couches planes de type aromatique, appelés plan de *graphène*. Dans ce plan, la distance entre atomes liés est de 1.42 Å. L'énergie de liaison correspondante est de l'ordre de 520 kJ·mol⁻¹ ; il est intéressant de comparer cette valeur à celle du diamant (350 kJ·mol⁻¹) qui lui est nettement inférieure. Les feuillets s'empilent à une distance de 3.35 Å, et se décalent alternativement d'une demi-période (tableau 3.3 et figure 3.28). Les liaisons entre plans de graphène sont de type Van der Waals et les énergies de liaison sont donc faibles (7 kJ·mol⁻¹). Le module d'Young théorique dans les plans de graphite est de 1050 GPa alors qu'il n'est que de 35 GPa dans la direction orthogonale [Thomas 93]. En pratique, l'écart entre les grandeurs est très largement inférieur [Bobet et Lamon 95].



figure 3.27 : structure du graphite (a) et représentation schématique d'un matériau carboné turbostratique (b)



	РуС
Enchaînement	A/A/A
а	$\sqrt{3}$ × 142 pm
2c	670 pm

figure 3.28 : paramètres de maille

<u>tableau 3.3</u> : caractéristiques de la maille cristallographique du pyrocarbone



<u>fiqure 3.29</u> : représentation schématique de la texture de carbone turbostratiques classés suivant leur aptitude à la graphitisation (et donc inversement aux défauts d'empilement) (d'après Franklin [51])

Le pyrocarbone (ou carbone pyrolytique) est dit graphitique, puisque sa structure est globalement lamellaire comme celle du graphite. En revanche, les distances entre plans sont supérieures dans le cas du PyC. Biscoe et Warren [42] parlent de carbones turbostratiques puisqu'ils présentent des défauts d'empilement (*twist* ou enchaînement des séquences ABAB incorrect), des lacunes, des déformations spatiales... Des domaines cohérents assimilables à des parallélépipèdes

peuvent toutefois être définis. La graphitisation consiste à transformer un carbone turbostratique en un matériau ordonné dont la structure s'approcherait de celle du graphite. La figure 3.29 présente enfin schématiquement la texture de matériaux dont l'aptitude à la graphitisation est fonction du degré d'anisotropie.

<u>Remarque</u>: pour l'étude des matériaux lamellaires, les indices (L ou \parallel) et (T ou \perp) sont respectivement associés à la direction longitudinale et transversale par rapport à l'orientation préférentielle des plans de graphène (figure 3.30).



figure 3.30 : représentation des axes longitudinaux (L ou ||) et transversaux (T ou ⊥)

4.4.1.2. Application de la condition

Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

- $E_{P_{VC_u}}$ = 30 GPa [Bobet et Lamon 95]
- $E_{P_{VC_1}}$ = 12 GPa [Bobet et Lamon 95]
- $\sigma_{P_{VC_{\parallel}}}^{c}$ = 151 MPa [Lebrun 96]
- $\sigma_{PvC_1}^c = ?$

Les données nécessaires à l'application de la condition sont toutes connues, sauf la résistance dans la direction orthogonale aux plans $(\sigma_{P_{VCL}}^{c})$. Cette valeur peut être déduite par méthode inverse.

• Déduction de la résistance à rupture perpendiculairement aux plans de graphène

Une fissure est située au cœur d'une phase de pyrocarbone, orthogonalement à la direction principale des plans de graphène (figure 3.31). La fissure doit évidemment y être déviée.



<u>figure 3.31</u> : fissure située au cœur d'une phase de pyrocarbone orthogonalement à la direction principale des plans de graphène

Une ligne est choisie comme référence au voisinage de la pointe de la fissure. La procédure est donc similaire à celle utilisée pour un bimatériau dont les caractéristiques de part et d'autre de l'interface sont identiques. L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface virtuelle $(PyC_{\parallel}/PyC_{\parallel})$ conduit à :

• Interface
$$(PyC_{\parallel}/PyC_{\parallel})$$
 $\frac{E_{P_{2}C\parallel}}{E_{P_{2}C\parallel}} = 1 \Rightarrow \frac{\sigma_{i}^{c^{\dagger}}}{\sigma_{1}^{c}} = 0.46 \quad \Leftrightarrow \frac{\sigma_{P_{2}C\perp}^{c^{\dagger}}}{\sigma_{P_{2}C\parallel}^{c}} = 0.46 \text{ pour qu'il y ait déviation}$
 $\Leftrightarrow \sigma_{P_{2}C\perp}^{c} \le 151 \times 0.46 = 69.5 \text{ MPa}$

Le PyC étant un bon déviateur [Droillard 93], le mécanisme de décohésion peut se produire. La résistance entre plans de graphène peut donc être majorée : $\sigma_{P_{1}C_{\perp}}^{c} \leq 69.5$ MPa.

Vérification du rôle de fusible mécanique du PyC

L'objectif de cette analyse est de vérifier le résultat précédent. La fissure placée au cœur d'une phase de pyrocarbone est cette fois-ci parallèle à la direction principale des plans de graphène (figure 3.32). Il faut donc à présent montrer que dans cette configuration, la fissure ne peut pas être déviée, c'est-à-dire qu'elle ne peut pas bifurquer pour rompre les plans.



figure 3.32 : fissure située au cœur d'une phase de pyrocarbone orthogonalement à la direction principale des plans de graphène

L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface (PyC_{\perp}/PyC_{\perp}) conduit à :

• Interface (PyC_⊥/PyC_⊥)
$$\frac{E_{PyC\perp}}{E_{PyC\perp}} = 1$$
; $\frac{\sigma_i^c}{\sigma_1^c} = \frac{\sigma_{PyC\parallel}^c}{\sigma_{PyC\perp}^c} \ge \frac{151}{69.5} = 2.17 \ge 0.46$

Il ne peut donc pas y avoir de décohésion. La valeur de résistance $\sigma_{P_{y}C\parallel}^{c}$ déterminée au paragraphe précédent est donc correcte.

• Comparaison à d'autres matériaux carbonés

Les résultats précédents peuvent être appuyés par les travaux de Rappeneau *et al.* [64] sur deux autres matériaux carbonés : le graphique nucléaire et le pyrographite. Le premier tire son nom de son domaine d'application. Il servait en effet à encapsuler les barrettes d'uranium dans les réacteurs nucléaires. C'est un matériau cristallin et relativement isotrope. Le pyrographite est au contraire un matériau lamellaire, encore mieux organisé que le pyrocarbone.

Les résistances respectives de ces deux matériaux sont dans chaque direction

- $\sigma^c_{Gnuc\parallel} = 11.5 \text{ MPa}$ $\sigma^c_{PyG\parallel} = 105 \text{ MPa}$
- $\sigma_{Gnuc\perp}^c = 9.5 \text{ MPa}$ $\sigma_{PyG\parallel}^c = 7.2 \text{ MPa}$ [Rappeneau *et al.* 64]

Comme pour l'étude du pyrocarbone, une fissure est placée perpendiculairement puis parallèlement à l'orientation préférentielle des plans.

Pour le graphite nucléaire, le rapport des résistances permettant d'appliquer la condition est pour chaque configuration :

- $\frac{\sigma_{Gnuc\perp}^c}{\sigma_{Gnuc\parallel}^c} = 0.83 > 0.46$ (fissure perpendiculaire à l'orientation préférentielle)
- $\frac{\sigma_{Gnuc||}^{c}}{\sigma_{Gnuc||}^{c}} = 1.21 > 0.46$ (fissure parallèle à l'orientation préférentielle)

Dans un cas comme dans l'autre, la fissure ne peut pas être déviée. Le matériau n'est effectivement pas un bon déviateur de fissure.

En ce qui concerne le pyrographite, matériau très organisé, les rapports des résistances donnent :

• $\frac{\sigma_{PyG\perp}^c}{\sigma_{PyG\parallel}^c} = 0.07 < 0.46$ (fissure perpendiculaire à l'orientation préférentielle) • $\frac{\sigma_{PyG\parallel}^c}{\sigma_{PyG\parallel}^c} = 14.58 \gg 0.46$ (fissure parallèle à l'orientation préférentielle)

Lorsqu'une fissure est placée perpendiculairement aux plans de pyrographite, elle va être déviée, comme cela était prévisible. Par ailleurs, elle ne peut pas bifurquer lorsqu'elle se propage parallèlement aux plans.

Ces résultats sont regroupés à la figure 3.33. Le graphite nucléaire (matériau faiblement organisé) et le pyrographite (très fortement orienté) encadrent bien les résultats obtenus avec le pyrocarbone (à la structure bien organisée). Cette analyse permet en outre de valider l'application de la condition aux phases anisotropes lamellaires.



figure 3.33 : application de la condition de décohésion au pyrocarbone

4.4.1.3. Influence de l'orientation des plans de graphène

L'orientation des plans de graphène varie fortement selon les modes d'élaboration (figure 3.29).



<u>figures 3.34</u> : représentations schématiques déduites d'observations MET-HR des zones interfaciales fibre/matrice de composites 2D-SiC(O)/C/SiC élaboré par CVI avec une interphase de pyrocarbone d'environ 0.1 µm d'épaisseur (d'après Naslain [93])

Comme cela a été rappelé, il est très difficile d'obtenir une orientation des plans de graphène parfaitement parallèle à la fibre (figure 3.34). En général, l'orientation des plans varie selon la nature du pyrocarbone. Cette fluctuation d'angle θ aura une influence évidente sur le rôle de déviateur du matériau lamellaire (figure 3.35).



figure 3.35 : orientation du pyrocarbone en face de la fissure



Plusieurs modes de propagation de fissure sont envisagés (figure 3.36).

Le mode de propagation (a) a *a priori* peu de chance de se produire ; les effets dynamiques ne sont pas pris en compte. De même, l'analyse a montré que la déviation le long de l'interface interphase/matrice (souple/rigide) (c) était moins favorisée qu'au cœur même de l'interphase [Droillard 93] (figure 1.7). Le mode de déviation (b) peut se produire par le mécanisme envisagé si et seulement si le champ de contrainte en amont de la fissure matricielle permet de séparer les plans.

Pour simplifier les notations et éviter les confusions dans les changements de repère, on considère l'expression de la condition en repère cartésien :

(3.5b)
$$\frac{\sigma_i^c}{\sigma_f^c} \le \frac{\sigma_{xx}}{\sigma_{yy}}$$

Il y aura décohésion en amont de la fissure matricielle si $\sigma_{P_{y}C\perp}^{c} \leq \sigma_{rr}$ et $\sigma_{P_{y}C\parallel}^{c} = \sigma_{\theta\theta}$:

$$\frac{\sigma_{PyC\perp}^{c}}{\sigma_{PyC\parallel}^{c}} \leq \frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{\theta\theta}}$$

où $\sigma_{_{PyC\perp}}^c$ est la résistance du PyC perpendiculairement au feuillets, $\sigma_{_{PyC\parallel}}^c$ la résistance du PyC dans la

direction des feuillets, σ_{rr} la contrainte d'ouverture entre plans dans le repère local défini à la figure 3.37, $\sigma_{\theta\theta}$ la contrainte de traction dans la direction des plans.



figure 3.37 : repère polaire local déduit du repère cartésien par une rotation autour de l'axe z

Le changement de base par rotation autour de l'axe *z* induit l'expression des contraintes dans le repère polaire local :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{rr} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{\thetaz} \\ \sigma_{rz} \\ \sigma_{rz} \\ \sigma_{r\theta} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c^{2} & s^{2} & 0 & 0 & 0 & 2cs \\ s^{2} & c^{2} & 0 & 0 & 0 & -2cs \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c & -s & 0 \\ 0 & 0 & 0 & s & c & 0 \\ -cs & cs & 0 & 0 & 0 & c^{2} - s^{2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix}$$
(3.14)
$$\Rightarrow \begin{cases} \sigma_{rr} = c^{2}\sigma_{xx} + s^{2}\sigma_{yy} + 2cs\sigma_{xy} \\ \sigma_{\theta\theta} = s^{2}\sigma_{xx} + c^{2}\sigma_{yy} - 2cs\sigma_{xy} \\ \sigma_{r\theta} = -cs\sigma_{xx} + cs\sigma_{yy} + (c^{2} - s^{2})\sigma_{xy} \end{cases}$$
(3.15)

avec $c = \cos \theta$ et $s = \sin \theta$.

La condition de décohésion dans le repère local s'écrit en fonction du champ de contrainte dans le repère cartésien :

$$\frac{\sigma_{PyC\perp}^{c}}{\sigma_{PyC\parallel}^{c}} \leq \frac{c^{2}\sigma_{xx} + s^{2}\sigma_{yy} + 2cs\sigma_{xy}}{s^{2}\sigma_{xx} + c^{2}\sigma_{yy} - 2cs\sigma_{xy}}$$
(3.16)

Cette formulation dépend non seulement des contraintes σ_{xx} et σ_{yy} , mais aussi de la contrainte de cisaillement σ_{xy} .

L'analyse du sens de variation de $f(\theta) = \frac{c^2 \sigma_{xx} + s^2 \sigma_{yy} + 2cs \sigma_{xy}}{s^2 \sigma_{xx} + c^2 \sigma_{yy} - 2cs \sigma_{xy}} - \frac{\sigma_{PyC\perp}^c}{\sigma_{PyC\parallel}^c}$ en fonction des

résistances du PyC et des contrainte induites, permet de prévoir l'influence de la fluctuation de l'angle

 θ (mesurable sur clichés MET) sur la déviation des fissures.

4.4.2. Nitrure de Bore

4.4.2.1. Rappels

La structure du nitrure de bore (BN- α) est proche de celle du graphite (figure 3.38 et tableau 3.4). Elle est également lamellaire. Chaque plan est constitué d'hexagones B₃N₃, les atomes de bore, alternant avec ceux d'azote. En revanche, contrairement au graphite, les plans sont directement superposables, en respectant toutefois une alternance des atomes B/N.

L'énergie de liaison des atomes dans un plan est de l'ordre de 635.97 kJ·mol⁻¹, alors qu'entre plans elle est seulement de 16.74 kJ·mol⁻¹. La microstucture du BN peut présenter les même défauts que le pyrocarbone, induisant une grande variété de formes, et par conséquent des propriétés mécaniques variables. BN possède enfin une meilleure résistance à l'oxydation que le PyC (850°C contre 500°C)

Au vu de sa structure lamellaire et de ses propriétés, il est intéressant de disposer d'un dépôt de BN, feuillets parallèles à la surface de la fibre. Mais le nitrure de bore s'organise très difficilement dans cette structure hexagonale. Elle s'obtient en effet après traitement thermique aux environs de 2000°C [Thomas *et al.* 63] ou à une température inférieure mais sous forte pression (> 200 MPa) [Lipp *et al.* 89]. Mais ces températures et ces pressions sont incompatibles avec la stabilité thermique et la résistance mécanique des fibres.



	BN
Enchaînement	A/B/A
а	√3 ×145 pm
20	666 pm

<u>tableau 3.4</u> : caractéristiques de la maille cristallographique du nitrure de bore (cf. figure 4.22)

4.4.2.2. Application de la condition

L'objectif de ce paragraphe est d'une part de valider à nouveau la condition et d'autre part de

l'appliquer à certaines interphases de nitrure de bore. Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

• $E_{BNaniso_{\parallel}}$ = 68 GPa	[Lipp et al. 89]
• $E_{BNaniso_{\perp}}$ = 44 GPa	[Lipp et al. 89]
• E_{BNiso} = 24 GPa (BN _{CVD})	[Galasso 91]

- σ_{BNiso}^{c} = 60 MPa (BN_{iso} non-CVD) [Lipp et al. 89]
- $\sigma^c_{BNaniso_{\parallel}}$ = 115 GPa [Lipp et al. 89]
- $\sigma^c_{BNaniso_{\perp}}$ = 50 GPa [Lipp et al. 89]

Ces dernières caractéristiques ont été obtenues sur du BN anisotrope obtenu par voie solide (frittage) [Lipp *et al.* 89]. Ce mode d'élaboration donne une orientation préférentielle aux plans de BN. Même si les valeurs sont différentes dans le cas d'un BN élaboré par CVD, ces premières valeurs donnent une bonne une tendance. Plusieurs cas de figure sont analysés.

• BN isotrope

Le matériau homogène ne peut servir de déviateur. Il ne permet pas de décohésion en amont de la fissure matricielle (cf. § 4.1).

• BN anisotrope

- BN anisotrope (||)

La fissure est placée au cœur d'une phase de nitrure de bore anisotrope, orthogonalement à la direction principale des plans (figure 3.31). L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface ($BN_{\parallel}/BN_{\parallel}$) conduit à :

• Interface
$$(BN_{\parallel}/BN_{\parallel})$$
 $\frac{E_{_{BN\parallel}}}{E_{_{BN\parallel}}} = 1 \Rightarrow \frac{\sigma_i^c}{\sigma_1^c} = \frac{\sigma_{_{BN\perp}}^c}{\sigma_{_{BN\parallel}}^c} = \frac{50}{115} = 0.43 \le 0.46$

Ce matériau est effectivement un bon déviateur de fissure, comme cela a été observé par Rebillat [96].

- <u>BN anisotrope</u> (⊥)

Soit une fissure placée au cœur d'une phase de BN anisotrope, parallèlement à la direction principale des plans (figure 3.32). Il convient donc à présent de montrer que dans cette configuration la fissure ne peut être déviée, ainsi que cela a été observé par Le Gallet [01] (figure 3.39).



<u>figure 3.39</u> : fissure se propageant entre les plans de nitrure de bore (d'après La Gallet [01])

L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface (BN $_{\perp}/BN_{\perp}$) conduit à :

• Interface
$$(BN_{\perp}/BN_{\perp})$$
 $\frac{E_{BN\perp}}{E_{BN\perp}} = 1 \Rightarrow \frac{\sigma_i^c}{\sigma_1^c} = \frac{\sigma_{BN\parallel}^c}{\sigma_{BN\parallel}^c} = \frac{115}{50} = 2.3 \ge 0.46$

Il ne peut donc pas y avoir de décohésion.

Dans ces deux configurations, les prévisions sont en accord avec les observations [Lipp et al. 89].

• BN isotrope/BN anisotrope

Le nitrure de bore est intéressant du point de vue de la protection du renfort contre l'oxydation. Il est toutefois très difficile d'en obtenir sous une forme cristallisée sur une épaisseur importante. Du BN amorphe, directement déposé sur la fibre, ne pourrait jouer le rôle de déviateur en raison de sa forte isotropie. L'interphase BN développée par Rebillat [96] permet de contourner ce problème. Le mode d'élaboration de l'interphase est le suivant. Après un premier dépôt de BN amorphe sur la fibre, les conditions d'élaboration de l'interphase sont modifiées afin de déposer du BN sous une nouvelle forme, cristallisée à présent (figure 3.40). En plus de créer une nouvelle interface, la nouvelle phase est susceptible de dévier les fissures avant qu'elles ne l'atteignent.



<u>figure 3.40</u> : fissure située au cœur d'une phase de BN isotrope recouvert de BN anisotrope

L'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface (BN_{iso}/BN_{aniso}) conduit à :
• Interface
$$(BN_{iso}/BN_{aniso}\|) = \frac{E_{BNiso}}{E_{BNaniso_{\parallel}}} = 0.35 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{BN_{so}}^c} = 0.1 \Rightarrow \sigma_{BNiso/BNaniso_{\parallel}}^{c\dagger} = 6.0 \text{ MPa}$$

Une résistance interfaciale inférieure à 6 MPa est nécessaire pour obtenir la décohésion. Une telle valeur entre des matériaux de même nature chimique peut être obtenue, comme le confirment les travaux de Rebillat [96] qui a observé une déviation entre une couche de BN Amorphe et une couche de BN cristallisé. Le champ de contraintes d'ouverture de l'interface en amont de la fissure matricielle permet de dévier la fissure le long de l'interface BN_{*iso*}/BN_{*aniso*}. En fait, c'est surtout la structure lamellaire de la phase cristallisée qui jouera le rôle de déviateur. La seconde phase, contre la fibre, renforcera la protection contre l'oxydation⁴.

Les résultats sont regroupés à la figure 3.41.



figure 3.41 : application de la condition à l'interphase de BN

4.5. Matériau composite avec interphase

4.5.1. Composite SiC/PyC/SiC

La condition est appliquée aux interfaces fibre/interphase et interphase/matrice, et aussi au cœur de l'interphase en supposant pour l'application du modèle une interface virtuelle comme cela a déjà été fait (cf. § 4.2) (figure 3.42).

⁴ Rebillat, communication personnelle



Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

• E_{SiC_f} = 280 GPa (Hi-Nicalon)	[*]	
• <i>E</i> _{<i>SiC_m</i>} = 415 GPa	[Delmaz 97]	
• $E_{PyC_i} = 30 \text{ GPa}$	[Bobet et Lamon 95]	
• $\bar{\sigma}^{c}_{SiC_{f}} \approx 3000 \text{ MPa}$	$\overline{\sigma}^{c}_{\scriptscriptstyle{SiC_{f}}}pprox$ 2800 MPa	[Shimoo <i>et al.</i> 01]
	$ar{\sigma}^{c}_{\scriptscriptstyle{SiC_{f}}}pprox$ 3000 MPa	[Shimoo <i>et al.</i> 02]
	$\bar{\sigma}^{c}_{SiC_{\ell}} \approx 3050 \text{ MPa}$	[Chollon <i>et al.</i> 97]

L'application de la condition de décohésion au niveau de chaque interface conduit à :

Interface 1	(PyC _i /SiC _m)	$\frac{E_{PyC_i}}{E_{SiC_m}} = 0.07 \implies$	$\frac{\sigma_i^{c\gamma}}{\sigma_{PyC_{i,\parallel}}^c} = 0.01$	$\Rightarrow \sigma^{c\dagger}_{PyC_lSiC_m}$ = 0.3 MPa
• Interface 2	(PyC _i /PyC _i)	$\frac{E_{PyC_i}}{E_{PyC_i}} = 1 \qquad \Longrightarrow \qquad$	$\frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{PyC_{i,\parallel}}^c} = 0.46$	$\Rightarrow \sigma^{c\dagger}_{P_{\mathcal{Y}}C_{i}/P_{\mathcal{Y}}C_{i}}$ = 69.5 MPa
Interface 3	(SiC _/ /PyC _i)	$\frac{E_{SiC_f}}{E_{PyC_i}} = 9.33 \implies$	$\frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{SiC_f}^c} = 0.79$	$\Rightarrow \sigma^{c\dagger}_{{\scriptscriptstyle S\!i}{\scriptscriptstyle C_f} {}^{\prime}{\scriptscriptstyle P\!y}{\scriptscriptstyle C_i}}$ =2.2 GPa

La déviation a peu de chance de se produire le long de la première interface (i.e. souple/rigide fissuré) comme cela avait été souligné par les travaux de Droillard [93] (cf. figure 1.7). En revanche la décohésion est beaucoup plus favorisée au voisinage de la fibre. Elle peut enfin se produire au sein de l'interphase puisque la résistance entre plans de graphène y est inférieure à 69.5 MPa (cf. § 4.4.1.2).

La déviation la plus facile est possible à l'interface fibre/interphase. L'augmentation de σ_i^c peut favoriser la déviation au cœur de l'interphase, ainsi que cela a été observé expérimentalement [Droillard 93] (figure 3.43). Celle-ci peut-être prédite par le modèle à condition que l'on connaisse les résistances respectives des interfaces 2 et 3. La condition montre qu'en augmentant la liaison à l'interface fibre/interphase, la déviation au cœur de l'interphase peut se produire. Cette situation qui a été observée avec les composites SiC/SiC renforcés par des fibres dont on avait traité la surface, est donc prédite par le modèle. Le modèle permet de tenir compte de l'intensité de la liaison des diverses interfaces présentes en amont de la fissure.



figure 3.43 : application de la condition de décohésion au matériau composite SiC/PyC/SiC

4.5.2. Interphases séquencées à base de BN et BN(Si)

Le Gallet [01] a développé des SiC/SiC à interphase séquencées (BN et SiC). Son analyse révèle deux cas de figures intéressants selon la nature des phases : soit le minicomposite présente une rupture fragile, soit au contraire la fissure est déviée le long des interfaces. Les observations associées à la condition de décohésion permettent de déterminer des résistances interfaciales et de confirmer les résultats des analyses physico-chimiques menées par ailleurs.

4.5.2.1. Interphase séquencée : BN(Si)/SiC/BN cristallisé

Le premier matériau développé est un SiC(Hi-Nicalon)/BN(Si)/SiC/BN_{cristallisé}/SiC.

Après un essai de traction à température ambiante, le faciès de rupture observé montre une déviation près de la fibre (figure 3.44).



figure 3.44 : faciès de rupture d'un minicomposite SiC/BN(Si)/SiC/BNcristallisé/SiC [Le Gallet 01]

Les phases BN contre la fibre et la matrice ne jouent donc pas leur rôle de déviateur de fissure. En fait, la liaison fibre/interphase est renforcée par la présence de silicium dans cette seconde phase ; la liaison fibre(SiC)/BN(Si)⁵ est en effet plus forte qu'une liaison fibre(SiC)/BN.

En revanche la phase BN la plus éloignée de la fibre aurait dû jouer le rôle de fusible mécanique. La décohésion aurait dû y être favorisée en raison du renforcement de l'interface suivante. Mais les liaisons chimiques entre l'interphase et la matrice sont trop fortes. Une analyse MET de la seconde phase BN a finalement révélé qu'il s'agissait de nitrure de bore amorphe et donc non-anisotrope [Le Gallet 01].

La condition telle qu'elle a été établie ne permet de déduire que des valeurs limites (borne supérieure ou inférieure) de la résistance interfaciale (figure 3.18). Elle ne permet en aucun cas de déduire précisément la nature des phases en présence par les méthodes inverses. Toutefois, il est intéressant de confronter les résultats des analyses physico-chimiques à la condition, et de voir si certaines tendances peuvent être décelées. Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

•	E_{SiC_f} = 280 GPa (Hi-Nicalon)	[*]

[Lipp <i>et al.</i> 89]
[Galasso 91]
[Heurtevent 96]
[Rebillat, communication personnelle]
[Marion 93]
[Lipp <i>et al.</i> 89]
[Lipp <i>et al.</i> 89]
[Lipp <i>et al.</i> 89]
[Chollon <i>et al.</i> 97, Shimoo <i>et al.</i> 02]
[Lamon <i>et al.</i> 93]
[Pasquier 97]

[Rebillat, communication personnelle]

L'application de la condition de décohésion au niveau de chaque interface conduit à :

• $\sigma_{BN(Si)}^c > 150 \text{ MPa}$

⁵ BN dopé au silicium

• <u>Interface 1</u> (BN_{aniso}/SiC_m) $\frac{E_{BNaniso_{\parallel}}}{E_{SiC_{m}}} = 0.16 \Rightarrow \frac{\sigma_{i}^{c\dagger}}{\sigma_{BNaniso_{\parallel}}^{c}} = 0.02 \Rightarrow \sigma_{BNaniso_{\parallel}/SiC_{m}}^{c\dagger} = 3.6 \text{ MPa}$

La décohésion n'est pas favorisée le long de l'interface mais devrait l'être au sein de la phase cristallisée.

En fait
$$(BN_{iso}/SiC_m)$$
 $\frac{E_{BNiso}}{E_{SiC_m}} = 0.07 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{BNiso}^{c}} = 0.01 \Rightarrow \sigma_{BNiso/SiC_m}^{c^{\dagger}} = 0.06 \text{ MPa}$

La présence de BN amorphe réduit la possibilité de dévier les fissures à l'interface. En outre, la décohésion n'apparaîtra pas non plus dans la phase homogène.

• Interface 2 (SiC_i/BN_{aniso}) $\frac{E_{SiC_i}}{E_{BNaniso_{\parallel}}} = 4.12 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{SiC_i}^c} = 0.99 \Rightarrow \sigma_{SiC_i/BNaniso_{\parallel}}^{c^{\dagger}} = 124-266 \text{ MPa}$ En fait (SiC_i/BN_{iso}) $\frac{E_{SiC_i}}{\sigma_{SiC_i}} = 8.75 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{SiC_i}} = 0.81 \Rightarrow \sigma_{SiC_i/BN_{iso}}^{c^{\dagger}} = 100.4-215.5 \text{ MPa}$

En fait (SiC_i/BN_{iso})
$$\frac{E_{SiC_i}}{E_{BNiso}} = 8.75 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{+}}{\sigma_{SiC_i}^{c}} = 0.81 \Rightarrow \sigma_{SiC_i/BNiso}^{c\dagger} = 100.4-215.5 \text{ MPa}$$

La possibilité de déviation semble moins favorable en présence de BN isotrope.

• Interface 3 (BN(Si)/SiC_i)
$$\frac{E_{BN(Si)}}{E_{SiC_i}} > 0.24 \Rightarrow \frac{\sigma_i^c}{\sigma_{BN(Si)}^c} = 0.05 \Rightarrow \sigma_{BN(Si)/SiC_i}^{c\dagger} = 7.5 \text{ MPa}$$

La possibilité de déviation est faible, sauf évidemment si la liaison est très faible.

• Interface 4 (SiC_f/BN(Si))
$$\frac{E_{SiC_f}}{E_{BN(Si)}} < 4.11 \Rightarrow \frac{\sigma_i^c}{\sigma_{SiC_f}^c} = 0.99 \Rightarrow \sigma_{SiC_f/BN(Si)}^{c\dagger} = 2970 \text{ MPa}$$

Les déviations sont favorisées le long de la fibre ce qui est en accord avec les observations. La condition permet de montrer que la présence de BN isotrope (outre sa structure non-lamellaire) défavorise effectivement la déviation des fissures.

4.5.2.2. Interphase séquencée : BN(Si)/BN cristallisé

Le second matériau à être soumis aux essais mécaniques est un SiC(Hi-Nicalon)/BN(Si)/BN cristallisé/SiC. Le faciès de rupture présente un déchaussement des fibres caractéristique du comportement endommageable du matériau. Il traduit une liaison fibre/interphase faible. (figure 3.45).



figure 3.45 : décohésion le long de l'interface fibre/interphase d'un BN(Si)/BN_{cristallise}/SiC [Le Gallet 01]

L'analyse par SEA⁶ a montré que la décohésion avait lieu à l'interface fibre/BN(Si). Alors que comme précédemment la liaison fibre BN(Si) aurait dû être particulièrement forte, l'effet couplé du traitement thermique post-élaboration et de l'exposition à l'air de la seconde couche de BN est sans doute responsable de l'affaiblissement [Le Gallet 01].

Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

	······	
•	$E_{BN(Si)} > E_{BN}$ (68 GPa)	[Rebillat, communication personnelle]

[*]

- *E*_{*BNaniso*₁₁} = 68 GPa [Lipp *et al.* 89]
- *E*_{*SiC_m*} = 430 GPa [Marion 93]

• $E_{SiC_{\ell}}$ = 280 GPa (Hi-Nicalon)

• $\sigma^{c}_{BNaniso_{\parallel}}$ = 150 MPa	[Lipp <i>et al.</i> 89]
• $\sigma^c_{\scriptscriptstyle BN(Si)}$ > 150 MPa	[Rebillat, communication personnelle]
• $\overline{\sigma}^c_{SiC_f}$ = 3000 MPa	[Chollon <i>et al.</i> 97, Shimoo <i>et al.</i> 02]
• $\sigma_{SiC_m}^c$ = 228-339 MPa	[Lamon <i>et al.</i> 93]

L'application de la condition de décohésion au niveau de chaque interface conduit à :

Interface 1	(BN _{aniso} /SiC _m)	$\frac{E_{BNaniso_{\parallel}}}{E_{SiC_m}} = 0.16 \Rightarrow $	$rac{{\sigma_i^{c\dagger}}}{{\sigma_{_{BNaniso_{\parallel}}}^{c}}}$ = 0.02 \Rightarrow $\sigma_{_{BNaniso_{\parallel}/SiC_{m}}}^{c\dagger}$ = 3.6 MPa
Interface 2	(BN(Si)/BN _{aniso})	$\frac{E_{BN(Si)}}{E_{BNaniso_{\parallel}}} > 1.00 \Rightarrow $	$\frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{BN(Si)}^c} = 0.46 \implies \sigma_{BN(Si)/BNaniso_{\parallel}}^{c\dagger} > 69.0 \text{ MPa}$
Interface 3	(SiC _/ /BN(Si))	$\frac{E_{SiC_f}}{E_{BN(Si)}} < 22.06 \Rightarrow $	$\frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\overline{\sigma}_{SiC_f}^c} = 0.51 \implies \overline{\sigma}_{SiC_f/BN(Si)}^{c^{\dagger}} = 1530 \text{ MPa}$

La décohésion semble plus facile au voisinage de la fibre, ce qui est en accord avec les observations. Le faciès de rupture d'un matériau permet d'éclairer la qualité des liaisons (faible ou forte) et donc la nature des phases en présence. Par ailleurs, il semble que la condition permette de souligner les tendances issues des analyses physico-chimiques. L'analyse menée à partir des constituants supposés comparée à celle menée avec les phases détectées par analyse MET ou SEA, le confirme en tous cas.

⁶ SEA : Spectrométrie d'Electrons Auger

4.5.3. Déviations et rebranchements

Dans le composite SiC/(BN_{25}/SiC_{25})₁₀/SiC développé par Bertrand [98] l'interphase est constituée de 10 séquences BN/SiC. L'indice 25 précise l'épaisseur en nanomètres de chaque phase. Par convention de dénomination, c'est une couche de BN qui a été déposée en premier le long de la fibre. Ponctuellement, l'interphase permet de dévier les fissures (figure 3.46). Il est ici intéressant d'étudier pourquoi la déviation a préférentiellement lieu à certaines interfaces seulement et pas à toutes. Une explication du phénomène de rebranchement peut également être proposée.





<u>figure 3.46</u> : observation MEB [Bertrand 98] montrant les chemins de fissuration au sein d'un composite multicouche SiC/(BN₂₅/SiC₂₅)₁₀/SiC et détail de la déviation de fissure

Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

• <i>E</i> _{<i>SiC</i>_{<i>m</i>}} = 415 GPa	[Lamon et al. 93]
---	-------------------

• *E*_{*BN_i*} = 24 GPa [Galasso 91]

• E_{SIC} = 280 GPa (SiC_{CVD}) [Heurtevent 96]

- *E*_{*SiC*_{*ℓ*}} = 280 GPa [*]
- $\sigma_{SiC_{m}}^{c} = 228-339 \text{ MPa}$ [Lamon *et al.* 93]
- $\sigma_{BN_i}^c = 115 \text{ MPa}$ [Lipp *et al.* 89]
- $\sigma_{SiC_i}^c = 124-266 \text{ MPa } (SiC_{ICVI m})$ [Pasquier 97]
- $\overline{\sigma}_{t}^{c} \approx 3000 \text{ MPa}$ [Chollon *et al.* 97, Shimoo *et al.* 02]

L'application de la condition de décohésion au niveau de chaque interface conduit à :

• Interface 1 (SiC_i/SiC_m)
$$\frac{E_{SiC_i}}{E_{SiC_m}} = 0.67$$
 $\Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{SiC_i}^c} = 0.27$ $\Rightarrow \sigma_{SiC_i/SiC_m}^{c\dagger} = 33.5-71.8$ MPa

• Interface 2, 4,...,20 (BN_i/SiC_i)
$$\frac{E_{BN_i}}{E_{SIC_i}} = 0.06 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{BN_i}^{c}} = 0.01 \Rightarrow \sigma_{BN_i/SiC_i}^{c\dagger} = 1.15 \text{ MPa}$$

• Interface 3, 5,...,19 (SiC_i/BN_i)
$$\frac{E_{SiC_i}}{E_{BN_i}} = 17.29 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{SiC_i}^{c}} = 0.56 \Rightarrow \sigma_{SiC_i/BN_i}^{c\dagger} = 69.4-149.0 \text{ MPa}$$

• <u>Interface 21</u> (SiC_f/BN_i) $\frac{E_{SiC_f}}{E_{BN_i}} = 11.67 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{SiC_f}^{c^{\dagger}}} = 0.69 \Rightarrow \sigma_{SiC_f/BN_i}^{c^{\dagger}} = 2070 \text{ MPa}$

Le cliché MEB montre une déviation le long de la fibre. La décohésion le long de la dernière interface est en effet favorisée comme l'indique la condition (figure 3.47). La résistance $\sigma_{SlC_f/BN_i}^{c\dagger}$ est donc bien entendu un maximum. La décohésion est possible dans l'interphase, plus facilement aux interfaces SiC_i/BN_i qu'aux interfaces BN_i/SiC_i. Ces résultats sont en accord avec les observations (figure 3.46).



figure 3.47 : application de la condition de décohésion à une petite fissure située dans un composite SiC/(BN/SiC),/SiC

Il faut alors se demander pourquoi les fissures ne sont pas déviées au niveau de <u>toutes</u> les interfaces. Le mécanisme envisagé suppose qu'il y a décohésion à l'interface s'il n'y a pas rupture de la phase suivante, *i.e.* si $\sigma_{SiC_i/BN_i}^c \ge \sigma_{SiC_i}^c$. Les résistances sont de $\sigma_{SiC_i/BN_i}^c = 69.4$ -149.0 MPa et $\sigma_{SiC_i}^c = 124$ -266 MPa. Il y a une grande dispersion des contraintes à rupture, et un *recouvrement* des intervalles de résistance est donc à noter (figure 3.48). Selon la résistance de chaque phase et de chaque interface, la décohésion n'aura lieu qu'en certains points. C'est pourquoi il n'y a pas nécessairement rupture de toutes les phases ou déviation à toutes les interfaces.



figure 3.48 : domaine de recouvrement des résistances critique de l'interface SiC_i/BN_i et de la phase de SiC_i

Par ailleurs, les essais se font à chargement croissant. Le *rebranchement* peut s'interpréter comme la rupture fragile en tension d'une couche dans un champ de contraintes important induit par la présence d'une décohésion à l'interface avec la couche précédente.

4.6. Matrices séquencées

4.6.1. Séquençage à base du ternaire Si-B-C

Soit un composite à matrice séquencée à base du ternaire Si-B-C. Trois phases principales composent le séquençage. Elles sont notées X (à base de Si-C), Y (à base de Si-B-C) et Z (à base de B-C). Les micrographies montrent qu'aucune décohésion n'est observée avant l'interphase de pyrocarbone qui recouvre la fibre (figure 3.49).





<u>figure 3.49</u> : faciès de rupture du matériau et chemin de propagation de la fissure matricielle (clichés F. Pailler et Snecma)

Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

- $E_{\chi} = 430 \text{ GPa}^7$
- *E_y* ≈ 375 GPa

⁷ Communications personnelles

- E_z = 448 GPa
- $\sigma_X^c = 228-339 \text{ MPa}$
- $\sigma_y^c \approx 850 \text{ MPa}$
- $\sigma_z^c = 303 \text{ MPa}$

L'application de la condition de décohésion au niveau de chaque interface conduit à :

Interface 1	(X/Y)	$\frac{E_X}{E_Y} = 1.15$	$\Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_X^c} = 0.55$	$\Rightarrow \sigma_{\scriptscriptstyle X/Y}^{\scriptscriptstyle c\dagger}$ = 125-186 MPa
Interface 2	(Y/X)	$\frac{E_{Y}}{E_{X}} = 0.87$	$\Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_Y^c} = 0.40$	$\Rightarrow \sigma^{c\dagger}_{_{Y/X}}$ = 340 MPa
Interface 3	(X/Z)	$\frac{E_x}{E_z} = 0.95$	$\Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_z^c} = 0.49$	$\Rightarrow \sigma^{c\dagger}_{\scriptscriptstyle X/Z}$ = 149 MPa
Interface 4	(Z/X)	$\frac{E_Z}{E_X} = 1.04$	$\Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_X^c} = 0.45$	$\Rightarrow \sigma^{c\dagger}_{\scriptscriptstyle Z/X}$ = 103-153 MPa

Les déviations de fissure n'étant pas observées (figure 3.50), on peut penser que les liaisons entre couches sont fortes et supérieures aux valeurs de σ_i^c estimées ci-dessus. Seul l'ajout d'un déviateur entre ces phases permettrait d'améliorer le comportement mécanique du matériau.

Cette conclusion est appuyée par les travaux de Farizy [02]. Contrairement aux exemples précédents, des déviations entre plusieurs phases ont été observées. La présence de carbone a été décelée le long de ces interfaces.



figure 3.50 : application de la condition de décohésion au séquençage Si-B-C

4.6.2. Microcomposite SiC(SCS-6)/SiC assimilé à un multimatériau

La fibre de SiC SCS-6 est constituée d'une âme de carbone recouverte de plusieurs couches de SiC [Ning et Pirouz 93] (figure 3.51). Un microcomposite SiC(SCS-6)/SiC a été étudié par Dartigues [01]. Soumis à un essai de traction, il se comporte comme un matériau séquencé, présentant deux sites de déviation de fissure (figures 3.52 et 3.53). L'objectif de ce paragraphe est d'analyser le phénomène à partir de la condition et des données recueillies.

Les caractéristiques mécaniques (modules d'Young et résistances) retenues sont les suivantes :

- $E_{SiC_m} \approx 250\pm 5$ GPa [Chollon et Dartigues 02]
- $E_{P_{VC_{rec}}} = 30 \text{ GPa}$ [Lamon et Bobet 95, Marion 93]
- *E*_{*SiC*, *c*} = 141-215 GPa [Satish 96]
- $E_{SiC_{2,c}} = 220-310 \text{ GPa}$ [Satish 96]
- $E_{SiC_{1,\ell}} = 315-405 \text{ GPa}$ [Satish 96]
- $E_{SiC_{4,6}} = 413 \pm 40 \text{ GPa}$ [Satish 96]
- $E_{P_{YC_{1,\ell}}} = 30 \text{ GPa}$ [Lamon et Bobet 95, Marion 93]
- $E_{C_{\ell}} = 45 \pm 1 \text{ GPa}$ [Baudou 99]



<u>figure 3.51</u> : représentation schématique de la section transverse de la fibre (d'après Ning et Pirouz [93])



<u>figure 3.52</u> : cliché MEB d'un microcomposite constitué d'une fibre SCS-6 recouverte de PyC-CVD. Il présente après essai une double décohésion le long de la fibre et le long de l'âme de carbone [Dartigues 01]



figure 3.53 : courbe contrainte/déformation d'essai de traction sur microcomposite SCS-6/SiC [Dartigues 01]

Si la fissure est générée dans la matrice, le rapport des modules de deux phases SiC consécutives dans la fibre est décroissant dans la direction de propagation de la fissure. D'après la condition, la capacité à dévier les fissures décroît, ce qui est bien montré par le faciès de rupture.

$$\frac{E_{SiC_{3,f}}}{E_{SiC_{4,f}}} = 0.87 \to \frac{E_{SiC_{2,f}}}{E_{SiC_{3,f}}} = 0.74 \to \frac{E_{SiC_{1,f}}}{E_{SiC_{2,f}}} = 0.67$$

Mais par souci de simplification, le carbure de silicium de la fibre est supposé homogène. Les liaisons entre les phases sont fortes et supposées identiques. En prenant en compte les fractions volumiques de chaque phase et en appliquant la loi des mélanges, le module moyen est estimé à :

•
$$\overline{E}_{SiC_f} = \sum_{i=1}^{4} V_{SiC_{(i)}} E_{SiC_{(i)}} = 390 \pm 41 \text{ GPa}$$
 [Baudou 99]

•
$$\sigma_{C_c}^c = 862 \pm 169 \text{ MPa}$$
 [Baudou 99]

- $\sigma_{P_{VC_{1c}}}^{c} = 151 \text{ MPa}$ [Lebrun 96]
- $\sigma_{SiC_{\ell}}^{c} = \sigma_{SCS-6}^{c} \ge 3450 \text{ MPa}$ [*]
- $\sigma_{P_{VC_{2}}}^{c} = 151 \text{ MPa}$ [Lebrun 96]
- $\sigma_{SiC_{m}}^{c} = 228-339$ [Lamon *et al.* 93]

L'application de la condition de décohésion au niveau de chaque interface conduit à :

• Interface 1 (PyC_{2,j}/SiC_m)
$$\frac{E_{PyC_{2,f}}}{E_{SiC_m}} = 0.12 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{PyC_{2,f}}^c} = 0.01 \Rightarrow \sigma_{PyC_{2,f}/SiC_m}^{c^{\dagger}} = 1.51 \text{ MPa}$$

• Interface 2 (SiC_f/PyC_{2,f}) $\frac{\overline{E}_{SiC_f}}{E_{PyC_{2,f}}} = 13.00 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{SiC_f}^c} = 0.65 \Rightarrow \sigma_{SiC_f/PyC_{2,f}}^{c^{\dagger}} = 2242.5 \text{ MPa}$
• Interface 3 (PyC_{1,j}/SiC_f) $\frac{E_{PyC_{1,f}}}{\overline{E}_{SiC_f}} = 0.08 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{PyC_{1,f}}^c} = 0.01 \Rightarrow \sigma_{PyC_{1,f}/SiC_f}^{c^{\dagger}} = 1.51 \text{ MPa}$
• Interface 4 (C_f/PyC_{1,f}) $\frac{E_{C_f}}{E_{PyC_{1,f}}} = 1.5 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c^{\dagger}}}{\sigma_{C_f}^c} = 0.69 \Rightarrow \sigma_{C_f/PyC_{1,f}}^{c^{\dagger}} = 595 \pm 117 \text{ MPa}$

La condition indique que la décohésion est bien facilitée au niveau des interfaces SiC/PyC (voire éventuellement au cœur même de ces interphases ; cf. § 4.4.1).

4.7. Autres matériaux

4.7.1. C/résine

Les composites C/résine sont également constitués de deux phases fragiles. Toutefois, la différence fondamentale avec les matériaux étudiés jusqu'à présent réside dans le fait que c'est la fibre qui rompt la première. La même analyse peut être menée grâce à la condition en inversant les phases fissurée et non-fissurée. Les modules d'Young retenus pour l'analyse sont les suivants :

- $E_{C_{\ell}} \approx 230 \text{ GPa}$
- $E_{Epoxy_m} = 5 \text{ GPa}$

Le rapport des modules (non-fissuré/fissuré) est alors de 0.02. Or pour cette valeur, la condition ne peut pas être satisfaite (courbe rouge, figure 3.54). Cela signifie simplement qu'une décohésion ne peut apparaître en amont de la fissure. La fissure principale serait donc arrêtée ou entraînerait la

rupture de la matrice selon que la condition est satisfaite ou non. Huguet [02] a récemment montré par microscopie optique et par analyse des signaux d'émission acoustique que la fissure est effectivement arrêtée à l'interface fibre/matrice (courbe bleue, figure 3.54) et que la décohésion se produit dans un second temps sous des contraintes plus élevées.

4.7.2. La nacre

Certaines structures composites existent à l'état naturel. La nacre, produit de croissance de certains coquillages en est un parfait exemple (figure 3.55). Ce biocomposite est constitué d'une alternance de couches d'aragonite (CaCO₃) et de biopolymères (protéines et polysaccharides). Outre sa structure propre, l'intérêt de la nacre réside dans ses applications médicales ; elle pourrait en effet être à la base de nouveaux produits de régénération osseuse [Atlan 97].



figure 3.54 : modes de propagation de fissure dans un C/résine



figure 3.55 : image MEB de la surface d'une nacre mettant en évidence la structure séquencée [Naslain et al. 88]

Le renfort minéral est un assemblage de tablettes polyédriques formant de larges plaques d'épaisseur 0.5 µm. Le module de ces briques est de l'ordre de la centaine de GPa. La couche organique interlamellaire a une épaisseur nettement inférieure (20-30 nm). Elle est aussi beaucoup plus souple (4 GPa). Cette matrice ne représente que 3 à 4 % de la masse totale, mais la coquille ainsi structurée est deux fois plus dure et 3000 fois plus résistante qu'un cristal d'aragonite [Jackson *et al.* 88].

Une nouvelle fois, le contraste des modules confère au matériau une capacité élevée à dévier les fissures au niveau des interfaces. Les résistances sont toutes inconnues. Toutefois, si l'on compare la structure de la nacre à un matériau constitué seulement de couches d'aragonite faiblement liées, la décohésion est bien favorisée dans le premier cas. En effet, le rapport des modules des constituants de la nacre est de 25, et il vaut 1 pour l'autre configuration. Il a été montré au paragraphe 3.4 que pour un rapport de modules E_{f}/E_{m} inférieur à 29.2, à résistance interfaciale égale, la décohésion reste plus favorisée qu'avec un bimatériau dont les caractéristiques de part et d'autre de l'interface sont identiques (figure 3.56).



5. APPLICATION A L'OPTIMISATION DU SEQUENÇAGE D'UN MATERIAU

Examinons un matériau multicouche de type A/B/A/B. Si les performances mécaniques du matériau ne sont pas satisfaisantes, le séquençage peut être amélioré par l'insertion d'un déviateur.

Or il n'est pas nécessaire d'introduire le déviateur entre toutes les phases. La décohésion peut en effet n'avoir lieu qu'à une interface sur deux (cf. § 3.6.2). L'analyse de la condition permet de révéler entre quels constituants il peut être le plus judicieux d'introduire la nouvelle phase.

Considéron la configuration particulière suivante :

- $E_B > E_A$
- $\sigma_B > \sigma_A$

Puisque par ailleurs $\sigma_{A/B}^{c} = \sigma_{B/A}^{c} = \sigma_{i}^{c}$, cela induit

$$\frac{\sigma_{B/A}^{c}}{\sigma_{B}} < \frac{\sigma_{A/B}^{c}}{\sigma_{A}} \Leftrightarrow \frac{\sigma_{i}^{c}}{\sigma_{B}} < \frac{\sigma_{i}^{c}}{\sigma_{A}}$$

Selon les valeurs des résistances des phases et de l'interface, la configuration décrite à la figure 3.57 peut être envisagée.



<u>figure 3.57</u> : décohésion à l'interface B/A et non-décohésion à l'interface A/B. Décohésion au sein d'un déviateur d'où l'intérêt de l'introduire entre les phases A et B

La résistance vraie σ_i^c est comprise entre les valeurs $\sigma_{A/B}^{c\dagger}$ et $\sigma_{B/A}^{c\dagger}$ données par la condition. Cela signifierait que pour le matériau séquencé A/B/A/B

• la décohésion est difficile à l'interface A/B (fissure dans B)

• la décohésion est facilitée à l'interface B/A (fissure dans A)

Pour augmenter les déviations de fissures, il pourrait être judicieux d'introduire un déviateur C (type pyrocarbone) plutôt entre les matériaux A et B afin de former un séquençage de type A/C/B/A/C/B... Toutefois, l'optimisation du séquençage ne peut se faire qu'en connaissant <u>toutes</u> les résistances interfaciales.

6. DISCUSSION

6.1. Déviation de la fissure plus loin que ne le prévoit la condition

Dans certains cas de figure, la déviation de la fissure n'a pas lieu où le prévoirait la condition. Pour illustrer ceci, soit le composite SiC/SiC schématisé à la figure 3.58a. La déviation a lieu le long de l'interface SiO₂/PyC et non au cœur du pyrocarbone (fortement anisotrope) comme le prévoit la condition.

Ceci peut s'expliquer par une liaison interfaciale SiO₂/PyC extrêmement faible. En effet, le champ de contrainte induit en amont de la fissure, dans son prolongement, peut suffire à rompre l'interface avant même que la fissure n'aie pénétré la phase de pyrocarbone :

$$en (r = R_t, z = 0) \qquad \qquad \sigma_{rr}(z) = \sigma_{rr}(r) \qquad (3.17)$$

Il est schématiquement représenté à la figure 3.60b, sans prendre en compte la fluctuation liée à la présence de la phase de PyC.



<u>figure 3.58</u> : composite SiC/SiC (a) (détail de la composition : cf. § 4.4.1.3) et représentation schématique du champ de contrainte d'ouverture en amont de la fissure selon r (courbe rouge) et selon z (courbes jaune et orange) (b)

Mais là encore, seule la connaissance précise de la résistance interfaciale permettrait de prévoir précisément la zone de rupture. Par ailleurs, le modèle et la condition pourront être améliorés en multipliant le nombre de paramètres : nombre de phases intermédiaires entre la pointe de la fissure et l'interface considérée, nature et épaisseur de chaque phase, etc. Toutefois, l'intérêt d'un tel outil est de savoir si la déviation d'une fissure peut avoir lieu dans une phase ou une interface et non précisément la chronologie des ruptures.

6.2. Prise en compte des contraintes résiduelles d'origine thermique

Carrère [97] avait proposé une approche énergétique permettant de prévoir la déviation d'une fissure le long d'une interface ou au cœur d'une interphase. Il a montré que ses résultats étaient faiblement modifiés par la prise en compte des contraintes résiduelles d'origine thermique. Par ailleurs, Lacroix [01] a montré que les contraintes thermiques résiduelles n'ont aucune influence sur la condition de déviation. Ceci conforte le cadre de la présente étude.

Toutefois, le présent modèle pourrait être amélioré pour prendre en compte l'influence de ces contraintes résiduelles, en particulier pour analyser la perturbation du champ de contrainte loin de la fissure interfaciale, même si en général cette perturbation s'atténue loin de la fissure.

6.3. Prise en compte de l'anisotropie des propriétés

Les résultats obtenus pour l'étude des phases anisotropes sont très satisfaisants, mais l'anisotropie est ici considérée au sens lamellaire. Toutefois encore, il pourrait être souhaitable de prendre ce paramètre en compte (sous forme d'une anisotropie des propriétés) pour analyser la perturbation du champ de contrainte loin de la fissure interfaciale. Cette influence semble toutefois extrêmement faible lorsque le champ de contrainte le long d'une interface est étudié quand la fissure est à son proche voisinage.

7. CONCLUSIONS

Une condition de nucléation de fissure en amont de la fissure matricielle a été établie selon le mécanisme proposé au chapitre 2. Après avoir été largement validée, elle a été appliquée à de nombreuses situations observées expérimentalement. En général, les résistances interfaciales ne sont pas connues. Toutefois, certaines valeurs de la littérature sur des matériaux particuliers (nitrure de bore, pyrographite, ...) ont permis d'appliquer la condition avec succès. Plus généralement, des tendances peuvent être facilement déduites concernant la déviation des fissures (favorisée ou non). En outre, des valeurs limites de résistances interfaciales ont pu être déterminées. Elles sont d'un ordre de grandeur tout à fait réaliste (SiC/SiC, SiC/BN, etc.)

Par ailleurs, la condition a été élargie aux matériaux anisotropes lamellaires. Des valeurs de résistance caractéristiques de ces phases ont d'ailleurs été déterminées. Le rôle de déviateur a été une nouvelle fois nettement mis en évidence. La condition a ensuite été appliquée aux composites

C/Epoxyde. Il est enfin montré comment la condition peut être utilisée pour optimiser le séquençage d'un matériau. Les principaux résultats sont regroupés dans le tableau de synthèse 3.5.

L'approche présente toutefois quelques limites. Tout d'abord, elle n'est applicable qu'aux composites fragile/fragile. Par ailleurs, les effets dynamiques ne sont pas pris en compte. Ils pourraient être un facteur de pénétration de la fissure dans la phase suivante. D'autre part, les contraintes résiduelles ont été supposées négligeables. Toutefois, l'analyse menée grâce à la condition s'est révélée plutôt satisfaisante.

Enfin, la condition peut être appliquée facilement lorsque les résistances interfaciales sont connues, ce qui est rarement le cas. Des techniques de détermination des résistances interfaciales doivent être mises en œuvre. Ce point va être développé au chapitre suivant.

Famille	Système/Configuration		Observations	Prévision de la condition	
	Matériau 1	Matériau 2		Déco./Non-déco.	σ_i^c
Exemples triviaux	Matériau	homogène	Pas de décohésion en amont d'une fissure	Non-décohésion	
CMC sans interphase	SiCf	SiC _{CVD}			≥ 420 MPa
	C _f	C _{CVD}	Moduler les liaisons interfaciales d'un C/C par l'introduction d'un déviateur ne change rien au comportement global du matériau	Décohésion favorisée	
	C_{f}	SiC _{CVD}			≈ 730 MPa
Filament	W	Diamant			≥ 42 MPa
Matériaux carbonés	Pyroo fissure perpendiculaire à	carbone à l'orientation préférentielle)			$\sigma_{_{P_{ m yC, \perp}}} \leq$ 69.5 MPa
	Pyroo fissure parallèle à l'o)	carbone rientation préférentielle)	Non-déviation	Non-décohésion	
	Pyrog (fissure perpendiculaire à	graphite	Déviation	Décohésion	
	Pyrog (fissure parallèle à l'o	graphite rientation préférentielle)	Non-déviation	Non-décohésion	
	Graphite	e nucléaire	Non-déviation	Non-décohésion	
BN	BN ar fissure parallèle à l'o)	iisotrope rientation préférentielle)	Non-déviation	Non-décohésion	
	BN anisotrope (fissure perpendiculaire à l'orientation préférentielle)		Déviation	Décohésion	
	BN _{iso}	BN _{aniso}			≥6 MPa
CMC avec interphase, ou séquençage	SiC _m	PyC_i	Décohésion non-favorisée à la première interface	Non décohésion	
	SiC _f	PyC _i	Non observée car déviation de le fissure dans l'interphase	Décohésion favorisée	
	SiCm	BN _{iso}	Pas de déviation observée	Décohésion non-favorisée	
	BN(Si)	SiC _i	Pas de déviation observée	Décohésion non-favorisée	
	BN(Si)	SiC_{f}	Fissure déviée le long de la fibre	Décohésion favorisée	
	SiCi	SiC _m	Pas de déviation		≥ 71.8 MPa
	BN_{f}	SiCi	Fissure à l'interface SiC _i /BN _i	Décohésion favorisée à l'interface SiC _i /BN _i	
	SiC _f	BN _f	Déviation	Décohésion favorisée	
	Interphases	s séquencées	Déviation d'une fissure le long de certaines interfaces seulement	La grande dispersion des contraintes à rupture induit un <i>recouvrement</i> des intervalles de résistance	
	X ⁸	Y	Pas de déviation		> 340 MPa
	X	7	Pas de déviation		> 153 MPa
Autres matériaux	Nacre		Déviation des fissures	Décohésion favorisée	_ 100 mi u
	C _f	Epoxyde	Arrêt de la fissure	Arrêt de la fissure	

tableau 3.5 : comparaison des prévisions de la condition aux observations

 $^{^{8}}$ Phases d'un composite à matrice séquencée à base du ternaire Si-B-C ; cf. § 4.6.1

CHAPITRE 4

Détermination expérimentale de ténacités et de résistances interfaciales

CHAPITRE 4

Détermination expérimentale de ténacités et de résistances interfaciales

Résumé La condition de décohésion établie au chapitre précédent nécessite la résistance interfaciale σ_i^c . De même, l'analyse de la propagation des fissures (chapitre 2) ne peut se faire que connaissant la ténacité des constituants et de l'interface.

Charalambides *et al.* [89] ont proposé une méthode de détermination du taux de restitution d'énergie et de la ténacité interfaciale à l'aide d'essais de flexion 4 points. Ces essais étant simples à mettre en œuvre, ils ont été retenus pour déduire la résistance de l'interface par comparaison aux essais numériques. L'outil développé au chapitre 2 permet en effet de simuler parfaitement la propagation des fissures dans une éprouvette sollicitée en flexion en 4 points.

Des éprouvettes ont été préparées. Elles sont constituées de substrats de graphite ou de SiC, recouverts de pyrocarbone ou de SiC, combinant ainsi des composants plus ou moins souples. Elles sont dimensionnées en fonction des épaisseurs de dépôt pouvant être élaborés par Snecma Propulsion Solide. Dans un second temps, un banc de flexion 4 points adapté à ces éprouvettes de petites dimensions a été développé.

Une campagne d'essais de flexion 4 points a été menée. Ténacités et résistances interfaciales peuvent être déduites. Il se révèle toutefois qu'un soin extrême doit être porté à la mise en œuvre des bimatériaux et à leur sélection avant essai.

Sommaire

1. Introduction	183
2. Choix des essais mécaniques	183
2.1. Solution analytique du taux de restitution d'énergie	183
2.2. Détermination de la contrainte interfaciale critique par calculs éléments finis	186
2.3. Conclusions	187
3. Eprouvettes	188
3.1. Dimensionnement des éprouvettes	188
3.2. Matériaux	191
3.2.1. Céramiques	191
3.2.2. Eprouvettes verre/verre	194
4. Dispositif d'essai	196
4.1. Références normatives	196
4.2. Eprouvettes	197
4.3. Description du montage	197
4.4. Acquisition	197
4.5. Mode opératoire des essais	199
4.6. Déformation du système	199
4.6.1. Principe	199
4.6.2. Détermination	200
4.7. Comparaison du déplacement des points d'application des forces à la flèche maximale	200
5. Campagne d'essais et analyse	201
5.1. Essais sur substrats vierges	201
5.2. Essais sur bimatériaux	202
5.2.1. Description de la courbe force/déplacement	202
5.2.2. Déduction du module d'Young du dépôt	203
5.2.3. Déduction de la ténacité interfaciale	207
5.2.4. Détermination de la résistance interfaciale	209
6. Conclusions	211

1. INTRODUCTION

La déviation d'une fissure matricielle peut être prévue par des conditions énergétiques sous réserve de connaître la ténacité des différentes phases et interfaces. Le chapitre précédent présentait par ailleurs une condition en contrainte permettant de prévoir l'apparition d'une décohésion en amont d'une fissure matricielle (et donc la déviation de cette dernière) connaissant la résistance de l'interface σ_i^c .

L'objectif de ce chapitre est de déterminer expérimentalement ces caractéristiques interfaciales inconnues pour la majorité des combinaisons de matériaux. En fait, Charalambides *et al.* [89] ont proposé un calcul analytique simple permettant de déduire la ténacité d'une interface lors d'un essai de flexion 4 points. Cette approche est rappelée dans le premier paragraphe. En outre ce type d'essai est relativement simple à mettre en œuvre. La flexion 4 points sera donc également utilisée pour déterminer σ_i^c . Or une contrainte critique <u>locale</u> est extrêmement délicate à mesurer. Le modèle d'éléments finis présenté au chapitre 2 associé aux essais mécaniques permet dans le principe d'obtenir cette résistance à partir de la courbe de comportement.

Plusieurs combinaisons de matériaux ont été envisagées pour représenter différents systèmes de composites thermostructuraux (C/C, SiC/SiC, C/SiC, etc.). Après avoir dimensionné les éprouvettes en fonction de l'épaisseur des dépôts pouvant être réalisés par CVD (dépôt chimique en phase vapeur) à Snecma Propulsion Solide, un dispositif de flexion 4 points adapté à ces échantillons a été mis en œuvre. Plusieurs campagnes d'essais ont été conduites dans le double objectif de (i) caractériser l'éprouvette en flexion (matériau homogène) ainsi que le dépôt (bimatériau), et (ii) faire dévier la fissure le long de l'interface (bimatériau) afin d'en déduire la ténacité et la résistance interfaciale de la courbe de comportement.

2. CHOIX DES ESSAIS MECANIQUES

Pour limiter le nombre de montages ou d'éprouvettes et simplifier l'analyse, un seul dispositif d'essais a été retenu. Il a été développé à partir des calculs de ténacité proposés par Charalambides *et al.* [89] détaillés dans le paragraphe suivant.

2.1. Solution analytique du taux de restitution d'énergie

Les essais de <u>flexion 4 points</u> permettent de déterminer la ténacité interfaciale [Charalambides *et al.* 89, Cazzato et Faber 97, O'Brien et Sheldon 99]. Le test de flexion d'un bimatériau de Charalambides *et al.* [89] est une méthode de mesure directe de l'énergie de rupture de l'interface. Il s'agit simplement d'un essai de flexion 4 points sur une éprouvette entaillée (figure 4.1). Sous cette

sollicitation, une fissure est générée au niveau de l'entaille, et se propage vers l'interface. La fissure est supposée déviée le long de l'interface ; c'est le cas de figure à atteindre pour la mesure de la ténacité G_i^c .



<u>figure 4.1</u> : essai de flexion 4 points pour la mesure de G_i^c [Charalambides et al. 89]

L'échantillon est assimilé à une poutre bimatériau ayant les dimensions suivantes : longueur *L*, largeur *b* et épaisseur *h*. Les constituants ont pour épaisseurs h_1 et h_2 . Par convention, c'est le matériau 2 qui est fissuré. La formulation de Charalambides détaillée ci-après nécessite que h_2 soit inférieure à h_1 . Par conséquent, le matériau 1 sera assimilé au substrat (*s*), et le matériau 2 au dépôt (*d*). L'entaille se situe au milieu de l'éprouvette (*i.e.* en *L*/2) sur la face en tension.

Sollicitée en flexion 4 points, la réponse est non linéaire et présente trois phases lorsque la fissure est déviée (figure 4.2) :

- (i) un <u>premier segment</u> de pente correspondant à la raideur de l'éprouvette non encore endommagée ; la fissure est amorcée depuis l'entaille initiale en mode I. La charge atteint une valeur maximale P_{max} et une chute brutale est observée (suivie d'une légère remise en charge) ; la fissure interfaciale se propage.
- (ii) un <u>plateau de force constante</u>, correspondant à la phase stable de propagation interfaciale.
- (iii) un <u>troisième segment</u> de pente correspondant à la flexion du substrat seul, lorsque la fissure interfaciale atteint la zone en compression au niveau des appuis.

Sous ces conditions, la valeur de G_i^c peut se déduire analytiquement de la variation de l'énergie de déformation entre les deux états suivants :

- (i) éprouvette <u>non fissurée</u> : la poutre composite (*i.e.* l'échantillon vierge) est considérée dans son ensemble
- (ii) éprouvette totalement fissurée : seul le substrat est pris en compte



<u>figure 4.2</u> : modes de propagation possibles d'une fissure dans un bimatériau et courbes forces/déplacements (flèche) associées : déviation à l'interface (la courbe présente 3 phases) (b) comparée à la pénétration de la fissure dans le second matériau (a)

Cette énergie, ramenée à la section droite de la poutre, s'exprime par la relation

$$U = \frac{(1 - v^2)M^2}{2EI}$$
(4.1)

où *I* est le second moment d'inertie par largeur d'éprouvette, et *M* le moment appliqué, qui s'exprime par unité de largeur :

$$M = \frac{Pa}{2b} \tag{4.2}$$

P représente la force totale appliquée, *l* la distance entre les lignes d'application des forces et les appuis. La valeur de la force appliquée permet d'atteindre la ténacité interfaciale par une relation de la forme :

$$G_{i}^{c} = \frac{\left(1 - v_{1}^{2}\right)M^{2}}{2E_{1}} \left[\frac{1}{I_{1}} - \frac{\gamma}{I_{c}}\right]$$
(4.3)

où I_1 et I_c désignent les moments quadratiques par unité de largeur du matériau 1 et de la poutre composite :

$$I_1 = \frac{h_1^3}{12} \tag{4.4}$$

$$I_{c} = \frac{\gamma h_{1}^{3}}{12} + \frac{h_{2}^{3}}{12} + \frac{\gamma h_{1} h_{2} \left(h_{1} + h_{2}\right)^{2}}{4 \left(\gamma h_{1} + h_{2}\right)}$$
(4.5)

et γ , rapport des modules d'Young réduits, s'exprime par

$$\gamma = \frac{\overline{E}_1}{\overline{E}_2} = \frac{E_1 \left(1 - \nu_2^2\right)}{E_2 \left(1 - \nu_1^2\right)}$$
(4.6)

Le taux de restitution d'énergie peut alors s'exprimer par la relation :

$$G_{i}^{c} = \frac{3}{2} \left(\frac{1}{\left(\frac{h_{1}}{h}\right)^{3}} - \frac{\gamma}{\gamma\left(\frac{h_{1}}{h}\right)^{3} + \left(\frac{h_{2}}{h}\right)^{3}} + \frac{3\gamma\left(\frac{h_{1}h_{2}}{h^{2}}\right)}{\gamma\frac{h_{1}}{h} + \frac{h_{2}}{h}} \right) \frac{P^{c^{2}}a^{2}\left(1 - v_{1}^{2}\right)}{E_{1}h^{3}b^{2}}$$
(4.7)

où *P^c* représente le niveau du plateau de charge constante.

2.2. Détermination de la contrainte interfaciale critique par calculs éléments finis

La comparaison des courbes de comportement obtenues expérimentalement à des essais numériques permettra de déduire la résistance interfaciale σ_i^c de la valeur du <u>maximum de la force</u> (*i.e.* juste avant la décohésion interfaciale).

L'outil numérique développé jusqu'alors (cf. chapitre 2) avait essentiellement été utilisé dans une géométrie axisymétrique ; il reste évidemment adaptable au géométries planes. En effet, la cellule élémentaire présentée à la figure 2.4 peut être utilisée pour modéliser une éprouvette de flexion 4 points par simple modification des conditions aux limites (figure 4.3) puis du type d'éléments (éléments de maillage plans et non plus axisymétriques). Ainsi, fichiers et modules du programme ont été adaptés pour développer une bibliothèque de maillages permettant de décrire la flexion 4 points (figure 4.4).

La simulation numérique s'effectue alors de la manière suivante : des calculs sont réalisés pour différents couples substrat/dépôt (le module du substrat étant supposé fixé à 100 GPa) et pour plusieurs profondeurs d'entaille. Un déplacement unitaire est imposé et la force équivalente en ce point est calculée. Parallèlement, la contrainte d'ouverture interfaciale maximale est relevée (figure 4.5).

Enfin, on suppose que la décohésion apparaît dès l'amorçage de la fissure principale. Connaissant la profondeur a^c de la fissure dans l'éprouvette par observation microscopique, la résistance interfaciale peut se déduire aisément de la courbe de la figure 4.5. Toutefois plusieurs corrections doivent ensuite être effectuées pour introduire le module réel du substrat, le déplacement réellement imposé à l'éprouvette et éventuellement sa largeur *b* si elle est différente de 4 mm. Ce point sera largement détaillé au paragraphe 5.2.4.



figure 4.3 : modélisation du matériau plan. Définition de la cellule élémentaire



figure 4.4 : maillages de la demi-éprouvette en flexion avant et après application du déplacement (en rouge)



Contrainte d'ouverture sxx max pour un déplacement unitaire imposé

<u>figure 4.5</u> : contrainte d'ouverture interfaciale maximale obtenue sur bimatériau, en fonction du rapport des modules des matériaux en présence et pour plusieurs longueurs de fissure (ramenée à l'épaisseur du dépôt) (Résultats obtenus par simulation numérique)

2.3. Conclusions

En théorie, les essais de flexion 4 points se prêtent donc bien à la détermination des valeurs

critiques (généralement inconnues) que sont la ténacité interfaciale G_i^c et la résistance interfaciale σ_i^c . Ceci est résumé dans la courbe force-déplacement schématisée à la figure 4.6.



figure 4.6 : courbe caractéristique d'un essai de flexion 4 points et déduction des grandeurs interfaciales critiques

3. EPROUVETTES

Les essais de flexion 4 points requièrent des éprouvettes de faibles dimensions du type substrat/dépôt. Ces échantillons sont élaborés par Snecma Propulsion Solide à partir de plaquettes vierges. Toutefois il convient de disposer également de substrats nus pour évaluer leurs caractéristiques mécaniques. Idéalement, il faudrait caractériser de la même manière la seconde phase (dépôt). Toutefois, il n'a pas été possible d'obtenir des dépôts suffisamment épais (*i.e.* de l'ordre du millimètre) par CVD. Les caractéristiques du dépôt devront être déduites des essais sur bimatériaux. Après avoir précisé la méthode de dimensionnement des éprouvettes, les éprouvettes élaborées à Snecma Propulsion Solide sont présentées.

3.1. Dimensionnement des éprouvettes

Des éprouvettes bimatériaux de type SiC/C par exemple, ont été choisies car il s'agit de combinaisons habituellement rencontrées dans les composites thermostructuraux. Les substrats étaient donc constitués soit de graphite, soit de SiC. Une étude paramétrique basée sur le modèle analytique de Charalambides *et al.* [89] complétée par une modélisation éléments finis¹ a permis de souligner l'influence de plusieurs paramètres et de certaines contraintes liées au dimensionnement. L'analyse a été menée pour plusieurs couple de matériaux. Les dimensions paramétrables de l'éprouvettes sont celles détaillées à la figure 4.1. Un exemple de maillage éléments finis à différents stades de l'endommagement de l'éprouvette est donné à la figure 4.7. Les principaux

¹ Le modèle éléments finis présenté au chapitre 2 peut parfaitement être utilisé pour dimensionner les éprouvettes



l/2 = 35 mm, a = 15 mm, l' = 5 mm

résultats sont présentés succinctement dans la suite de ce paragraphe.

Tout d'abord, la <u>charge atteinte lors de la déviation de fissure</u> a dû être estimée. Les dimensions de l'éprouvette devaient alors être choisies de façon que la force maximale atteinte au cours de la déviation reste inférieure à 20 N (capacité du capteur). Il fallait en effet que toute la gamme de force puisse être détectée par le capteur ($\Rightarrow P_{max} \le 20N$), sans rester pour autant dans le *bruit* de la cellule de force. Toutefois les calculs ont été menées à G_i^c près. Cette caractéristique étant inconnue, la ténacité interfaciale a été choisie égale à 1 J·m⁻², avec le risque de sous-estimer P^c atteinte au cours des essais.

Dans un deuxième temps, le <u>cisaillement entre appuis intérieur et extérieur</u> a été contrôlé. Il doit être négligeable devant la contrainte de traction maximale attendue au centre de l'éprouvette. La condition de validité choisie est

$$\sigma_{\rm rr} > 10\tau_{\rm rv} \tag{4.8}$$

où *x* est l'axe longitudinal de l'éprouvette et *y* l'axe perpendiculaire à la face supérieure de l'éprouvette. Par ailleurs, un <u>dépôt</u> le plus épais possible aurait été souhaitable. Or les conditions d'élaboration offertes ont contraint à un dépôt d'épaisseur maximale d'environ 100 μ m.

<u>Remarque</u> : une succession de dépôt était envisageable pour augmenter l'épaisseur de l'éprouvette. Toutefois cela aurait multiplié le nombre d'interfaces, rendant le système plus complexe.

L'<u>usinage</u> des substrats a également imposé quelques contraintes. Une épaisseur de substrat inférieure au millimètre n'était pas envisageable, mais un rapport d'épaisseur $h_s/h_d < 20$ a pu être

conservé. En outre, l'augmentation de la largeur visant à faciliter la découpe des substrats s'accompagne d'une augmentation considérable du niveau de force. Le paramètre *b* a dû être borné. Enfin, la <u>manipulation des éprouvettes</u> lors de la mise en place des essais a également été prise en compte. Ainsi, la longueur hors appuis (*l'*) a été fixée à 5 mm de chaque côté du montage. Après analyse de l'influence des différents paramètres sur P_{max} et P^c , il a été décidé de choisir comme substrat des plaquettes de dimensions 80×4×1 mm³, pour une longueur utile *l* de 70 mm.

Remarque : dans cette configuration, il a été montré que la condition (4.8) est satisfaite si

$$l/a \le 14 \tag{4.9}$$

Les éprouvettes ont été élaborées à haute température (dépôt par CVD sur substrat). Lors du refroidissement le dépôt peut se contracter plus que le substrat ou inversement, induisant ainsi dans les deux éléments des <u>contraintes résiduelles</u>. Il est possible de déterminer analytiquement ces contraintes, mais cela suppose d'introduire quelques hypothèses simplificatrices. Moncel [99] considère un bilame constitué d'un substrat noté 1 et d'un dépôt noté 2 :

- (i) l'analyse a lieu loin du bord libre
- (ii) la liaison est parfaite
- (iii) les hypothèses de calcul sont celles des plaques minces et des coques [Timoshenko et Goodier 61]
- (iv) seules les contraintes longitudinales (parallèles à l'interface) sont étudiées
- (v) les caractéristiques mécaniques sont supposées indépendantes de la variation de température ΔT imposée

La solution du problème s'obtient en considérant trois étapes fictives [Santacreu 92] :

(i) Le dépôt et le substrat sont supposés subir indépendamment une variation de température ΔT (refroidissement après élaboration). Chaque élément est donc libre de contrainte et subit une déformation du type de celle indiquée à la relation suivante :

$$\begin{cases} \varepsilon_1^{th} = \alpha_1 \Delta T \\ \varepsilon_2^{th} = \alpha_2 \Delta T \end{cases}$$
(4.10)

 α_1 et α_2 sont les coefficients de dilatation thermique respectivement du substrat et du dépôt.

(ii) Les deux éléments sont ajustés en appliquant sur chacun les forces nécessaires à l'obtention d'une déformation ε_0 identique pour chacun :

$$\varepsilon_{0} = \frac{\alpha_{1}E_{1}h_{1} + \alpha_{2}E_{2}h_{2}}{E_{1}h_{1} + E_{2}h_{2}}\Delta T$$
(4.11)

(iii) Les lames sont assemblées et les forces relâchées.

Considérons Oz l'axe transversal au bilame. O est placé à l'interface. Soient $-z_0$ la position de la fibre neutre

$$z_0 = \frac{E_1 h_1^2 - E_2 h_2^2}{2(E_1 h_1 + E_2 h_2)}$$
(4.12)

- r, le rayon de courbure de l'éprouvette due à la flexion induite à la troisième étape

$$\frac{1}{r} = \frac{6E_1h_1E_2h_2(h_1 + h_2)(\alpha_1 - \alpha_2)\Delta T}{E_1^2h_1^4 + E_2^2h_2^4 + 2E_1h_1E_2h_2(2h_1^2 + 2h_2^2 + 3h_1h_2)}$$
(4.13)

Ces expressions se déduisent des conditions suivantes :

- (i) autoéquilibre de la section du bilame
- (ii) déformation continue à l'interface
- (iii) le moment dans la structure est celui appliqué à la troisième étape Sous ces conditions, les contraintes résiduelles σ^{res} dans chaque matériau s'expriment par :

$$\begin{cases} \sigma_1^{res}(z) = E_1 \left[\frac{z - z_0}{r} + \varepsilon_0 - \alpha_1 \Delta T \right] \\ \sigma_2^{res}(z) = E_2 \left[\frac{z - z_0}{r} + \varepsilon_0 - \alpha_2 \Delta T \right] \end{cases}$$
(4.14)

Les contraintes résiduelles maximales obtenues pour différents couple substrat/dépôt ont été calculées. La variation de température choisie pour les calculs est ΔT = - 1000°C (cf. tableau 4.1).

Substrat/dépôt	Modules d'Young Es/Ed (GPa)	<i>α</i> ₁ (Substrat) (10 ⁻⁶ °C ⁻¹)	<i>α</i> ₂ (Dépôt) (10 ⁻⁶ °C ⁻¹)	σ i (Substrat) (MPa)	σ ₂ (Dépôt) (MPa)
SiC/PyC1	400/350	4.5	2.0	5.3	-12.4
SiC/PyC2	400/400	4.5	2.0	10.6	-24.7
Graphite1/SiC1	50/350	5.5	4.5	35.4	-102.9
Graphite1/SiC2	50/400	5.5	4.5	36.5	-108.8
Graphite2/SiC1	75/350	5.5	4.5	47.6	-128.0
Graphite2/SiC2	75/400	5.5	4.5	49.5	-136.9
Graphite1/PyC1	50/5	5.5	2.0	7.2	-16.8
Graphite1/PyC2	50/10	5.5	2.0	13.8	-32.2
Graphite2/PyC1	75/5	5.5	2.0	7.3	-17.0
Graphite2/PyC2	75/10	5.5	2.0	14.2	-33.1

tableau 4.1 : contraintes résiduelles longitudinales maximales attendues

D'une manière générale, leur niveau est relativement faible. Par ailleurs <u>le dépôt est</u> <u>systématiquement soumis à une contrainte de compression</u>. Il n'y a donc pas de risque d'endommagement du dépôt avant les essais. Ces résultats sont conformes à ceux présentés par Watkins et Green [93] concernant l'estimation des contraintes résiduelles dans des dépôts de SiC sur graphite.

3.2. Matériaux

3.2.1. Céramiques

Les substrats sont du SiC fritté et du graphite. Les substrats de SiC sont massifs (α -SiC - Boostec). En revanche, les substrats de graphite (Carbograph 400 - Carbone Lorraine) sont constitués de graphite épuré recouvert de graphite pyrolytique sur une épaisseur mesurée à 10 μ m

(figure 4.8). L'ensemble des caractéristiques données par les fournisseurs a été regroupé dans les tableaux A2.12 et A2.13². Les caractéristiques mécaniques manquantes devront être déterminées au cours des essais.



figure 4.8 : tranche du substrat de graphite (carbograph 400)

Les dépôts de pyrocarbone et de SiC sont réalisés par Snecma Propulsion Solide. Pour les dépôts de SiC, une phase de consolidation qui consiste en une fine couche de PyC (quelques angströms) et de SiC (quelques nanomètres), déposée avant le SiC d'épaisseur plus importante, devrait permettre de faire varier la qualité de l'interface. Les différents couples substrat/dépôt sont présentés au tableau 4.2.

Substrat	Dépôt	Notes
Graphite	-	caractérisation du substrat
Graphite	PyC	
Graphite	SiC	
Graphite	PyC/SiC	dont phase de consolidation
SiC	-	caractérisation du substrat
SiC	PyC	
SiC	SiC	
SiC	PyC/SiC	dont phase de consolidation

tableau 4.2 : couples substrat/dépôt préparés pour les essais

Les épaisseurs moyennes de dépôt sont données au tableau 4.3. Elle ont été mesurées sur des éprouvettes endommagées à la réception ou après essai. En effet, la mesure précise des épaisseurs devait être menée au microscope optique, voire au microscope électronique à balayage (figure 4.9), ce qui nécessite un enrobage donc une destruction ou une perte de l'échantillon.

Par ailleurs, il a été constaté par mesure au palmer que les épaisseurs des dépôts étaient bien régulières sur la longueur des éprouvettes.

² Cf. Annexe 2



tableau 4.3 : valeur moyenne des épaisseurs des dépôts



figure 4.9 : détail de l'interface d'une éprouvette graphite/(PyC/SiC)/SiC

Pour élaborer les éprouvettes de bimatériaux, les substrats sont posés sur des supports, dans des fours. Le dépôt est ensuite réalisé par CVD³. Mais malgré le soin apporté, les dépôts peuvent présenter des défauts. Les substrats sont recouverts de dépôt sur 5 faces. Mais celui-ci a pu être arraché lors du décollement des éprouvettes des supports.

Dans le cas où les éprouvettes ont pu être retirées sans problème, des essais de polissages des faces latérales ont donc été effectués. En effet, cette couche de dépôt peut affecter les mesures. Or étant donné la longueur de l'éprouvette, un polissage des tranches s'est révélé impossible car provoquant la fragilisation du dépôt supérieur, voire son arrachement. Enfin, certaines éprouvettes présentaient avant essai certains défauts, par exemple une décohésion film dépôt (figure 4.10).



<u>figure 4.10</u> : exemple de défauts avant essai : décohésion film/dépôt et arrachement partiel du dépôt sur la tranche de l'éprouvette

³ Cf. Annexe 1

Toutes les éprouvettes défectueuses (*i.e.* présentant des défauts sur la face supérieure) ont été écartées. Tous les échantillons retenus présentent donc un dépôt parasite sur les faces latérales ; une correction devra être apportée au cours des analyses. Ensuite, il s'est avéré nécessaire d'introduire une entaille pour amorcer une fissure. Trois solutions étaient envisageables pour créer une entaille : utiliser une scie à fil diamanté, un stylet diamanté ou créer des fissures par indentation Vickers.

Le fil diamanté de la scie était trop large (diamètre : $300 \ \mu$ m) par rapport à l'épaisseur du dépôt (quelques dizaines de microns). Cette solution a été rejetée. L'indentation avait donc été envisagée afin de générer des fissures en profondeur dans le dépôt, mais aussi pour les caractériser. Un essai a été effectué sur une éprouvette substrat/SiC. En fait, la surface du dépôt présente une structure en "chou-fleur" de dimension relativement importante (figure 4.11). La même observation a été faite pour les dépôts de pyrocarbone, comme le montre la figure 4.12. Ainsi lors de l'indentation, en raison de la faible profondeur de champ de l'indenteur, on ne peut observer précisément le lieu indenté. Par ailleurs, on ne peut pas savoir non plus dans quelles directions et à quelle profondeur des fissures apparaissent. Elles pourraient uniquement être générées dans un dôme par exemple. Un polissage de la surface a donc été envisagé pour contourner ce problème, mais la pâte de polissage s'infiltrait dans les aspérités du dépôt. Par ailleurs, les épaisseurs sont déjà suffisamment faibles, et on doit éviter de les réduire encore.

L'amorçage à l'aide du stylet diamanté a également été testé. Les dépôts sont de bonne qualité et ne s'effritent pas. Cette technique se révèle être la plus intéressante. L'entaille à la scie à fil sera toutefois retenue pour les dépôts de SiC épais, pour lesquels une entaille peu profonde ou irrégulière n'est pas suffisante pour que la fissure initiale soit amorcée.



figure 4.11 : état de surface du dépôt de SiC



figure 4.12 : état de surface du dépôt de PyC

3.2.2. Eprouvettes verre/verre

Pour diversifier les couples de matériaux et surtout disposer d'échantillons de dimensions plus importantes que les combinaisons substrat/dépôt présentées au paragraphe précédent, des

éprouvettes de verre ont été utilisées. Elles sont constituées de lamelles de verre blanc pour microscope (76×26×1 mm³) collées deux à deux par une colle cyanoacrylate. Elles sont ensuite éventuellement découpées à la scie à disque dans le sens de la longueur pour diminuer la largeur et éliminer les zones où la colle ne se serait pas parfaitement étalée. Le joint de colle mesure environ 12 μ m.

Des essais de faisabilité ont été menés sur sept éprouvettes avec le banc de flexion mis en œuvre par Pluvinage [91] (figure 4.13). Il avait été développé à l'origine pour des observations *in situ* en flexion 4 points. Ce banc de flexion peut être introduit dans la chambre du microscope électronique à balayage (MEB). Les observations pouvaient alors se faire sur la tranche de l'éprouvette. La traverse mobile, guidée par deux colonnes (utilisables uniquement dans le cas d'éprouvettes dont la longueur totale est inférieure à 70 mm), permet d'imposer le déplacement. La charge est appliquée à l'aide d'une vis. Les distances entre appuis intérieurs et extérieurs sont respectivement de 25 mm et 50 mm.

Il est à noter que le montage n'a pas été instrumenté car la mise en place des systèmes d'acquisition sur ce banc (qui ne sera d'ailleurs pas utilisé par la suite) aurait été trop longue. Par ailleurs, il s'agissait simplement de vérifier la déviation des fissures sur ce type d'éprouvettes.

L'inconvénient de l'amorçage de la fissure au stylet diamanté sur ce type d'éprouvette est que l'entaille n'est pas assez profonde dans la première couche. La fissure n'est pas convenablement amorcée et la rupture s'est souvent produite au niveau des appuis. En revanche, les éprouvettes entaillées à la scie à fil permettent un amorçage et une propagation de la fissure parfaits (figures 4.14 et 4.15). Cette technique étant simple, rapide et efficace, l'indentation n'a pas été retenue.



figure 4.13 : montage de flexion 4 points [Pluvinage 91]


figure 4.14 : éprouvette verre/verre. Vue de la tranche après sollicitation en flexion 4 points. Déviation de la fissure.



figure 4.15 : détail de la zone de déviation de la fissure.

4. DISPOSITIF D'ESSAI

Un banc de flexion 4 points adapté aux éprouvettes a dû être mis en œuvre. La création du montage s'est appuyée sur les normes rapidement présentées dans le premier paragraphe. Le dispositif d'essais et les systèmes d'acquisition sont ensuite détaillés.

4.1. Références normatives

La création du montage est basée sur la référence pré-normative prEN 658-3 qui décrit une méthode de détermination de la résistance en flexion 3 ou 4 points de matériaux composites à matrice céramique à renforts continus [prEN 658-3 00]. Elle est complétée par la norme ASTM de méthode

d'essai standard pour la résistance à la flexion de céramiques à température ambiante [ASTM C 1161-94].

4.2. Eprouvettes

Avant tout, les substrats ont été usinés (longueur, largeur et épaisseur), assurant une régularité des dimensions *h*, *b* et *L*, sur toute l'éprouvette. Après avoir été recouverts des dépôts, il a été vérifié que la différence d'épaisseurs entre trois mesures (au centre et à chaque extrémité de la longueur utile) ne dépasse pas 5 % de la moyenne des trois mesures. Les cotes des éprouvettes ont été mesurées à \pm 0.1 mm.

L'épaisseur de l'éprouvette et la distance entre appuis interne et externe (*a*) sont choisies pour éviter la rupture en cisaillement (cf. § 3.1). En ce qui concerne la configuration du montage, deux alternatives sont proposées dans les normes : soit a = l/3, soit a = l/4, *l* étant la longueur entre appuis extérieurs. Ce dernier cas, parfois appelé flexion 4 points ¹/₄ (noté F4P¹/₄), a été retenu pour la suite des essais. En se référant à l'étude précédente, la rupture en cisaillement sera évitée. Les distances sont donc :

$$l = 70 \text{ mm}$$

 $a = 17.5 \text{ mm}$ (4.15)

4.3. Description du montage

Le dispositif de F4P¹/₄ est installé sur la machine de traction/compression INSTRON 4505 du LCTS (figure 4.16). Il se compose de deux parties. La partie haute est constituée du support des rouleaux monté sur une liaison pivot (un degré de liberté en rotation) afin d'assurer un réglage précis du parallélisme entre les deux parties du montage. Les rouleaux en acier inoxydable ont un rayon de 4 mm. Leur distance est réglable de 18 à 65 mm. La partie basse est fixe. Les rouleaux en acier inoxydable ont un rayon de 4 mm. Leur distance est réglable de 24 à 90 mm. Le positionnement de l'éprouvette est assuré par quatre butées millimétriques (figure 4.17), et éventuellement par microscopie optique par un repérage de l'entaille ou d'une marque sur la tranche de l'éprouvette. Les essais sont réalisés à déplacement imposé.

4.4. Acquisition

La force de flexion est acquise par un capteur HBM de capacité 20 N (résolution 1 mN, précision 10 mN). Il est conditionné par le système d'acquisition de la machine de traction. Le déplacement entre les parties haute et basse du montage est mesuré par un extensomètre INSTRON de capacité \pm 5 mm (résolution 0.1 µm, précision \pm 2 µm) (figure 4.16). La flèche est mesurée par un palpeur (vis pointeau) s'appuyant sur la face supérieure de l'éprouvette en son milieu (figure 4.18) ; ainsi positionné, il ne fait pas obstruction à l'éclatement du dépôt et assure de ne pas mesurer la



figure 4.16 : photo du montage de flexion 4 points et dispositifs d'acquisition



figure 4.17 : butée de mise en place de l'éprouvette



<u>figure 4.18</u> : palpeur (vis pointeau) au centre de l'éprouvette



<u>figure 4.19</u> : mesure de la flèche apparente de part et d'autre de la fissure principale

flèche apparente qui peut varier de part et d'autre de l'entaille initiale (figure 4.19) [Howard *et al.* 93]. Un capteur HBM de capacité \pm 1 mm (résolution 0.1 μ m, précision \pm 2 μ m) est relié au palpeur. Le palpeur exerce une force constante au cours de l'essai de 0.106 N, et peut éventuellement être supprimé.

Par ailleurs, la course de l'extensomètre pouvant être insuffisante, le déplacement du point d'application des forces devra être retenu.

Un dispositif d'enregistrement de l'émission acoustique est également utilisé (capteur EPA Micro 30). Le capteur est placé sur la partie basse du montage. Le suivi de l'essai peut enfin s'effectuer par une caméra numérique HAMAMATSU 4742-95 12 bits. Il est associé au système d'analyse et de corrélation d'images CORRELI développé au LMT Cachan. Toutefois, le dépôt sur les tranches de l'éprouvette parasite les observations le long de l'interface. Le programme d'acquisition, développé en Quick Basic, pilote l'acquisition HP3852A. La période minimale d'acquisition est 0.5 s.

4.5. Mode opératoire des essais

Les essais sont effectués à déplacement imposé. La vitesse de déplacement des points d'application de la charge est de 0.1 mm·mn⁻¹ pour l'ensemble des essais.

<u>Remarque</u> : dans l'optique de la confrontation des essais mécaniques avec la simulation numérique, on montre facilement que les essais à charge ou déplacement imposés sont tous deux possibles du point de vue numérique.

4.6. Déformation du système

Il convient d'évaluer la déformation du système (montage de flexion, capteur de force, machine, etc.) par rapport de celle de l'éprouvette, afin de corriger les déplacements mesurés.

4.6.1. Principe

Soit k_1 la raideur du montage (capteur de force compris), et k_2 celle de l'éprouvette dans le cas de la flexion. Ces deux raideurs sont supposées être en série (figure 4.20).





or a = l/4

La raideur équivalente de l'ensemble montage + éprouvette (notée k_i) se déduit de la relation classique de la raideur équivalente à deux raideurs en série :

$$\frac{1}{k_t} = \frac{1}{k_1} + \frac{1}{k_2}$$
(4.16)

C'est cette raideur k_t qui est donnée par la pente à l'origine des courbes force/déplacement. La raideur de l'éprouvette seule est donc

$$k_2 = \frac{k_1 k_t}{k_1 - k_t}$$
(4.17)

4.6.2. Détermination

Un essai de flexion est effectué sur un bloc d'acier très épais, supposé rigide. La complaisance du montage est estimée à $1.06 \cdot 10^{-2} \text{ mm} \cdot \text{N}^{-1}$. D'après HBM, la complaisance du capteur est de $1.05 \cdot 10^{-2} \text{ mm} \cdot \text{N}^{-1}$. La complaisance du montage est ainsi voisine de celle du capteur de force. Le reste du système est donc peu complaisant. En reprenant les notations du paragraphe précédent, la raideur k_1 vaut donc 94.19 N·mm⁻¹.

4.7. Comparaison du déplacement des points d'application des forces à la flèche maximale

La course du capteur de flèche est de 2 mm seulement. Toutefois si sa limite est atteinte (*e.g.* en raison d'un mauvais positionnement en début d'essai), la flèche maximale à relever peut être supérieure à celle donnée par le capteur. A ce moment, le déplacement du point d'application de la charge peut être retenu sous réserve que le rapport de la flèche maximale et du point d'application de la force reste constant au cours de l'essai. Ce rapport est théoriquement de (cf. Annexe 3) :

$$\frac{f_D}{f_C} = \frac{\frac{Pa}{24EI} (3l^2 - 4a^2)}{\frac{Pa^2}{6EI} (3l - 4a)}$$

$$= \frac{3l^2 - 4a^2}{4a(3l - 4a)}$$

$$\frac{f_D}{f_C} = \frac{11}{8} \approx 1.32$$
(4.18)

Toutefois le déplacement du point d'application de la force est affecté par la complaisance du

montage et une correction doit être apportée lors du calcul du rapport

$$\frac{f_D}{f_C} = \frac{f_D}{f_{C,mes} - CF_{mes}}$$
(4.20)

où $f_{C,mes}$ est le déplacement mesuré du point d'application mesuré C la complaisance et F_{mes} la force associée au déplacement mesuré.

La constance du rapport des flèches a été vérifiée dans chaque système, en particulier pour des niveaux de charge et de déplacement importants, c'est à dire quand la mesure de la flèche n'est plus possible avec l'extensomètre.

5. CAMPAGNE D'ESSAIS ET ANALYSE

Plusieurs séries d'essais ont été effectuées. Les essais sont validés en les comparant au calcul analytique de la déformation maximale d'une poutre sollicitée en flexion 4 points (cf. Annexe 3).

5.1. Essais sur substrats vierges

Un exemple de courbe force/déplacement⁴ est donné à la figure 4.21.

Dans le cas d'une poutre homogène en flexion, le déplacement du point d'application des charges est

$$f = \frac{Pa^2}{6EI} (3l - 4a)$$
(4.21)

où *P* est la charge appliquée à chaque appui, *l* est la longueur utile de l'éprouvette, *a* est la distance entre appui extérieur et point d'application des charges, *E* le module d'Young de la poutre et *I* son moment quadratique tel que

$$I = \frac{bh^3}{12} \tag{4.22}$$

Puisque a = l/4, (4.21) devient

$$f = \frac{Pl^3}{48EI} \tag{4.23}$$

Le module d'Young se déduit donc aisément de la raideur mesurée (pente Plf)

$$E = \left(\frac{l^3}{48I}\right)\frac{P}{f} \tag{4.24}$$

Des essais ont été effectués sur des substrats vierges. Les modules d'Young suivants en sont déduits par moyenne sur n éprouvettes. Les résultats sont comparées aux valeurs des fournisseurs

⁴ Force totale appliquée/déplacement traverse

 $(E_{th\acute{e}o})^5$.

• <u>SiC</u> :	$\overline{E}_{\scriptscriptstyle SiC}$ = 429.8 GPa	(n = 5)	$E_{SiC th\acute{e}o}$ = 420 GPa
• Graphite :	$\overline{E}_{Graphite}$ = 9.5 GPa	(n = 6)	$E_{Graphite th\acute{e}o} \approx 9 \text{ GPa}$
• <u>Verre</u> :	\overline{E}_{Verre} = 62.8 GPa	(n = 3)	$E_{Verre\ th\acute{e}o}$ = 60-65 GPa

Les valeurs calculées sont du même ordre que celles données par les fournisseurs.



figure 4.21 : courbe force/déplacement d'un substrat de SiC en flexion 4 points et courbe d'émission acoustique

5.2. Essais sur bimatériaux

5.2.1. Description de la courbe force/déplacement

D'après les observations menées au cours des essais, l'endommagement de l'éprouvette se fait en plusieurs phases (figure 4.22) :

- (i) un <u>premier segment</u> de pente correspondant à la raideur de l'éprouvette non encore endommagée.
- (ii) une <u>succession de segments</u> de pente décroissante. Il s'agit à l'évidence d'un endommagement, ce qui est confirmé par les observations : c'est le décollement/rupture du dépôt présent sur la tranche de l'éprouvette. La dernière pente correspond à la raideur de l'éprouvette substrat/dépôt, *i.e.* sans cette phase sur la tranche. Cette partie de la courbe

⁵ Tous les calculs prennent en compte les différentes corrections à apportées aux courbes *brutes* présentées : complaisance du système et influence du pointeau, correction $P = P_t/2$ où P_t est la charge totale appliquée et donc mesurée, etc.

s'achève par une chute de force brutale puis une légère remise en charge avant la phase suivante. Il s'agit du décollement total du dépôt très clairement observable au cours de l'essai.

(iii) un <u>troisième segment</u> de pente correspondant à la raideur du substrat nu lorsque la fissure a totalement été déviée (décohésion interfaciale totale).



<u>figure 4.22</u> : courbe force/déplacement d'une éprouvette graphite/pyrocarbone soumise à l'essai de flexion 4 points et les 3 phases caractéristiques. Courbe d'émission acoustique

La courbe ne présente donc pas de plateau de charge après la chute de force comme on pouvait s'y attendre au vu d'essais du même type réalisés sur d'autres couples de bimatériaux [Letullier 94, Lacroix 01]. Cela indique que la propagation de la décohésion est instantanée.

En revanche, on peut observer la position *théorique* du plateau de charge constante. Il devrait se situer après la très légère remise en charge suivant la chute brutale de force. C'est cette valeur qui devra être considérée pour P^c . Il en sera au moins déduit une estimation de G_i^c .

5.2.2. Déduction du module d'Young du dépôt

Pour déterminer le module d'Young du dépôt, le <u>scénario d'endommagement de l'éprouvette</u> doit être confirmé par un rapide calcul analytique. Reprenons les formules classiques de la flexion 4 points adaptées ici au cas particulier de la F4P ¹/₄ sur bimatériau. Dans le cas d'une poutre bimatériau, les expressions deviennent plus complexes. Le moment quadratique de la section droite de la phase 1 (substrat) s'exprime par

(4.4)
$$I_1 = \frac{bh_1^3}{12}$$

et celui de l'éprouvette bimatériau par

(4.5)
$$I_c = b \left(\frac{\gamma h_1^3}{12} + \frac{h_2^3}{12} + \frac{\gamma h_1 h_2 (h_1 + h_2)^2}{4 (\gamma h_1 + h_2)} \right)$$

où γ, rapport des modules réduits, s'exprime par

(4.6)
$$\gamma = \frac{\overline{E}_1}{\overline{E}_2} = \frac{E_1 \left(1 - v_2^2\right)}{E_2 \left(1 - v_1^2\right)}$$
(4.25)

Par hypothèse, les coefficients de Poisson sont supposés égaux. Ainsi

$$\gamma = \frac{E_1}{E_2} \tag{4.26}$$

<u>Remarque</u> : un rapide calcul montre que l'influence du rapport $\frac{(1-v_2^2)}{(1-v_1^2)}$ est négligeable sur le rapport

 E_1/E_2 puisque pour des valeurs admissibles de coefficient de Poisson, il reste relativement voisin de 1 (figure 4.23).



figure 4.23 : évolution du coefficient γ en fonction de valeurs admissibles de v_1 et v_2

Trois cas doivent donc être considérés (figure 4.24) :

 (i) un <u>premier segment</u> de pente égale à la raideur de l'éprouvette non encore endommagée. Le module d'Young de l'éprouvette se déduit d'une loi des mélanges :

$$E_c = V_1 E_1 + V_2 E_2 \tag{4.27}$$

où

- $V_1 = \frac{h_1 b}{S_t}, \ V_2 = \frac{h_2 b + 2h_1 h_2}{S_t} \ \text{et} \ S_t = (b + 2h_2)(h_1 + h_2)$ (4.28)
- (ii) la <u>dernière raideur</u> avant décollement (chute de force principale). Là encore, le module d'Young doit être calculé par une loi des mélanges de type (4.22) mais avec cette fois-ci

$$V_1 = \frac{h_1 b}{S_t}, V_2 = \frac{h_2 b}{S_t}$$
 et $S_t = (h_1 + h_2)b$ (4.29)

(iii) un <u>troisième segment</u> de pente égale à la raideur du substrat nu (décohésion interfaciale totale). Le seul module d'Young à considérer est celui du substrat (relation (4.24)).

(a) substrat/dépôt vierge

(b) après décollement du dépôt sur les tranches (c) après décollement total du dépôt

figure 4.24 : représentation schématique de la section droite de l'éprouvette à différents stades de son endommagement

Le scénario de l'endommagement de l'éprouvette (décollement du dépôt en cisaillement sur les faces latérales puis en mode I sur la face supérieure) est confirmé par les observations (figure 4.25, 4.26 et 4.27) et par l'analyse d'image (figure 4.28). Dans ce dernier cas, le décollement du dépôt s'effectue en deux temps, *i.e.* de manière asymétrique. Toutefois l'analyse du déplacement *via* CORRELI montre parfaitement l'endommagement sur les faces latérales puis le décollement du substrat.



<u>fiqure 4.25</u> : début du décollement du dépôt sur la tranche de l'éprouvette. Direction de décollement du dépôt</u>



figure 4.26 :déviation de la fissure le long du substrat après décollement du dépôt sur la tranche



figure 4. 27 : faciès de rupture d'une éprouvette C/SiC. Le substrat est complètement décollé du dépôt

Pour déduire le module du dépôt E_2 , l'analyse se fait en sens inverse. Tout d'abord, l'étape 3 permet de déterminer le module d'Young du substrat, et de le comparer aux valeurs obtenues par des essais sur substrats nus.

Ensuite, les étapes 2 et 1 permettent de déduire la valeur du module du dépôt. Sa forme analytique doit se déduire des relations (4.21), (4.27) et surtout (4.5) (où γ est fonction du rapport des modules) ; E_2 devant satisfaire une équation du second degré très délicate à établir



<u>figure 4.28</u> : analyse d'images par le logiciel CORRELI. Champ de déplacement dans la direction verticale (isovaleurs) et déformée (vecteurs) (vitesse d'application de la charge : 0.1 mm·mn⁻¹)

Le dépôt se décolle d'abord sur les faces latérales.



t = 0 *min* 0 s (contact)







t = 1 *min* 16 s





t = 9 *min* 37 s



t = 12 min 59 s





formellement, il a été choisi de ne pas l'exprimer directement. E_2 est donc simplement déduit par dichotomie.

Les caractéristiques des dépôts calculées sont les suivantes.

• <u>PyC</u> :	E_{PyC} = 2.9 GPa	(n = 3)
• <u>SiC</u> :	<i>E_{SiC}</i> = 515 GPa	(n = 2)

Le nombre d'éprouvettes ayant été retenu pour ce calcul-ci peut paraître faible. Ceci est dû à la complexité de l'endommagement du dépôt sur les faces latérales. Pour ces calculs, seules les éprouvettes en flexion où le mécanisme d'endommagement du dépôt a été clairement vérifié ont été retenues. En effet, de nombreux phénomènes peuvent parasiter les mesures, en particulier un décollement du dépôt n'intervenant pas au centre de l'éprouvette (figure 4.29).

Le module d'Young du PyC peut sembler faible, mais il est globalement du même ordre que celui donné par Rand [93] (E_{PyC} = 7-10 GPa). Au contraire, celui du SiC peut sembler surestimé mais il est bien de l'ordre de celui donné par Lamon *et al.* [93] (E_{SiC} = 500 GPa).

5.2.3. Déduction de la ténacité interfaciale

Les ténacités interfaciales de différents couples de matériaux se déduisent finalement de la relation (4.7).

- <u>Graphite/PyC</u> : $G_{Gr/PyC}^c = 1.78 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$
- <u>Graphite/SiC</u> : $G_{Gr/SiC}^{c}$ = 12.5 J·m⁻²
- <u>Verre/Verre⁶</u> : $G_{Verre/Verre}^{c}$ = 1.83 J·m⁻²

Ces ordres de grandeur indiquent des valeurs de ténacités très faibles.

Les ténacités des bimatériaux SiC/dépôt n'ont pu être déterminées. En effet, le niveau de charge maximum estimé au cours du dimensionnement des éprouvettes était proche de la capacité du capteur. Cependant, ces calculs ont été effectués à G_i^c près, cette valeur étant inconnue. La ténacité réelle se révélant très nettement supérieure à 1 J·m⁻², le niveau de charge maximal a été sous-estimé (cf. § 3.1). Les essais ont dû être interrompus.

Les essais de F4P¹/₄ permettent donc de déduire les ténacités interfaciales. Alliés au modèle numérique, il est présenté au paragraphe suivant comment les étendre à la détermination de la résistance de l'interface.

⁶ Lamelles de verre assemblées par de la colle cyanoacrylate



figure 4.29 : éprouvette graphite/PyC en flexion 4 points. Le dépôt ne s'est pas décollé au centre de l'éprouvette.

5.2.4. Détermination de la résistance interfaciale

Plusieurs essais numériques ont été effectués pour simuler la flexion 4 points, dans la configuration retenue pour les essais (cf. § 2.2). Un déplacement unitaire est imposé (au point d'application de la force). La contrainte d'ouverture interfaciale a été calculée pour différentes longueurs initiales de fissures et différents couples de matériaux.

Considérons un bimatériau de type substrat de graphite/dépôt de pyrocarbone. La courbe force/déplacement obtenue lors des essais de flexion est donnée à la figure 4.30.



<u>figure 4.30</u> : courbes force/déplacement et émission acoustique d'un bimatériau graphite/PyC soumis à une sollicitation de F4P¹/₄

La force maximale⁷ avant déviation de la fissure est de P_{max} = 3.16 N et le déplacement de d^c = 3.06 mm. Le rapport des modules des matériaux en présence est de E_s/E_d = 3.28.

Il faut estimer a^c à partir d'observations microcoscopiques. En effet d'une manière générale, $a^c \approx a_0$ où a_0 est la longueur de fissure initiale. Dans cet exemple, $a^c \approx 90\%$ de l'épaisseur du dépôt ; l'entaille initiale est très profonde dans le pyrocarbone. Ainsi, la contrainte interfaciale maximale peut se déduire de la simulation numérique (cf. figure 4.5).

La contrainte critique est donc de 108.10 MPa pour u = 1 et $E_s/E_d = 3.28$. Or la simulation numérique a été effectuée pour un module du substrat de 100 GPa. Une première correction doit donc être apportée :

⁷ Valeurs corrigées

$$\sigma_{xx}^{c} = \sigma_{xx} \frac{E_{s}}{100} = 108.1 \times 9.5 \cdot 10^{-2} = 10.35 \text{ MPa}$$

Par ailleurs, la simulation a été effectuée en appliquant un déplacement unitaire. Une seconde correction doit donc être apportée (sachant que f_c et P sont proportionnels, cf. Annexe 3) :

$$\sigma_{rr}^{c} = \sigma_{rr} d^{c} = 10.35 \times 3.06 = 31.7 \text{ MPa}$$

La contrainte interfaciale critique est de 31.7 MPa. Ce résultat doit être comparé à la condition de décohésion établie au chapitre précédent. Avant tout, la déviation est particulièrement aisée dans ces bimatériaux. Sachant que la résistance du graphite est de 44.8 MPa en flexion (donnée Carbone Lorraine), l'application de la condition de décohésion au niveau de l'interface (graphite/PyC) conduit à :

• Interface (graphite/PyC)
$$\frac{E_s}{E_d}$$
 0.35 $\Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{Graph}^c} = 0.99 \Rightarrow \sigma_{Graph/PyC}^{c\dagger} = = 44.4 \text{ MPa}$

La résistance interfaciale déterminée précédemment est donc bien inférieure à la résistance <u>maximale</u> donnée par la condition (3.5). Considérons maintenant un bimatériau de type substrat de graphite/dépôt de SiC. La courbe force/déplacement obtenue lors des essais mécaniques est donnée à la figure 4.31.



<u>figure 4.31</u> : courbes force/déplacement et émission acoustique d'un bimatériau graphite/SiC soumis à une sollicitation de F4P¼</u>

La force maximale avant déviation de la fissure est de P_{max} = 3.04 N et le déplacement est de d^c = 1.71 mm. Le rapport des modules des matériaux en présence est de E_s/E_d = 0.02. La longueur de fissure au moment de la décohésion est estimée à 60 % de l'épaisseur du dépôt de SiC, extrêmement résistant à l'entaille. Ainsi, la contrainte interfaciale maximale peut se déduire une nouvelle fois de la simulation numérique. Elle est de 252.7 MPa. En y apportant les mêmes corrections que précédemment, la contrainte interfaciale réelle est de 41.1 MPa.

Dans ce bimatériau, la déviation est délicate à obtenir. En effet, le SiC étant rigide, de l'énergie est accumulée au début de l'essai ; lorsqu'elle est relâchée, la rupture complète de l'échantillon peut intervenir. De la même manière, ce résultat peut être comparé à la condition de décohésion. Son application au niveau de l'interface (graphite/SiC) conduit à :

• Interface (graphite/SiC)
$$\frac{E_s}{E_d} = 0.02 \Rightarrow \frac{\sigma_i^{c\dagger}}{\sigma_{Graph}^c} = 0.001 \Rightarrow \sigma_{Graph/PyC}^{c\dagger} = 0.05 \text{ MPa}$$

Comme le soulignait l'expérience, la décohésion est difficile à obtenir. La résistance de l'interface déterminée juste avant confirme ce résultat : σ_i^c est supérieure à la résistance <u>minimale</u> donnée par la condition. La résistance de l'interface est supérieure à celle obtenue dans le cas du graphite/PyC. Ceci est bien confirmé par les calculs de ténacité interfaciale effectués au paragraphe 5.2.3. La ténacité du graphite/SiC était bien supérieure à celle du graphite/PyC.

Des calculs équivalent ont été effectués avec une éprouvette verre/verre (figure 4.32).



figure 4.32 : courbes force/déplacement et émission acoustique d'un bimatériau graphite/SiC soumis à une sollicitation de F4P¹/₄

La résistance de l'interface a été estimée à 13.6 MPa. Cette valeur peut sembler faible comparée aux résistances interfaciales des éprouvettes précédentes. Toutefois, un joint de colle inhomogène ou la présence d'une bulle pourrait expliquer ce résultat. Là encore, le soin à porter à l'élaboration des échantillons est à souligner.

6. CONCLUSIONS

Charalambides *et al.* [89] ont proposé une méthode de calcul de la ténacité interfaciale. Les essais de flexion 4 points ont été retenus pour déterminer également des résistances interfaciales, en

utilisant l'outil numérique précédemment mis en œuvre.

Dans un premier temps, des études numériques et paramétriques ont été menées pour dimensionner les éprouvettes de flexion en fonction de l'épaisseur des dépôts pouvant être fournis à Snecma Propulsion Solide. Ensuite, un banc d'essai adapté à ces éprouvettes a été développé.

Dans un premier temps, le module d'Young des substrats a été déterminé. Les résultats sont bien conformes aux données des fournisseurs. Une campagne d'essais permettant de déduire résistance ou ténacité a ensuite été menée sur des bimatériaux. A ce sujet, un soin particulier doit être apporté (i) au choix des constituants (les matériaux doivent être aussi proches que possible des matériaux constitutifs des composites) et (ii) à la réalisation des éprouvettes.

Par ailleurs, l'entaille à partir de laquelle la fissure sera amorcée doit être extrêmement soignée. En effet, le mécanisme de déviation de fissure reste complexe même pour ces matériaux modèles et de nombreux paramètres interviennent (dépôt parasite sur la tranche, etc.). Ainsi, une décohésion peut apparaître ailleurs qu'au centre de l'éprouvette comme le montrait la figure 4.27. Une attention particulière doit être portée sur la recherche des défauts avant essai.

Enfin, une autre méthode d'élaboration des éprouvettes doit être proposée de manière à supprimer simplement le dépôt sur les tranches. Placer les substrats dans des encoches avant la CVD assure de protéger les tranches des éprouvettes, mais le dépôt risque d'être endommagé, arraché, lors du décollement des éprouvettes. L'idéal serait donc de prévoir des substrats beaucoup plus larges et de les usiner à nouveau après le dépôt chimique en phase vapeur.

Des valeurs de ténacités et de résistances interfaciales ont été déterminées dans certaines configurations particulières (graphite/dépôt, verre/verre). Toutefois, il serait intéressant d'adapter le montage de flexion à un capteur de capacité supérieure pour pouvoir tester les échantillons dont le substrat est beaucoup plus rigide (*e.g.* SiC/dépôt). Les caractéristiques interfaciales étant inconnues, le dimensionnement des éprouvettes en fonction (i) des épaisseurs de dépôt pouvant être élaborés par Snecma Propulsion Solide, et surtout (ii) des moyens d'acquisition, avait conduit à sous-estimer le niveau de charge maximal.

Les essais de flexion alliés à l'outil numérique présenté au chapitre 2 permettent toutefois bien de déduire ces caractéristiques généralement inconnues.

Conclusion générale

Conclusion générale

La recherche de performances jusqu'alors inégalées en terme de résistance structurale a rapidement nécessité l'utilisation des céramiques dans l'industrie aéronautique et spatiale, ou la Défense par exemple. Plus précisément, c'est l'emploi des composites à matrice céramique qui cherche à être généralisé, car leur structure complexe supprime le caractère fragile propre aux céramiques massives. Ils se distinguent en outre par leurs propriétés mécaniques et thermomécaniques élevées, en particulier dans les conditions extrêmement sévères rencontrées dans l'aéronautique ou l'aérospatiale.

Le renfort fibreux et la matrice imposent leurs propres caractéristiques mécaniques et thermiques à l'ensemble de la structure, mais la qualité de l'interface fibre/matrice joue également un rôle essentiel sur le comportement global du matériau. Pour protéger le renfort fibreux en déviant les fissures matricielles, cette liaison doit être optimisée. Dans ce but, une interphase est généralement insérée entre le renfort et la matrice.

Les fissures matricielles restent la principale cause de l'infiltration d'oxygène dans le matériau, risquant de provoquer une dégradation du renfort par oxydation. Interphases et matrices séquencées ont donc été développées pour dévier les fissures et rendre plus complexe leur propagation vers les fibres. La qualité de chaque phase et de chaque interface peut et doit donc être adaptée pour retarder au maximum la rupture du matériau.

Il est indispensable de prévoir la déviation des fissures matricielles au niveau des interfaces ou au cœur des interphases.

Généralement, deux mécanismes sont proposés pour décrire la déviation d'une fissure le long d'une interface : soit la fissure matricielle atteint l'interface pour y être éventuellement déviée, soit une seconde fissure est nucléée à l'interface avant que la fissure principale ne l'atteigne ; la déviation résulte alors de la coalescence des deux fissures [Cook et Gordon 64]. Ce second mécanisme sur lequel s'appuie la présente étude, a déjà été observé sur plusieurs bimatériaux, mais il n'a pas encore été modélisé de façon pleinement satisfaisante. L'approche proposée combine une analyse en contrainte (nucléation de la fissure interfaciale) et en énergie (propagation des fissures).

L'analyse de la propagation d'une fissure est régie par le calcul du taux de restitution d'énergie à son extrémité. La nucléation d'une fissure interfaciale telle qu'elle est envisagée dans le mécanisme de Cook et Gordon [64], dépend du champ de contrainte d'ouverture le long de l'interface.

Dans un premier temps, l'analyse de la propagation des fissures en présence a été privilégiée. Un microcomposite a été modélisé. Un outil numérique a été développé afin d'utiliser simplement les procédures du code de calcul MODULEF. Ce programme permet de générer automatiquement des maillages en fonction de la structure du matériau, sa géométrie, etc. Une géométrie particulière a été créé afin de contrôler parfaitement l'extension d'une fissure <u>idéale</u> (lors du calcul du taux de restitution d'énergie par la méthode de refermeture de la fissure), et la répartition des éléments au voisinage de ce point de calcul. Après avoir été validé dans le cas d'un matériau homogène et un bimatériau par comparaison à des valeurs de la littérature, le modèle est appliqué à l'analyse de la propagation des fissures au sein d'un microcomposite de type fibre/matrice.

La condition de décohésion est appréhendée en termes de contraintes. Deux approches sont considérées, recherchant soit le maximum de la contrainte d'ouverture, soit la moyenne des contraintes. La première semble plus facile à employer que la seconde. Cependant elle dépend d'une inconnue : la longueur du ligament *l*. Dans le chapitre 4, on a cherché à déterminer une borne supérieure pour $\sigma_{rr}(l, z = 0)$ qui permettrait alors de s'affranchir de cette inconnue.

Une fissure matricielle <u>réelle</u> atteignant le très proche voisinage d'une interface est donc modélisée sous CASTEM 2000, pour déterminer le maximum de la contrainte d'ouverture, le long de l'interface. La pointe de la fissure matricielle est caractérisée par un rayon de courbure. Par ailleurs, cette configuration particulière permet d'introduire une longueur limite correspondant à une distance interatomique dans un matériau cristallin, en deçà de laquelle la fissure matricielle ne pourra se propager sans atteindre l'interface.

Une condition de nucléation de fissure en amont de la fissure matricielle est établie. Elle est équivalente à celle proposée par plusieurs auteurs dans la littérature. Elle peut être utilisée pour prévoir une décohésion en amont d'une fissure matricielle connaissant certaines caractéristiques mécaniques, ou au contraire pour déduire les grandeurs inconnues (méthodes inverses).

Elle est validée dans un premier temps sur l'exemple simple du matériau homogène. Les valeurs obtenues ensuite pour un bimatériau prolongent parfaitement les résultats acquis dans la modélisation du microcomposite sous MODULEF en les bornant. La condition est ensuite utilisée sur différents exemples (bimatériau dont les constituants de part et d'autre de l'interface sont identiques, ...), et plusieurs situations observées dans les composites (CMC avec ou sans interphase, matrices séquencées, ...) ou plus originaux (fibre assimilée à un microcomposite, nacre, ...). La condition est également utilisée sur les interphases nanoséquencées et les composites fragile/fragile particuliers que sont les C/résine pour lesquels la fibre rompt en premier.

Par extension, la condition est appliquée aux matériaux lamellaires souvent utilisés comme déviateurs de fissure : le pyrocarbone et le nitrure de bore. Des résistances caractéristiques de ces phases sont déterminées. Il est enfin montré comment la condition de décohésion peut être utilisée pour optimiser le séquençage d'un matériau.

Toutefois, cette condition de décohésion ne peut être appliquée que si la résistance interfaciale σ_i^c est connue. De même, l'analyse de la propagation des fissures ne peut se faire que connaissant la ténacité des matériaux en présence et celle de l'interface, elle aussi généralement incconnue.

Charalambides *et al.* [89] ont proposé une solution analytique du taux de restitution d'énergie. La ténacité interfaciale se déduit d'essais de flexion 4 points. Ces essais étant simples à mettre en œuvre, il sont retenus pour déduire la résistance de l'interface par comparaison aux essais numériques. L'outil développé aux chapitres 2 et 3 peut en effet parfaitement être adapté à la simulation de la flexion 4 points.

Des éprouvettes bimatériaux ont été préparées. Elles ont été dimensionnées en fonction des capteurs disponibles et des dépôts pouvant être fournis par Snecma Propulsion Solide. Dans un second temps, un banc de flexion 4 points adapté à ces éprouvettes de petites dimensions a été développé.

Une campagne d'essais de flexion 4 points a été effectuée. Les essais se sont révélés difficiles à exploiter compte tenu de l'endommagement du dépôt sur les faces de l'éprouvettes. Ténacités et résistances interfaciales peuvent être déduites en confrontant les essais mécaniques au modèle numérique mis en œuvre au chapitre 2. Il se révèle toutefois qu'un soin extrême doit être porté à la mise en œuvre des bimatériaux et à leur sélection avant essai.

L'outil numérique proposé s'est révélé simple et efficace. Il pourrait toutefois être étendu à d'autres matériaux puisqu'il n'est applicable qu'aux composites fragile/fragile.

Par ailleurs, les effets dynamiques ne sont pas pris en compte. Ils pourraient être un facteur de pénétration de la fissure dans la phase suivante. D'autre part, les contraintes résiduelles ont été supposées négligeables. Toutefois, l'analyse menée grâce à la condition s'est révélée plutôt satisfaisante.

Enfin, la condition peut être appliquée facilement lorsque les résistances interfaciales sont connues, ce qui est rarement le cas. Des techniques de détermination de σ_i^c ont été proposées, mais elles n'étaient pas optimales. En effet, si la méthode se révèle intéressante, les essais sont trop dépendants de la qualité des dépôts ou de l'entaille initiale par exemple.

- 217 -

Annexes

Sommaire

Annexe 1 - Modes d'élaboration des composites	223
A1.1 Enrobage en phase solide	223
A1.2 Impregnation en phase liquide	223
A1.3 Infiltration chimique en phase vapeur	223
Annexe 2 - États plans de déformations et de contraintes	224
A2.1 Etat plan de déformations	224
A2.2 Etat plan de contraintes	224
Annexe 3 - Modèle de rupture d'un solide cristallin	226
Annexe 4 - Caractéristiques des matériaux	229
A4.1 Propriétés de fibres	229
A4.2 Proprietes de materiaux d'interphase	229
A4.3 Propriétés de matrices	231
A4.4 Propriétés de constituants divers	231
Annexe 5 - Calcul analytique de la déformation maximale d'une poutre sollicitée en flexion 4 points	233

Modes d'élaboration des composites

Il existe trois méthodes d'élaboration de matériaux composites issues des trois techniques d'enrobage des fibres. Ce sont les élaborations par voie (i) solide, (ii) liquide et (iii) gazeuse. Des procédés mixtes existent également. Selon la technique choisie, il convient toujours de privilégier une élaboration à basse température et basse pression afin de minimiser l'endommagement du renfort, tant sur le plan chimique que mécanique [Naslain *et al.* 85].

A1.1 ENROBAGE EN PHASE SOLIDE

La technique d'enrobage en phase solide découle de celle utilisée en métallurgie des poudres et consiste en une compression/frittage. Toutefois, cet enrobage ne peut être utilisé avec des fibres longues (qui subiraient un endommagement important) et est donc essentiellement limité aux whiskers. L'objectif est l'amélioration de la ténacité de la matrice.

A1.2 IMPREGNATION EN PHASE LIQUIDE

Une première technique consiste à préparer une préforme de fibres réfractaires constituée ou consolidée par une phase *A*. Le renfort est ensuite infiltré par une seconde phase *B*. Les deux phases réagissent pour former *in situ* la matrice réfractaire *AB*.

Une seconde méthode consiste à imprégner le renfort par un précurseur organique ou métallique. Le préimprégné est alors séché, pyrolysé et compressé à chaud.

A1.3 INFILTRATION CHIMIQUE EN PHASE VAPEUR

La technique de CVI (chemical vapour infiltration : infiltration chimique en phase vapeur) découle directement de la CVD (chemical vapour Deposition : dépôt chimique en phase vapeur). Dans ce dernier processus, une phase solide se forme au contact d'un substrat par réaction chimique à partir de précurseurs gazeux (e.g. CH_4 ou C_3H_8 pour le PyC, $CH_3SiCl_3-H_2$ pour le SiC, ...).

L'infiltration chimique en phase vapeur permet de densifier une préforme à l'aide d'un précursur se formant de la même manière. La mise en œuvre se produit à une température inférieure à celle de fusion ou de décomposition de la céramique à déposer (1000°C au lieu de 2500°C pour le SiC, ou 3000°C pour le TiC). En outre, aucune pression n'est appliquée sur le renfort.

États plans de déformations et de contraintes

A2.1 ETAT PLAN DE DÉFORMATIONS

Un plan est dans un état de déformations planes si tous les plans matériels parallèles à celui-ci se trouvent dans le même état cinématique (figure A2.1).

Les contraintes et les déformations sont telles que :

$$\sigma_{xx} \neq 0 \quad \sigma_{xy} \neq 0$$

$$\sigma_{yy} \neq 0 \quad \sigma_{xz} = 0$$

$$\sigma_{zz} \neq 0 \quad \sigma_{yz} = 0$$

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx} \neq 0 \quad \varepsilon_{xy} \neq 0 \\ \varepsilon_{yy} \neq 0 \quad \varepsilon_{xz} = 0 \\ \varepsilon_{zz} = 0 \quad \varepsilon_{yz} = 0 \end{cases}$$
(A2.1a)
(A2.1b)

Cet état de déformation est associé aux structures d'épaisseur importante (*e.g.* plaque épaisse).

A2.2 ETAT PLAN DE CONTRAINTES

Un plan est dans un état de contraintes planes si la direction normale à ce plan est principale et la contrainte normale dans cette direction est nulle (figure A2.2).

Les contraintes et les déformations sont telles que :

$$\sigma_{xx} \neq 0 \quad \sigma_{xy} \neq 0$$

$$\sigma_{yy} \neq 0 \quad \sigma_{xz} = 0$$

$$\sigma_{zz} = 0 \quad \sigma_{yz} = 0$$

(A2.2a)

$$\begin{cases} \varepsilon_{xx} \neq 0 \quad \varepsilon_{xy} \neq 0 \\ \varepsilon_{yy} \neq 0 \quad \varepsilon_{xz} = 0 \\ \varepsilon_{zz} \neq 0 \quad \varepsilon_{yz} = 0 \end{cases}$$
(A2.2b)

Cet état de contrainte est associé aux structures de faible épaisseur (e.g. plaque mince).





figure A2.1 : conditions de déformations planes

figure A2.2 : conditions de contraintes planes

Modèle de rupture d'un solide cristallin

Soit un matériau homogène. Par soucis de simplification, il est assimilé à un solide cristallin ; l'empilement est supposé de type cubique simple (figures A3.1 et 2). L'échelle d'observation est donc l'échelle atomique. Rappelons à ce sujet que l'ordre de grandeur de l'atome, et donc la distance entre deux plans interatomiques de la structure cristalline est l'angström. Les liaisons entre atomes ou molécules sont modélisées par des ressorts (figure A3.3).

Par hypothèse, l'ensemble ne se déforme que dans la direction d'application des forces. La contraction latérale n'est donc pas prise en compte par soucis de simplification.

L'allongement Δa d'un ressort est reliée à la force *f* appliquée par la relation suivante

$$f = \beta \Delta a \tag{A3.1}$$

où β est la constante de raideur du ressort. L'allongement s'exprime par

$$\Delta a = a - a_0 \tag{A3.2}$$

où a_0 est la longueur initiale et a la longueur après application de l'effort. La déformation se déduit aisément :

$$\varepsilon = \frac{\Delta a}{a_0} \tag{A3.3}$$

Par ailleurs, on suppose que chaque ressort compris dans un même plan orthogonal à la direction de sollicitation a un allongement maximal de Δa_{max} ($\Delta a_{max} = a_{max} - a_0$).

La contrainte appliquée sur le volume de matériau considéré s'écrit

$$\sigma_a = \frac{F}{S} \tag{A3.4}$$

On suppose que *n* ressorts sont concernés par la déformation ainsi appliquée.

En conservant l'analogie avec les ressorts, le module d'Young se met sous la forme

$$E = \frac{Ba_0}{S} \tag{A3.5}$$

avec $B = n\beta$, constante de raideur globale des ressorts.



figure A3.1 : représentation schématique d'un empilement atomique cubique simple



figure A3.2 : représentation schématique éclatée d'un empilement atomique cubique simple



du solide cristallin soumis à une charge. La rupture aura lieu entre les plans P_1 et P_2 .

En introduisant la relation (A3.3), la relation précédente exprime la loi de Hooke :

$$\sigma = E\varepsilon \tag{A3.6}$$

Ce modèle, généralisé à la troisième dimension permet d'estimer la contrainte théorique de rupture d'un matériau fragile. Par hypothèse, la rupture se produira entre les plans P_1 et P_2 . Seules les liaisons entre ces deux plans sont donc représentées (figure A3.3). La rupture conduit à la création de deux nouvelles surfaces. Ainsi, un atome du plan P_i (j = 1, 2) est relié à 6 autres atomes avant rupture et 5 seulement après.

x est l'énergie de surface, *i.e.* l'énergie nécessaire à pour maintenir les atomes de surface à leurs voisins. L'énergie nécessaire à la création de ces deux nouvelles surfaces est donc

$$W_s = 2\gamma_s \tag{A3.7}$$

 W_{s} est fournie par l'énergie élastique W_{dl} emmagasinée dans les ressorts situés entre les plans $P_1 \text{ et } P_2$:

$$W_{\acute{e}l} = \frac{1}{2} F_{ih} \Delta a_{max} \tag{A3.8}$$

où F_{th} est la force théorique de rupture de l'ensemble des ressorts situés entre les plans P_1 et P_2 , et

 $\Delta a_{\scriptscriptstyle max}$ l'allongement maximum. Il y a donc rupture si :

$$W_{\acute{e}l} \ge W_S \tag{A3.9}$$

Or le volume concerné par la déformation est de seulement $V = a_0 S$.

$$\Rightarrow W_{\acute{e}l} = \frac{1}{2}\sigma_a E\varepsilon Sa_0 \tag{A3.10}$$

où σ_a est la contrainte appliquée à l'ensemble. A la force théorique de rupture est associée la contrainte théorique de rupture σ_{th} (parfois notée R_{th}) telle que :

$$\sigma_{th} = \frac{F_{th}}{S}$$

$$\Rightarrow \frac{1}{2} \sigma_{th} E \varepsilon S a_0 \ge 2\gamma_S S$$

$$\Rightarrow \sigma_{th} \ge 2\sqrt{\frac{E\gamma_S}{a_0}}$$
(A3.11)

La rupture d'un solide cristallin consiste donc simplement en la séparation de deux plans atomiques.

Caractéristiques des matériaux

A4.1 PROPRIETES DE FIBRES

Propriétés de fibres de SiC : voir tableau A4.1 ci-contre.

Matériau	Diamètre	Module d'Young	Caractéristiques mécaniques		Références
	Ø (µm)	E_L (GPa)	σ_r (MPa)	E _r (%)	
Zoltek Panex [®] 33 48 K Continuous	7.2	228	3800		*1
PAN Carbon Fiber					
Zoltek Panex [®] 30 MF High Purity	7.2	207	3600		*
Milled Carbon					
Thornel [®] T-300, Précurseur PAN	7	231	3650	1.4	*
Thornel [®] P-100S, Précurseur brai		760	2100	0.2	*

tableau A4.2	:	propriétés	de	fibres	de	С
--------------	---	------------	----	--------	----	---

Matériau	Module d'Young	Coefficient de Poisson	Caractéristiques mécaniques		Références
	E (GPa)	ν	σ_r (MPa)	E _r (%)	
Filament de tungstène	407	0.33	300	>10	[Le Petitcorps 92]

tableau A4.3 : propriétés de filament de tungstène (W)

A4.2 PROPRIETES DE MATERIAUX D'INTERPHASE

Propriétés de fibres de l'interphase de PyC : voir tableau A4.4 ci-contre.

Matériau	Module d'Young		Coefficient	t de Poisson	Références
Mode d'élaboration	E_L (GPa)	$\overline{E_T}$ (GPa)	v_{12}	V_{23}	
P-CVD	280	280	0.12	0.12	[Heurtevent 96]

tableau A4.5 : propriétés du SiC de l'interphase

¹ Les caractéristiques de matériaux référencées (*) sont des données fabricants

Matériau	Module	d'Young	Module de	cisaillement	Coefficient	t de Poisson	Caractéristiqu	es mécaniques	Références
Mode d'élaboration	E_L (GPa)	E_T (GPa)	G_L (GPa)	G_T (GPa)	ν_{12}	V 23	σ_r (MPa)	E _r (%)	
Nicalon NLM 202 brute ou	200	200	80	80	0.12	0.12			
traitée									
Fibre Hi-Nicalon brute	280	280	125	125	0.12	0.12			
Monofilament de SiC SCS-6	380						≥ 3450	0.9	

tableau A4.1 : propriétés de fibres de SiC

Matériau	Module	d'Young	Mod. Cisaill.	Coefficient	de Poisson	Caractéristiqu	e mécaniques	Références
Mode d'élaboration	E_L (GPa)	E_T (GPa)	E _{LT} (GPa)	V 12	V 23	σ _r (MPa)	E _r (%)	
$T \approx 1000^{\circ}C - CVD$				0.1	0.3			[Lamon et al. 93]
$T \approx 1000^{\circ}C - CVI$	30	12		0.12	0.4			[Bobet et Lamon 95]
T ≈ 1000°C - CVI	30	10						[Marion 93]
T ≈ 1600°C	17-19.6							[Rappeneau et al. 64]
T ≈ 1000°C - CVI	33					151	0.49	[Lebrun 96]
Basse température - CVI	25		10	0.23	0.23			[Warwick 91]
Basse température - CVI	30		2	0.12	0.4			[Bobet 95]
Basse température - CVI	40		5	0.15	0.3			[SEP 92]

tableau A4.4 : propriétés du PyC de l'interphase

Matériau	Module	d'Young	Module de	cisaillement	Coefficien	t de Poisson	Carac. méca.	Références
Mode de l'élaboration	E_L (GPa)	E_T (GPa)	G_L (GPa)	G_T (GPa)	v_{12}	V 23	σ _r (MPa)	
I-CVI	350	310	146	129	0.2	0.2	124-266	[Bobet et Lamon
								95, Pasquier 97]
	430	430	180	180	0.16	0.16	228-339	[Marion 93,
								Lamon et al. 93,
								Céramique 85]
	415	415						[Dalmaz 97]
	500	400						[Lamon et al. 93]
P-CVI	400	400	170	170	0.2	0.2		[Heurtevent 96]

tableau A4.7 : propriétés de la matrice SiC

Matériau	Module	d'Young	Caract. méca.	Références
Mode de l'élaboration	E_L (GPa)	E_T (GPa)	σ _r (MPa)	
BN ^h isotrope - Voie solide frittage	32	32	60	[Lipp et al. 89]
BN ^h anisotrope - Voie solide frittage	68	44	115^{\parallel} / 50^{\perp}	[Lipp et al. 89]
BN ^h - Voie solide frittage	20 à 78		39 - 110	[ACC]
BN - CVD	24	24		[Galasso 91]
BN ^h - P-CVD	15			[Coureau et al. 96]

tableau A4.6 :	propriétés	du nitrure	de bore
----------------	------------	------------	---------

A4.3 PROPRIETES DE MATRICES

-

Propriétés de la matrice SiC : voir tableau A4.7 page précédente.

Matériau	Module d'Young	Caractéristique mécaniques		Références
Mode de l'élaboration	E (GPa)	σ_r (MPa)	E r (%)	
Matrice C-CVD	7-40 selon la structure	10-500	0.3-2.0	[Rand 93]
		selon le degré de		
		graphitisation		
		14 pour des grains très fins		
		(1µm)		
Matrice C précurseur brai	5-10 selon la taille des grains, la	10-50	0.3 selon la taille des grains	[Rand 93]
	porosité,	120 pour des grains très fins	et le degré de graphitisation	
		(1µm)		
Matrice C précurseur résine	10-30	80-150	0.4	[Rand 93]

tableau A4.8 : propriétés de la matrice de carbone

A4.4 PROPRIETES DE CONSTITUANTS DIVERS

Matériau	Module d'Young	Coefficient de Poisson	Module de cisaillement	Résistance à rupture	Références
Mode d'élaboration	E (GPa)	v_{12}	G_L (GPa)	σ_r (MPa)	
SiO ₂	68	0.19	28	48	*

tableau A4.9 : propriétés de la silice

Matériau	Module d'Young	Caract. méca.	Références
Mode d'élaboration	E (GPa)	σ _r (MPa)	
Ceralloy 546, B ₄ C	448	303	*

<u>tableau A4.10</u> : propriétés du B₄C

Matériau	Module d'Young	Coef. de Poisson	Références
Mode d'élaboration	E (GPa)	ν	
Diamant (synthétique)	800-925	0.2	*
Diamant (film fin)	536-1035		*

tableau A4.11 : propriétés de diamant synthétique

Caractéristiques typiques		Unités		
PHYSIQUES	Structure cristalline		-	Alpha SiC
	Taille moyenne des cristaux		μm	5
	Porosité totale		% vol	< 3.5 %
	Porosité apparente		% vol	0 %
	Densité apparente		10 ³ kg·m ⁻³	> 3.10
	Densité théorique		$10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	3.21
THERMIQUES	Coefficient de dilatation linéaire	20-500 °C	10 ⁻⁶ °C ⁻¹	4.0
		20-1000 °C	10 ⁻⁶ °C ⁻¹	4.6
		20-1400 °C	10 ⁻⁶ °C ⁻¹	5.2
	Conductivité thermique	20 °C	$W \cdot m^{-1} \cdot {}^{\circ}K^{-1}$	180
		500 °C	$W \cdot m^{-1} \cdot {}^{\circ}K^{-1}$	68
		1000 °C	$W \cdot m^{-1} \cdot {}^{\circ}K^{-1}$	40
	Chaleur spécifique	20 °C	J·kg ⁻¹ ·°K ⁻¹	680
		500 °C	J·kg ⁻¹ ·°K ⁻¹	1040
		1000 °C	J·kg ⁻¹ ·°K ⁻¹	1180
	Résistance au choc thermique		°C	325
MECANIQUES	Dureté Vickers (charge 500 g)		GPa	22
	Résistance mécanique (flexion 3 points)	20 °C	MPa	450
		1000 °C	MPa	450
		1400 °C	MPa	450
	Module de Weibull	à 20 °C	-	10
	Résistance en compression		MPa	3000
	Module d'Young		GPa	420
	Module de cisaillement		GPa	180
	Coefficient de Poisson		-	0.16
	Ténacité K_I^c	à 20 °C	MN·m ^{-3/2}	3.5
ELECTRIQUES	Résistivité électrique		Ω·m	10 ⁵
	Température limite d'utilisation	sous air	°C	1450
		atm. neutre	°C	1800

<u>tableau A4.12</u> : caractéristiques du substrat de SiC (données Boostec)

Caractéristiques typiques		Unités		
PHYSIQUES	Porosité		% vol	≈ 0 %
	Densité		g⋅cm ⁻³	2.18 - 2.24
	Pureté		ppm	< 10
THERMIQUES	Conductivité thermique	directions x, y	$W \cdot m^{-1} \cdot {}^{\circ}K^{-1}$	300-500
		directions z	$W \cdot m^{-1} \cdot {}^{\circ}K^{-1}$	3
MECANIQUES	Dureté		Shore	90 - 100
	Température limite d'utilisation	sous air	°C	> 450
		atm. neutre	°C	> 3000

<u>tableau A4.13</u> : caractéristiques du substrat de graphite (données Carbone Lorraine)

Calcul analytique de la déformation maximale d'une poutre sollicitée en flexion 4 points

Soit une poutre à section rectangulaire constante, de longueur I, de largeur b, d'épaisseur h, de moment quadratique I, reposant sur deux appuis. Elle est constituée d'un matériau élastique linéaire isotrope, de module d'Young E. Deux charges statiques concentrées P sont appliquées à une distance a de chaque appui (figure A5.1).

Les réactions aux appuis sont données par :

$$V_A = P$$
$$V_B = P$$

Le moment fléchissant au point d'abscisse x (M_x), l'effort tranchant (T) et la déformée en fonction de x (Y_x) sur chaque portion de la poutre se déduisent de calculs analytiques simples. Les principaux résultats sont rappelés dans le tableau suivant (tableau A5.1). La flèche f en quelques points du solide est également indiquée.

	M	Т	Y
de A à C	$M_x = Px$	$T_x = P$	$Y_{x} = \frac{Pl^{3}}{2EI} \left[\frac{a(l-a)}{l^{2}} \cdot \frac{x}{l} - \frac{x^{3}}{3l^{3}} \right]$
de C à C'	$M_x = Pa$	$T_x = 0$	$Y_{x} = \frac{Pal^{2}}{2EI} \left[-\frac{a^{2}}{3l^{2}} + \frac{x}{l} - \frac{x^{2}}{l^{2}} \right]$
de C' à B	$M_{x1} = Px_1$	$T_x = -P$	$Y_{x1} = \frac{Pl^3}{2EI} \left[\frac{a(l-a)}{l^2} \cdot \frac{x_1}{l} - \frac{x_1^3}{3l^3} \right]$
Notes	$M_{max} = M_C = M_{C'} = Pa$		$f_{\max} = f_D = \frac{Pa}{24EI} \left(3l^2 - 4a^2 \right)$
			$f_c = f_{c'} = \frac{Pa^2}{6EI} (3l - 4a)$

tableau A5.1 : moment fléchissant, effort tranchant et déformation le long de la poutre

La contrainte dans le solide est donnée par la relation :

$$\sigma = \frac{M_x}{I} y$$
(A5.1)

où le moment quadratique vaut

$$I = \frac{bh^3}{12} \tag{A5.2}$$

La contrainte est maximale sur la fibre inférieure de la poutre, *i.e.* en y = -h/2.

$$\sigma_{\max} = -\frac{M_x}{I}\frac{h}{2}$$
(A5.3)

La déformation maximale se déduit enfin de la relation suivante :

$$\varepsilon_{\max} = \frac{\sigma_{\max}}{E}$$
(A5.4)

[Mémento 73]



<u>figure A5.1</u> : flexion 4 points : diagrammes du moment fléchissant et de l'effort tranchant, et déformée (d'après [Mémento 73])
Références bibliographiques

Références bibliographiques

[ACC] Advanced Ceramic Corporation, Cleveland, Ohio (US), Private communication

- [Ahn et al. 98] Ahn B.K., Curtin W.A., Parthasarathy T.A., Dutton R.E., Criteria for crack deflection/penetration. Criteria for fiber-reinforced ceramic matrix composites, *Composites Science and Technology*, 58, pp. 1775-1784, 1998
- **[ASTM C 1161-94]** ASTM C 1161-94, Standard test method for flexural strength of advanced ceramic at ambient temperature, *American Society for Testing & Materials*, 1994
- [Atlan 97] Atlan G., La nacre : biomatériau employable en chirurgie, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 1, 1997
- [Atsumi et Shindo 79] Atsumi A., Shindo Y., Singular stresses in a transversely isotropic circular cylinder with circumferential edge crack, *International Journal of Engineering Sciences*, 17, pp. 1229-1236, 1979
- [Aveston et al. 71] Aveston, J., Cooper G.A., Kelly A., Single and multiple fracture, in Conf. on the Properties of Fiber Composites, National Physical Laboratory, Guildford, Surrey, pp.15-26, IPC, Guildford U.K., 1971
- [Aveston et Kelly 73] Aveston, J., Kelly A., Theory of multiple fracture of fibrous composites, J. Mater. Sci., 8, pp. 352-362, 1973
- [Barber et al. 02] Barber A.H., Wiesel E., Wagner H.D., Crack deflection at a transcrystalline junction, Composites Science and Technology, 62, pp. 1957-1964, 2002
- [Baudou 99] Baudou F., Comportement mécanique de fibres de type bi-matériau, Rapport de stage de DEA, LCTS, 1999
- [Bender et al. 86] Bender B., Shadwell D., Bulik C., Incorvati L., Lewis D., Effects of fiber coatings and composite processing on properties of zirconia based matrix SiC fiber composites, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, Vol. 65, No. 2, p. 363, 1986
- [Benthem et Koiter 73] Benthem J.P., Koiter W.T., Asymptotic approximations to crack problems method of analysis and solutions of crack problems, Noordhoff, Int. Pub., p. 131, 1973
- [Benzley et al. 73] Benzley T.K., Beisinger Z.E., Chiles, A finite element computer program that calculates the intensities of linerar elastic singularities, Sandia Laboratories, SLA-73-0894, Albuquerque N.M., 1973
- [Bernadou et al. 88] Bernadou et al. (1988), Modulef : a finite element library, INRIA

- [Bertrand 98] Bertrand S., Amélioration de la durée de vie de composites SiC/SiC à interphases nanoséquencées (PyC/SiC)_n et (BN/SiC)_n, Thèse de l'Université Bordeaux I, N° 1927, 29 Septembre 1998
- [Bobet et Lamon 95] Bobet J.L., Lamon J., Thermal residual stresses in ceramic matrix composites -I: Axisymetrical model and finite element analysis, *Acta. Metall. Mater.*, Vol. 43, No. 6, pp.2241-2253, 1995
- [Boisvert et al. 89] Boisvert R.P., Hutter R.K., Diefendorf R.J., Interface manipulation in ceramic matrix composites for improve mechanical performance, *Proc. JP, US Conf. Comp. Mater. 4*, pp. 789-798, 1989
- [Broquère et al. 85] Broquère B., Buttazzoni B., Choury J.J., Les composites carbone-carbone -Leurs applications industrielles, Chap. 17 in Introduction aux matériaux composites, Vol. 2 - Matrices métalliques et céramiques, co-édition CNRS & IMC, pp. 405-438, 1985
- [Budiansky et al. 86] Budiansky B., Hutchinson J.W., Evans A.G., Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics, J. Mech. Phys. Solids, Vol. 34, No. 2, pp. 167-189, 1986
- [Bueckner 73] Bueckner H.F., Field singularities and related integral expressions, *Method of Analysis* and Solutions of Crack Problems, Noordhoff, Int. Pub., p. 239, 1973
- [Carpenter et al. 92] Carpenter H.W., Bolhen J.W., Fiber coatings for ceramic matrix composites, Proc. 16th An. Conf. on Comp. and Adv. Ceram. Mat., 7-10 January 1992, Cocoa Beach FL (USA), in Ceram. Eng. & Sci. Proceedings, July August 1992, Part 1 of 2, Published by the Am. Ceram. Soc., pp. 238-256, 1992
- [Carrère 96] Carrère P., Comportement thermodynamique d'un composite de type SiC/SiC, Thèse de l'Université Bordeaux I, N° 1592, 8 Octobre 1996
- [Carrère 97] Carrère N., Etude de la propagation et de la déviation d'une fissure au sein d'un microcomposite, Stage de DEA, Laboratoire de Génie Mécanique, Université Bordeaux I, 1997
- [Carrère et al. 98] Carrère N., Martin E., Leguillon D., Lamon J., Interaction fissure-interphase dans les matériaux composites à matrice céramique, Comptes rendus des onzièmes journées nationales sur les composites, Vol. 2, pp. 435-444, 1998
- [Cavalier 98] Cavalier J.C., Perspectives de développement et d'applications des C/C et des CMC, Comptes rendus des onzièmes journées nationales sur les composites, Vol. 1, pp. 3-10, 1998
- [Cazzato et Faber 97] Cazzato A., Faber K.T., Fracture energy of glass-alumina interfaces via the bimaterial bend-test, J. Am. Ceram. Soc., 80 [1], pp. 181-188, 1997
- [Céramique 85] Céramique et Composites, Fiche Technique, Bazet-Rhône-Poulenc, 89, 1985
- [Charalambides et al. 89] Charalambides P.G., Lund J., Evans A.G., Mc Meeking R.M., A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces, *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 56, pp. 77-82, 1989

- [Chen et Davis 89] Chen S.H., Davis H.O., Structural ceramic materials having refractory interface layers, *Brevet US* No. 4.837.230, 1989
- [Chollon et al. 97] Chollon G., Pailler R., Naslain R., Laanani F., Monthioux M., Olry P., Thermal stability of a PCS-derived SiC fibre with a low oxygen content (Hi-Nicalon), *Journal of Materials Science*, 32, pp. 327-347, 1997
- [Chollon et al. 02] Chollon G., Naslain R., Shatwell R., May P., High temperature properties of CVD-SiC and CVD-diamond monofilaments, 10th International Ceramics Congress & 3rd Forum on New Materials, Florence, Italie, 14-18 Juillet 2002
- [Christin 79] Christin F., Les composites carbone-carbone-carbure de silicium : une nouvelle famille de matériaux destinés à des applications à haute température, Thèse de l'Université Bordeaux I, N° 641, 13 Décembre 1979
- [Clegg et al. 97] Clegg W.J., Blanks K.S., Davis J.B., Lanckmans F., Porous interfaces as crack deflecting interlayers in ceramic laminates, *Key Engineering Materials*, Vols. 132-136, pp. 1866-1869, 1997
- [Colmet et al. 82] Colmet R., Naslain R., Hagenmuller P., Bernard C., Thermodynamic and experimental analysis of chemical vapor deposition of alumina from AlCl₃-H₂-CO₂ gas phase mixtures, J. Electrochem. Soc., 129 [6], pp. 1367-1372, 1982
- [Cook et Erdogan 72] Cook T.S., Erdogan F., Stresses in bonded materials with a crack perpendicular to the interface, *Int. J. Engng Sci.*, Vol. 10, pp 677-697, 1972
- [Cook et Gordon 64] Cook J., Gordon J.E., A mechanism for the control of crack propagation in allbrittle systems, Proc. Roy. Soc., 28A, pp. 508-520, 1964
- [Coureau 96] Coureau C., Bertrand S., Lamouroux F. Pailler R., Etude de l'élaboration de nitrure de bore par CVD pulsée. Apllication aux microcomposites SiC/SiC à interphases multicouches nanoséquencées (BN/SiC)_n, Rapport interne LCTS, 1996
- [Dalmaz 97] Dalmaz A., Etude du comportement en fatigue cyclique à hautes températures du composite tissé fibres de carbone/matrice carbure de silicium 2,5D-C/SiC, Thèse de Doctorat, No. d'ordre : 97ISAL 0085, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1997
- [Dartigues 01] Dartigues F., Elaboration de filament de filament de carbure de silicium par dépôt chimique en phase vapeur : étude cinétique, Rapport de stage de DEA, 2001
- [Diefendorf et Boisvert 88] Diefendorf R.J., Boisvert R.P., Processing of polymeric precursor, Ceramic matrix composites, *Mater Res. Soc. Symp. Proc.*, 120, pp. 157-162, 1988
- [Donald et McMillan 76] Donald I.W., McMillan P.W., Ceramic-matrix composites, *Journal of Materials Science*, **11**, No.5, pp. 949-972, 1976
- [Dorlot *et al.* 86] Dorlot J.M., Baïlon J.P., Masounave J., Des matériaux, Deuxième édition, Editions de l'Ecole Polytechnique de Montréal, 1986

[Droillard 93] Droillard C., Elaboration et caractérisation de composites à matrice SiC et interphase

séquencée C/SiC, Thèse de l'Université Bordeaux I, N° 913, 19 Juin 1993

- [Droillard et Lamon 96] Droillard C., Lamon J., Fracture toughness of 2-D woven SiC/SiC CVIcomposites with multilayered interphases, *J. Am. Ceram. Soc.*, **79** [4], pp. 849-858, 1996
- [Dundurs 69] Dundurs J., Edge-bonded dissimilar orthogonal elastic wedges under normal and shear loading, *J. Appl. Mech.*, Vol. 36, pp. 650-652, 1969
- [Erdogan 72] Erdogan F., Fracture problems in composite materials, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 4, pp. 811-840, 1972
- [Erdogan et al. 73] Erdogan F., Gupta G.D., Cook T.S., Methods of analysis and solutions of crack problems (Ed. G. Sih), Noordhoff International Publishing, pp. 368-425, 1973
- [Erdogan et Arin 75] Erdogan F., Arin K., Half plane and a strip with an arbitrary located crack, *Int. J. Fract.*, **11**, pp 191-204, 1975
- [Erdogan et Biricikoglu 73] Erdogan F., Biricikoglu V., Two bonded half planes with a crack going through the interface, *Int. J. Engng Sci.*, Vol. 11, pp 745-766, 1973
- [Farizy 02] Farizy G., Mécanisme de fluage sous air de composites SiC_∫-SiBC à matrice autocicatrisante, Thèse de l'Université de Caen - Basse-Normandie, 15 Novembre 2002
- [Féron et al. 02] Féron O., Chollon G., Dartigues F., Langlais F., Naslain R., In situ kinetic analysis of SiC filaments CVD, *Diamond and Related Materials*, 11, pp. 1234-1238, 2002
- [Fitzer 78] Fitzer E., Proc. Int. Symposium : Factors in Densification and Sintering of Oxide and Non-Oxide Ceramics, Hakone, Japon, pp. 40-76, 1978
- **[Folias 91]** Folias E.S., On the prediction of failure at a fiber/matrix interface in a composite subjected to a transverse tensile load, *Journal of Composite Materials*, 25, pp. 869-886, 1991
- [François et al. 93] François D., Pineau A., Zaoui A., Comportement mécanique des matériaux (viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact, Hermès, Paris, 1993
- [Franklin 51] Franklin R.E., Croissance des cristallites dans les carbones graphitables et non graphitables, *Mémorial des Services Chimiques de l'Etat*, 37, 2^{ème} fascicule, pp. 173-199, 1951
- [Galasso 91] Galasso F., Chemical vapor deposited materials, CRC Press, F.L., USA, 1991
- [Gao et al. 88] Gao YC, Mai Y.W., Cotterell B., Fracture of fiber-reinforced materials, Z. angew. Math. Phys., Vol. 39, pp. 550-572, 1988
- [Goree et Venezia 77] Goree J.G., Venezia W.A., Bonded elastic half-planes with an interface crack and a perpendicular intersecting crack that extends into the adjacent material, *Int. J. Engng Sci.*, **15**, Part I pp. 1-17; Part II pp. 19-27, 1977
- [Goujard et al. 90] Goujard S., Vandenbulcke L., Rey J., Tawil H., Procédés d'élaboration de composites réfractaires protégés contre la corrosion, Brevet français n° 90 13323, 1990
- [Goujard *et al.* 95] Goujard S., Charvet J.L., Leluan J.L., Abbé F., Lamazouade G., Matériau composite protégé contre l'oxydation par une matrice auto-cicatrisante et son procédé de fabrication, Brevet français n° 95 03606, 1995

- [Griffith 20] Griffith A.A., The phenomena of rupture and flow in solids, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, A, p. 163, 1920
- [Griffith 24] Griffith A.A., The theory of rupture, *Proceedings of the First International Congress for Applied Mechanics*, pp. 55-63, 1924
- [Guillaumat et Lamon 96] Guillaumat L., Lamon J., Fracture statistics applied to modelling the non linear stress-strain behavior in microcomposites ; influence of interfacial parameters, *Int. J. Fracture*, Vol. 82, pp. 297-316, 1996
- [Gupta et al. 92] Gupta V., Argon A.S., Suo Z., Crack deflection at an interface between two orthotropic media, J. Appl. Mech., 59, pp. s79-s87, 1992
- [Gupta et al. 93] Gupta V., Yuan J., Martinez D., Calculation, measurement and control of interface strength in composites, J. Am. Ceram. Soc., 76 [2], pp. 305-315, 1993
- **[Hannache et al. 83]** Hannache H., Naslain R., Bernard C., Héraud L., The CVD boron nitride from BF₃-NH₃ mixtures. Application to the synthesis of 2D-C-C/BN composites, *Chemical Vapour Deposition*, Euro-CVD-Four, Eindhoven (Netherl.) pp. 305-311, 1983
- [Hannache et al. 85] Hannache H., Langlais F., Naslain R., Kinetics of boron carbide chemical vapor deposition and infiltration, Proc. 5th European Conf. on CVD, (J.O. Carlsson et al. eds.), Uppsala, p. 219-233, 1985
- [He et al. 94] He M.Y., Evans A.G., Hutchinson J.W., Crack deflection at an interface between dissimilar elastic materials : role of residual stresses, *Int. J. Solids Structures*, Vol. 31, No. 24, pp. 3443-3455, 1994
- [He et Hutchinson 89] He M.Y., Hutchinson J.W., Crack deflection at an interface between dissimilar elastic materials, *Int. J. Solids Structures* Vol. 25, No. 9, pp. 1053-1067, 1989
- [Hellen 73] Hellen T.K., The calculation of stress intensity factors using refined finite element techniques, Central Electricity Generating Board, Berkeley Nuclear Laboratories RD/B/N2583, 1973
- [Héraud et al. 89] Héraud L., Naslain R., Quenisset J.M., Procédé de fabrication d'un matériau composite à matrice céramique à ténacité améliorée, Brevet français n° 89 02718, 1989
- [Heurtevent 96] Heurtevent F., Matériaux multicouches nanoséquencés (PyC/SiC)_n. Application en tant qu'interphases dans les composites thermostructuraux, Thèse de Doctorat, No. d'Ordre : 1476, Université Bordeaux 1, 1996
- [Heurtevent et al. 98] Heurtevent F., Pailler R., Bourrat X., (PyC/SiC) multilayer as fiber coating : oxydation protection and improved mechanical behavior, 1998
- [Howard et al. 93] Howard S.J., Phillipps A.J., Clyne T.W., The interpretation of data from the fourpoint bend delamination test to measure interfacial toughness, Composites, Vol. 24, N°2, pp. 103-112, 1993
- [Huguet 02] Huget S., Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère, Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de

Lyon, N° 02ISAL0087, 13 Décembre 2002

- [Irwin 48] Irwin G.R., Fracture dynamics, *in* Fracturing of Metals, *American Society for Metals*, p. 147, 1948
- [Irwin 56] Irwin G.R., Relation of stresses near a crack to the crack extension force, *International Congress on Applied Mechanics*, p. 245, Bruxelles,1956
- [Jackson *et al.* 88] Jackson A.P., Vincent J.F.V., Turner R.M., The mechanical design of nacre, *Proc. R. Soc. Lond.*, B 234, pp. 4154-440, 1988
- [Jacques 95] Jacques S., Elaboration et caractérisation de matériaux C(B) Application en tant qu'interphase dans les composites Sic/SiC, Thèse de l'Université Bordeaux 1, N° d'ordre 1398, 1995
- [Kagawa et Goto 98] Kagawa Y., Goto K., Direct observation and modelling of the crack-fibre interaction process in continuous fibre-reinforced ceramics: model experiments, *Materials Science and Engineering*, A250, pp. 285-290
- [Kaw et Pagano 93] Kaw A.K., Pagano N.J., Axisymetric thermoelastic response of a composite cylinder containing an annular matrix crack, *Journal of Composite Materials*, Vol. 27, No. 6, pp. 540-571, 1993
- [Keer et al. 77] Keer L.M., Freedman J.M., Watts H.A., Infinite tensile cylinder with circumferential edge crack, Letters in Applied and Engineering Sciences, Vol. 5, pp. 129-139, 1977
- [Kim et Soni 84] Kim T.Y., Soni S.R., Experimental and analytical studies on the onset of delamination in laminated composites, *Journal of Composite Materials*, 18, pp. 70-79, 1984
- [Kumar et Singh 98] Kumar S., Singh R.N., Single and double deflections of cracks at the carboncarbon/BN coating interfaces in ceramic matrix composites, J Am. Ceram. Soc., 81 [5], pp. 1329-1338, 1998
- [Labbens 80] Labbens R., Introduction à la mécanique de la rupture, Ed. Pluralis, Paris, 1980
- [Lacroix 01] Lacroix C., Critère de déviation de fissure par des interfaces : applications aux composites à matrice fragile, Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, 2001
- [Lacroix et al. 02] Lacroix C., Leguillon D., Martin E., The influence of the interphase on the deflection of a matrix crack in a ceramic-matrix composite, *Comp. Sc. and Tech.*, 62, pp. 519-523, 2002
- [Lamon 93] Lamon J., Interfaces and interfacial mechanics : influence on the mechanical behaviour of ceramic matrix composite (CMCs), *J. de Physique IV*, Vol. 3, pp. 1607-1616, 1993
- [Lamon et al. 93] Lamon J., Lissart N., Rechiniac C., Roach D.H. and Jouin J.M., Micromechanical and statistical approach to the behavior of CMC's, *Proc. of the 17th Annual Conf. on Composites and Advanced Ceramics*, Cocoa Beach, Florida (USA), Published by *The Am. Ceram. Soc.*, pp.1115-1124, September-October 1993

[Lamouroux et al. 95] Lamouroux F., Pailler R., Naslain R., Cataldi M., Matériaux composites

thermostructuraux avec renfort en fibres de carbone ou revêtues de carbone, ayant une résistance accrue à l'oxydation, Brevet français n° 95 14843, 1995

- [Lardner et al. 90] Lardner T.J., Ritter J.E., Shiao M.L., Lin M.R., Behavior of cracks near free surfaces and interfaces, *Int. J. of Fract.*, Vol. 44, No. 2, pp.133-143, 1990
- [Lawn 93] Lawn B., Fracture of brittle solids Second edition, Cambridge solid state science series, Cambridge University Press, Cambridge, 1993
- [Le Gallet 01] Le Gallet S., L'interphase de nitrure de bore multicouche dans les composites thermostructuraux SiC/SiC, Thèse de Doctorat, No. d'Ordre: 2476, Université Bordeaux 1, 19 Décembre 2001
- [Le Petitcorps 92] Le Petitcorps Y., Research program to increase the high temperature performance of the Sigma fibre, 1992
- [Lebrun 96] Lebrun G.A., Comportement thermomécanique et durée de vie des composites à matrice céramique : théorie et expérience, Thèse de Doctorat, No. d'ordre : 1606, Université Bordeaux 1, 1996
- [Lee et al. 96] Lee W., Howard S.J., Clegg W.J., Growth of interface defects and its effect on crack deflection and toughening criteria, *Acta mater.*, Vol. 44, No. 10, pp. 3905-3922, 1996
- [Leguillon et al. 00] Leguillon D., Lacroix C., Martin E., Interface debonding ahead of a primary crack, J. Mech. Phys. Solids, 48, pp. 2137-2161, 2000
- [Leguillon et Sanchez-Palencia 92] Leguillon D., Sanchez-Palencia E., Fracture in heterogeneous materials Weak and strong singularities, *in* New advances in computational structural mechanics, Studies in applied math, 32, Amsterdam, pp. 423-434, 1992
- [Lemaitre et Chaboche 96] Lemaitre J., Chaboche J.L., Mécanique des Matériaux Solides, 2^{ème} édition, Ed. Dunod, Paris, 1996
- [Letullier 94] Letullier P., Conception et réalisation d'un matériau céramique endommageable : étude du frittage et du comportement à la rupture d'une céramique stratifiée à microstructure duplexe, Thèse de l'Université Bordeaux 1, N° d'ordre 1247, 16 Décembre 1994
- [Lipp et al. 89] Lipp A., Swchetz K.A., Hunold K., Hexagonal boron nitride : fabrication, properties and applications, *J. Europ. Ceram. Soc.*, Vol. 5, pp. 3-9, 1989
- [Lissart et Lamon 97a] Lissart N., Lamon J., Damage and failure in ceramic matrix minicomposites : experimental study and model, *Acta mater.*, Vol. 45, No. 3, pp. 1025-1044, 1997
- [Lissart et Lamon 97b] Lissart N., Lamon J., Statistical analysis of failure of SiC fibers in the presence of bimodal flaw populations, *J. Mat. Sc.*, 32, pp. 6107-6117, 1997
- [Liu et al. 97] Liu Y.F., Tanaka Y., Masuda C., Analysis of the fiber-matrix cylindrical model with a circumferential crack, *International Journal of Fracture*, 88, pp. 87-105,1997
- [Love 44] Love A.E.H., A treatise on the mathematical theory of elasticity, Dover, New-York, 1944
- [Lu et Erdogan 83] Lu M.C., Erdogan F., Stress intensity factors in two bonded elastic layers containing cracks perpendicular to and on the interface. II. Solution and results, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 18, No. 3, pp. 507-528, 1983

- [Maiti 90] Maiti S.K. (1990), Finite element computation of the strain energy release for kinking of a crack, *International Journal of fracture*, Vol. 43, pp. 161-174
- [Majumdar et al. 98] Majumdar B.S., Gundel D.B., Dutton R.E., Warrier S.G., Pagano N.J., Evaluation of the tensile strength in brittle-matrix composite systems, J. Am. Ceram. Soc., 81 [6], pp. 1600-1610, 1998
- [Marion 93] Marion S., Influence de l'interphase de carbone pyrolitique sur l'endommagement et le comportement macroscopique des matériaux composites céramiques C/SiC, Thèse de Doctorat, Université Paris 18, 1993
- [Marshall et al. 85] Marshall D.B., Cox N.B., Evans A.G., The mechanics of matrix cracking in brittle matrix fiber composites, *Acta metall.*, Vol. 33, No. 11, pp. 2013-2021, 1985
- [Martin et al. 01] Martin E., Leguillon D., Lacroix C., A revisted criterion for crack deflection at an interface in a brittle bimaterial, *Comp. Sc. and Tech.*, 61, pp. 1671-1679, 2001
- [Martin *et al.* 02] Martin E., Leguillon D., Lacroix C., An energy criterion for the initiation of interface failure ahead of a matrix crack in brittle matrix composites, *Comp. Int.*, Vol. 9, n°2, pp. 143-156, 2002
- [Martin et al. 98] Martin E., Peters P.W.M., Leguillon D., Quenisset J.M., Conditions for matrix crack deflection at an interface in ceramic matrix composites, *Mat. Sc. Eng.*, A250, pp. 291-302, 1998
- [Mauchin 97] Mauchin A., Comportement mécanique à haute température de composites carbone/carbone, Thèse de Doctorat, No. d'Ordre: 1728, Université Bordeaux 1, 6 Octobre 1997
- [Maugis 00] Maugis D., Contact, adhesion and rupture of elastic solids, *Springer Series in Solid-State Sciences*, 130, February 2000
- [McCartney 87] MaCartney L.N., Mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fiber-reinforced composites, *Proc. R. Soc. Lond.*, A409, pp. 329-350, 1987
- [McCartney 89] McCartney L.N., New theoritical model of stress transfer fibre and matrix in a uniaxially fibre-reinforced composite, *Proc. R. Soc. Lond.*, A425, No. 1868, pp. 215-244, 1989
- [Menandro et al. 95] Menandro F.C.M., Moyer E.T., Liebowitz H. (1995), A methodology for crack tip mesh design, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 50, No. 5/6, pp. 713-726
- [Minet et al. 91] Minet J., Langlais F., Naslain R., Thermo-mechanical properties and oxidation resistance of zirconia CVI matrix composites. 2. Thermal properties and oxydation resistance, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 7, No. 5, pp. 283-293, 1991
- [Moncel 99] Moncel L., Etude des mécanismes d'endommagement d'un assemblage cuivre/composite carbone-carbone sous chargement thermomécanique, Thèse de l'Université Bordeaux I, N° 2081, 18 Juin 1999
- [Naslain 85] Naslain R., Introduction aux matériaux fibreux à matrice inorganique, Chap. 1 in Introduction aux matériaux composites, Vol. 2 - Matrices métalliques et céramiques, coédition CNRS & IMC, pp. 19-36, 1985

- [Naslain 91] Naslain R., Thermostructural ceramic matrix composites : an overview, *in* Advanced thermostructural and functional materials, Ed. by W.G.J. Bunk, *Proc. of Int. Seminar*, 1991
- [Naslain 93] Naslain R., Fiber-matrix interphases and interfaces in ceramic matrix composites processed by CVI, *Composite Interfaces*, **1** [3], pp. 253-286, 1993
- [Naslain 94] Naslain R., Ceramic matrix composites : non-brittle materials for thermostructural applications, *Ann. Chim. Fr.*, Vol. 19, pp. 345-353, 1994
- [Naslain 95] Naslain R., Ceramic matrix composites, *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, Vol. 351, pp. 485-496, 1995
- [Naslain et al. 85] Naslain R., Rossignol J.Y., Quenisset J.M., Langlais F., Matériaux composites synthétiques à matrice céramique, Chap. 18 in Introduction aux matériaux composites, Vol. 2 - Matrices métalliques et céramiques, co-édition CNRS & IMC, pp. 439-491, 1985
- [Naslain et al. 88] Naslain R., Pailler R., Bourrat X., Heurtevent F., Mimicking the layered structure of natural shells as a design approach to the fiber-matrix interfaces in CMCs, Proc. ECCM 8, Naples, 3-6 Juin 1998
- [Ning et Pirouz 93] Ning X.J., Pirouz, Micomechanical analysis of the SCS-6 silicon carbide fiber, *J. Am. Ceram. Soc.*, **76** [8], pp. 2033-2041, 1993
- [Nisitani et Noda 84] Nisitani H., Noda N., A cylindrical bar with infinite row of circumferential cracks under tension, *Transactions of Japan Society for Mechanical Engineers*, 50, pp. 847-853, 1984
- [O'Brien et Sheldon 99] O'Brien M.J., Sheldon B.W., Porous alumina coating with tailored fracture resistance for alumina composites, *J. Am. Ceram. Soc.*, 82 [12], pp. 3567-3574, 1999
- [Orowan 50] Orowan E., Fundamentals of brittle behaviour in metals, *in* Fatigue and Fracture of Metals (Ed. Murray W.M.), p. 139, 1950
- [Pasquier 97] Pasquier S., Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC à interphase séquencée - Effet de l'environnement, Thèse de Doctorat, No. d'ordre: 1727, Université Bordeaux 1, 1997
- [Petit 90] Petit C., Modélisation de milieux composites multicouches fissurés par la mécanique de la rupture, Thèse de l'Université Blaise Pascal, N° DU 212, 9 Janvier 1990
- [Piggott 78] Piggott M.R., Expressions governing stress-strain curves in short fibre reinforced polymers, J. Mater. Sci., 13, No. 8, pp. 1709-1716, 1978
- [Pluvinage 91] Pluvinage P., Etude expérimentale et simulation numérique du comportement mécanique de matériaux composites SiC/SiC. Influence des paramètres de stratification et d'élaboration, Thèse de l'Université Bordeaux I, N° 584, 15 Avril 1991
- [PrEN 658-3 00] PrEN 658-3, Version française, Céramiques techniques avancées Propriétés mécaniques des céramiques composites à température ambiante - Détermination de la résistance à la flexion, Version après correction, Novembre 2000

- [Rand 93] Rand B., Matrix precursor for carbon-carbon composites, in Essentials of carbon-carbon composites (Chap. 3), Ed. C.R. Thomas, *Royal Society of Chemistry*, pp. 67-102, 1993
- [Rapin 93] Rapin P. (1993), Méthode des éléments finis, Techniques de l'Ingénieur Vol. AF2 (Sciences Fondamentales - Mathématiques Physique), pp. A656.1-16
- [Rappeneau et al. 64] Rappeneau J., Yvars M., Bocquet M., Davis C., Auriol A., Dépôt et propriétés d'un carbone pyrolitique peu orienté, *Carbon*, Vol. 2, p.149-161, 1964
- [Rebillat 96] Rebillat F., Caractérisation des interfaces et des matériaux d'interphases dans les CMCs, Thèse de l'Université Bordeaux I, N° 1397, 24 Janvier 1996
- [Rebillat et al. 98] Rebillat F., Guette A., Debieuvre C., Goujard S., Naslain R., Interphase multicouche BN pour composites SiC/SiC à ténacité et durée de vie améliorées, Comptes rendus des onzièmes journées nationales sur les composites, Vol. 2, pp. 575-584, 1998
- [Rice 88] Rice J.R., Elastic fracture mechanics concepts for interfacial cracks, Journal of Applied Mechanics, Vol. 55, No. 1, pp. 98-103, 1988
- [Rossignol et al. 84] Rossignol J.Y., Langlais F., Naslain R., A tentative modelization of titanium carbide CVI within the pore network of two-dimensionnal carbon-carbon composite preforms, *Proc. 9th Int. Conf. on CVD*, (Mc.D. Robinson et al. eds.), *The Electrochem. Soc.*, Pennington, pp. 596-614, 1984
- [Santacreu 94] Santacreu P.O., Sur les mécanismes des assemblages : calcul des contraintes résiduelles dans les assemblages céramique/métal obtenus par brasage réactif et caractérisation mécanique des interfaces, Thèse de l'école Polytechnique, 20 Décembre 1994
- [Sasaki et al. 89] Sasaki M., Wang Y., Hirana T., Hirai T., Design of SiC/C functionally gradient material of silicon carbide and its preparation by chemical vapor deposition, J. Ceram. Soc. Jpn. Inter., Vol. 97, pp. 530-534, 1989
- [Sathish 96] Satish S., Scanning acoustic microscopy of SCS-6 silicon carbide fiber, *J. Am. Ceram.* Soc., **79** [1], pp. 209-212, 1996
- [Sauder 01] Sauder C., Relation microstructure/propriétés à hautes températures dans les fibres et matrices de carbone, Thèse de Doctorat, No. d'Ordre: 2477, Université Bordeaux 1, 20 Décembre 2001
- [SEP 92] SEP, Rapport interne, 1992
- [Shimoo et al. 01] Shimoo T., Morita T., Okamura K., Oxidation of low-oxygen silicon carbide fibers (Hi-Nicalon) in carbon dioxide, *J. Am. Ceram. Soc.*, 84 [12], pp. 2975-2980, 2001
- [Shimoo et al. 02] Shimoo T., Okamura K., Morisada Y., Active-to-Passive oxidation transition for polycarbosilane-derived silicon carbide fibers heated in Ar-O₂ gas mixtures, *Journal of Materials Science*, 37, pp. 1793-1800, 2002

[Siron et Lamon 98] Siron O., Lamon J., Damage and failures mechanisms of a 3D carbon-carbon

composite under uniaxial tensile and shear loads, *Acta Mater.*, Vol. 46, n°18, pp. 6631-6643, 1998

- [Steif 84] Steif P.S., Stiffness reduction due to fiber breakage, *J. Comp. Mater.*, 18, No. 2, pp. 153-172, 1984
- [Swenson et Rau 70] Swenson, D.O., Rau C.A. Jr., The stress distribution around a crack perpendicular to an interface between materials, *Int. Journ. of Fracture Mech.*, 6, pp 357-365, 1970
- [Suga et al. 88] Suga T., Elssner G., Schmauder S., Composite parameters and mechanical compatibility of material joints, *J. Comp. Mat.*, Vol. 22, pp. 917-934, 1988
- [Tada et al. 85] Tada H., Paris P., Irwin G., The stress analysis of cracks handbook, Del Research Corporation, 1985
- [Tandon et al. 99] Tandon G.P., Kim R.Y., Warrier S.G., Majumdar B.S., Influence of free edge and corner singularities on interfacial normal strength: application in model unidirectional composites, *Composites: Part B*, 30, pp.115-134, 1999
- [Tardif 98] Tardif F., Analyse des mécanismes d'endommagement dans les composites 3D C/C -Mesures d'optiques des champs de déformation par corrélation d'image, Thèse de l'Université Bordeaux 1, 23 Novembre 1998
- [Theocaris et Milios 83] Theocaris P.S., Milios J., The disruption of a longitudinal interface by a moving transverse crack, *J. Reinf. Plastics and Comp.*, **2**, pp. 18-28
- [Thomas 93] Thomas C.R., Overview What are carbon-carbon composites and what do they offer?, in Essentials of carbon/carbon composites (Chap. 1), Ed. C.R. Thomas, *Royal Society of Chemistry*, pp. 1-36, 1993
- [Thomas et al. 63] Thomas J., Weston N.E., O'Connor T.E., Tubostratic boron nitride thermal transformation to ordered-layer lattice boron nitride, *J. Am. Chem. Soc.*, 84 [24], pp. 4619-4622, 1963
- [Timoshenko et Goodier 61] Timoshenko S., Goodier J.N., Theory of elasticity, McGraw-Hill, New-York, 1961
- [Toya 90] Toya M., Fracture mechanics of interfaces, *JSME International Journal*, Series I, Vol. 33, No. 4, pp. 413-424, 1990
- [Vandenbulcke et Goujard 96] Vandenbulcke L., Goujard S., Multilayer systems based on B, B₄C, SiC and SiBC for environmental composite protection, *Proc. of the Int. Conf. on Advanced Materials and Mechanics*, Beijing, China, Ed. W. Tzuchiang, T.W. Chou, Published by Peking University Press, pp. 1198-1204, August 12-15 1996
- [Veltri et Galasso 84a] Veltri R.D., Galasso F.S., Composite silicon carbide/silicon nitride coatings for carbon-carbon materials, *Brevet US* No. 4.472.476, 1984
- [Veltri et Galasso 84b] Veltri R.D., Galasso F.S., Composite silicon carbide coatings for carboncarbon materials, *Brevet US* No. 4.476.178, 1984

[Warrier et al. 97] Warrier S.G., Majundar B.S., Miracle D.B., Interface effects on crack deflection and

bridging during fatigue crack growth of titanium matrix composites, *Acta mater.*, Vol. 45, No. 12, pp. 4969-4980, 1997

- [Warwick 91] Warwick C.M., Clyne T.W., Development of composite coaxial cylinder stress analysis model and its application to SiC monofilament systems, *J. Mat. Sc.*, 26, pp. 3817-3827
- [Wassef et al. 99] Wassef M., Recho N., Zhang X.B. (1999), Modélisation numérique d'une fissure dans un milieu élastoplastique sous chargement thermique, 14^e Congrès Français de Mécanique, Toulouse, pp. 266-271
- [Watkins et Green 93] Watkins T.R., Green D.J., Fracture behavior of chemically-vapor-deposited SiC-coated Graphite : 1, experimental results, *J. Am. Ceram. Soc.*, **76** [12], pp. 3066-3072, 1993
- [Whitney et Nuismer 74] Whitney J.M., Nuismer R.J., Stress fracture criteria for laminated composites containing stress concentrations, *Journal of Composite Materials*, 8, pp. 253-265, 1974
- [Wijeyewickrema *et al.* 91] Wijeyewickrema A.C., Keer L.M., Hirashima K., Mura T., The annular crack surrounding an elastic fiber in a tension field, *Int. J. Solids Structures*, Vol. 27, No. 3, pp. 315-328, 1991
- [Wijeyewickrema et Keer 91] Wijeyewickrema A.C., Keer L.M., Matrix fracture in brittle matrix fiberreinforced composites, *Int. J. Solids Structures*, Vol. 28, No. 1, pp. 43-65, 1991
- [Zahn 65] Zahn J.J., Stress intensity factors for a sharply notched infinite cylinder under tension, Developments in Mechanics, Vol. 3, part 1, p. 91, John Wiley & Sons, Inc., 1965
- [Zak et Williams 63] Zak A.R., Williams M.L., Crack point stress singularities at a bimaterial interface, *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 30, pp. 142-143, 1963
- [Zhang et Lewandowski 97] Zhang J., Lewandowski J.J., Delamination study using four-point bending of bilayers, *Journal of Materials Science*, **32**, pp. 3851-3856, 1997

Résumé

Ce travail propose un modèle de prévision de la déviation des fissures au niveau de l'interface/interphase d'un composite à matrice céramique ou d'un multicouche en fonction des propriétés mécaniques des divers constituants. Il repose sur l'analyse du mécanisme de déviation de fissure suivant proposé par Cook et Gordon : une fissure est nucléée le long d'une interface en amont de la fissure matricielle ; la déviation résulte alors de la coalescence de ces deux fissures. Ce mécanisme a déjà été observé sur plusieurs bimatériaux. La condition de déviation combine une analyse en contrainte (nucléation de la fissure interfaciale) et en énergie (propagation des fissures). Des calculs par éléments finis ont permis d'établir cette condition de déviation/non-déviation. Elle est appliquée à de nombreux exemples tirés de la littérature. Cette approche a en outre permis de prévoir la déviation de fissure ou de déterminer certaines caractéristiques mécaniques dans divers interphases, composites ou multicouches (méthodes inverses). Une campagne d'essais de flexion 4 points sur des matériaux modèles a permis de valider l'approche et déterminer certaines caractéristiques interfaciales manquantes.

Mots clé : composites à matrice céramique, interface, interphase, mécanique de la rupture, décohésion, analyse par éléments finis, flexion 4 points

Abstract

A model of crack deflection along an interface or within the interphase of ceramic matrix composites and multilayers is proposed, as a function of mechanical properties of each constituent part. It is based on the Cook and Gordon's mechanism: a crack is nucleated along an interface, ahead of a matrix crack; the deflection then results from coalescence of both cracks. This mechanism has been already observed on several material combinations. The crack deflection analysis involves stress (interfacial crack nucleation) and energy (crack extension) based concepts. Finite element computations of stress state ahead of a matrix crack lead to a crack deflection/non-deflection criterion. It has been applied to a lot of experimental situations available in the literature. Moreover this approach has permitted to predict crack deflection or to calculate mechanical properties in several interphases, composites and multilayers. Four point bending tests allowed validation of the approach and determination of interface characteristics.

Key words: ceramic-matrix composites, interface, interphase, fracture mechanics, debonding, finite element analysis, 4-point bending tests