



HAL
open science

Caractérisation et modélisation mécanique de tubes composites SiCf/SiC

Eric Rohmer

► **To cite this version:**

Eric Rohmer. Caractérisation et modélisation mécanique de tubes composites SiCf/SiC. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Bordeaux 1, 2013. Français. NNT : . tel-03622988

HAL Id: tel-03622988

<https://hal.science/tel-03622988>

Submitted on 29 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.

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX 1

Ecole doctorale des sciences physique et de l'ingénieur

par

Éric ROHMER

Ingénieur de l'ENSEIRB-MATMECA

pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité : Mécanique et ingénierie

CARACTERISATION ET MODELISATION MECANIQUE DE TUBES COMPOSITES SiC_F/SiC

soutenue le 20/12/2013

Après avis de :

MM. C. BOUVET	Professeur à l'ISAE	Rapporteur
N. GODIN	Maître de conférence HDR à l'INSA Lyon	Rapporteur

Devant la commission d'examen formée de :

MM. C. BOUVET	Professeur à l'ISAE	Rapporteur
N. GODIN	Maître de conférence HDR à l'INSA Lyon	Rapporteur
L. BOUBAKAR	Professeur à l'Université de Franche-Comté	Examineur
C. LORRETTE	Ingénieur-chercheur CEA	Examineur
E. CASTELIER	Ingénieur-chercheur CEA	Examineur
S. MOREL	Professeur à l'Université de Bordeaux	Examineur
G. COUEGNAT	Ingénieur de recherche	Encadrant
E. MARTIN	Professeur à L'Institut Polytechnique de Bordeaux	Directeur de thèse

REMERCIEMENTS

Cette thèse s'est déroulée au sein du Laboratoire des Composites Thermo Structuraux (Unité Mixte de Recherche CEA – Safran – CNRS – Université de Bordeaux). Je tiens à en remercier le directeur, Francis Teyssandier pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et m'avoir permis de réaliser mes travaux de recherche dans les meilleures conditions.

Je souhaite remercier mon directeur de thèse, Eric Martin, ainsi que mon codirecteur de thèse, Guillaume Couégnat, pour m'avoir proposé ce sujet de recherche très intéressant et pour m'avoir fait confiance tout au long de ces trois années en me laissant une grande liberté de mouvement. Votre disponibilité et votre bonne humeur ont toujours été très agréables et ont permis de développer de nombreux échanges au cours de ces trois années. Evidemment, ces échanges ont conduit à beaucoup de conseils tant sur la recherche que sur la rédaction. Sans votre aide, mes travaux n'auraient pas la forme qu'ils ont aujourd'hui. Vous trouverez ici l'expression de mes remerciements profonds.

Je tiens à remercier particulièrement l'ensemble des membres du jury à commencer par son président Lamine Boubakar, les rapporteurs Nathalie Godin et Christophe Bouvet ainsi que les examinateurs Stéphane Morel, Etienne Castelier et Christophe Lorrette. Vous m'avez fait l'honneur de juger mon travail et je vous en remercie. Les nombreuses remarques et questions de qualité posées lors de la soutenance ont permis d'entrevoir plus de perspectives à ce travail que je n'en avais proposé.

Ensuite, je souhaiterais remercier l'ensemble des personnes du CEA qui ont été présentes au cours de ma thèse. Tout d'abord, Etienne Castelier qui a accepté de suivre mes travaux en tant qu'ingénieur de suivi. Les nombreux échanges que nous avons eus m'ont permis d'avancer notamment sur la corrélation d'images pour aboutir aux outils tels qu'ils sont aujourd'hui. Si nous sommes capables de suivre un essai pas corrélation en temps réel c'est grâce au temps que tu as passé à m'expliquer comment améliorer les outils existants. Pour tout cela, je te remercie.

Je remercie également Lionel Gélébart pour les grandes discussions que nous avons eues. Tu m'as notamment permis de débloquent un point clé pour la corrélation d'images. Ces travaux n'auraient pas pu voir le jour sans la participation de Cédric Sauder et Christophe Lorrette qui ont élaboré les matériaux de l'étude depuis la mise en forme jusqu'à la densification.

Je voudrais rajouter ici quelques lignes pour Christophe Lorrette qui en plus d'avoir joué le rôle de liaison avec le CEA de Saclay m'a suivi tout au long de ma thèse. Tes conseils avisés tant au niveau expérimental qu'au niveau rédactionnel m'ont permis de m'améliorer et d'atteindre le niveau que j'ai aujourd'hui. Je retiendrai particulièrement ta bonne humeur, tu as toujours le mot pour rire, et surtout ton énergie débordante qui a été une stimulation importante pour moi dans certains moments où j'étais prêt à baisser les bras.

Au cours de ma thèse, j'ai eu l'occasion de me rendre plusieurs fois à Paris au centre du CEA de Saclay pour présenter mes travaux soit au cours de réunion soit au cours des journées des doctorants. J'y ai été chaleureusement accueilli par le personnel du CEA et particulièrement par Laurent Chaffron. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

Par ailleurs, je remercie l'ensemble du personnel du LCTS permanent, doctorant et stagiaire que j'ai pu côtoyer durant ces trois ans. En particulier Olivier Caty qui m'a permis d'appréhender la tomographie X et m'a conseillé sur la mécanique théorique et Bruno Humez et Fabien Larribau-Lavigne qui ont participé activement à la réalisation des essais mécaniques de la thèse que ce soit pour le développement des montages ou pour les essais mécaniques directement. L'aide précieuse que vous m'avez apporté m'a permis de mieux comprendre le comportement mécanique de mes matériaux. Evidemment, j'ai une pensée pour l'ensemble des doctorants que j'ai eu le plaisir de croiser dans les couloirs du LCTS, à la cafétéria pour la belote traditionnelle du midi ou au restaurant du CNRS. Les sujets de discussions ont toujours été très variés et souvent propices à des débats enflammés qui ont permis de penser à autre chose pendant quelques instants.

Je ne peux pas faire de remerciements sans oublier mes amis proches qui ont toujours été présents et m'ont soutenus moralement surtout la dernière année. Que ce soit mes amis d'école d'ingénieur (Pierre-Yves, David, Ludo, Naïm, François) ou de la belote (Emmanuelle, Germain, Matthieu, Benjamin) vous avez toujours su rester positifs et me remonter le moral lorsqu'il était au plus bas. Les soirées passées ensemble m'ont permis de relâcher la pression.

Pour finir, je voudrais remercier les personnes sans qui je ne serai pas là aujourd'hui et qui me soutiennent depuis maintenant 26 ans aussi bien moralement que financièrement et qui auront toujours une place importante dans mon cœur, maman, papa je vous aime. J'ai également une pensée pour mon frère et ma sœur à qui je dédie ce travail (Accroches toi Eva, tu es largement capable de réussir cette première année de médecine ☺)

Je souhaite également dédier ce travail à mes amis et à ma famille disparus trop tôt au cours de ces trois années. Je pense notamment à Didier et Jean-Pierre qui m'ont fait découvrir la pétanque jusqu'à 1h du matin et ont apporté plein de bonne humeur pendant mes vacances. Vous m'avez permis de me détendre à chaque fois que je rentrais en Alsace pour reprendre plus motivé que jamais à chaque retour à Bordeaux. Mémé et René, je pense que vous auriez été fiers de moi aujourd'hui. Merci pour tout ce que vous avez pu faire pour moi, vous me manquez tous.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	9
<hr/>	
CHAPITRE 1 DESCRIPTION DU MATERIAU D'ETUDE	13
<hr/>	
1 LES MATERIAUX COMPOSITES A MATRICE CERAMIQUE POUR APPLICATION GAINE DE COMBUSTIBLE	15
1.1 ANATOMIE D'UN CMC	15
1.2 MISE EN FORME DU RENFORT	19
2 DESCRIPTION DE LA MICROSTRUCTURE DES COMPOSITES DE L'ETUDE	23
2.1 ECHELLE MICROSCOPIQUE DU FIL	23
2.2 ECHELLE MESOSCOPIQUE DES PLIS	27
2.3 ECHELLE MACROSCOPIQUE DE LA STRUCTURE	32
3 CONCLUSIONS DU CHAPITRE	34
CHAPITRE 2 MISE EN PLACE DES PROCEDURES EXPERIMENTALES	37
<hr/>	
1 PROTOCOLE EXPERIMENTAL DE TRACTIONS SUR TUBES A TEMPERATURE AMBIANTE	39
1.1 PREPARATION DES EPROUVETTES	39
1.2 DESCRIPTION DU MONTAGE	40
1.3 CONDITIONS D'ESSAI ET CALCUL DES CONTRAINTES	41
1.4 INSTRUMENTATION ET VALIDATION DE L'ESSAI	42
2 PROTOCOLE EXPERIMENTAL DE PRESSION INTERNE SUR TUBES	47
2.1 DESCRIPTION DU MONTAGE	47
2.2 CONDITIONS D'ESSAI, INSTRUMENTATION ET VALIDATION DU MONTAGE	48
2.3 CALCUL DES CONTRAINTES CIRCONFERENCELLES	54
3 MISE EN PLACE D'UNE TECHNIQUE DE CORRELATION D'IMAGES NUMERIQUES POUR DES EPROUVETTES TUBULAIRES	60
3.1 CORRELATION SPATIALE	60
3.2 AJOUT DE LA DIMENSION TEMPORELLE	65
3.3 CONDITIONS PARTICULIERES POUR L'UTILISATION DE LA CORRELATION D'IMAGES SUR TUBES	69
4 CONCLUSIONS DU CHAPITRE	73
CHAPITRE 3 CARACTERISATION MECANIQUE	75
<hr/>	
1 CHOIX DE QUELQUES TEXTURES POUR L'ETUDE	77
2 ESSAIS DE TRACTION	79
2.1 ESSAIS SUR EPROUVETTES TUBULAIRES	80
2.2 ESSAIS SUR EPROUVETTES BARREAUX ET COMPARAISON AUX TUBES	97

3	ESSAIS DE PRESSION INTERNE	109
3.1	ANALYSE DU COMPORTEMENT MECANIQUE	109
3.2	OBSERVATIONS POST-MORTEM	112
3.3	MESURE DES CINETIQUES DE FISSURATION	116
4	CONCLUSIONS DU CHAPITRE	118
 <u>CHAPITRE 4</u> <i>MODELISATION DE COMPOSITES INTERLOCKS TUBULAIRES</i>		<u>121</u>
1	CHOIX D'UNE DEMARCHE DE MODELISATION DE TUBES COMPOSITES TRESSES INTERLOCKS.	123
1.1	LES MODELES EXISTANTS	123
1.2	LA DEMARCHE RETENUE	124
2	MODELISATION GEOMETRIQUE DE LA STRUCTURE	125
2.1	MODELISATION DE LA PREFORME SECHE	125
2.2	AJOUT DE LA MATRICE	137
2.3	EXEMPLE DE MODELISATION GEOMETRIQUE A DIFFERENTES ETAPES	140
3	CONCLUSIONS DU CHAPITRE	141
 <u>CHAPITRE 5</u> <i>SIMULATION NUMERIQUE DU COMPORTEMENT MECANIQUE DE COMPOSITES INTERLOCKS TUBULAIRES</i>		<u>143</u>
1	PROPRIETES MECANIQUE DES FILS	145
1.1	CALCUL DE LA MATRICE DE RIGIDITE	145
1.2	INFLUENCE DES PARAMETRES	147
2	SIMULATION NUMERIQUE DU COMPORTEMENT MECANIQUE ELASTIQUE D'UN COMPOSITE TRESSE TUBULAIRE	149
2.1	SIMULATION D'UN ESSAI DE TRACTION	149
3	PRISE EN COMPTE DE L'ENDOMMAGEMENT	153
3.1	CRITERE DE RUPTURE PROBABILISTE	154
3.2	VERS UN ENDOMMAGEMENT DISCRET	157
4	CONCLUSIONS DU CHAPITRE	158
 <u>CONCLUSION GENERALE</u>		<u>159</u>
 <u>REFERENCES</u>		<u>163</u>
 <u>ANNEXE A</u> <i>DETERMINATION D'UNE FORMULE DE CALCUL DES CONTRAINTES CIRCONFERENCELLES LORS D'UN ESSAI D'ECLATEMENT</i>		<u>171</u>
1	FORMULE DU RAYON EXTERNE GENERALISEE	172
2	PRISE EN COMPTE DU MANCHON ELASTOMERE	176
 <u>ANNEXE B</u> <i>RECAPITULATIF DES GRANDEURS INGENIEURS DES ESSAIS MECANQUES DE LA THESE</i>		<u>181</u>

1	RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION SUR EPROUVETTES TUBULAIRES	182
2	RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION SUR EPROUVETTES BARREAUX	183
3	RESULTATS DES ESSAIS DE PRESSION INTERNE SUR EPROUVETTES TUBULAIRES	183

INTRODUCTION GENERALE

En 2010, l'humanité a brûlé environ 13 Gtep d'énergie. Cette consommation devrait doubler d'ici 2050 suivant les estimations les plus pessimistes (figure 1.1a). Ainsi, un énorme besoin énergétique est à prévoir dans les années à venir. Dans un contexte de limitation des rejets de CO₂, l'énergie nucléaire permettrait de répondre à ces besoins puisque celle-ci est la source d'énergie la moins émettrice de gaz à effet de serre (figure 1.1b).

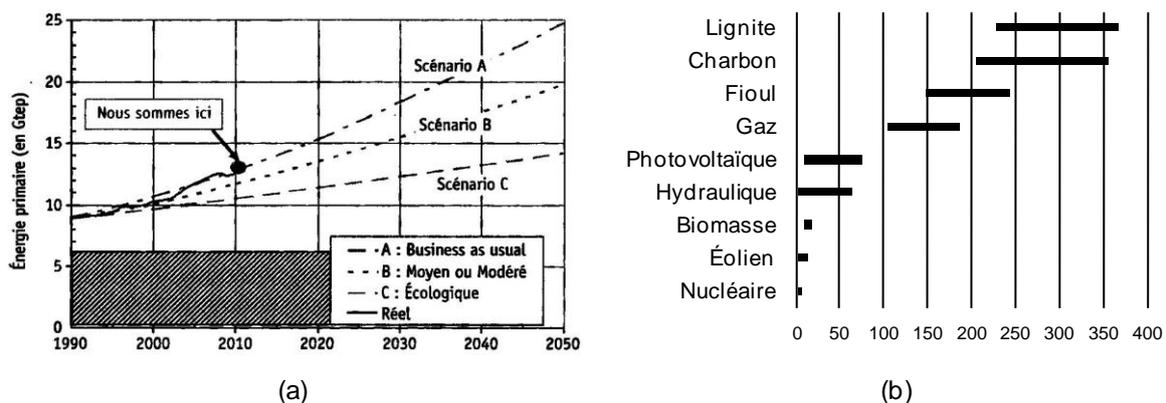


Figure 1.1 - (a) Prévision de la consommation énergétique mondiale selon un scénario pessimiste (Scénario A), un scénario moyen (Scénario B) et un scénario optimiste (Scénario C) en 2010 et (b) production de gaz à effet de serres pour différentes sources d'énergie. Extrait de [SAF 11]

Partant de ce constat, le forum international « Génération IV » (regroupant une douzaine de partenaires dont notamment l'union Européenne, les Etats Unis et la Russie) est une coopération destinée à instaurer le développement de systèmes nucléaires de fission de quatrième génération qui doit voir le jour à l'horizon 2050. Cette nouvelle génération ambitionne, entre autre, une meilleure gestion des déchets, une amélioration des rendements et de la sûreté nucléaire et une optimisation des ressources. Six concepts ont été retenus in fine pour la phase de recherche et développement [ZAB 12].

En France, plus de 75% de l'électricité produite l'est grâce à la filière du nucléaire (figure 1.2). Le parc nucléaire français de seconde génération est vieillissant comme l'ont fait remarquer les récents événements autour de la fermeture controversée de la centrale de Fessenheim. La durée d'exploitation des centrales devrait être étendue à 50 ans au lieu des 40 ans actuels. Cette nouvelle génération se présente donc comme une alternative envisageable aux énergies renouvelables comme le solaire ou l'éolien qui ne sont pas encore prêtes à produire plus de 75% de l'énergie Française. En ce sens, les concepts de réacteurs à neutrons rapides (RNR) retenus sont étudiés par le CEA en France et par d'autres organisations à l'étranger. Ces types de réacteurs sont pressentis comme bon candidats pour la quatrième génération.

Cette thèse s'inscrit dans les recherches portant sur les RNR à caloporteur gaz et sodium (RNR-Gaz et RNR-Na) et plus particulièrement dans l'étude de la partie gainage du combustible nucléaire. Pour les générations actuelles, l'oxyde d'uranium sous forme de pastille est inséré à l'intérieur d'aiguilles métalliques qui sont rassemblées par paquet de 50 environ dans des tubes hexagonaux (figure 1.3).

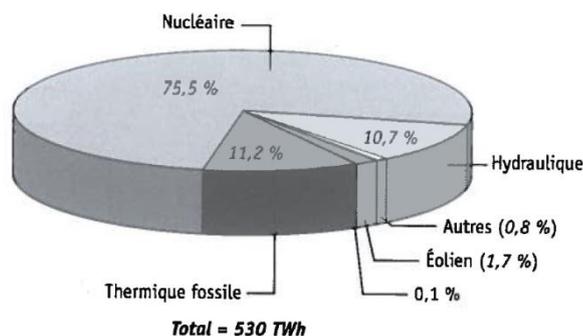


Figure 1.2 - Production d'électricité en 2009 en France classée selon la source d'énergie utilisée. Le nucléaire représente plus de 75% de la production totale.

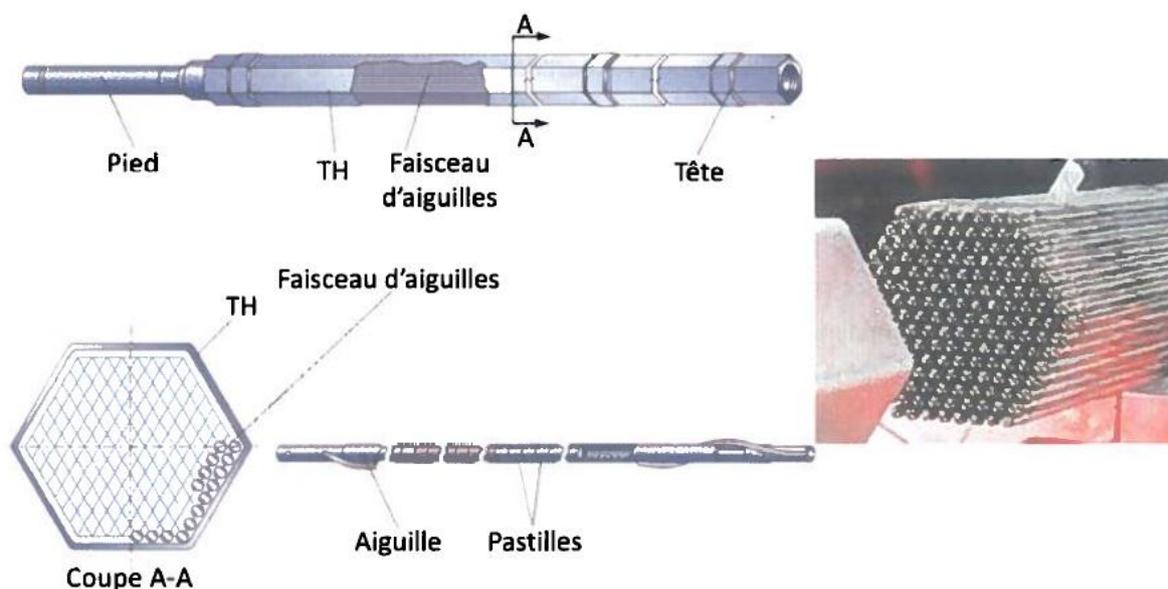


Figure 1.3 - Illustration de l'assemblage d'aiguilles dans un cœur de réacteur nucléaire de type REP. Extrait de [ZAB 12].

Ces aiguilles représentent la première barrière de protection des réacteurs et possèdent une géométrie tubulaire. Elles doivent, en outre, répondre à certains critères présentés dans le cahier des charges des RNR. Avant tout, cette protection doit être étanche afin d'assurer la non contamination du fluide caloporteur par des résidus de fission. Ensuite, le matériau de gainage doit préférentiellement être transparent pour les neutrons rapides afin de ne pas ou peu les ralentir. Comme ces aiguilles doivent également remplir le rôle d'échangeurs thermiques entre les pastilles de combustible et le fluide caloporteur, il est préférable qu'elles possèdent une bonne conductivité thermique. Enfin, le matériau des gaines va rencontrer un certain nombre de sollicitations mécaniques et thermiques lors du fonctionnement du réacteurs et doivent par conséquent avoir une bonne tenue mécanique à haute température et une bonne tenue à l'endommagement. A titre d'exemple, les températures nominales d'un GFR sont comprises entre 850 et 1000°C et les températures en conditions accidentelles peuvent atteindre les 2000°C.

Pour répondre à tous ces critères, le CEA propose un nouveau concept de gainage dit « sandwich » (figure 1.4) [ZAB 13] dans lequel plusieurs couches de matériaux différents sont employées. Afin d'assurer la bonne tenue mécanique à haute température ainsi que les objectifs de conductivité thermique et de transparence aux neutrons deux parties en composites à matrice et fibres céramique sont employées. L'étanchéité est, quant à elle, assurée par un liner métallique. Les matériaux candidats au liner sont sélectionnés en fonction de critères thermomécaniques et neutroniques (le

Tantale (Ta) ou le Niobium (Nb) par exemple) [LOR 13]. Le travail présenté dans ce mémoire s'intéresse uniquement au comportement mécanique de la partie composite externe de ce gainage à température ambiante.

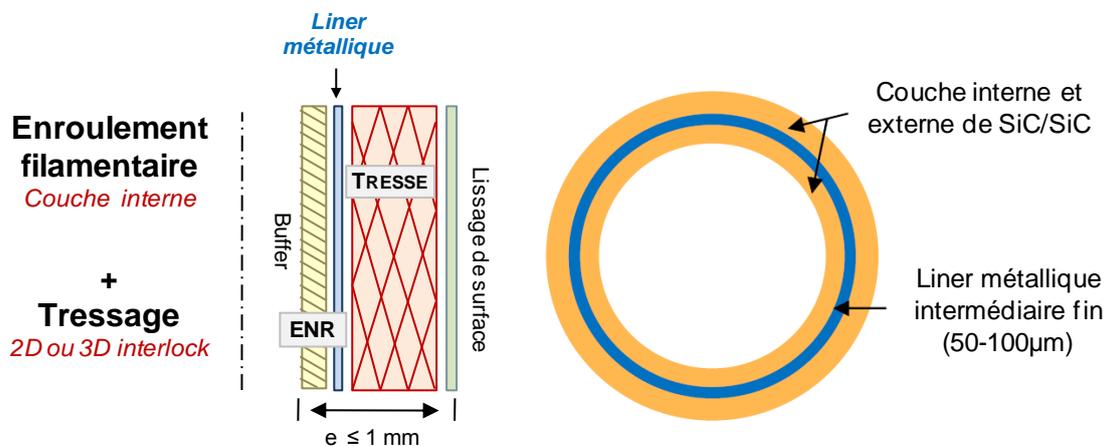


Figure 1.4 - Concept de gainage sandwich envisagé par le CEA pour l'application tube de gainage. Extrait de [LOR 13].

Cette thèse comporte un objectif de caractérisation et un objectif de modélisation. Les structures composites élaborées par le CEA sont totalement innovantes, de faible épaisseur et de faible diamètre devant leur longueur. Leurs propriétés mécaniques, de même que leurs mécanismes d'endommagement sont par conséquent peu connus et doivent être caractérisés. Les deux sollicitations principales subies par les gaines lors du fonctionnement du réacteur sont la traction axiale et la pression interne. La caractérisation se concentre donc sur ces deux chargements dimensionnants. En parallèle de ce travail, une démarche de modélisation permettant le choix d'une texture particulière doit être proposée. Les modèles actuels permettant de dimensionner les structures en CMC ([AUB 92], [CAM 00] et [MAI 97]) sont écrits en contrainte plane et négligent les variations de contrainte dans l'épaisseur. Ces modèles nécessitent en outre, pour leur identification, des essais qui ne sont pas adaptés aux géométries tubulaires du concept « aiguille ». La démarche proposée doit donc permettre de choisir un renfort en fonction de critères mécaniques spécifiques en s'appuyant uniquement sur la microstructure des composites pour des structures de faible diamètre et de faible épaisseur. L'objectif visé à long terme est le dimensionnement de structures composites tubulaires.

Dans le chapitre 1, le matériau de l'étude est introduit. Après une présentation des concepts généraux des matériaux composites, une revue des différentes techniques de mise en forme employées pour concevoir des structures tubulaires est proposée. La méthode retenue est un tressage « layer-to-layer » qui permet la réalisation d'un grand nombre de textures différentes. Cette thèse s'est uniquement concentrée sur l'analyse de tresses interlocks. La seconde partie du chapitre s'intéresse à l'analyse de la microstructure des matériaux de l'étude. En particulier, les taux des constituants dans les fils et à l'échelle macroscopique sont déterminés. Les principales dimensions des fils et des structures tubulaires sont mesurées. Ces données permettent la modélisation géométrique des renforts retenus.

L'ensemble des protocoles expérimentaux mis en place durant la thèse est détaillé dans le chapitre 2. Un banc d'essais de traction axiale sur tubes a été développé au laboratoire, de même qu'un dispositif permettant la réalisation d'essais de pression interne a été adapté sur les machines mises à disposition en collaboration avec le CEA de Marcoule. L'instrumentation associée à chaque type d'essais est décrite. Enfin, ce chapitre propose une amélioration de la technique de corrélation d'images et son adaptation à des géométries courbes pour suivre les déformations.

Le troisième chapitre concerne la caractérisation mécanique. Douze textures sont comparées en termes de propriétés élastiques et de limite à la rupture afin de n'en sélectionner que trois pour la suite de l'étude. Les renforts ainsi choisis font l'objet d'une campagne de caractérisation sous chargement de traction axiale et de pression interne. Une comparaison entre les réponses mécaniques des éprouvettes tubulaires et celles d'éprouvettes barreaux est proposée afin de déterminer l'impact de la structure sur le comportement mécanique. Ces éprouvettes planes sont obtenues à partir d'une découpe d'une préforme tubulaire et de sa densification à plat.

La modélisation géométrique de structures tubulaires composites fait l'objet du chapitre 4. Dans cette partie, la démarche de modélisation proposée est introduite et les outils nécessaires à la modélisation de tubes composites SiC/SiC sont détaillés. Une première géométrie est créée à partir d'outils simples. La tension présente dans les fils lors du tressage est simulée afin de donner une forme réaliste aux fils et permettre l'obtention de structures de dimensions réelles. Enfin, le maillage éléments finis est créé à l'aide de deux mailleurs de l'INRIA.

Le dernier chapitre formalise les résultats de la simulation numérique du comportement mécanique de tubes tressés interlock. A partir des maillages développés dans le chapitre 4, des calculs élastiques sont réalisés pour estimer la rigidité axiale des tubes. Les champs de contrainte propres fournissent des informations nouvelles sur les directions privilégiées de la fissuration et une première approche de l'endommagement est abordée. Une alternative à cette approche est enfin proposée dans une dernière partie.

CHAPITRE 1

DESCRIPTION DU MATERIAU D'ETUDE

Cette thèse est consacrée à l'étude du comportement mécanique de l'élément composite externe du concept de gaine sandwich développé pour les réacteurs nucléaires de fission de quatrième génération. Le présent chapitre s'intéresse particulièrement au matériau sélectionné depuis sa microstructure jusqu'à sa morphologie macroscopique. Dans tout le chapitre, le terme matériau est utilisé pour nommer le composite sous forme de tube.

Après une brève introduction sur les matériaux composites à matrice céramique, les différentes techniques de mise en forme du renfort sont rappelées. Le procédé utilisé pour les composites considérés est présentée en détail. Celui-ci permet la réalisation de différentes architectures de renfort dont une douzaine a été considérée dans ce travail.

Une seconde partie révèle la morphologie des composites à caractériser, tant au niveau microscopique à l'aide de techniques de métallographie, qu'aux échelles mésoscopique et macroscopique grâce aux outils de tomographie à rayons X et de profilométrie optique. Les données recueillies dans cette partie sont exploitées afin de décrire le matériau pour les besoins du modèle de comportement présenté dans les chapitres 4 et 5.

1	LES MATERIAUX COMPOSITES A MATRICE CERAMIQUE POUR APPLICATION GAINE DE COMBUSTIBLE	15
1.1	ANATOMIE D'UN CMC	15
1.1.1	La fibre	16
1.1.2	L'interphase	17
1.1.3	La matrice	18
1.2	MISE EN FORME DU RENFORT	19
1.2.1	L'enroulement filamentaire	20
1.2.2	Le tissage	21
1.2.3	Le tressage	21
2	DESCRIPTION DE LA MICROSTRUCTURE DES COMPOSITES DE L'ETUDE	23
2.1	ECHELLE MICROSCOPIQUE DU FIL	23
2.1.1	Observation du matériau sain	24
2.1.2	Les taux des constituants	24
2.1.3	Mesure des paramètres dimensionnels microscopiques	26
2.2	ECHELLE MESOSCOPIQUE DES PLIS	27
2.2.1	Caractéristiques du microtomographe employé	28
2.2.2	Les angles de tressage	29
2.2.3	Les motifs élémentaires	30
2.3	ECHELLE MACROSCOPIQUE DE LA STRUCTURE	32
2.3.1	Les proportions macroscopiques	32
2.3.2	Les dimensions macroscopiques	33
3	CONCLUSIONS DU CHAPITRE	34

1 LES MATERIAUX COMPOSITES A MATRICE CERAMIQUE POUR APPLICATION GAINE DE COMBUSTIBLE

Depuis plusieurs décennies, l'emploi des matériaux composites à matrice céramique (CMC) est envisagé afin d'alléger les structures tout en améliorant leur comportement mécanique à haute température. Que ce soit dans les secteurs aéronautique et spatial, de la propulsion, naval ou de l'énergie, ces matériaux sont de plus en plus explorés comme alternatives aux matériaux de référence souvent métalliques. Pour démarrer ce travail, intéressons nous de près à cette famille de matériaux. De quoi s'agit-il exactement ? Comment sont ils fabriqués ? Quels sont leurs avantages ? Toutes ces questions trouveront une réponse dans cette partie. Dans un premier temps, le principe de matériau composite est rappelé. Puis, les différentes possibilités de mise en forme du renfort fibreux sont décrites. Enfin, la technique utilisée pour élaborer les composites de la thèse est présentée.

1.1 ANATOMIE D'UN CMC

Un matériau composite est par définition un assemblage de constituants ayant des propriétés supérieures aux constituants seuls. Il est en général composé de trois phases : des fibres, une interphase et une matrice (figure 1.1). Afin de correspondre au cahier des charges de la gaine, il est nécessaire de considérer des fibres et une matrice en carbure de silicium (SiC). Les composites possédant une matrice en SiC sont communément appelés composites à matrice céramique.

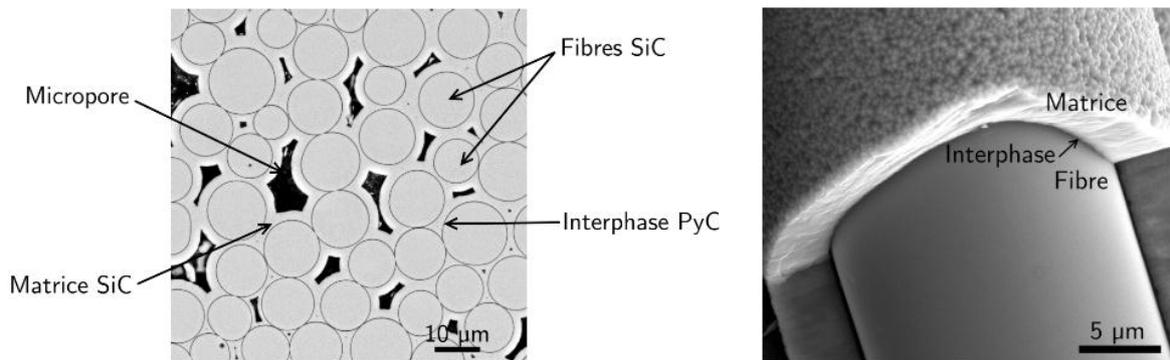


Figure 1.1 - Images en microscopie électronique à balayage de la microstructure de composites SiC/SiC. Extrait de [CHA 11].

Les CMC ont un comportement mécanique non linéaire élastique endommageable alors que les fibres ou la matrice seules sont fragiles. A titre illustratif, le comportement mécanique théorique d'un CMC unidirectionnel est reporté sur la figure 1.2. Le début de la courbe (phase a) correspond à un comportement de type élastique linéaire pour lequel il n'y a pas d'endommagement du matériau. Le module du composite est estimé simplement grâce à une loi des mélanges (éq. 1.1) dans laquelle V_m et V_f sont respectivement les fractions volumiques de la matrice et des fibres et E_m et E_f , les modules élastiques de ces mêmes constituants.

$$E_c = V_m E_m + V_f E_f. \quad (1.1)$$

Puis, la fissuration de la matrice intervient (phase b). Les fissures s'initient sur des défauts de la structure et se propagent dans la matrice. La charge initialement répartie dans la matrice est

progressivement transférée sur les fibres. Enfin, lorsque la fissuration de la matrice a atteint la saturation (phase c), la charge est entièrement reportée sur les fibres jusqu'à la rupture complète du matériau.

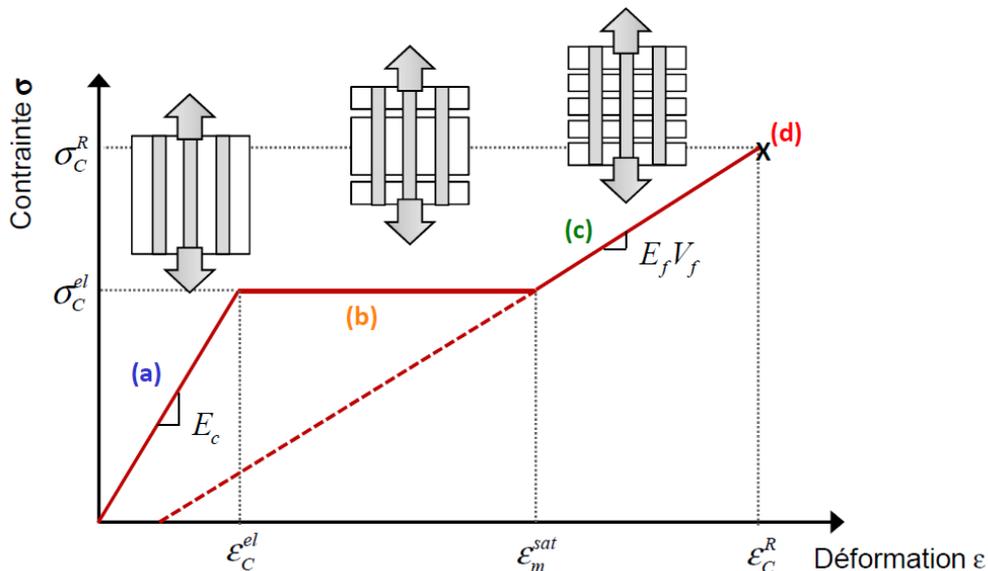


Figure 1.2 - Schéma du comportement élastique endommageable théorique d'un CMC unidirectionnel en traction axiale. Extrait de [LOR 12].

1.1.1 La fibre

Le renfort fibreux assure la tenue mécanique du matériau. Si les fibres peuvent être de différentes natures (verre, carbone, carbure de silicium), les renforts considérés pour les applications nucléaires sont constitués de fibres en carbure de silicium de troisième génération [HIN 02]. Il s'agit des fibres Tyranno SA3 (TSA3 - Ube Industries¹) ou Hi-Nicalon S (HNS - NGS Advanced Fibers²).

Les deux industriels japonais commercialisent également des fibres de générations antérieures plus largement employées pour les composites SiC/SiC actuels. Bien qu'elles possèdent une bonne tenue mécanique à haute température, ces générations de fibres sont toutefois trop amorphes et leurs propriétés se dégradent rapidement sous irradiation. Seules les fibres de troisième génération possèdent une haute pureté (rapport Si/C très proche de 1) et sont fortement cristallisées, ce qui leur donne une plus grande stabilité sous flux neutronique et une meilleure résistance à l'oxydation ([KAT 10], [KAT 11], [SAU 10a]).

En outre, lorsqu'elles sont sous une forme composite, les fibres TSA3 possèdent une déformation à rupture moins importante que les fibres HNS. Cette différence de comportement est attribuée à la rugosité de surface des fibres d'Ube Industries qui est plus faible que celle des fibres de Nippon Carbon [SAU 10a] ainsi qu'à la chimie de surface. Des travaux portant sur l'amélioration des propriétés interfaciales des fibres TSA3 sont actuellement entrepris au CEA et ont menés au dépôt de plusieurs brevets ([BUE 13a], [BUE 13b]). Ces fibres possédant une stabilité jusqu'à de plus hautes températures et une meilleure conductivité thermique ($\lambda_{TSA3} = 65 \gg \lambda_{HNS} = 18 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) que les fibres HNS, celles-ci sont préférées pour l'application nucléaire [SAU 10b]. Cependant, en l'état actuel du développement les fibres HNS sont employées pour l'élaboration des matériaux de cette étude.

¹ <http://www.ube-ind.co.jp/english/index.htm>

² http://www.carbon.co.jp/english/eng_index.html

Les fibres HNS possèdent un comportement mécanique isotrope avec un module d'Young longitudinal de 380 GPa et un coefficient de Poisson de 0,2 [SAU 10a]. Selon les spécifications du fournisseur le diamètre moyen de ces fibres est de 13 μm .

1.1.2 L'interphase

La liaison entre les fibres et la matrice est réalisée par une fine couche de matériau, l'interphase. Ce constituant est essentiel au composite pour lui conférer son caractère endommageable. En effet, l'interphase joue un rôle de fusible mécanique en déviant les fissures provenant de la matrice afin de préserver les fibres tout en effectuant le transfert de charges depuis la matrice vers les fibres.

Le contrôle de l'interphase permet d'optimiser la liaison fibre/matrice. Si cette liaison est trop forte, aucun déplacement n'est possible aux interfaces et les fissures matricielles provoquent instantanément la rupture des fibres. Il s'agit d'un comportement de type fragile illustré sur la figure 1.3. Le module du composite peut être estimé par une loi des mélanges en considérant la fraction volumique de fibres (éq. 1.1) et la rupture est guidée par le composant le moins résistant : la matrice. Le faciès de rupture présente alors une surface quasiment lisse sans déchaussement de fibre.

En revanche, si la liaison fibre/matrice est trop faible, le composite réagit comme si les fibres et la matrice n'étaient pas liées : la matrice fissure en premier sans endommager les fils qui reprennent la charge jusqu'à leur rupture (figure 1.4a). Dans ce cas, les longueurs de décohésion interfaciale sont trop importantes pour dévier les fissures de la matrice (figure 1.4b). Seules les fibres supportent la charge et celles-ci s'extrait de la matrice jusqu'à rompre, ce qui peut être visible sur le faciès de rupture (figure 1.4c).

Lorsque l'interphase est optimisée, le comportement mécanique du composite devient non linéaire et est compris entre celui des fibres et celui de la matrice (figure 1.5a). Le module initial est toujours obtenu par une loi des mélanges et les fissures de la matrice sont déviées aux interfaces permettant une meilleure répartition de la charge dans les constituants (figure 1.5b).

L'interphase peut être constituée de différents matériaux ([BER 98], [NAS 98]) mais le plus couramment présent dans les CMC est le pyrocarbone (PyC). Il s'agit d'un dépôt de carbone possédant une bonne compatibilité chimique avec le SiC jusqu'aux hautes températures et des propriétés d'anisotropie favorisant la déviation des fissures le long des renforts.

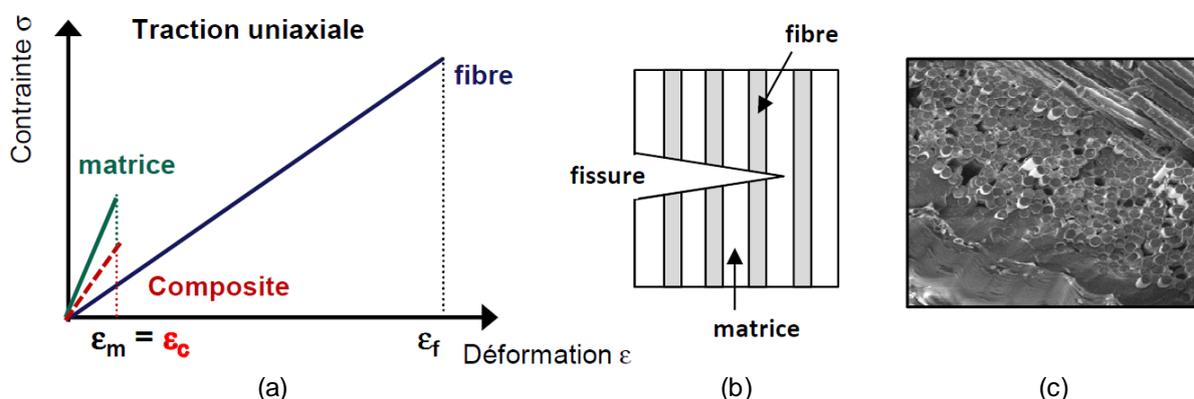


Figure 1.3 - Comportement mécanique d'un CMC unidirectionnel à température ambiante : cas d'une liaison trop forte entre les fibres et la matrice (rupture fragile), (a) courbe de comportement du composite, (b) propagation d'une fissure sans décohésion et (c) faciès de rupture fragile obtenu sur un composite tissé. Extrait de [LOR 12].

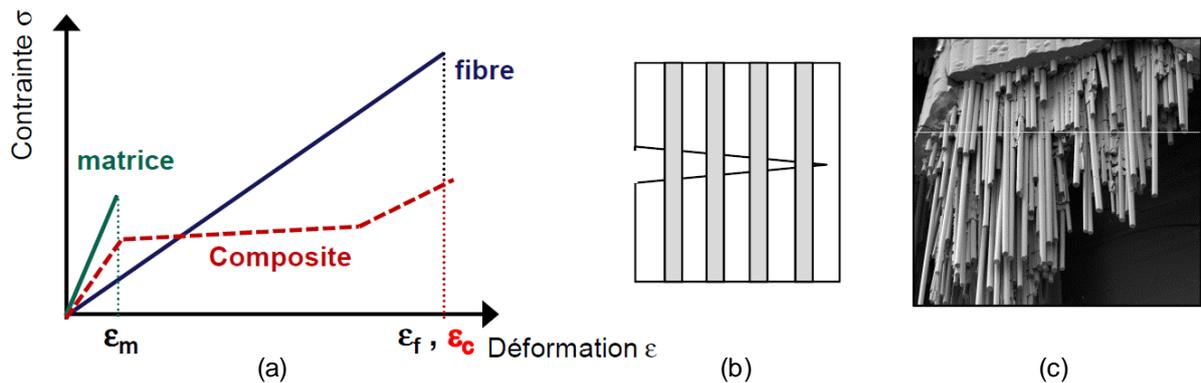


Figure 1.4 - Comportement mécanique d'un CMC unidirectionnel à température ambiante : cas d'une liaison trop faible entre les fibres et la matrice (extraction des fibres), (a) courbe de comportement du composite, (b) propagation d'une fissure sans décohésion et (c) faciès de rupture fragile. Extrait de [LOR 12].

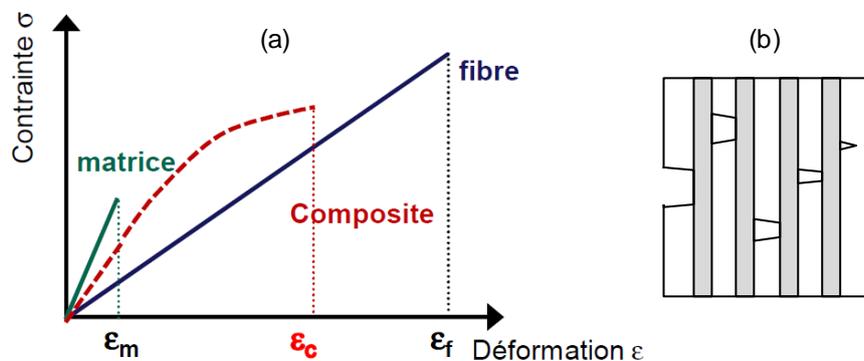


Figure 1.5 - Comportement mécanique d'un CMC unidirectionnel à température ambiante : cas d'une liaison optimisée entre les fibres et la matrice, (a) courbe de comportement du composite et (b) propagation et déviation d'une fissure aux interfaces. Extrait de [LOR 12].

Certaines contraintes liées à l'environnement nucléaire limitent le choix possible d'interphases (pas d'interphases borée ou nitrurée par exemple). Le carbone a tendance à ralentir les neutrons et par conséquent n'est pas adapté à l'application visée. A défaut de mieux, les composites développés pour cette application comportent une interphase PyC de très faible épaisseur (<100nm). Cette interphase est déposée sur la préforme fibreuse par le procédé CVI.

1.1.3 La matrice

Le rôle de la matrice est de protéger les fibres et l'interphase de l'environnement extérieur et de répartir les charges dans la structure. Pour l'élaboration de composites pour l'application nucléaire, deux principales techniques de densification des préformes fibreuses sont employées : le procédé CVI (Chemical Vapor Infiltration) et le procédé NITE (Nano-powder Infiltration and Transient Eutectoid).

► **Le procédé CVI** : Il s'agit d'un des seuls procédés à ce jour permettant l'élaboration d'une matrice de haute pureté compatible avec l'environnement nucléaire. Pour les matériaux de la thèse, la matrice est élaborée au centre CEA de Saclay (DEN/DMN/SRMA/LTME_x) selon le processus décrit dans le brevet CEA [SAU 13]. La figure 1.6 présente une photographie de l'installation ainsi qu'un schéma de principe simplifié. Le procédé repose sur le craquage du précurseur méthyltrichlorosilane (MTS) gazeux à haute température dans les porosités ouvertes de la préforme fibreuse. Il en résulte une matrice SiC très pure de composition stœchiométrique ([CHR 79], [NAS 89]). Il est à noter que cette technique ne permet pas une densification complète et laisse une porosité résiduelle complexe dans le matériau (figure 1.1) après les différentes phases de densification.

La matrice ainsi produite est considérée isotrope et possède des propriétés élastiques élevées avec une rigidité comprise entre 380 et 420 GPa [SAU 10a].

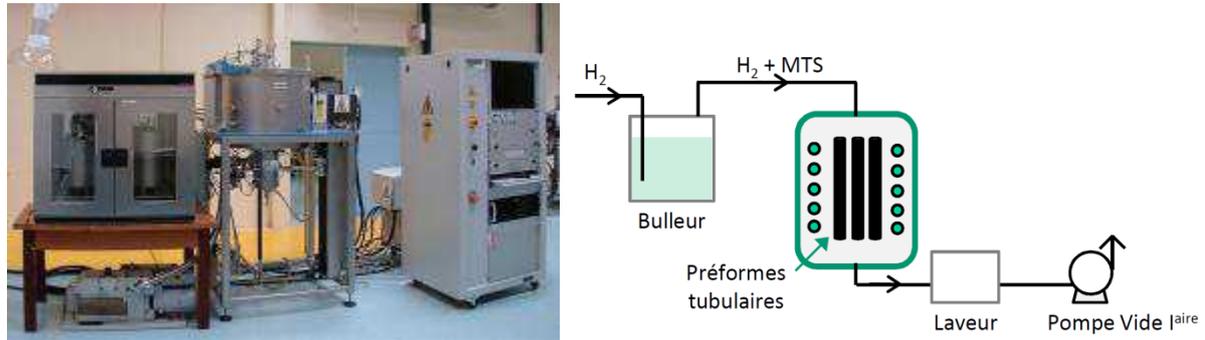


Figure 1.6 - Photographie du four CVI du centre du CEA de Saclay utilisé pour densifier les matériaux de l'étude et schéma de principe. Extrait de [LOR 11].

► **Le procédé NITE** : Il s'agit ici d'obtenir la matrice du composite à partir de nano-poudre de carbure de silicium, ce qui permet d'élaborer un dépôt exempt de porosités ([KAT 04], [KAT 07], [NOZ 09]). Les tubes créés à l'aide de ce procédé sont étanches mais demeurent encore trop fragiles. Une des applications visées par ce procédé est la fusion nucléaire. La figure 1.7 présente quelques pièces en composites NITE extraites de [KAT 07] considérées pour une application de fission nucléaire.



Figure 1.7 - Exemple de composites NITE sous forme tubulaire [KAT 07].

1.2 MISE EN FORME DU RENFORT

Jusqu'à présent, aucun détail n'a été donné concernant la géométrie des renforts utilisés dans les CMC. Les fibres se présentent sous forme de fils (ou torons) qui contiennent généralement 500 fibres pour la cas des fibres SiC. Il existe également d'autres natures de fils (3K, 6K, 9K, etc.) pour d'autres types de fibres. Ceux-ci sont mis en forme à l'aide de techniques issues de l'industrie textile afin de donner au matériau final les propriétés et les formes souhaitées. Le but de ce paragraphe est d'introduire quelques-unes de ces techniques de mise en forme, et en particulier, celles adaptées aux tubes.

1.2.1 L'enroulement filamentaire

L'enroulement filamentaire est un procédé de mise en forme rapide et automatisable. Il est parfaitement adapté pour réaliser des pièces à géométrie de révolution (tubes, réservoirs, enveloppes cylindriques, autres.) ou de forme complexe (section évolutive ou axe de révolution courbe par exemple).

Plusieurs fils sont placés les uns à côtés des autres et sont bobinés autour d'un mandrin dont la forme prédétermine déjà celle de la structure à réaliser. Les principaux paramètres pilotant le procédé sont l'angle d'enroulement et les vitesses de rotation du mandrin et de translation du fil. L'angle d'enroulement est défini comme l'angle entre l'axe de révolution de la pièce et la direction des fils. Plus celui-ci est faible, plus le comportement mécanique attendu de la structure devrait être résistant en traction. Inversement si l'angle d'enroulement est proche de 90° , le comportement mécanique de la pièce devrait être amélioré vis-à-vis d'une sollicitation de type pression interne.

La technique d'enroulement filamentaire est largement répandue dans l'industrie. Cependant, elle est utilisée très majoritairement pour la fabrication de composites à matrice organique ([DEM 97], [TAR 05]). Depuis 2010, le CEA s'intéresse à cette technique de mise en forme pour concevoir tout ou partie des tubes de gainage du combustible en marge des programmes matériaux GenIV [LOR 11]. La figure 1.8a présente une photographie d'une machine d'enroulement filamentaire utilisée pour la fabrication de tubes composites à fibres SiC par le CEA de Saclay. Un exemple de renfort fibreux obtenu est présenté sur la figure 1.8b.

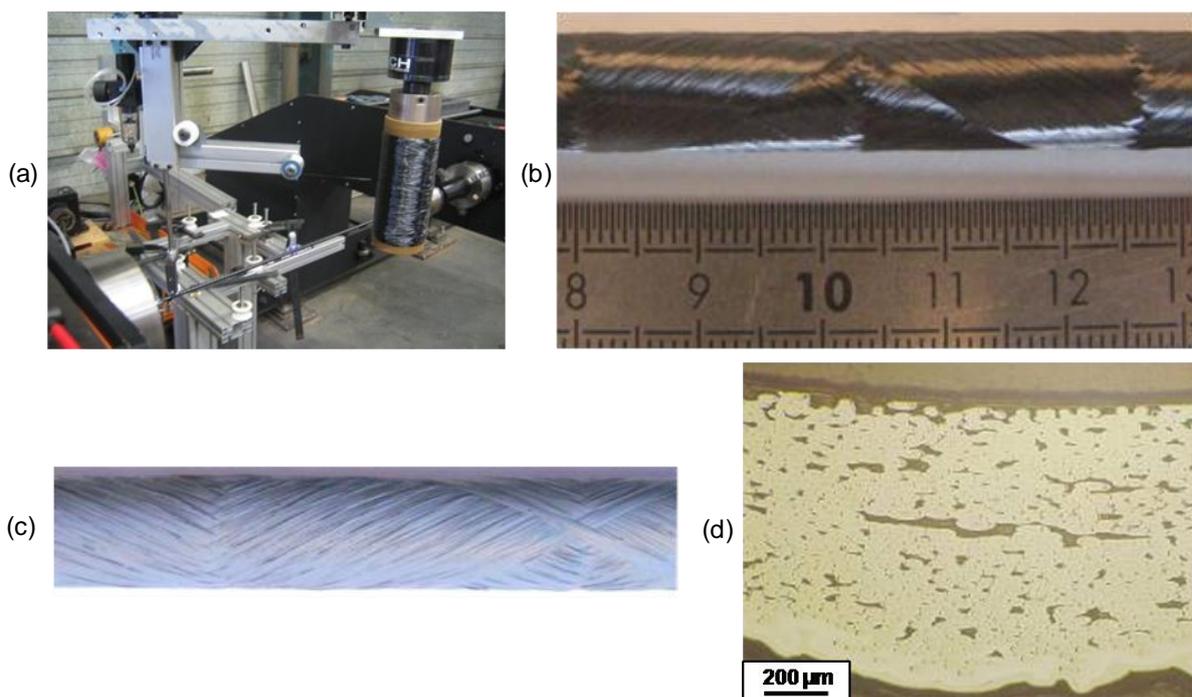


Figure 1.8 - (a) Photographie d'une machine d'enroulement filamentaire utilisée pour la fabrication de composites tubulaires à fibre de SiC, (b) exemple de préforme fibreuse obtenue, (c) exemple de tubes obtenus après densification et (d) micrographie de ce tube dans sa section. Extrait de [LOR 11].

Ce procédé permet de concevoir des composites de haute performance avec une fraction volumique en fibres élevée et une faible porosité. La figure 1.8c et la figure 1.8d présentent un composite tubulaire à fibres SiC réalisé par enroulement filamentaire ainsi qu'une coupe micrographique transverse associée.

1.2.2 Le tissage

Le procédé de tissage est également très utilisé pour la confection du renfort. Les structures composites fabriquées à l'aide de cette technique sont nombreuses et occupent une part importante des objets de notre quotidien, par exemple au niveau des accessoires de sport (arcs, cross de hockey, cadres de vélos) mais sont aussi destinées à des pièces de haute performance pour les industries aéronautique, spatiale et navale. Les CMC tissés plans ont été davantage étudiés que les tubes et leurs propriétés mécaniques sont bien documentées dans la littérature. La majeure partie des études sur les CMC considèrent en effet des renforts tissés plans présentant un angle de 90° entre les deux directions des fils ([BUR 98], [CAD 95], [CAM 96], [EVA 94] et [VAG 95]).

Bien que développée initialement pour l'élaboration de plaques, le tissage des renforts s'emploie également pour fabriquer des structures à géométrie de révolution telles que des bombonnes ou des tubes en enroulant le tissu plan autour d'un mandrin [MAI 96]. La figure 1.9 donne deux exemples de structures tubulaires en composites tissés. Ces tubes sont destinés à des applications structurales légères (cadres de vélo, club de golfs, pagaies, autres.) Cependant, ce procédé n'est pas le plus adapté pour la fabrication de pièces de révolution nécessitant une bonne tenue mécanique. Il n'a pas été retenu par le CEA en raison des problématiques de fermeture des tubes complexes entraînant des conséquences importantes pour la tenue au gonflement des structures.

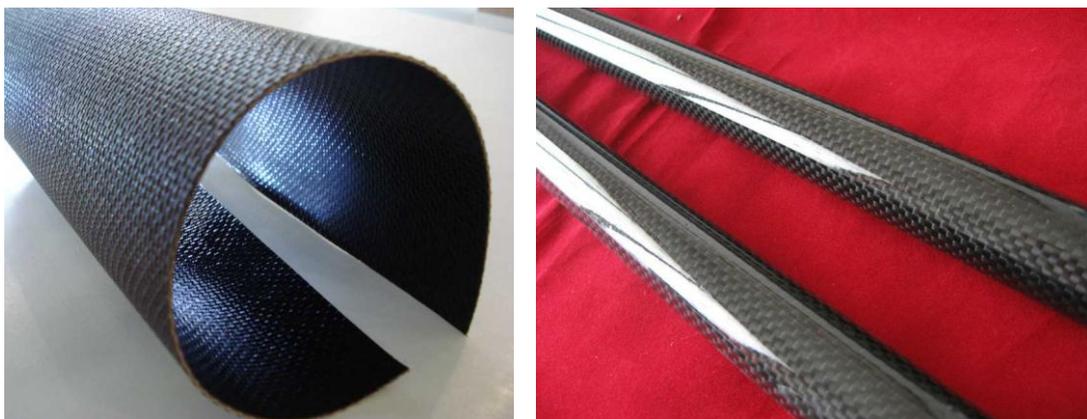


Figure 1.9 - Exemples de structures tissés mises sous formes de cylindres. Il s'agit de CMO Carbone/Epoxy fabriqués par la société chinoise Lianyungang Hongqiao Illumination Electric Appliance.

1.2.3 Le tressage

Le tressage est une technique de mise en forme employée pour la fabrication de matériaux composites depuis plus d'une trentaine d'années. Elle est adaptée à des structures de révolution telles que les tubes car elle permet d'éviter les problématiques de fermeture présentes pour les composites tissés. Le tressage est surtout développé dans les secteurs aérospatial, automobile, naval, médicaux et plus récemment de l'énergie [AYR 08].

Il existe plusieurs techniques de tressages et autant de machines associées ([WAN 97], [BIG 05]). Celle qui est employée par le CEA pour concevoir les tubes SiC/SiC à architecture tressée interlock est pleinement détaillée dans la thèse de Loic Dréano [DRE 92]. Le procédé employé (layer-to-layer) est composé d'une grande roue sur laquelle sont placés des fuseaux emportant et déroulant les fils. Ces derniers se rejoignent en un point au centre de la roue (figure 1.10b) où ils s'entrelacent grâce au mouvement imposé selon un circuit prédéfini pour former la tresse. La figure 1.10 présente quelques vues de la machine de tressage ainsi que deux exemples de tresses obtenues.

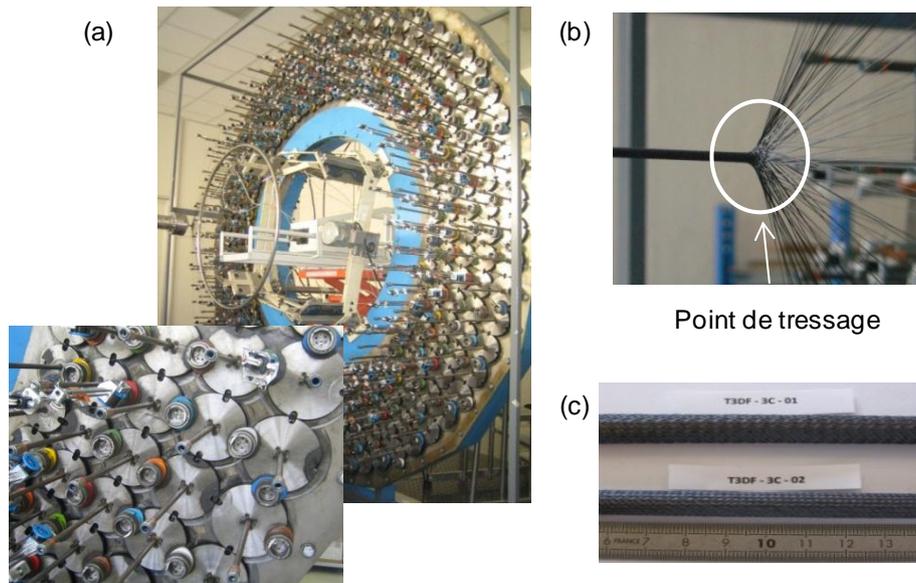


Figure 1.10 - (a) Machine de tissage utilisée pour la fabrication des tubes tissés interlocks par le CEA, (b) point de tissage et (c) exemples de tissages obtenus. Extrait de [LOR 11]

Les fuseaux emportant les bobines de fils se déplacent suivant des chemins prédéfinis (chemins de tissage). Les tissages sont différents suivant le nombre de fuseaux utilisés et les chemins qui leur sont donnés. Ce procédé permet de réaliser des tissages 2D ainsi que des tissages interlocks (textures ayant des fils qui passent d'une couche à une autre afin de renforcer le comportement de la structure dans l'épaisseur) appelées aussi « tissages 3D » par abus de langage. La figure 1.11 compare la microstructure de composites réalisés à partir d'un tissage 2D et d'un tissage interlock. Les micrographies indiquent des niveaux de porosité différents pour ces deux architectures. Ainsi, avec ce procédé de mise en forme, les tissages 2D peuvent être obtenus avec un taux de porosité d'environ 10%. Elles sont en revanche sujettes au délaminage. En comparaison, les tissages interlock présentent des taux de porosité pouvant atteindre 40%. Cette différence de porosité influence fortement les propriétés thermiques radiales des structures, dont on s'attend à ce qu'elles soient plus faibles dans le cas des tissés interlock.

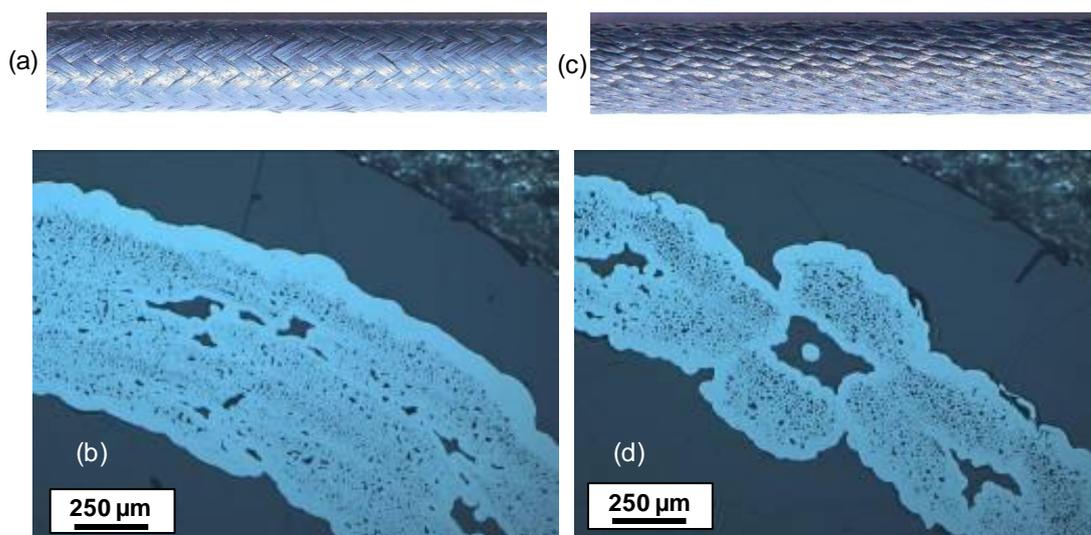


Figure 1.11 - Photographie et micrographie associée (a) et (b) d'un tube tissé 2D et (c) et (d) d'un tube tissé interlock.

Durant les trente dernières années, les composites tressés 3D ont été beaucoup étudiés, en témoigne les nombreuses références dans la littérature ouverte ([MAS 96], [MIR 06], [QUE 03], [TAN 06] et [ZHA 07]). La majorité de ces études portent sur des structures planes et les rares s'intéressant aux structures tubulaires font intervenir des composites à matrice organique ([GRE 07], [HWA 13] et [WAN 97]). Quelques travaux portent sur des CMC tressés tubulaires mais les informations disponibles sont très limitées ([CHU 97] et [MAN 98]). Cette étude paraît donc pleinement justifiée. La compréhension du comportement mécanique de ces structures et leur modélisation représentent en effet un enjeu important pour les travaux entrepris par le CEA, notamment pour statuer si cette nature de matériau est capable de répondre au cahier des charges d'un tube de gainage.

2 DESCRIPTION DE LA MICROSTRUCTURE DES COMPOSITES DE L'ETUDE

Le procédé de tressage employé permet la réalisation d'une multitude de renforts très différents dont seulement douze d'entre eux vont être analysés ici. Ils sont numérotés de 3 à 13 avec trois déclinaisons pour la texture 3 et deux pour la texture 4. Les textures 5 et 7 ne sont pas traitées. Cette numérotation provient d'un référencement CEA qui a été conservé dans la thèse pour faciliter le repérage.

Pour mettre en place notre modèle, il est primordial de s'intéresser à la microstructure de ces composites. Ainsi, cette partie explore les textures fournies aux différentes échelles et en donne une description géométrique.

2.1 ECHELLE MICROSCOPIQUE DU FIL

Une étude métallographique a été réalisée. Pour cela, les tubes sont enrobés une première fois dans une résine époxy (marque Struers, référence Spécifix) afin de consolider le matériau. Puis, ils sont découpés selon les trois plans schématisés sur la figure 1.12 : (a) un plan dans la section du matériau (plan A), (b) un plan dans la hauteur du matériau (plan B) et (c) un plan avec un angle θ par rapport à l'axe de révolution du tube (plan C). Les fragments obtenus sont ensuite enrobés une seconde fois dans la même résine époxy puis polis « miroir » selon une gamme de polissage adaptée au polissage de céramiques dures. L'observation des échantillons est réalisée à l'aide d'un microscope numérique (Keyence, référence VHX-1000E).

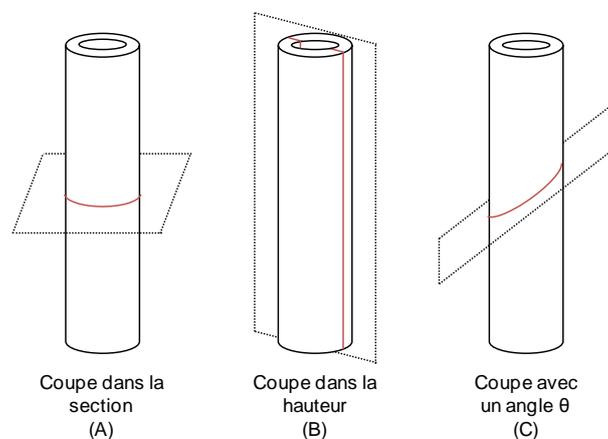


Figure 1.12 - Illustration des plans de découpe utilisés pour l'observation métallographique des tubes.

2.1.1 Observation du matériau sain

Les composites à matrice céramique étudiés sont composés d'un renfort tressé de fibres Hi-Nicalon S et de matrice déposée par voie gazeuse. Après densification, l'anatomie des fils est semblable à celle présentée sur la figure 1.13. Les fibres SiC sont entourées d'une interphase PyC (invisible à l'échelle de la micrographie) possédant une épaisseur de l'ordre de la centaine de nanomètres et de matrice intra-fils et inter-fils. La matrice intra-fils correspond à la partie de la matrice présente à l'intérieur des fils alors que la matrice inter-fils représente la matrice entourant les fils. Cette dernière se dépose lorsque les gaz de densification ne peuvent plus atteindre l'intérieur des fils. Elle correspond à la majorité de la proportion volumique de la matrice.

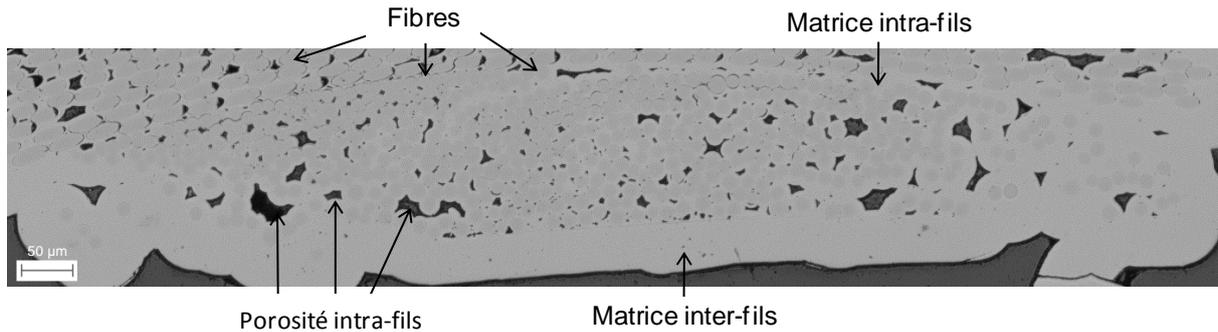


Figure 1.13 - Micrographie caractéristique d'un fil.

L'espace restant dans les fils est appelé porosité intra-fils. La microstructure initiale des composites comporte très peu de fissurations. Habituellement, ces fissures proviennent des contraintes internes générées après élaboration à haute température et refroidissement à température ambiante compte tenu de la différence de coefficient de dilatation thermique entre la matrice et les fibres.

Les proportions des trois phases visibles (fibre, matrice et porosité) peuvent être quantifiées sur ces images. Ces proportions ainsi que les propriétés mécaniques des constituants influencent notablement les propriétés mécaniques des fils. Il convient pour les besoins de l'étude de les mesurer précisément.

2.1.2 Les taux des constituants

Les taux de fibre, matrice et porosité dans les fils sont déterminés par analyse d'images à partir des micrographies. La procédure employée est la même quelque soit la texture étudiée.

Les clichés micrographiques présentés à la figure 1.14a constituent les images de départ. Celles-ci sont tout d'abord numérisées puis seuillées en niveau de gris pour ne garder que les pixels les plus sombres représentant la porosité (figure 1.14b). Ces porosités sont ensuite soustraites des images de départ afin de discriminer les fibres en présence de la matrice. Etant donné le faible contraste entre la matrice et les fibres, un détourage manuel des fibres est réalisé (figure 1.14c) avant d'opérer un nouveau seuillage en niveaux de gris pour conduire à une image finale binarisée (figure 1.14d).

Il devient possible de déterminer à ce stade les proportions surfaciques de chacune des trois phases dans le fil, en considérant que la somme est égale à 1 (éq. 1.2).

$$\tau_f + \tau_m + \tau_p = 1 \quad (1.2)$$

où τ_f représente le taux de fibres,
 τ_m représente le taux de matrice,
 τ_p représente le taux de porosité.

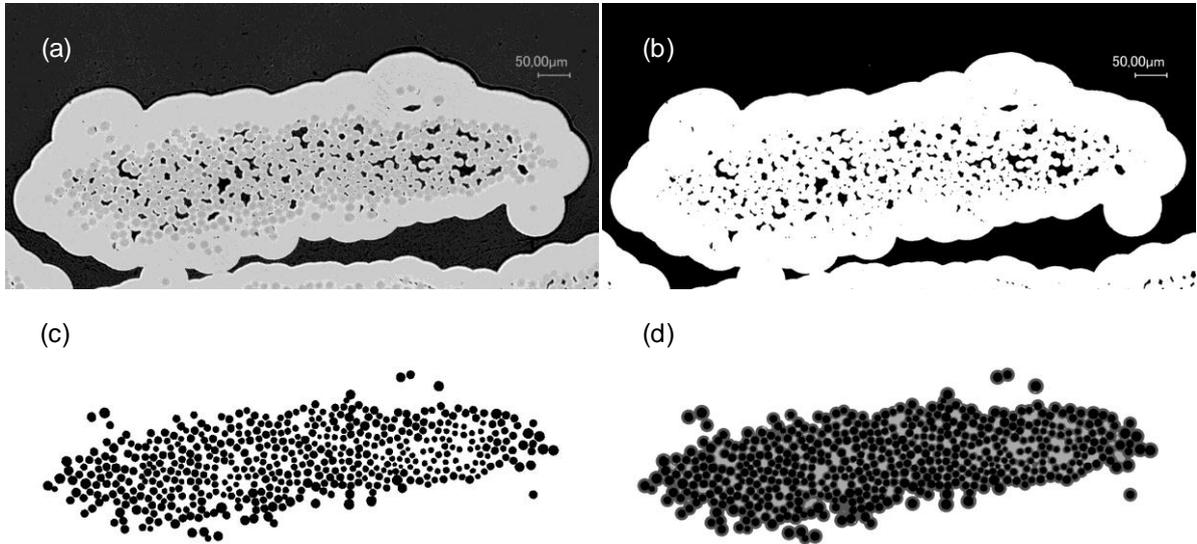


Figure 1.14 - Procédure permettant la détermination des taux de fibre, matrice et porosité par analyse d'images. Illustration donnée dans le cas de la texture 3-02bis.

Les grandeurs ont été évaluées pour trois textures différentes. Pour chacune d'entre elles, cinq fils ont été étudiés. La figure 1.15 présente les valeurs obtenues pour les textures 3-02bis, 8 et 12, les valeurs moyennes pour les trois textures sont reportées dans le tableau 1.1.

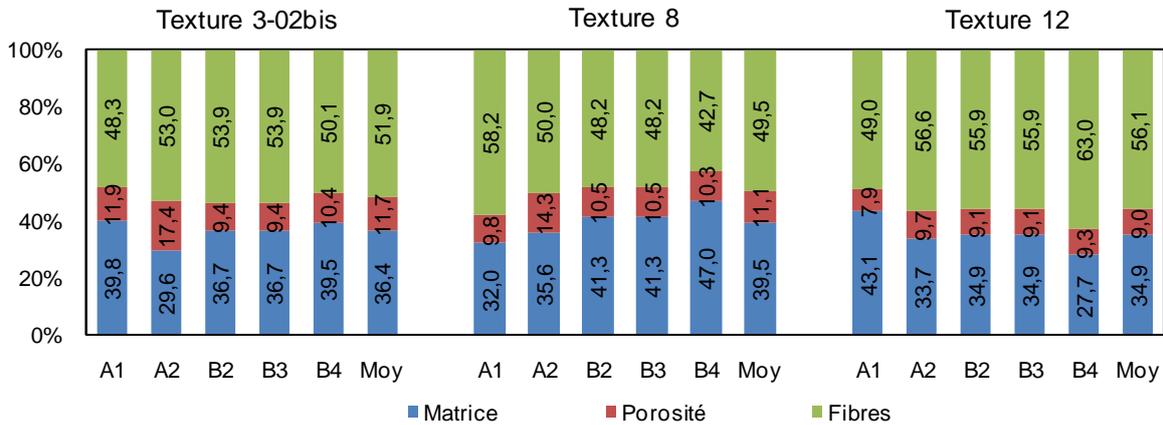


Figure 1.15 - Taux de fibres, matrice et porosité mesurés par analyse d'image à partir de plusieurs fils. Cas des textures 3-02bis, 8 et 12.

Tableau 1.1 - Taux moyens des constituants au sein des fils pour trois textures différentes.

Texture	3-02bis	8	12
Matrice (%)	36.4 \pm 3.7	39.5 \pm 5.2	34.9 \pm 4.9
Porosité (%)	11.7 \pm 3.0	11.1 \pm 1.6	9.0 \pm 0.6
Fibres (%)	51.9 \pm 2.3	49.5 \pm 5.0	56.1 \pm 4.4

Ainsi, ces textures possèdent environ 10% de porosité intra-fils. A noter que comme les fibres sont détournées à la main, l'erreur de mesure du taux de ce constituant est fortement dépendant des choix et des capacités visuelles de l'utilisateur. Enfin, les trois textures sont tressées à partir des mêmes fils et les différences de taux proviennent uniquement des différences d'écrasement des fils lors de l'étape de mise en forme.

2.1.3 Mesure des paramètres dimensionnels microscopiques

Les proportions des constituants ne sont pas les seules grandeurs qu'il soit possible de mesurer à partir des clichés métallographiques. En effet, des informations géométriques supplémentaires sont accessibles telles que le rayon moyen des fibres, l'épaisseur de matrice intra-fils et inter-fils ainsi que les dimensions des fils.

La figure 1.16 présente les distributions des diamètres de fibres pour quelques fils analysés au sein des trois textures considérées ainsi qu'une moyenne pour l'ensemble des fibres HNS. Ces valeurs sont obtenues par analyse des images micrographiques binarisées obtenues précédemment. La distribution globale pour la fibre HNS fait bien partie de la famille des courbes gaussiennes montrant qu'un nombre suffisamment important de mesures a été considéré pour être représentatif de la fibre HNS. La figure 1.17 présente les diamètres moyens mesurés sur ces mêmes fils ainsi que le diamètre moyen retenu pour la suite de l'étude. Les courbes en gras représentent les valeurs moyennes et celles-ci sont reportées dans le tableau 1.2.

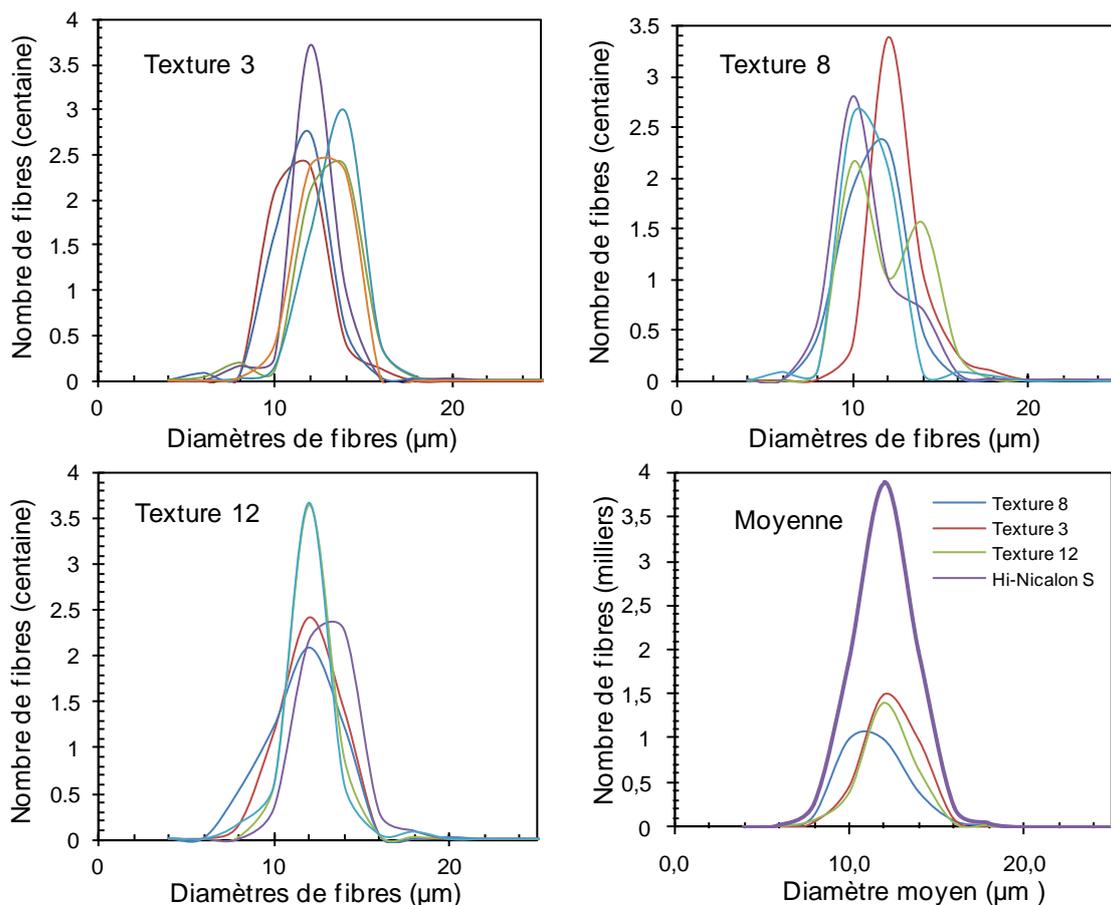


Figure 1.16 - Distribution des diamètres des fibres dans les différents fils analysés pour trois textures. Moyenne pour la fibre Hi-Nicalon S.

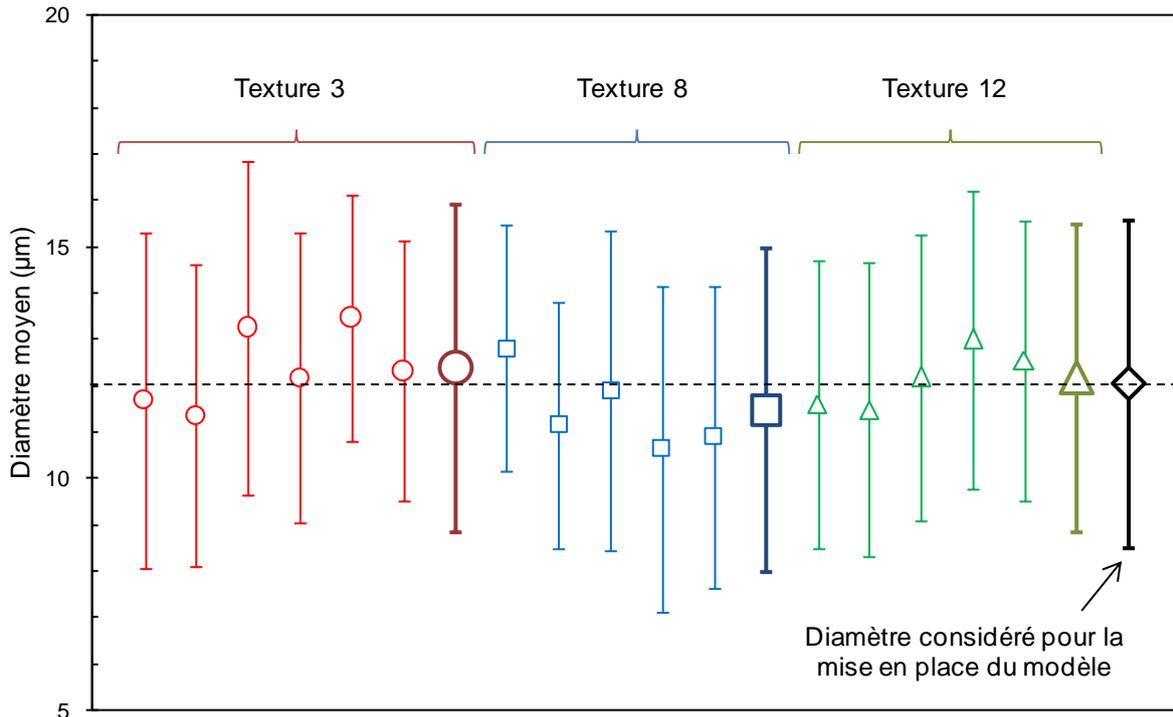


Figure 1.17 - Diamètres moyens mesurés pour chaque texture et valeur moyenne considérée pour la mise en place du modèle. Les écart-types donnés représentent 95,4% des valeurs.

Finalement, le diamètre retenu pour les fibres Hi-Nicalon S est de $12,0 \pm 3,6 \mu\text{m}$. Cette valeur sera conservée pour la suite de l'étude et sera notamment utilisée dans la partie modélisation (Chapitres 4 et 5).

Par ailleurs, il est possible de mesurer les différentes épaisseurs de constituants sur les micrographies telles que les épaisseurs de matrice intra-fil ou les épaisseurs de matrice inter-fils qui sont indispensables à la réalisation du modèle présenté dans les chapitres 4 et 5. Les fils ont très souvent une forme elliptique ce qui est également utilisé lors de l'étape de modélisation. Ainsi, les demi grands axes et demi petits axes de ces ellipses sont mesurés pour chaque texture considérée. Ces données sont reportées dans le tableau 1.2 pour trois textures différentes.

Tableau 1.2 - Valeurs moyennes de grandeurs géométriques mesurées sur plusieurs fils par texture. Les valeurs données sont en μm .

Texture	3	8	12
Diamètres moyens des fibres	$12.4_{\pm 3.6}$	$11.5_{\pm 3.5}$	$12.2_{\pm 3.3}$
Demi grand axe	390	364	423
Demi petit axe	102	111	108
Matrice intra-fil	4	4	3.5
Matrice inter-fil	44	50	35

2.2 ECHELLE MESOSCOPIQUE DES PLIS

Intéressons nous à présent à l'architecture des renforts. A cette échelle, les grandeurs à mesurer se trouvent principalement au cœur de l'échantillon ce qui nécessite l'emploi d'images tridimensionnelles

du matériau. La tomographie aux rayons X, est une technique non destructive permettant d'obtenir de telles images. En bombardant l'échantillon avec des rayons X et en mesurant l'absorption de ces rayons par la matière, il est possible de reconstruire une vue tridimensionnelle de la structure interne du matériau.

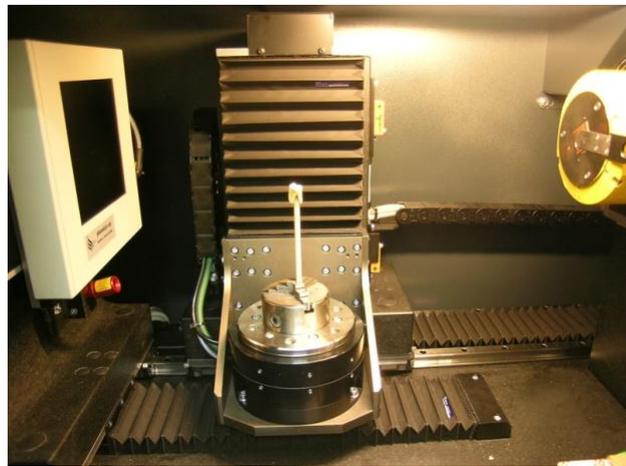
D'abord développée dans le domaine médical dès les années 70 avec une résolution de 300 microns, cette technique a beaucoup évolué ces dernières années. Le développement des sources de rayonnement et des moyens informatiques a permis d'atteindre une résolution de l'ordre du micromètre (microtomographie). Ce procédé a rendu possible la visualisation de la microstructure de certains matériaux en trois dimensions et notamment des CMC.

2.2.1 Caractéristiques du microtomographe employé

Pour cette étude, nous avons utilisé un microtomographe situé à l'ICMCB (Institut de Chimie et de la Matière Condensée de Bordeaux). Cet appareil de marque « Phoenix x-ray nanotom » possède une résolution maximale de 500 nm/voxel et un détecteur de 2300x2300 pixels. La figure 1.18 présente une vue de l'extérieur et de l'intérieur de cet outil.



Vue extérieure



Vue intérieure

Figure 1.18 - Photographies du microtomographe de l'ICMCB³ utilisé.

La taille du détecteur étant figée, la résolution dépend directement de la taille de la zone à observer. Les images 3D des tubes CMC ont été obtenues dans les conditions d'essais reportés dans le tableau 1.3. Pour chaque tube, environ un millier d'images est nécessaire avec pour chacune un temps d'exposition de 500 ms. Quelques exemples de tomographies obtenues sont présentés sur la figure 1.19.

Tableau 1.3 - Paramètres d'acquisition d'images du microtomographe utilisés.

Résolution	Grossissement	Energie	Intensité
8-10 μm	x 5	80 KeV	260 μa

³www.icmcb.u-bordeaux1.fr

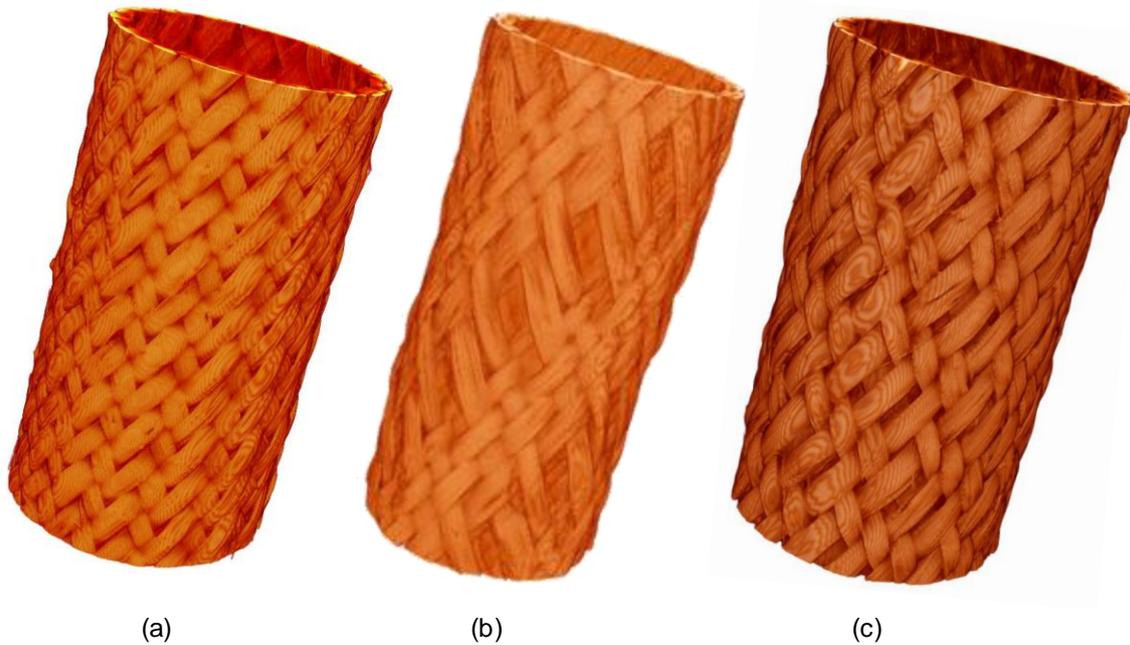


Figure 1.19 - Exemple de tomographie X obtenues à l'ICMCB : (a) texture 3-02bis, (b) texture 8 et (c) texture 12.

2.2.2 Les angles de tressage

Les tomographies peuvent fournir des informations intéressantes sur les textures étudiées. Cependant, la forte courbure de la structure empêche l'observation précise de ces paramètres. Ainsi, une projection des tubes sur des plaques est effectuée à l'aide d'une procédure (écrite en langage java) adaptée au logiciel ImageJ®. Ce script s'appuie sur un changement de repère pour effectuer le changement de coordonnées cartésiennes aux coordonnées cylindriques. De cette façon, le tube est transformé en une plaque. Ainsi, les mesures sont plus aisées à réaliser.

La modélisation géométrique des tubes SiC/SiC nécessite de connaître avec précision les dimensions des structures à modéliser, en particulier l'angle de tressage qui correspond à l'angle entre les directions des fibres et l'axe de révolution du tube. La figure 1.20 présente un exemple de surface obtenue par projection du tube ainsi que quelques exemples d'angles mesurés. Pour gagner en précision, les angles sont mesurés consécutivement sur les faces externes et internes des tubes dont les motifs diffèrent. Une quinzaine de mesure ont été effectuées dans les deux directions (θ_1 et θ_2 sur la figure 1.20). Le tableau 1.4 rassemble l'ensemble des mesures effectuées sur les différentes textures étudiées ainsi que les écart-types associés. Il est à noter ici que ces mesures sont réalisables aussi bien sur des préformes sèches que sur des composites densifiés. Cependant, les composites déjà densifiés sont plus rigides que les préformes sèches, ce qui permet de s'assurer qu'il n'y a pas de déformation des tubes lors de la manipulation des échantillons dans le microtomographe.

En moyenne, les angles sont compris entre 25° et 35° avec un écart-type de 2.5°. Pour l'ensemble des modélisations de l'étude, nous décidons de considérer un angle de 30° entre les directions des fils et l'axe de révolution du tube.

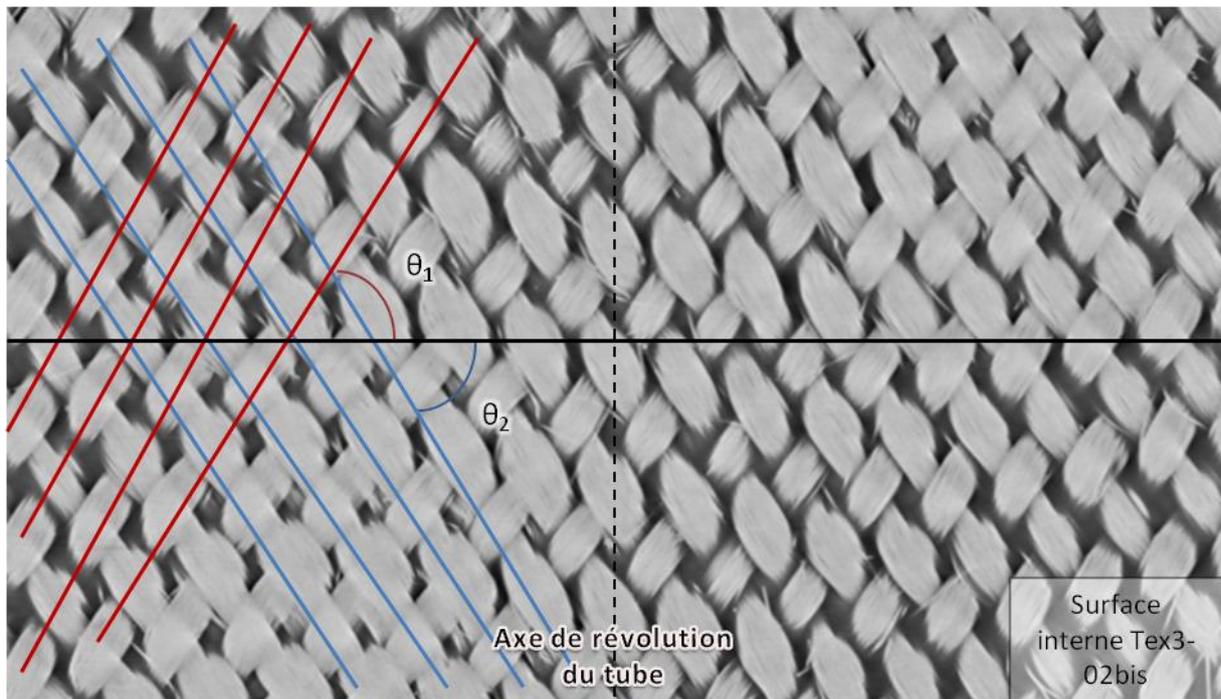


Figure 1.20 - Image tomographique de surface d'une préforme de texture 3-02bis mise à plat. Détermination de l'angle de tressage.

Tableau 1.4 - Angles de tressage mesurés sur les faces internes et externes des textures fournies

Texture	Face interne		Face externe		Moyenne	
	Angle	Ecart-type	Angle	Ecart-type	Angle	Ecart-type
tex3-01	26.8	2.1	25.7	2.2	26.2	2.3
tex3-02	32.0	2.2	31.4	2.4	31.7	2.5
tex3-02bis	31.6	3.0	31.4	2.4	31.5	2.8
tex4-03	30.9	2.5	30.4	2.9	30.6	2.8
tex4-03bis	31.0	2.7	31.6	2.7	31.3	2.9
tex6-04	28.7	1.8	27.5	1.7	28.1	2.0
tex8-05	30.0	1.6	30.5	1.9	30.2	2.0
tex9-06	30.2	2.5	29.2	2.4	29.7	2.6
tex10-07	35.2	3.6	34.5	2.6	34.8	3.2
tex11-08	32.0	2.8	32.7	2.2	32.4	2.6
tex12-09	30.7	3.2	31.5	2.7	31.1	3.1
tex13-10	31.3	2.1	31.7	2.4	31.5	2.3

2.2.3 Les motifs élémentaires

La description géométrique complète des textures étudiées nécessite une connaissance parfaite de leurs motifs élémentaires, c'est-à-dire de l'agencement des fils dans la texture. Les chemins de tressages utilisés sont connus mais il n'existe pas, à ce jour, d'outil faisant le lien entre ces paramètres et les l'agencement des fils qui en découle.

Le but de cette partie est de déterminer ces agencements pour les textures considérées. Il est possible de les visualiser à l'aide de tomographies X du matériau. Ces images 3D sont d'abord

projetées sur des plaques puis des coupes sont effectuées le long des fils dans une direction donnée (plans de coupe). Ces coupes sont analysées afin de déterminer la façon dont les fils se croisent. Le motif de chaque texture est périodique et ces images permettent également de déterminer la fréquence de cette périodicité, représentée par le nombre de plans de coupe. Ceci assure une représentativité de la texture dans son ensemble. Le principe de cette méthode originale est schématisé à la figure 1.21. L'ensemble des images de cette partie sont tronquées par soucis de confidentialité.

Afin de faciliter l'analyse des coupes, les différents fils sont colorés, ce qui permet de suivre leurs déplacements au gré des coupes suivantes. Ces colorations, présentées en figure 1.22, permettent de déterminer rapidement le nombre de fils et le nombre de plans de coupe présents dans le motif de la texture. Par exemple, pour la texture 3, il y a 6 fils répartis sur 4 plans par motif dans les deux directions des fils.

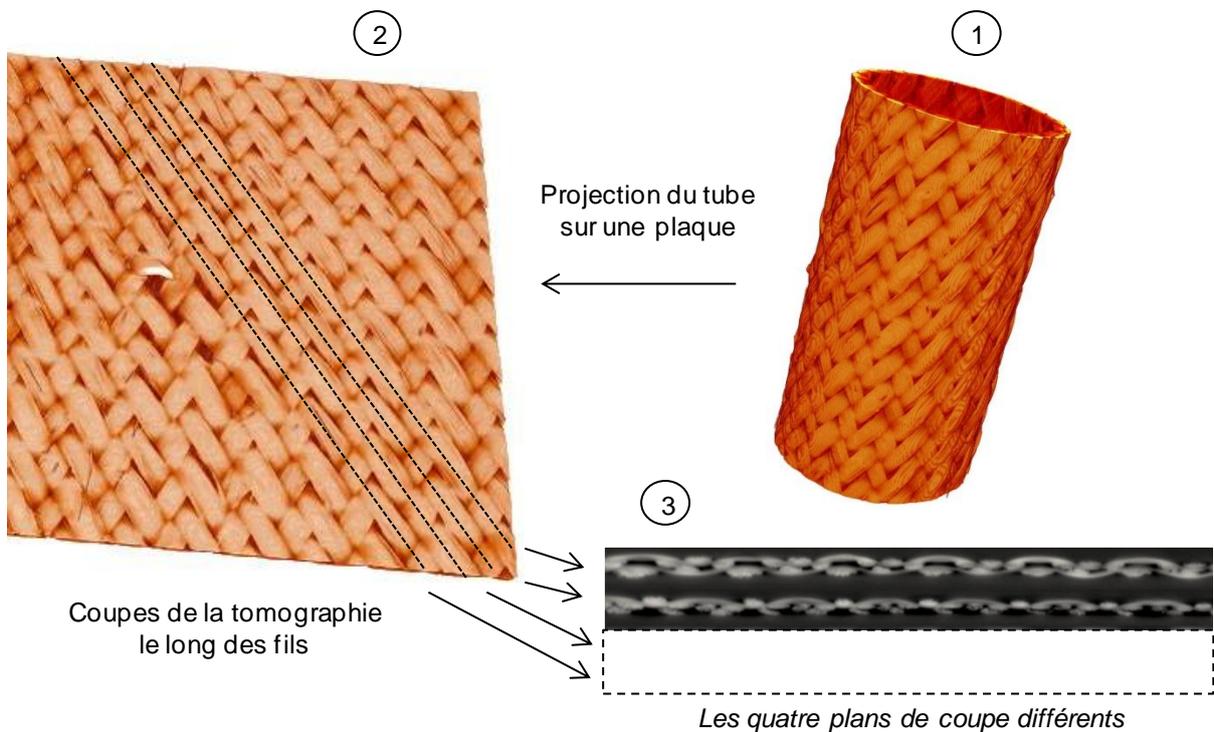


Figure 1.21 - Schéma des coupes effectuées dans une tomographie X sous forme de plaque. Cas de la texture 3-02bis.

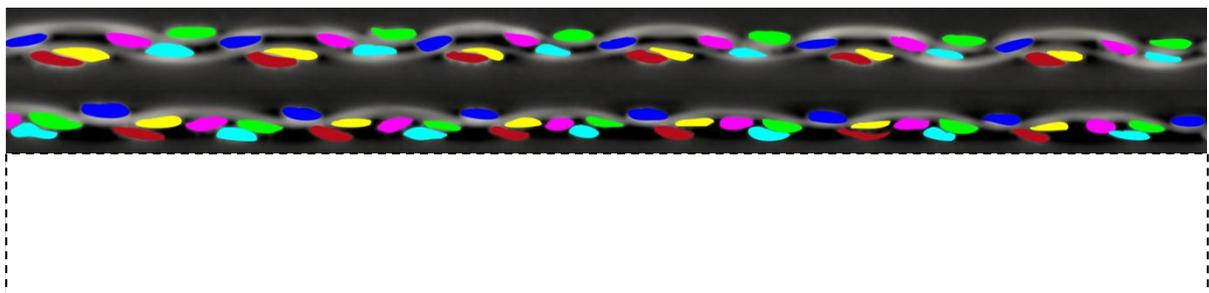


Figure 1.22 - Coloration des fils sur quelques plans de coupe. Cas de la texture 3-02bis.

A ce stade, le motif élémentaire est recherché. Celui-ci identifié, il est idéalisé pour décrire l'architecture du composite dans un formalisme plus conventionnel. La figure 1.23 présente des

exemples de motifs idéalisés types obtenus pour différentes textures étudiées. Ces architectures sont différentes en termes de nombre de plans de coupe, de nombre de fils dans les coupes et d'agencement des fils dans les coupes. Par exemple, le motif de la texture 3-02bis se répartit sur 4 plans de coupe comportant 6 fils au total dans les deux sens des fils alors que le motif de la texture 12 en comporte moins de 6 répartis sur 4 plans de coupe dans un sens et 6 fils sur 4 plans de coupe dans l'autre.

Avec un maximum de 9 plans de coupes, la texture 8 en comporte plus que les autres textures étudiées. Plus précisément, elle contient 12 fils dans 9 plans de coupe pour la première direction des fils et 6 fils dans 4 plans de coupe pour la seconde direction.

Ces trois exemples présentent la grande diversité des renforts disponibles pour cette étude. Cette diversité géométrique va influencer le comportement mécanique (chapitre 3). Il est à noter ici que les fils sont quelquefois placés en biais sur les coupes des tomographies comme par exemple pour la texture 12 (les deux plans ne sont pas alignés). Ce placement a été « redressé » sur le motif idéalisé en raison de limitations dans les outils de modélisations.

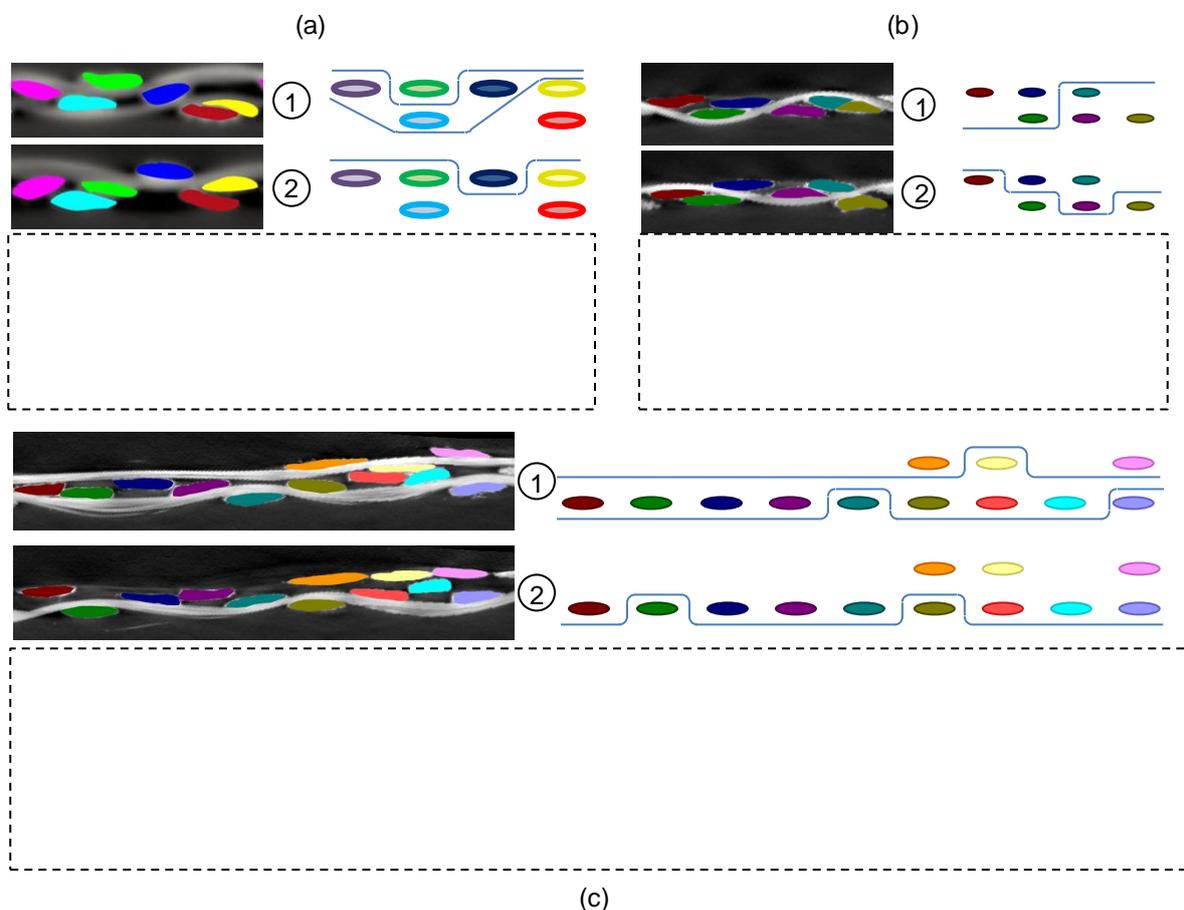


Figure 1.23 - Quelques coupes de la tomographie et motif idéalisé obtenu pour les textures (a) 3-02bis, (b) 8 et (c) 12.

2.3 ECHELLE MACROSCOPIQUE DE LA STRUCTURE

2.3.1 Les proportions macroscopiques

A partir des images tomographiques obtenues, il est également possible de mesurer des grandeurs macroscopiques des composites étudiés telles que la porosité ou le taux de matière. Pour cela,

l'image de tomographie X 3D est ré-échantillonnée en coupe dans la section du tube. Pour chaque image, un seuillage est effectué automatiquement en fonction de l'histogramme des niveaux de gris (fonction « threshold » du logiciel imageJ®) afin de séparer la matière du vide. En connaissant la résolution de l'image, il est alors possible d'obtenir une surface en mm² de la matière. Enfin, cette surface est comparée à la section équivalente d'un tube homogène de rayons interne et externe identiques aux rayons extrêmes du tube testé (mesurés sur la tomographie X).

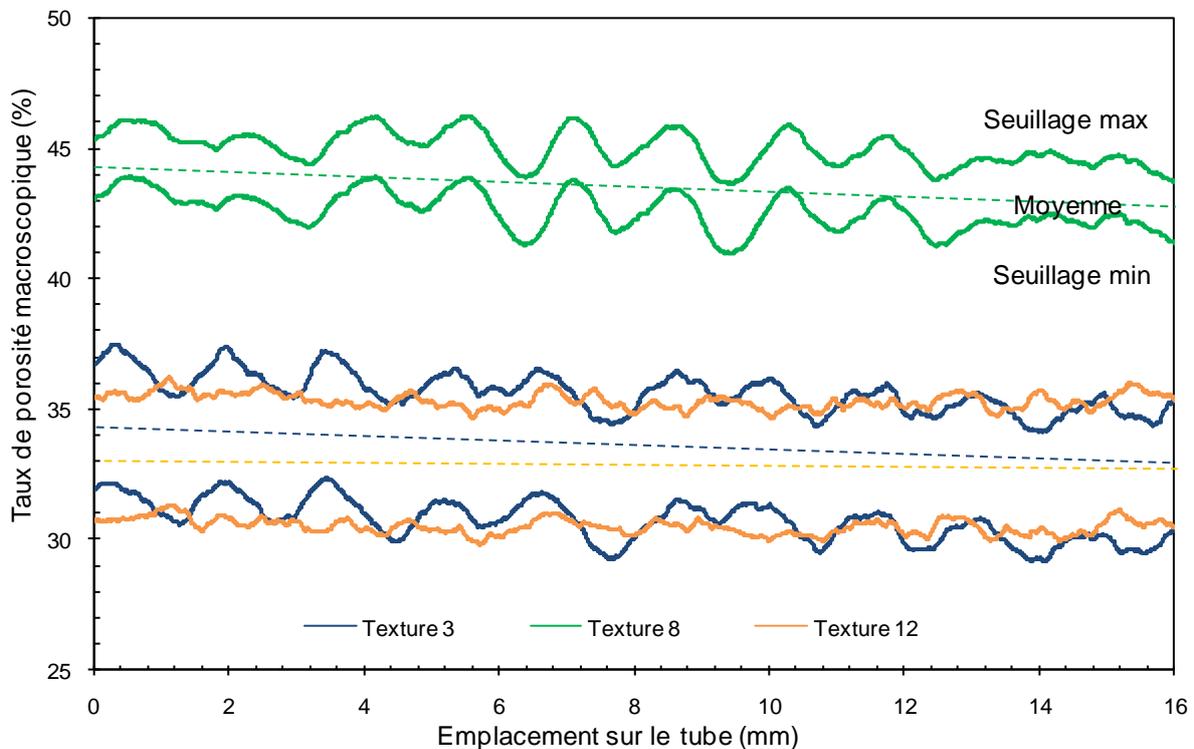


Figure 1.24 - Variation du taux de porosité macroscopique sur la hauteur de textures 3, 8 et 12.

La figure 1.24 présente le taux de porosité mesuré par cette méthode sur 16 mm d'échantillons de texture 3, 8 et 12. Le seuillage employé n'étant pas très précis, les valeurs maximale et minimale sont reportées sur ce graphique. De plus, le taux de porosité calculé dépend directement de la surface considérée pour la section du tube homogène et donc de la mesure des diamètres interne et externe maximaux de la structure.

Ces courbes fournissent deux informations principales :

- Le taux de porosité macroscopique moyen dans le tube qui est d'environ 33% pour les textures 3 et 12 et d'environ 44% pour la texture 8.
- La variation du taux de porosité le long d'un échantillon ce qui donne une information sur la densification du tube. Celle-ci est relativement homogène le long des tubes tomographiés.

2.3.2 Les dimensions macroscopiques

La dernière information nécessaire pour compléter les données morphologiques de la structure concerne ses dimensions macroscopiques. Le tableau 1.5 présente l'ensemble des données qu'il est possible de récupérer sur les tubes de l'étude. Une attention particulière est apportée à la mesure des diamètres de la structure. Le diamètre interne est pris comme égal au diamètre du mandrin de tressage (7,9 mm) alors que le diamètre externe est mesuré par profilométrie optique. Cette technique permet la mesure d'un diamètre externe minimal, moyen et maximal. La section est obtenue à partir du diamètre externe moyen et la densité est calculée en divisant la masse par le volume du tube. Ces

densités sont relativement faibles en comparaison de la densité théorique du SiC (3,21) et de celle d'un SiC/SiC CVI (environ 2,8). Cet écart est principalement induit par le fort taux de porosité présent dans les tubes. Trois lots distincts de matériaux sont présentés. Cela correspond aux différentes livraisons de tubes réalisées et donc à différentes campagnes de densification.

Tableau 1.5 - Dimensions macroscopiques et densités des différents tubes de l'étude.

Lot	Texture	Réf CEA	masse (g)	Diamètre externe (mm)			Longueur (mm)	section (mm ²)	densité
				min	max	moyen			
1	3-01	A	3.01	9.29	9.63	9.44	66.17	20.97	2.17
	3-02	A	2.90	9.19	9.68	9.30	66.04	18.91	2.32
	3-02bis	A	2.91	9.20	9.70	9.36	64.58	19.79	2.28
		A2	3.21	9.25	9.75	9.43	71.77	20.82	2.14
	4-03	A	2.75	9.20	9.72	9.44	65.56	20.97	2.00
	4-03bis	A	2.78	9.34	9.83	9.54	65.37	22.46	1.89
		A2	3.12	9.33	9.79	9.54	71.40	22.46	1.94
	6	A	2.74	9.45	9.77	9.57	64.64	22.91	1.85
	8	A	2.89	9.31	10.09	9.61	66.24	23.52	1.85
		A2	3.19	9.48	9.99	9.69	71.40	24.73	1.81
	9	A	2.95	9.40	9.83	9.59	66.22	23.21	1.92
	10	A	3.02	9.17	9.71	9.43	66.60	20.82	2.18
	11	A	2.55	9.14	9.52	9.28	63.69	18.62	2.15
A2		2.99	9.12	9.58	9.29	75.67	18.77	2.10	
12	A	2.87	9.27	9.71	9.43	64.71	20.82	2.13	
	A2	3.30	9.32	9.74	9.47	75.00	21.42	2.05	
13	A	2.82	9.23	9.65	9.42	65.82	20.68	2.07	
	A2	3.20	9.30	9.65	9.45	72.91	21.12	2.08	
2	3-02bis	BE1-T1	7.67	9.39	9.69	9.54	140.44	22.52	2.43
		BE1-T2	7.53	9.40	9.73	9.56	140.52	22.76	2.35
		BE1-T3	7.03	9.36	9.65	9.49	140.47	21.78	2.30
		CE1-T1	6.99	9.30	9.62	9.46	140.56	21.23	2.34
	8	B	7.85	9.46	9.88	9.65	140.33	24.17	2.31
	11	B	6.94	9.24	9.58	9.40	140.39	20.37	2.43
	12	4E4-T1	6.89	9.29	9.72	9.46	140.25	21.23	2.32
		4E4-T2	6.86	9.29	9.55	9.42	140.83	20.72	2.35
		4E4-T3	6.81	9.26	9.64	9.43	140.65	20.75	2.33
		4E4-T4	6.74	9.26	9.62	9.42	140.21	20.60	2.33
3	8	C	8.65	9.43	10.08	9.73	138.91	25.29	2.46
		D	8.41	9.45	9.98	9.74	134.69	25.42	2.46

3 CONCLUSIONS DU CHAPITRE

Ce chapitre a permis d'appréhender la morphologie du matériau de l'étude. Il s'agit d'un composite de grade nucléaire à matrice céramique élaboré à partir de fibres de carbure de silicium de troisième génération (Hi-Nicalon S). Ces fibres sont revêtues d'une interphase en pyrocarbone élaborée par voie gazeuse dont l'épaisseur est de l'ordre de la centaine de nanomètres et d'une matrice de carbure de silicium infiltrée par CVI. Le renfort interlock est mis en forme par tressage sur une machine

permettant la réalisation d'une grande variété de renforts dont une douzaine a été sélectionnée pour cette étude.

Les principales grandeurs microstructurales de trois textures différentes ont été mesurées par analyse d'images micrographiques. Les taux des constituants ont été déterminés et le diamètre de fibre retenu pour ce travail a été mesuré à 12 μm . Différentes grandeurs géométriques telles que les épaisseurs de matrice intra et inter fils ont été mesurées avec précision sur plusieurs fils. L'observation du matériau sain a montré qu'initialement, les CMC de l'étude ne possèdent pas ou très peu d'endommagement imputable au procédé de fabrication.

Afin de compléter cette analyse de structure, une technique de tomographie par rayons X a été utilisée. En donnant une image tridimensionnelle du matériau, elle a permis de s'intéresser aux entrelacements des fils dans le motif. Ainsi, il en résulte une meilleure connaissance des taux de constituants macroscopiques, des angles de tressage, des motifs et des dimensions macroscopiques. Toutes ces données sont précieuses pour permettre la modélisation du matériau et de son comportement qui fait l'objet des chapitres 4 et 5 de ce mémoire.

La microstructure des CMC étudiés à présent décrite, il est possible de s'intéresser aux procédures expérimentales qui vont être nécessaires pour leur caractérisation. Ces procédures novatrices développées durant la thèse sont présentées dans le chapitre 2.

CHAPITRE 2

MISE EN PLACE DES PROCEDURES EXPERIMENTALES

Ce chapitre présente les protocoles expérimentaux employés pour caractériser les structures tubulaires élaborées par le CEA. Le premier concerne un dispositif de traction sur tubes à température ambiante présenté en partie 1 où un soin particulier est notamment apporté à la préparation des éprouvettes. Le second protocole décrit la réalisation d'un essai de pression interne à température ambiante présenté en partie 2. Les relations employées pour calculer les contraintes longitudinales en traction et circonférentielles en pression interne sont ici établies. Pour ces deux protocoles l'instrumentation et les conditions d'essais sont détaillées.

L'une des méthodes employée pour suivre les déformations lors des essais est la corrélation d'images. Cette technique relativement nouvelle est détaillée dans une troisième partie. L'optimisation de la technique par la considération de la dimension temporelle dans l'analyse a permis ici d'améliorer les mesures tout en réduisant les temps de calcul. Enfin, cette technique ayant nécessité la mise en place d'un nouvel objectif, une dernière section détaille les avantages de cette modification et décrit son intégration sur le moyen d'essai.

1	PROTOCOLE EXPERIMENTAL DE TRACTIONS SUR TUBES A TEMPERATURE AMBIANTE	39
1.1	PREPARATION DES EPROUVETTES	39
1.2	DESCRIPTION DU MONTAGE	40
1.3	CONDITIONS D'ESSAI ET CALCUL DES CONTRAINTES	41
1.4	INSTRUMENTATION ET VALIDATION DE L'ESSAI	42
1.4.1	Matériau de référence	42
1.4.2	Mesures de déformation et validation	43
2	PROTOCOLE EXPERIMENTAL DE PRESSION INTERNE SUR TUBES	47
2.1	DESCRIPTION DU MONTAGE	47
2.2	CONDITIONS D'ESSAI, INSTRUMENTATION ET VALIDATION DU MONTAGE	48
2.2.1	Choix de l'instrumentation et conditions d'essai	48
2.2.2	Validation de l'essai	49
2.2.3	Choix de la taille des jauges pour les essais de pression interne	51
2.3	CALCUL DES CONTRAINTES CIRCONFERENCELLES	54
2.3.1	Relation entre contrainte orthoradiale et pressions appliquées	55
2.3.2	Evaluation de l'effet du manchon élastomère	56
3	MISE EN PLACE D'UNE TECHNIQUE DE CORRELATION D'IMAGES NUMERIQUES POUR DES EPROUVETTES	60
	TUBULAIRES	60
3.1	CORRELATION SPATIALE	60
3.1.1	Corréli	61
3.1.2	CorrelS	63
3.2	AJOUT DE LA DIMENSION TEMPORELLE	65
3.2.1	Corrélation spatio-temporelle	66
3.2.2	Filtrage temporel externe	67
3.3	CONDITIONS PARTICULIERES POUR L'UTILISATION DE LA CORRELATION D'IMAGES SUR TUBES	69
3.3.1	Vérification de l'effet de la géométrie sur les mesures	69
3.3.1.1	Anamorphose en déformation	70
3.3.1.2	Anamorphose en déplacement	70
3.3.2	Mise en place d'un objectif télécentrique	72
4	CONCLUSIONS DU CHAPITRE	73

1 PROTOCOLE EXPERIMENTAL DE TRACTIONS SUR TUBES A TEMPERATURE AMBIANTE

Les protocoles présentés dans cette partie ont été développés au LCTS en s'inspirant des travaux menés au laboratoire par X. Aubard [AUB 92] sur des tubes CMC de grande taille (diamètre interne de 200 mm environ). Ils permettent la réalisation d'essais de traction uniaxiale monotone ou cyclé sur des échantillons composites à matrice céramique de forme tubulaire. Après une description du montage, la préparation des éprouvettes est détaillée. Puis, l'instrumentation et les conditions d'essais sont présentées. Enfin, une dernière partie fait le point sur les différentes sections des échantillons considérées dans cette étude ainsi que sur la formule employée pour le calcul des contraintes longitudinales.

1.1 PREPARATION DES EPROUVETTES

Les éprouvettes tubulaires possèdent une longueur initiale de 140mm environ. Elles sont ensuite découpées à la scie à fil en deux tubes de 65mm de longueur, une partie de 10mm est réservée à l'analyse microstructurale de l'échantillon. Etant donné le caractère fragile des composites à matrice céramique, il est déconseillé de les serrer à nu dans les mors au risque de les endommager. C'est pourquoi des talons en aluminium à durcissement structural (série 2000 - n° 2017A) sont ajoutés entre les mors et le matériau pour l'ensemble des essais sur CMC. Ces talons (figure 2.1) sont cylindriques avec une gorge pour le collage du tube et des trous supplémentaires pour permettre l'ajustement sur le système d'alignement (cf partie 1.2) ainsi que le serrage.

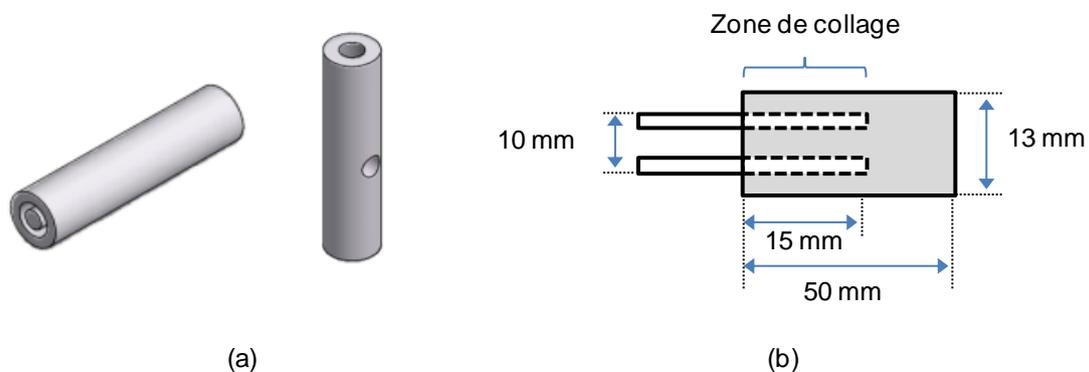


Figure 2.1 - (a) Talons utilisés pour permettre le serrage des échantillons tubulaires et (b) dimensions de la zone de collage.

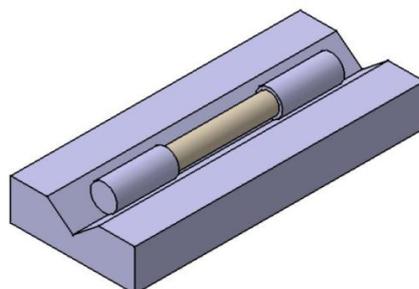


Figure 2.2 - Collage d'une éprouvette tubulaire.
L'alignement est obtenu par une pièce de support rainurée (v).

Les éprouvettes sont collées aux deux talons avec une colle structurale. Celle utilisée est de marque 3M (référence « 9323 B/A ») et ses performances mécaniques, notamment en cisaillement sont très bonnes : la contrainte maximale de cisaillement est de 40 MPa à température ambiante. Le centrage et l'alignement éprouvettes/talons sont obtenus grâce à l'utilisation d'une pièce support adaptée présentée sur la figure 2.2.

1.2 DESCRIPTION DU MONTAGE

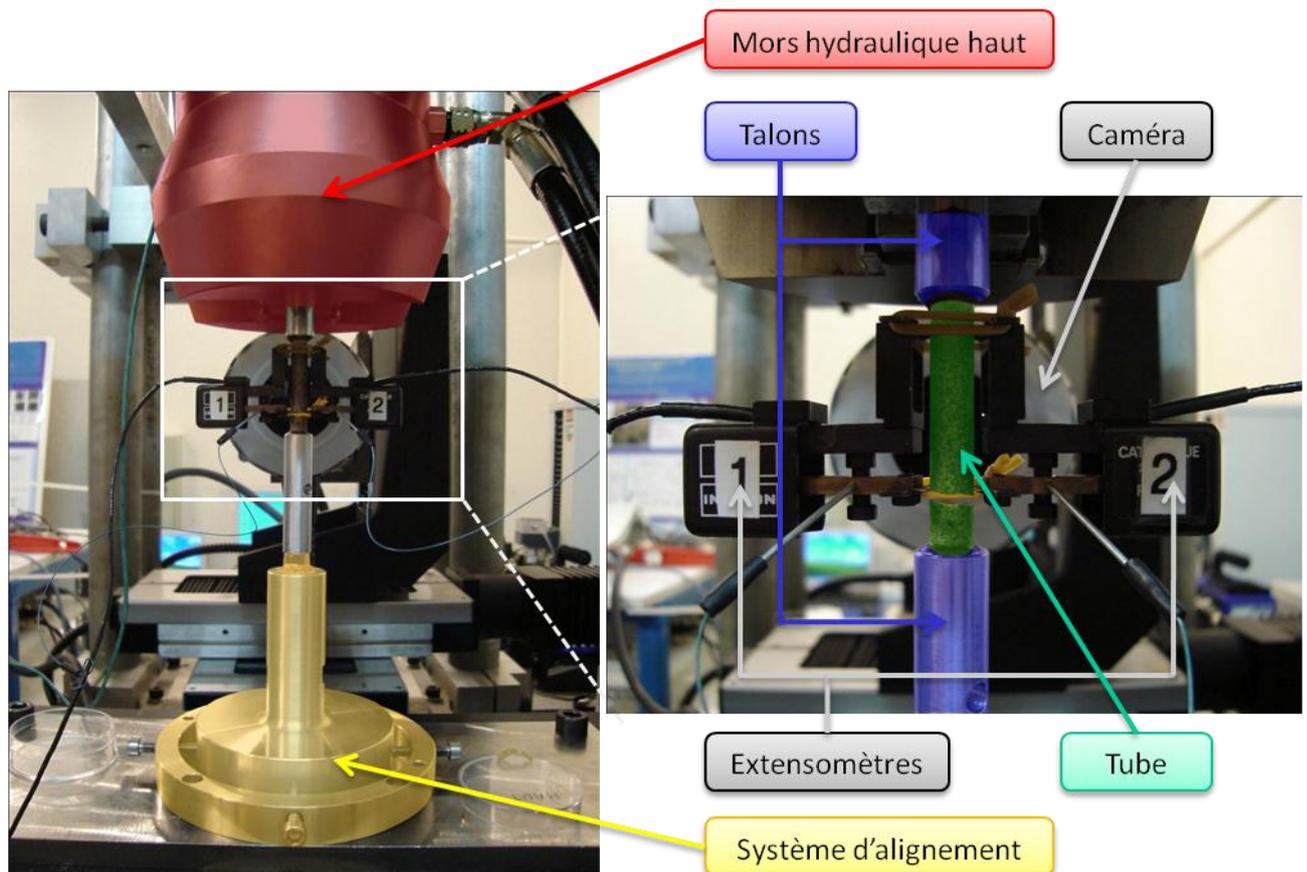


Figure 2.3 - Dispositif de traction pour tubes composites à fibre et matrice céramique.

Le dispositif employé pour les essais de traction sur tube est présenté sur la figure 2.3. Ce système qui est implémenté sur un bâti INSTRON 4505 possède les caractéristiques suivantes :

- Capacité maximale de chargement de 100 kN,
- Asservissement en déplacement,
- Une cellule de force de 50 kN,
- Deux mors hydrauliques permettant une meilleure gestion des efforts au niveau des fixations.

Les céramiques en général, comme les CMC, ne possèdent pas de mécanisme d'accommodation. De ce fait, il est important de garantir un alignement parfait entre le dispositif de traction et l'échantillon tubulaire [ISO 13]. Cet alignement est assuré par le système coloré en jaune sur la figure 2.3. Celui-ci consiste en une tige filetée vissée sur le talon bas et insérée dans un support en aluminium et collé à l'aide de la même colle structurale que pour les talons. Ce support est ensuite aligné et maintenu à l'aide de quatre vis (figure 2.3). Ce système permet de rattraper d'éventuels défauts d'alignements lors du collage des talons ou lors du serrage du talon haut dans le mors. Ainsi, toute flexion parasite est à

priori évitée et le tube est uniquement sollicité en traction uniaxiale. La pression de serrage est définie en fonction de la force à rupture supposée de l'échantillon et correspond généralement à 60 Bar pour nos essais.

1.3 CONDITIONS D'ESSAI ET CALCUL DES CONTRAINTES

► **Conditions d'essai** – Le repère considéré pour les structures de l'étude est le repère cylindrique présenté sur la figure 2.4. Le sens longitudinal est représenté par l'axe \mathbf{U}_z et le sens circonférentiel par l'axe \mathbf{U}_θ .

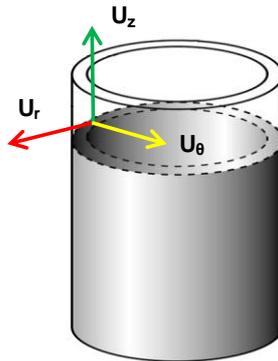


Figure 2.4 - Repère cylindrique considéré dans cette étude.

Pour un matériau isotrope, les matrices de souplesse (S) et de rigidité (C) peuvent être exprimées simplement en fonction du module de rigidité (E) et du coefficient de Poisson (ν). La relation classique reliant les contraintes et les déformations est donnée par l'équation 2.1 dans un repère cylindrique selon la notation de Voigt.

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{zz} \\ \varepsilon_{\theta\theta} \\ \varepsilon_{rr} \\ \varepsilon_{r\theta} \\ \varepsilon_{rz} \\ \varepsilon_{\theta z} \end{pmatrix} = S \begin{pmatrix} \sigma_{zz} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \sigma_{rr} \\ \sigma_{r\theta} \\ \sigma_{rz} \\ \sigma_{\theta z} \end{pmatrix} \quad \text{où} \quad S = \begin{pmatrix} \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G} \end{pmatrix} \quad (2.1)$$

La totalité des essais de traction sont pilotés en déplacement avec une vitesse de sollicitation de 0,05 mm/min. Lors de l'essai, la traverse applique un déplacement suivant l'axe \mathbf{U}_z . Ainsi, seule la contrainte longitudinale est non nulle et les relations entre le module de Young (E), le coefficient de Poisson (ν) et les déformations du tube peuvent être exprimées simplement pour un matériau isotrope selon la relation 2.2 :

$$\begin{cases} \varepsilon_{zz} = \frac{1}{E} \sigma_{zz} \\ \varepsilon_{\theta\theta} = \frac{-\nu}{E} \sigma_{zz} \\ \varepsilon_{rr} = \frac{-\nu}{E} \sigma_{zz} \end{cases} \rightarrow \begin{cases} E = \frac{\sigma_{zz}}{\varepsilon_{zz}} \\ \nu = -\frac{\varepsilon_{\theta\theta}}{\varepsilon_{zz}} \end{cases} \quad (2.2)$$

► **Calcul des contraintes** – La contrainte est définie par le rapport entre la force appliquée et la section de l'éprouvette. La section est le produit de la largeur de l'éprouvette avec son épaisseur. La précision de la mesure de l'épaisseur dépend de la méthode de mesure choisie.

Le diamètre interne du tube est toujours considéré comme égal au diamètre du mandrin sur lequel il a été tressé (soit 7,9 mm). En revanche, le diamètre externe peut être mesuré avec un pied à coulisse ou par profilométrie optique. Cette dernière technique permet d'obtenir le profil de l'éprouvette et de suivre l'évolution de l'épaisseur sur sa longueur. Il est ainsi possible de mesurer un diamètre externe moyen, minimal et maximal (qui correspond à la mesure par pied à coulisse). Lorsque rien n'est précisé, le diamètre externe utilisé est le diamètre moyen mesuré par profilométrie. Dans les autres cas, la section utilisée sera explicitement mentionnée.

1.4 INSTRUMENTATION ET VALIDATION DE L'ESSAI

Le suivi des déformations lors d'un essai mécanique à température ambiante peut être réalisé de différentes manières. Les trois moyens considérés dans notre étude sont : (i) les extensomètres de contact, (ii) la corrélation d'images et (iii) les jauges de déformations. Ces différentes techniques ont été éprouvées et validées en première approche sur des tubes en alumine afin de déterminer lesquelles sont les plus appropriées à la réalisation d'essais sur des éprouvettes tubulaires en CMC. Ces tests préalables ont également permis de valider le principe de la mesure. Quels que soient ces moyens, il s'agit de mesures locales de déformations s'affranchissant de la complaisance machine habituellement source d'incertitudes supplémentaires.

1.4.1 Matériau de référence

Le choix du matériau de référence s'est porté sur une céramique commerciale frittée en alumine (Al_2O_3) de nature isotrope. Des tubes de dimensions identiques aux tubes composites sont approvisionnés auprès de la société « Degussit ». La nuance AL23® est choisie en raison de sa forte densité et de sa pureté élevée. Les données fournisseur sont rassemblées dans le tableau 2.1.

Tableau 2.1 - Propriétés du matériau de référence.

Microstructure			Propriétés mécaniques (à 20°C)			
Composition chimique	Densité	Taille de grains	Résistance en compression	Résistance en flexion	Module d'élasticité	Coefficient de Poisson
% mass.	$g.cm^{-3}$	μm	MPa	MPa	GPa	-
99,7 Al_2O_3	3,7 - 3,95	10	3500	300 - 350	380	0,22

1.4.2 Mesures de déformation et validation

► **Extensométrie de contact** - Deux extensomètres longitudinaux sont placés en vis-à-vis sur l'éprouvette. Ils possèdent une longueur de jauge de 25 mm avec une précision de 4% en pleine échelle. Seule la déformation longitudinale est enregistrée. Le fait d'avoir deux extensomètres placés en vis-à-vis permet, encore une fois, de s'affranchir, dans les mesures, de sollicitation parasite telle que la flexion. Nous considérons la déformation obtenue par la moyenne des deux extensomètres.

La courbe de comportement obtenue par les extensomètres est présentée sur la figure 2.5. Les réponses mécaniques de ces deux extensomètres sont similaires ce qui confirme que le montage n'induit pas d'effort parasite. Le module de Young mesuré est de 381 GPa contre 380 GPa annoncé par le fournisseur, ce qui valide l'essai réalisé. Evidemment, la mesure par extensométrie de contact devrait être plus difficile sur un CMC que sur alumine étant donné sa rugosité de surface élevée. Ce premier résultat montre néanmoins qu'il est possible de réaliser un essai de traction sur un tube de faible diamètre et que l'extensométrie de contact permet une mesure précise de faibles déformations longitudinales.

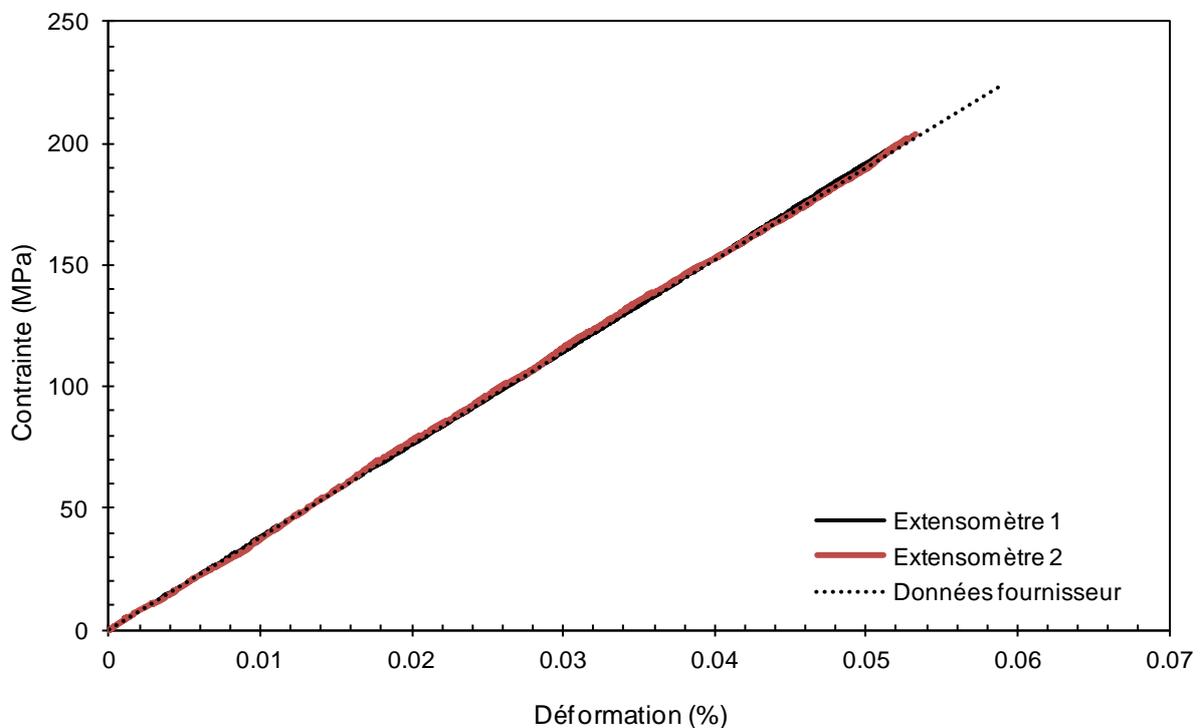


Figure 2.5 - Courbe de comportement d'un tube alumine sollicité en traction.
Les déformations sont mesurées par extensométrie de contact.

La détermination complète du comportement mécanique d'un tube alumine nécessite l'accès au coefficient de Poisson ce qui peut être obtenu uniquement par la mesure de la déformation circonférentielle. La caractérisation des matériaux composites fournis va nécessiter la mesure d'autres paramètres dépendant de la direction afin d'obtenir une description complète de leur comportement. Ainsi, il est impératif de s'intéresser à des moyens de suivi des déformations permettant la mesure dans plusieurs directions simultanément.

► **Corrélation d'images** : La corrélation d'images est une technique permettant d'accéder aux champs de déplacement et de déformation sur toute une zone utile de l'éprouvette. Les principes généraux de cette technique sont présentés en partie 3.1. Brièvement, il s'agit d'observer une zone

bien définie de l'éprouvette, appelée « region of interest » (ROI) durant l'essai grâce à une caméra numérique. Des domaines de l'image appelés « zones of interest » (ZOI) sont ensuite traités pour reconstruire le champ de déplacement subi par l'éprouvette lors de l'essai. Les champs de déformations sont obtenus en calculant les gradients des champs de déplacements. Le contraste de la zone étudiée est un paramètre important pour obtenir une bonne précision de la mesure. Pour cela, l'utilisation d'un masque de peinture de type « mouchetis » est souvent utilisé. Néanmoins, pour un composite dont la rugosité de surface est élevée, ce masque n'est pas nécessairement obligatoire.

Pour ce premier essai de mise en place, les observations sont faites à l'aide d'une caméra numérique CCD (Hamamatsu C4742-95) équipée d'un objectif macro NIKON avec un éclairage annulaire. Les images sont acquises en 12 bits avec une résolution de 1280 x 1024 pixels de manière synchrone avec la force appliquée. La fréquence d'acquisition est de 1 Hz. Un mouchetis a été réalisé sur l'alumine à l'aide de peinture noire pulvérisée. Enfin, le logiciel de corrélation employé ici est CORRELI (LMT-Cachan).

L'influence de la taille de la ZOI sur les propriétés est étudiée en premier lieu afin de définir le domaine de travail optimal. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 2.2. A titre d'exemple, les courbes obtenues pour une ZOI de 32 pixels de coté sont représentées figure 2.6.

Tableau 2.2 - Influence de la taille de ZOI sur les propriétés mesurées (résolution : 7,36 $\mu\text{m}/\text{pixel}$).

Taille de ZOI (coté en pixel)	Module de Young (GPa)	R ²	Pente de $s=f(\varepsilon_{22})$ (GPa)	R ²	Coefficient de Poisson	R ²
16	398,0	0,976	-	-	-	-
32	377,7	0,995	-1545,9	0,962	0,238	0,944
64	382,2	0,995	-1478,3	0,946	0,247	0,927

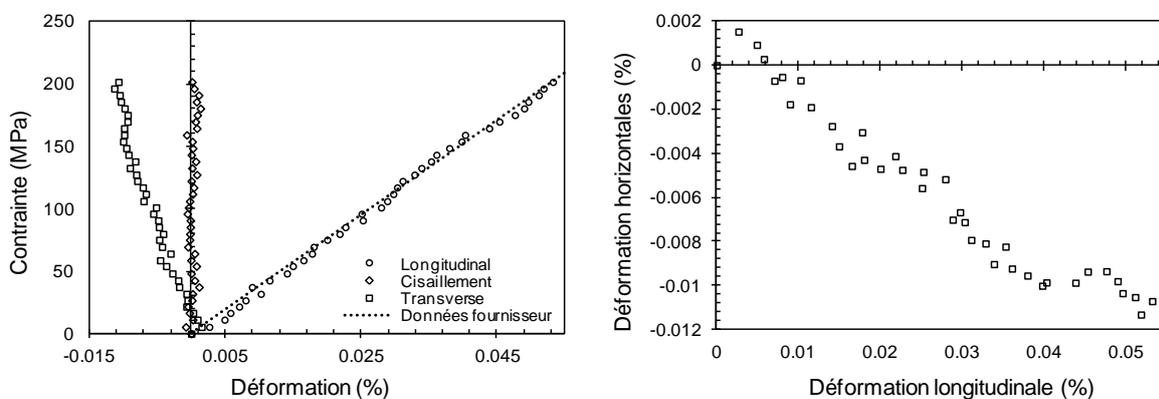


Figure 2.6 - Résultats de corrélation d'images sur un tube alumine pour une ZOI de 32 pixels de coté (résolution de 7,36 $\mu\text{m}/\text{pixel}$).

Il est important de noter que les axes de l'image ne correspondent pas aux axes du repère cylindrique associé au tube (longitudinal et circonférentiel). Les mesures étant réalisées sur une petite zone centrale des tubes, ces repères sont supposés identiques. La partie 3.5.1 montrera que cette hypothèse est valable tant que la sollicitation a lieu dans les axes matériau, ce qui est le cas ici.

D'après les résultats rassemblés dans le tableau 2.2, la taille de ZOI fournissant les mesures les plus proches des données fournisseur est de 32 pixels de coté. Ce résultat est confirmé par les outils présents dans le logiciel CORRELI qui assurent que 32 pixels est la taille optimale de ZOI pour cet essai. Le coefficient de Poisson calculé sur cette zone est de 0,24 environ ce qui est en bon accord également avec les valeurs disponibles pour cette gamme de matériau (0,22).

Ainsi, la corrélation d'images montre un potentiel intéressant pour l'exploitation des essais mécaniques de type traction. Les champs de déplacement et de déformation peuvent être obtenus lors d'une seule opération non couteuse en temps de préparation et non intrusive pour l'éprouvette. Le choix de la zone à étudier peut être défini par l'utilisateur selon la nature et les propriétés du matériau à caractériser.

► **Jauges de déformation** – Un autre moyen de suivre les déformations dans plusieurs directions simultanément est permis par l'utilisation de jauges de déformations. Un second essai a été réalisé en collant quatre jauges de marque Vishay : deux (référence CEA-06-125UW-350) sont placées dans la direction longitudinale du tube en vis-à-vis et deux (référence CEA-06-250UN-350) sont placées selon la circonférence, l'une au dessus des jauges axiales, et l'autre au dessous. La procédure suivie pour le collage des jauges est celle préconisée par le fournisseur. La figure 2.7 présente une photo de l'éprouvette instrumentée après rupture. Un mouchetis a également été peint au dos de l'éprouvette sur une des jauges axiales pour pouvoir comparer les deux techniques. La zone observée par la caméra représente une fenêtre de 9,4 x 7,5 mm². L'essai est également instrumenté avec un extensomètre placé sur la tranche.

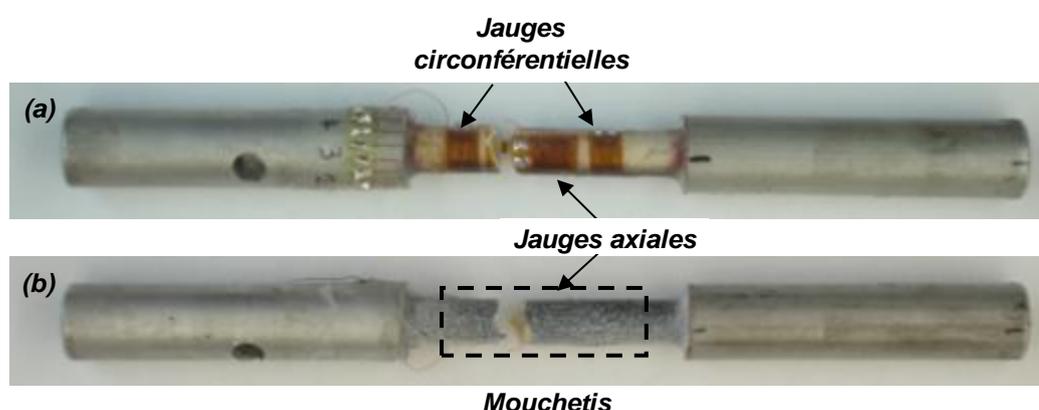


Figure 2.7 - Eprouvette tubulaire en alumine après rupture. Positionnement des jauges de déformation : (a) tube face avant, (b) tube face arrière.

Les courbes d'essai obtenues sont présentées à la figure 2.8. Les résultats montrent que les jauges utilisées semblent bien supporter la forte courbure du tube. Les déformations enregistrées sont parfaitement linéaires. Les signaux donnés par les jauges circonférentielles sont superposés, attestant d'une bonne cohérence entre les mesures (figure 2.8a). En revanche, ceux donnés par les jauges axiales dérivent légèrement au cours de l'essai. Cette perturbation est attribuée à un décollement observé sur la jauge n°1 avant l'essai.

La comparaison entre les mesures obtenues par les extensomètres avec celles fournies par la corrélation d'images montre des courbes de comportement parfaitement superposées (figure 2.8b). Les modules de Young et coefficients de Poisson identifiés sont du même ordre que ceux déterminés précédemment, respectivement de 375 GPa et 0,24. Ainsi, ce résultat démontre également la fiabilité de la mesure par jauges de déformation. Néanmoins, leur utilisation pour des essais sur composites semble plus difficile en raison de la rugosité de surface de ces matériaux.

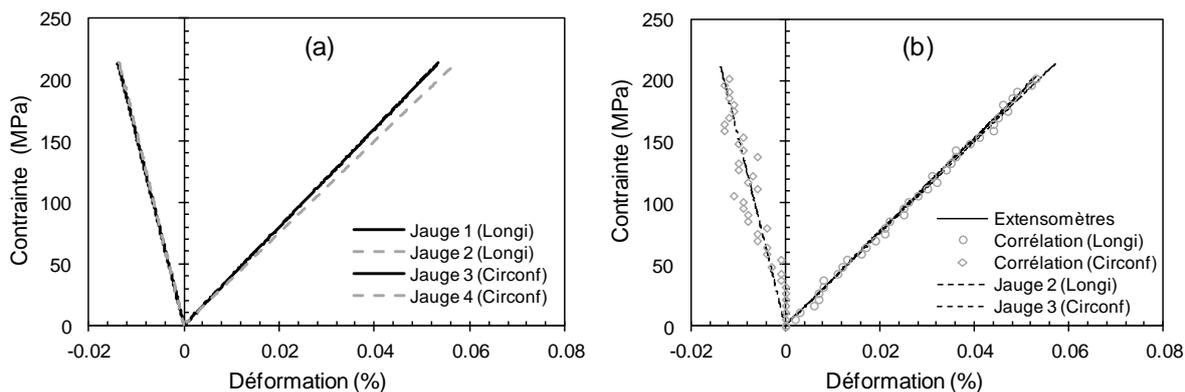


Figure 2.8 - Courbes de comportement : (a) acceptabilité des jauges entre elles, (b) validité des mesures de déformation par jauges en comparaison à la corrélation d'images et aux extensomètres.

► **Capteur d'émission acoustique** - L'émission acoustique (E.A.) est une technique permettant de suivre l'endommagement d'un matériau au cours d'un essai mécanique. En effet, lorsqu'un matériau est soumis à une sollicitation extérieure, il dissipe de l'énergie en partie sous forme d'une onde élastique ([BEA 83], [EIT 84]). Cette onde se propage dans le matériau jusqu'à atteindre sa surface. Une fois celle-ci atteinte, l'onde est détectée par un capteur piézo-électrique qui la transforme en signal électrique. Ce signal est alors amplifié puis numérisé par un système d'acquisition. Cette technique non intrusive permet d'accéder à beaucoup d'informations relatives à l'endommagement du matériau ainsi qu'à son comportement en général ([GOD 11], [MAI 12], [MOE 07]).

Dans le cadre de ce travail, l'émission acoustique n'a été utilisée que pour obtenir des informations sur la limite élastique des structures étudiées et sur d'éventuelles cinétiques de fissuration. Le système d'acquisition, présenté sur la figure 2.9, comprend un capteur micro30 (gamme de fréquence 100-600 kHz et fréquence de résonance 225 kHz) placé sur le mors hydraulique haut, un pré-amplificateur à 40dB filtrant le signal entre 100 et 300 kHz ainsi qu'une chaîne d'acquisition Dunegan (3000 classic series) ayant un seuil à +1V. La valeur du seuil étant fixe, il est nécessaire d'ajouter une seconde amplification du signal fixée à 45dB. Le signal (sinusoïdal) de l'onde dépasse un certain nombre de fois le seuil de 1V sur sa durée. Ce nombre est communément appelé nombre de coups dans la littérature [MOE 07].

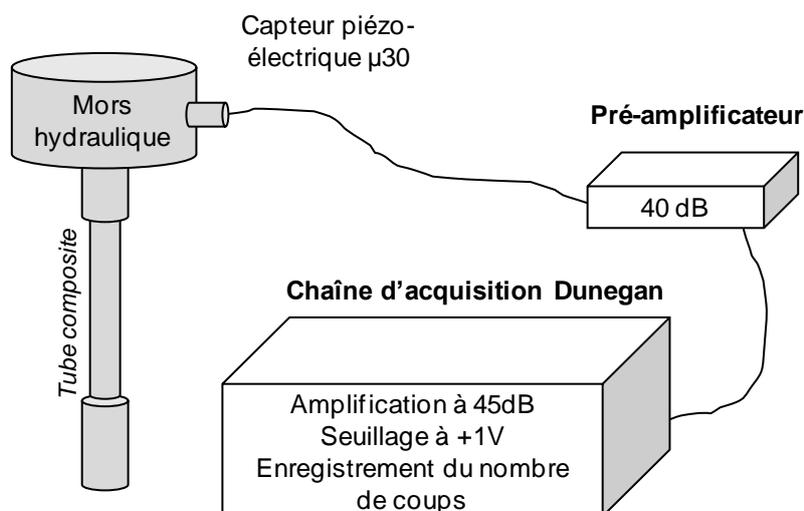


Figure 2.9 - Dispositif d'acquisition de l'émission acoustique.

► **Conclusions sur l'instrumentation** - Les trois techniques de suivi des déformations ont été testées sur des éprouvettes tubulaires et fournissent chacune des mesures précises. Chaque moyen présente ses avantages et ses inconvénients. Les extensomètres sont simples d'utilisation mais ne permettent la mesure des déformations que dans une seule direction. Les jauges de déformation supportent la forte courbure des tubes testés et fournissent des mesures précises dans plusieurs directions. Cependant, l'étape de collage est délicate et le moindre écart d'alignement entache les résultats. Enfin, la corrélation d'images permet de mesurer les déplacements et les déformations dans toutes les directions en un seul essai et sans contact avec l'éprouvette. Néanmoins, cette technique est relativement nouvelle au laboratoire et est assujettie au contraste de la surface du matériau.

Finalement, les deux techniques de mesure retenues sont l'extensométrie de contact et la corrélation d'images. Les jauges de déformation sont écartées pour les essais de traction en raison des difficultés de collage. L'ensemble des essais de traction de cette étude est instrumenté avec deux extensomètres placés en vis-à-vis au centre de l'éprouvette et la corrélation d'images est utilisée sur une zone placée entre les deux extensomètres. Les dimensions de cette zone sont environ de 10 x 12 mm². Ces instruments sont accompagnés d'un capteur d'émission acoustique qui permet d'identifier la fin du comportement élastique et le début de son endommagement.

2 PROTOCOLE EXPERIMENTAL DE PRESSION INTERNE SUR TUBES

Les protocoles présentés dans cette partie ont été développés en partie au LCTS. Ils permettent la réalisation d'essais de pression interne sur des échantillons de composites à matrice céramique. Le dispositif de pression interne lui-même a été confectionné en collaboration avec le CEA de Marcoule (DEN/DTEC/SEPE/LCDC [RIG 10], [RIG 11]) et adapté sur la machine d'essai mise à disposition pour cette étude. Après une rapide description du montage, l'instrumentation et les conditions d'essai retenues sont détaillés. La section suivante précise comment sont déterminées les contraintes circonférentielles lors de cet essai. Une équation mettant en relation la pression exercée à l'intérieur du tube et la contrainte circonférentielle est présentée et démontrée.

2.1 DESCRIPTION DU MONTAGE

Le dispositif dédié à la réalisation d'essais d'éclatement de tubes CMC à température ambiante fonctionne en insérant un manchon élastomère à l'intérieur du tube composite et en y injectant de l'huile mise sous pression à l'aide d'un piston. Pour pouvoir utiliser ce moyen, il a été nécessaire d'adapter le montage pour utiliser le déplacement de la traverse afin de générer la mise sous pression.

La figure 2.10 présente une vue éclatée de l'adaptation mise en place. Cette modification permet d'assurer le bon alignement des pièces et donne la possibilité de faire des essais cyclés ainsi que de suivre les déformations par corrélation d'images (stabilité du châssis). Plus précisément, la forme des pièces d'adaptation développées assure le bon alignement entre le bras d'appui, le piston, le dispositif de pression interne et la cellule de force. De cette manière, la totalité de l'effort appliqué par la traverse mobile est transmis à l'huile (on néglige ici les effets liés au frottement). De plus, la géométrie de l'ensemble permet d'installer les supports de la caméra pour la corrélation d'images.

Le dispositif est monté sur un bâti INSTRON 4505 d'une capacité de 100 kN. Celui-ci est asservi en déplacement. Une cellule de force de capacité 200 kN est placée sous le dispositif de pression interne et un capteur de pression de capacité 1000 bars est inséré dans la chaîne.

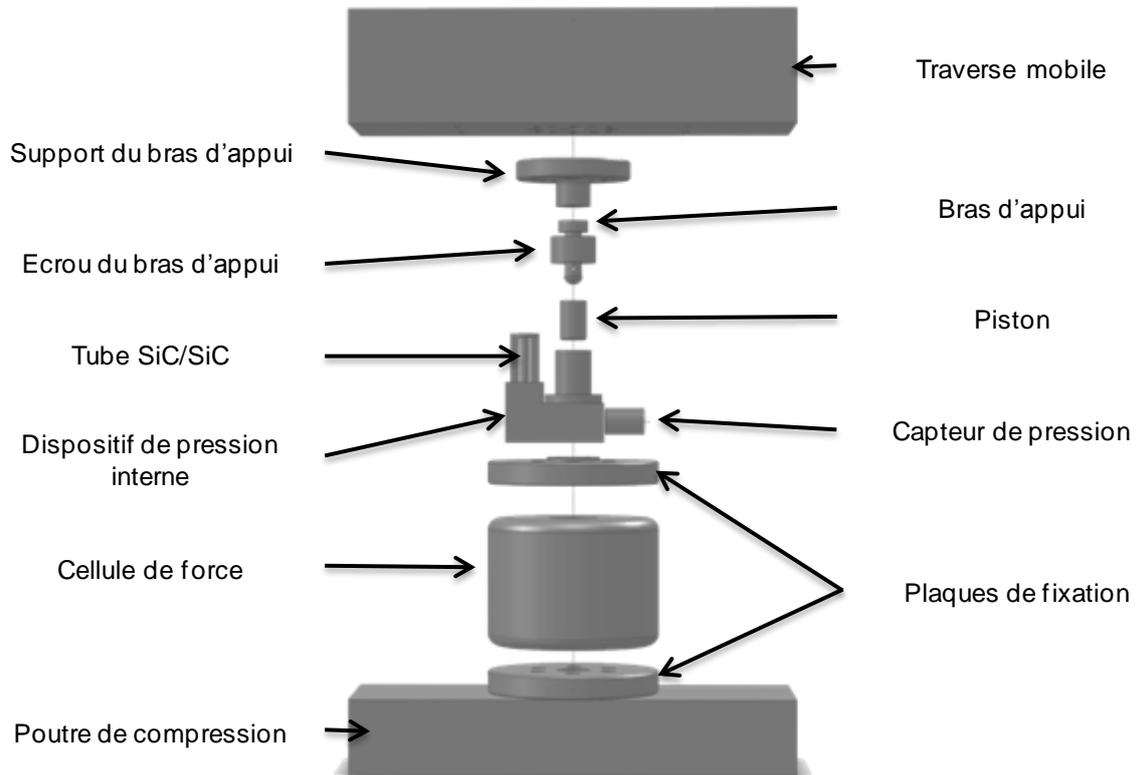


Figure 2.10 - Vue éclatée de l'adaptation du dispositif de pression interne sur la machine de traction disponible.

2.2 CONDITIONS D'ESSAI, INSTRUMENTATION ET VALIDATION DU MONTAGE

2.2.1 Choix de l'instrumentation et conditions d'essai

► **Choix de l'instrumentation** - Le montage dans sa forme actuelle ne permet pas le positionnement d'extensomètres qu'ils soient circonférentiels ou longitudinaux. Il est ainsi décidé de placer des jauges de déformation dans le sens circonférentiel et d'utiliser également la corrélation d'images. L'émission acoustique est enregistrée à l'aide du même dispositif que celui présenté pour la traction. Le capteur micro30 est placé sur une cage métallique disposée autour de l'éprouvette de façon à protéger l'ensemble du montage d'éventuelles projections d'huile lors de la rupture des éprouvettes.

► **Conditions d'essai** - Les essais de pression interne sont pilotés par le déplacement de la traverse. La vitesse de déplacement est comprise entre 0,05 et 0,2 mm/min. La force mesurée par le capteur placé sous le dispositif permet de calculer une pression théorique qui ne prend pas en compte les frottements du piston. Un capteur de pression situé sur le dispositif de pression interne permet d'obtenir la pression réelle dans le montage. La relation entre la pression réelle et la force appliquée est présentée sur la figure 2.11. Cette relation est linéaire lors des montées et descentes mais elle est fortement non linéaire en fin de cycles. La courbe correspondant aux montés des cycles présente le coefficient directeur le plus faible des deux.

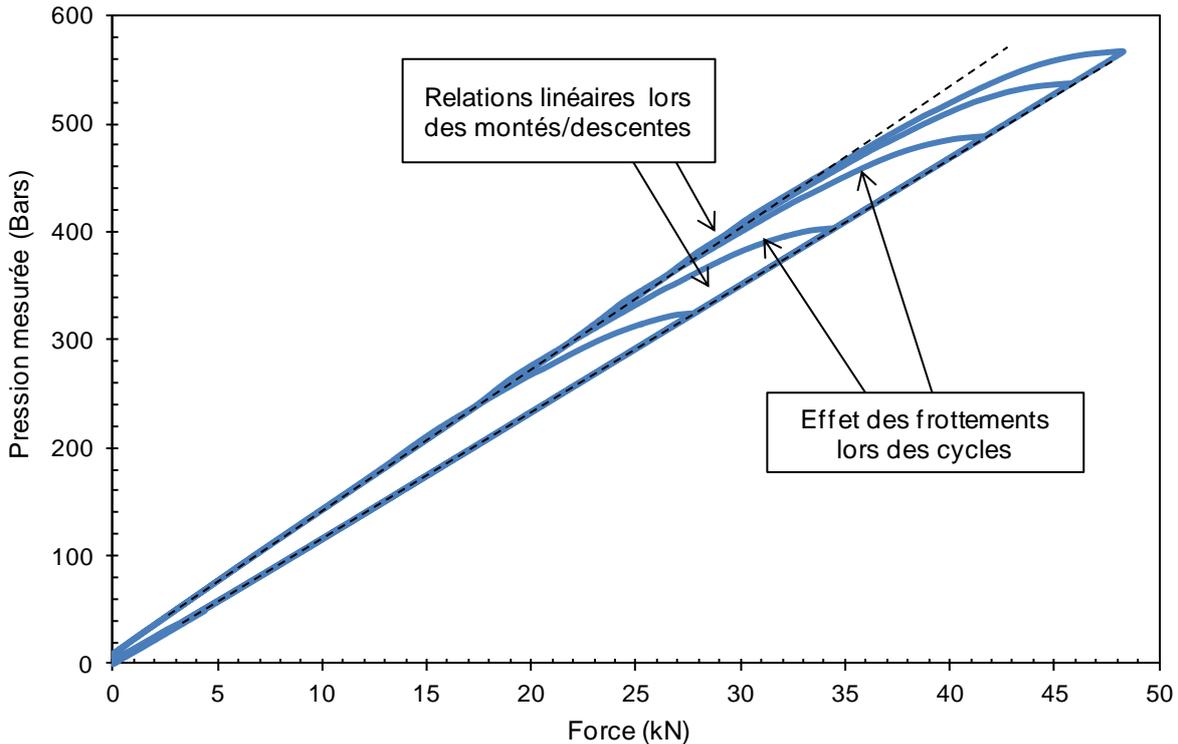


Figure 2.11 - Relation entre la force appliquée sur le piston et la pression d'huile mesurée.

2.2.2 Validation de l'essai

Afin de valider le protocole d'essai proposé, un essai de pression interne a été réalisé sur un tube tressé 2D, comportant trois couches à 45° du même type que ceux déjà testés par le centre CEA de Marcoule. L'avantage de ces tubes repose sur le fait qu'ils ont une texture équilibrée. Ainsi, le matériau devrait se comporter de la même façon lors d'un essai de traction longitudinale que lors d'un essai de traction circonférentielle. Un essai de pression interne induit un chargement local de traction/compression dans la direction circonférentielle. Il est ainsi similaire à un essai de traction circonférentielle et les réponses mécaniques sous ces deux chargements devraient être similaires.

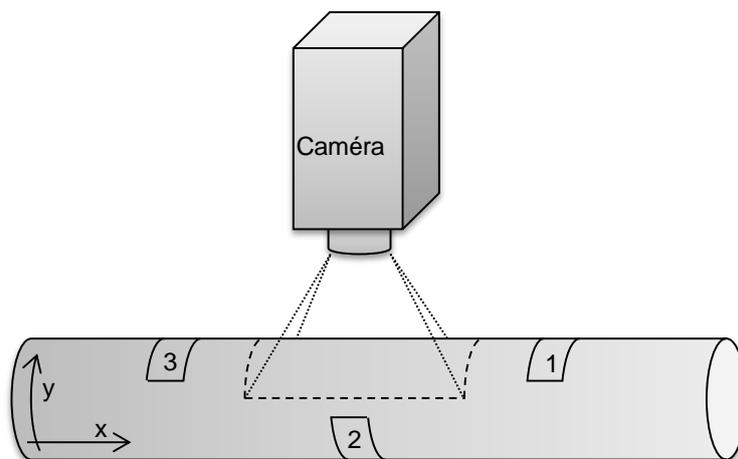


Figure 2.12 - Schéma de positionnement des jauges de déformation circonférentielles (1, 2 et 3) et fenêtre de visualisation de la caméra pour la corrélation d'images.

► **Mise en place de l'essai de validation** - L'essai proposé a été instrumenté de la façon suivante : trois jauges de déformation (Vishay CEA-06-125UN-350) ont été collées en quinconce en surface externe du tube dans le sens circonférentiel selon le schéma présenté sur la figure 2.12. Le tube a été recouvert d'un mouchetis afin de suivre les déformations de surface par corrélation d'images. La dimension de la fenêtre observée par la caméra est d'environ 7,2 x 9,0 mm², équivalent à 1024x1280 pixels. Cette fenêtre est située en vis-à-vis de la jauge centrale.

Les contraintes sont calculées à partir des valeurs de pression d'huile mesurées par le capteur de pression du dispositif. La formule d'approximation du rayon externe proposée par Etienne Castelier [CAS 11a] donnée ci-dessous et discutée en partie 2.3 est utilisée :

$$\sigma_{\theta\theta} = 2 \frac{P_i R_{int}^2}{R_{ext}^2 - R_{int}^2}, \quad (2.3)$$

où P_i représente la pression interne mesurée,

R_{int} le rayon interne du tube

R_{ext} le rayon externe du tube.

Les dimensions du tube utilisées sont 6,85 mm pour le diamètre interne et 8,80 mm pour le diamètre externe.

► **Principaux résultats** - La figure 2.13 présente les résultats du premier essai de pression interne réalisé au LCTS avec ce dispositif. La courbe de comportement obtenue en traction monotone sur ce composite est également reportée sur cette figure. Le tableau 2.3 rassemble les grandeurs ingénier issues de l'essai. Ces données sont comparées dans ce tableau à la moyenne des résultats des six essais effectués par le CEA de Marcoule sur des tubes identiques.

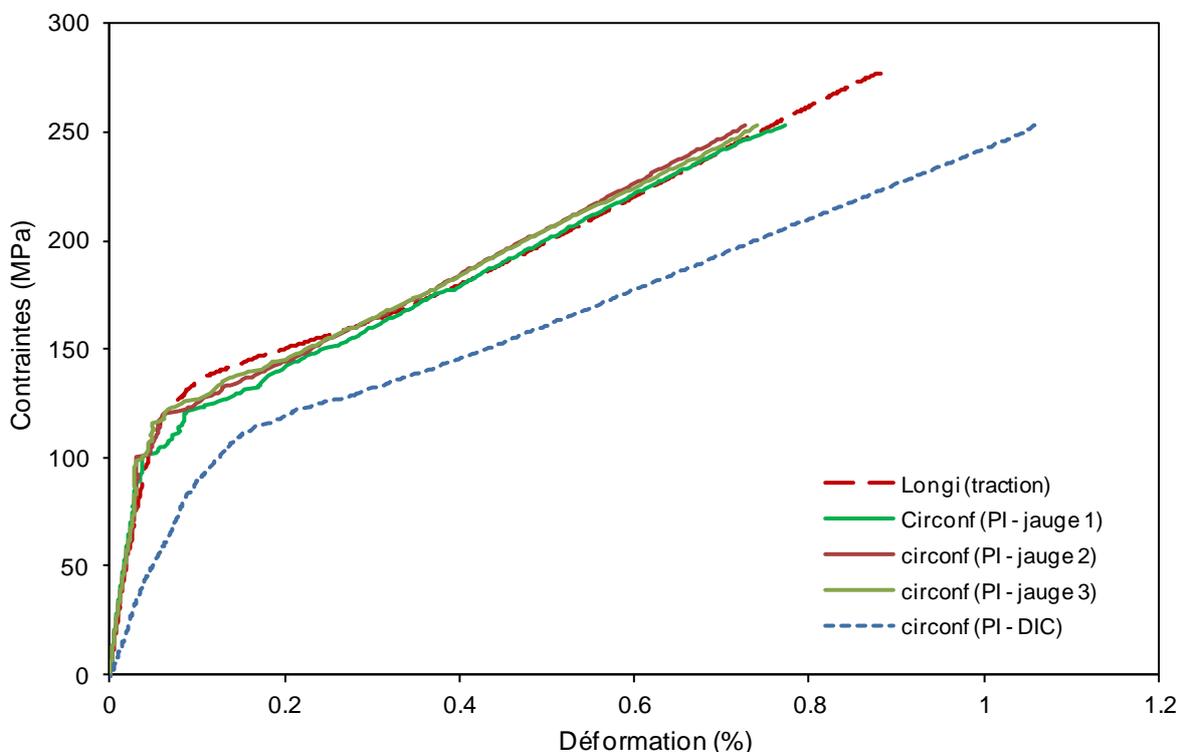


Figure 2.13 - Premiers résultats de pression interne sur un tube tressé 2D et comparaison avec les résultats d'un essai de traction.

Tableau 2.3 - Caractéristiques mécaniques obtenues lors de l'essai de pression interne : pression d'éclatement (P_r), contraintes à rupture calculées sur les faces interne (σ_{int}) et externe (σ_{ext}), module d'élasticité circonférentiel moyen calculé en face externe à partir des valeurs des trois jauges et entre les contraintes 5 et 70 MPa (limite élastique mesurée par émission acoustique) (E) et déformation à rupture (ϵ_r).

Comparaison avec les résultats du CEA de Marcoule.

Tube	\varnothing_{ext} mm	Epaisseur mm	P_r Bar	σ_{ext} MPa	σ_{int} MPa	E GPa	ϵ_r %
2D 3C 09	8,80	0,98	823	271	335	293 ± 9	0,75 ± 0,02
Marcoule	8,77 ± 0,06	0,96	841 ± 62	264 ± 24	348 ± 30	265 ± 52	0,93 ± 0,17

La figure 2.13 montre que les jauges de déformations utilisées lors de cet essai mesurent bien un comportement identique à celui déterminé par un essai de traction uniaxiale dans le sens longitudinal. Ceci démontre la cohérence des deux mesures et permet d'être confiant dans les résultats fournis par ce nouveau dispositif. En revanche, les résultats obtenus par la corrélation d'images (DIC) semblent sous-estimer largement le comportement mécanique du tube. La courbe présentée sur cette figure a été obtenue avec une ROI de taille identique à celle couverte par les jauges de déformation.

Du fait de la courbure de la surface, la grille des jauges utilisées mesure 3,16 mm de large sur les photos alors qu'elle fait 3,18 mm en réalité. Il y a donc 0.55% de différence ce qui ne devrait pas être la cause principale du décalage de comportement mesuré. Une étude approfondie de l'emploi de la corrélation d'images lors d'essais d'éclatement a permis d'identifier l'origine de ce biais et est présentée dans la section 3.3.

La taille des jauges de déformations importe également beaucoup lors de la mesure du comportement du matériau. En effet, il est nécessaire que les jauges couvrent au moins un volume élémentaire représentatif du matériau pour s'assurer de mesurer le comportement moyen de la texture et non le comportement local. Les jauges employées pour cet essai ont une taille équivalente au VER du tube 2D mais sont plus petites que les VER des tubes 3D interlocks de l'étude. Il est donc nécessaire de choisir d'autres tailles de jauges pour les essais suivants. La prochaine section présente les résultats d'un essai de traction mis en place afin de statuer sur le choix des jauges optimales pour tester les tubes composites de l'étude.

2.2.3 Choix de la taille des jauges pour les essais de pression interne

► **Sélection des jauges** - La discrimination des jauges considérées est effectuée sur un essai de traction car le comportement longitudinal peut également être mesuré à l'aide d'extensomètres. Ainsi, trois moyens de suivi des déformations sont ici comparés.

Cet essai est mené sur une texture 3-02bis. Ce renfort possède un VER géométrique de 3,7 mm de côté. Trois références de jauges différentes ont ainsi été sélectionnées : CEA-06-125UN-350, CEA-06-187UW-350 et CEA-06-375UW-350 possédant une longueur de grille respectivement légèrement inférieure, légèrement supérieure et très supérieure à la taille du VER de la texture. Les principales dimensions caractéristiques de ces différentes jauges sont récapitulées dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4 - Dimensions caractéristiques des jauges employées (en mm).

Type de jauges	Largeur de grille	Longueur de grille	Largeur totale	Longueur totale
CEA-06-125UN-350	2,54	3,18	4,8	9,7
CEA-06-187UW-350	4,57	4,75	6,9	12,4
CEA-06-375UW-350	4,57	9,53	6,9	17,0

► **Instrumentation de l'essai** - Pour cet essai, six jauges de trois tailles différentes (deux par taille) ont été collées sur la surface du tube dans le sens longitudinal. Les jauges de même taille ont été collées en vis-à-vis. Les petites jauges (J1 et J4) sont collées sur le haut du tube, les jauges de taille moyenne (J2 et J3) sont au centre et les grandes jauges (J5 et J6) sont sur la partie basse du tube. Deux extensomètres placés en vis-à-vis sont également présents (figure 2.14). Le tube possède un diamètre interne de 7,9 mm correspondant au diamètre du mandrin et un diamètre externe de 9,54 mm mesuré par profilométrie optique pour une longueur de 105 mm.

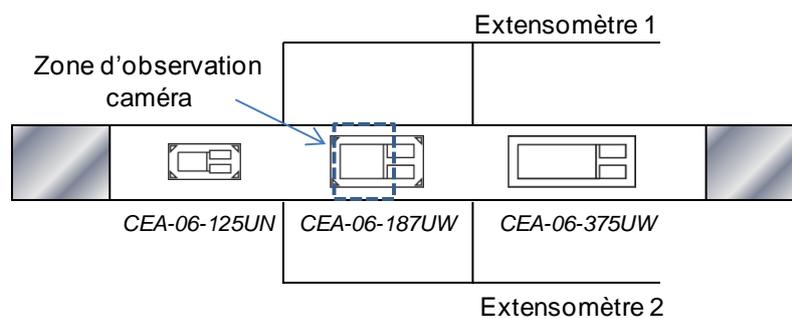


Figure 2.14 - Schéma de l'instrumentation du tube tex3-02bis utilisé pour l'essai de discrimination des jauges.

Outre le fait d'identifier la nature des jauges à utiliser, cet essai permet la comparaison des déformations longitudinales mesurées par les extensomètres, les jauges et la corrélation d'images. La corrélation d'images étant effectuée sur la même zone qu'une des jauges (figure 2.14), il est en effet possible de comparer le comportement par cette méthode à celui mesuré par la jauge.

► **Résultats et discussion** - Le premier résultat marquant concerne la comparaison entre les jauges et les extensomètres (cf. figure 2.15). Les réponses des deux extensomètres sont parfaitement superposées ce qui indique un bon alignement de l'éprouvette avec la chaîne de mesure lors de l'essai.

En effectuant la moyenne des mesures par taille de jauge, une convergence vers les extensomètres est mise en évidence (figure 2.16). Plus les jauges sont grandes, plus elles mesurent un comportement proche de celui mesuré par les extensomètres. Ainsi, pour les futurs essais de pression interne, ce sont les jauges de grande taille (CEA-06-375UW-350) qui seront utilisées. Les principales valeurs caractéristiques de l'essai sont résumées dans le tableau 2.5.

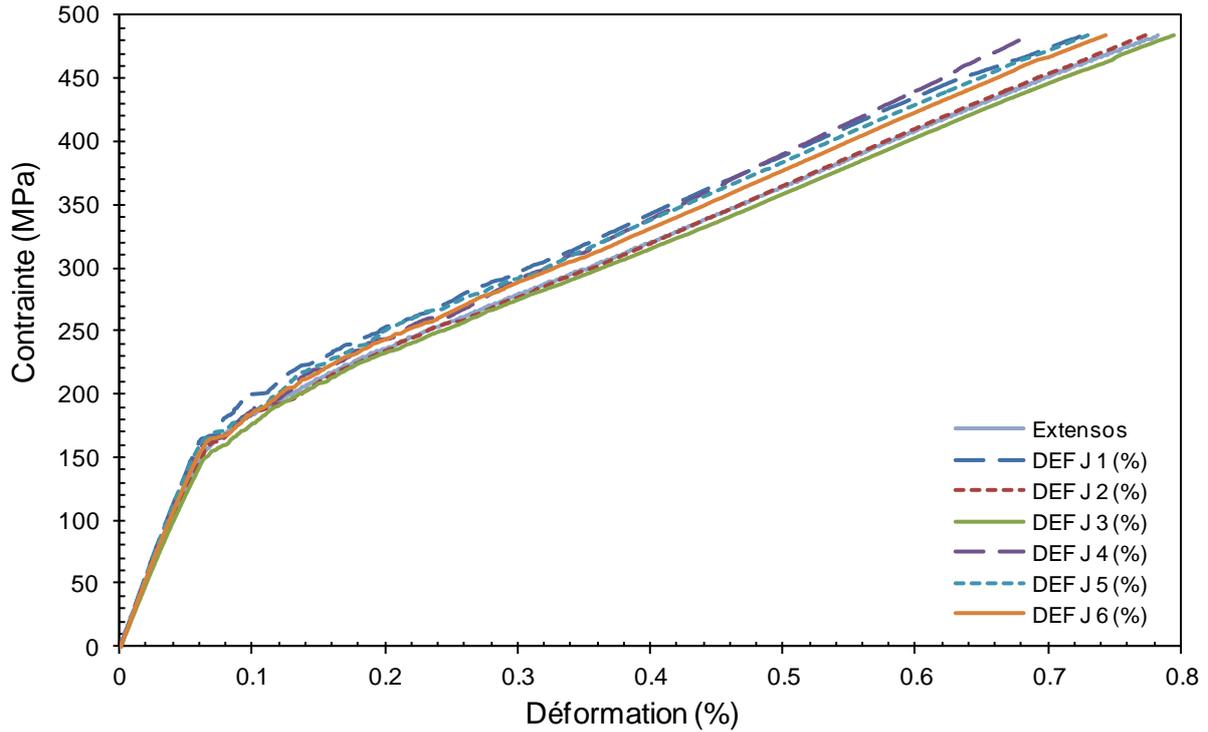


Figure 2.15 - Choix de la taille de jauge : comparaison jauges/extensomètres.

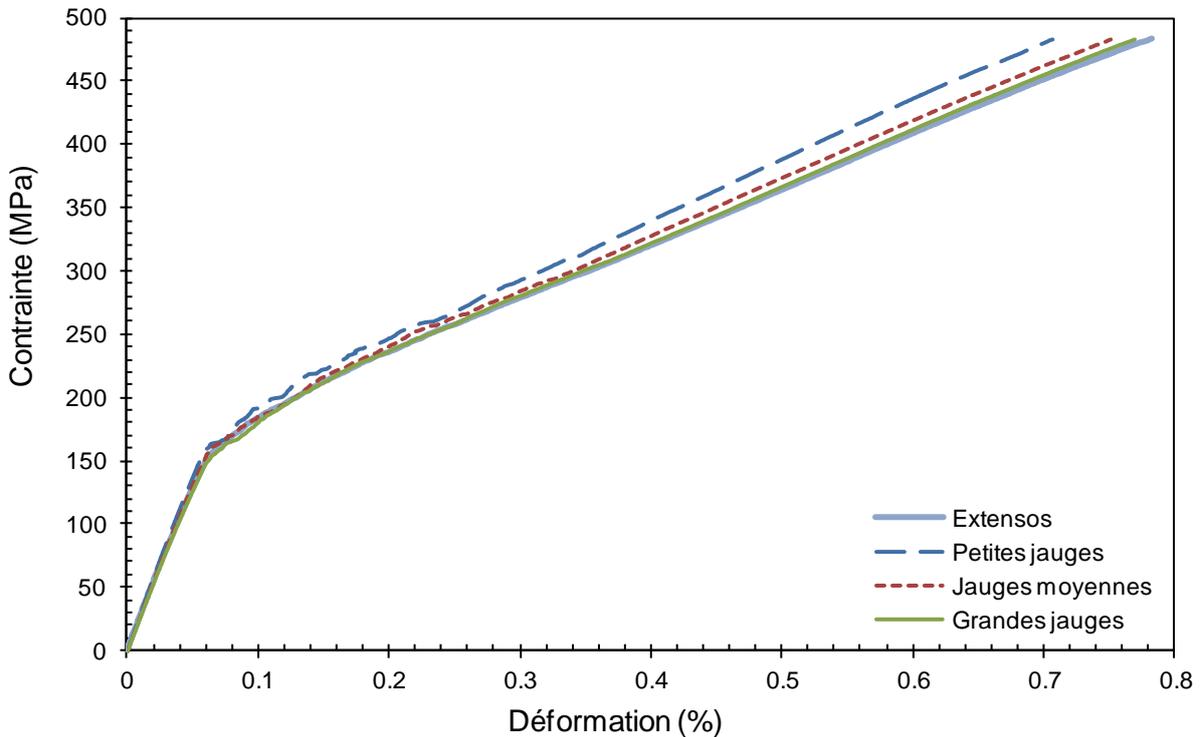


Figure 2.16 - Comparaison jauges/extensomètres en moyennant les jauges par taille.

Les mesures par corrélation d'images corroborent ces résultats. Bien que les déformations mesurées par cette méthode soient légèrement surestimées par rapport aux jauges et aux extensomètres, elles restent tout de même acceptables (écart < 10%) (figure 2.17). L'origine de la surestimation peut provenir de la très grande hétérogénéité de surface du matériau. En effet, les extensomètres mesurent un comportement entre deux points de contact sur un tube alors que la corrélation d'images

analyse une zone bidimensionnelle large. Par ailleurs, notons que les jauges de déformation sont collées en extrême surface du tube alors que la corrélation mesure les déformations dans toutes les aspérités de surface présentes. Enfin, les mesures des déformations circonférentielles paraissent bien faibles en déformation pour cette famille de matériau. Ce comportement étrange n'est pas sans rappeler l'écart observé sur l'essai de pression interne réalisé précédemment et laisse espérer une origine commune.

Tableau 2.5 - Principales caractéristiques obtenues lors de l'essai de discrimination des jauges sur une texture 3-02bis : module de Young (E), contrainte et déformation à la limite élastique (σ_e et ϵ_e) et contrainte et déformation à rupture (σ_r et ϵ_r).

Moyen de mesure	E GPa	σ_e MPa	ϵ_e %	σ_r MPa	ϵ_r %
Petites jauges	287	85,3	0,030	483,0	0,707
Jauges moyennes	272		0,032		0,752
Grandes jauges	264		0,033		0,769
Extensomètres	264		0,033		0,783
Corrélation d'images	215		0,038		0,850

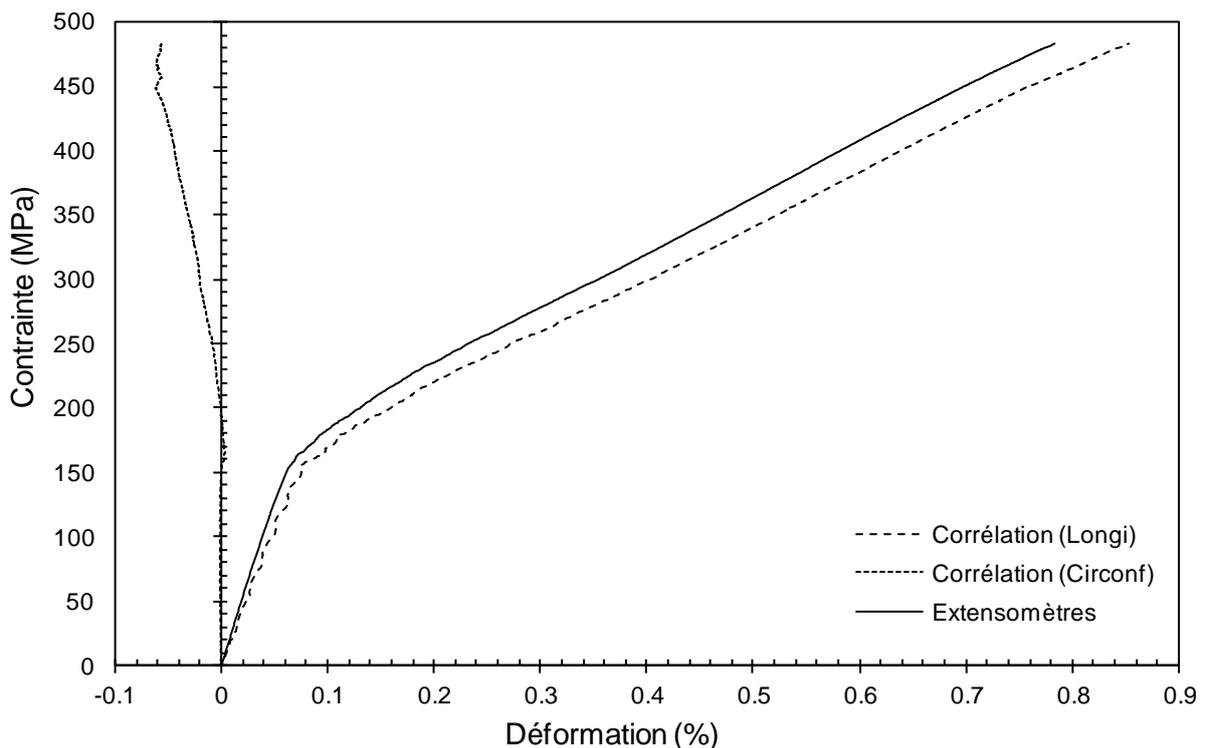


Figure 2.17 - Comparaison extensomètres/corrélation d'images pour cet essai.

2.3 CALCUL DES CONTRAINTES CIRCONFÉRENTIELLES

Pour pouvoir comparer les courbes de comportement de plusieurs matériaux il est indispensable de déterminer les contraintes appliquées à la structure lors d'un essai de pression interne. En général, pour un cylindre sous pression, les contraintes circonférentielles sont supposées constantes dans

l'épaisseur si celle-ci est suffisamment faible. Or dans notre cas, l'épaisseur du matériau est du même ordre de grandeur que son rayon de courbure. Ainsi, il est nécessaire de déterminer l'évolution de la contrainte circonférentielle en fonction du rayon pour lequel elle est calculée, des propriétés du matériau et de la pression appliquée. Certains auteurs se sont intéressés à la formulation d'une relation liant la contrainte circonférentielle aux propriétés du matériau ([PIL 11], [WIL 97], [XIA 01]). Ces relations sont valables pour des composites stratifiés ou mis en forme par enroulement filamentaire et ne sont pas tout à fait adaptées aux matériaux de cette étude. Néanmoins, Etienne Castelier [CAS 11a] propose une relation adaptée à des tubes tressés interlocks sollicités en pression et sous gradient thermique. Les relations sont développées dans l'annexe A et résumées dans la partie qui suit avant d'y ajouter la prise en compte du manchon élastomère.

2.3.1 Relation entre contrainte orthoradiale et pressions appliquées

► **Relation analytique** - Pour simplifier les équations de la mécanique, le cylindre est supposé infiniment long, homogène et le matériau au moins orthotrope. En appliquant les équations d'équilibre local à cette structure, et en résolvant les équations différentielles obtenues, il vient la formulation ci-après qui relie la contrainte circonférentielle à la pression interne P_i et à la pression externe P_e :

$$\sigma_{\theta\theta}^{ortho}(r) = a \frac{r_i^{a+1} r^{2a} + r_e^{2a}}{r^{a+1} r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_i + \alpha_z \varepsilon_z) - a \frac{r_e^{a+1} r^{2a} + r_i^{2a}}{r^{a+1} r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_e + \alpha_z \varepsilon_z) + \beta_z \varepsilon_z, \quad (2.4)$$

où r_i représente le rayon interne du cylindre, r_e son rayon externe, a , α_z et β_z trois paramètres dépendant des propriétés du matériau et ε_z la déformation longitudinale supposée constante.

En appliquant cette formule sur le rayon externe ($r = r_e$), il vient l'équation suivante :

$$\sigma_{\theta\theta}^{ortho}(r_e) = 2a \frac{r_i^{a+1} r_e^{a-1}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_i + \alpha_z \varepsilon_z) - a \frac{r_e^{2a} + r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_e + \alpha_z \varepsilon_z) + \beta_z \varepsilon_z. \quad (2.5)$$

Le forme la plus simplifiée est obtenue pour un matériau isotrope. Dans ce cas particulier, a vaut 1, les équations doivent être intégrées à nouveau et la contrainte circonférentielle s'exprime sous la forme suivante :

$$\sigma_{\theta\theta}^{iso}(r_e) = 2 \frac{r_i^2}{r_e^2 - r_i^2} P_i - \frac{r_e^2 + r_i^2}{r_e^2 - r_i^2} P_e. \quad (2.6)$$

Cette relation a également été démontrée par Etienne Castelier [CAS 08]. L'expression de la contrainte circonférentielle ne dépend alors plus des propriétés du matériau mais uniquement de la géométrie de la structure et des pressions appliquées. En outre, s'il n'y a pas de pression externe, P_e devient négligeable devant P_i et la formule se simplifie sous la forme suivante, similaire à la relation 2.3 :

$$\sigma_{\theta\theta}(r_e) = \frac{2P_i r_i^2}{r_e^2 - r_i^2}. \quad (2.7)$$

► **Validation numérique** - Une validation numérique est proposée afin de quantifier une éventuelle erreur entre la relation analytique pour un matériau orthotrope et isotrope et la simulation numérique.

Pour cela, un maillage axisymétrique est utilisé en considérant un rayon interne et externe respectivement égal à 3,95 mm et 4,8 mm. Les bords du maillage sont libres, une pression interne de 200 Bar est appliquée.

Pour cette simulation numérique, le matériau est supposé orthotrope et ses propriétés mécaniques varient entre 1 et 400 GPa pour les modules élastiques et entre 0,05 et 0,4 pour les coefficients de Poisson. Lorsqu'un des modules varie, les autres valeurs sont fixées aux données correspondant à une texture interlock de l'étude ($E_r = 40 \text{ GPa}$, $E_\theta = 140 \text{ GPa}$, $E_z = 240 \text{ GPa}$, $\nu_1 = 0,2$, $\nu_2 = 0,2$ et $\nu_3 = 0,15$). La figure 2.18 présente l'évolution de la contrainte circonférentielle en fonction des modules élastiques. Un bon accord est observé entre la formulation analytique et la simulation numérique. Cet accord est également présent sur les courbes faisant varier les coefficients de Poisson. Les erreurs relatives sont présentées sur la figure 2.19 et sont inférieures à 0,5% pour la relation 2.5. L'erreur commise en utilisant la formule 2.7 pour un matériau isotrope ne prenant pas en compte l'effet de la pression externe et la simulation pour un matériau orthotrope sans pression externe est inférieure à 6% ce qui est jugé acceptable pour cette étude. Cette erreur est également inférieure à 3% si on tient compte d'une variation des coefficients de Poisson.

2.3.2 Evaluation de l'effet du manchon élastomère

En dépit des faibles erreurs relatives, la formulation de la contrainte circonférentielle démontrée dans la section précédente ne prend pas en compte l'effet du manchon élastomère inséré dans le tube lors de l'essai d'éclatement. C'est dans ce manchon que l'huile est mise sous pression. De ce fait, la pression n'est pas directement appliquée sur le composite mais est transmise à travers l'élastomère. Comme le manchon est supposé incompressible, cet effet devrait rester limité. Cependant, nous souhaitons le vérifier ici de manière analytique et par un calcul numérique.

► **Approche analytique** - Pour ce calcul analytique, la même géométrie que précédemment est appliqué. Le cylindre est supposé homogène et infiniment long. Le matériau composite est supposé au moins orthotrope et le manchon est supposé isotrope de coefficient de Poisson très proche de 0,5. En appliquant les équations d'équilibre local à chaque matériau et en résolvant les équations différentielles qui en résultent, la contrainte circonférentielle s'exprime sous la forme suivante :

$$\sigma_{\theta\theta} = a \frac{r_i^{a+1} r^{2a} + r_e^{2a}}{r^{a+1} r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_i + \alpha_z \varepsilon_z) \Omega_1 - a \frac{r_e^{a+1} r^{2a} + r_i^{2a}}{r^{a+1} r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_e + \alpha_z \varepsilon_z) \Omega_2 + (\beta_z - \Omega_3) \varepsilon_z \quad (2.8)$$

où les coefficients a , α_z et β_z dépendent des rigidités du composite, les coefficients Ω_1 , Ω_2 et Ω_3 représentent l'apport du manchon élastomère à la contrainte circonférentielle et le coefficient ε_z correspond à la déformation axiale. La formulation de ces coefficients est donnée dans l'annexe A (équations A.16, A.37 et A.40).

La relation 2.8 permet de visualiser clairement l'apport du manchon élastomère dans le calcul de la contrainte circonférentielle et de le quantifier. Ainsi, la figure 2.20a présente l'évolution des coefficients Ω_1 et Ω_2 en fonction des valeurs des rigidités du composite et la figure 2.20b présente l'évolution du coefficient $\Omega_3 \varepsilon_z$ en fonction des mêmes valeurs. Il apparait que l'effet du manchon élastomère est négligeable sur les intervalles de rigidité considérés (entre 30 et 300 GPa).

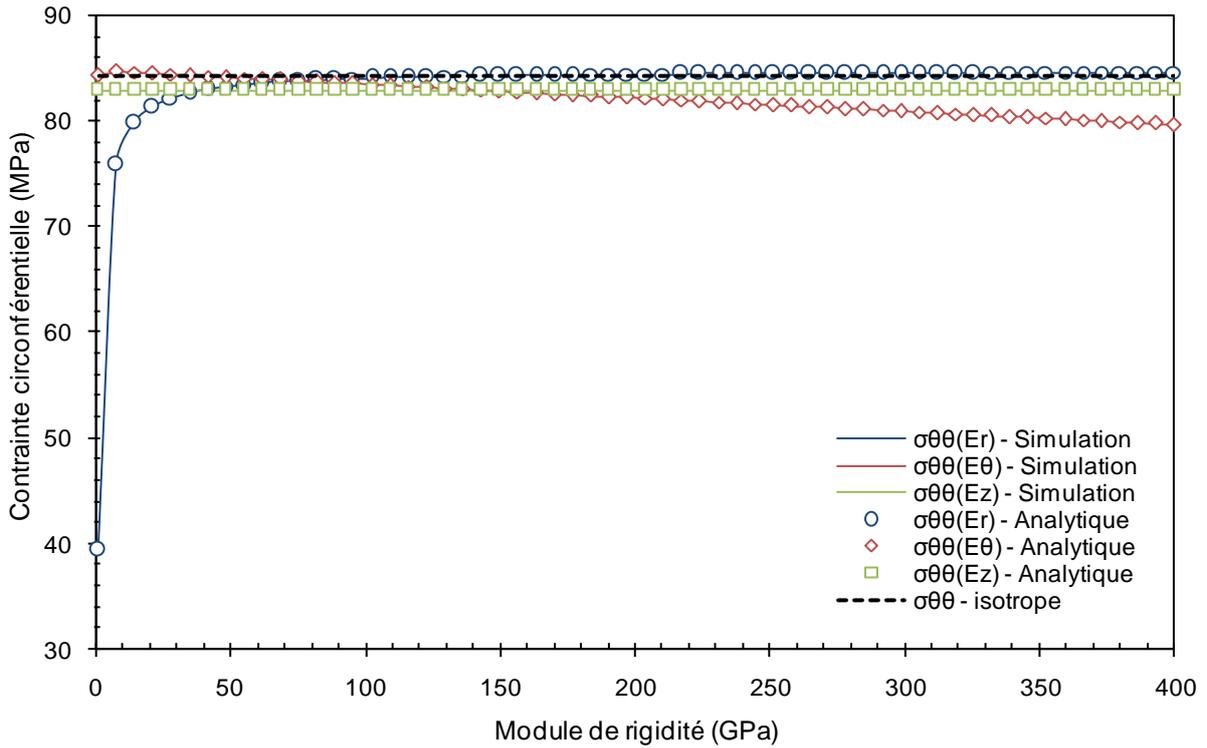


Figure 2.18 - Contrainte circonférentielle en fonction de l'évolution des modules de rigidité. Comparaison entre la formule 2.2 et la simulation.

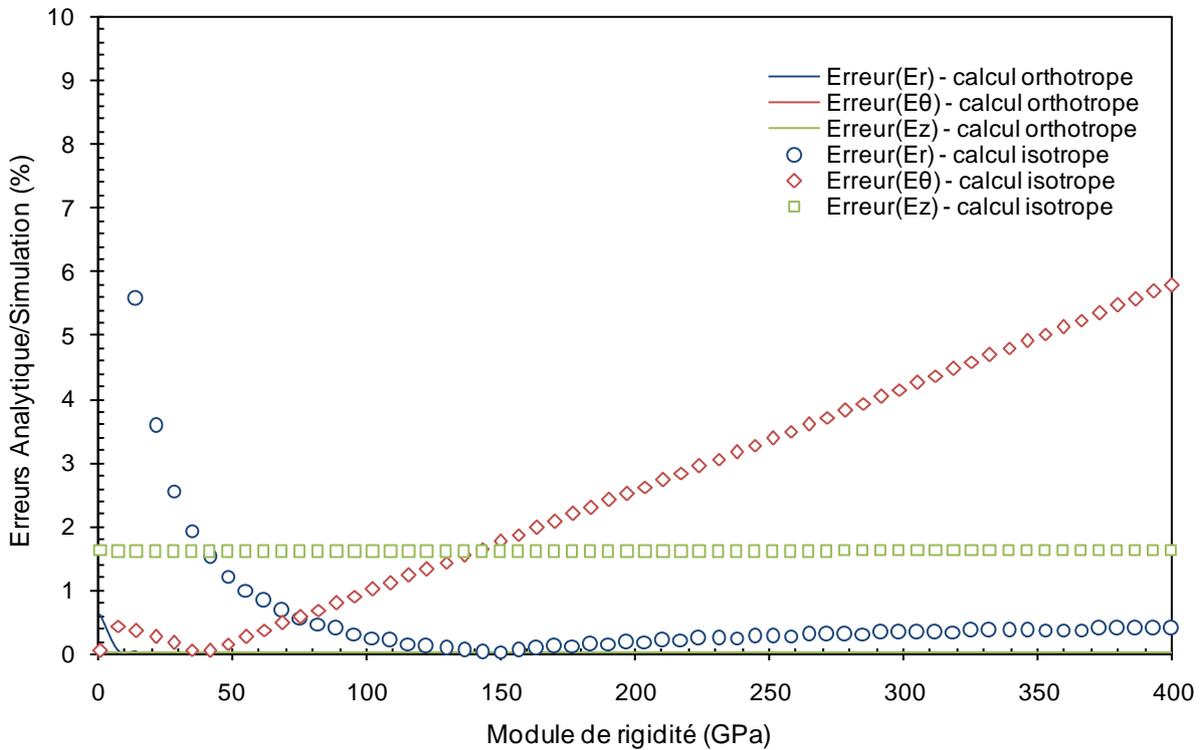


Figure 2.19 - Evolution de l'erreur relative entre les contraintes circonférentielles obtenues par les formules 2.2 et 2.6 et les contraintes circonférentielles simulées.

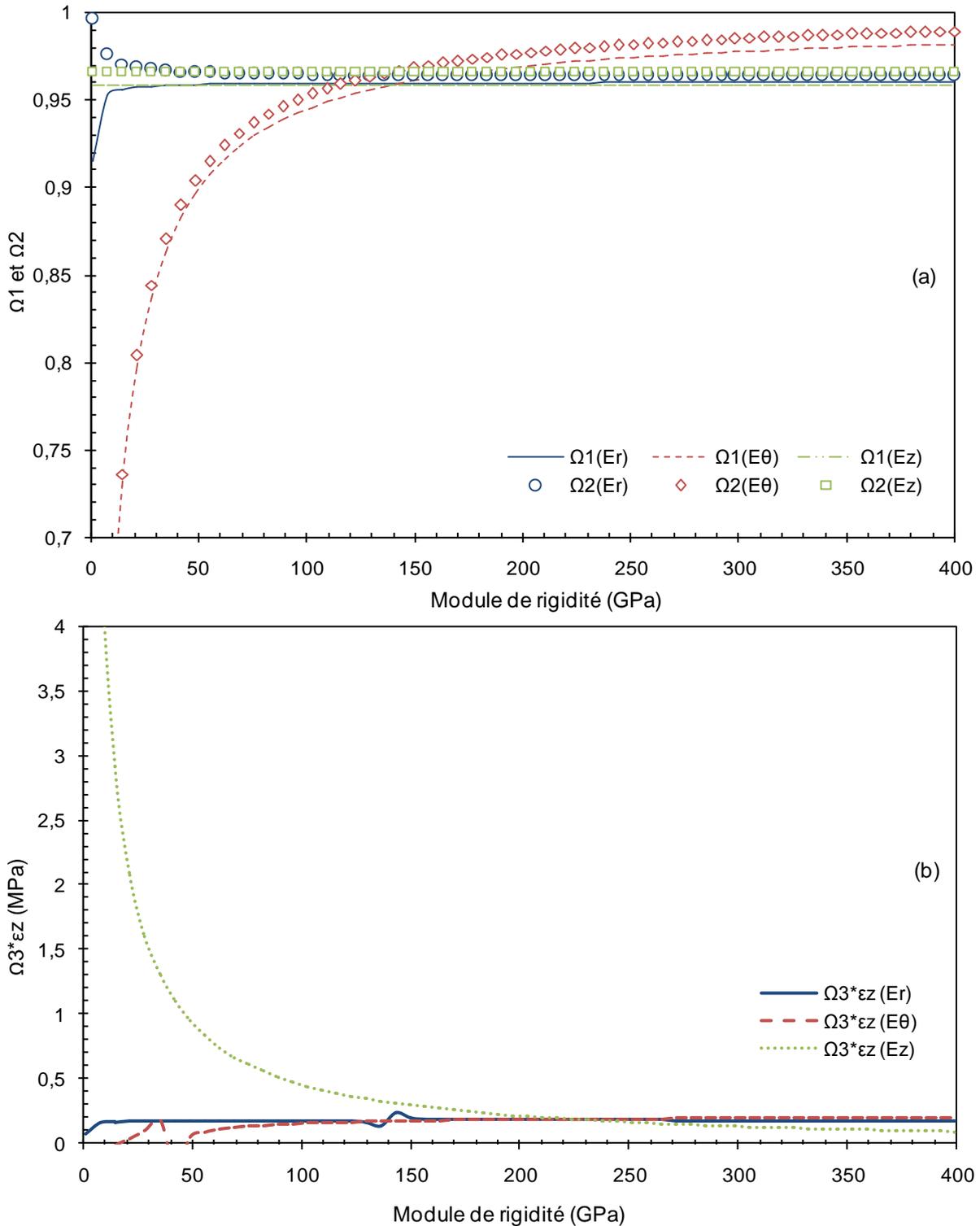


Figure 2.20 - Evolution des coefficients représentant l'apport du manchon élastomère à la contrainte circonférentielle en fonction des rigidités du composite.

► **Validation numérique** – La formule 2.8 définie au paragraphe précédent permet de prendre en compte l'effet du manchon élastomère sur la contrainte circonférentielle. Afin de vérifier l'importance de cet effet, la simulation de l'essai de pression interne a été réalisée sur un tube homogène orthotrope dont le maillage axisymétrique est présenté sur la figure 2.21.

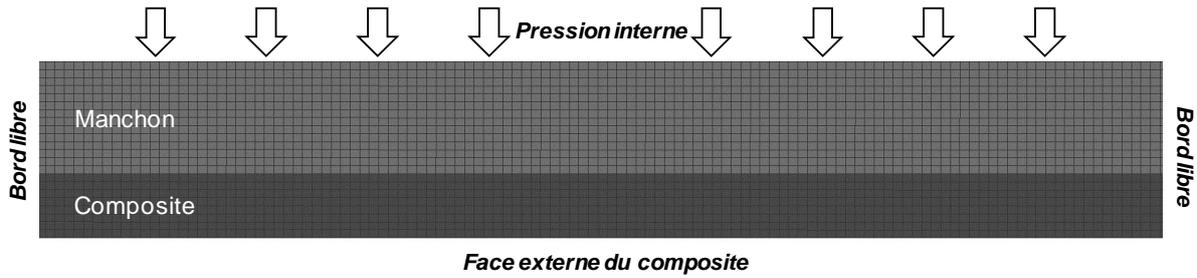


Figure 2.21 - Maillage élément fini utilisé pour le calcul de l'effet du manchon.
 Illustration de la sollicitation imposée.

Le matériau composite est supposé orthotrope et ses propriétés mécaniques varient dans les intervalles 1 à 400 GPa pour les modules élastiques et 0,05 à 0,4 pour les coefficients de Poisson. Le manchon possède un module élastique de 1 GPa et un coefficient de Poisson de 0,499. Le rayon interne du manchon est de 2,47 mm soit la valeur exacte du vrai manchon. La figure 2.22 présente la comparaison entre la simulation numérique et la relation analytique. Un très bon accord est noté (erreur < 0,3%).

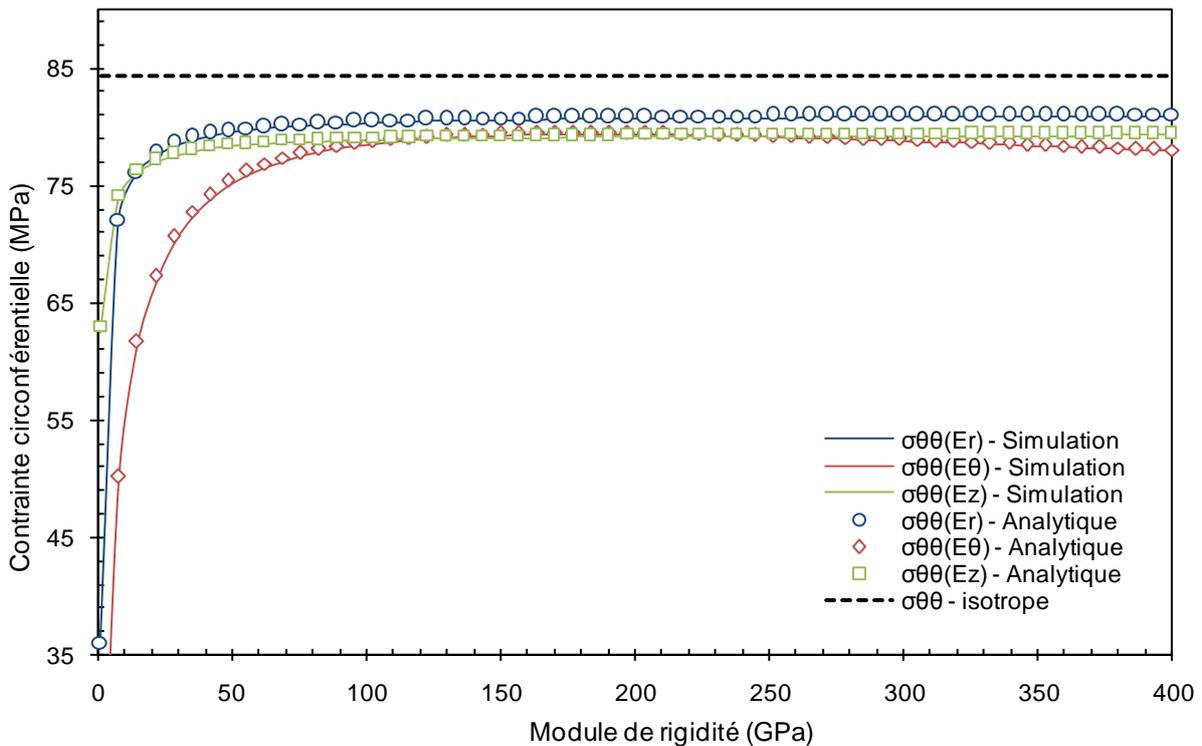


Figure 2.22 - Evolution de la contrainte circonférentielle sur la surface externe du composite en prenant en compte la présence du manchon.
 Comparaison avec la contrainte circonférentielle obtenue par la relation 2.7.

Les erreurs commises entre la simulation numérique et les relations analytiques pour un matériau orthotrope et isotrope sont présentées sur la figure 2.23. Celles-ci ne dépassent pas les 10% sur les intervalles de rigidité d'intérêt pour les trois modules considérés et il en est de même pour les courbes faisant varier les coefficients de Poisson. Cet écart est jugé acceptable pour la suite de ce travail et la relation 2.7 sera employée pour tous les calculs de contrainte circonférentielle lors des essais d'éclatement. L'avantage de cette relation provient du fait qu'elle dépend uniquement de la géométrie considérée et non des propriétés mécanique du matériau qui sont, à priori, inconnues au moment de l'essai.

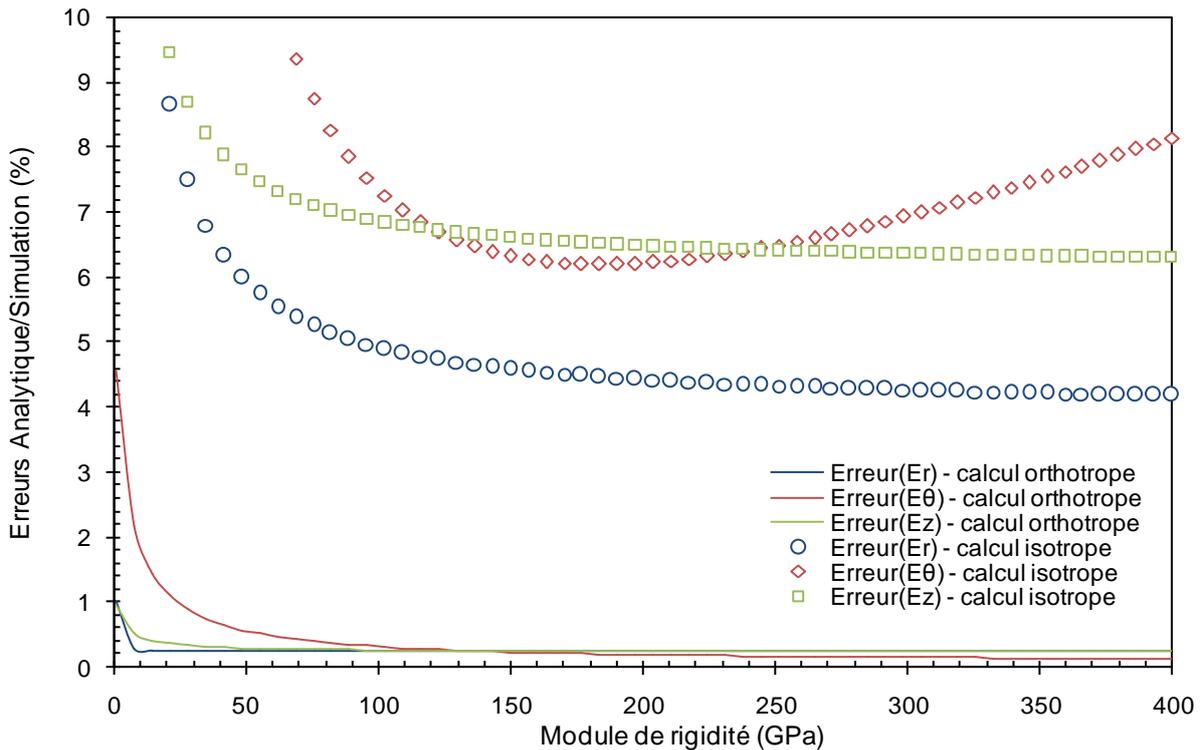


Figure 2.23 - Evolution de l'erreur relative entre la simulation numérique et les relations analytiques pour un matériau orthotrope et un matériau isotrope.

La contrainte circonférentielle ainsi reliée aux contraintes appliquées à l'éprouvette, il devient intéressant d'étudier de manière approfondie l'emploi de la technique de corrélation d'images lors des essais d'éclatement.

3 MISE EN PLACE D'UNE TECHNIQUE DE CORRELATION D'IMAGES NUMERIQUES POUR DES EPROUVETTES TUBULAIRES

La corrélation d'images est une technique d'analyse qui permet d'obtenir, sans contact, l'ensemble des champs de déplacement et de déformation d'une éprouvette au cours d'un essai. Bien que simple à mettre en œuvre, cette méthode nécessite toutefois un travail d'optimisation en amont des essais pour assurer une bonne qualité des courbes expérimentales. Cette section commence par présenter les deux méthodes de corrélation utilisées pour cette étude et propose une optimisation de celles-ci en utilisant la dimension temporelle. Puis, le cas particulier de l'analyse d'une surface courbe est exploré. Enfin, le matériel le plus adapté pour l'emploi de cette technique lors de nos essais est discuté. Les exemples donnés sont tous en rapport avec la texture référencée 3-02bis.

3.1 CORRELATION SPATIALE

La corrélation d'image est une méthode développée depuis une trentaine d'années ([CHU 85], [PET 82]) pour extraire la déformation entre une image à un chargement donné et une image de référence. Une image numérique est représentée par une fonction scalaire des coordonnées spatiales donnant le niveau de gris à chaque point p de coordonnées (x, y) ; ce sont les pixels de l'image. L'image de référence est notée f et l'image déformée g . Le champ de déplacement, noté $u(p)$, permet alors de faire le lien entre f et g avec :

$$g(p) = f(p + u(p)). \quad (2.9)$$

Toutes les méthodes de corrélation d'images ont pour but de déterminer le champ de déplacement u . En général, les méthodes cherchent à minimiser l'écart quadratique sur un domaine spatial Ω :

$$J(\Omega) = \iint_{\Omega} [g(p) - f(p + u(p))]^2 dp. \quad (2.10)$$

Ce domaine est traditionnellement nommé ROI (Region Of Interest). Deux méthodes principales ont été utilisées pour ces travaux. La première, développée au LMT Cachan par l'équipe de François Hild et Stéphan Roux, est implantée dans le logiciel Corréli [HIL 02]. La seconde est développée au CEA de Cadarache par Étienne Castelier et est implantée dans le logiciel correls [CAS 11a]. Ces deux logiciels utilisent des approches différentes qui sont présentés dans les paragraphes suivants.

3.1.1 Corréli

► **Principe de la méthode** - La première hypothèse retenue est que la fonction f est différentiable. A l'aide d'un développement de Taylor à l'ordre 1, l'équation 2.9 s'écrit alors :

$$g(p) = f(p) + u(p) \cdot \nabla f(p). \quad (2.11)$$

Le champ de déplacement u est ensuite décomposé selon un ensemble de fonctions $\Psi_n(p)$. En traitant de la même manière chaque composant du champ de déplacement, seules des fonctions scalaires ψ_n sont introduites :

$$u(p) = \sum_{\alpha,n} a_{\alpha,n} \psi_n(p) \mathbf{e}_{\alpha}. \quad (2.12)$$

En prenant ces hypothèses en compte, l'équation 2.12 s'écrit alors :

$$J(D) = \iint_{\Omega} \left[\sum_{\alpha,n} a_{\alpha,n} \psi_n(p) \nabla f(p) \cdot \mathbf{e}_{\alpha} + f(p) - g(p) \right]^2 dp. \quad (2.13)$$

Les valeurs qui nous intéressent ici sont les coefficients $a_{\alpha,n}$. Aussi, en minimisant l'équation 2.13, il vient rapidement le système linéaire suivant :

$$\sum_{\beta,m} a_{\beta,m} \iint_{\Omega} [\psi_m \psi_n \nabla f(p) \cdot \mathbf{e}_{\alpha} \nabla f(p) \cdot \mathbf{e}_{\beta}] dp = \iint_{\Omega} [g(p) - f(p)] \psi_n \nabla f(p) \cdot \mathbf{e}_{\alpha} dp. \quad (2.14)$$

Ce système peut s'écrire sous une forme plus compacte :

$$Ma = b. \quad (2.15)$$

La particularité de Corréli réside dans l'utilisation des fonctions Q4P1, classiques des éléments finis, pour les inconnues ψ_n . Elles sont écrites sur le carré $[0,1]^2$ sous la forme $(1-x)(1-y)$, $x(1-y)$, $y(1-x)$ et xy . L'avantage de cette représentation est qu'elle est comparable à une discrétisation éléments finis. L'équation 2.15 peut alors s'écrire pour chaque élément Ω_e du domaine Ω ce qui permet d'obtenir une matrice M_e et un vecteur b_e associés à chaque élément. Ces matrices et vecteurs sont ensuite assemblés pour former la matrice M et le vecteur b globaux du domaine. Ces éléments sont habituellement nommés ZOI (Zone Of Interest).

Une méthode de résolution de système linéaire optimisée est alors utilisée. Cependant, la formulation classique aux points de Gauss ne peut pas être employée ici en raison de l'irrégularité de l'image. L'ajout d'une interpolation sub-pixel rend alors possible la résolution de ce problème en utilisant une décomposition de Fourier de l'image permettant de déterminer une fonction C_∞ qui passe par toutes les valeurs connues de f . L'utilisation de l'algorithme FFT (the Fast Fourier Transform) rend ce calcul très rapide. Il persiste toutefois un inconvénient puisque cette méthode ajoute des oscillations près des bords dues à l'hypothèse de périodicité nécessaire pour la transformée de Fourier. La solution retenue par l'équipe du LMT-Cachan [HIL 02] est l'emploi d'une procédure de « edge-blurring » permettant de limiter ces effets néfastes.

► **Quelques résultats de la méthode** - La figure 2.24 représente la courbe de comportement obtenue lors d'un essai de traction sur tube par cette méthode. Deux tailles de ZOI ont été utilisées : 32 et 64 pixels de côté ce qui correspond à 258 et 516 μm . Les deux résultats sont sensiblement identiques. La seule différence est située dans le temps de calcul qui est bien plus court pour une ZOI de 64 pixels de côté puisqu'il y a moins de ZOI sur la ROI dans ce cas là. De manière générale, pour obtenir la courbe de comportement d'un matériau par corrélation d'images, il est conseillé d'utiliser une grande taille de ZOI qui permet un calcul plus rapide et un meilleur résultat.

Il est important de remarquer à ce stade de l'étude que l'effet de courbure imputable au tube est négligé pour l'ensemble des calculs de corrélation d'images. Cet effet, n'est présent que lors de la mesure du comportement circonférentiel et sera discuté dans la section 3.3.

Le principal avantage du logiciel Corréli est qu'il permet l'obtention des champs de déplacement et de déformation sur la totalité de la ROI utilisée. La figure 2.25 présente les champs de déplacement et de déformation longitudinaux et circonférentiels sur une ROI de dimension $5,66 \times 8,24 \text{ mm}^2$, toujours sur la texture 3-02bis. Ces champs ont été obtenus avec une ZOI de 16 pixels (=129 μm).

Les champs de déformations peuvent donner une indication sur l'endommagement du matériau. En effet, si une fissure apparaît dans la zone d'observation de la corrélation d'images, des sauts de déformations se forment. Ces sauts sont représentés par des zones blanches sur le champ. Cependant, toutes les zones blanches n'indiquent pas nécessairement des fissures puisque la forme de la texture va également influencer le champ de déformation, surtout au niveau des croisements des fils.

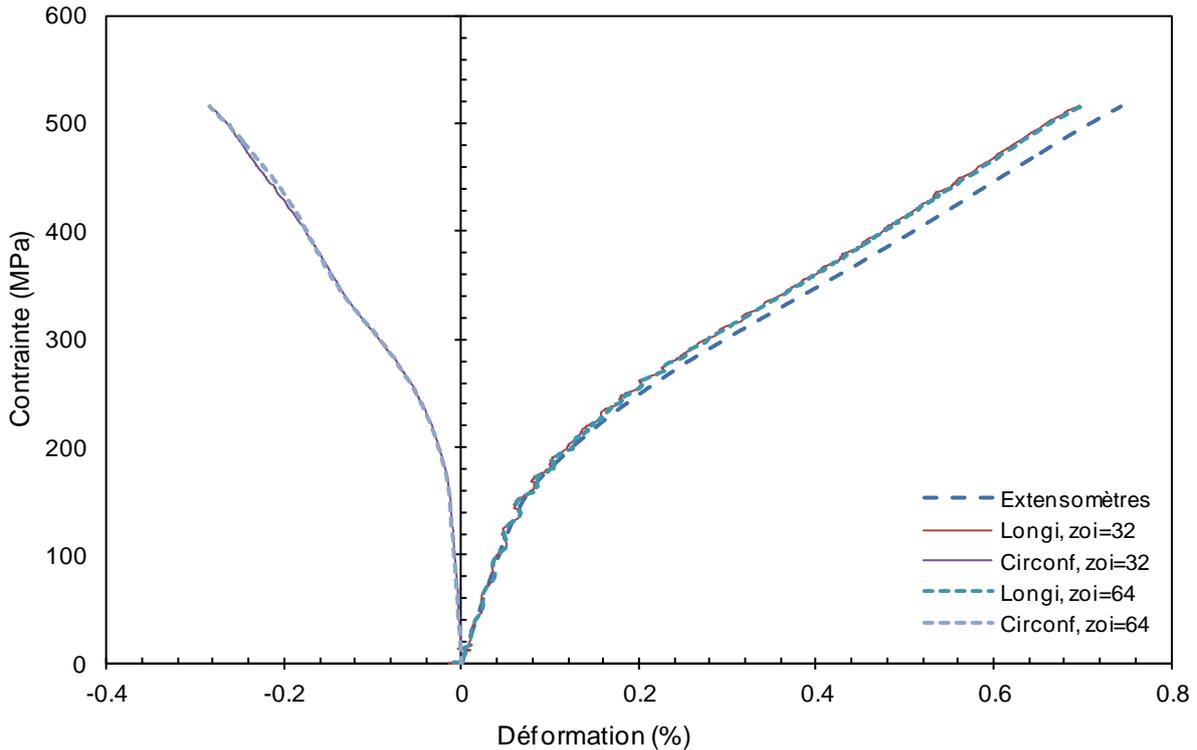


Figure 2.24 - Courbe de comportement en traction d'un tube (texture 3-02bis) obtenue avec Corréli. Comparaison avec les déformations mesurées par extensométrie de contact.

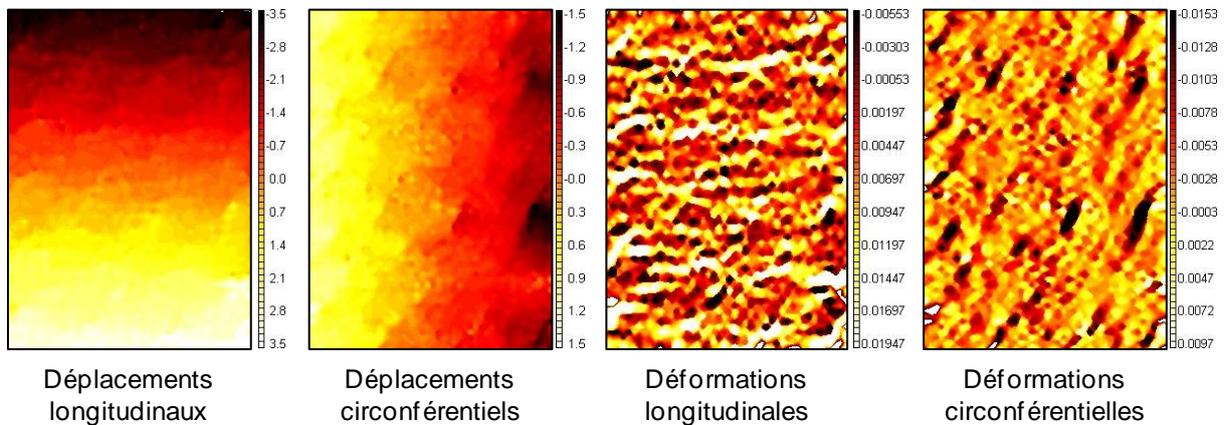


Figure 2.25 - Exemples de champs de déplacement et de déformation obtenus à un chargement de 516 MPa.

3.1.2 CorrelIS

► **Principe de la méthode** - L'algorithme utilisé ici est sensiblement plus simple à mettre en œuvre que la méthode employée par Corréli. En effet, il s'agit également d'une technique de minimisation au sens des moindres carrés mais utilisant des fonctions ψ_n plus simples [CAS 11b]. On pose directement u de la forme suivante :

$$\begin{cases} u_x(x, y) = u_x^0 + u_{x,x}x + u_{x,y}y \\ u_y(x, y) = u_y^0 + u_{y,x}x + u_{y,y}y \end{cases} \quad (2.16)$$

Avec seulement six constantes à trouver, la minimisation devient très rapide et précise. Contrairement à Corréli, l'algorithme implanté dans CorrelS ne redécoupe pas le domaine spatial utilisé et par conséquent ne découpe pas la ROI en ZOI. Le temps de calculs est de ce fait plus court : de plusieurs minutes pour Corréli, celui-ci est réduit à quelques secondes avec CorrelS. En revanche, la méthode ne fournit pas les champs de déformation de la ROI mais uniquement des valeurs moyennes. Notons également qu'il existe une version de CorrelS nommée CorrelC qui permet l'obtention des champs de déplacement mais au détriment du temps de calcul.

► **Quelques résultats de la méthode** - La figure 2.26 présente une comparaison entre les résultats de calculs effectués avec Corréli et CorrelS sur la même texture et la même ROI.

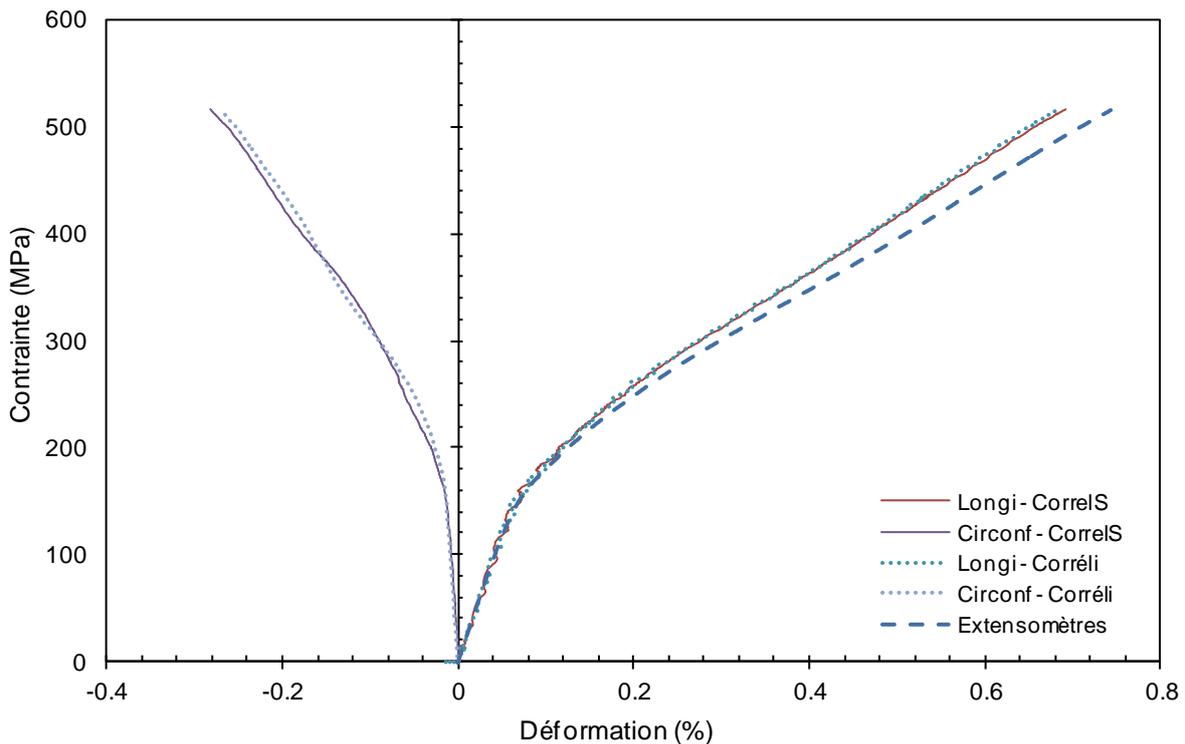


Figure 2.26 - Comparaison des deux méthodes CorrelS et Corréli.

Les deux méthodes permettent d'obtenir la même courbe de comportement. Cependant, CorrelS est très nettement plus rapide que Corréli. En effet, pour l'analyse de 763 images avec une ZOI de 64 pixels, Corréli nécessite environ 4 à 5 heures de calcul alors que pour la même taille de ROI, CorrelS ne nécessite plus que 15 minutes. Ainsi, le logiciel CorrelS sera utilisé par défaut pour obtenir les courbes de comportement et le logiciel Corréli lorsque les champs de déplacement et de déformation devront être précisés.

Par ailleurs, étant donnée la vitesse de calcul de la méthode CorrelS, il est possible d'étudier facilement l'influence de la taille de ROI sur la courbe de comportement. Ainsi, la figure 2.27 reporte les courbes de comportement obtenues avec des ROI de différentes dimensions (la largeur et la hauteur prenant tour à tour les valeurs de 2, 4 et 6 mm).

Les résultats obtenus montrent que l'amélioration du comportement dans une direction est directement liée à la taille de ROI dans cette même direction. Ainsi, une ROI plus « haute » améliore le comportement longitudinal alors qu'une ROI plus « large » améliore le comportement circonférentiel. Les courbes révèlent également qu'il est important de travailler avec des images suffisamment résolues dans les deux directions pour s'assurer d'avoir le bon comportement du

matériau. La résolution minimale dépend de la texture considérée ainsi que du zoom et de la résolution employés lors de la prise d'image.

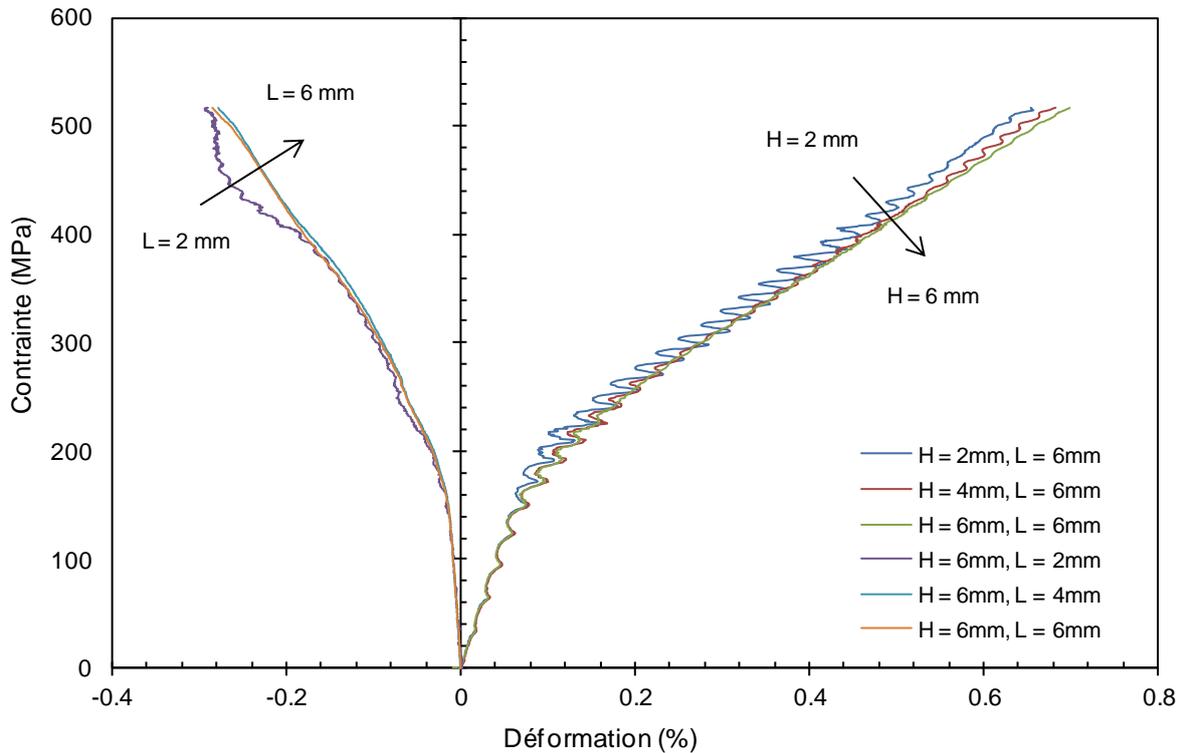


Figure 2.27 - Courbes de comportement de la texture 3-02bis en fonction des dimensions de la ROI.

Compte tenu de la vitesse rapide de calcul, il est décidé pour la suite d'utiliser une ROI de dimension la plus grande possible pour toutes les mesures de l'étude. De ce fait, nous nous assurons de la validité des courbes de comportement, qui seront par ailleurs également moins bruitées qu'avec une ROI de dimension plus faible.

3.2 AJOUT DE LA DIMENSION TEMPORELLE

Les logiciels de corrélation spatiale permettent déjà d'obtenir les courbes de comportement des matériaux testés, cependant, selon les architectures étudiées (ou les mouchetis réalisés si besoin), ces courbes sont souvent trop bruitées pour permettre un accès précis aux propriétés mécaniques. Par exemple, la figure 2.28 présente un zoom sur la zone élastique linéaire de la courbe de comportement de la texture 3-02bis. Il est évident que les oscillations de ces courbes ne permettent pas d'obtenir le module d'élasticité du composite avec une grande précision. Ainsi, la considération de la dimension temporelle dans les équations de corrélation doit permettre d'affiner les courbes obtenues et réduire par conséquent, l'écart-type et l'erreur sur les propriétés mécaniques recherchées.

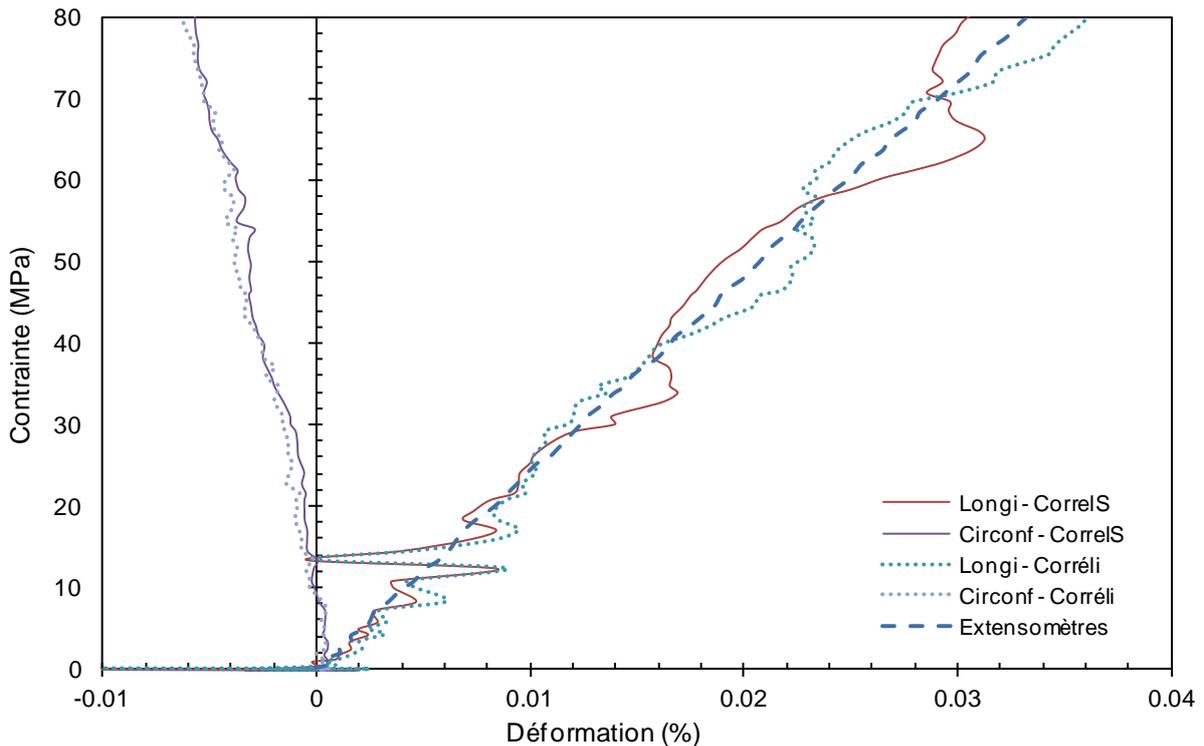


Figure 2.28 - Zoom sur la partie élastique linéaire de la figure 2.26

3.2.1 Corrélation spatio-temporelle

La méthode de corrélation spatio-temporelle mise au point par Étienne Castelier [CAS 11a] est dérivée de la méthode employée par le logiciel CorrelS. Il suffit d'ajouter un terme dépendant du temps dans l'équation 2.18 pour obtenir :

$$\begin{cases} u_x(x, y) = u_x^0 + u_{x,x}x + u_{x,y}y + u_{x,t}t \\ u_y(x, y) = u_y^0 + u_{y,x}x + u_{y,y}y + u_{y,t}t \end{cases} \quad (2.17)$$

Le domaine d'intégration doit également être ajusté en ajoutant une fenêtre temporelle centrée sur la date t_0 avec une amplitude Δt au domaine spatial déjà défini. Il se met alors sous la forme suivante :

$$D_t = \Omega \times \left[t_0 - \frac{\Delta t}{2}; t_0 + \frac{\Delta t}{2} \right]. \quad (2.18)$$

Le reste de la résolution est identique. Cette nouvelle version sera nommée CorrelST pour la suite de l'étude. Les résultats obtenus par cette méthode sur la texture 3-02bis sont présentés sur la figure 2.29 où une amplitude $\Delta t = 20$ secondes (20 images) a été considérée. La superposition des courbes traitées par les méthodes de corrélation spatiale est également reportée. L'amélioration apportée par la dimension temporelle est très significative.

Le principal inconvénient de cette méthode réside dans les temps de calcul. En effet, la détermination des inconnues $u_{x,t}$ et $u_{y,t}$ pour une image donnée nécessite des calculs sur toutes les images de la fenêtre temporelle. Ceci multiplie d'autant les temps qu'il y a d'images dans la fenêtre temporelle.

L'obtention de la totalité de la courbe de comportement nécessite alors 5 heures de calcul. Ce problème peut être résolu en utilisant un filtre temporel externe.

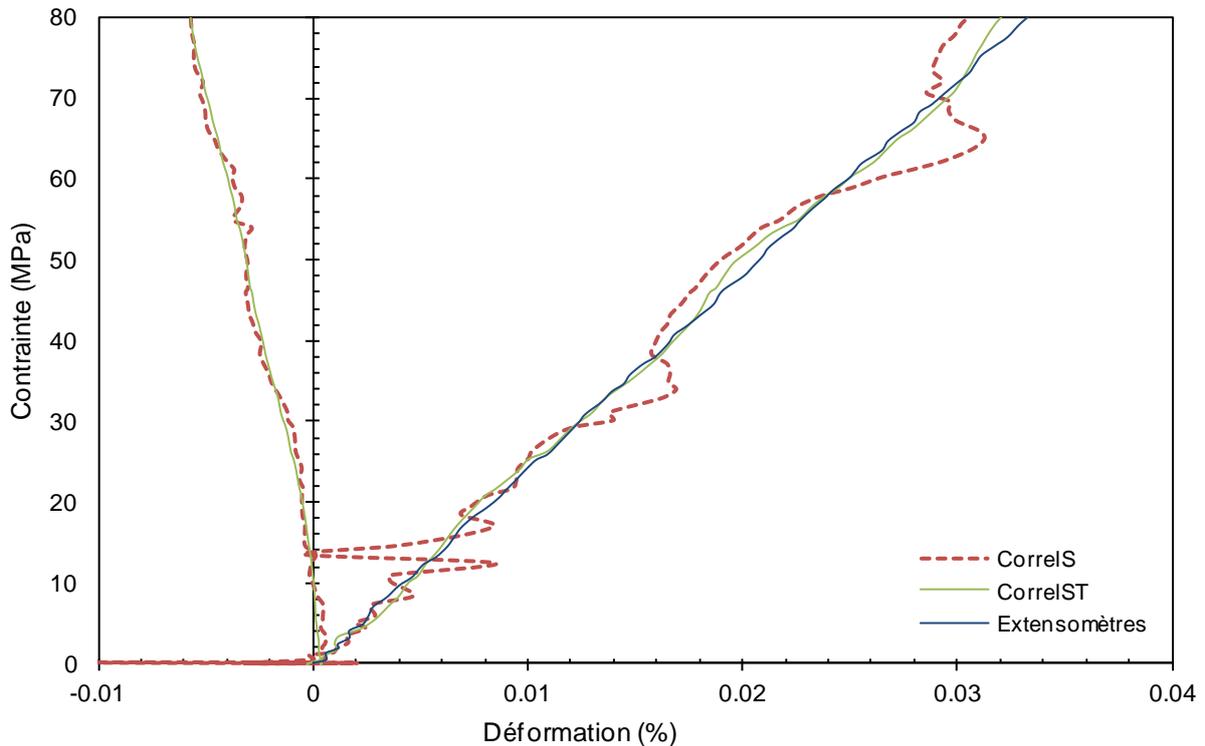


Figure 2.29 - Résultat de la corrélation spatio-temporelle CorrelST pour une durée de 20 s. Confrontation des résultats obtenus avec la méthode de corrélation spatiale CorrelS.

3.2.2 Filtrage temporel externe

Une alternative à la corrélation spatio-temporelle consiste à traiter le signal en effectuant une moyenne mobile glissante d'amplitude Δt sur la courbe obtenue par CorrelS. Le filtre effectue une régression linéaire par minimisation au sens des moindres carrés sur un certain nombre de points compris dans le domaine temporel choisi et permet de corriger la valeur du point traité. La figure 2.30 présente les résultats de cette procédure sur la texture 3-02bis pour une amplitude de 20 secondes et les compare aux courbes obtenues avec une corrélation spatio-temporelle (CorrelST).

Les courbes obtenues par le filtrage temporel sont superposées à celles obtenues par la corrélation spatio-temporelle avec un avantage majeur : le temps de calcul nécessaire pour le filtrage est négligeable (quasiment instantané). Cette méthode couple donc les avantages de CorrelS et de CorrelST.

A ce stade, il est intéressant de se demander quelle est l'influence de l'amplitude du filtre temporel sur les résultats. La figure 2.31 présente cinq courbes obtenues pour plusieurs amplitudes différentes (2, 10, 20, 100 et 300 secondes).

Plus l'amplitude est élevée, plus la courbe de comportement va tendre vers une droite en raison de la régression linéaire utilisée par le filtre. Il est difficile de déterminer l'amplitude de filtrage optimale, c'est-à-dire celle qui permet d'obtenir une zone élastique vraiment linéaire sans pour autant détériorer la partie correspondant à l'endommagement.

Cependant, il existe une routine implémentée dans le logiciel Matlab® qui permet de réaliser un traitement sur un signal donné. Ce filtrage est équivalent au filtrage mentionné jusqu'ici mais permet

de réaliser des régressions quadratiques plutôt que linéaires ce qui dégrade moins le signal d'entrée. Un exemple d'application de cette routine est fourni sur la figure 2.32. Il s'agit de la même courbe de comportement que celle de la figure 2.30. Cette routine a été utilisée sur l'ensemble des courbes de corrélations présentées dans la suite de ce mémoire.

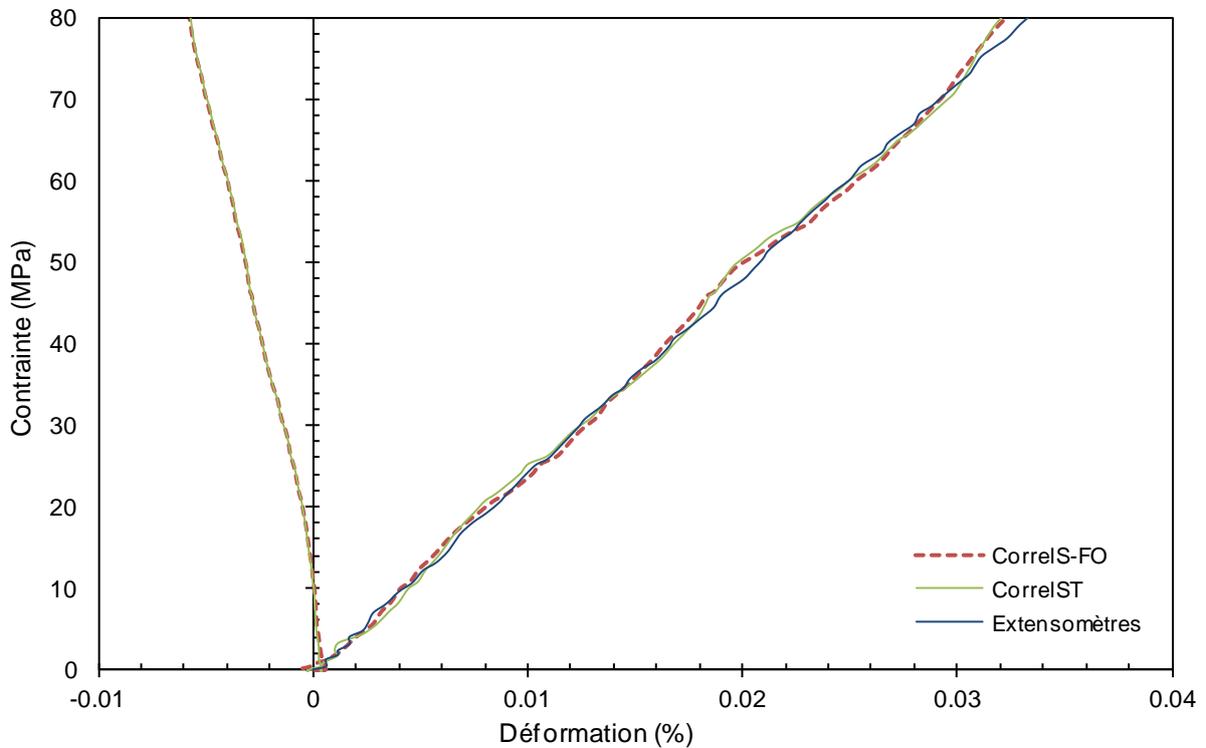


Figure 2.30 - Résultats du filtre temporel externe sur les courbes de CorrelS et comparaison avec les résultats de la corrélation spatio-temporelle.

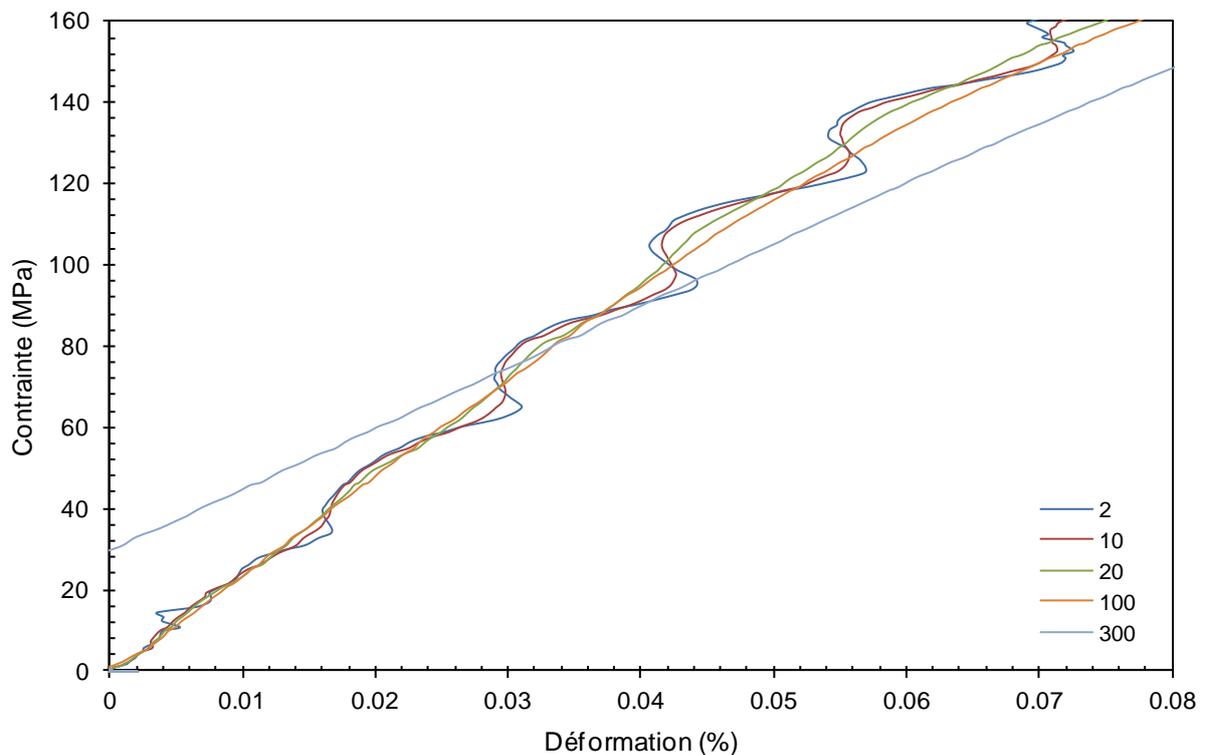


Figure 2.31 : Influence de l'amplitude du filtrage temporel sur la courbe de comportement.

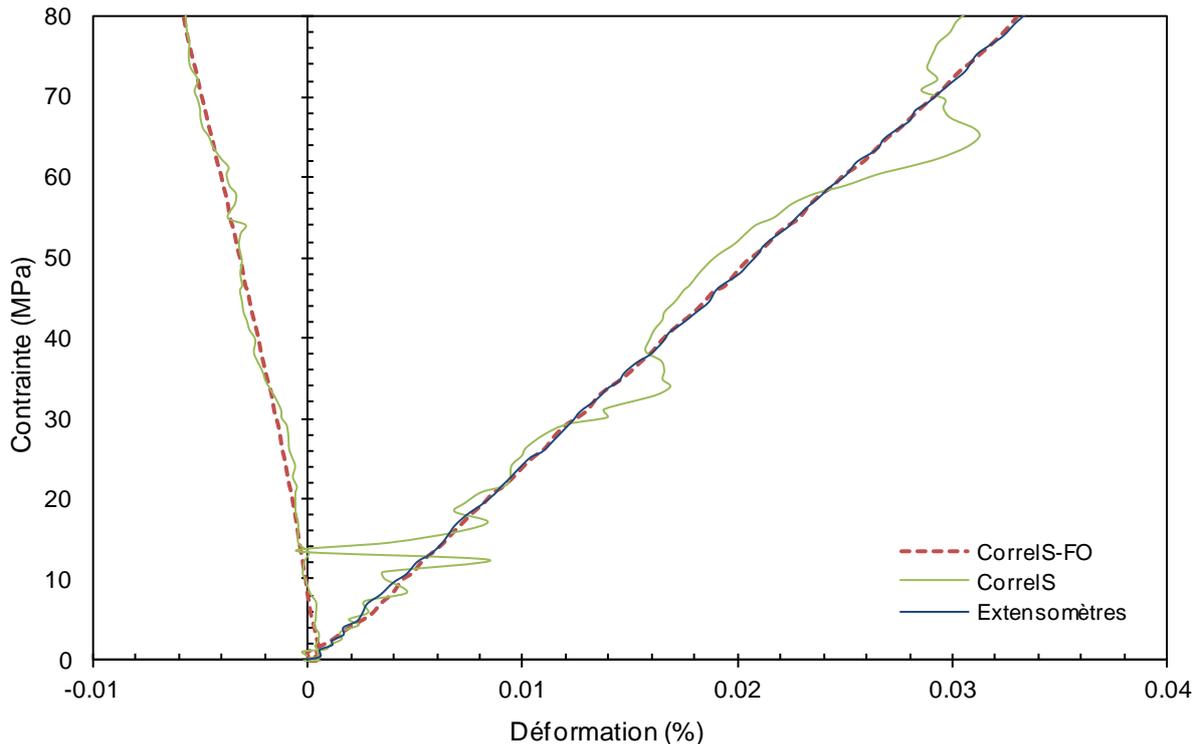


Figure 2.32 - Résultats du lissage grâce à la routine « smooth » de matlab.
Comparaison avec les résultats de CorrelS bruts et les extensomètres.

3.3 CONDITIONS PARTICULIERES POUR L'UTILISATION DE LA CORRELATION D'IMAGES SUR TUBES

3.3.1 Vérification de l'effet de la géométrie sur les mesures

Lors des premiers essais de pression interne, les courbes de comportement obtenues par les jauges de déformation et par la corrélation d'images présentaient un écart important. Les causes pouvant expliquer cet écart peuvent être liées à l'effet de la courbure du tube ou à l'équipement utilisé pour la prise des images.

Avant de remettre en cause l'équipement utilisé, l'effet de la structure sur la mesure des déformations par corrélation d'images a été vérifié. Pour cela, une anamorphose a été réalisée pour considérer la courbure du tube dans les calculs de corrélation. En effet, la mesure des déformations sur une surface courbe par une seule caméra n'est pas évidente à analyser et pourrait contenir des erreurs liées à la projection d'une surface 3D sur une image 2D.

Le calcul d'anamorphose permet d'ajouter dans les calculs de corrélation d'images un coefficient prenant en compte le rayon de courbure de la structure. En pratique, une fois le milieu du tube repéré, plus la zone observée est loin de ce milieu et plus ce coefficient devient grand.

L'anamorphose peut s'effectuer à deux niveaux, soit en faisant intervenir les déformations mesurées, soit en utilisant directement les déplacements et en recalculant les déformations associées. Les deux cas ont été étudiés.

3.3.1.1 Anamorphose en déformation

Pour ce calcul, les déformations mesurées par corrélation d'images sont modifiées pour correspondre aux déformations réelles du tube. Le schéma suivant (figure 2.33) illustre la projection employée où ε' représente les déformations sur la photographie et ε les déformations réelles sur le tube.

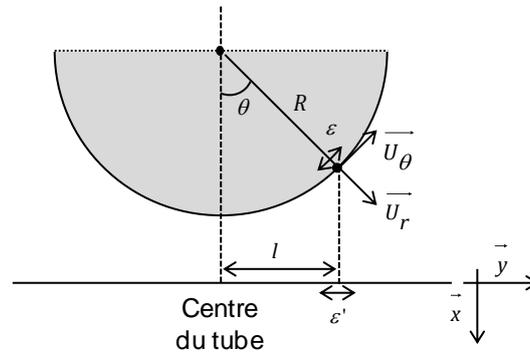


Figure 2.33 - Schéma de projection tube/plaque.

En négligeant la déformation selon l'axe u_r et en projetant la déformation de l'image sur le tube, on obtient l'équation suivante :

$$\varepsilon'_{circonf} = \varepsilon_{circonf} * \cos(\theta). \quad (2.19)$$

Ce qui permet de déduire :

$$\varepsilon_{circonf} = \varepsilon'_{circonf} \frac{R}{\sqrt{R^2 - l^2}} \quad (2.20)$$

Cette relation a été implémentée dans un calcul de corrélation d'images sur l'essai de pression interne afin de vérifier l'effet de la courbure sur le comportement (figure 2.34). L'effet obtenu montre logiquement une déformation réelle supérieure à celle mesurée sur l'image. Cet écart est bien plus faible que l'écart observé entre la corrélation d'images et les jauges. Cette anamorphose montre donc que l'effet de structure est bien négligeable dans ce cas.

3.3.1.2 Anamorphose en déplacement

L'anamorphose en déformation n'utilise pas les distances « courbes » d'une surface de tube pour calculer les déformations mais des distances « planes » de l'image. Une seconde anamorphose a donc été réalisée en partant non plus des déformations mais directement des déplacements. L'idée est de projeter ces déplacements et de recalculer les gradients réels à partir des projections et de distances mesurées sur la surface du tube. Le schéma de la figure 2.35 présente les différentes grandeurs utilisées dans les équations 2.25 à 2.29.

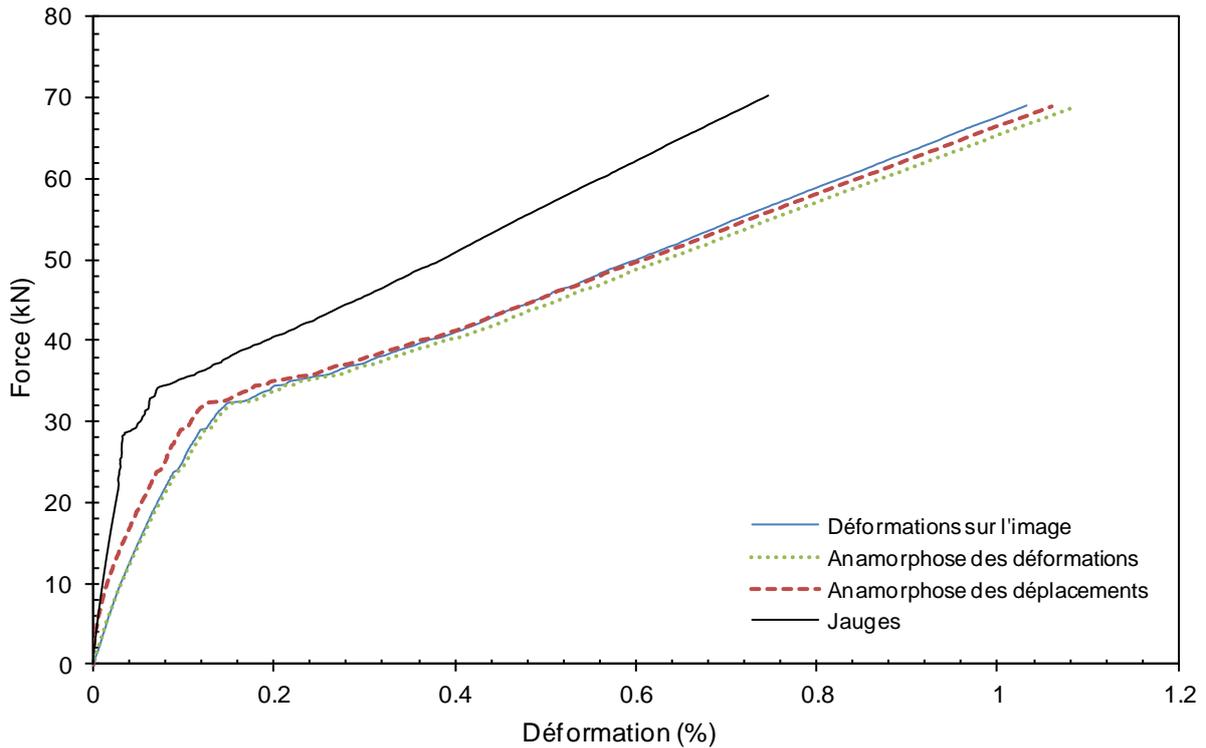


Figure 2.34 - Comparaison entre les déformations mesurées par corrélation d'images et les déformations réelles obtenues par anamorphose.

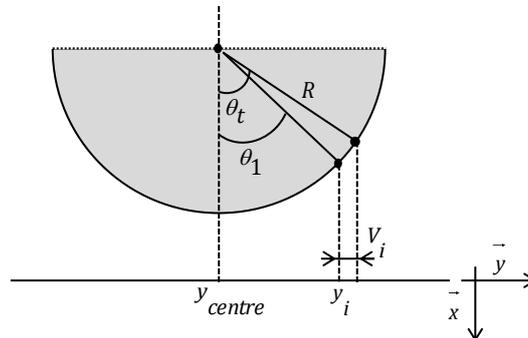


Figure 2.35 - Schéma des projections des déplacements sur un tube.

Le point à la coordonnée y_i possède un déplacement sur l'image V_i . La projection de ce déplacement sur le tube sera donnée par :

$$V_i^{tube} = R * \theta_i = R * (\theta_t - \theta_1). \quad (2.21)$$

Les angles θ_t et θ_1 s'obtiennent à partir de relation géométrique simples :

$$\begin{cases} \sin(\theta_t) = \frac{y_i + V_i - y_{centre}}{R}, \\ \sin(\theta_1) = \frac{y_i - y_{centre}}{R}. \end{cases} \quad (2.22)$$

L'ensemble des angles de ces relations étant compris entre $-\frac{\pi}{2}$ et $\frac{\pi}{2}$, les sinus peuvent être inversés et le déplacement réel est obtenu par la relation :

$$V_i^{tube} = R * \left(\sin^{-1} \left(\frac{y_i + V_i - y_{centre}}{R} \right) - \sin^{-1} \left(\frac{y_i - y_{centre}}{R} \right) \right). \quad (2.23)$$

De plus, la distance entre un point A et un point B utilisée pour calculer la déformation à partir des déplacements peut être obtenue par :

$$l_{\theta}^{A,B} = R * \theta_{A,B} = R * \left(\sin^{-1} \left(\frac{y_B - y_{centre}}{R} \right) - \sin^{-1} \left(\frac{y_A - y_{centre}}{R} \right) \right). \quad (2.24)$$

Les déformations sont obtenues alors en calculant le gradient des déplacements à l'aide des distances $l_{\theta}^{A,B}$:

$$\begin{cases} \varepsilon_{circonf}(1) = \frac{V_2^{tube} - V_1^{tube}}{l_{\theta}^{1,2}}, \\ \varepsilon_{circonf}(i) = \frac{V_{i+1}^{tube} - V_{i-1}^{tube}}{l_{\theta}^{i-1,i+1}} \quad \forall i \in \llbracket 2, n-1 \rrbracket, \\ \varepsilon_{circonf}(n) = \frac{V_n^{tube} - V_{n-1}^{tube}}{l_{\theta}^{n-1,n}}. \end{cases} \quad (2.25)$$

Le comportement obtenu par cette méthode est présenté sur la figure 2.34. L'écart obtenu est du même ordre de grandeur que celui obtenu par anamorphose de déformation. Ce comportement surestime toujours très grandement les déformations mesurées par les jauges. En conclusion de ce calcul analytique, l'effet du rayon de courbure de la structure sur la mesure des déformations par corrélation d'images est négligeable devant l'écart observé avec les jauges.

Par ailleurs, cette même comparaison a été effectuée à l'aide de calculs éléments finis au CEA de Saclay (L. Gélébart). Ils montrent alors que l'effet de la structure est négligeable tant que la sollicitation est effectuée dans les axes du matériau (longitudinal ou circonférentiel). Dès lors que la structure est sollicitée en torsion, cet effet devient plus important.

3.3.2 Mise en place d'un objectif télécentrique

Etant donné que le biais de mesure ne provient pas de la technique de corrélation, il doit obligatoirement provenir de l'équipement utilisé. En effet, il apparait que notre objectif photographique (objectif standard AF micro Nikkor 60mm) n'est pas adapté à cette application. Lors des essais mécaniques la structure tubulaire se déforme et se déplace (mouvements de corps rigide) devant l'objectif ce qui fait varier son agrandissement et des déformations parasites apparaissent sur les photographies. Ces déformations sont bien sur très petites (imperceptibles à l'œil nu) mais restent de l'ordre des déformations du matériau. Il en résulte une mesure par corrélation d'images surestimant les déformations circonférentielles réelles. Il est possible que ces déformations parasites modifient également le comportement longitudinal mesuré mais dans ce cas là, les déformations du matériau sont bien plus grandes et ces erreurs se retrouvent noyées dans le bruit de mesure.

Un objectif adapté à la corrélation d'images sur surfaces courbes a ainsi été acquis auprès de la société italienne Opto-engineering située à Montova. Le principe de fonctionnement de cet objectif peut être consulté sur leur site internet⁴. Cet objectif possède une entrée de lumière en faisceau parallèle contrairement aux objectifs classiques qui ont en entrée un cône de lumière. Les principaux avantages de ces objectifs télécentriques résident dans le fait qu'ils n'ont pas de vision de la perspective. Ainsi l'image observée est une parfaite projection 2D des objets présents devant l'objectif. De plus, il n'y a presque pas de déformations parasites sur l'image. Enfin, du fait d'une entrée de lumière en faisceau parallèle, ces objectifs possèdent un grandissement constant. Ainsi, lors des déformations des tubes, les images ne devraient pas être déformées par l'équipement optique.

Les essais de pression interne suivant ont montré que cet appareil résolvait les problèmes rencontrés précédemment en supprimant complètement l'écart présent entre les jauges de déformation et la corrélation d'images. La figure 2.36 présente une courbe de comportement obtenue avec cet outil sur un tube de texture 3-02bis. Cet essai sera détaillé dans le chapitre 3 mais permet de confirmer ici l'utilité d'un objectif télécentrique.

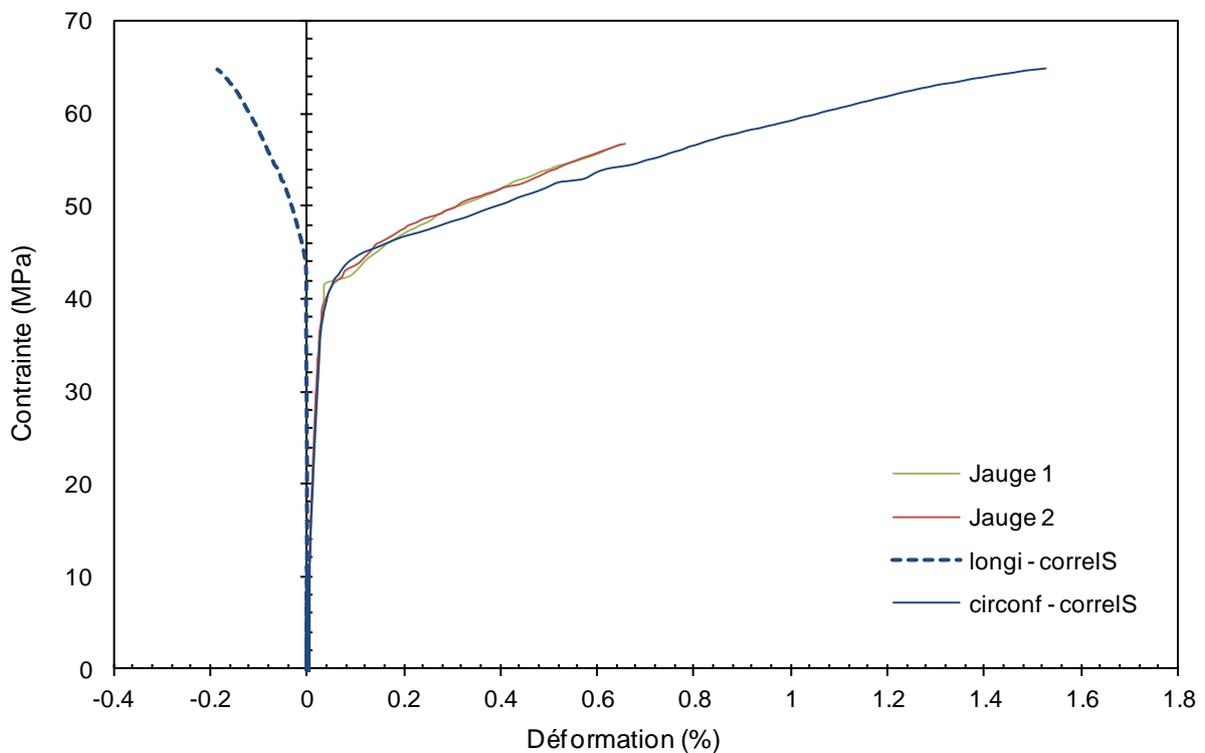


Figure 2.36 - Essai de pression interne sur un tube de texture 3-02bis. Comparaison des jauges et de la corrélation d'images avec objectif télécentrique.

4 CONCLUSIONS DU CHAPITRE

Ce chapitre a présenté le développement de l'ensemble des procédures expérimentales. Deux moyens d'essai appropriés à la caractérisation d'éprouvettes CMC tubulaires à température ambiante ont été développés et adaptés sur les machines du laboratoire.

⁴ <http://www.opto-engineering.com/telecentric-lenses-tutorial.html>

Le premier correspond à un essai de traction uniaxiale. Les céramiques ne possédant pas de mécanisme d'accommodation, un système d'alignement a été développé afin de supprimer toutes déformations parasites telles que de la torsion ou de la flexion pouvant survenir lors des essais. Un soin particulier doit être apporté à la préparation des éprouvettes (collage de talons pour le serrage dans les mors). Les déformations sont suivies par extensométrie mécanique et optique. Un capteur d'émission acoustique permet de déterminer le début de l'endommagement du matériau.

Cette procédure ainsi que l'instrumentation ont été validés sur un matériau de référence dont les propriétés sont connues (alumine). Le calcul des contraintes fait intervenir une section de l'échantillon dont le rayon interne est pris égale au rayon du mandrin utilisé pour le tressage tandis que le rayon externe est mesuré par profilométrie optique. Ce protocole d'essai est proposé à la normalisation (ISO) [ISO 14].

Le second moyen d'essai permet de solliciter les tubes en pression interne. Ce dispositif a été développé par le CEA de Marcoule et adapté sur la machine de traction du laboratoire. De l'huile est mise sous pression à l'aide d'un piston relié à la traverse mobile du bâti et est envoyée dans un manchon élastomère présent dans le composite. La pression est alors transmise au composite à travers le caoutchouc. Ces essais sont instrumentés de la façon suivante :

- Deux jauges de déformations de type Vishay de référence CEA-350UW-350 placées dans le sens circonférentiel sur la surface externe du tube.
- De la corrélation d'images sur une zone centrale de la surface de l'échantillon.
- Un capteur d'émission acoustique afin de déterminer la limite élastique de la structure.

Un essai préliminaire a été réalisé en traction afin de déterminer la taille de jauge adaptée au matériau testé. Le montage ainsi que l'instrumentation ont été éprouvés sur un composite 2D trois couches équilibré déjà testé à Marcoule. Les contraintes circonférentielles sont obtenues à partir d'une formule dérivant des équations d'équilibre local de la mécanique. Cette formule relie la contrainte circonférentielle à la pression interne et à la géométrie de l'éprouvette. Il a été prouvé que l'effet du manchon est négligeable ici. Le protocole d'essai de pression interne devrait également être proposé à la normalisation ISO d'ici 2015.

Ensuite, la technique de corrélation d'images a été améliorée afin de diminuer les incertitudes sur les mesures. La procédure retenue fait intervenir un calcul classique de corrélation d'images puis un lissage par un filtrage temporel assurant une courbe très lisse.

Finalement, après vérification par anamorphose de la capacité de cette technique de suivi des déformations à mesurer les champs de déplacements sur une surface courbe, l'optique employé pour la capture d'images a été modifié. L'objectif macro utilisé initialement a été remplacé par un objectif télécentrique qui est bien plus adapté à notre besoin puisqu'il possède un faisceau parallèle entrant de lumière lui accordant un grandissement constant et une visualisation sans perspective. Ceci permet de supprimer les déformations usuelles de l'image. Cet objectif supprime totalement les écarts observés jusqu'ici entre jauges de déformation et corrélation d'images.

Avec l'ensemble des procédures expérimentales développées, il est à présent possible d'envisager la caractérisation des tubes CMC. Ceci est l'objet du chapitre suivant.

CHAPITRE 3

CARACTERISATION MECANIQUE

Dans la continuité du chapitre 2, ce chapitre va s'intéresser à la caractérisation mécanique des tubes composites de l'étude. Le CEA met à disposition une douzaine de tubes possédant des textures différentes, ce qui représente une quantité de travail bien trop importante pour le temps imparti à cette étude. Ainsi, une première discrimination des textures est réalisée dans le but de choisir quelques renforts intéressants vis-à-vis du comportement mécanique. Ce choix sera guidé par la comparaison des propriétés mécaniques en traction monotone des différents tubes.

Dans un premier temps, les tubes seront soumis à un chargement de traction axiale. Le comportement mécanique résultant des essais monotones et cyclés à température ambiante et leurs reproductibilités seront analysés. Une étude post-mortem fournira de plus amples informations sur la rupture de la structure et des différentes familles de fissuration présentes, ceci menant aux cinétiques de fissuration pour cette famille de matériau.

Ensuite, la traction sur éprouvette barre fera l'objet d'une seconde partie. Il s'agit d'essais standards mais l'objectif est de comparer les réponses mécaniques obtenues avec celles issues des éprouvettes tubulaires.

Enfin, un chargement de pression interne sera appliqué aux éprouvettes tubulaires permettant d'obtenir les propriétés des différentes textures dans le sens circonférentiel. Une fois encore, une analyse post-mortem fournira des informations sur la fissuration du matériau pour ce cas de chargement et les cinétiques de fissuration seront mesurées.

1	CHOIX DE QUELQUES TEXTURES POUR L'ÉTUDE	77
2	ESSAIS DE TRACTION	79
2.1	ESSAIS SUR EPROUVETTES TUBULAIRES	80
2.1.1	Analyse du comportement mécanique	80
2.1.2	Observations post-mortem	87
2.1.3	Mesure des cinétiques de fissuration	92
2.2	ESSAIS SUR EPROUVETTES BARREAUX ET COMPARAISON AUX TUBES	97
2.2.1	Analyse du comportement mécanique	97
2.2.2	Observations post-mortem	101
2.2.3	Mesure des cinétiques de fissuration	106
3	ESSAIS DE PRESSION INTERNE	109
3.1	ANALYSE DU COMPORTEMENT MECANIQUE	109
3.2	OBSERVATIONS POST-MORTEM	112
3.3	MESURE DES CINÉTIQUES DE FISSURATION	116
4	CONCLUSIONS DU CHAPITRE	118

1 CHOIX DE QUELQUES TEXTURES POUR L'ETUDE

Pour cette étude, le CEA a retenu une douzaine de textures dont quelques unes ont été sélectionnées pour la poursuite de l'étude puisqu'il est inenvisageable de toutes les caractériser. Ainsi, seules trois d'entre elles ont été choisies afin d'approfondir l'analyse du comportement mécanique de cette famille de matériau.

Cette sélection s'est opérée en s'appuyant sur la comparaison du comportement mécanique des structures sous une sollicitation en traction monotone à température ambiante.

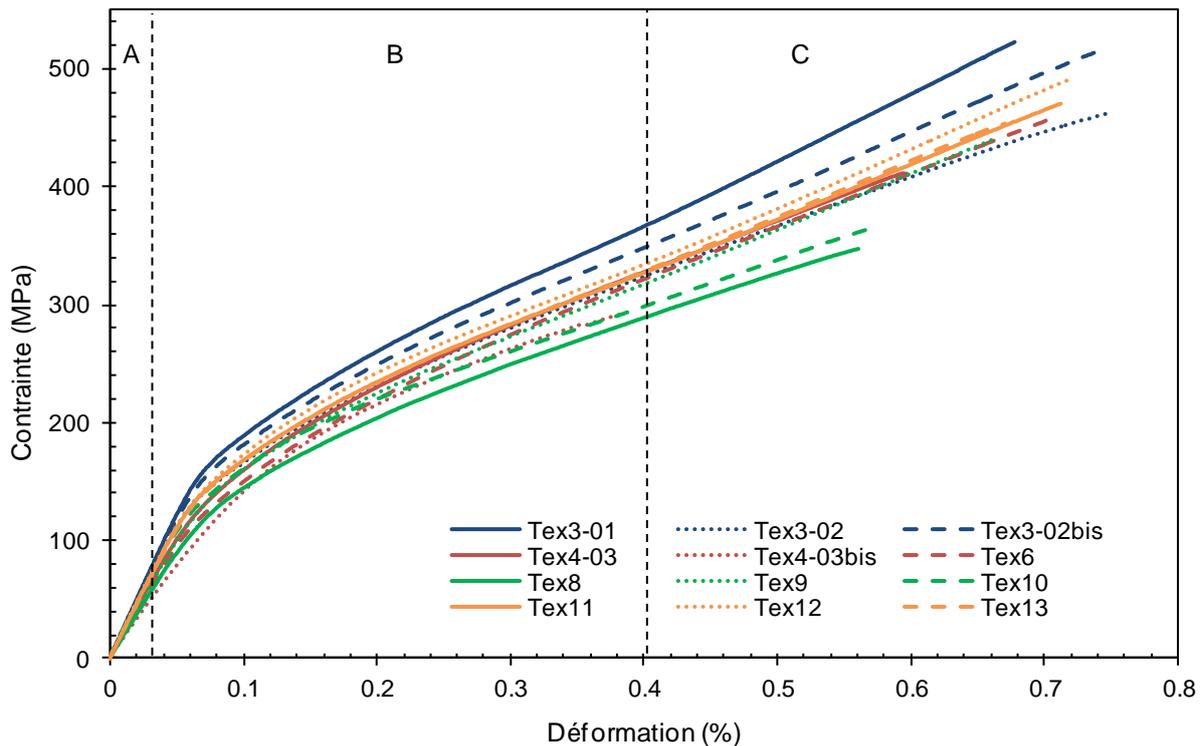


Figure 3.1 - Courbes de comportement en traction à température ambiante des douze textures testées.

La figure 3.1 présente l'ensemble des courbes de comportement obtenues pour les douze textures. Le comportement mécanique mesuré est représentatif de cette famille de matériaux : une zone élastique linéaire de 0 à 0,03% de déformation (A) est suivie par un coude lié à l'endommagement de la matrice jusqu'à saturation de ce phénomène vers 0,4% de déformation (B), puis une seconde zone linéaire est observée correspondant à l'endommagement des fibres jusqu'à rupture de l'éprouvette (C). Les rigidités axiales et les contraintes en limite de zone élastique et à rupture obtenues lors de ces essais ont été reportées sur les histogrammes de la figure 3.2 et de la figure 3.3. A partir de ces données, trois textures particulières sont choisies :

- Si l'on excepte la texture 3-01 (écartée en raison de son angle de tressage trop faible), la texture 3-02bis possède le comportement mécanique le plus élevé en termes de contrainte à rupture et une bonne rigidité axiale en comparaison des autres textures.
- A l'inverse, la texture 8 possède le comportement mécanique le plus faible en termes de contraintes parmi les tresses interlocks testées que ce soit au niveau de la limite élastique ou au niveau de la rupture.
- La texture 12 est également retenue car c'est une texture qui intéresse particulièrement le CEA en raison de son caractère original. Celle-ci possède en outre une contrainte à rupture parmi les plus élevées des textures testées.

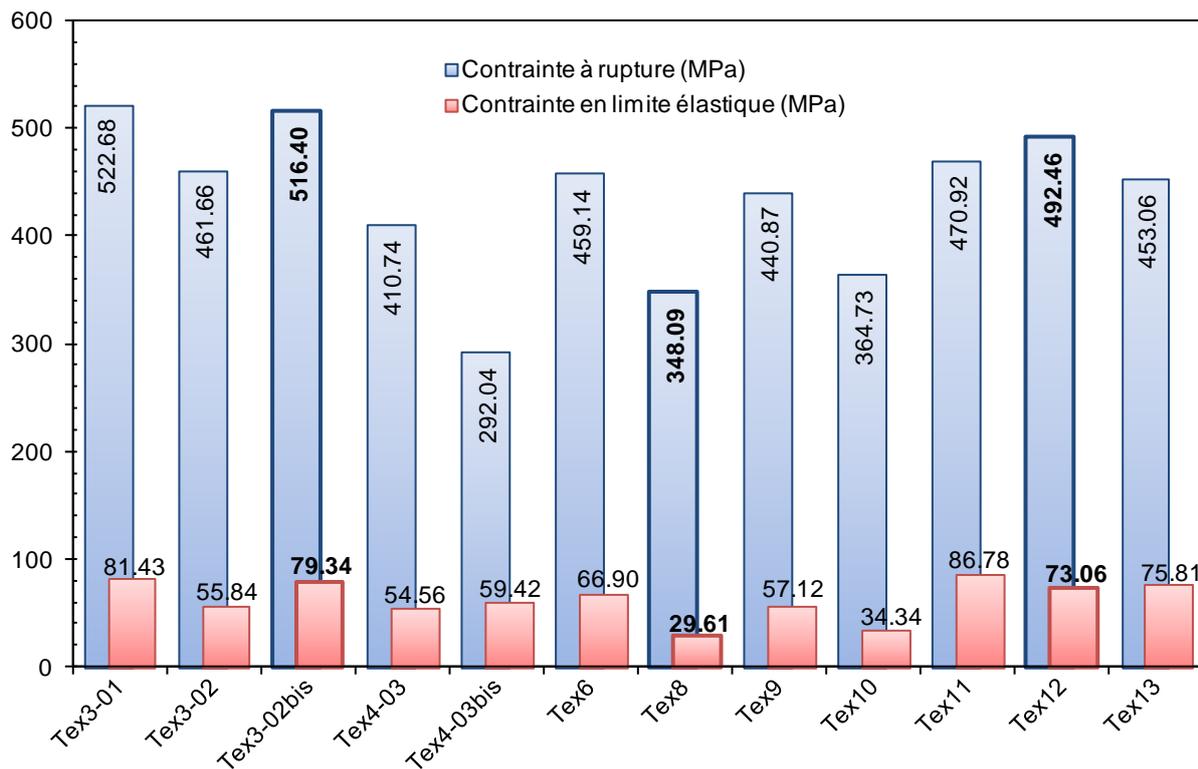


Figure 3.2 - Comparaison des contraintes en limite élastique et à rupture des douze renforts testés.

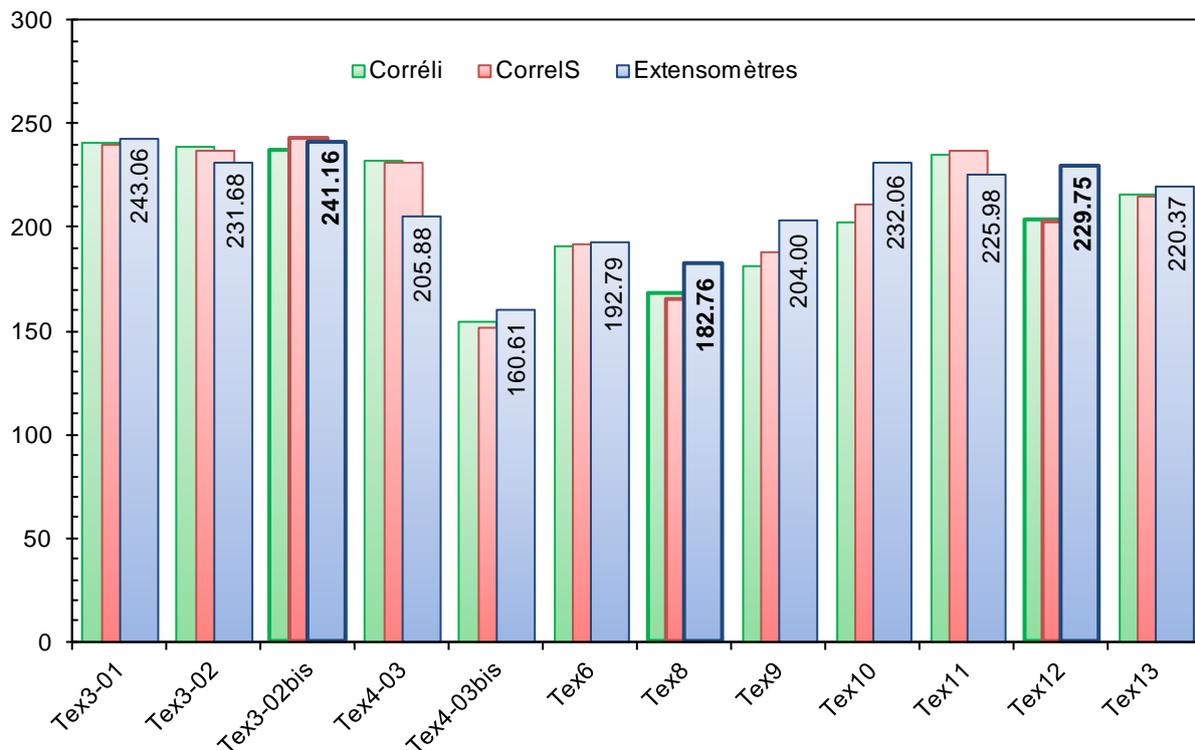


Figure 3.3 - Comparaison entre les rigidités longitudinales mesurées par extensométrie de contact et optique pour les douze renforts étudiés (en GPa).

La figure 3.3 montre une bonne cohérence entre les deux méthodes de corrélation d'images utilisées pour déterminer la rigidité longitudinale des tubes composites. En revanche, la valeur obtenue pour le

module grâce aux relevés des extensomètres de contact n'est pas toujours en bon accord. Cette dernière est une valeur moyenne effectuée à partir de deux relevés réalisés sur les deux tranches de l'éprouvette alors que les images considérées pour la corrélation sont prises entre les deux extensomètres. Ainsi l'écart observé peut provenir de différence de rugosité de surface entre les textures. C'est par exemple le cas de la texture 8. Les mesures par corrélation d'images représentent toutefois une moyenne sur une surface contrairement à la mesure ponctuelle donnée par les extensomètres et seront considérées comme référence dans la suite de l'étude.

Finalement, trois textures différentes ont été sélectionnées parmi les douze fournies par le CEA. Les différences de comportement mécanique en font des structures particulièrement intéressantes à caractériser. L'ensemble des essais réalisés au cours de ces travaux sont résumés dans le tableau 3.1. Les grandeurs mécaniques ingénier obtenues pour ces essais ont été rassemblées dans les tableaux de l'annexe B.

Tableau 3.1 - Récapitulatif des essais envisagés pour la caractérisation des textures sélectionnées.

Type d'essai	Texture	Lot	Objectif
TRACTION SUR TUBE			
cyclée	3-02bis	1	Reproductibilité des mesures pour le lot 1 et mesure du comportement cyclé.
cyclée	8	1	
monotone	12	1	
cyclée	3-02bis	2	Comparaison avec un autre lot. Détermination des cycles, reproductibilité et mesure du comportement cyclé.
cyclée	3-02bis	2	
monotone	8	3	
cyclée	8	3	
monotone	12	2	
cyclée	12	2	
TRACTION SUR EPROUVETTES BARREAUX			
monotone	3-02bis	1	Mesure du comportement et détermination des cycles.
monotone	12	1	
cyclée	3-02bis	2	Mesure du comportement cyclé.
PRESSION INTERNE			
monotone	3-02bis	2	Mesure du comportement et détermination des cycles.
monotone	8	3	
monotone	12	2	
cyclée	3-02bis	2	Reproductibilité des mesures et mesure du comportement cyclé.
cyclée	8	3	
cyclée	12	2	

A présent que le nombre de textures a été réduit et que les essais envisagés sont établis, intéressons nous aux résultats obtenus pour les essais de traction.

2 ESSAIS DE TRACTION

Une des sollicitations dimensionnantes mentionnées était la traction axiale. Il s'agit ici de caractériser mécaniquement la réponse des structures tubulaires et des éprouvettes barreaux à une sollicitation de traction dans le sens longitudinal et de les comparer.

Les tubes devront également être capables de résister à haute température (au-delà de 1000°C) en cas de problèmes accidentels. Or, les machines présentes au laboratoire permettant des essais à ces niveaux de températures ne sont pas adaptées aux éprouvettes à géométries tubulaires. Etudier la transposition du comportement entre les géométries plane et tubulaire à température ambiante peut permettre d'extrapoler la réponse mécanique des tubes à haute température à partir de celle des éprouvettes barreaux. En outre, cette approche permettrait de mettre en évidence la présence ou non d'un quelconque effet de structure.

2.1 ESSAIS SUR EPROUVETTES TUBULAIRES

Dans un premier temps, intéressons nous à la réponse mécanique de structures tubulaires à une sollicitation de traction axiale. Le comportement mécanique résultant des essais réalisés va tout d'abord être analysé, puis des observations post-mortem vont permettre de mieux comprendre l'endommagement des composites tressés interlock et enfin les cinétiques de fissurations seront déterminées.

2.1.1 Analyse du comportement mécanique

Les premiers essais de traction cyclés réalisés sur tube ont montré que les tresses interlock tubulaires possédaient un comportement mécanique élastique endommageable (figure 3.4). Ce comportement diffère en fonction du tressage utilisé, de l'angle de tressage et des proportions volumiques des constituants. Dans un premier temps, intéressons nous à la reproductibilité de ce type d'essai. Puis les essais cyclés seront analysés.

► **Reproductibilité des essais de traction sur tubes** - Les textures 3-02bis, 8 et 12 ont fait l'objet d'un essai de reproductibilité afin de vérifier encore une fois la validité du protocole d'essai mais également pour confirmer la stabilité des matériaux étudiés. La figure 3.4 présente les courbes de comportement contrainte/déformation obtenues et les compare aux premiers essais réalisés sur la texture 3-02bis. La figure 3.5 et la figure 3.6 présentent ces mêmes résultats sur les textures 8 et 12 respectivement.

Lors de ces essais, l'objectif télécentrique n'était pas encore disponible. De ce fait, les mesures du comportement circonferentiel dépendent des déformations des images dues à l'objectif macroscopique utilisé. Ceci mis à part, les comportements longitudinaux montrent une bonne reproductibilité des mesures.

Les textures tressées interlocks testées possèdent donc un comportement mécanique reproductible pour des échantillons du même lot (cf. annexe B pour les valeurs). Cependant, cette reproductibilité n'est plus aussi bonne lorsque deux lots différents sont comparés. La figure 3.7 présente les courbes de contraintes/déformations de deux échantillons de textures 3-02bis du second lot de matériau ainsi qu'une comparaison à un échantillon du lot 1. La figure 3.8 et la figure 3.9 présentent ces mêmes résultats pour les renforts 8 et 12 respectivement.

Des différences comportementales apparaissent lors de la comparaison de deux lots de matériau entre eux. Pour la texture 3-02bis, la contrainte à rupture a chuté de plus de 60 MPa alors que la rigidité axiale est restée inchangée. De plus le comportement circonferentiel présente des déformations résiduelles positives ce qui pourrait être le résultat de contraintes de mise en forme. En revanche, pour la texture 8, la rigidité longitudinale est remarquablement renforcée. De plus, les contraintes et déformations à rupture semblent fortement améliorées pour le troisième lot. Enfin, la texture 12 ne semble pas évoluer entre les deux lots. Les comportements mécaniques sont semblables pour la direction axiale et la direction circonferentielle. Notons ici que les essais sur les

échantillons des lots 2 et 3 ont été réalisés avec l'objectif télécentrique. Les comportements circonférentiels correspondant sont donc exempts des déformations dues à l'outillage optique.

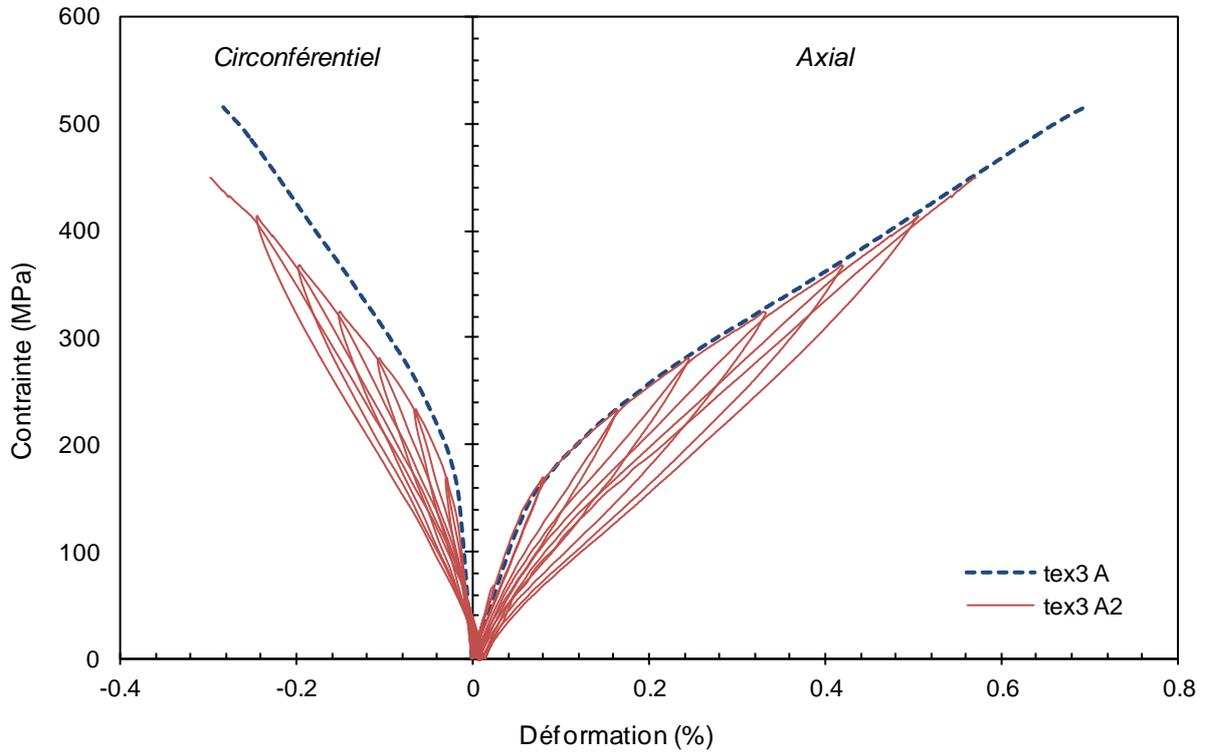


Figure 3.4 - Comportement mécanique en traction cyclée et monotone de la texture 3-02bis du lot 1.

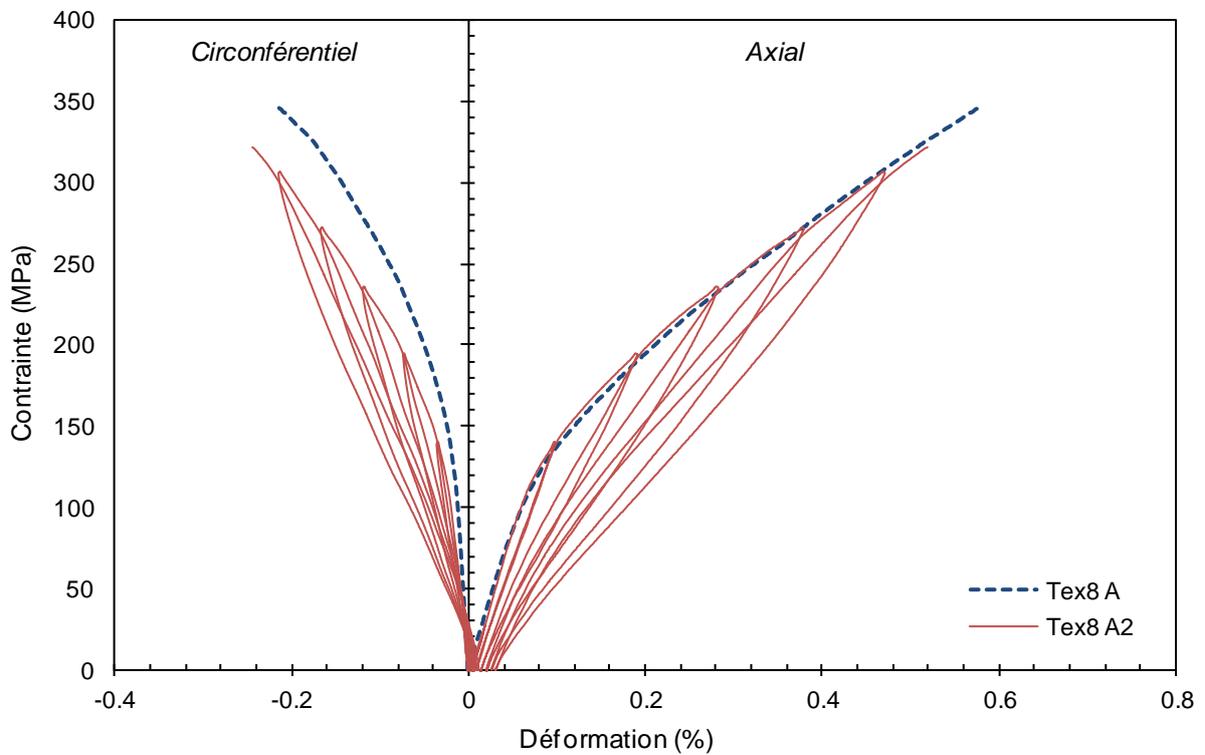


Figure 3.5 - Comportement mécanique en traction cyclée et monotone de la texture 8 du lot 1.

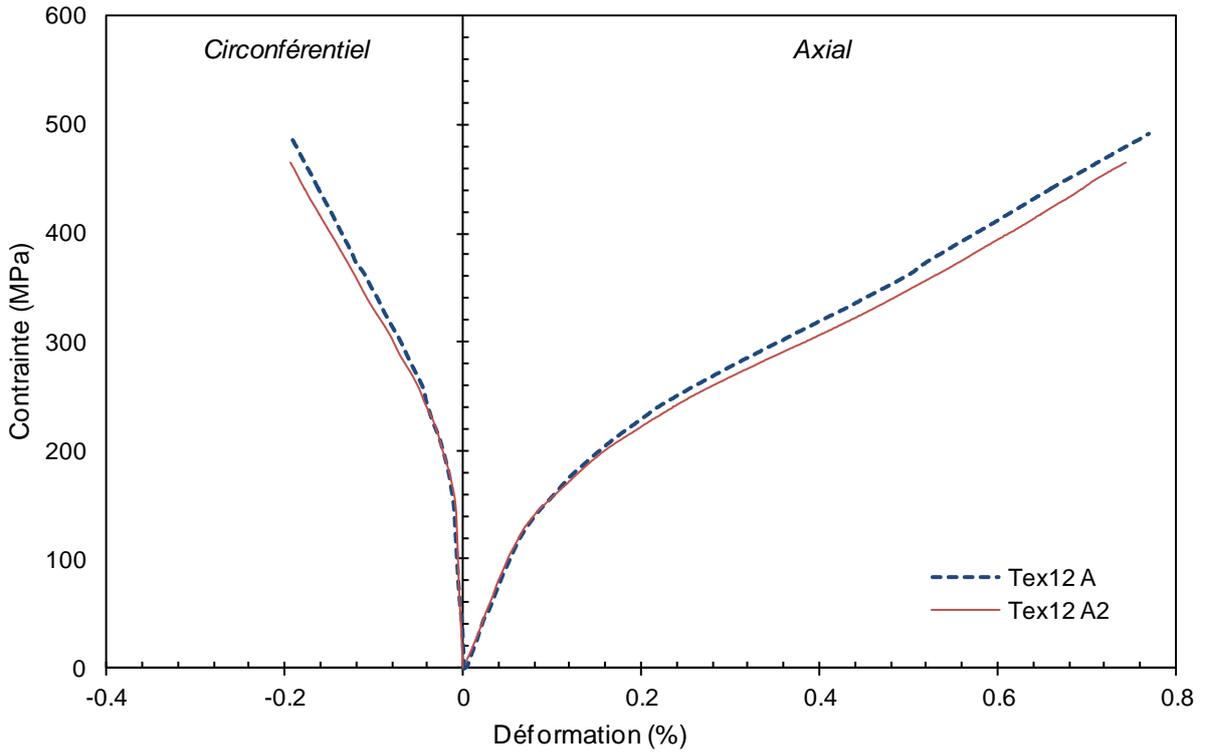


Figure 3.6 - Comportement mécanique en traction monotone de la texture 12 du lot 1.

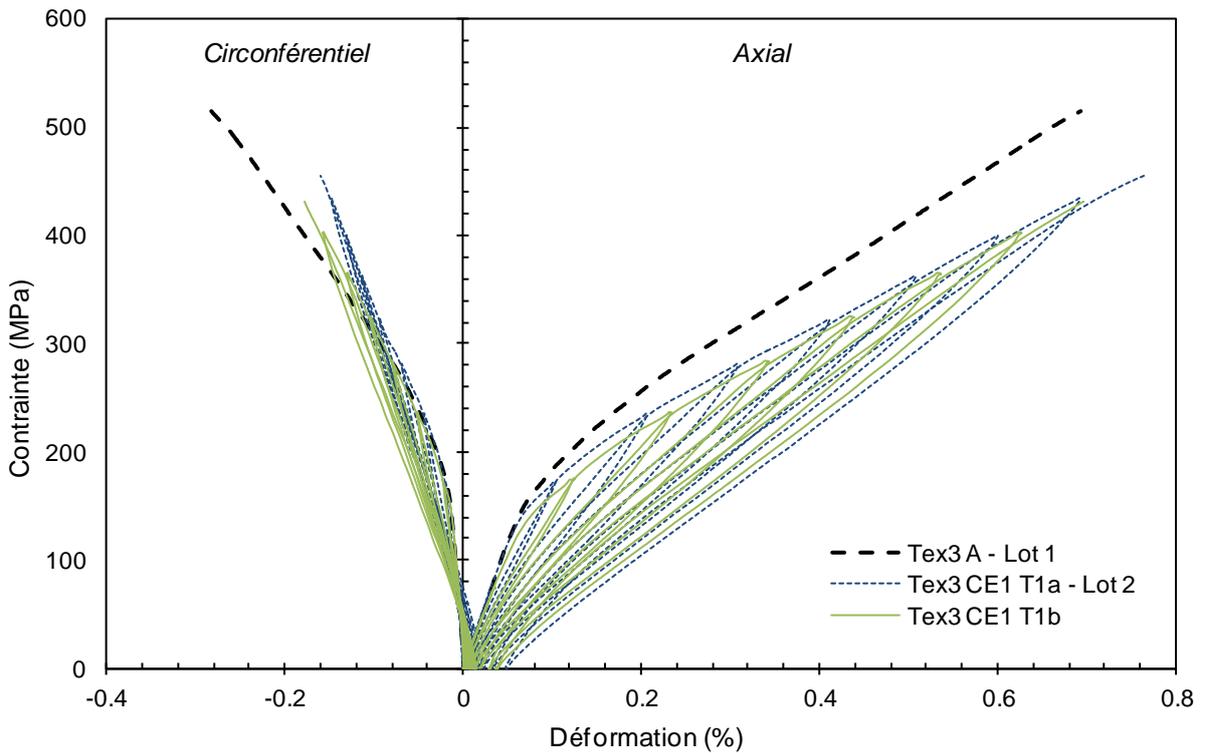


Figure 3.7 - Comportement mécanique en traction cyclée de la texture 3-02bis du lot 2. Comparaison avec le comportement mécanique de la texture 3-02bis du lot 1.

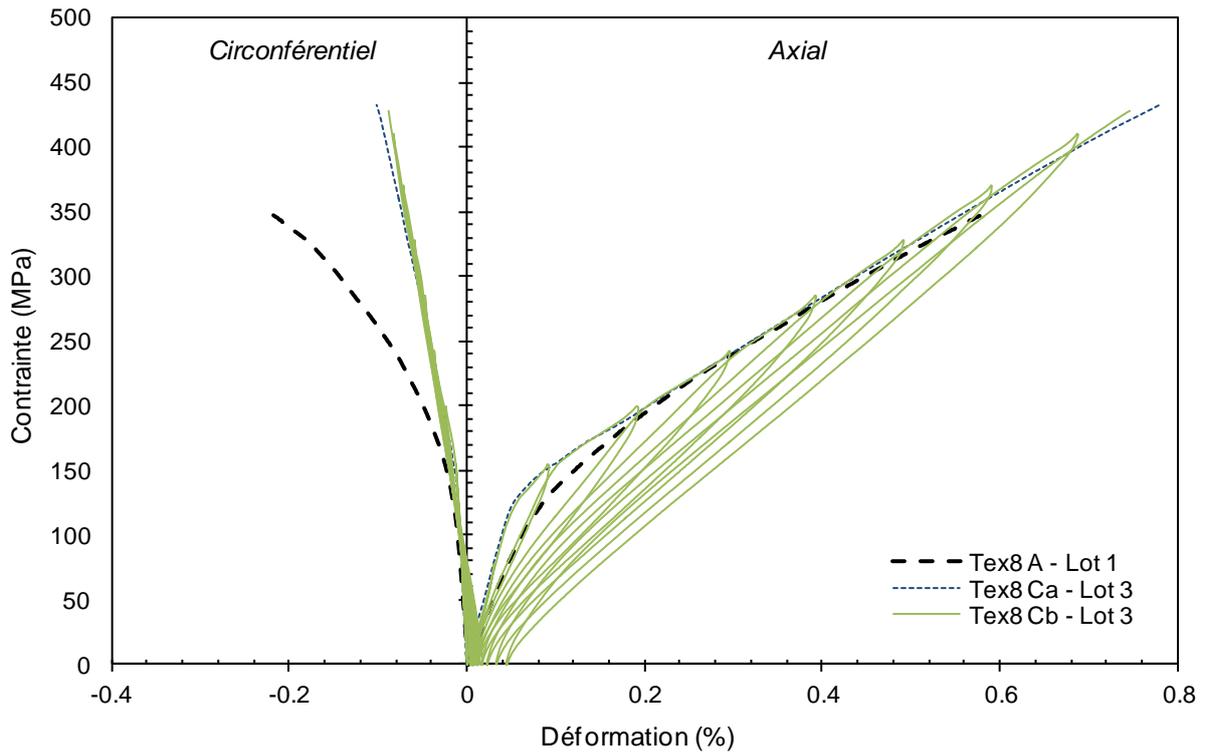


Figure 3.8 - Comportement mécanique en traction monotone et cyclée de la texture 8 du lot 3. Comparaison au comportement mécanique de la texture 8 du lot 1.

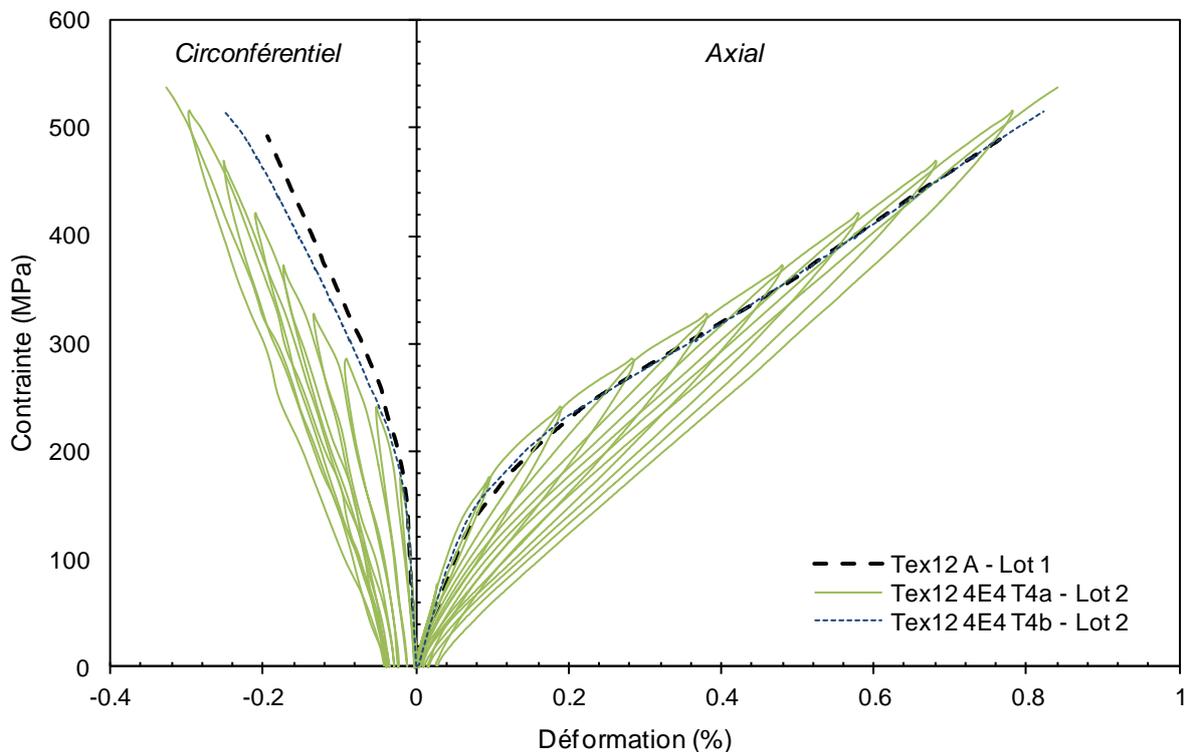


Figure 3.9 - Comportement mécanique en traction monotone et cyclée de la texture 12 du lot 2. Comparaison au comportement mécanique de la texture 12 du lot 1.

Les différences de comportement observées peuvent aussi être reflétées par les cinétiques de fissuration. L'émission acoustique enregistrée lors des essais représente cette cinétique [MOR 07]. Ainsi, la figure 3.10 présente l'émission acoustique normée des essais de traction monotone et cyclée

réalisés sur les échantillons de texture 3-02bis des lots 1 et 2. Les cycles ont été retirés pour une meilleure lisibilité. La figure 3.11 et la figure 3.12 représentent ces mêmes résultats pour les textures 8 et 12 respectivement.

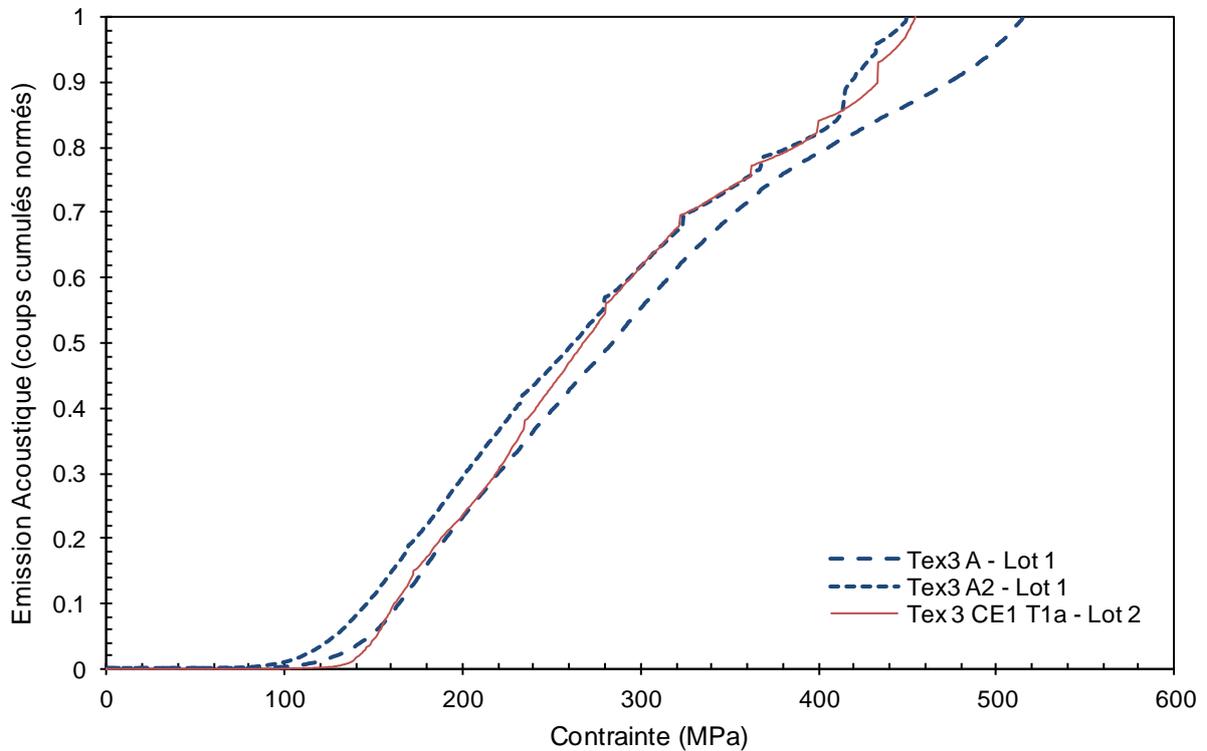


Figure 3.10 - Emission acoustique normée enregistrée lors des essais de traction de la texture 3-02bis des lots 1 et 2.

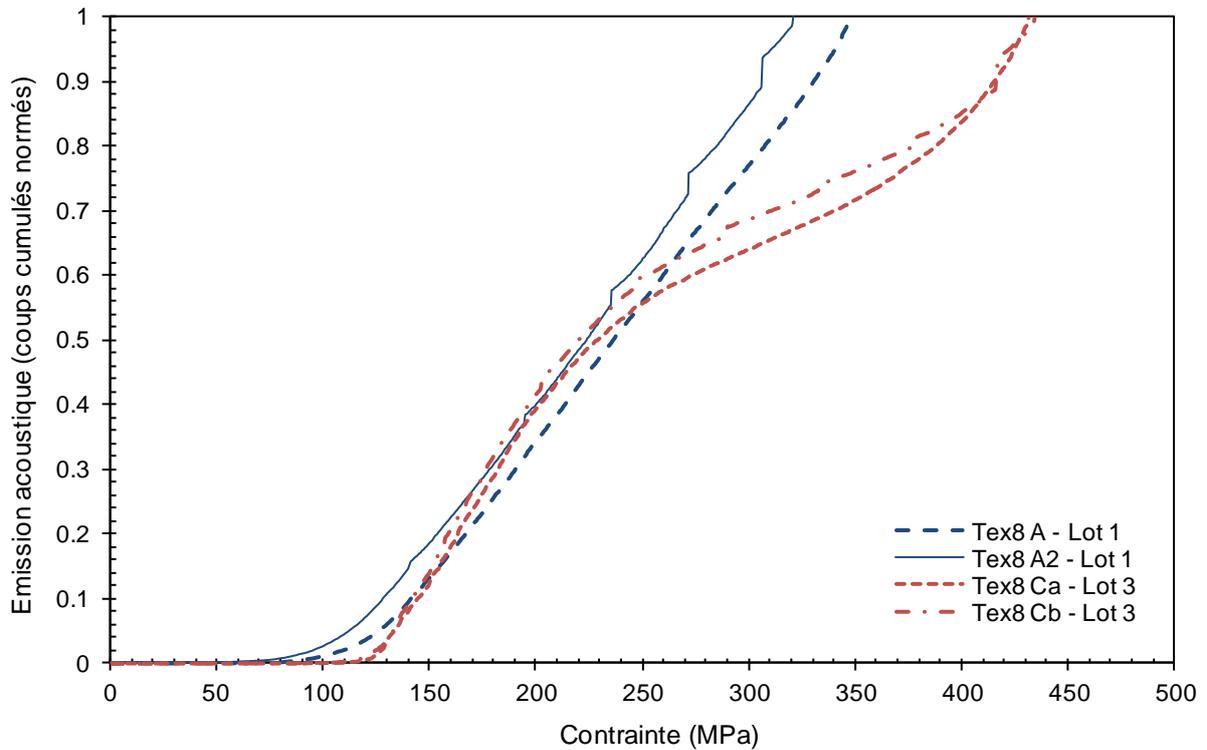


Figure 3.11 - Emission acoustique normée enregistrée lors des essais de traction de la texture 8 des lots 1 et 3.

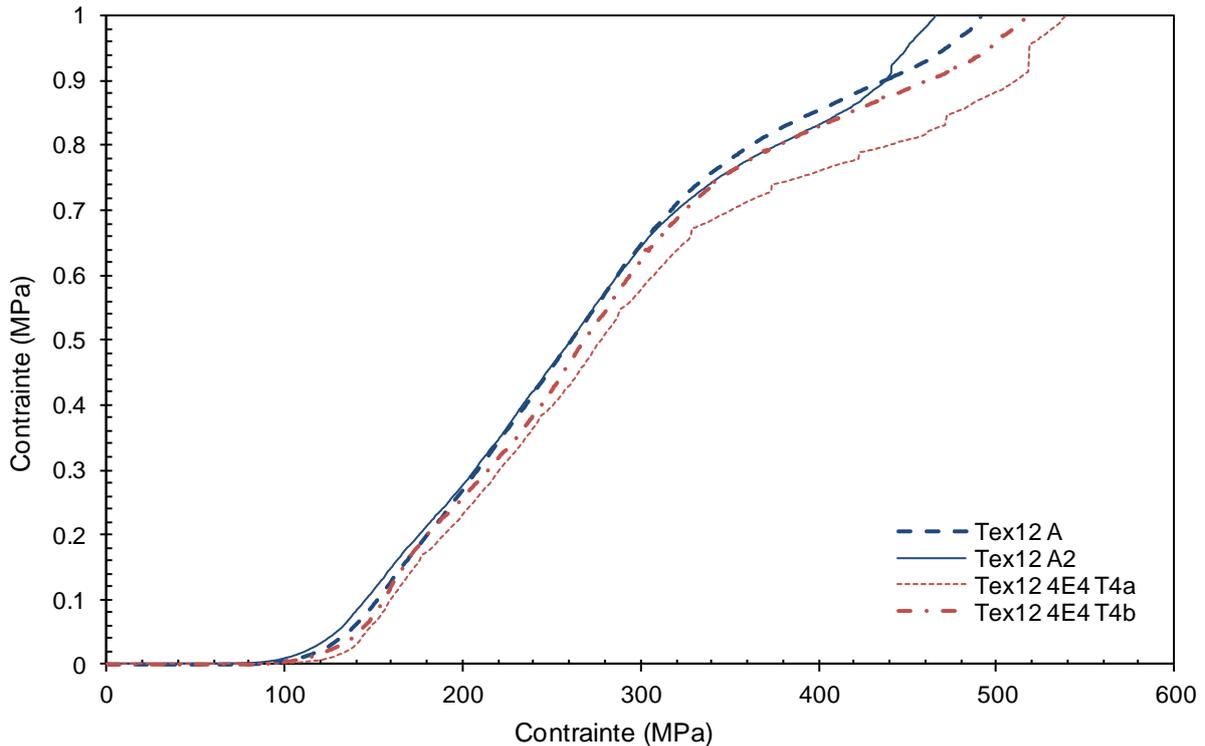


Figure 3.12 - Emission acoustique normée enregistrée lors des essais de traction de la texture 12 des lots 1 et 2.

Pour la texture 3-02bis, il apparaît clairement que l'endommagement du lot 2 commence plus tard et se propage plus vite que pour le lot 1 ce qui se retrouve sur les courbes contrainte/déformation. Ceci traduit la dispersion à laquelle il faut s'attendre entre deux lots du même matériau. Ainsi, deux éprouvettes de même texture n'ont pas toujours exactement la même cinétique. Pour les textures 3-02bis et 12 ces différences sont toutefois minimales en comparaison aux courbes relatives aux textures 8. Pour ces dernières, un écart important est noté à partir de 250 MPa (0.3% de déformation) (figure 3.11). Cette différence peut provenir de l'interphase, de la chimie des constituants ou encore de la mise en forme du renfort. Seule, elle n'est pas suffisante pour expliquer l'amélioration de la rigidité axiale entre les lots 1 et 3 pour cette texture.

Cette analyse des comportements reste très superficielle. Les différences observées entre les lots peuvent être mieux comprises lors de l'analyse des courbes des essais de traction cyclée.

► **Analyse des essais cyclés** : L'allure des courbes de comportement obtenue est conforme à celle d'un essai de ce type sur un composite à matrice céramique. Il y a peu de déformations résiduelles et les fins des cycles présentent un « arc-boutement » attribué à une refermeture précoce d'une famille de fissures [AUB 92].

L'endommagement subi par les composites peut être décrit par la variation de paramètres mécaniques tels que la rigidité axiale et les déformations résiduelles. Nous définissons ici le module relatif $\frac{E(\epsilon)}{E_0}$, qui représente la chute du module d'élasticité au cours du chargement due à l'apparition de fissures matricielles (celui-ci est calculé à partir des modules E représentant la pente entre le point de début du cycle et le point à mi-hauteur du cycle). Pour les composites unidirectionnels ce module tend au cours de l'essai vers une valeur asymptotique correspondant au module d'élasticité de la fraction de fibres reprenant l'effort [FOR 00]. Ce résultat est aussi vrai pour les composites tissés sous forme d'éprouvettes barreaux si la fraction volumique de fibres dans la direction sollicitée est

considérée. Dans l'hypothèse que la fissuration matricielle arrive à saturation, cette propriété peut être transposée aux composites tissés.

La figure 3.13 présente l'évolution de ces « indicateurs d'endommagement » pour les échantillons de texture 3-02bis testés en traction cyclée et la figure 3.14 présente ces mêmes résultats pour la texture 8.

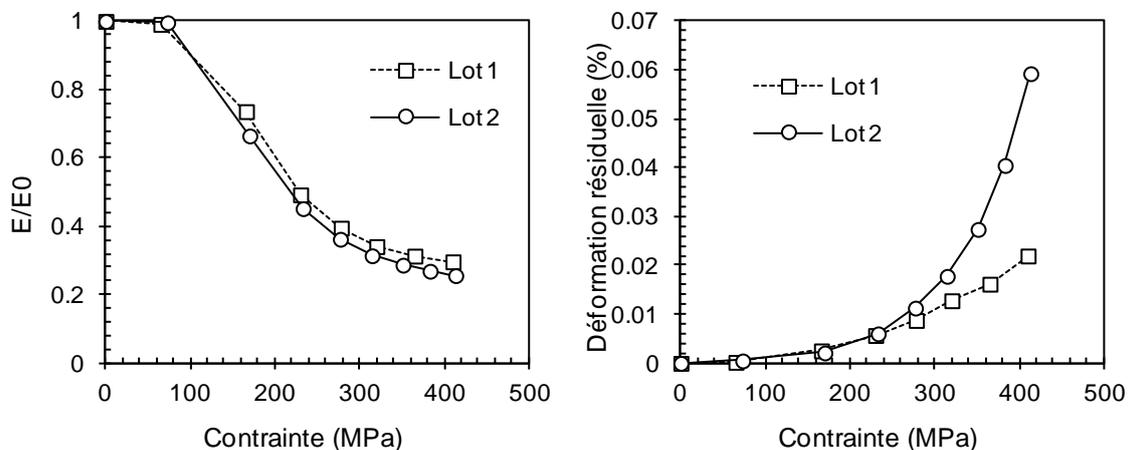


Figure 3.13 - Evolution de paramètres liés à l'endommagement du matériau en fonction du chargement appliqué au cours d'essais de traction cyclés sur texture 3-02bis des lots 1 et 2.

Le fait que la densité des échantillons du lot 2 soit plus importante que celle des échantillons du lot 1 (cf. tableau 5 au chapitre 1) permet de penser que la tension appliquée aux fils lors des tissages n'était pas tout à fait identique ce qui a conduit à des fils plus serrés pour le lot 2 donc plus de frottements et de résidus lors de la fissuration ce qui est difficile à vérifier. Il existe néanmoins deux indices allant dans ce sens : (i) les densités sont plus importantes pour le second lot et (ii) les rayons externes maximaux sont bien plus grands pour le premier lot. Ces différences morphologiques pourraient expliquer la courbe des déformations résiduelles puisque ces dernières apparaissent lorsque les fissures créées au cours du chargement ne peuvent plus se refermer complètement soit à cause des frottements au niveau de l'interface soit à cause de résidus présents dans les fissures.

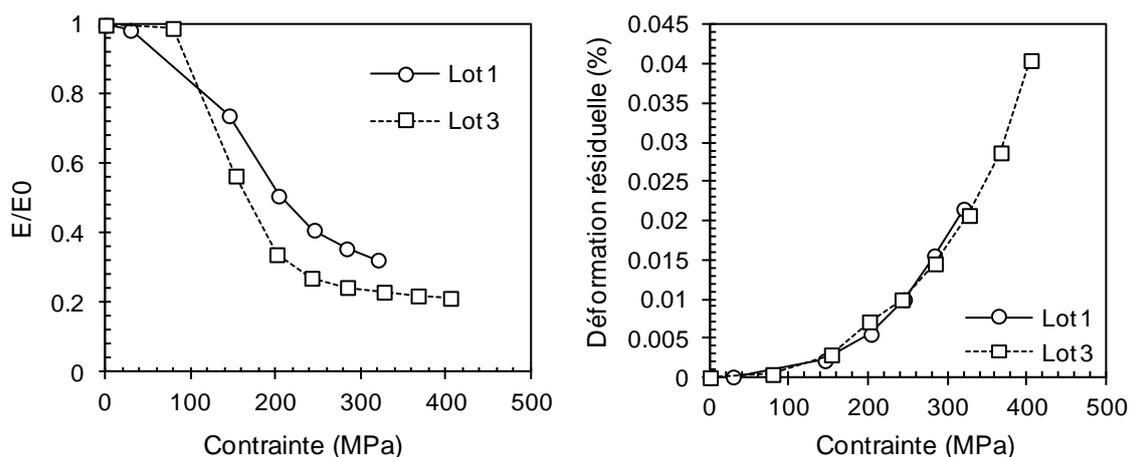


Figure 3.14 - Evolution de paramètres liés à l'endommagement du matériau en fonction du chargement appliqué au cours d'essais de traction cyclés sur texture 8 des lots 1 et 3.

En revanche, la texture 8 présente une forte différence de modules relatifs entre les deux lots testés. Grâce à l'émission acoustique, il est déjà clair que les cinétiques de fissuration diffèrent à partir de 250 MPa mais les déformations résiduelles semblent similaires entre les deux lots ce qui permet de

supposer que le frottement à l'interface fibre/matrice est également identique. Cependant, les modules relatifs tendent vers des valeurs différentes pour les deux lots considérés ce qui permet de supposer que les taux de fibre ne sont pas les mêmes dans la direction sollicitée pour les deux lots. Etant donné que les mêmes fils ont été utilisés pour le tressage des tubes des deux lots, la différence provient plus vraisemblablement de l'angle de tressage ou de l'épaisseur de matrice.

Enfin, la texture 12 ne semble pas évoluer entre les deux lots. Aucun essai cyclé n'a été réalisé sur le lot 1 ce qui ne permet pas la comparaison des paramètres indicateurs de l'endommagement. Cependant, le fait que les émissions acoustiques et les courbes de comportement soient similaires permet d'affirmer que le matériau est resté stable entre les deux lots testés.

Toutes ces courbes sont caractéristiques du comportement d'un composite SiC_f/SiC mais ne suffisent pas pour décrire précisément les processus d'endommagement présents. Pour cela, il est nécessaire de coupler ces informations à une analyse micrographique des différents matériaux.

2.1.2 Observations post-mortem

► **Observation de l'endommagement** - L'endommagement matriciel de surface peut tout d'abord être observé avant d'effectuer les coupes à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) ou d'un microscope numérique. La figure 3.15 présente une vue du réseau de fissuration observé sur une texture 3-02bis à l'aide d'un microscope numérique de marque Keyence. Deux familles de fissures matricielles sont visibles sur cette image :

- Des fissures normales à l'axe de chargement, surlignées en bleu et conformes aux prévisions de [BAS 98] et [CAM 00].
- Des fissures parallèles à l'axe de chargement, surlignées en vert.

Ainsi, trois coupes sont réalisées dans les tubes de l'étude afin d'observer les différentes familles de fissures (figure 3.16) :

- une coupe dans la section du matériau (plan A).
- une coupe dans la hauteur du matériau (plan B).
- une coupe avec un angle θ par rapport à l'axe de révolution du tube (plan C) permettant soit de couper les fils dans leur longueur ($\theta=30^\circ$) soit dans leurs sections ($\theta=60^\circ$).

Le protocole de découpe, l'enrobage et le polissage sont similaires à ceux présentés dans le chapitre 1. La gamme de polissage employée permet de minimiser les arrachements de fibres. Les observations sont effectuées à l'aide d'un microscope numérique de marque Keyence.

La figure 3.17 présente une portion de la coupe réalisée dans la section du tube (plan A). Deux types de fissures sont majoritairement observés :

- Des fissures de surface qui dans le cas de cette coupe sont parallèles à l'axe de chargement et sont pointées par des flèches blanches.
- Des fissures qui s'amorcent aux jonctions des fils et qui se propagent soit à l'interface entre les fils soit entre le fil et la matrice. Ces fissures représentent la décohésion fil/matrice et sont pointées par des flèches noires.

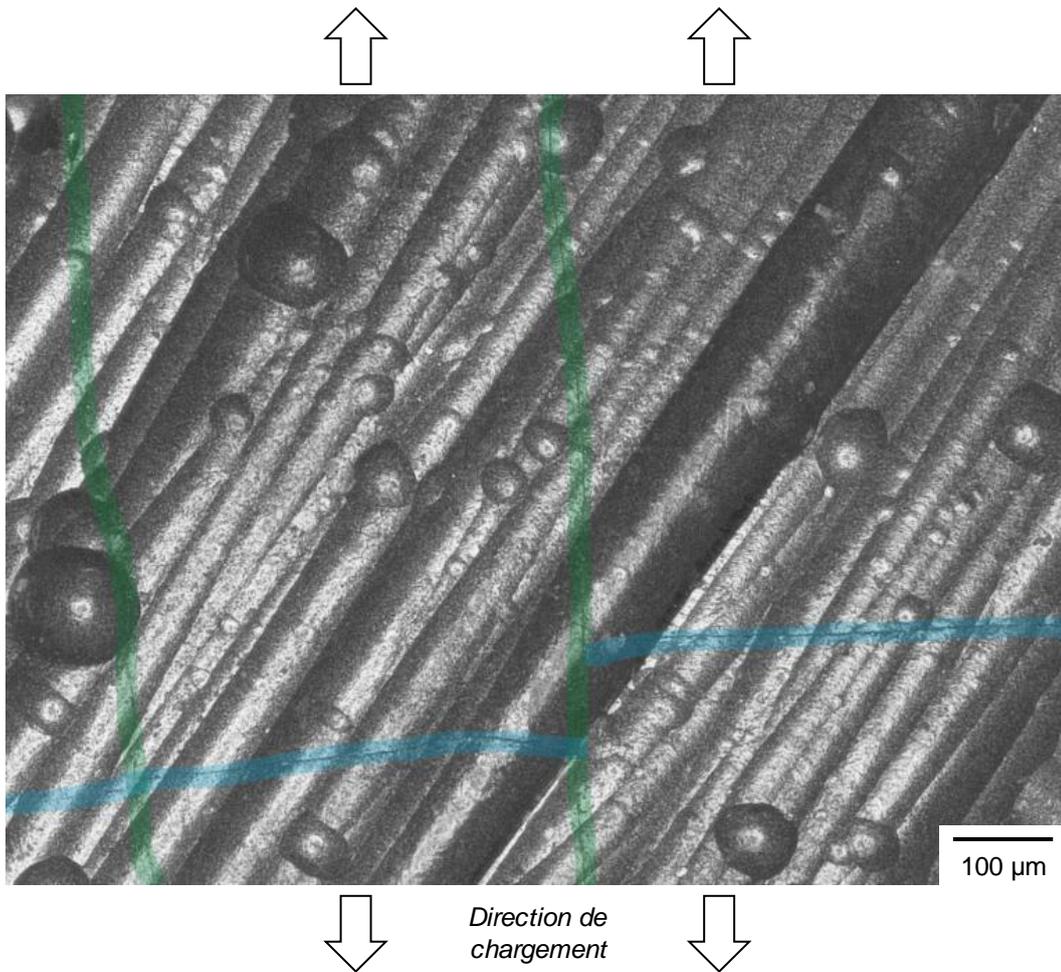


Figure 3.15 - Observation en microscopie optique du réseau de fissuration superficiel d'un tube tissé interlock. Les fissures sont surlignées afin d'améliorer leur visibilité.

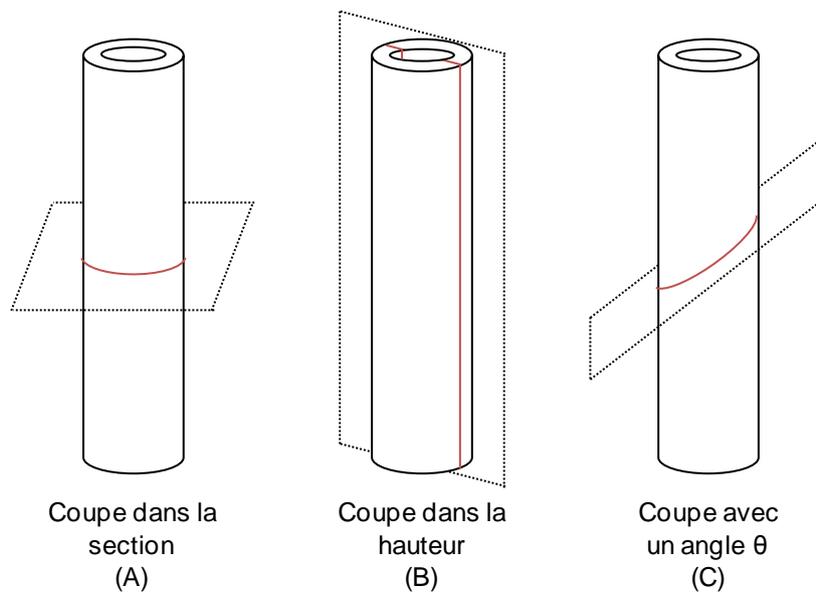


Figure 3.16 - Illustration des plans de découpes considérés pour les tubes.

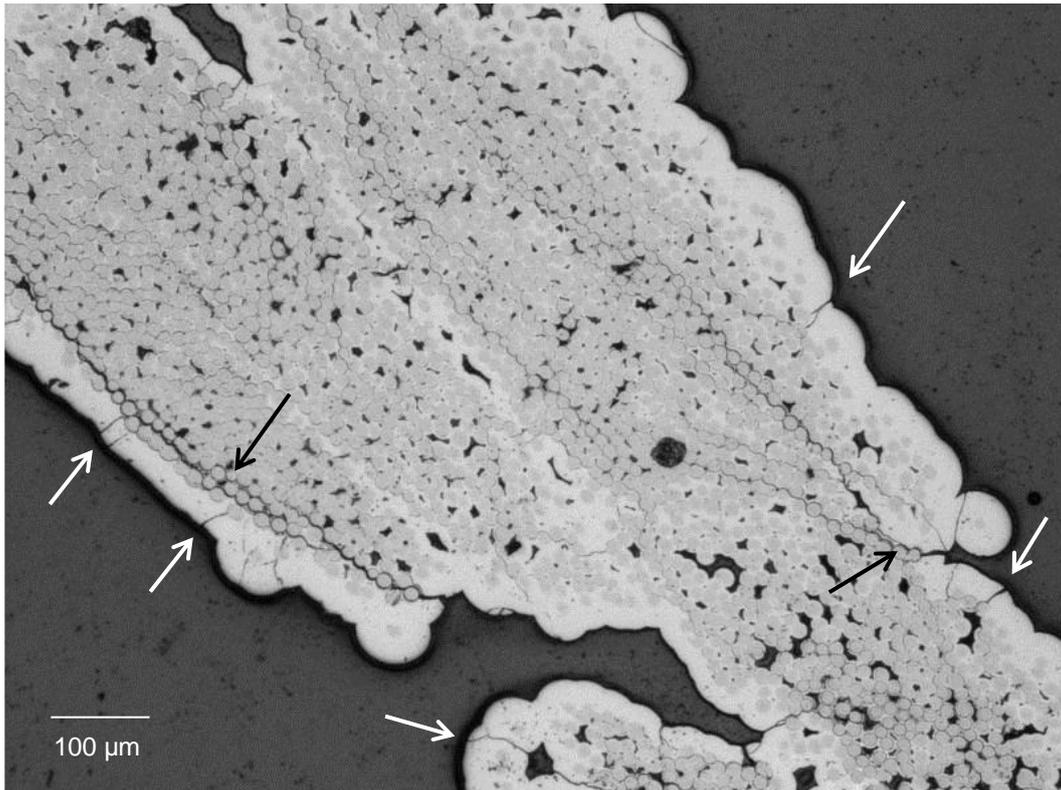


Figure 3.17 - Observation micrographique d'une coupe dans la section (plan A) d'une texture 3-02bis. Les fissures matricielles de surface sont pointées par des flèches blanches et les fissures de décohésion sont pointées par des flèches noires.

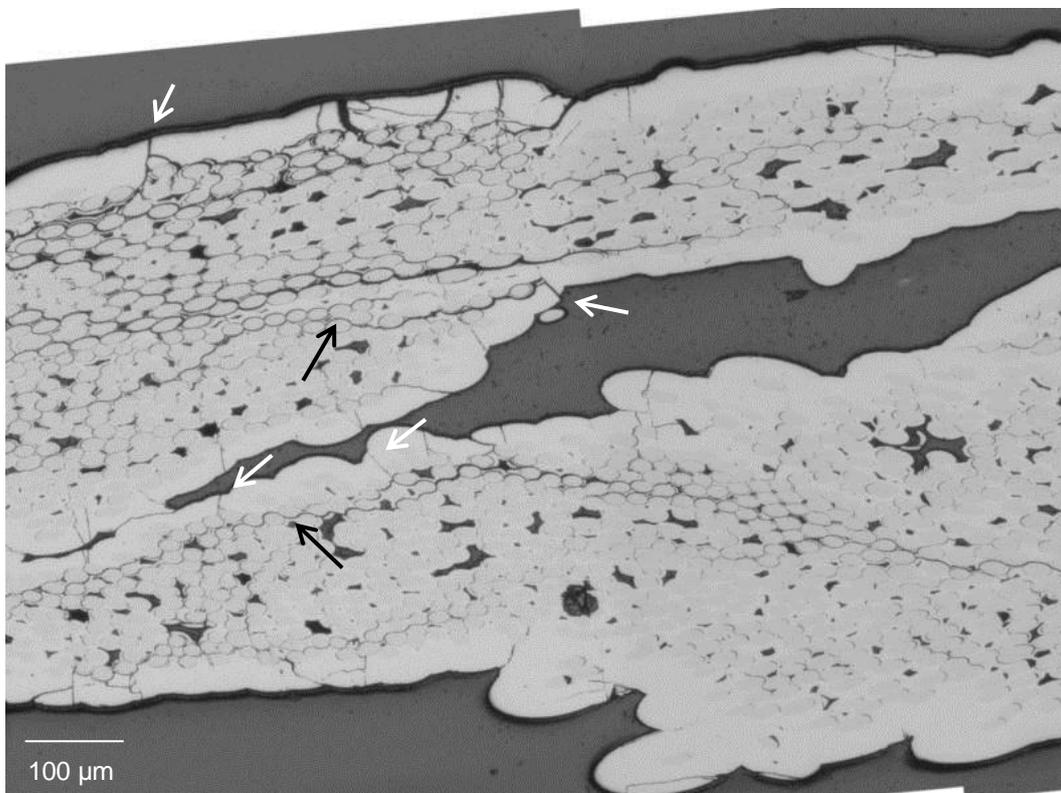


Figure 3.18 - Observation micrographique d'une coupe dans la hauteur (plan B) d'une texture 3-02bis. Les fissures matricielles de surface sont pointées par des flèches blanches et les fissures de décohésion sont pointées par des flèches noires.

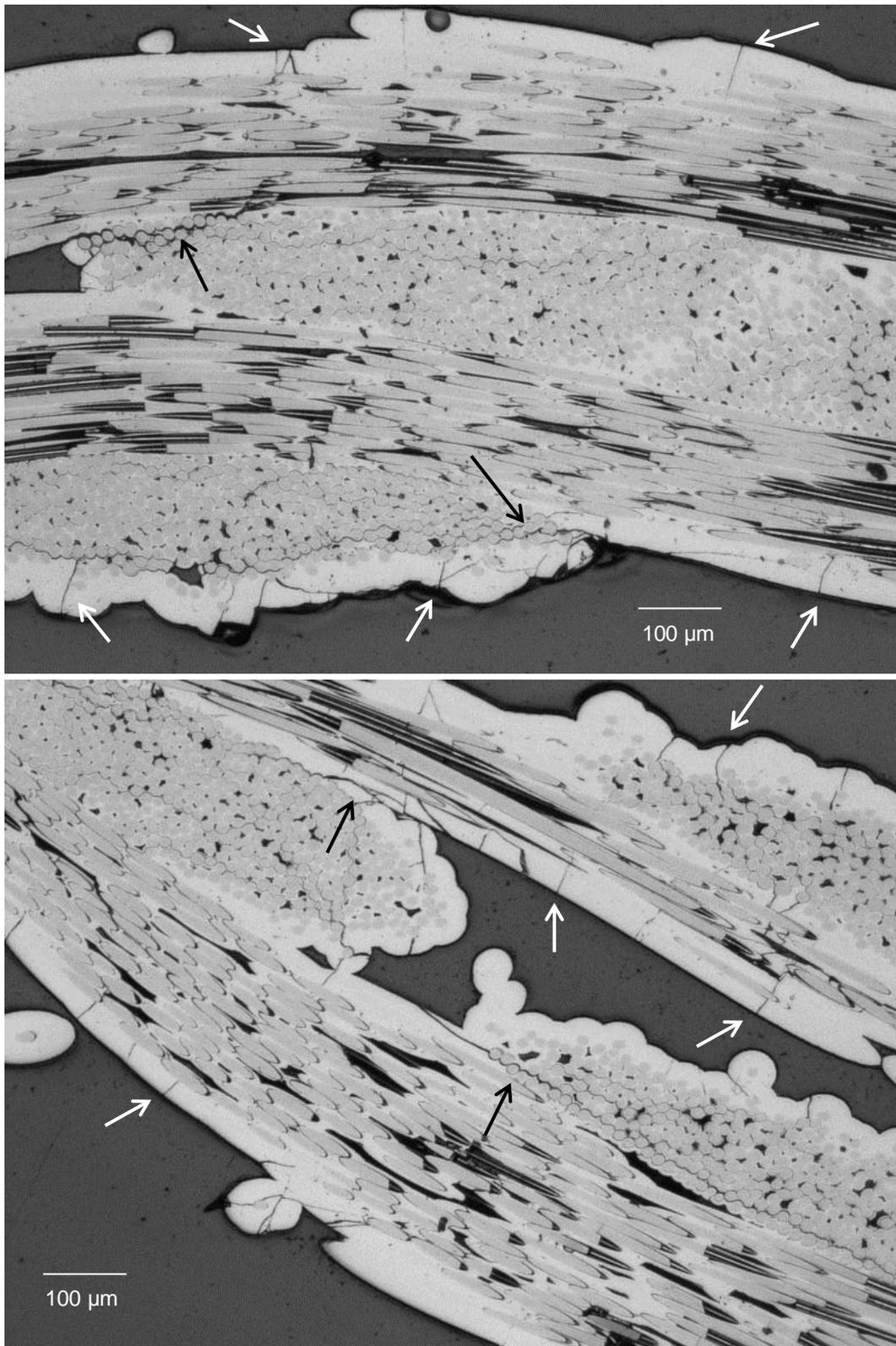


Figure 3.19 - Observation micrographique d'une coupe à 30° (plan C) d'une texture 3-02bis. Les fissures matricielles de surface sont pointées par des flèches blanches et les fissures de décohésion sont pointées par des flèches noires.

La figure 3.18 présente une portion de la coupe réalisée dans la hauteur du matériau (plan B). Encore une fois, la fissuration est majoritairement représentée par deux familles :

- Des fissures de surface qui dans le cas de cette coupe sont normales à l'axe de chargement et sont pointées par des flèches blanches.
- Des fissures qui s'amorcent aux jonctions des fils et qui se propagent soit à l'interface entre les fils soit entre le fil et la matrice. Ces fissures sont pointées par des flèches noires.

Enfin, la figure 3.19 présente deux portions de la coupe réalisée à 30° de l'axe de révolution du tube permettant de suivre l'endommagement dans un fil. Du fait de la courbure de la structure, il est impossible d'observer un fil sur sa longueur. Les coupes ne peuvent en montrer que certaines zones. Sur cette coupe, des fissures aux interfaces sont encore observées (flèches noires) ce qui fait supposer que ces fissures se propagent dans toutes les directions au sein du matériau. La fissuration des fils dans leur épaisseur est délicate à observer sur ces coupes. De plus, les deux familles de fissures matricielles sont présentes et sont impossibles à différencier

► **Observation des faciès de rupture** - La rupture des tubes se produit le plus souvent au niveau d'un des couteaux des extensomètres. La figure 3.20 présente la vue après rupture de trois tubes de texture 3-02bis, 8 et 12 sollicités en traction. Les trois tubes ont rompu à une distance comprise entre 8 et 10 mm d'un des talons. La colle en surface extérieure et intérieure des tubes ne s'infiltré que sur 1 à 1,5 mm. Ainsi, la majorité des ruptures ont lieu loin des limites de talons et sont donc acceptables. De plus, un des essais a été réalisé sans extensomètres et la rupture est localisée sensiblement au même niveau. Ainsi, si les couteaux d'extensomètres induisent une surcontrainte locale, celle-ci n'est pas responsable de la rupture de l'éprouvette.

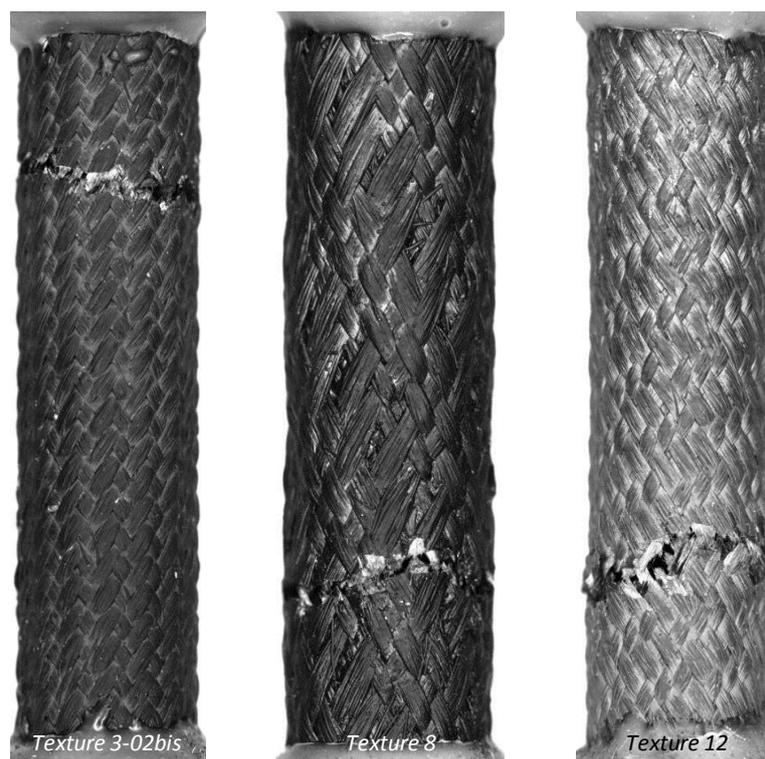


Figure 3.20 - Rupture de trois éprouvettes tubulaires sous sollicitation de traction.

Sur les clichés MEB de la figure 3.21, le faciès de la rupture d'une texture 3-02bis est présenté. Ces images montrent la présence de décohésion fibre/matrice ce qui prouve que l'interphase a bien joué son rôle de déviateur de fissures. La rupture est représentative d'un matériau endommageable.

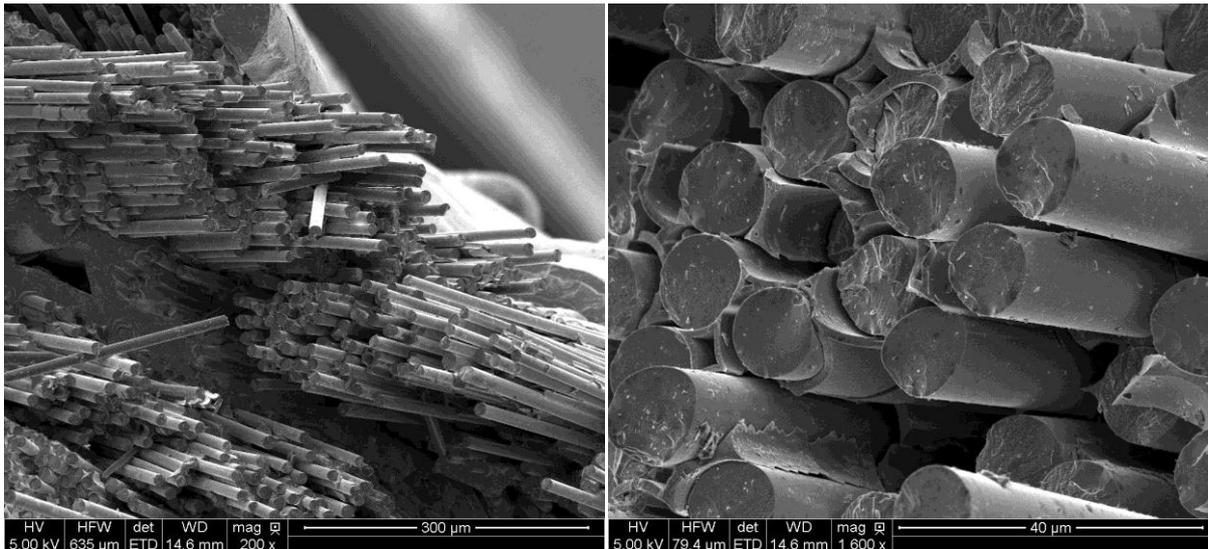


Figure 3.21 - Clichés MEB du faciès de rupture d'une texture 3-02bis après essai de traction.

L'observation de l'échantillon après rupture a donc fourni un grand nombre d'informations concernant l'endommagement du matériau. La suite de l'étude va concerner la détermination des cinétiques des différentes familles de fissure.

2.1.3 Mesure des cinétiques de fissuration

Afin de mesurer les cinétiques d'endommagement, il est nécessaire de compter le nombre de fissures qui apparaissent au cours de l'essai en fonction du chargement pour estimer l'évolution de la densité de fissuration au cours de l'essai.

Généralement, ces cinétiques sont identifiées à l'aide d'essais interrompus. Dans ce cas, l'échantillon est sollicité en traction jusqu'à un certain niveau de contrainte puis il est enrobé et observé pour compter le nombre de fissures présentes sur une longueur d'échantillon donnée. En effectuant ces observations pour plusieurs chargements, il est possible de tracer l'évolution de la densité de fissuration en fonction de la contrainte appliquée. Cette méthode est efficace mais coûteuse en temps et en échantillons.

Une méthode plus simple existe pour des échantillons de géométrie plane. Dans ce cas, un des côtés de l'éprouvette est poli « miroir » et cette face est observée à l'aide d'un microscope au cours de l'essai. Ainsi, la fissuration apparaît immédiatement sur les images enregistrées et la cinétique peut être définie à partir d'un seul essai et d'un seul échantillon. Cette technique peut employer une caméra normale ou une caméra thermique [LIS 13]. Cependant, cette technique ne peut pas être transposée directement à des structures de révolution qui ne possèdent pas d'arrête vive.

En s'inspirant de cette technique, une méthode de suivi de la fissuration lors d'un essai de traction a été proposée pour les éprouvettes tubulaires. Les images enregistrées pour la corrélation d'images permettent de détecter l'apparition des fissures ainsi que leurs ouvertures au cours de l'essai pour peu que la résolution de la caméra employée soit suffisamment grande. Ainsi, il est possible de compter le nombre de fissures présentes sur la surface observée de l'échantillon en fonction du chargement. Cependant, cette technique reste moins précise que l'observation de coupes du matériau puisqu'elle ne permet que la visualisation de la fissuration superficielle et uniquement sur une zone réduite.

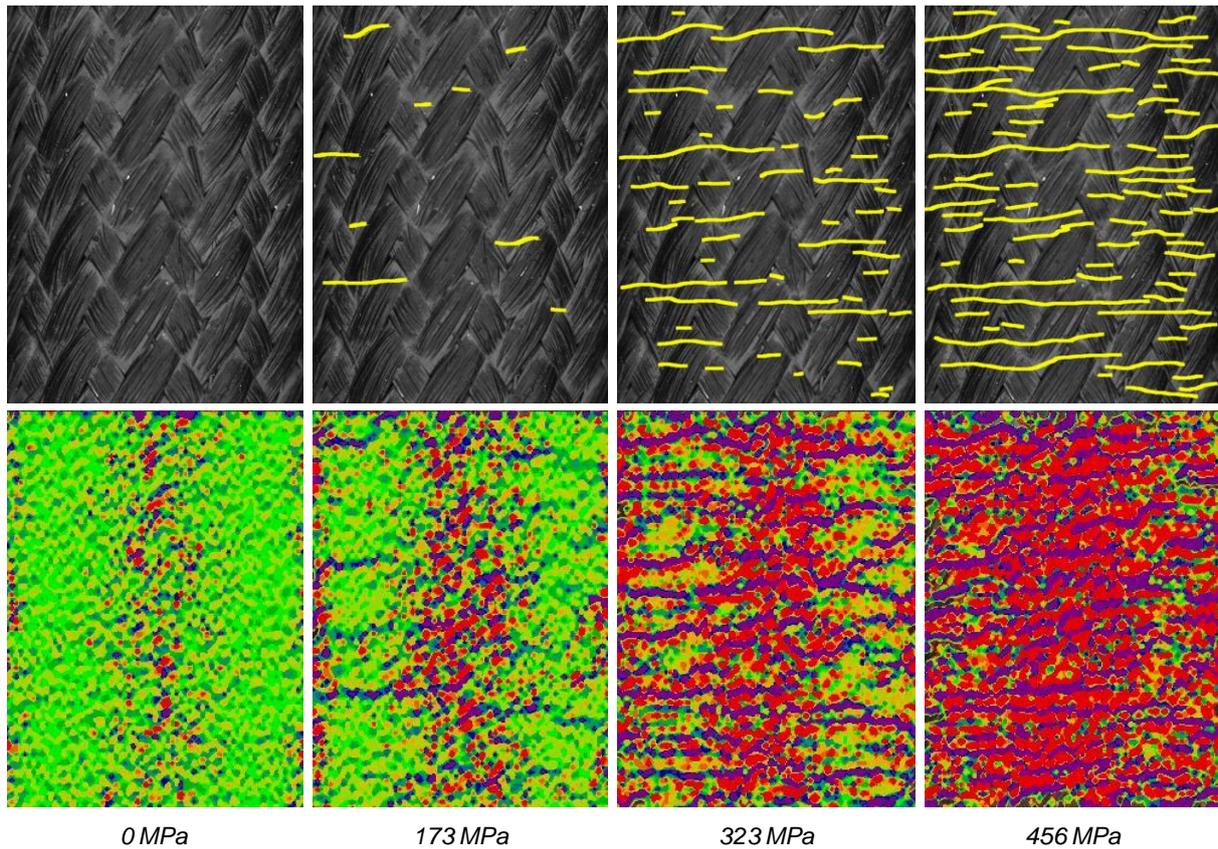


Figure 3.22 - Evolution de la fissuration superficielle lors d'un essai de traction sur une texture 3-02bis du lot 2. Comparaison entre l'observation à l'œil nu et les champs de déformation obtenus avec Corréli.

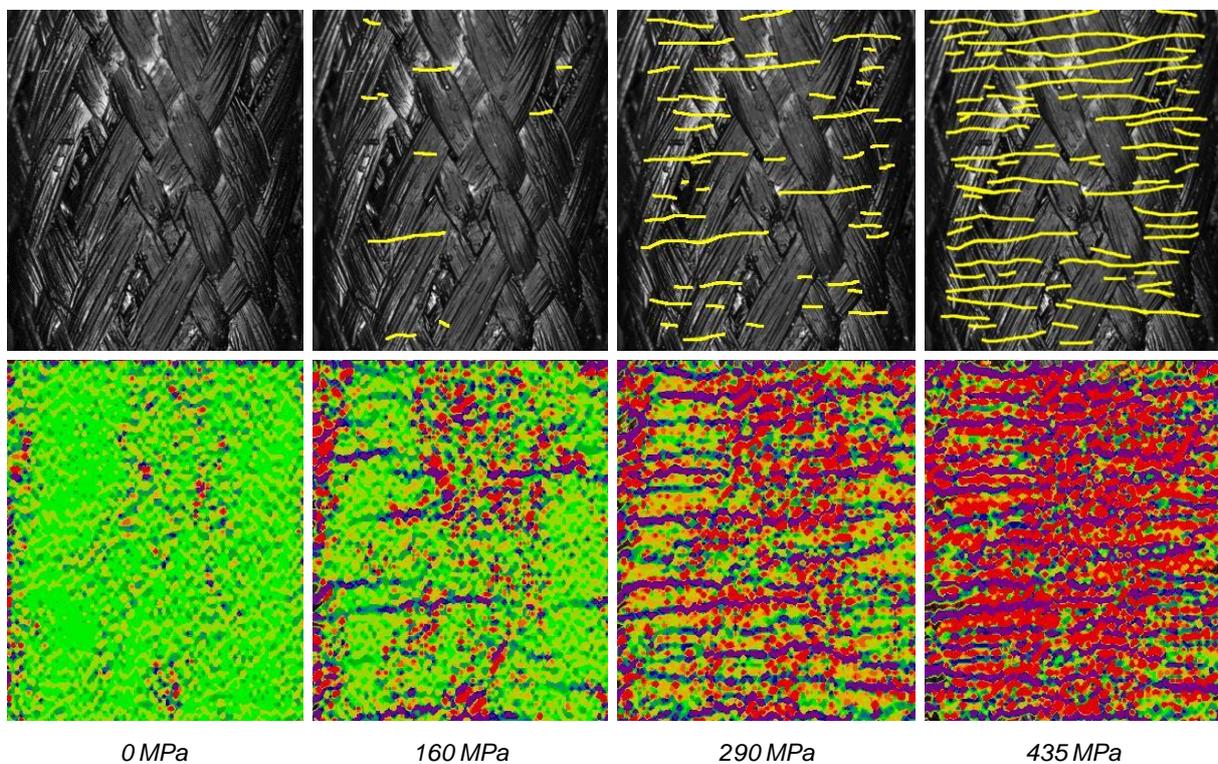


Figure 3.23 - Evolution de la fissuration superficielle lors d'un essai de traction sur une texture 8 du lot 3. Comparaison entre l'observation à l'œil nu et les champs de déformation obtenus avec Corréli.

Les fissures matricielles de surfaces créent des sauts de déplacements qui se transforment en discontinuités sur le champ de déformation correspondant. Ainsi, les champs de déformation mesurés par Corréli permettent de visualiser l'endommagement superficiel des éprouvettes testées. La figure 3.22 présente l'évolution de la densité de fissuration mesurée à l'œil nu sur les images de corrélation ainsi que cette même évolution visible sur les champs de déformations obtenus avec Corréli pour la texture 3-02bis du lot 2. Le chargement appliqué est reporté sous les images. Ce même résultat est présenté pour la texture 8 sur la figure 3.23. Les sauts de déformation sont en violet et les zones rouges représentent les zones déchargées après fissuration. Ces résultats sont en bon accord. En revanche, il apparaît clairement que les fissures visibles à l'œil nu sont moins nombreuses que celles visibles à l'aide de Corréli. Ainsi, la totalité des densités de fissurations est mesurée à l'aide de Corréli en suivant un protocole simple :

- L'image est découpée en plusieurs bandes verticales.
- Pour chaque bande, le nombre de fissures visibles est comptabilisé.
- Un calcul de moyenne permet alors d'obtenir une valeur de densité pour l'image totale.

La figure 3.24 présente l'évolution du nombre de fissure par mm mesurées à l'aide de Corréli lors d'un essai de traction pour une texture 3, 8 et 12. Cette évolution est similaire pour les trois textures testées.

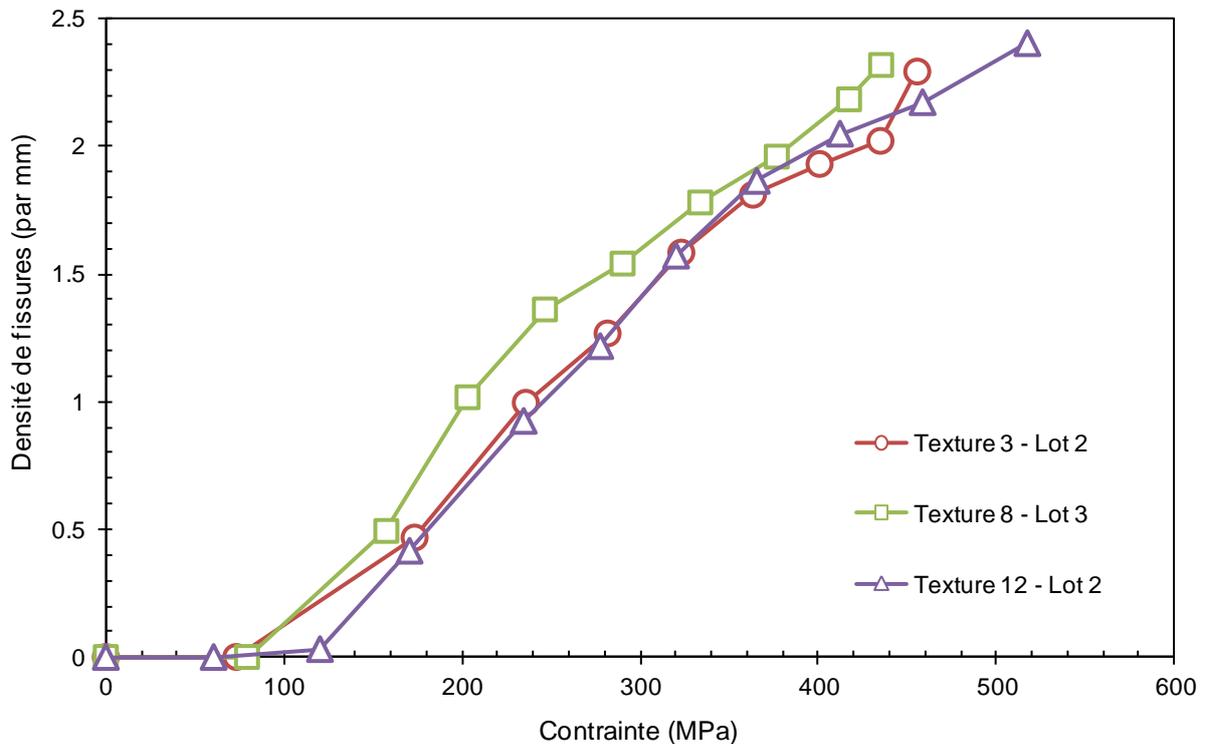


Figure 3.24 - Evolution du nombre de fissures par mm au cours d'un essai de traction. Comparaison des textures 3, 8 et 12 des lots 2 et 3.

L'endommagement représenté par les cinétiques mesurées peut être relié à l'émission acoustique directement. En effet, les courbes d'émission en terme de coups cumulés et du nombre de fissures par millimètres peuvent se superposer pour peu qu'elles soient normées par leurs valeurs maximales respectives ([MOR 04], [MOR 07]). La figure 3.25 présente ces superpositions de courbes pour les textures 3, 8 et 12. Les cinétiques identifiées sur les images de corrélation sont donc très proches des courbes des émissions acoustiques de ces essais. Un meilleur accord entre émission acoustique et densité de fissuration est noté pour les courbes issues de la corrélation d'images. Ceci montre que la technique de comptage utilisée est suffisamment sensible pour mesurer une cinétique.

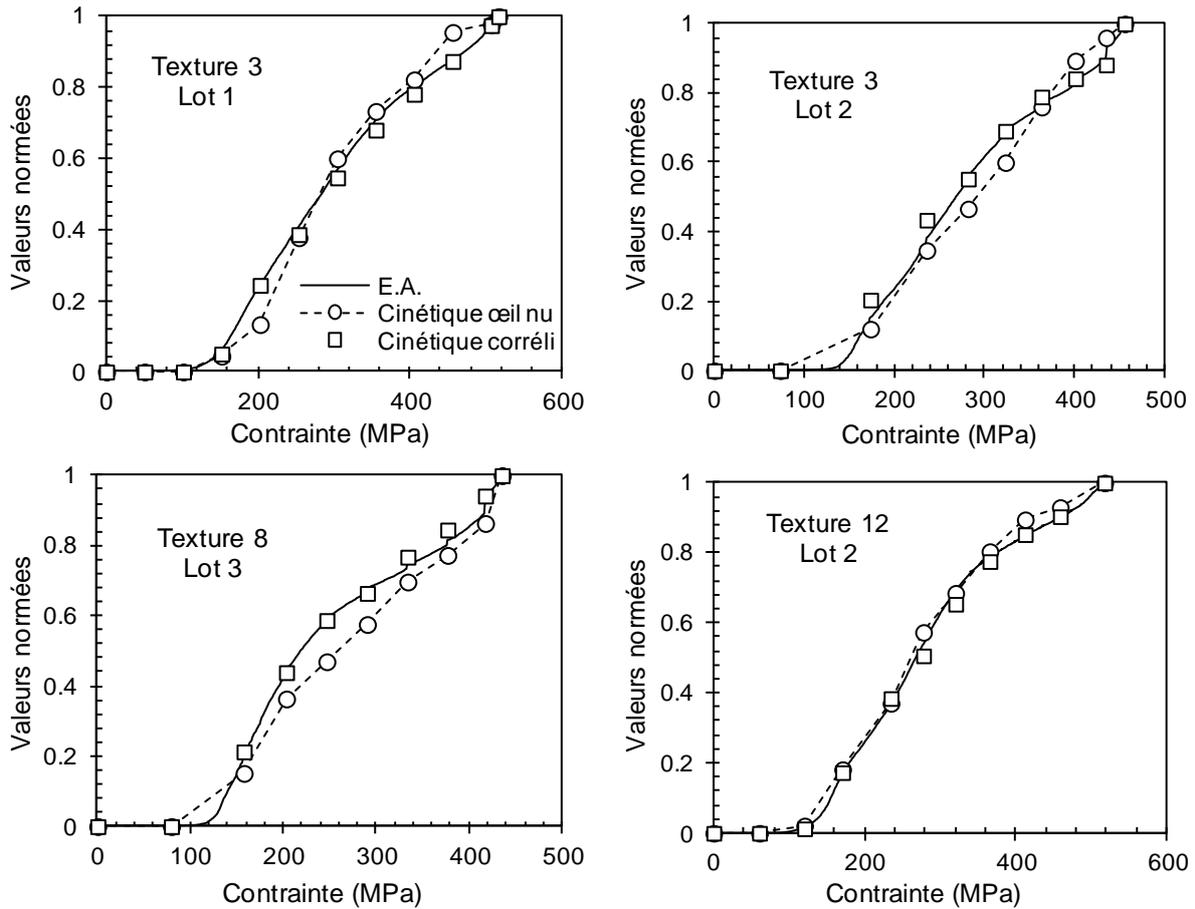


Figure 3.25 - Comparaison de l'émission acoustique normalisée et de la densité de fissures normalisée. Les légendes sont les mêmes pour les quatre graphiques.

Cependant, seules les fissures normales à l'axe de chargement ont été comptabilisées ici. En effet, sur les images de corrélation lors des essais cyclés, aucune fissure parallèle à l'axe de chargement n'est visible, même au moment des redescentes des cycles (0N). Ceci se voit à l'œil nu mais également sur les champs de déformation circonférentielles mesurés par Corréli (figure 3.26). Ces deux résultats combinés permettent de se demander si cette famille de fissures apparait bien au moment de la fissuration matricielle ou si elle résulte d'un effet dynamique lors de la rupture de l'échantillon.

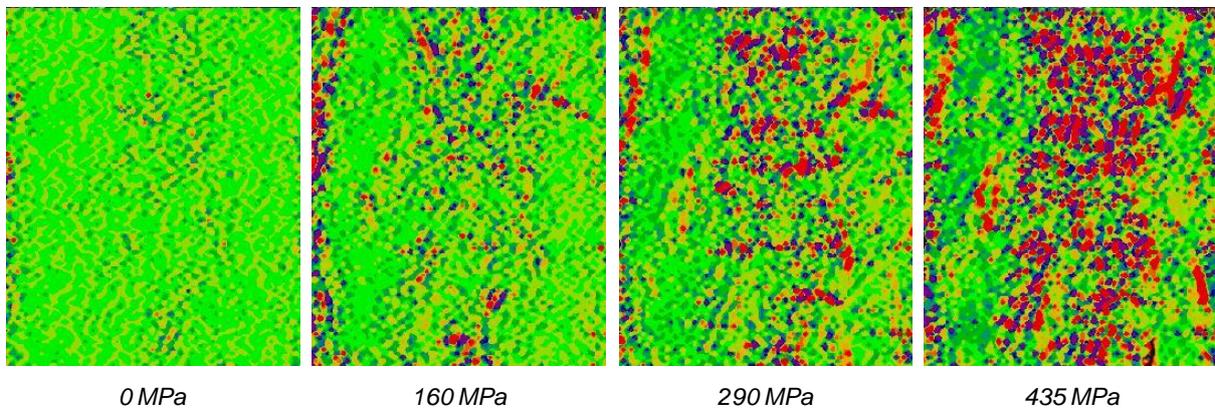


Figure 3.26 - Evolution de la déformation circonférentielle au cours d'un essai de traction sur une texture 8 du lot 3.

Afin de vérifier les mesures effectuées avec cette nouvelle méthode et de comprendre la provenance des fissures parallèles à l'axe de chargement, un essai interrompu a été réalisé sur une texture 12 du lot 2. Le tube a été sollicité jusqu'à un chargement de 435 MPa (0,65% de déformation) atteignant ainsi plus de 80% du chargement à rupture pour cette texture.

Après rupture d'une éprouvette, les fissures parallèles à l'axe de chargement sont particulièrement visibles (figure 3.27). Or aucune fissure n'est visible à la surface du composite après l'essai interrompu. Ce résultat peut signifier deux choses : (i) Soit il n'y a pas du tout de fissures parallèles à l'axe de chargement avant la rupture, (ii) soit elles ne sont pas visibles avec ce moyen d'observation. Il est envisageable de réaliser une attaque chimique de type Murakami sur la surface du matériau. Un tel procédé permettrait de révéler les fissures présentes en attaquant le SiC à ces endroits. Cependant, déterminer le temps d'attaque optimal est délicat et nécessite quelques échantillons à sacrifier ce dont nous ne disposons pas. En revanche, la corrélation d'images ne détecte aucune fissure parallèle à l'axe de chargement alors qu'elle détecte très bien les fissures normales au chargement. Ceci permet de penser qu'il n'y a pas de fissuration parallèle à la direction de chargement.

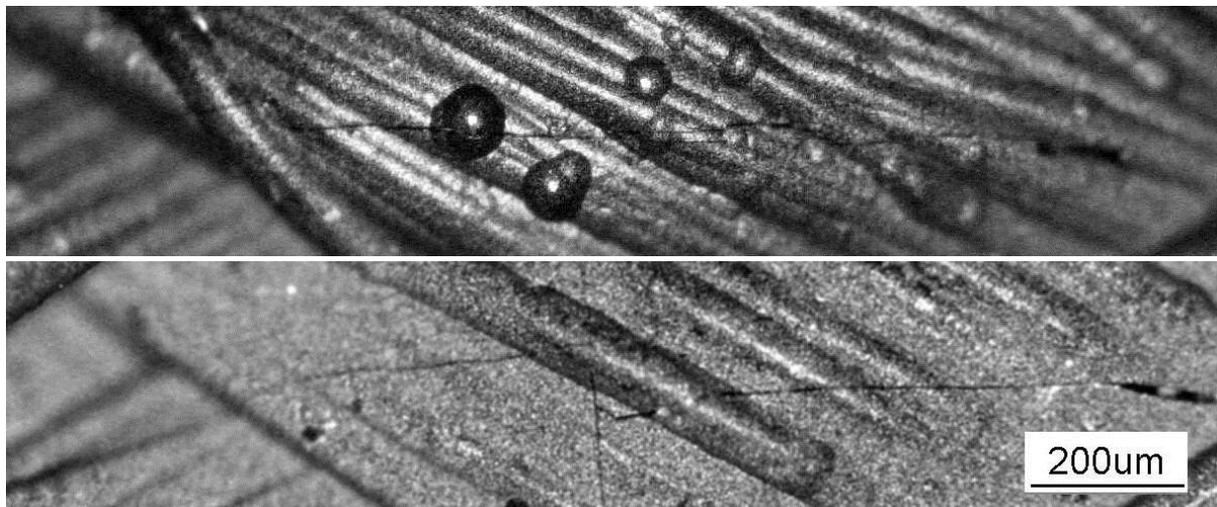


Figure 3.27 - Exemples de fissures observées au microscope avec le grossissement minimum.

En conclusion, le comportement mécanique pour une sollicitation de traction axiale des structures tubulaires de l'étude a été déterminé. Les tubes possèdent un comportement élastique endommageable caractéristique de cette famille de matériaux. Les mesures du comportement sont reproductibles pour les échantillons du même lot mais plus dispersées pour les échantillons de lots différents. Les différences proviennent vraisemblablement de morphologies variables.

L'endommagement des structures tubulaires tressées a été analysé. Il en résulte un réseau de fissures avec deux directions principales de propagation : normale et parallèle à l'axe de chargement. Cette dernière famille proviendrait d'effets dynamiques lors de la rupture de l'éprouvette puisqu'elle n'est pas détectée sur les images précédant la rupture. En outre, les densités de fissures ont été déterminées par analyses des images prises durant l'essai pour la corrélation. L'évolution de ces densités est en bon accord avec l'émission acoustique mesurée.

A présent que le comportement des éprouvettes tubulaires est mieux connu, il est possible de s'intéresser à l'étude du comportement d'éprouvettes barreaux sollicitées en traction axiale afin de les comparer au comportement des tubes.

2.2 ESSAIS SUR EPROUVETTES BARREAUX ET COMPARAISON AUX TUBES

Une connaissance de la transposition de la géométrie tubulaire à la géométrie plane permettrait d'effectuer des essais en température qui ne sont pas réalisables sur tube avec les moyens expérimentaux dont dispose le laboratoire. Décrire ce passage commence par une étude expérimentale sous sollicitation de traction monotone et cyclée des éprouvettes barreaux fournies.

Pour pouvoir comparer ces résultats, il est important d'effectuer ces essais sur le même matériau. Pour cela, des plaques ont été élaborées à partir d'une préforme sèche tubulaire découpée et densifiée à plat. Cette étape est relativement délicate et nécessite le maintien des préformes dans un outillage adapté pour conserver un angle entre les fils équivalent à celui des tubes. Cette méthode permet d'obtenir des plaques ayant une armure identique à celle des tubes. Cependant, la largeur des éprouvettes est nécessairement inférieure ou égale au périmètre des tubes. Cela ne permettra pas de réaliser ici des essais dans un sens de sollicitation différent de 0° ou 22,5°. D'autre part, l'encombrement important de l'outillage de densification des tresses mises à plat empêche la fabrication de plusieurs plaques en même temps dans le four utilisé ce qui ne permet pas d'approvisionner un nombre important d'éprouvettes.

2.2.1 Analyse du comportement mécanique

► **Comportement des éprouvettes barreaux** – Durant la thèse, seules trois éprouvettes planes ont été testées en traction monotone à température ambiante. Le montage est similaire à celui sur tube à ceci près que le système d'alignement bas est remplacé par un autre mors hydraulique. Des talons en aluminium sont collés sur les deux côtés de l'éprouvette pour éviter d'endommager le composite lors du serrage des mors.

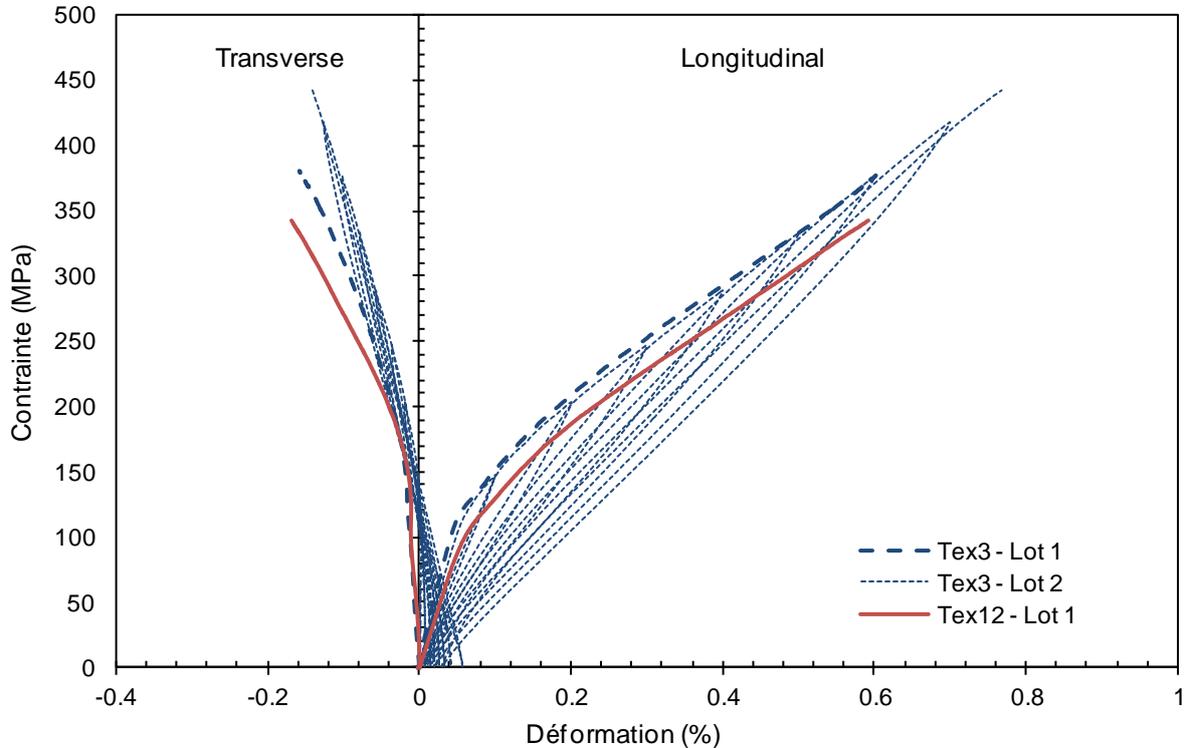


Figure 3.28 - Courbe de comportement contrainte/déformation pour les essais de traction sur éprouvettes planes.

La figure 3.28 présente le comportement mécanique en contrainte/déformation pour les trois éprouvettes testées. Il s'agit de deux textures 3-02bis issues des lots 1 et 2 et d'une texture 12 provenant du lot 1. Les contraintes sont calculées à partir des dimensions extrêmes des structures (mesurées à l'aide de deux comparateurs en vis à vis).

Le comportement transverse de la texture 3-02bis du lot 2 ayant subi un essai de traction cyclé est quelque peu atypique. En effet, sa pente initiale est nulle et ses déformations résiduelles sont positives. Ce type de comportement avait déjà été observé sur un des tubes de ce lot (figure 3.7). L'explication avancée repose sur l'étape de mise en forme du renfort : lors du tressage, si la tension des fils ou la vitesse des bobines de fils n'est pas exactement identique, il en résulte des contraintes résiduelles de mise en forme différentes dans la préforme sèche. Concrètement, la forme du renfort va bloquer l'effet Poisson lors du début de l'essai et conduire à des déformations résiduelles positives lors des cycles. Cet effet pourrait être exacerbé par la mise en forme des plaques expliquant la différence du comportement circonférentiel entre les tubes et les éprouvettes barreaux ce qui est extrêmement délicat à vérifier expérimentalement. Pour cela, il serait intéressant d'élaborer des tubes et plaques en faisant varier les paramètres de tressage puis de mesurer leurs comportements mécaniques sous sollicitation de traction cyclée et enfin, de conclure sur l'effet de ces paramètres sur les déformations résiduelles. Malheureusement, le nombre d'éprouvettes disponibles pour ce travail ne permet pas la réalisation d'une telle étude.

Les deux lots de tubes testés ont montrés des différences de comportement importantes. Or les deux éprouvettes planes de texture 3-02bis ont le même comportement axial. Afin de déterminer à quel lot de tube comparer ces deux éprouvettes barreaux, les indicateurs d'endommagement introduits au paragraphe 2.1.1 sont comparés et présentés sur la figure 3.29.

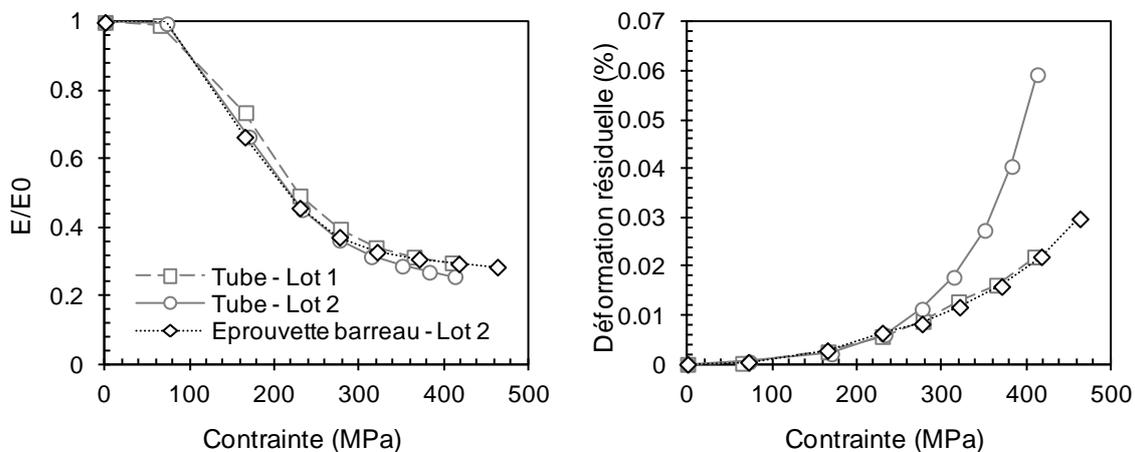


Figure 3.29 - Evolution des indicateurs d'endommagement pour les tubes des lots 1 et 2 et une éprouvette barreau de texture 3-02bis.

Il apparait que l'endommagement de l'éprouvette plane (représentée par les diamants noirs) est similaire à celui du tube du lot 1 (représenté par les carrés gris). Ainsi, les éprouvettes barreaux de texture 3-02bis testées en traction seront toutes comparées aux tubes du lot 1.

Un dernier aspect du comportement de ces éprouvettes intéressant à traiter ici est l'émission acoustique. La figure 3.30 et la figure 3.31 présente les émissions acoustiques normées des éprouvettes planes de texture 3-02bis et de texture 12 respectivement et les compare à l'émission acoustique d'un tube du lot 1. Pour des raisons de lisibilité, les cycles ont été retirés de ces courbes. Comme l'enregistrement des données des extensomètres n'est pas allé jusqu'au bout de l'essai pour l'éprouvette plane du lot 1, la courbe d'émission acoustique associée s'arrête également à 0.3% de

déformation (250 MPa). Cependant, elle a la même forme que la courbe de l'éprouvette plane de texture 12 du lot 1 ce qui permet d'estimer sa valeur maximale de coups cumulés et de la normer.

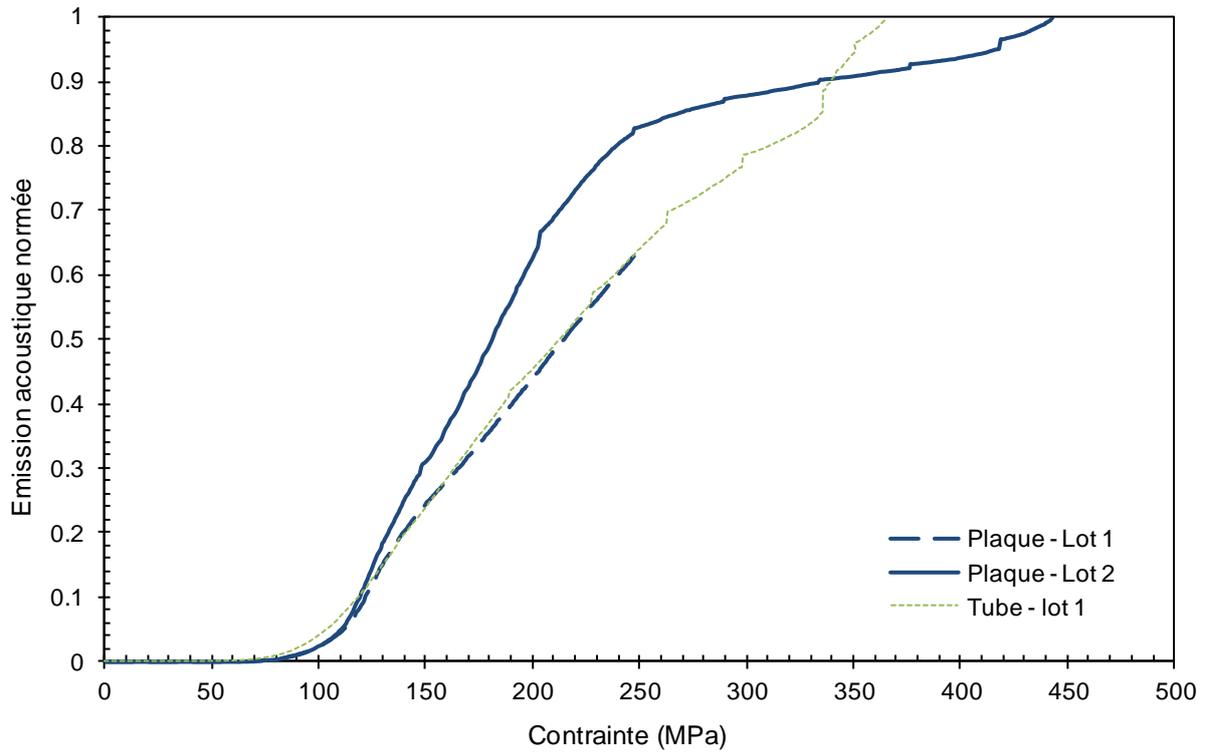


Figure 3.30 - Emissions acoustiques normées des éprouvettes planes et tubulaires de texture 3-02bis testées en traction axiale.

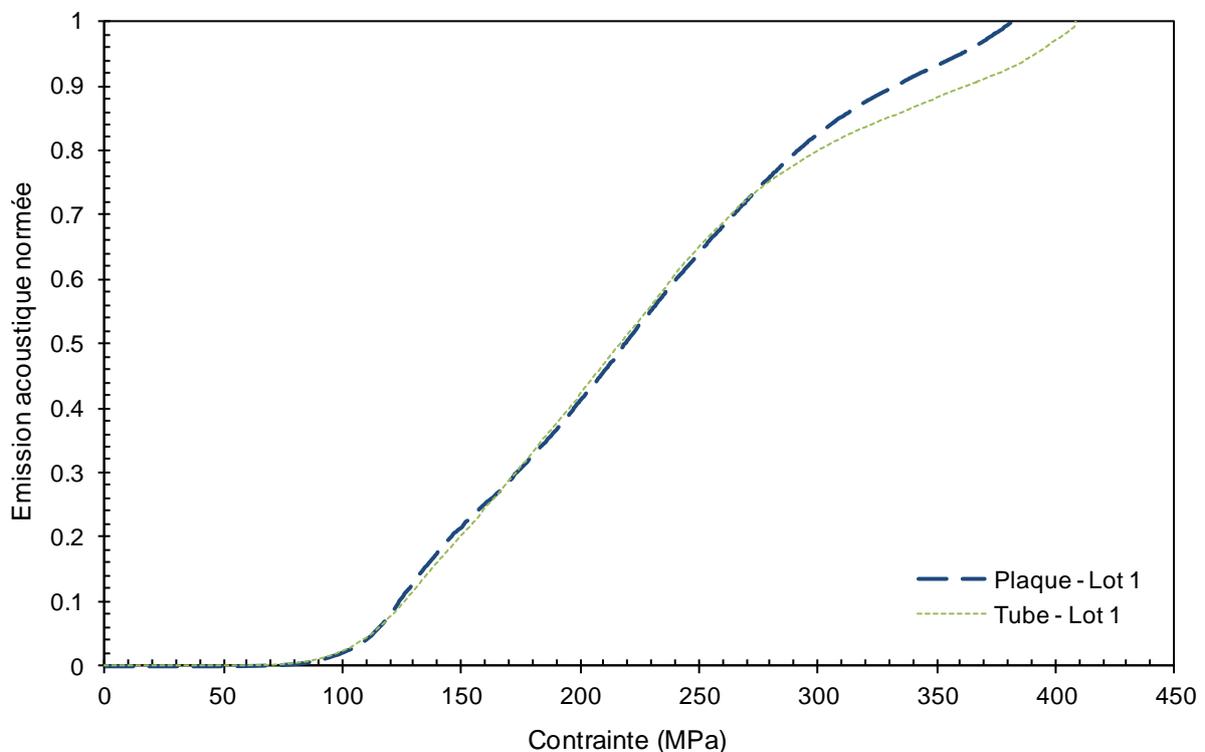


Figure 3.31 - Emissions acoustiques normées des éprouvettes planes et tubulaires de texture 12 testées en traction axiale.

Ce graphique montre encore une fois l'aspect atypique de la seconde éprouvette plane de texture 3-02bis puisque le nombre de coups détectés est nettement inférieur aux autres et le coude représentant la saturation de la fissuration dans la matrice est très marqué. Si cette éprouvette est mise de côté, les courbes d'émission acoustique des éprouvettes planes et tubulaires du lot 1 sont similaires, que ce soit pour la texture 3-02bis ou la texture 12, montrant une cinétique de fissuration équivalente entre les deux structures.

Finalement, les émissions acoustiques des éprouvettes barreaux sont identiques aux émissions acoustiques des tubes sauf pour la seconde texture 3-02bis. Il semble que la mise en forme du renfort agisse également sur la cinétique de fissuration mesurée sur les éprouvettes. Il serait intéressant ici de vérifier l'impact de la technique de tressage sur la cinétique ce qui nécessiterait une grande quantité d'échantillons dont nous ne disposons pas.

► **Comparaison plaque/tube** - Afin de comparer les comportements mécaniques des éprouvettes planes et tubulaires, les courbes contrainte/déformations pour ces deux structures sont reportées sur la figure 3.32 pour la texture 3-02bis et sur la figure 3.33 pour la texture 12.

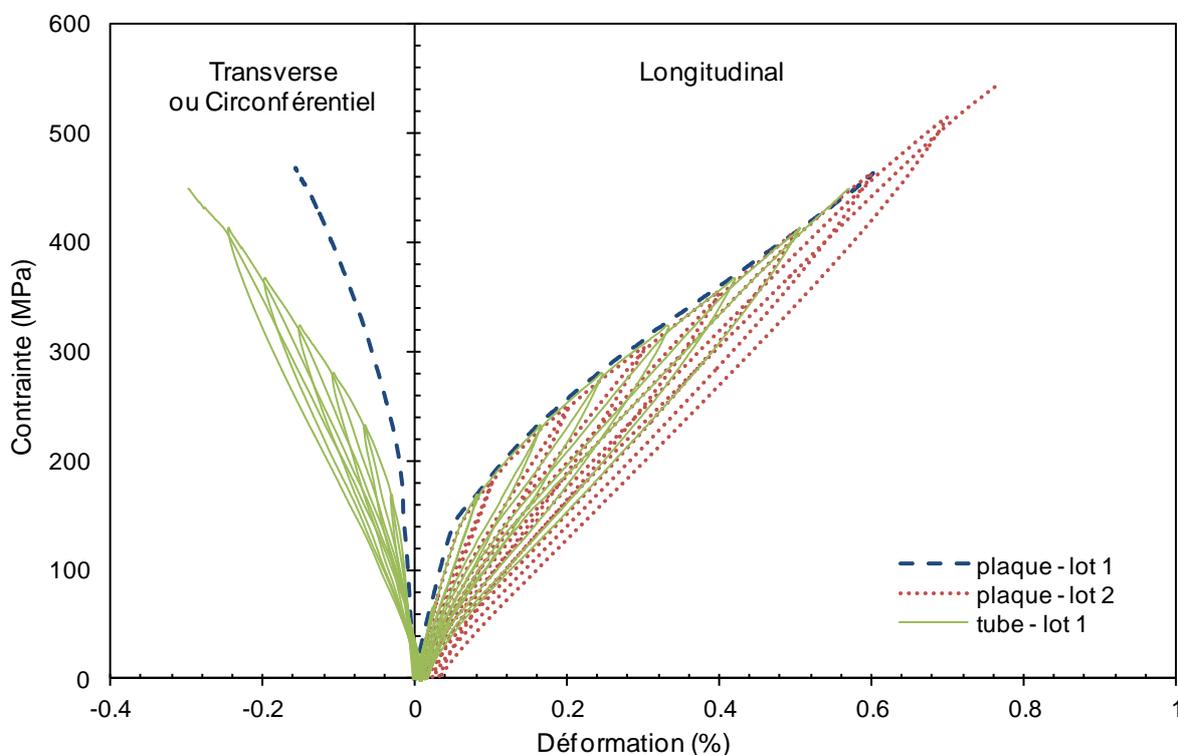


Figure 3.32 - comparaison des comportements mécaniques sous sollicitation de traction des éprouvettes planes et tubulaires de texture 3-02bis.

Un très bon accord est observé entre les deux comportements axiaux des éprouvettes de textures 3-02bis. Cependant, les courbes de déformations circonférentielles ne sont pas aussi proches. Etant donné que l'essai de traction sur tube dont il est question ici ne comprenait pas d'objectif télécentrique, il est difficile de juger de la qualité du comportement circonférentiel mesuré. La différence observée peut très bien provenir de ce problème d'équipement. Ainsi, cette comparaison montre que le comportement plaque est similaire au comportement tube dans la direction axial à température ambiante pour cette texture.

En ce qui concerne la texture 12, son comportement est très stable entre les lots ce qui permet de réaliser une comparaison avec un tube du lot 2 plutôt qu'avec un tube du lot 1. Grâce à cet échange, il

est également possible de comparer les comportements circonférentiels. Un bon accord est observé entre les réponses mécaniques des deux structures. Même si les courbes ne sont pas parfaitement superposées, l'écart présent est suffisamment faible pour supposer qu'il provient de la variabilité du matériau ou plus vraisemblablement d'une erreur sur la mesure des sections des éprouvettes.

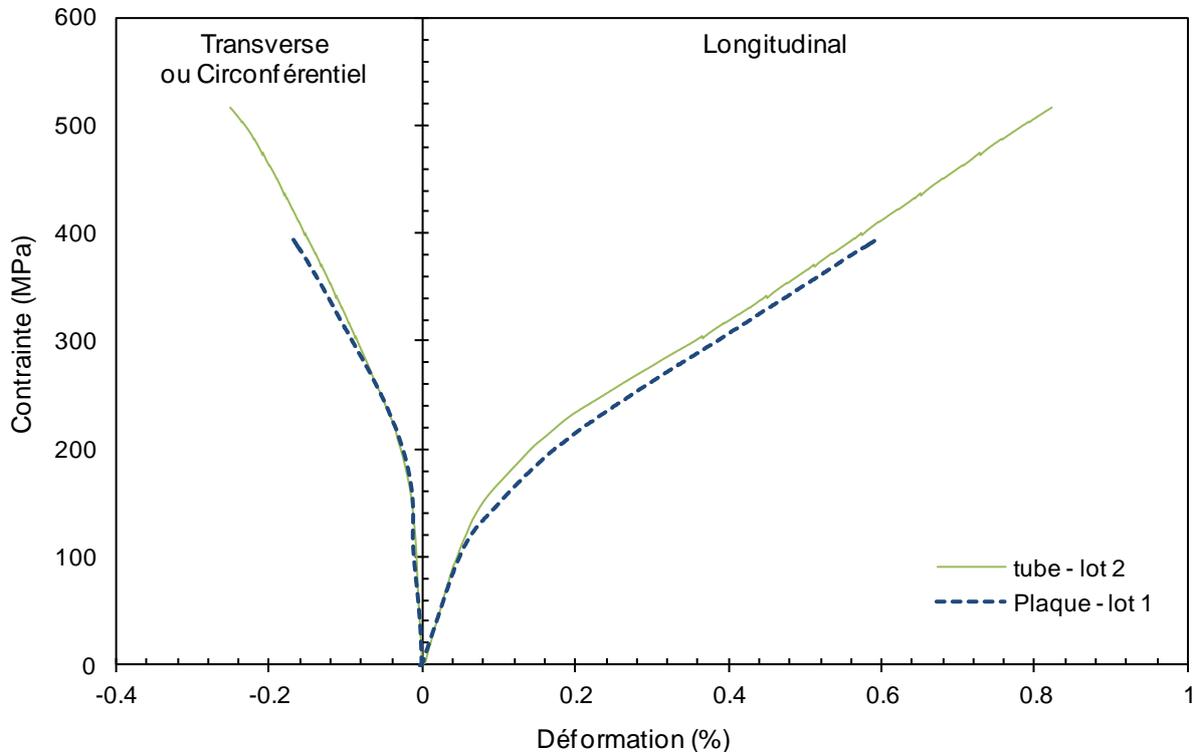


Figure 3.33 - Comparaison des comportements mécaniques sous sollicitation de traction des éprouvettes plane et tubulaires de texture 12.

Finalement, la réponse mécanique des structures planes et des structures tubulaires sont relativement similaires en termes de contrainte/déformation. Même les indicateurs d'endommagement mesurés sur les cycles sont similaires pour peu que la comparaison concerne des matériaux ayant les mêmes conditions de mise en forme. A priori, ce résultat permet de supposer que l'endommagement qui se produit dans les deux structures est identiques. Cependant, il est important de le vérifier à l'aide d'analyses post-mortem.

2.2.2 Observations post-mortem

► **Observation de l'endommagement** - De la même manière que pour les tubes, le réseau de fissuration est observé sur la surface de l'échantillon après rupture afin de vérifier l'orientation des différentes familles de fissures matricielles. La figure 3.34 présente quatre clichés MEB de la surface d'une plaque de texture 3-02bis après rupture en traction.

Sur ces clichés MEB, deux types de fissures sont observées :

- Des fissures normales à l'axe de chargement (surlignées en bleu).
- Des fissures parallèles à l'axe de chargement (surlignées en vert).

Ces deux familles ont déjà été observées sur les tubes et seraient donc bien liées à la technique de mise en forme des renforts.

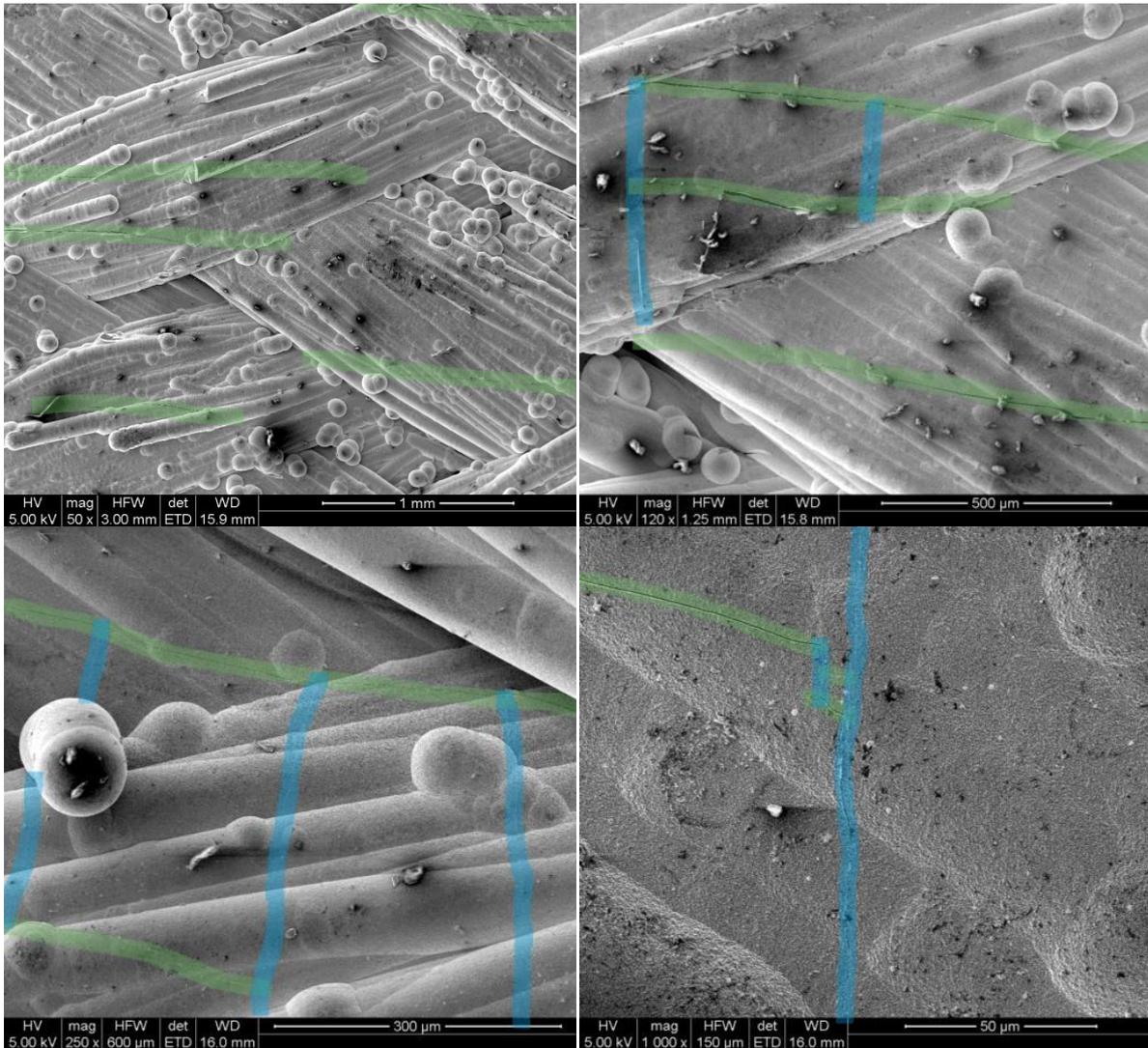


Figure 3.34 - Observations MEB de la fissuration de surface d'une plaque de texture 3-02bis. Les fissures ont été surlignées pour être plus visibles. La direction de sollicitation est horizontale.

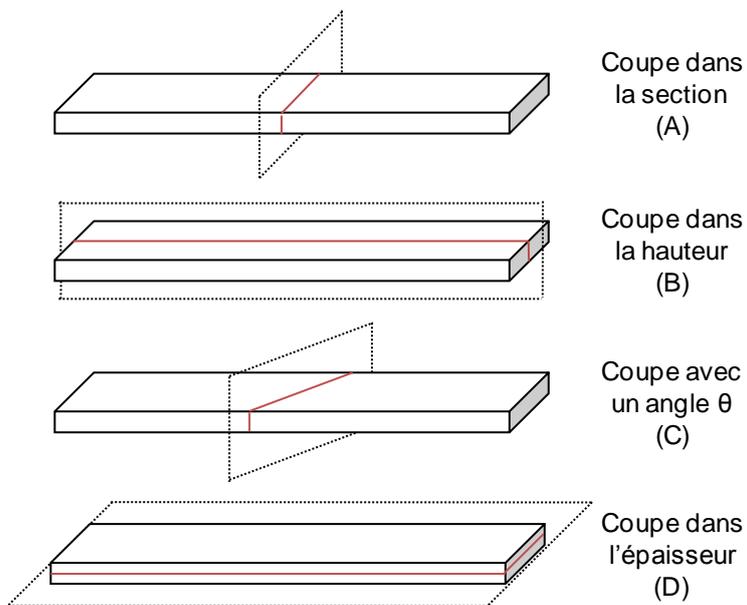


Figure 3.35 - illustration des plans de coupe utilisés pour les éprouvettes barreaux.

Une éprouvette barreau au motif 3-02bis a également été découpée et observée au microscope optique Keyens en suivant les plans de coupe définis sur la figure 3.35 : une coupe dans la section (plan A), une coupe dans la hauteur (plan B), une coupe à 30° (plan C) ainsi qu'une coupe dans l'épaisseur (plan D) permettant l'observation de l'endommagement de surface (figure 3.36).

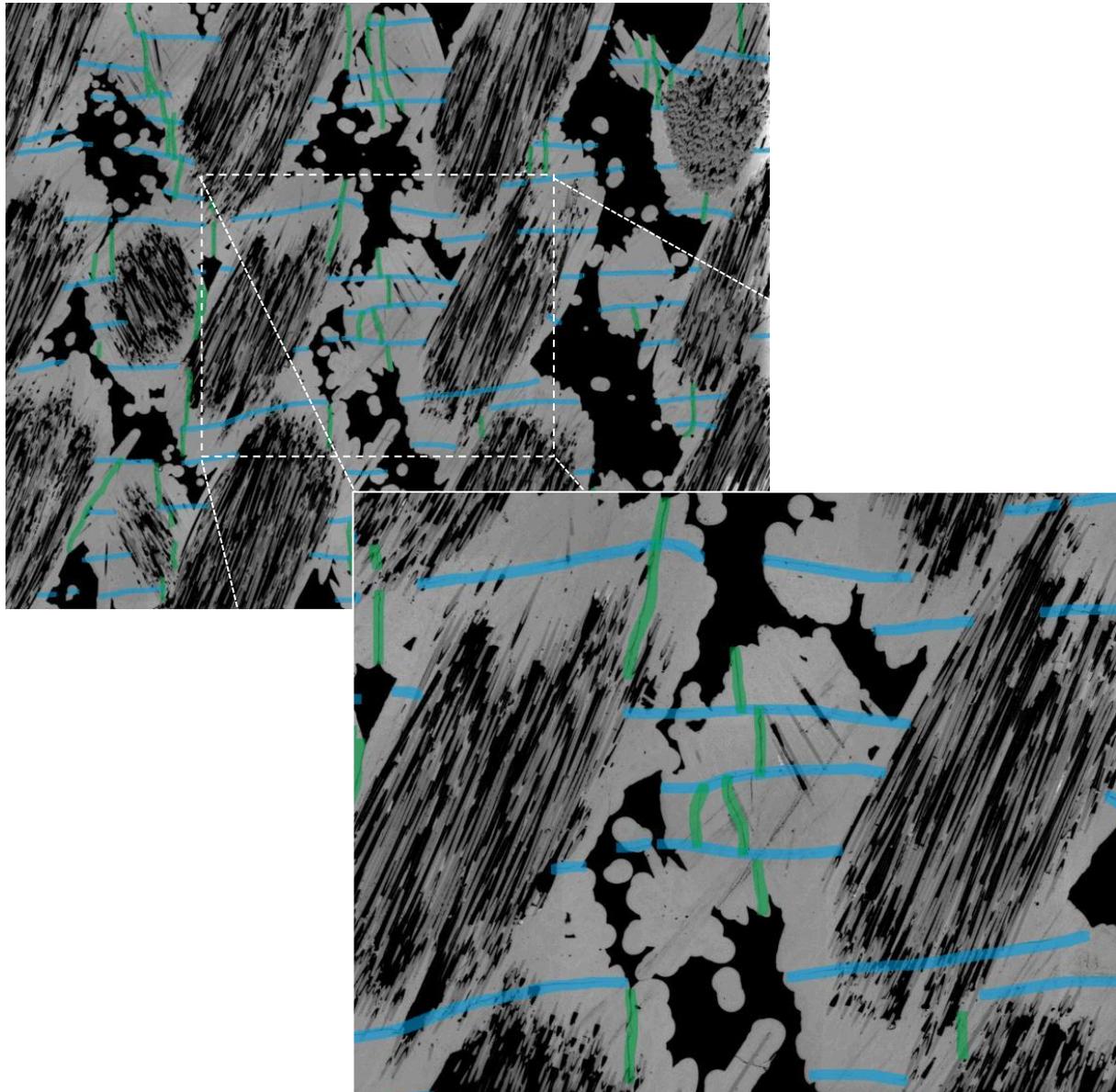


Figure 3.36 - Coupe micrographique dans l'épaisseur (plan D) d'une éprouvette barreau de texture 3-02bis endommagée sous sollicitation de traction. La direction de sollicitation est verticale. Les fissures ont été surlignées afin d'améliorer leur visibilité.

Cette coupe permet de se rendre compte de l'agencement du réseau de fissurations dans la matrice. Les deux familles de fissurations matricielles mises en évidence sur les clichés MEB sont encore présentes ici.

Les trois autres coupes effectuées sur l'éprouvette montrent des processus de fissurations classiques tels que de la décohésion fil/fil et de la décohésion fil/matrice. Cet endommagement est similaire à celui observé sur tube. La figure 3.37 présente la coupe réalisée dans la section (plan A) et montre de la décohésion fil/fil et fil/matrice en plus de l'endommagement matriciel de surface. La figure 3.38 s'intéresse à la coupe dans la hauteur (plan B). De la décohésion fil/fil est principalement visible ainsi

qu'un peu d'endommagement dans la matrice en surface. Enfin, la figure 3.39 présente une coupe à 30° par rapport à l'axe de chargement (plan C). Initialement cette coupe devait servir à observer l'endommagement le long d'un fil mais la difficulté de la découpe avec un angle a conduit à une micrographie plus difficile a exploitée. Encore une fois, l'endommagement matriciel de surface est visible ainsi que de la décohésion fil/fil montrant que celle-ci se propage dans toutes les directions au sein du composite.

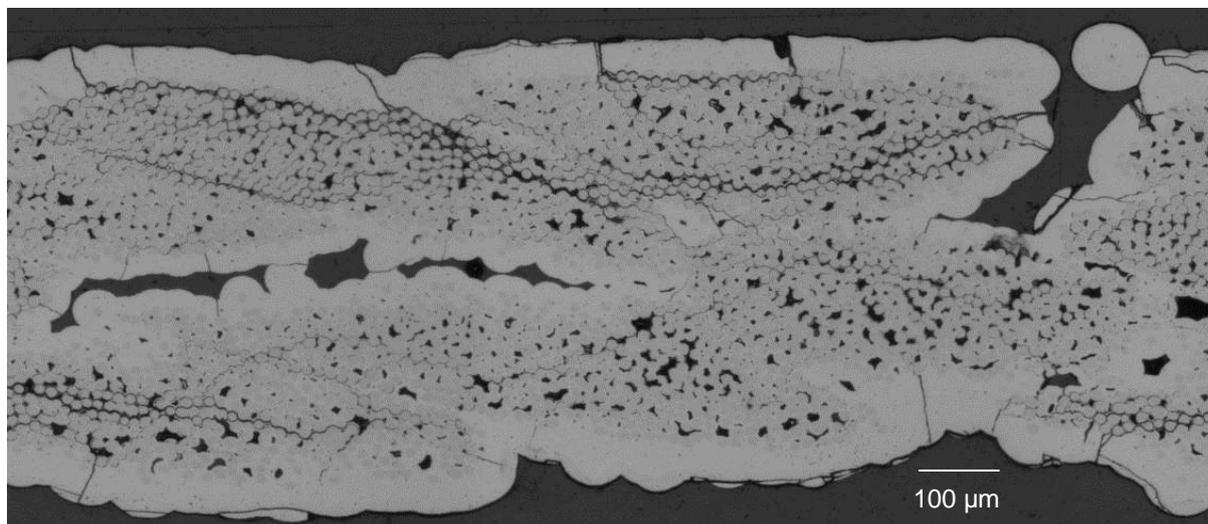


Figure 3.37 - Coupe micrographique dans la section (plan A) d'une éprouvette plane de texture 3-02bis endommagée en traction.

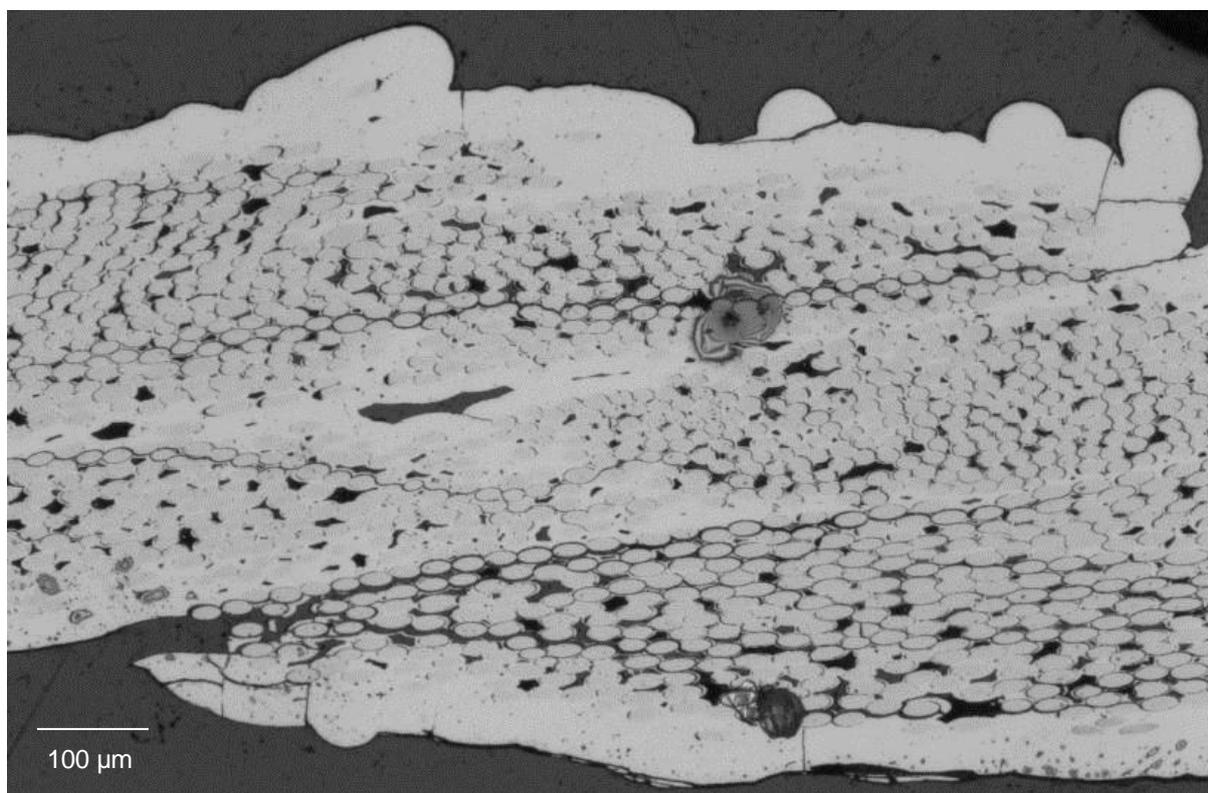


Figure 3.38 - Coupe micrographique dans la hauteur (plan B) d'une éprouvette plane de texture 3-02bis endommagée en traction.

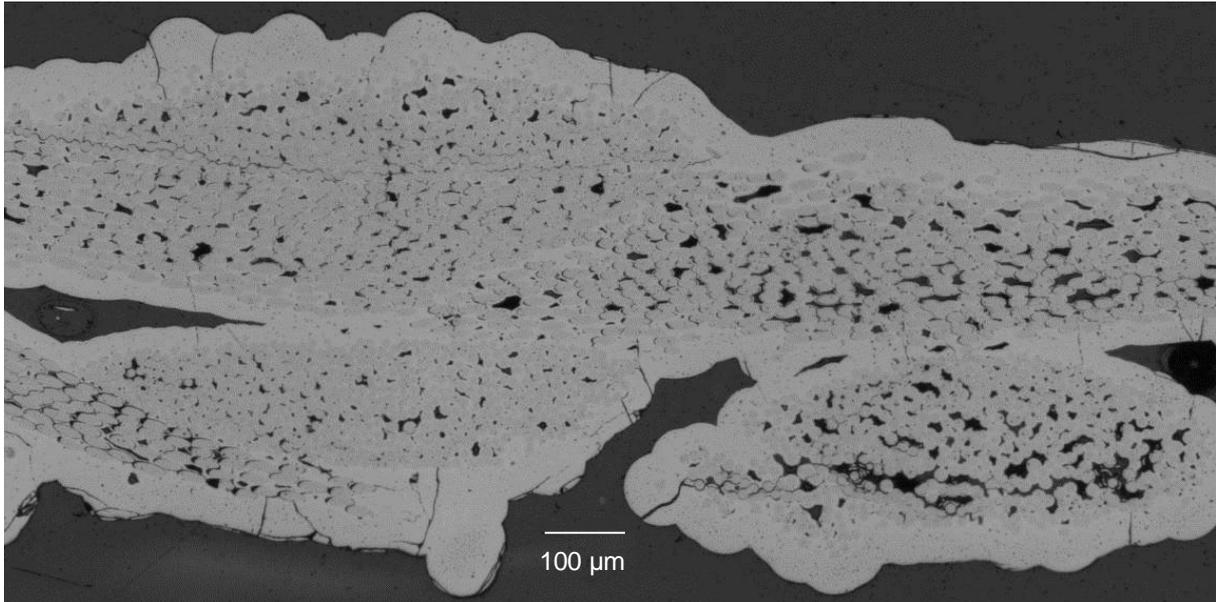


Figure 3.39 - Coupe micrographique à 30° (plan C) d'une éprouvette plane de texture 3-02bis endommagée en traction.

► **Analyse de la rupture des éprouvettes barreau** - De manière similaire aux tubes, il est possible d'observer les éprouvettes après essai afin de localiser les zones de rupture. La figure 3.40 présente les trois éprouvettes planes qui ont été sollicitées en traction.

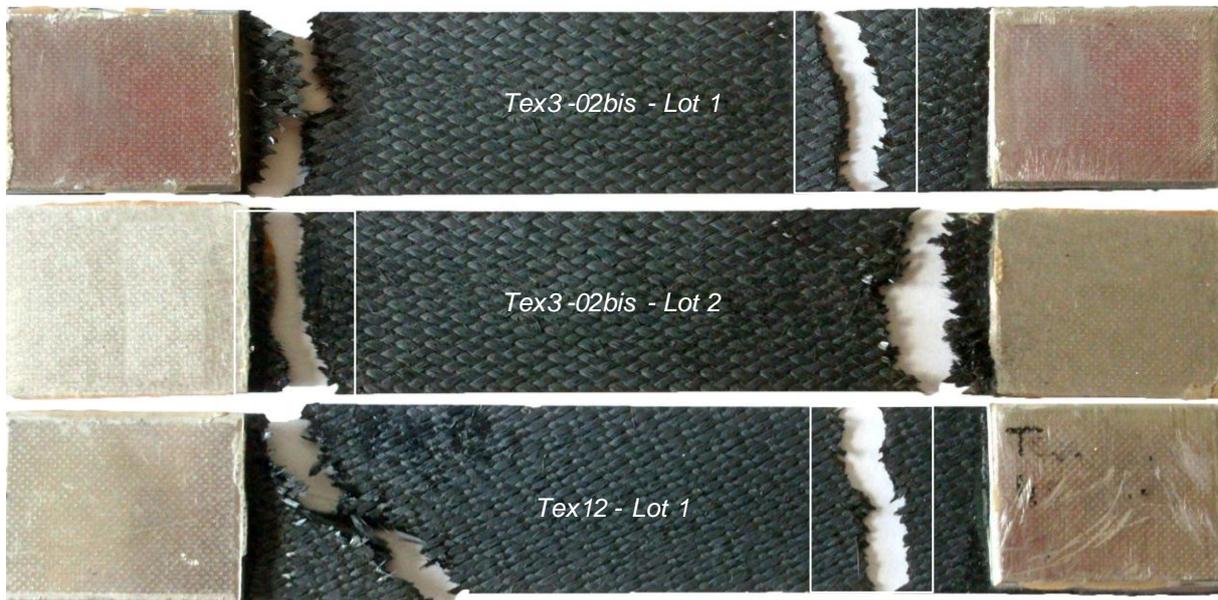


Figure 3.40 - Zones de rupture des trois éprouvettes planes testées en traction. Localisation de la première rupture supposée (rectangles blancs).

Ces éprouvettes ont toutes rompu en deux endroits distincts probablement en raison du même effet dynamique à la rupture responsable de l'apparition des fissures parallèles à l'axe de chargement. La zone qui semble correspondre à la première rupture a été entourée en blanc sur la figure 3.40. La seconde rupture proviendrait de la propagation de l'onde élastique dans le matériau au moment de la première rupture ce qui expliquerait pourquoi elle n'est pas toujours complète (cf. la plaque de texture 12). Ceci mis à part, la majorité des ruptures n'ont pas lieu en limite de talons et sont donc

acceptables. Notons ici que l'éprouvette barreau de texture 3-02bis du lot 2 au comportement mécanique atypique est la seule à rompre en limite de talons.

► **Analyse des faciès de rupture** - En parallèle de cette étude de l'endommagement, des observations de faciès de rupture ont été faites (figure 3.41). Ces clichés permettent de se rendre compte que l'interphase joue bien son rôle ici puisque le faciès de rupture est typique des matériaux endommageables. Même si certaines zones offrent un faciès fragile, la majorité de la surface présente des déchaussements de fibres et des gaines de matrice ou de l'interphase.

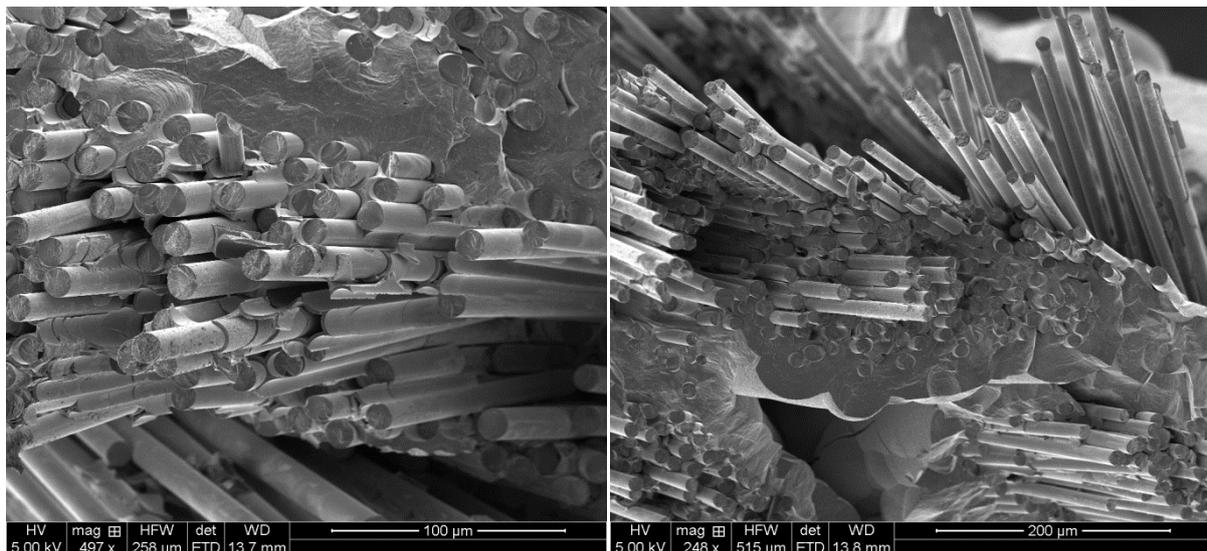


Figure 3.41 - Clichés MEB du faciès de rupture d'une éprouvette barreau de texture 3-02bis après essai de traction.

Ainsi, l'endommagement observable après rupture en traction d'une éprouvette plane est similaire à celui observé sur des tubes. Les deux familles de fissures matricielles sont présentes et la décohesion se propage dans toutes les directions dans l'éprouvette. Les faciès de rupture sont également identiques et caractéristiques d'un matériau endommageable. A présent, il est possible de s'intéresser aux cinétiques de fissuration des éprouvettes plaques.

2.2.3 Mesure des cinétiques de fissuration

► **Cinétique de la plaque cyclée** - De la même manière que pour les tubes, il est possible de mesurer une cinétique de fissuration à l'aide des images enregistrées durant l'essai. Ainsi, la figure 3.42 présente l'évolution de la fissuration mesurée sur les images de corrélation à l'œil nu au cours du chargement comparée à cette même évolution mesurée à l'aide du logiciel Corréli. Comme attendu, la cinétique mesurée sur les champs de déformation obtenue par Corréli est bien plus représentative. Celle-ci prend en compte la totalité des fissures apparues en surface et est en meilleur accord avec la courbe d'émission acoustique normée (figure 3.43). En revanche, tout comme l'analyse à l'œil nu, il est difficile de dénombrer toutes les fissures présentes sur les derniers champs de déformation en raison de l'importance de la densité de fissuration à ces chargements.

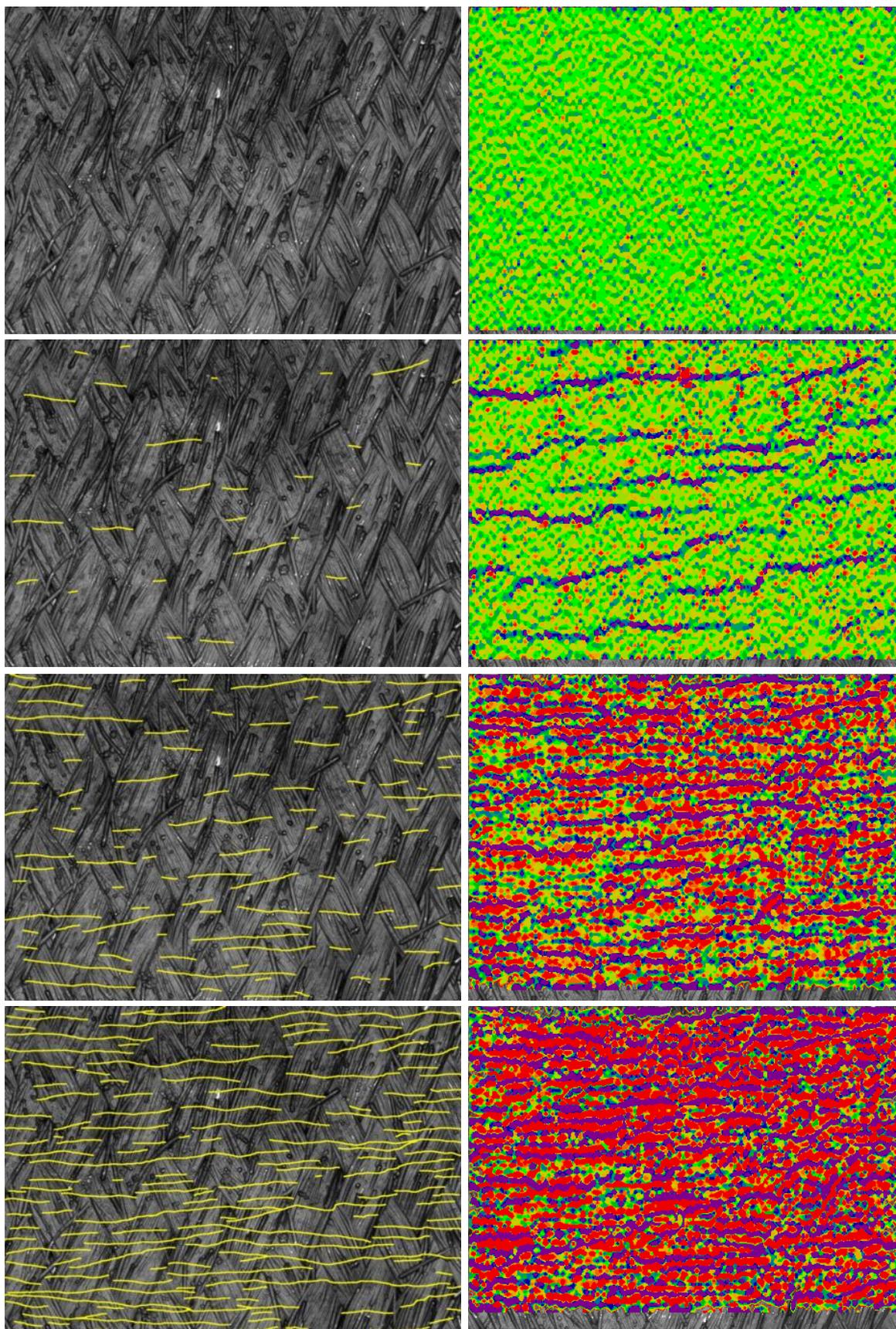


Figure 3.42 - Evolution de la fissuration de surface vue à l'œil nu sur les images de corrélation au cours du chargement pour une contrainte de 0, 147, 289 et 443 MPa.

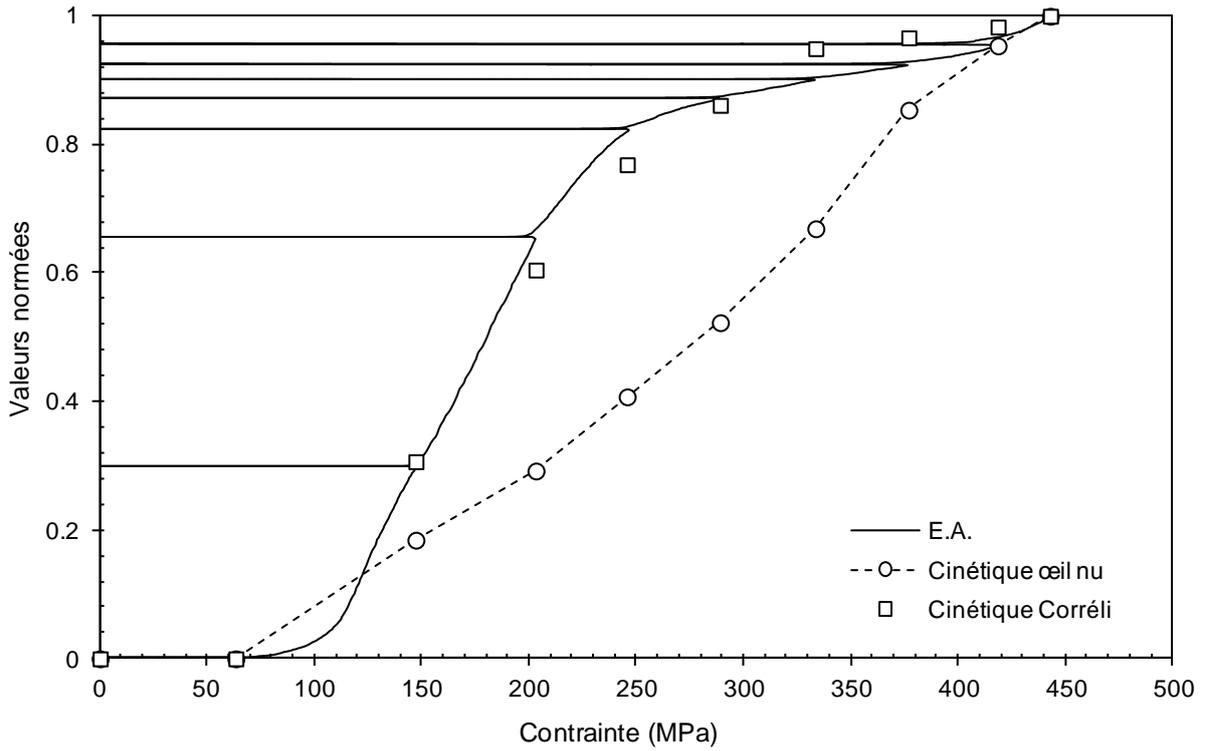


Figure 3.43 - Evolution de l'émission acoustique normée et comparaison avec les densités de fissuration normées mesurées sur les images à l'œil nu et par Corréli.

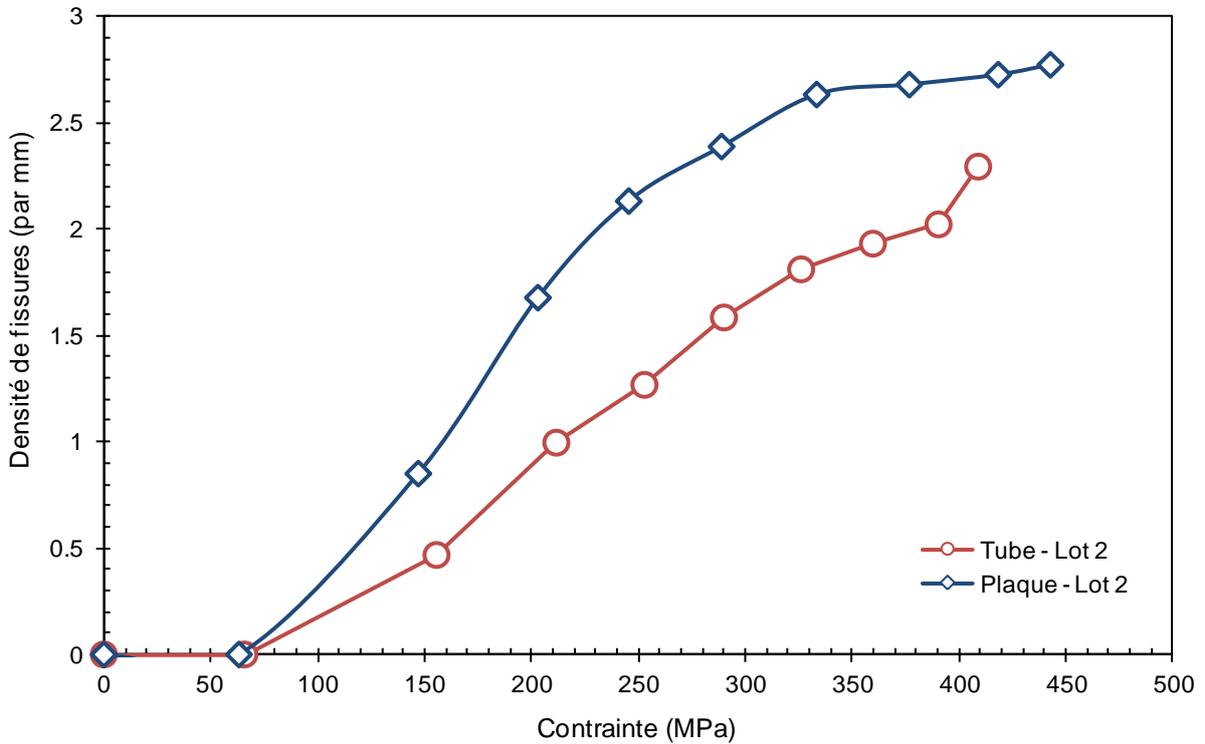


Figure 3.44 - Evolution de la densité de fissuration sur des échantillons tubes et sur la plaque de texture 3-02bis sollicitée en traction cyclée.

► **Comparaison des cinétiques des éprouvettes planes et tubulaires** - A présent que les cinétiques ont toutes été mesurées, il est possible de comparer les résultats obtenus sur tube et sur éprouvette barreau. La figure 3.44 présente l'évolution de la densité de fissuration mesurée au cours

du chargement sur l'éprouvette barreau de texture 3-02bis du lot 2 et la compare à celle du tube de texture 3-02bis du lot 2. Il apparait que la densité de fissuration de l'éprouvette plane testée croit plus vite que celle du tube et atteint un palier de saturation pour 330 MPa. Un tel palier n'a pas été observé sur les densités de fissuration des tubes (figure 3.24). Il faut toutefois garder en mémoire que cette éprouvette plane possède un comportement transverse atypique. Afin de valider ce résultat, il serait intéressant de réaliser plus d'essais sur plaque et de mesurer les évolutions de leurs densités de fissurations mais le nombre d'éprouvettes disponibles pour ce travail ne permet pas ce type d'étude.

En conclusion sur les essais sur éprouvettes planes, plusieurs choses sont à retenir. Premièrement, les comportements mécaniques des éprouvettes barreaux sont similaires aux comportements mécaniques des tubes pour peu que les mises en forme des renforts soit équivalents. Les comportements axiaux et circonférentiels sont reproductibles et typiques de cette famille de matériau. Pour deux des trois éprouvettes planes, les émissions acoustiques sont en parfait accord avec celles observées sur tubes. Malheureusement, la seule éprouvette sollicitée de manière cyclée et dont les images étaient suffisamment résolues pour permettre une mesure des densités de fissuration possède un comportement atypique et une évolution de la densité de fissuration différente de celle des tubes. Cette différence provient probablement de l'étape de mise en forme du renfort tressé. Afin de vérifier cet effet, il serait intéressant d'élaborer plusieurs préformes en faisant varier les paramètres de tressages tels que les vitesses des bobines et la tension dans les fils et de les caractériser.

3 ESSAIS DE PRESSION INTERNE

La seconde sollicitation dimensionnante est induite par le différentiel de pression. En surface de l'échantillon, la pression interne se traduit par de la traction compression dans le sens circonférentiel. Cette dernière partie concerne la réponse mécanique des structures tubulaires à une sollicitation de pression interne monotone ou cyclée. L'intérêt étant bien sur de caractériser dans le sens circonférentiel les textures de l'étude. L'agencement de la partie est similaire à la précédente. Après une analyse du comportement mécanique mesuré, une étude post-mortem des échantillons révélera le réseau de fissuration de la structure pour finir par une mesure des cinétiques de fissurations.

3.1 ANALYSE DU COMPORTEMENT MECANIQUE

► **Reproductibilité des essais** - Des essais de pression interne monotone et cyclée ont été réalisés sur des tubes de renforts 3-02bis, 8 et 12. La figure 3.45 présente la réponse mécanique d'une texture 3-02bis sollicitée en pression interne monotone comparée à la réponse mécanique de cette texture sous chargement axial.

Les contraintes à rupture sont très faibles en comparaison des 500 MPa de la traction axiale. L'angle de tressage joue pour beaucoup dans cet écart puisqu'il est de 30° dans le cas des tubes de l'étude. Ainsi, le comportement sous chargement circonférentiel présente une contrainte plus faible mais une déformation plus importante si on le compare à celui obtenu sous chargement axial (figure 3.45).

Un second essai sur texture 3-02bis a été réalisé. Cet essai de pression interne était cyclé. La figure 3.46 présente la réponse mécanique mesurée lors de cet essai comparée à celle du premier essai de pression interne sur cette texture. Encore une fois, une bonne reproductibilité est notée, que ce soit en termes de comportement mécanique ou de contraintes à rupture.

La Figure 3.47 et la figure 3.48 présentent ces mêmes résultats respectivement pour une texture 8 et une texture 12. Les comportements sous chargement de pression interne sont encore reproductibles et toujours nettement inférieurs aux comportements sous chargement axial. Les courbes

contrainte/déformation sont typique des matériaux CMC avec toutefois des déformations résiduelles importantes. Les émissions acoustiques normées sont encore une fois comparables entre les deux essais d'une même texture.

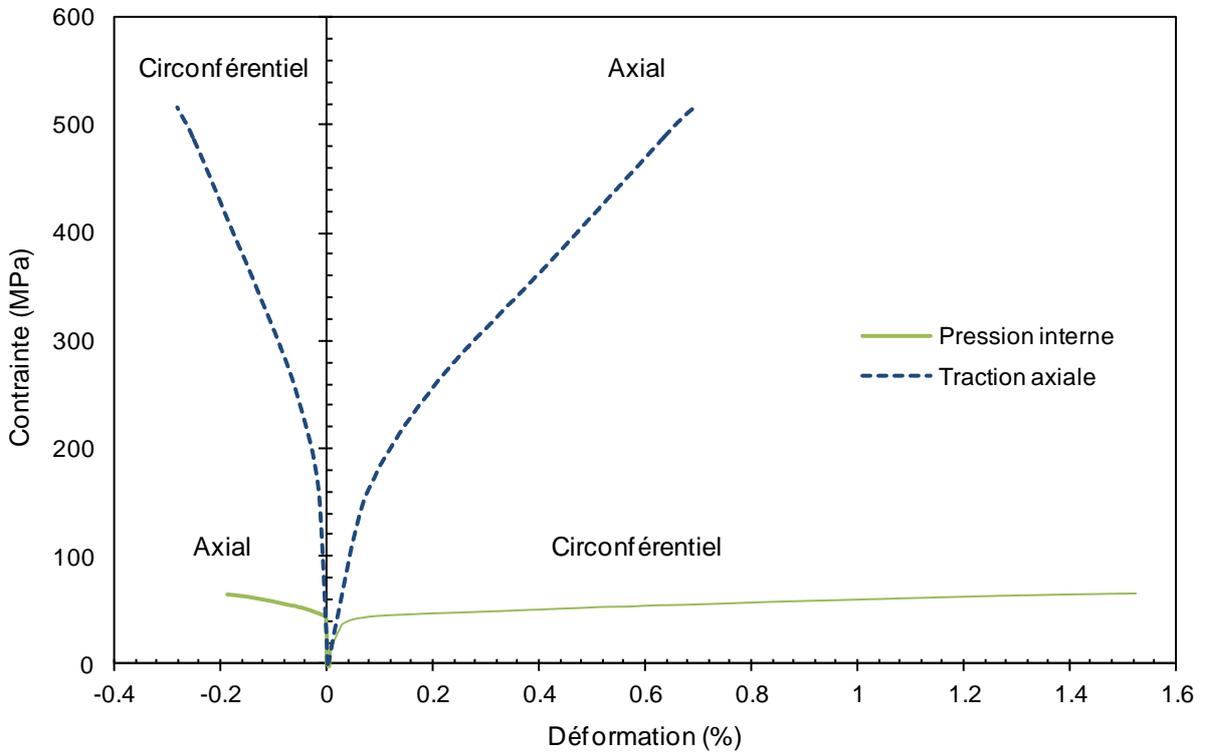


Figure 3.45 - Comparaison des comportements mécaniques en traction axiale et en pression interne pour une texture 3-02bis.

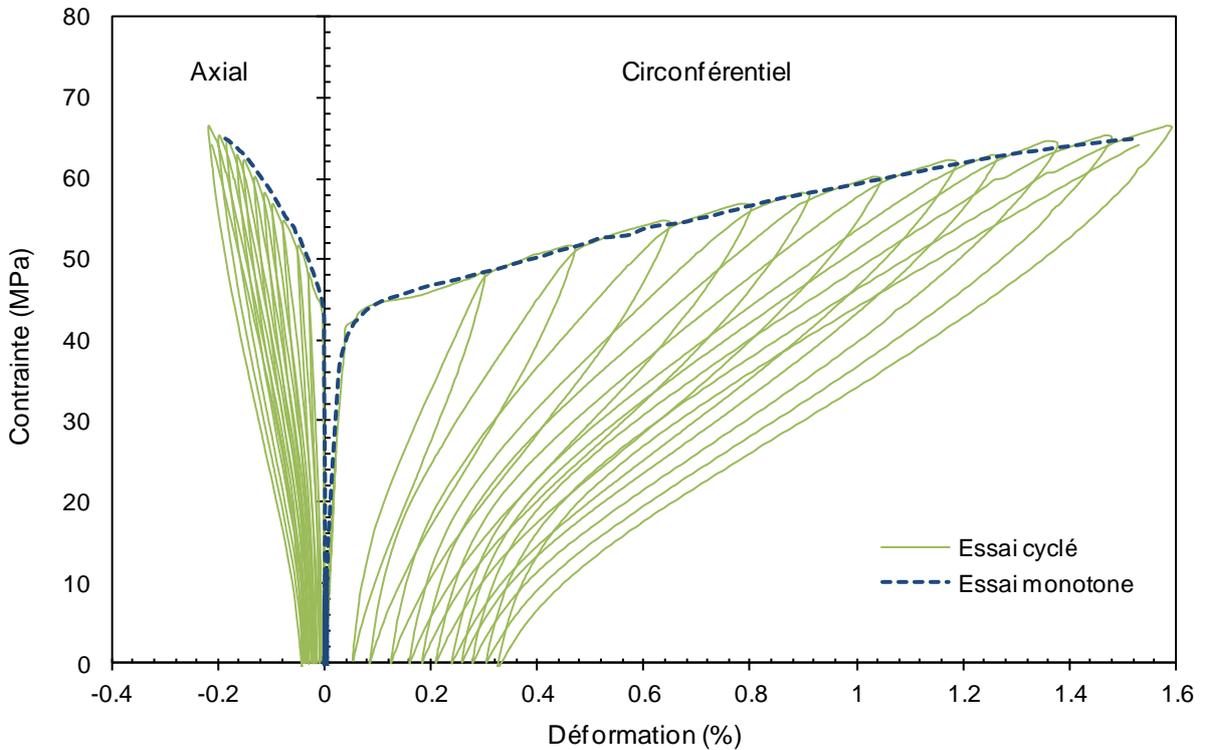


Figure 3.46 - Comportement mécanique d'une texture 3-02bis en pression interne cyclée. Comparaison avec l'essai monotone.

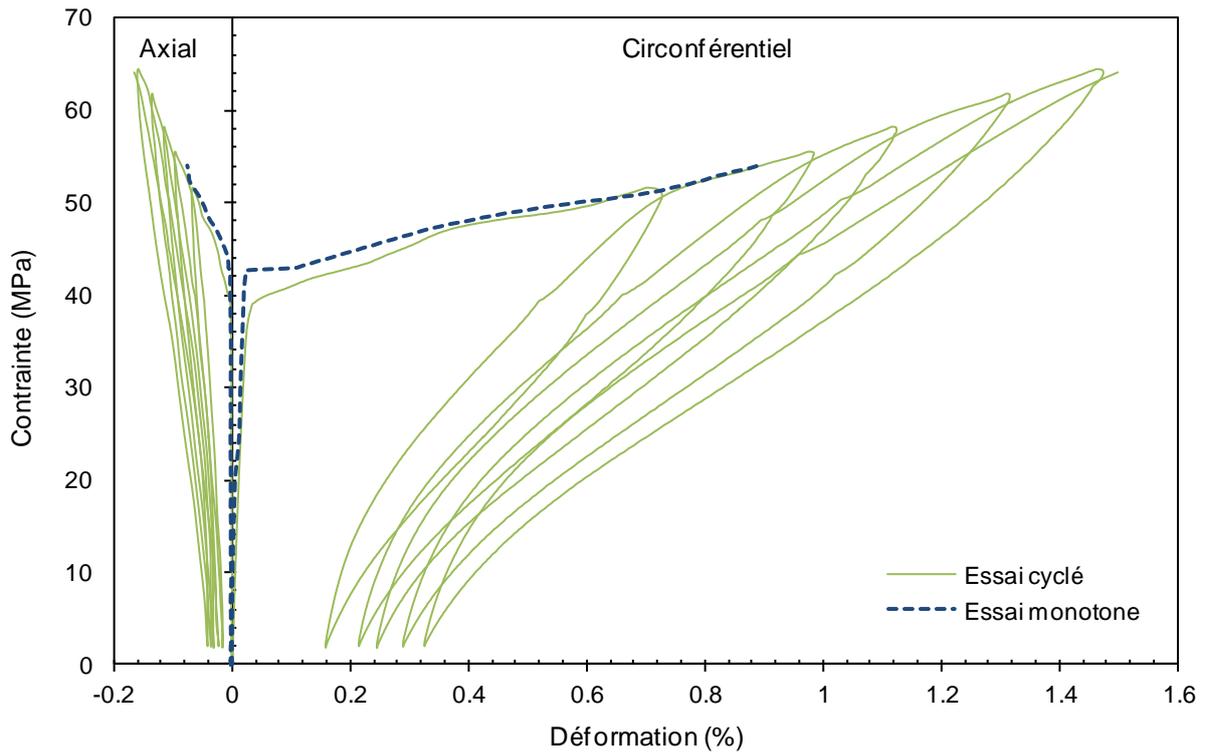


Figure 3.47 - Courbes contrainte/déformation de deux textures 8 sollicitées en pression interne.

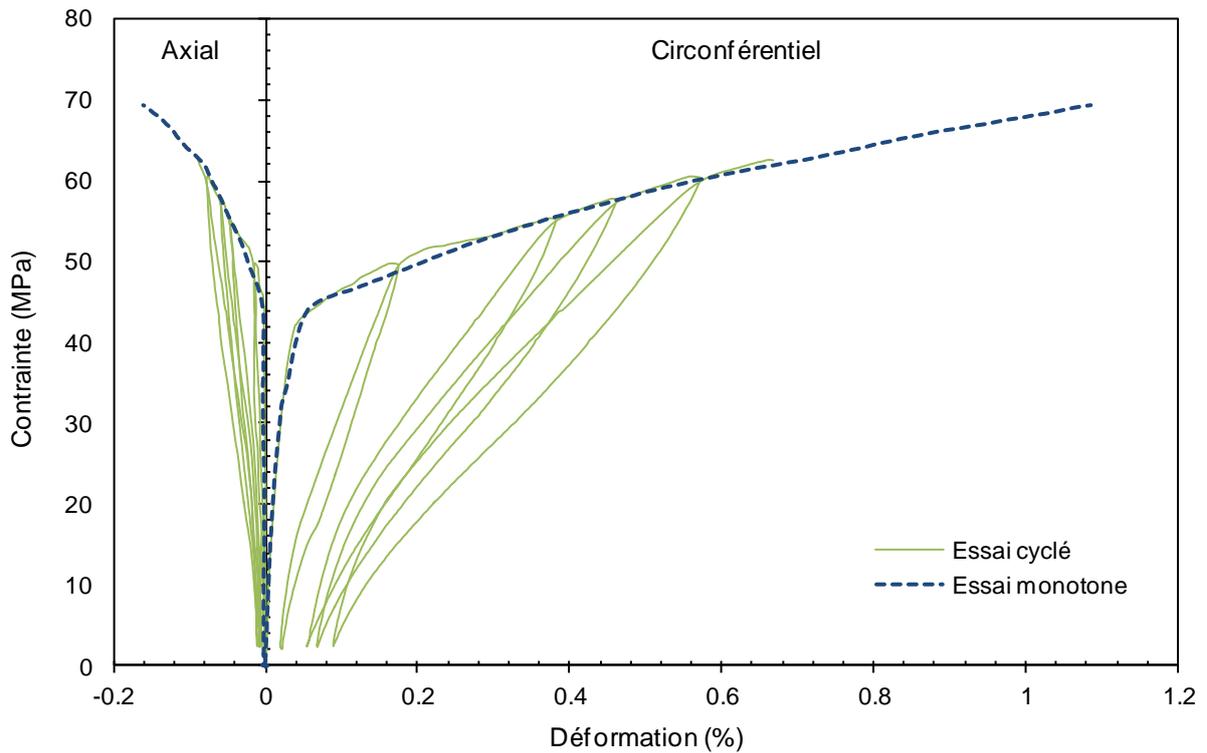


Figure 3.48 - Courbe contrainte/déformation de deux textures 12 sollicitées en pression interne.

Les deux textures 3-02bis et les deux textures 12 ont rompu à 140 bars de pression environ alors que les deux textures 8 ont tenu jusqu'à 160 bars. Ceci s'explique par la différence des diamètres des textures 8 qui sont plus important que ceux des autres textures (cf chapitre 1). Il reste toutefois très délicat de comparer les ruptures de ces textures puisque les comportements mesurés le sont à des

rayons différents. En revanche, ce problème ne s'applique pas aux propriétés élastiques. Les principales grandeurs de ces essais sont résumées dans l'annexe B.

L'étude des boucles d'hystérésis des essais de pression interne cyclée permettent d'avoir un premier aperçu de l'endommagement des structures tubulaires sous ce type de chargement. Les indicateurs d'endommagement définis au paragraphe 2.1.1 sont déterminés sur ces essais et résumés sur la figure 3.49 pour les trois textures considérées.

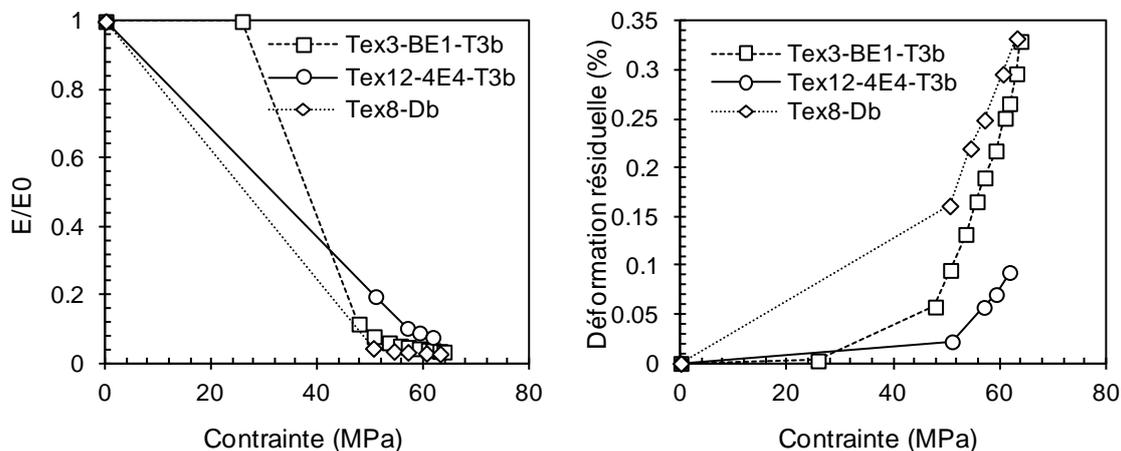


Figure 3.49 - Evolution des indicateurs d'endommagement lors des essais de pression interne sur les trois textures considérées.

Contrairement aux essais de traction, les courbes de déformation résiduelles sont quasiment linéaires. Les modules chutent très rapidement jusqu'à atteindre des valeurs très basses liées aux faibles contraintes mesurées. Une observation post-mortem des échantillons testés en pression interne devrait fournir plus d'informations sur l'endommagement intervenant dans ces structures.

3.2 OBSERVATIONS POST-MORTEM

► **Observation de l'endommagement** - De la même façon que pour les tubes testés en traction axiale, une analyse post mortem des échantillons sollicités en pression interne va fournir de plus amples informations sur les phénomènes de fissuration induits par le chargement. Une première observation de la surface d'un tube après essai suggère que le réseau de fissuration superficiel est identique à celui observé pour la traction (figure 3.50). Deux familles de fissures sont visibles : (i) des fissures normales à la direction de chargement (horizontales ici) et (ii) des fissures parallèles à la direction de chargement (verticales ici).

Suite à cette observation, des coupes ont été réalisées dans un tube de texture 3-02bis selon les mêmes plans que pour les échantillons issus d'essais de traction (illustrés sur la figure 3.16) : (i) une coupe dans la section du tube (plan A), (ii) une coupe dans la hauteur du tube (plan B) et (iii) une coupe avec un angle de 60° par rapport à l'axe de révolution du tube (plan C). Le résultat de ces trois coupes est présenté sur la figure 3.51 pour la coupe dans la section, sur la figure 3.52 pour la coupe dans la hauteur et sur la figure 3.53 pour la dernière coupe.

L'endommagement présent est similaire à celui observé en traction à savoir que des fissures de surface sont retrouvées ainsi que de la décohésion fil/fil et fil/matrice. Dans l'ensemble des coupes effectuées, l'endommagement semble plus important sur la partie interne du tube que sur la partie externe. Pour une sollicitation de gonflement, cela semble cohérent car le calcul des contraintes circonférentielles donne une charge plus grande sur la face interne du tube que sur la face externe pour une même pression appliquée.

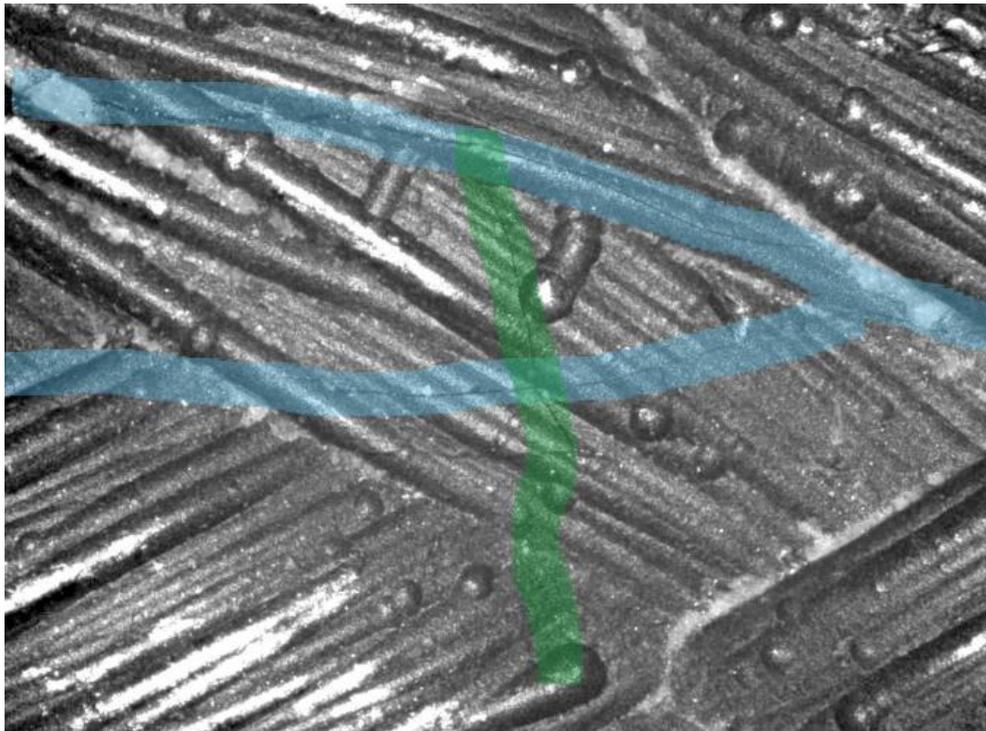


Figure 3.50 - Photographie au microscope de la surface d'un tube testé en pression interne. La direction de chargement est verticale. Les fissures normales au chargement sont surlignées en bleu et les fissures parallèles au chargement sont surlignées en vert.

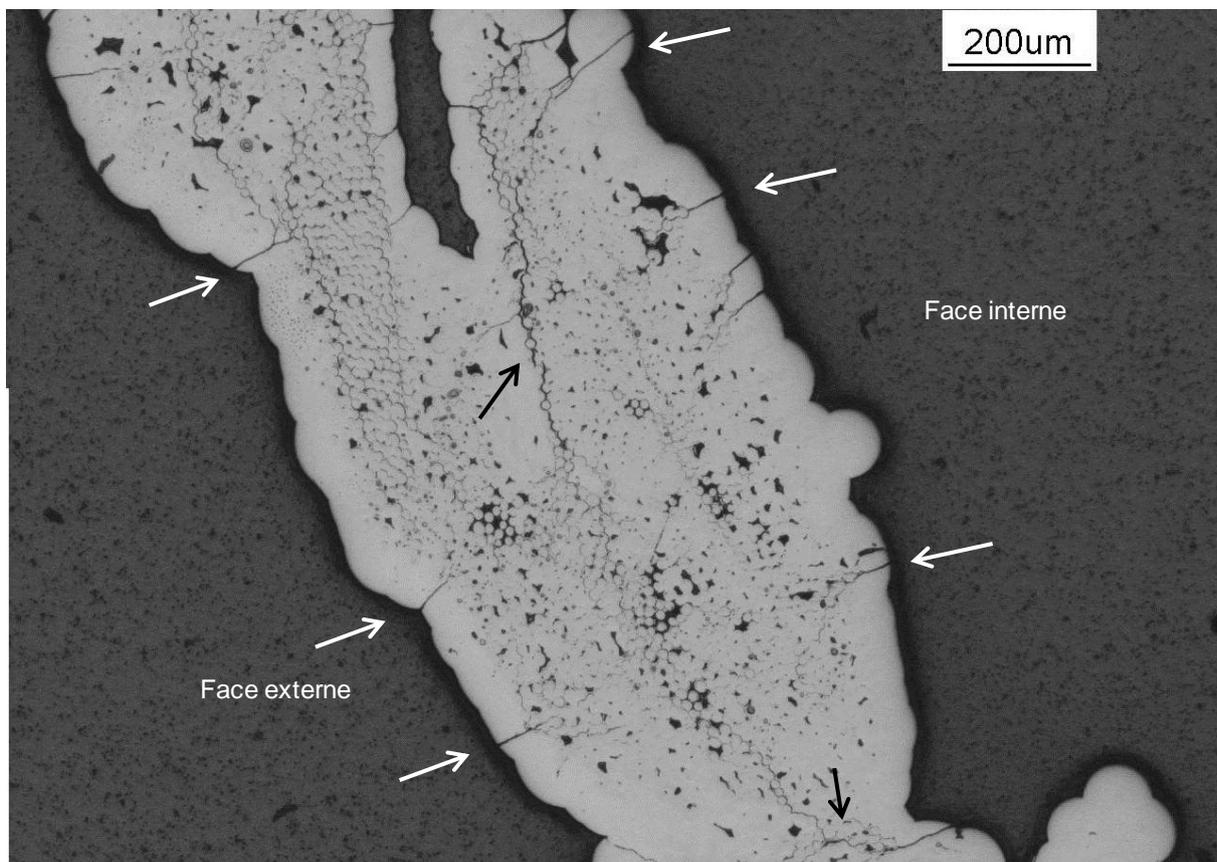


Figure 3.51 - Coupe micrographique dans la section (plan A) d'un tube de texture 3-02bis sollicité en pression interne. Les fissures de surface sont pointées par des flèches blanches et la décohésion par des flèches noires.

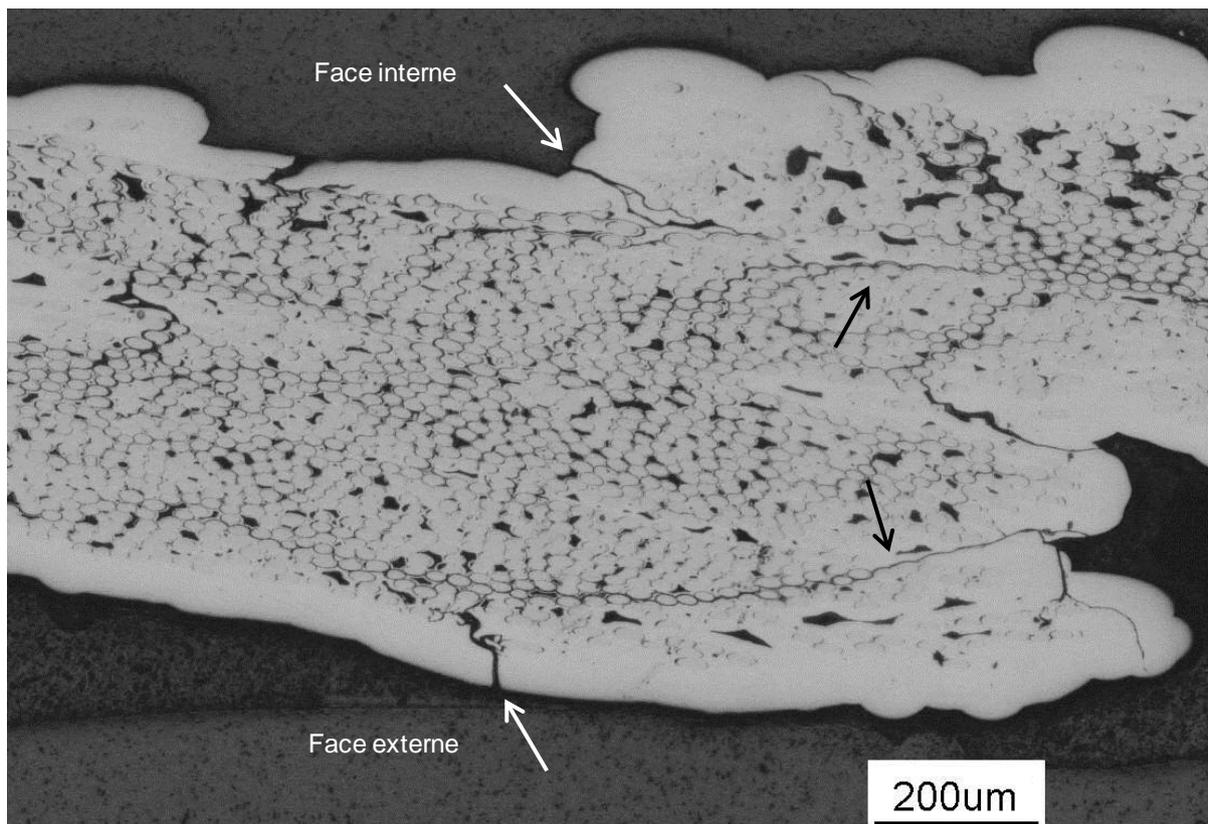


Figure 3.52 - Coupe micrographique dans la hauteur (plan B) d'un tube de texture 3-02bis sollicité en pression interne. Les fissures de surface sont pointées par des flèches blanches et la décohésion par des flèches noires.

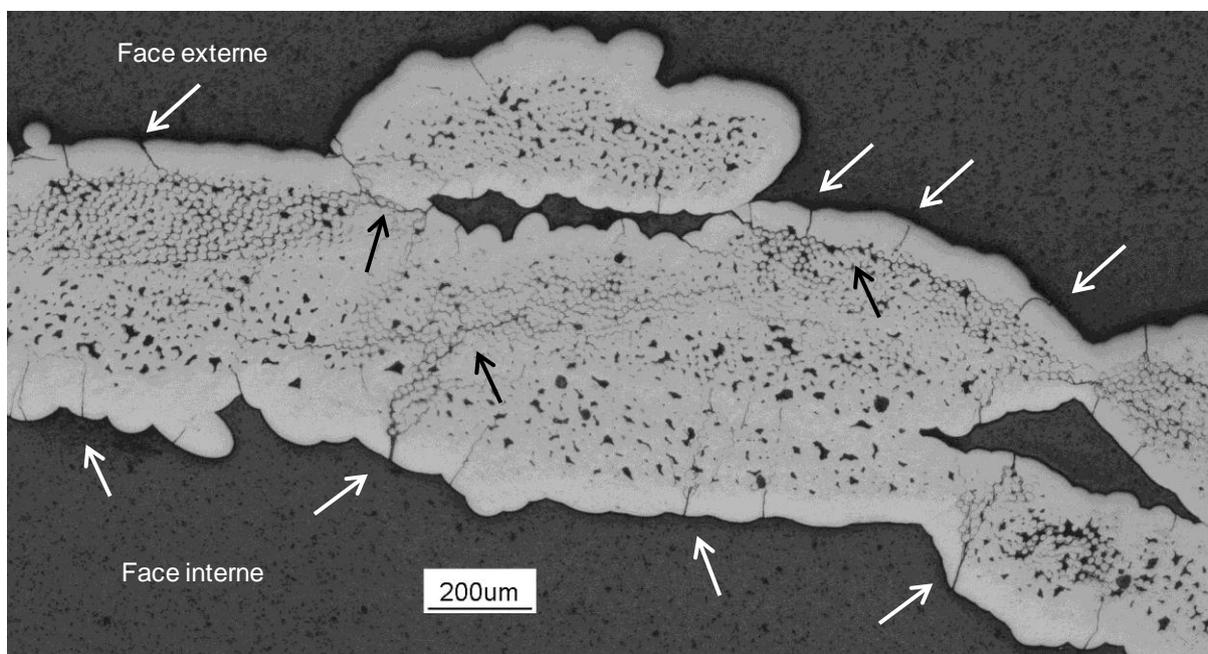


Figure 3.53 - Coupe micrographique réalisée à 60° de l'axe de révolution d'un tube (plan C) d'une texture 3-02bis sollicitée en pression interne. Les fissures de surface sont pointées par des flèches blanches et la décohésion par des flèches noires.

En conclusion, l'endommagement observé après rupture en pression interne est similaire à celui observé en traction axiale avec un réseau de fissuration matriciel orienté par le chargement et des décohésions qui se propagent dans toutes les directions au sein du matériau. Cette étude de l'endommagement est complétée par une analyse des faciès de rupture des différents échantillons testés.

► **Analyse des faciès de rupture** - Suite à un essai de pression interne, plusieurs types de ruptures sont présents. Ces ruptures peuvent être classées dans deux catégories différentes : (i) une rupture suivant l'angle de tressage utilisé pour la mise en forme du renfort (figure 3.54a, b et c) et (ii) une rupture droite sur une partie ou la totalité de la hauteur du tube (figure 3.54d). La seconde catégorie de rupture n'est observée que sur un seul tube et est similaire à ce qui est obtenu pour des textures tressées 2D [RIG 10].

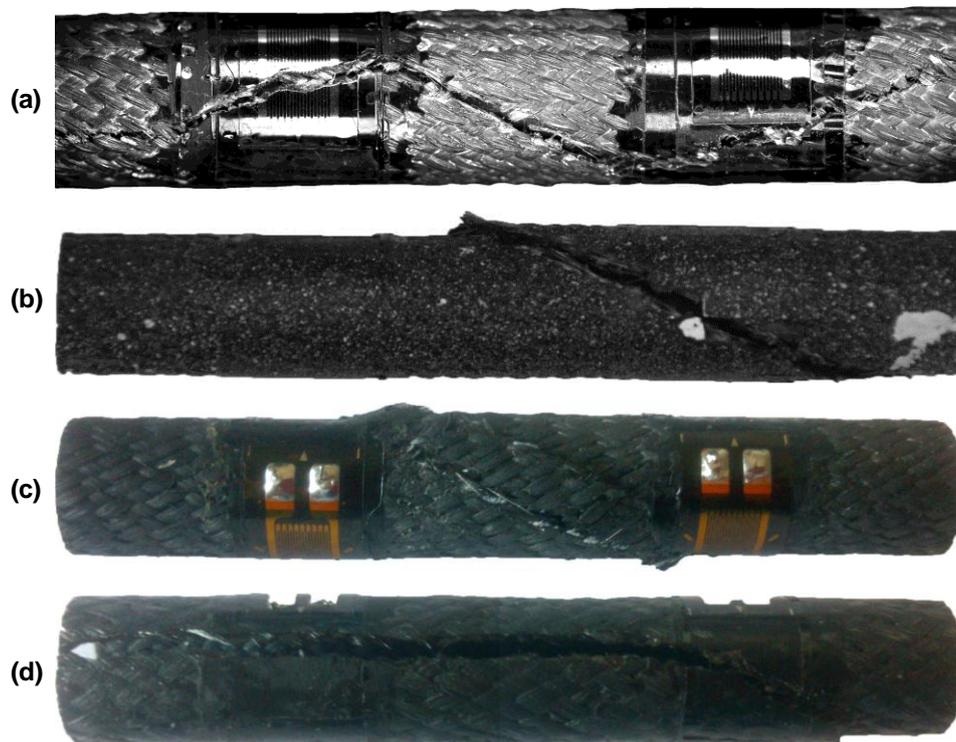


Figure 3.54 - Différentes ruptures d'échantillons testés en pression interne : (a) texture 3-02bis monotone, (b) texture 3-02bis cyclée, (c) texture 12 cyclée et (d) texture 8 monotone.

Ces deux catégories sont observées de plus près sur les clichés MEB de la figure 3.55. Il apparaît que l'état de surface de la rupture est similaire entre les deux cas et également similaire à ce qui était observé suite à un essai de traction sur tube ou sur éprouvette barreau : des déchaussements de fibres et de la décohésion fibre/matrice sont présents. La distinction des deux types de rupture ne semble donc pas liée à l'endommagement subi. Etant donné que la rupture droite apparaît aussi pour les textures 2D qui possèdent une porosité moindre que les textures interlock, il est probable que le type de rupture soit contrôlé par la porosité via la mise en forme du renfort.

Ainsi, l'endommagement observé sur les éprouvettes sollicitées en pression interne est similaire en tous points à celui constaté sur les tubes testés en traction axiale. Les mêmes familles de fissures apparaissent et les mêmes faciès de rupture sont observés.

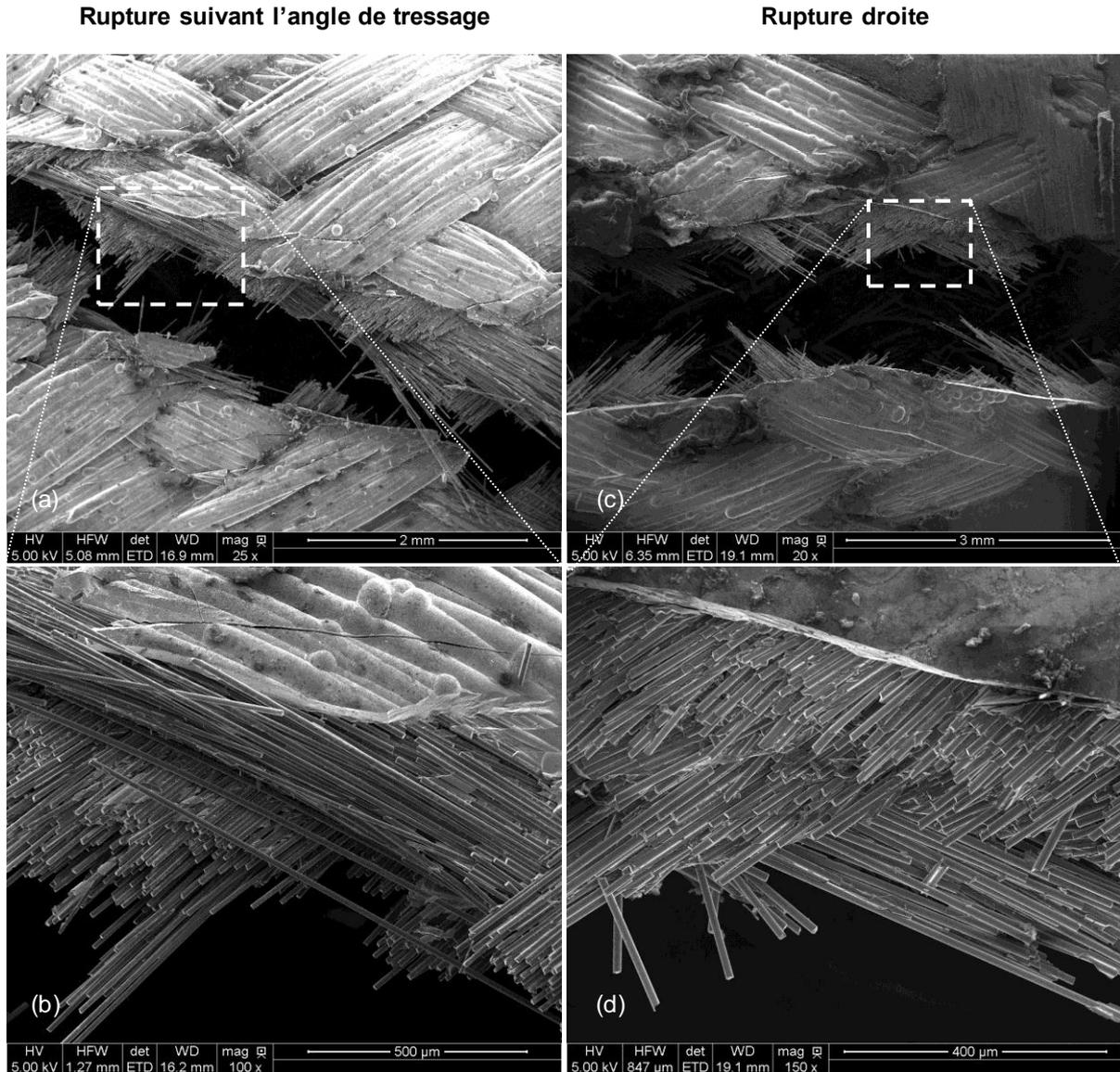


Figure 3.55 - Observations MEB des faciès de rupture de deux éprouvettes sollicitées en pression interne. (a) et (b) Texture 12 qui a rompu suivant l'angle de tissage et (c) et (d) texture 8 ayant une rupture droite.

3.3 MESURE DES CINÉTIQUES DE FISSURATION

Comme pour les essais de traction, l'évolution des densités de fissuration ont été mesurées sur les essais de pression interne réalisés. Ces mesures ont été menées sur les champs de déformations circonférentielles calculés à l'aide du logiciel Corréli. La figure 3.56 présente un exemple de tels champs obtenus pour une texture 3-02bis. La fissuration est encore une fois rendue facilement visible grâce à cette méthode.

L'analyse de ces champs de déformation permet de déterminer l'évolution de la densité de fissuration sur la surface externe des tubes testés. Lors d'un essai de pression interne, la contrainte et les déformations dépendent du rayon auquel elles sont mesurées. De ce fait, la face interne du tube commence à s'endommager avant la face externe et les densités de fissuration interne et externe sont différentes jusqu'à saturation de la fissuration dans la matrice. La figure 3.57 présente l'évolution de la fissuration sur la face externe uniquement. Pour pouvoir comparer la fissuration des différentes

textures, la densité de fissuration est tracée en fonction de la pression appliquée. A noter que les densités de fissuration normées sont encore une fois en bon accord avec les courbes d'émissions acoustiques.

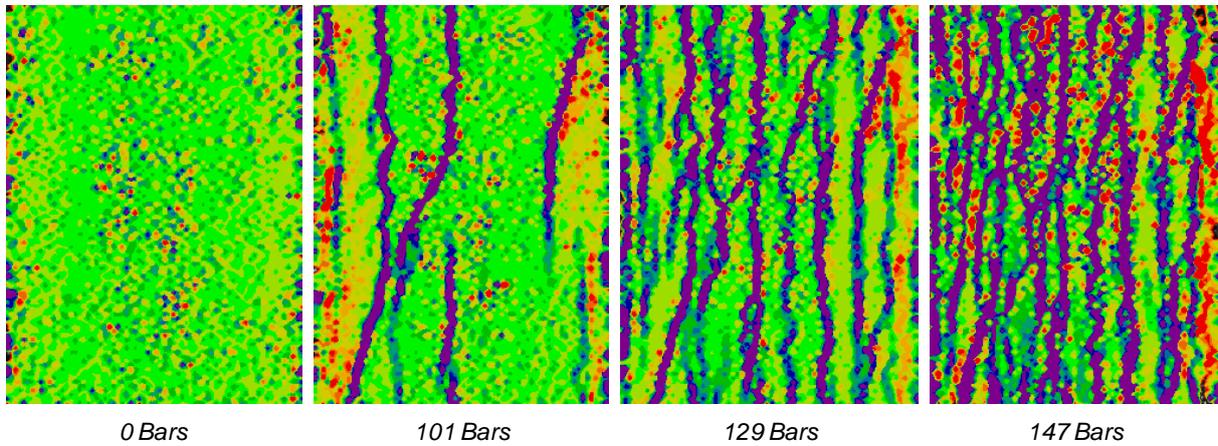


Figure 3.56 - Evolution de la fissuration lors d'un essai de pression interne sur une texture 3-02bis mesurée par corrélation d'images.

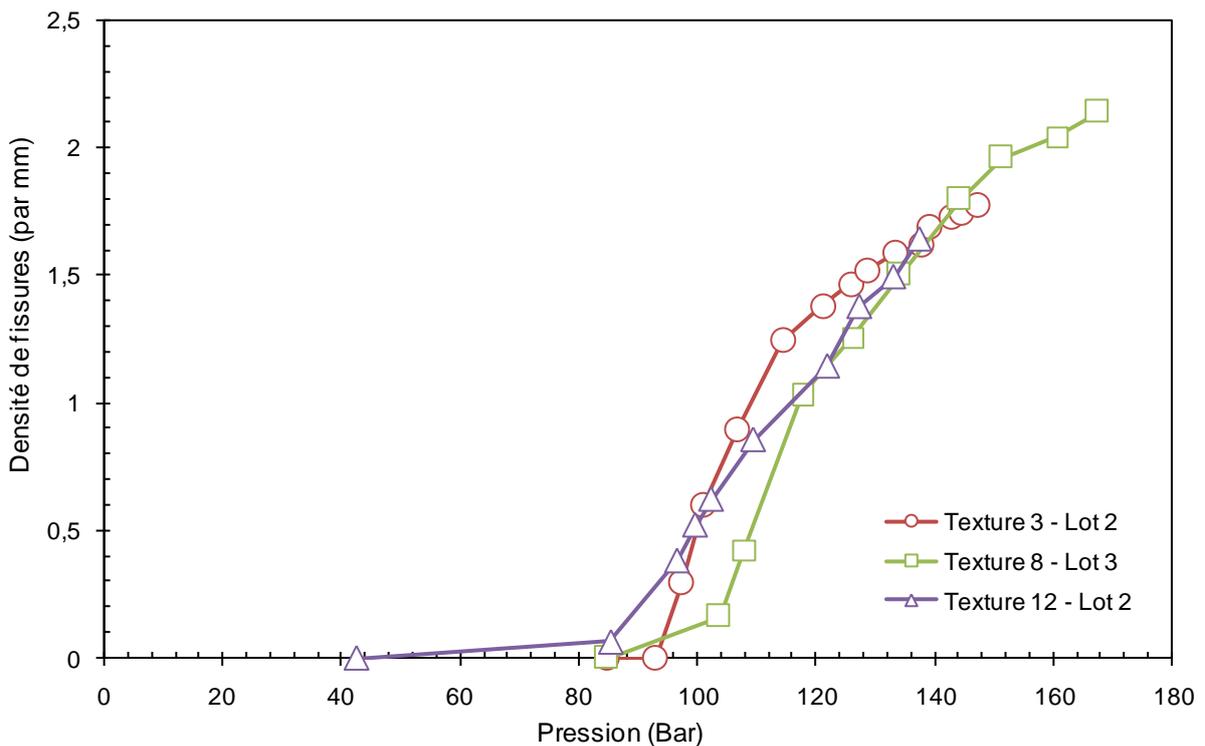


Figure 3.57 - Evolution de la densité de fissuration lors d'essais d'éclatement en fonction de la pression appliquée.

Ainsi, l'évolution de la densité de fissuration au cours du chargement est encore une fois similaire entre les différentes textures. Il est donc raisonnable de supposer que le motif du renfort utilisé n'influence pas ce paramètre.

4 CONCLUSIONS DU CHAPITRE

Ce chapitre expérimental a permis de caractériser mécaniquement à température ambiante trois textures interlocks tressées sous forme de tube sollicitées en traction axiale et en pression interne. La réalisation d'essais de tractions monotones sur les douze textures de l'étude a permis de les discriminer en termes de propriétés élastiques et de contraintes et déformations à rupture. Trois motifs de renforts différents ont été sélectionnés pour l'étude car possédant des comportements mécaniques remarquables.

Suite à cela, une caractérisation mécanique en traction axiale a été menée sur ces trois renforts. Il en résulte que ces structures tubulaires tressées possèdent un comportement élastique endommageable caractéristique des CMC avec de faibles déformations résiduelles et une forte contrainte à rupture (environ 500 MPa). L'endommagement observé sur ces échantillons montre la présence d'un réseau de fissures dans la matrice orienté par le chargement avec des fissures normales et des fissures parallèles à l'axe de chargement. Dans l'épaisseur, le matériau est sujet à de la décohésion entre les fils ou entre les fils et la matrice qui se propage dans toutes les directions. Les images de corrélation ont permis de déterminer l'évolution de la densité de fissuration matricielle superficielle au cours du chargement. Cette cinétique est validée par l'émission acoustique par superposition des courbes normées. Cependant, les fissures parallèles à l'axe de chargement ne sont pas visibles sur ces images. Enfin, un essai interrompu réalisé sur une texture 12 a permis de montrer que la fissuration parallèle à l'axe de chargement résulte d'un effet dynamique lors de la rupture des échantillons ou intervient très proche de la rupture. La reproductibilité des essais a été montrée pour des éprouvettes provenant du même lot mais pas toujours entre les lots. Ces différences semblent majoritairement provenir de l'étape de mise en forme du renfort.

Ensuite, une campagne de caractérisation du comportement mécanique d'éprouvettes barreaux sous chargement de traction axiale a été réalisée. Le comportement élastique endommageable mesuré est toujours représentatif des CMC et est également comparable à celui mesuré sur tubes. Même l'endommagement observé est similaire à celui déjà constaté sur tubes avec un réseau de fissuration principalement orienté par le chargement. La rupture des éprouvettes planes est également remarquable puisqu'elle intervient systématiquement en deux endroits différents. Cette observation est imputée à un effet dynamique au moment de la rupture des échantillons. Enfin, une seule plaque a permis la mesure d'une cinétique de fissuration via les images de corrélation et montre un bon accord avec l'émission acoustique. En revanche, il s'agissait d'une plaque possédant un comportement mécanique atypique et la cinétique n'est donc pas comparable aux cinétiques mesurées sur tube. Ainsi, les plaques composites montrent une réponse mécanique et un endommagement similaire aux tubes dont elles sont issues. Attention toutefois à s'assurer que les conditions de mise en forme des renforts soient identiques lorsqu'une éprouvette plane et une éprouvette tubulaire sont comparées.

Enfin, ce chapitre de caractérisation s'est terminé par une étude du comportement des tubes composites tressés interlock sous chargement de pression interne. Le comportement mécanique résultant est toujours élastique endommageable mais possède des déformations résiduelles importantes pour cette famille de matériaux. L'endommagement observé est identique à celui déjà constaté sur éprouvettes tubulaires et planes sollicitées en traction axiale avec un réseau de fissuration orienté par le chargement. Des fissures parallèles à la direction de chargement sont toujours visibles et imputées à un effet dynamique lors de la rupture. La zone de rupture est généralement orientée à plus ou moins 30° selon l'angle de tressage de la texture sauf pour une éprouvette pour laquelle la rupture est parallèle à l'axe de révolution du tube. Les cinétiques de fissuration associées à ce cas de chargement ont également été déterminées et sont en bon accord avec les émissions acoustiques mesurées.

Finalement, ce chapitre aura permis de caractériser complètement les structures de l'étude pour une sollicitation de traction axiale et circonférentielle. Le comportement des plaques issues des tubes par

découpage de la préforme sèche et densification à plat possèdent une mécanique semblable aux tubes parents que ce soit au niveau de la réponse mécanique comme au niveau de l'endommagement. Ce résultat important rend possible la réalisation d'essais à haute température sur éprouvette barre afin d'estimer le comportement mécanique des tubes. Cette étude fera suite à la présente thèse.

CHAPITRE 4

MODELISATION DE COMPOSITES INTERLOCKS TUBULAIRES

L'étude comporte un volet modélisation qui concerne les composites tressés interlocks sous forme de tubes. Le but de cette partie est de proposer un outil permettant d'obtenir les propriétés macroscopiques de la structure telles que les rigidités axiales et circonférentielles et les coefficients de Poisson associés à partir des propriétés des constituants (fibres, matrice, interphase). De plus, il doit être capable de représenter l'endommagement du matériau au cours du chargement imposé. Le but final est l'obtention d'un outil numérique permettant de choisir une texture en fonction de ses performances mécaniques. L'outil doit donc être conçu afin de décrire la relation microstructure - propriétés mécaniques.

Ce chapitre va tout d'abord s'intéresser aux diverses approches existantes pour proposer une démarche de modélisation adaptée aux structures de l'étude ainsi qu'aux objectifs de modélisation fixés. Ensuite, les outils de modélisation géométriques nécessaires pour représenter un composite tressé interlock de géométrie tubulaire seront développés. Ceux-ci comprennent une première approche de la géométrie à l'aide des outils de modélisation du laboratoire, une étape consistant à simuler la tension dans les fils lors de la mise en forme afin de faciliter le maillage et un outil adapté à l'ajout d'une matrice SiC sur un renfort tressé. Enfin, trois applications de cette modélisation seront présentées, une pour chaque texture caractérisée.

1	CHOIX D'UNE DEMARCHE DE MODELISATION DE TUBES COMPOSITES TRESSES INTERLOCKS.	123
1.1	LES MODELES EXISTANTS	123
1.2	LA DEMARCHE RETENUE	124
2	MODELISATION GEOMETRIQUE DE LA STRUCTURE	125
2.1	MODELISATION DE LA PREFORME SECHE	125
2.1.1	Première géométrie	125
2.1.2	Relaxation	129
2.1.3	Maillage de la préforme sèche	133
2.2	AJOUT DE LA MATRICE	137
2.2.1	Maillage surfacique de la matrice	137
2.2.2	Maillage global de la structure	139
2.3	EXEMPLE DE MODELISATION GEOMETRIQUE A DIFFERENTES ETAPES	140
3	CONCLUSIONS DU CHAPITRE	141

1 CHOIX D'UNE DEMARCHE DE MODELISATION DE TUBES COMPOSITES TRESSES INTERLOCKS.

Cette partie s'intéresse aux différentes approches existantes dans la littérature et permettant la modélisation du comportement élastique endommageable des matériaux de l'étude. Les différents modèles seront d'abord présentés avant de proposer une approche multi-échelle adaptée aux composites tressés.

1.1 LES MODELES EXISTANTS

Les premières approches envisagées reposent sur des modèles analytiques. Ceux-ci, souvent très simples à mettre en place se limitent généralement à la modélisation du comportement élastique des matériaux. La majorité des modèles analytiques présents dans la littérature s'intéressent à des structures homogènes ou à des composites simples ayant des renforts mis en forme par enroulement filamentaire ou tissage ([NAI 95], [BYS 00] et [SHE 01]). Cependant, certains auteurs tels que [MA 84], [WAN 97] et [YAN 86] proposent de telles approches adaptées aux structures tressées et reposant sur la théorie des stratifiés ou des considérations géométriques de structure et la mécanique des milieux continus. Ces modèles permettent de prévoir efficacement les propriétés élastiques des composites tressés souhaités mais se heurtent à des difficultés pour bien prendre en compte l'endommagement de ces structures.

Les modèles suivant s'appuient sur la mécanique des milieux continus et introduisent diverses variables internes phénoménologiques définissant un potentiel thermodynamique. En ce sens, les travaux de [CAM 00], [CAS 08] et [LAD 01] peuvent être cités pour le développement de lois macroscopiques appliquées aux composites tissés et pouvant être généralisés à des composites tressés. La majorité des publications traitant de ces modèles se contentent de travailler sur des géométries planes. En outre, les différents paramètres permettant de décrire l'endommagement du matériau ainsi que son comportement élastique sont identifiés à l'échelle macroscopique à partir des courbes de comportement. Ainsi, la moindre modification des constituants, des paramètres de tressage ou d'élaboration impose de nouveaux essais et une nouvelle identification des paramètres. Même s'il est possible de coupler ces approches avec une description de la microstructure faisant ainsi intervenir des variables internes microstructurales et non plus phénoménologiques, l'aspect de la mise en forme du renfort n'est jamais pris en compte ce qui ne permet pas de généraliser ces modélisation pour toutes les textures de l'étude.

Enfin, des approches numériques sont également disponibles dans la littérature. D'une part, certaines approches sont basées sur des représentations simplifiées des structures telle que le modèle d'endommagement de tissés développé par [BIZ 11] qui s'appuie sur des éléments quadrangulaires et des ressorts pour les liaisons. D'autre part, certaines approches qualifiées de multi-échelle s'appuient généralement sur une représentation éléments finis de la géométrie de la structure. Citons ici les travaux de [CHE 99], [LEI 92] et [ZHA 10] qui permettent de simuler le comportement mécanique de composites tressées jusqu'à leur endommagement. Cependant, la plupart des modèles déjà en place se limitent à des structures planes ou sont destinés à des composites à matrice organique.

Afin de simplifier la représentation de composites à matrice céramique, un autre type d'approche numérique est envisageable. Celle-ci s'appuie sur des techniques d'imagerie telles que la tomographie X pour obtenir une représentation de la géométrie de la structure ainsi que sur des algorithmes de type marching cubes [NIE 03] afin de générer le maillage élément fini à partir des images obtenues ([YOU 05], [ZHA 12]). Principalement utilisée pour des mousses, cette technique est à priori adaptée pour toutes les microstructures des composites, que ce soit celle des CMO ou des CMC. En revanche, elle nécessite obligatoirement l'obtention d'une tomographie X avec une résolution suffisamment importante pour pouvoir distinguer les différents constituants. En outre, l'utilisation de modèles voxelisés ne facilite pas la prise en compte du caractère endommageable du matériau.

1.2 LA DEMARCHE RETENUE

Les différentes approches décrites au paragraphe précédent permettent de proposer une modélisation adaptée aux composites SiC/SiC tressés interlocks sous forme de tubes. Le CEA nécessite un outil permettant de choisir une texture en fonction de propriétés mécaniques précises. La microstructure du matériau y tient donc un rôle important. En ce sens, il devient délicat de mettre en place un modèle macroscopique.

L'endommagement représente une grande part du comportement à déterminer. Il devient donc inenvisageable de se reposer uniquement sur des modèles analytiques. De plus, l'utilisation de tomographie X pour obtenir un maillage élément finis de la structure est très délicate. Ainsi, une approche numérique multi-échelle permet de rendre compte de la totalité du matériau, dans sa morphologie comme dans son comportement.

En s'inspirant de la démarche de modélisation mise en place par [COU 08], une approche multi-échelle adaptée aux textures interlock tubulaires est proposée : (i) à l'échelle microscopique, une cellule statistiquement représentative du matériau de l'étude est utilisée pour obtenir les propriétés mécaniques des fils du composites par homogénéisation périodique puis (ii) à l'échelle mésoscopique, ces propriétés sont appliquées aux fils représentés par des entités volumiques et un calcul élément finis fournit les propriétés macroscopiques d'un volume élémentaire représentatif du motif souhaité. Cette démarche est schématisée sur la figure 4.1 et permet de modéliser l'ensemble des structures tressées retenues pour ce travail.

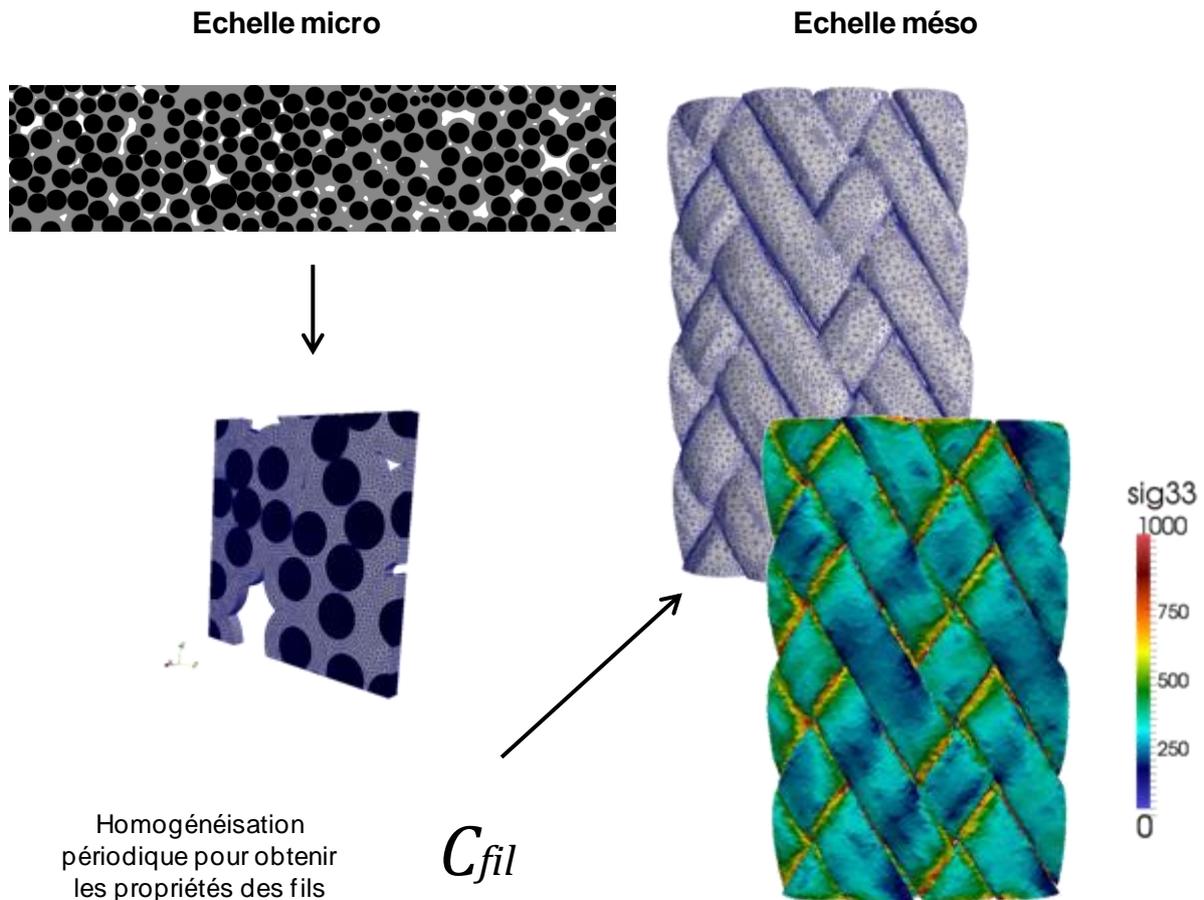


Figure 4.1 - Schéma de la démarche de modélisation multi-échelle proposée.

2 MODELISATION GEOMETRIQUE DE LA STRUCTURE

La modélisation multi-échelle choisie pour cette étude nécessite de représenter la géométrie de la structure le plus fidèlement possible. Il existe déjà quelques outils de modélisation géométrique de composites (TEXGEN⁵, WISETEX⁶ et GENTTOOLS [COU 08] par exemple) mais ceux-ci se limitent à des géométries planes. Ainsi, des outils de modélisation permettant la représentation de renforts tressés interlocks tubulaires doivent être développés.

Les outils présentés dans cette partie s'appuient sur la plateforme de modélisation déjà présente au laboratoire et développée par Guillaume Couégnat lors de sa thèse [COU 08]. Celle-ci permet la modélisation géométrique de composites tissés interlocks sous forme de plaque possédant un angle de 90° entre le sens chaîne et le sens trame. Il s'agit là des composites tissés les plus répandus.

2.1 MODELISATION DE LA PREFORME SECHE

La préforme sèche représente le renfort du composite mis en forme par tressage avant densification par CVI. Le but de cette partie est d'obtenir un modèle géométrique du renfort mis en forme par tressage. Pour cela, les outils de modélisation de composite déjà présents au laboratoire vont être modifiés pour prendre en compte la courbure de la structure ainsi que l'angle entre les directions des fils. Puis un outil spécifique faisant appel à une étape de relaxation sera présenté afin d'améliorer la représentativité de la texture et supprimer les interpénétrations résiduelles de la première étape. Enfin, les fils de la préforme relaxée seront retransformés en entités volumique et maillés suivant une technique similaire à celle développée par [COU 08].

2.1.1 Première géométrie

L'outil Gentex [COU 08] permet la représentation géométrique de renforts CMC tissés avec un angle de 90° entre les directions des fils. Concrètement, le renfort est décomposé en zones de chaîne, zones de trame et en couches. Le renfort est alors décrit par une matrice dont l'élément (i,j) donne la couche de l'intersection du i-ème fil de chaîne avec le j-ème fil de trame. Ceci fournit une description robuste de la majorité des tissages 2D et 3D. La géométrie est ensuite déterminée en minimisant l'énergie de flexion des fils du tissage de manière à obtenir des chemins moyens des fils de continuité C² au moins.

Cette description géométrique peut être étendue aux renforts tressés de l'étude puisque la méthode de tressage employée (Layer-to-layer) fournit des textures morphologiquement similaires à celle des tissés. Ceci permet d'envisager une adaptation de Gentex à des renforts interlocks tressés.

La modélisation géométrique du renfort tissé [0,90°] est donc réalisée à l'aide de ce moyen. A partir de la séquence de tressage et des propriétés géométriques des fils identifiées dans le chapitre 1, une description numérique des lignes moyennes des fils de chaîne et trame est donnée pour constituer le motif du renfort. La figure 4.2 présente un volume élémentaire représentatif (VER) d'une texture 3-02bis représentée par ce moyen.

⁵ http://texgen.sourceforge.net/index.php/Main_Page

⁶ <http://www.mtm.kuleuven.be/Onderzoek/Composites/software/wisetex>

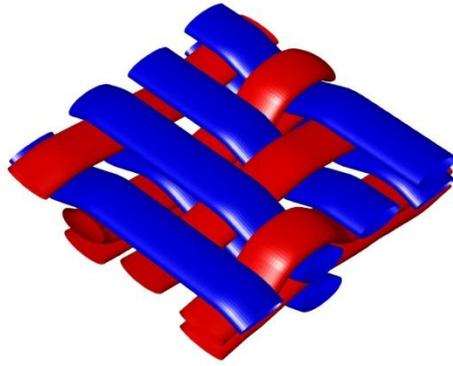


Figure 4.2 - Représentation géométrique d'un VER d'une texture 3-02bis à l'aide de l'outil Gentex.

► **Considération de textures interlocks tubulaires** - Dans le plan, les fils de chaîne et trame sont orientés dans deux directions seulement, les directions x et z pour les fils de chaîne et les directions y et z pour les fils de trame. Pour les tubes, nous considérons ici que les fils s'entrelacent sur une surface cylindrique suivant un trajet hélicoïdal. Ainsi, les chemins moyens des fils calculés dans le plan sont projetés le long d'une hélice d'angle θ et de rayon R définie par :

$$\begin{cases} x(t) = R * \cos(t) \\ y(t) = R * \sin(t) \\ z(t) = R * \tan(\theta) * t \end{cases} \quad \text{où} \quad t \in [0, 2\pi].$$

Le motif élémentaire du tube étant construit sur n fils dans les deux directions, n équations d'hélices décalées les unes par rapport aux autres sur le plan circulaire de base sont donc nécessaires. Dans la majorité des cas de notre étude, n vaut 48. En supposant l'angle des fils fixé à 45° et en posant $b = R * \tan(45) = R$, ces équations s'écrivent :

$$\begin{cases} x(t) = R * \cos(t + \varphi_i) \\ y(t) = R * \sin(t + \varphi_i) \\ z(t) = b * t \end{cases} \quad \begin{matrix} t \in [0, 2\pi] \\ \varphi \in \left\{ \frac{2i\pi}{n} \right\}, i \in \llbracket 0, n \rrbracket \end{matrix}$$

Il devient alors possible de déterminer une abscisse curviligne reliant la distance parcourue sur l'hélice à la distance équivalente à un fil de la cellule tissée plan pour calculer le décalage des hélices correspondant au décalage en z dans le repère du tissé plan.

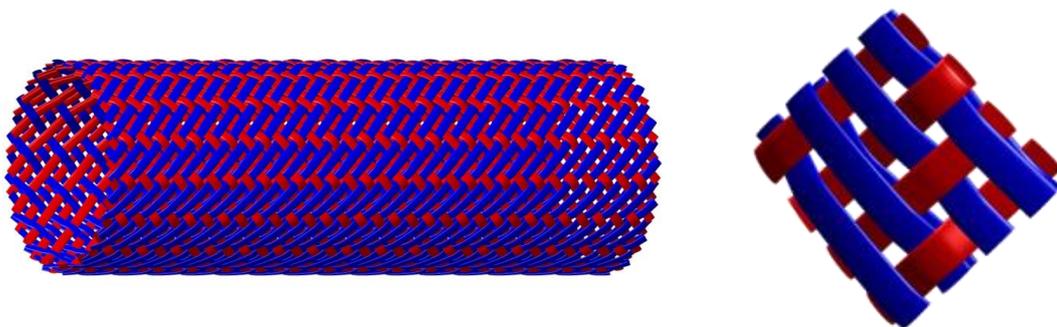


Figure 4.3 - Représentation de la texture 3-02bis sous forme de tube avec un angle de $\pm 45^\circ$.

Modéliser des textures interlocks est donc tout aussi aisée. Il suffit de prendre en compte des textures avec plusieurs couches, c'est-à-dire plusieurs fils les uns sur les autres. Ceci est déjà réalisé lors du

calcul des chemins moyens des fils pour une texture plane. La figure 33 représente, à gauche, la modélisation d'un tube arborant la texture 3-02bis avec un angle de 45° entre la direction des fils et l'axe de révolution du tube et à droite un extrait du motif de ce tube.

► **Considération de textures interlocks avec un angle différent de $\pm 45^\circ$** - Ajouter une prise en compte d'un angle de tressage différent de 45° n'est pas évident. En effet, dans le cas d'un angle de tressage de 45° , les fils se croisent avec un angle de 90° . Par conséquent, les sections des fils restent elliptiques sur la totalité de leur longueur. Or avec un angle de tressage différent de 45° , ces sections se déforiment au niveau des jonctions des fils (figure 4.4). La forme géométrique associée à ces sections est loin d'être triviale. Ainsi, il est proposé de modéliser la préforme sèche sans se soucier des modifications de formes aux croisements des fils puis d'ajouter une étape de relaxation qui consistera à supprimer les interpénétrations ainsi créées.

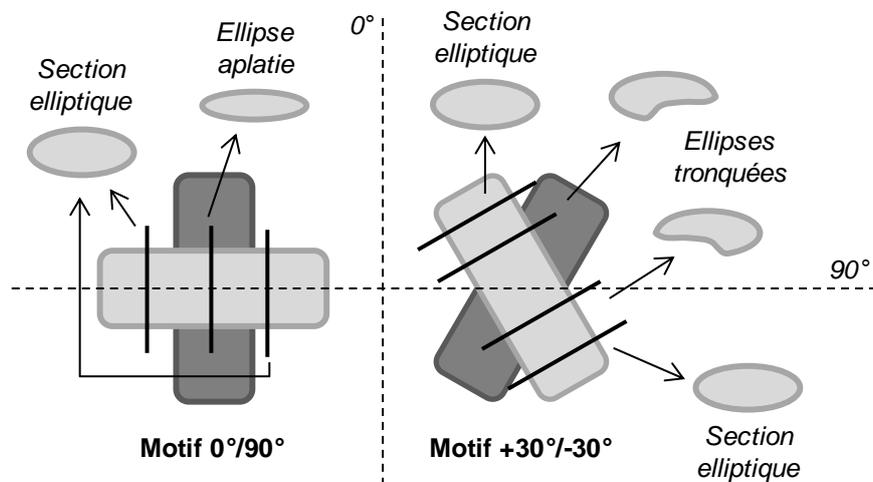


Figure 4.4 - Illustration de la modification des sections des fils lors des croisements à $\pm\theta$.

Pour un motif 0/90 les sections sont toutes elliptiques alors que pour un motif $\pm\theta$ les sections ont des formes complexes au niveau des croisements de fil.

Afin d'adapter l'angle de tressage, une méthode s'appuyant sur la proportionnalité est mise en place. Schématiquement, le tube tressé avec un angle de 45° est étiré ou comprimé jusqu'à obtenir l'angle de tressage souhaité. Pour cela, le tissé plan est modifié afin d'obtenir un espacement entre les fils équivalent à celui présent entre les fils du renfort tressé souhaité. Cet espacement est directement relié à l'angle de tressage, au rayon du tube ainsi qu'au nombre de fils présent sur le périmètre du tube (figure 4.5). Une fois le tissé plan réalisé, la projection s'effectue de façon analogue à ce qui a été expliqué au paragraphe précédent.

L'outil en l'état permet donc de modéliser des textures tressées interlocks avec un angle de tressage quelconque. La seule restriction encore présente concerne la nécessité d'avoir une texture équilibrée $\pm \theta$. Cependant, les textures de l'étude sont des textures très denses, c'est à dire que l'espacement entre deux fils est largement inférieur à la hauteur d'un fil ce qui rend toute représentation à l'aide de Gentex impossible. La solution proposée consiste à modifier la forme des fils employée. Jusqu'ici, les fils avaient tous une section elliptique puisque c'est la forme majoritairement observée sur le matériau. En modifiant la circularité de la section tout en conservant son aire, il est possible d'augmenter considérablement l'espacement entre deux fils. Ce principe est schématisé sur la figure 4.6.

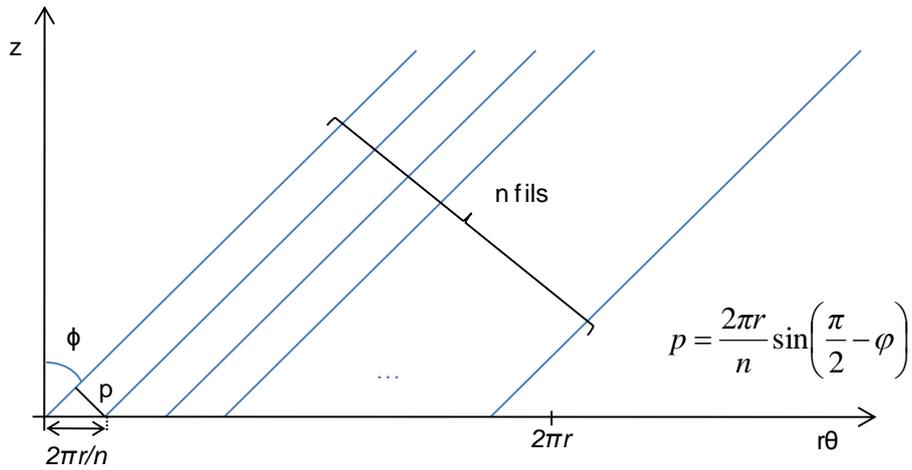


Figure 4.5 - Relation entre l'espacement entre deux fils, l'angle de tissage, le rayon du tube et le nombre de fil sur le périmètre du tube.

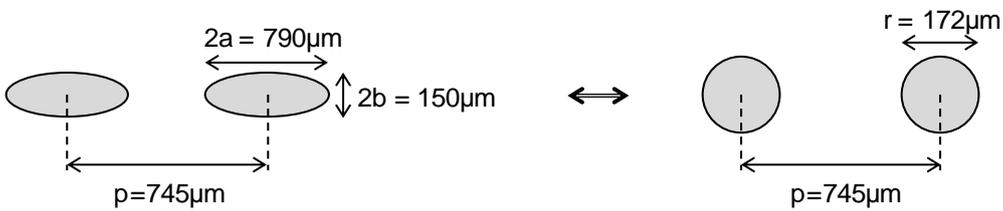


Figure 4.6 - Illustration de la liaison entre circularité de la section des fils et espacement entre deux fils.

Ainsi, les fils sont construits avec une section plus proche du cercle que de l'ellipse mais possédant une aire équivalente à celle mesurée. Si le rapport du demi grand axe sur le demi petit axe est appelé circularité ($c = \frac{b}{a}$), les fils ont une circularité initiale de 5,27 et le tissage est totalement réalisable pour une circularité inférieure à 3. Les tubes créés par cette méthode comportent néanmoins encore quelques interpénétrations au niveau des croisements des fils qu'il va falloir éliminer dans l'étape suivante. La figure 4.7 présente la représentation numérique d'un VER d'une texture 3-02bis pour plusieurs circularités différentes. Les interpénétrations mentionnées sont bien visibles à partir d'une circularité de 3.

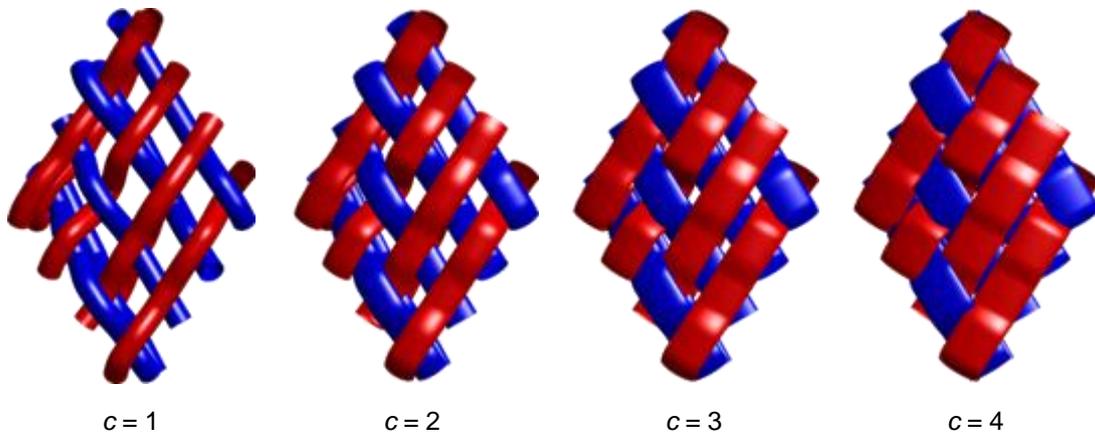


Figure 4.7 - Exemple de circularité allant de 1 à 4 pour une texture 3-02bis.

2.1.2 Relaxation

Jusqu'ici, les outils de modélisations développés considèrent les fils comme des entités volumiques indéformables et ne permettent pas de prendre en compte la variabilité naturelle des préformes. L'approche proposée dans ce paragraphe prend en compte la nature fibreuse des fils en les représentant par un ensemble d'entités discrètes et en modélisant leurs interactions. Un algorithme de relaxation dynamique appliqué à la préforme permet alors d'obtenir une configuration plus réaliste tout en supprimant les résidus d'interpénétration créés à l'issue de l'étape précédente [COU 13].

► **Description de la méthode** - L'algorithme proposé ici reprend les principales idées avancées par Wang et al. [WAN 09] concernant la représentation discrète des fils : un fil initialement considéré comme homogène est décomposé en plusieurs entités appelées macro-fibres (figure 4.8a), elles-mêmes discrétisées en éléments barre 1D (figure 4.8b) et des conditions de contact sont ajoutées pour éviter les interpénétrations (figure 4.8c).

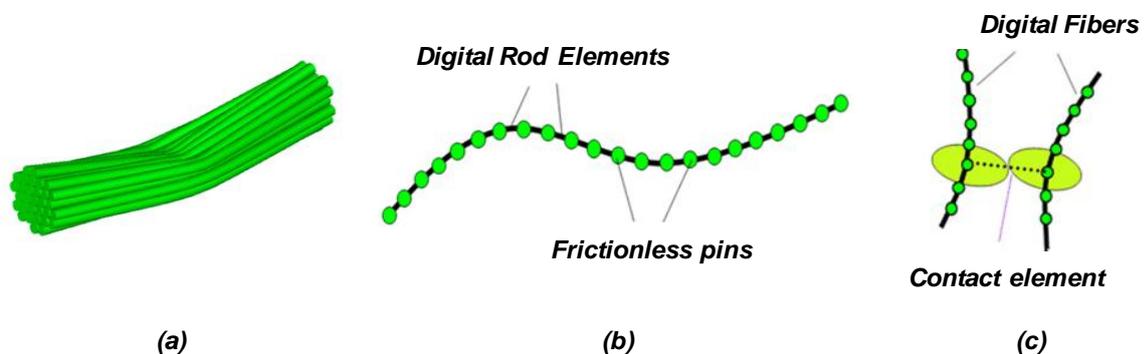


Figure 4.8 - Principe proposé par Wang et al [WAN 09] pour discrétiser les fils : (a) Discrétisation d'un fil en fibres, (b) d'une fibre en éléments 1D et (c) ajout de contacts entre les éléments.

A partir de cette considération, il existe deux principales méthodes permettant d'obtenir la géométrie finale du matériau : (i) soit en modélisant complètement le procédé de fabrication comme l'ont fait Wang et al. [WAN 09], (ii) soit en partant d'une géométrie initiale approchée comme l'ont fait Durville et al. [DUR 10] et Miao et al. [MIA 07]. La technique retenue et présentée dans la suite de cette partie est la seconde car elle est plus rapide et permet de réutiliser les premières modélisations Gentex comme géométrie initiale.

L'étape de relaxation consiste à imposer une déformation uniforme au sein des fils pour représenter leur tension lors du procédé de fabrication et de rechercher une position d'équilibre de la préforme. Pour cette méthode, un algorithme de résolution dynamique explicite est utilisé, évitant l'inversion de la matrice de rigidité au détriment du nombre d'itérations de calcul. L'emploi d'un algorithme de recherche des contacts efficace [MUN 98] permet d'obtenir une complexité variant linéairement en fonction du nombre d'éléments pour garantir une vitesse de calcul plus importante. En ajoutant une condition de périodicité aux bords, il est possible de simuler un tissu infini et d'éliminer les problèmes liés aux effets de bord. La figure 4.9 présente les résultats de cette méthode de relaxation obtenus sur deux textures de géométrie plane.

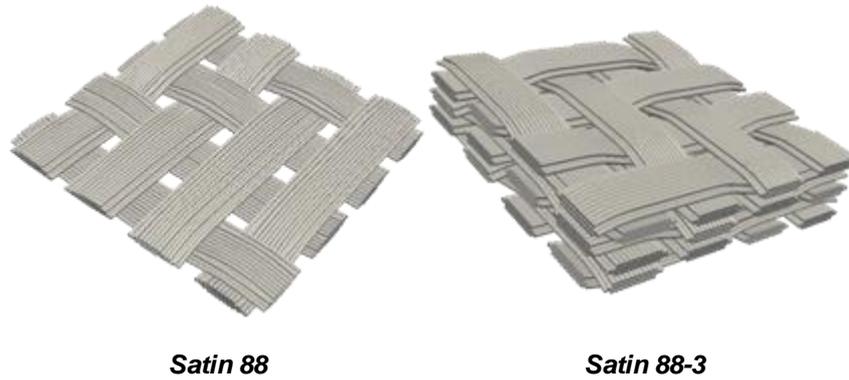


Figure 4.9 - Deux textures planes relaxées.

La relaxation est pilotée par cinq paramètres distincts que sont le pas de temps ($\Delta t_{critique}$), la déformation globale (ε_{max}), la viscosité numérique (ν), la distance minimale entre les éléments (gap) et la force de pénalisation (F_{pen}). L'obtention d'un jeu de paramètres adaptés à la relaxation des structures modélisées n'est pas aisée. Cependant, divers essais ont conduit à la détermination des valeurs donnant les relaxations les plus exploitables en un minimum d'itérations (cf. tableau 4.1).

Tableau 4.1 - Jeu de paramètres employé pour la relaxation.

$\Delta t_{critique}$	ε_{max}	ν	gap	F_{pen}
0,005	4,0	1,0	1.00E-05	400,0

Ce jeu de paramètre a été employé pour la totalité des étapes de relaxation nécessitées par ce travail.

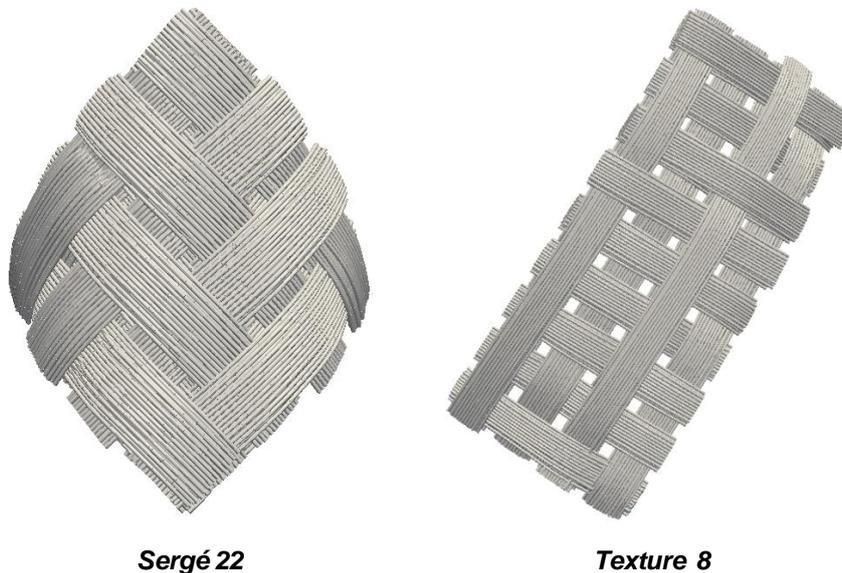


Figure 4.10 - Textures tressées avec un angle de tressage de 45° relaxées.

► **Adaptation aux tubes avec un angle de tressage quelconque** - L'adaptation de cette méthode de relaxation à une géométrie tubulaire est relativement rapide. Il suffit de passer d'un repère cartésien à un repère cylindrique pour les conditions limites et les conditions de périodicité. L'ajout d'une condition supplémentaire est toutefois nécessaire afin de simuler la présence d'un mandrin de tressage sous la texture. Cette condition est gérée de la même manière que les contacts entre les éléments : pour chaque nœud de la structure, si ce nœud possède un rayon inférieur au rayon

minimal considéré pour la relaxation, une pénalisation est ajoutée au bilan des forces du nœud. La figure 4.10 présente deux textures tressées avec un angle de tressage de 45° et ayant subi une étape de relaxation. Il apparaît clairement que le rayon de courbure est conservé lors de la relaxation.

Dans le cas d'une géométrie plane, il est important de bloquer le déplacement des bords des fils selon leur direction principale, c'est-à-dire selon leur normale, sinon la texture a tendance à se défaire. Pour ce faire, une boîte virtuelle est créée englobant la texture. Les bouts des fibres sont obligés de rester sur les bords de cette boîte mais peuvent tout de même s'y déplacer. Dans le cas d'un tube, ce blocage est plus complexe. Pour les tressages avec un angle de 45° le principe est identique, mais lorsque l'angle de tressage est de $\pm\theta$, une modification des extrémités des fils est nécessaire. En effet, les fils ne peuvent plus être coupés dans leur section comme présenté sur la figure 4.9 et la figure 4.10 mais doivent être coupés avec un angle θ par rapport à leur section. La figure 4.11 illustre ce principe avec une texture 3-02bis. Il devient clair que la condition de périodicité est plus simple à appliquer pour le second cas que pour le premier.

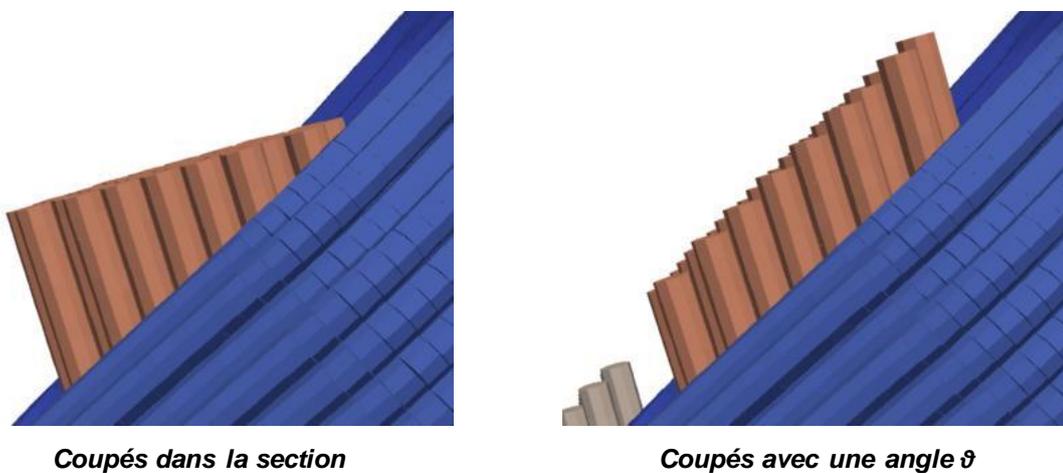


Figure 4.11 - Illustration de la découpe des extrémités d'un fil en fonction de l'angle de tressage.

Un dernier aspect de la relaxation a été étudié, il s'agit de l'écrasement des textures. En effet, la relaxation comme telle permet déjà d'obtenir une géométrie réaliste des textures mais les épaisseurs des tubes obtenus après relaxation restent supérieures aux épaisseurs expérimentales. Pour palier ce problème, une condition d'écrasement a été ajoutée à l'outil de relaxation sur plaque puis a été adaptée à la relaxation sur tubes. Il s'agit d'une condition de contact supplémentaire sur un rayon externe. En plus de permettre l'obtention d'une gamme de dimensions très complète, cette condition supplémentaire accélère la convergence de la relaxation. En effet, il est possible de relaxer une texture telle que la texture 3-02bis en beaucoup moins d'itérations.

La figure 4.12 présente deux relaxations de la texture 3-02bis effectuées avec 35 fibres et le jeu de paramètres défini précédemment. L'une est seulement relaxée (en haut) et l'autre est également écrasée (en bas). La relaxation seule a nécessité 1 750 000 itérations contre 300 000 pour la relaxation avec écrasement (100 000 de relaxation + 100 000 d'écrasement + 100 000 de relaxation - les plateaux de relaxation sont nécessaires pour la mise en forme des fils avant l'écrasement et pour le relâchement des contraintes après écrasement). En termes de temps, la relaxation nécessite environ 1h30 pour 100 000 itérations avec 35 fibres, ce temps dépendant fortement du nombre de fibres utilisées. Cela donne environ 26h pour la relaxation seule et 4h30 pour la relaxation plus écrasement.

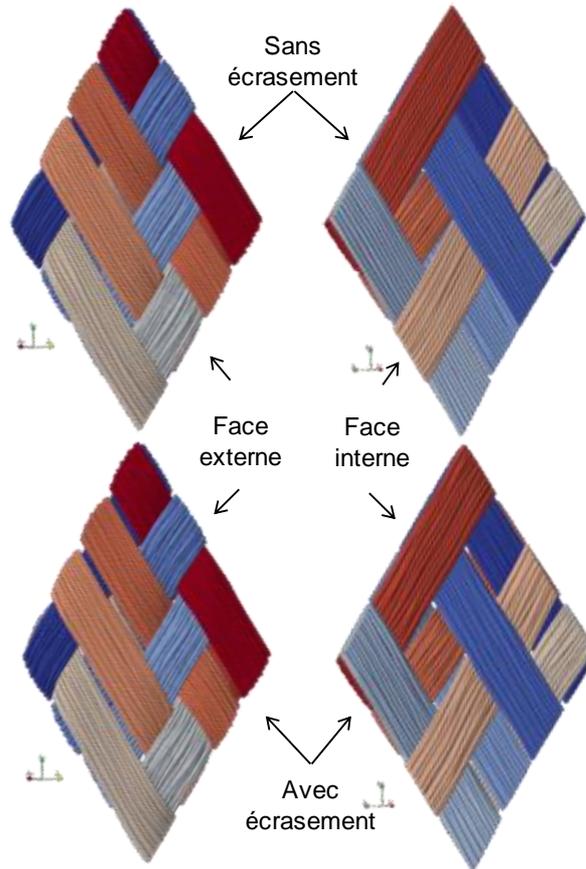


Figure 4.12 - Relaxations d'un motif de la texture 3-02bis : (a) relaxation seule (1 750 000 itérations) et (b) relaxation avec écrasement (300 000 itérations).

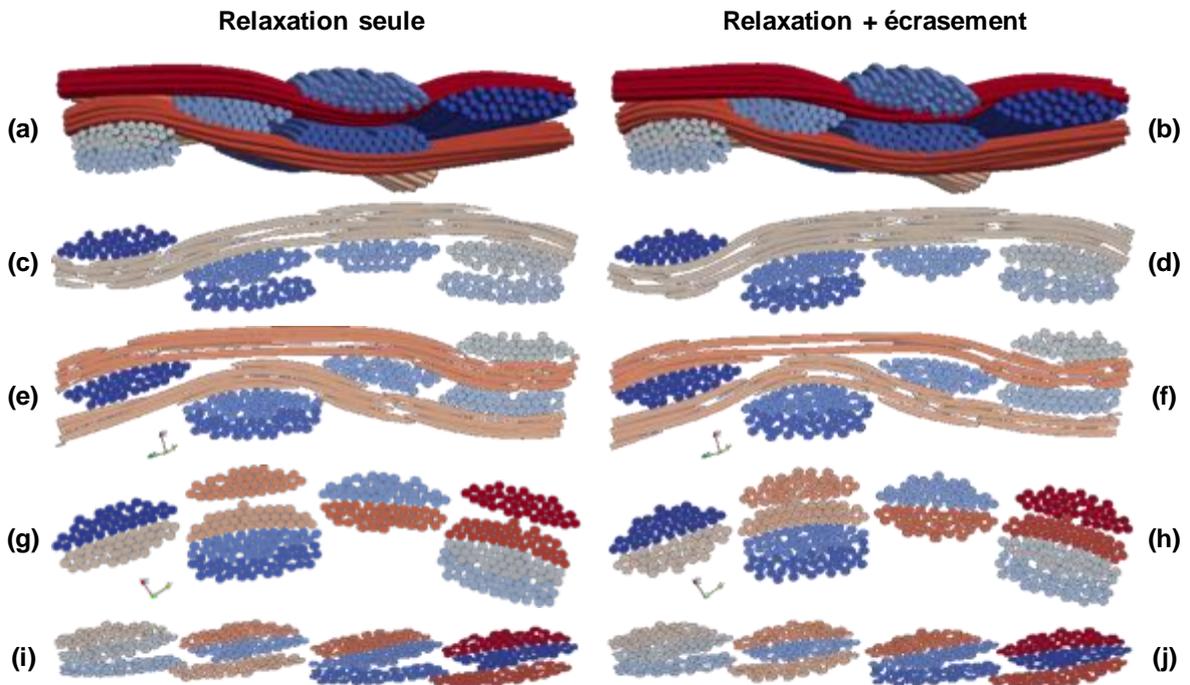


Figure 4.13 - Vue et coupes des relaxations de la figure 4.12. (a, b) Vue d'un côté du motif relaxé, (c, d) coupe dans le premier plan du motif, (e, f) coupe dans le second plan du motif, (g, h) coupe dans le plan (x, y) et (i, j) coupe dans le plan (r, z).

Les deux approches donnent des résultats similaires avec toutefois une organisation plus marquée pour la relaxation seule. La figure 4.13 présente diverses coupes et vue de ces relaxations afin de comparer l'état des fils dans les deux cas. Les fils qui se superposent sont légèrement plus proches et mélangés suite à l'écrasement que suite à la relaxation seule. En général, la relaxation seule donne des géométries plus lisses qu'avec de l'écrasement comme cela est visible sur la figure 4.13. Ainsi, si la relaxation seule est possible, il est préférable de ne pas employer d'écrasement. Sinon, il faut ajuster les plateaux de relaxation avant et après écrasement et la vitesse d'écrasement pour s'assurer de la bonne qualité de la géométrie.

L'étape de relaxation permet finalement d'obtenir une géométrie plus réaliste, aux bonnes dimensions et ne contenant plus d'interpénétrations. L'outil développé dans cette partie est aussi bien adapté aux géométries planes que tubulaires et permet de relaxer n'importe quelle texture 2D ou interlock. Maintenant que la géométrie est représentative du matériau composite souhaité, il ne reste plus qu'à mailler la préforme sèche et à ajouter la matrice.

2.1.3 Maillage de la préforme sèche

► **Transformation de la préforme relaxée en entité volumique** - Une fois relaxée, la préforme sèche doit être transformée en entité volumique pour pouvoir la mailler en 3D et ajouter la phase de matrice. Les fils étant décomposés en plusieurs fibres, cette transformation passe par une étape de récupération de leurs enveloppes. Les fils après relaxation ne possèdent plus une section convexe et la recherche des contours doit donc s'adapter aux différentes situations. La figure 4.14 présente trois contours qu'il est possible d'obtenir pour une section donnée d'un fil. Le premier est un contour convexe qui englobe bien le fil mais qui ne colle pas au plus près des fibres dans les zones concaves. Le second est un contour très proches des fibres qui n'est plus du tout convexe mais qui entre trop dans les aspérités du fil. Le but ici est d'obtenir un contour similaire au troisième qui n'est ni convexe ni trop proche des fibres.

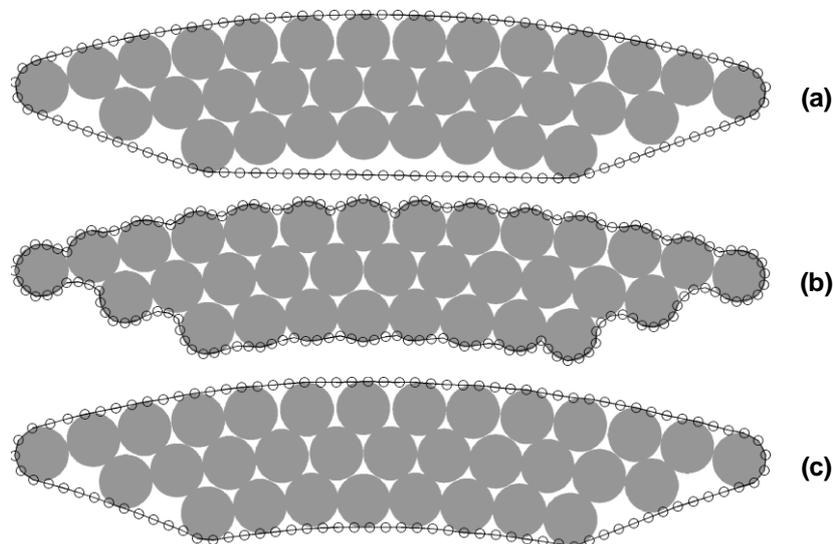


Figure 4.14 - Exemple d'enveloppes possibles : (a) enveloppe convexe, (b) enveloppe au plus près des fibres et (c) enveloppe intermédiaire.

Pour réaliser ces recherches de contour, un algorithme dit de contour actif a été employé. Celui ci permet de repérer les frontières dans une image. Il est alors possible de récupérer le contour des objets présents et ce même si l'image n'est pas binarisée. Son principe peut être schématisé par un serpent qui commence en englobant tout l'objet de façon grossière et va se contracter autour de l'objet désiré. La figure 4.15 donne un exemple de ce principe. Un des premiers algorithmes de

contour actif proposant d'utiliser une minimisation d'énergie afin d'obtenir une segmentation d'image est développé dans les années 1980 par Kass et al. [KAS 88]. Cet algorithme a ensuite été amélioré par Williams et al. [WIL 92] donnant un algorithme nommé « Greedy Snake ». Celui-ci repose sur une minimisation d'énergie comprenant une énergie associée à l'image ainsi qu'une énergie de courbure et de continuité dans le contour. Cet algorithme a été repris ici et adapté à la recherche de contours des fils dans une préforme sèche.

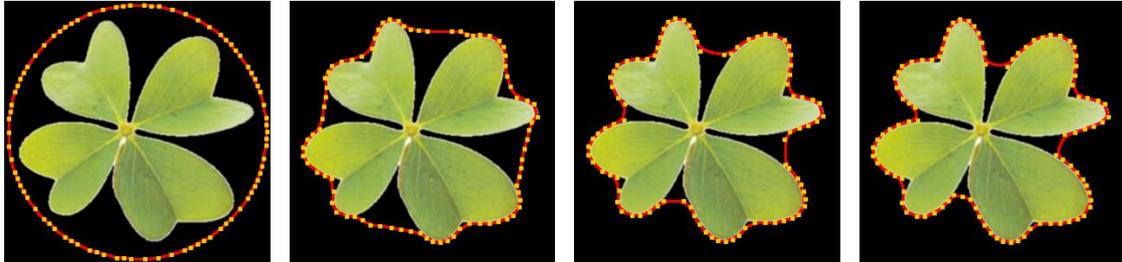


Figure 4.15 - Illustration du principe du contour actif.

Le cœur du programme est sensiblement identique à celui développé par [WIL 92]. Cependant, les préformes sèches considérées ici présentent quelque fois des fils qui se superposent et finissent par se mélanger du fait de la relaxation. Aussi, la recherche de contour initiale ne prend pas en compte ce phénomène et conduit à des contours des fils interpénétrés. Ce concept est illustré sur la figure 4.16.

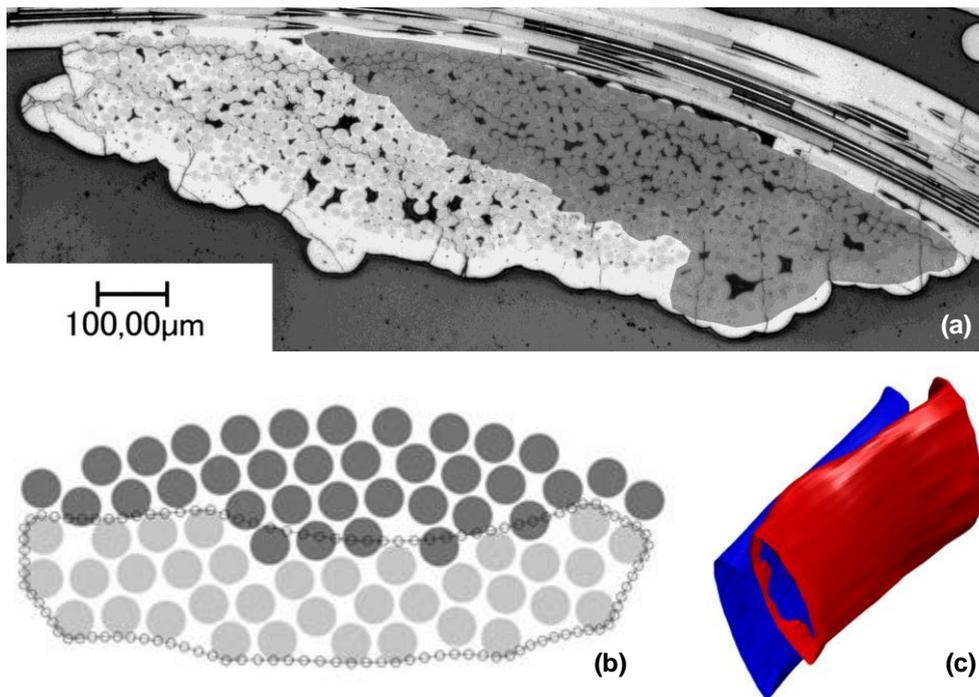


Figure 4.16 - (a) micrographie d'une texture 3-02bis présentant deux fils superposés dont l'un des deux a été surligné, (b) recherche de contour avec l'algorithme de [WIL 92] pour le fil en gris clair et (c) enveloppe des fils obtenues par cette méthode.

Pour palier ce problème, une énergie associée aux autres fils est ajoutée dans le calcul de minimisation. Cette énergie de répulsion permet de prendre en compte la présence ou non de fils très proches de celui dont le contour est recherché. Ainsi, les pénétrations présentes sur la figure 4.16 sont supprimées et les enveloppes des fils sont de meilleure qualité. Une adaptation du nombre de points sur le contour est également ajoutée afin d'affiner le tracer du contour dans les zones de

contact. La figure 4.17 présente la même recherche de contour que la figure 4.16 mais avec l'algorithme adapté. La différence est nettement visible.

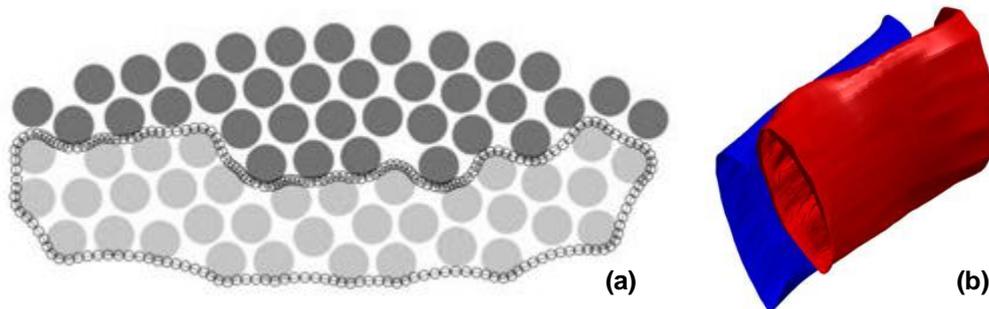


Figure 4.17 - (a) Recherche du contour d'un fil similaire à celui de la figure 4.16 avec l'algorithme modifié et (b) enveloppes des fils superposés obtenues avec cette méthode.

Ainsi, l'algorithme proposé permet d'obtenir l'enveloppe des fils de la préforme sèche après relaxation même si ceux-ci sont très proches. Le résultat de la recherche des contours sur la totalité de la préforme sèche d'une texture 3-02bis est présenté sur la figure 4.18. Cette modélisation est comparée à une vue tomographique de la surface d'un tube de texture 3-02bis pour démontrer le réalisme de la modélisation.

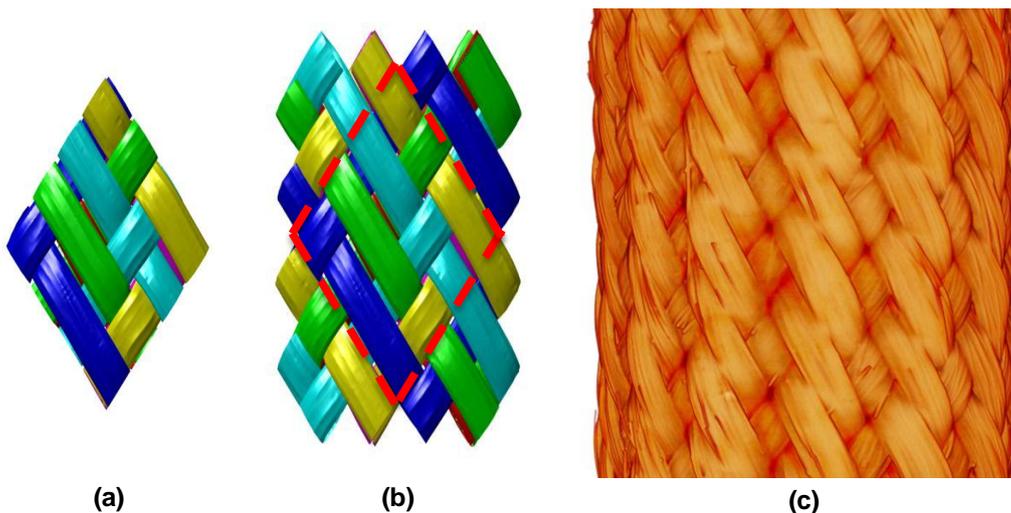


Figure 4.18 - (a) VER d'une texture 3-02bis relaxée dont les fils ont été transformés en entités volumiques par l'algorithme mis en place, (b) prolongation du VER en forme de losange pour obtenir un morceau de tube et (c) tomographie X d'un tube de texture 3-02bis.

La recherche des enveloppes telle qu'elle est proposée, peut encore être améliorée en ajoutant une prise en compte des autres fils environnants ou bien en effectuant la recherche directement en trois dimensions. Cependant, l'algorithme développé ici est jugé satisfaisant pour la suite de l'étude puisqu'il fournit des géométries sans interpénétrations avec les bonnes dimensions des fils pour les composites considérés. Maintenant que la préforme sèche est transformée en entités volumiques, il est possible de passer au maillage des fils.

► **Maillage des fils** - La procédure de maillage des fils de la préforme sèche est très fortement inspirée des travaux de Couégnat [COU 08] puisque les fils sont transformés en surface NURBS (Non Uniform Rational Basis Spline). Puis les surfaces obtenues sont maillées dans un espace

paramétrique représenté par un carré plan de côté 1. Les équations des NURBS permettent alors de transposer le maillage plan de l'espace paramétrique dans l'espace réel de la préforme. En ajoutant une métrique dans l'espace paramétrique, il est également possible de maîtriser la densité des nœuds et la taille des éléments sur la surface des fils.

Le VER losange comme il a été représenté jusqu'ici est bien adapté pour assurer les conditions de périodicité lors de la relaxation mais risque de poser des problèmes pour l'application des conditions limites lors du calcul élément fini. En effet, les bords du VER ne sont pas orientés selon l'un des axes du repère cartésien général. De ce fait, le chargement nécessaire à la simulation mécanique doit être imposé individuellement à chaque nœud. Afin de supprimer cette contrainte, le VER losange est transformé en un morceau de tube au moment du maillage. L'espace paramétrique est découpé de manière à obtenir les limites souhaitées pour les fils. La figure 4.19 présente le maillage obtenu pour la préforme sèche d'une texture 3-02bis à l'aide de cette méthode. La géométrie réalisée par périodicité du VER losange est ensuite découpée afin d'obtenir des bords droits. Afin d'appliquer les bonnes propriétés matériau aux éléments des fils, ceux-ci sont placés dans des ensembles d'éléments en fonction d'un critère angulaire s'appuyant sur les chemins moyens des fils.

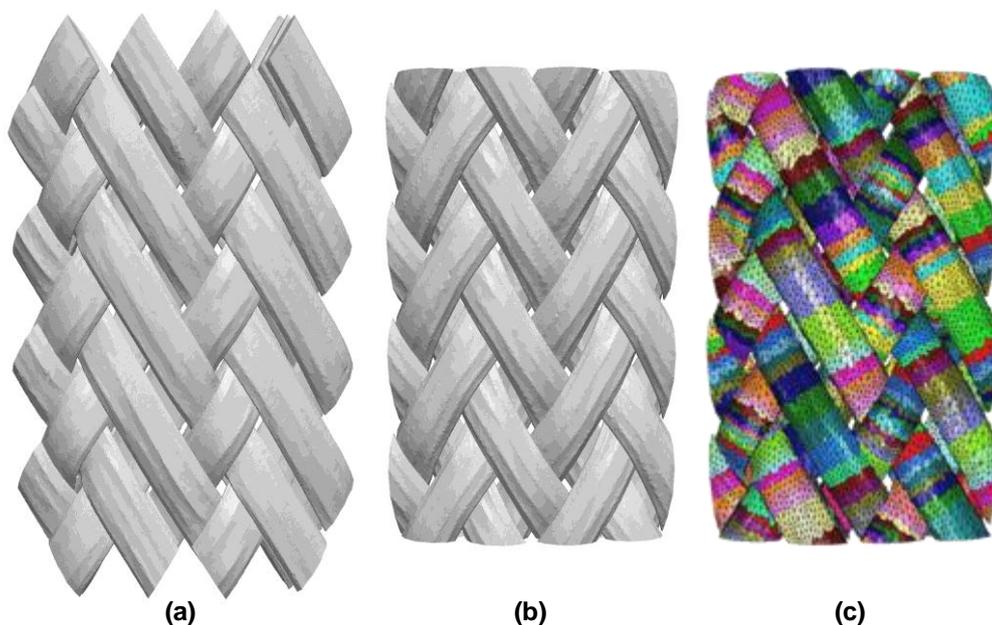


Figure 4.19 - (a) Morceau de tube obtenu par périodicité sur le VER losange, (b) morceau de tube avec les bords coupés droits et (c) orientation des fils pour l'application des propriétés matériau (chaque couleur représente une orientation différente des propriétés des fils).

Finalement, la préforme sèche des composites de l'étude est entièrement modélisée. A partir d'une première géométrie simple, un outil de relaxation a permis de rendre la modélisation plus réaliste en faisant varier la section des fils sur leur longueur, en permettant la réalisation d'une gamme de taille de VER plus complète et en supprimant les interpénétrations encore présentes suite à la première représentation. La géométrie relaxée a ensuite fait l'objet d'une transformation en entité volumique afin de correspondre aux besoins du modèle multi-échelle envisagé et de faciliter l'étape de maillage. Le maillage de la préforme sèche est ensuite obtenue grâce à une procédure développée par [COU 08] et s'appuyant sur le formalisme NURBS afin de maîtriser la densité de nœuds et la taille locale des éléments des fils. L'orientation des éléments est également prise en compte afin d'adapter les propriétés élastiques des fils lors de la simulation en fonction de l'orientation locale du fil. Enfin, la géométrie est découpée de manière à générer des bords droits pour simplifier l'étape de simulation numérique notamment au niveau de l'application des conditions limites. A présent, il est temps de s'intéresser à l'ajout de la matrice SiC sur la préforme sèche.

2.2 AJOUT DE LA MATRICE

La mise en forme de la préforme sèche est maintenant terminée et il ne manque plus que la matrice pour compléter ce modèle géométrique d'un tube CMC tressé. Ajouter cette matrice n'est pas une étape évidente à réaliser mais avec l'aide d'outils puissants elle devient facile et rapide. La méthode développée par [COU 08] consistant à représenter la matrice comme un assemblage de toutes les gaines de matrice des fils est efficace mais pose un certain nombre de problèmes lors de l'étape de recherche des intersections entre les maillages des gaines des différents fils et lors du remaillage local. L'outil présenté ici propose une approche différente basée sur des techniques de « voxel element ». Dans un premier temps, la préforme sèche est voxélisée afin de transformer le maillage réalisé en image tridimensionnelle. Puis, cette image est dilatée afin de représenter l'épaisseur de matrice du composite. Enfin, le maillage surfacique de la matrice est obtenu grâce à un algorithme de marching cube [NIE 03]. Le maillage est ensuite couplé aux maillages des fils afin d'obtenir un maillage 3D complet de la structure. Cette méthode permet de s'assurer la bonne qualité du maillage à l'interface fil/matrice tout en obtenant facilement le maillage de la matrice.

2.2.1 Maillage surfacique de la matrice

► **Voxélisation de la préforme sèche** - Le premier pas vers la réalisation du maillage de la matrice consiste à créer une image tridimensionnelle de la préforme sèche à partir de son maillage. Pour cela, un outil a été développé en langage C pour effectuer cette étape dite de voxélisation : pour chaque élément du maillage, la boîte englobant l'élément est déterminée, puis chaque voxel de la boîte est testé afin de vérifier son appartenance à l'élément. La figure 4.19 présente trois voxélisations de la préforme sèche de texture 3-02bis relaxée au paragraphe précédent pour des résolutions de 5, 10 et 15 μ m. Plus la résolution est faible, plus la discrétisation de la courbure est proche de la réalité. Après plusieurs visualisations, il apparaît qu'une résolution de 5 μ m est optimale pour les structures de l'étude. Elle permet l'obtention d'images de taille raisonnable mais tout de même suffisamment résolues pour représenter convenablement les courbures des fils. Ces images sont ensuite dilatées pour représenter l'épaisseur de matrice considérée dans les structures de l'étude.

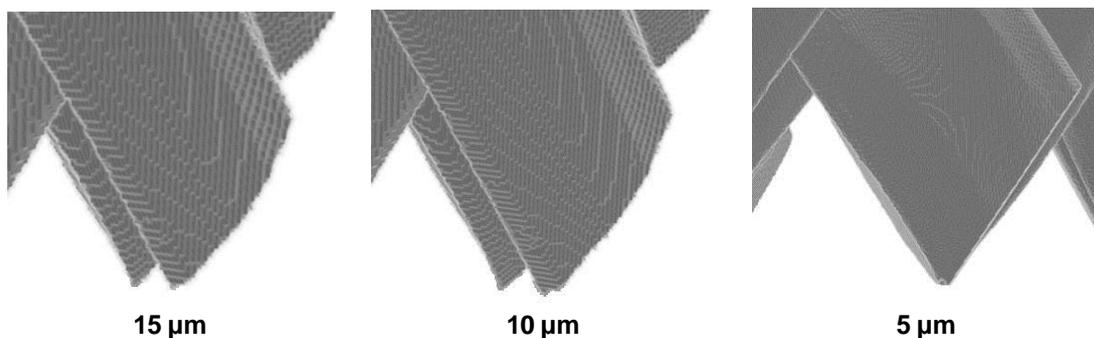


Figure 4.20 - Voxélisation d'une texture 3-02bis pour une résolution de 15, 10 et 5 μ m.

► **Maillage surfacique avec Avizo** - Une fois la voxélisation effectuée, l'image dilatée est transmise au logiciel Avizo⁷ qui va permettre d'obtenir un premier maillage surfacique de la matrice. La méthode qui est employée ici fait intervenir un algorithme de marching cube ([HEG 97], [NIE 03]), puis une simplification du maillage par suppression d'arête. A cette étape, les éléments ont tous une taille inférieure au voxel de l'image. Ainsi, le maillage donné en exemple sur la figure 4.21 possède plus de 4 600 000 nœuds et 9 200 000 éléments 2D.

⁷ <http://www.vsg3d.com/avizo/overview>

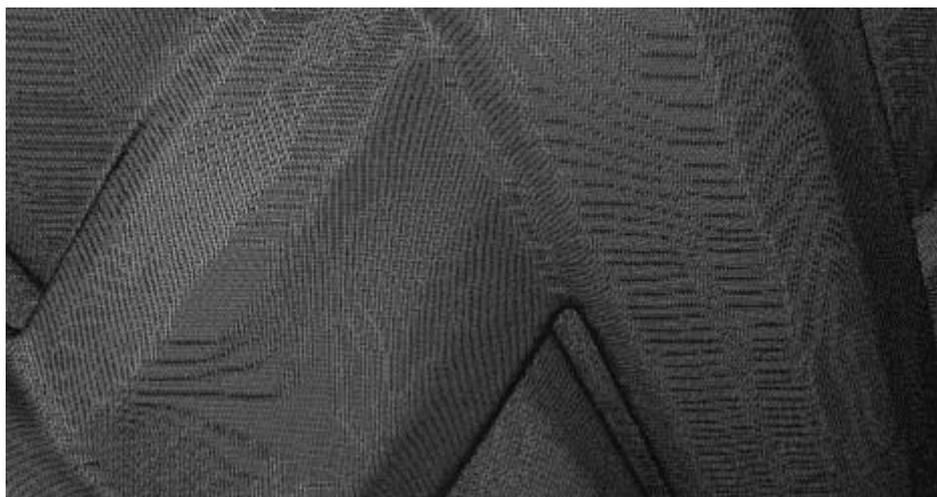


Figure 4.21 - Portion du maillage initial obtenu à l'aide du logiciel Avizo.

Un maillage de cette taille n'est évidemment pas envisageable pour les calculs éléments finis. Ainsi, l'étape suivante va consister à le simplifier par suppression d'arrêtes. En faisant graduellement augmenter la taille minimale d'une arête d'un élément, le nombre de nœuds est diminué drastiquement. Le tableau 4.2 récapitule le nombre d'éléments et de nœuds au cours des étapes de simplifications appliquées au maillage de la figure 4.21. Par exemple, pour une taille d'arête minimale de 5 pixels il n'y a plus que 54 000 nœuds et 108 000 éléments. Cette étape est entièrement réalisée à l'aide du logiciel Avizo.

Tableau 4.2 - Diverses données sur le maillage lors de l'étape de simplification.

Taille minimale d'une arête (pixel)	0	1	2	3	4
Nombre de nœuds	4 622 632	2 168 937	353 567	153 470	84 848
Nombre d'éléments	9 245 288	4 337 896	707 154	306 960	169 714
Taille minimale d'une arête (pixel)	5	6	7	8	
Nombre de nœuds	54 042	37 383	27 223	20 779	
Nombre d'éléments	108 100	74 782	54 462	41 572	

La figure 4.22 présente l'évolution du maillage surfacique de la figure 4.21 au cours des étapes de simplification. Remarquons ici que même après sept simplifications, le maillage ne semble pas dégradé. Les courbures des fils sont toujours respectées mais moins lisses qu'initialement. A ce stade, il est important de noter que ces maillages n'évoluent pas en fonction de la courbure de la structure, les mailles ont la même taille quelque soit leur localisation sur les fils. Il est toutefois possible d'employer un module de remaillage propre au logiciel Avizo ou bien d'utiliser un remaillieur adaptatif de surface indépendant tel que Yams⁸ pour la prendre en compte. Le module proposé par Avizo est suffisamment complet pour cette étude et très simple d'utilisation. Ainsi, cette étape d'adaptation est également réalisée à l'aide de ce module. La figure 4.23 présente un exemple d'adaptation du maillage en fonction de la courbure obtenue avec le module de remaillage du logiciel Avizo.

⁸ <http://raweb.inria.fr/rapportsactivite/RA2005/gamma/uid32.html>

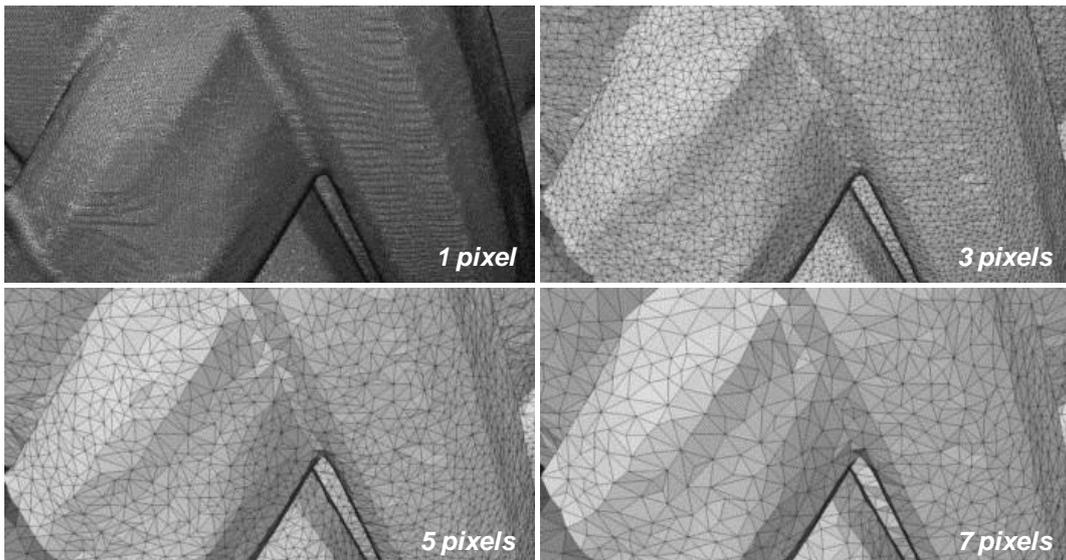


Figure 4.22 - Evolution du maillage surfacique de la matrice au cours des étapes de simplification.

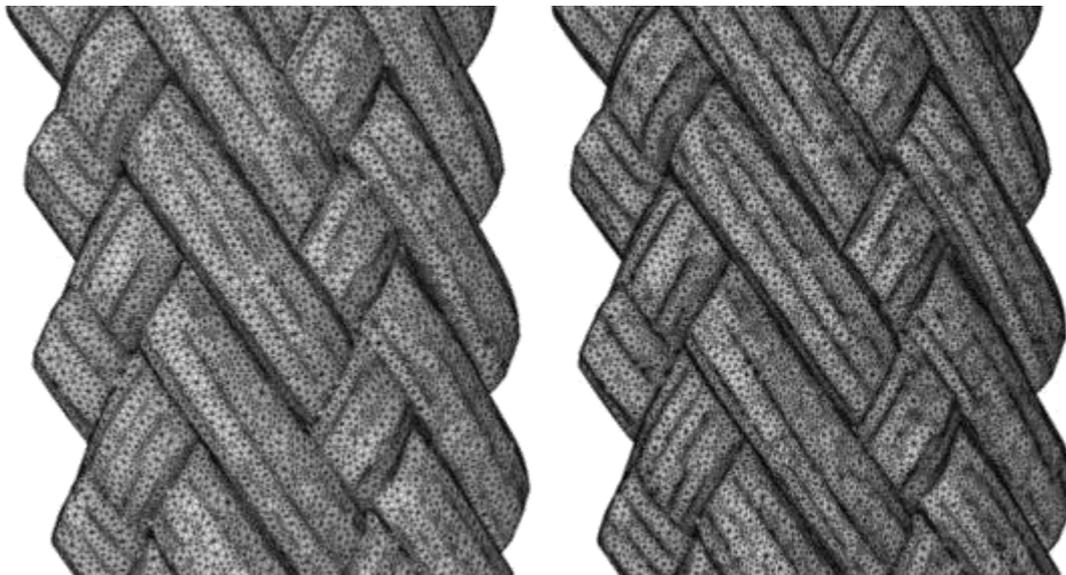


Figure 4.23 - Exemple d'adaptation du maillage en fonction de la courbure à l'aide du module de remaillage du logiciel Avizo.

Finalement, après réalisation du maillage surfacique de la matrice, il ne reste plus qu'une ultime étape : la mise à l'échelle du maillage. En effet, les coordonnées des nœuds du maillage obtenu sont données en pixels sur l'image tridimensionnelle de la structure. Connaissant la résolution de la voxélisation et le centre du maillage des fils, il est relativement aisé de recentrer le maillage de la matrice. Ceci étant fait, l'assemblage final peut enfin être opéré.

2.2.2 Maillage global de la structure

A présent que le maillage surfacique de la matrice est complété et recentré par rapport au maillage des fils, il ne reste plus qu'à assembler le tout et mailler la matrice en 3D. Cette étape de finalisation reprend la démarche employée par [COU 08] pour le maillage 3D complet et l'assemblage des différentes parties du maillage. Le maillage 3D complet est réalisé à l'aide du mailleur de l'INRIA

ghs3d⁹. Finalement, l'assemblage des maillages représente un motif d'une texture tressée tubulaire complète et est prêt à l'emploi pour des calculs éléments finis. La figure 4.24 présente une vue de l'assemblage du maillage surfacique de la matrice avec le maillage 3D des fils et une vue du maillage 3D complet de la structure.



Figure 4.24 - (a) Exemple de maillage surfacique de la matrice avec le maillage des fils et (b) exemple de maillage 3D complet de la structure.

La méthode de maillage proposée dans cette partie diffère de la démarche Genmesh proposée par [COU 08] dans le sens où le maillage de la matrice n'est pas obtenu de la même façon. L'avantage de la technique mise en place repose sur le fait qu'elle permet d'obtenir un maillage complet de la structure quelle que soit sa complexité. En revanche, la qualité du maillage surfacique, certes loin d'être mauvaise, n'est pas aussi bonne qu'avec la méthode Genmesh. Il reste cependant tout à fait possible, comme précisé précédemment, d'utiliser des outils de remaillage pour la surface du matériau et ainsi obtenir une qualité supérieure. En outre, la qualité obtenue ici est jugée suffisante pour les calculs à venir.

2.3 EXEMPLE DE MODELISATION GEOMETRIQUE A DIFFERENTES ETAPES

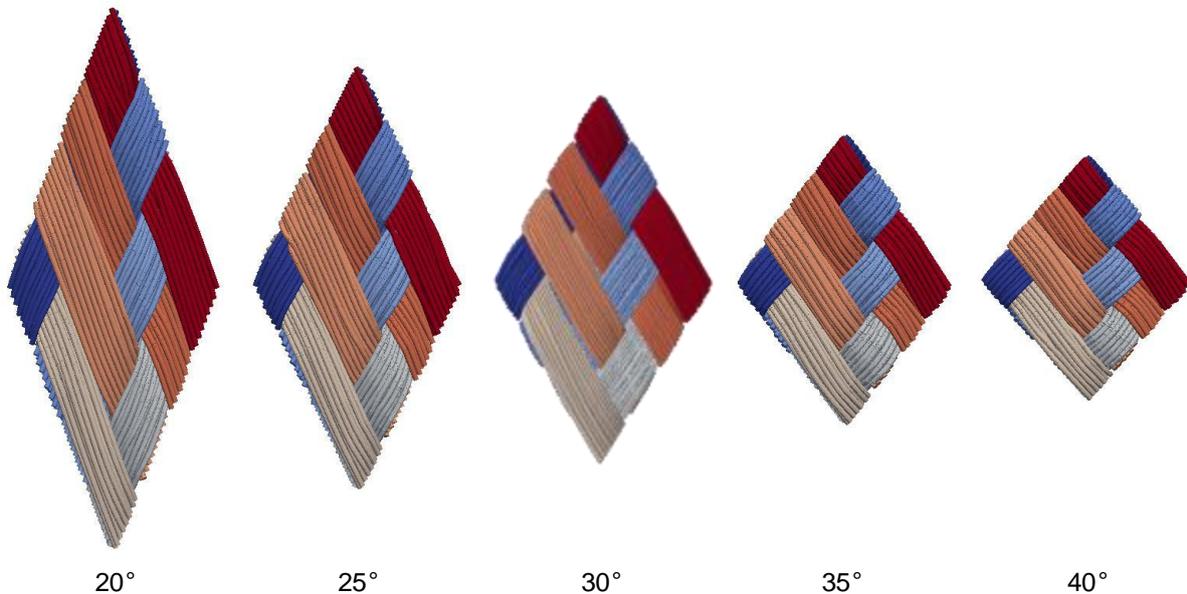


Figure 4.25 - Géométrie relaxée d'une texture 3-02bis pour différents angles de tressage.

⁹ <http://www-roc.inria.fr/gamma/gamma/ghs3d/ghs.php>

La Figure 4.25 présente une texture 3-02bis relaxée sans écrasement avec un angle de tressage variant de 20° à 40°. L'épaisseur de la géométrie finale dépend de l'angle de tressage. La Figure 4.26 présente deux portions de tube avec un motif 3-02bis et un motif 8. Le VER de la texture 8 est plus grand que celui de la texture 3-02bis car il comporte plus de plans dans une des deux directions des fils.

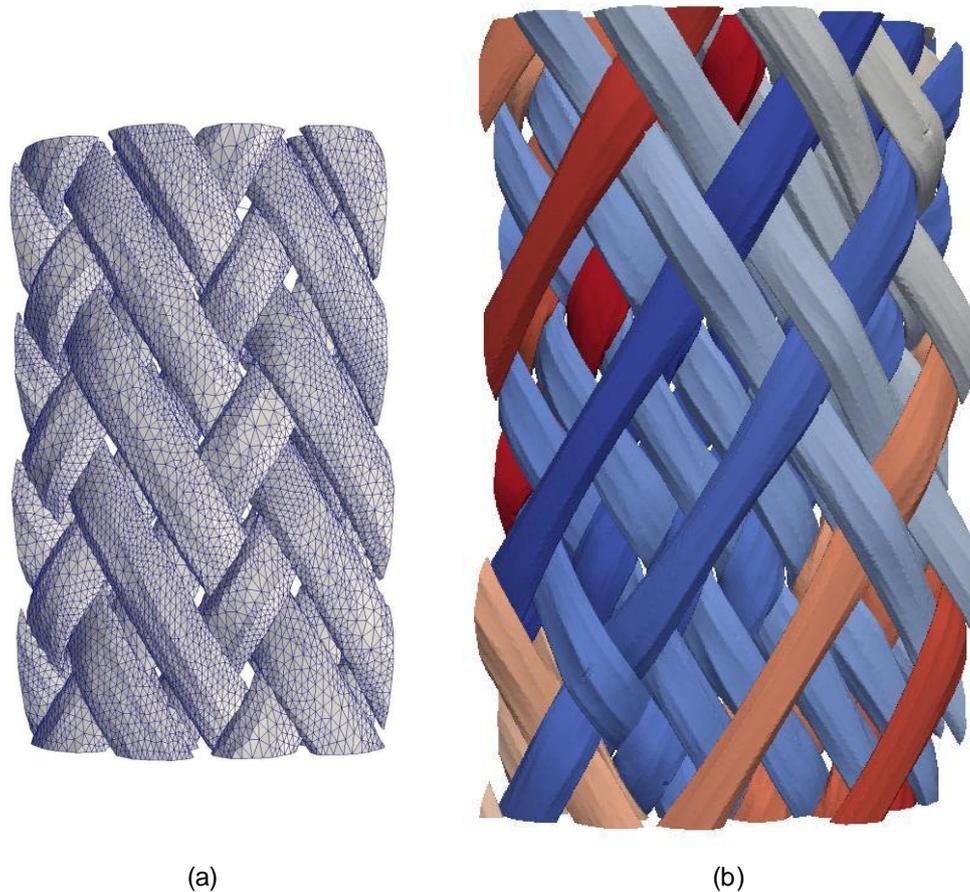


Figure 4.26 - Maillages de portion de tubes pour (a) une texture 3-02bis et (b) une texture 8.

3 CONCLUSIONS DU CHAPITRE

Une démarche de modélisation de structures tubulaires tressées complètes a été proposée dans ce chapitre. Après analyse des différentes méthodes existantes dans la littérature, un modèle numérique semble le plus adapté aux objectifs de modélisation de ce travail ainsi qu'aux attentes du CEA. Une modélisation multi-échelle paraît toute indiquée pour les structures de l'étude puisque le but de cette partie est développer -un outil permettant de prévoir les propriétés mécaniques macroscopiques de différents renforts en fonction de paramètres morphologiques et de pouvoir représenter l'endommagement des structures dans son ensemble.

Cette démarche multi-échelle s'appuie sur la plateforme de modélisation déjà présente au laboratoire en l'adaptant aux composites tubulaires et se décompose en trois étapes : (i) la création d'une première géométrie à l'aide des données obtenues par tomographie X du matériau et micrographie, (ii) la création d'un VER relaxé plus représentatif du matériau et ne comprenant plus d'interpénétrations et (iii) le maillage complet de ce VER après l'avoir transformé en bout de tube afin de simplifier l'application des conditions limites pour les calculs éléments finis. Cette démarche originale est résumée sur la figure 4.27 et permet la représentation géométrique de l'ensemble des structures de l'étude.

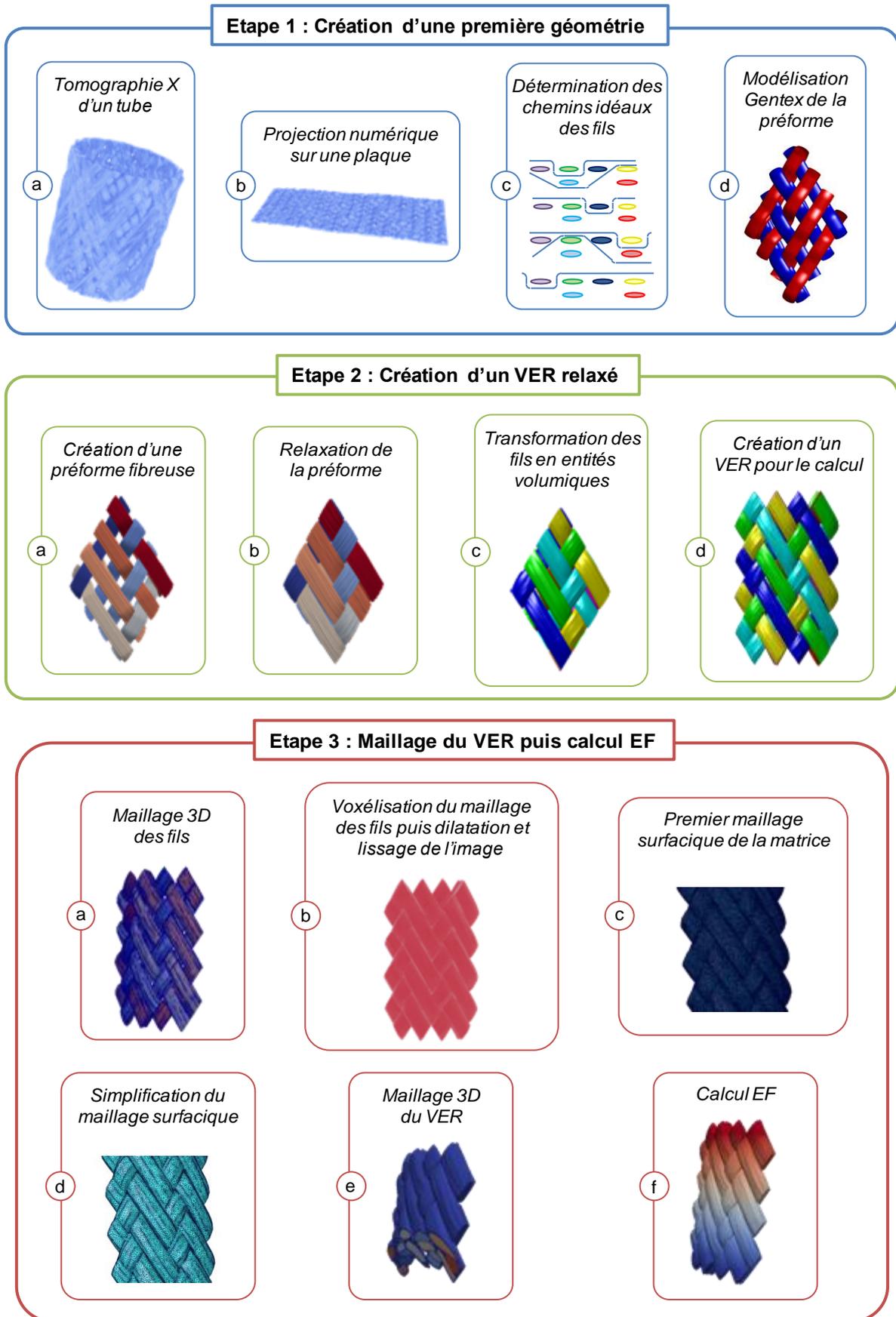


Figure 4.27 - Schéma récapitulatif de la méthodologie employée pour obtenir un maillage éléments finis complet d'une structure tressée tubulaire.

CHAPITRE 5

SIMULATION NUMERIQUE DU COMPORTEMENT MECANIQUE DE COMPOSITES INTERLOCKS TUBULAIRES

Après la création de la géométrie du matériau, l'étape de simulation numérique permet de vérifier la validité du modèle mis en place. Le but de ce chapitre est de compléter la démarche de modélisation envisagée pour les structures tubulaires tressées interlocks et de l'appliquer à une texture particulière : le motif 3-02bis. Rappelons ici que le modèle multi-échelle proposé repose sur des calculs à deux échelles du matériau : l'échelle microscopique afin d'obtenir les propriétés homogénéisées des fils et l'échelle mésoscopique afin d'obtenir les propriétés mécaniques du tube.

Dans un premier temps, la matrice de rigidité des fils sera obtenue par homogénéisation périodique sur une cellule statistiquement représentative du matériau. L'influence des paramètres de modélisation sur cette matrice sera quantifiée. Ensuite, la simulation numérique du comportement élastique du tube permettra d'obtenir une valeur pour sa rigidité longitudinale qui sera comparée à sa valeur expérimentale. L'analyse des champs de contrainte résultant de ces calculs permettra d'obtenir plus d'informations sur l'amorçage de l'endommagement dans la structure. Enfin, la prise en compte de l'endommagement fera l'objet de la dernière partie. Cet aspect du comportement mécanique est approché par un critère de rupture probabiliste de type Weibull dans la matrice et une alternative au procédé sera proposée.

1	PROPRIETES MECANIQUE DES FILS	145
1.1	CALCUL DE LA MATRICE DE RIGIDITE	145
1.2	INFLUENCE DES PARAMETRES	147
2	SIMULATION NUMERIQUE DU COMPORTEMENT MECANIQUE ELASTIQUE D'UN COMPOSITE TRESSE TUBULAIRE	149
2.1	SIMULATION D'UN ESSAI DE TRACTION	149
3	PRISE EN COMPTE DE L'ENDOMMAGEMENT	153
3.1	CRITERE DE RUPTURE PROBABILISTE	154
3.2	VERS UN ENDOMMAGEMENT DISCRET	157
4	CONCLUSIONS DU CHAPITRE	158

1 PROPRIETES MECANIQUE DES FILS

La première étape de simulation concerne l'échelle du fil. A ce stade, les propriétés élastiques des fils doivent être déterminées afin de permettre la réalisation de calculs à l'échelle supérieure. En ce sens, un calcul de la matrice de rigidité par homogénéisation périodique est proposé. Cette détermination de comportement est suivie par une étude de l'influence des paramètres de modélisation sur les rigidités des fils.

1.1 CALCUL DE LA MATRICE DE RIGIDITE

La démarche suivie pour calculer les propriétés homogénéisées du fil s'appuie sur les travaux développés au LCTS par G. Cougnat [COU 08]. L'arrangement des fibres dans la matrice est caractérisé dans un premier temps par analyse d'image pour définir une taille de domaine représentative. A partir de ces informations, des cellules élémentaires sont générées puis utilisées pour le calcul des propriétés par homogénéisation périodique. Les exemples présentés dans cette partie concernent la texture 3-02bis.

► **Caractéristiques morphologiques** – Les caractéristiques morphologiques d'une microstructure aléatoire telle que celle d'une section de fil peuvent être identifiées par analyse d'image en introduisant la notion de covariance [JEU 01]. La covariance $Cov(x, x + h)$ se définit par la probabilité que deux points matériels x et $x + h$ séparés par une distance h appartiennent à une même phase r :

$$Cov(x, x + h) = P\{x \in r \text{ et } x + h \in r\}$$

Ainsi, lorsqu'on dispose d'une image binaire de la microstructure obtenue par le seuillage de la phase considérée (dans notre cas, les fibres), la covariance peut être estimée à partir de la transformée de Fourier de l'image (cf. figure 5.1) [TOR 02]. En pratique, elle se calcule comme la norme de la transformée de Fourier (ou spectre de puissance).

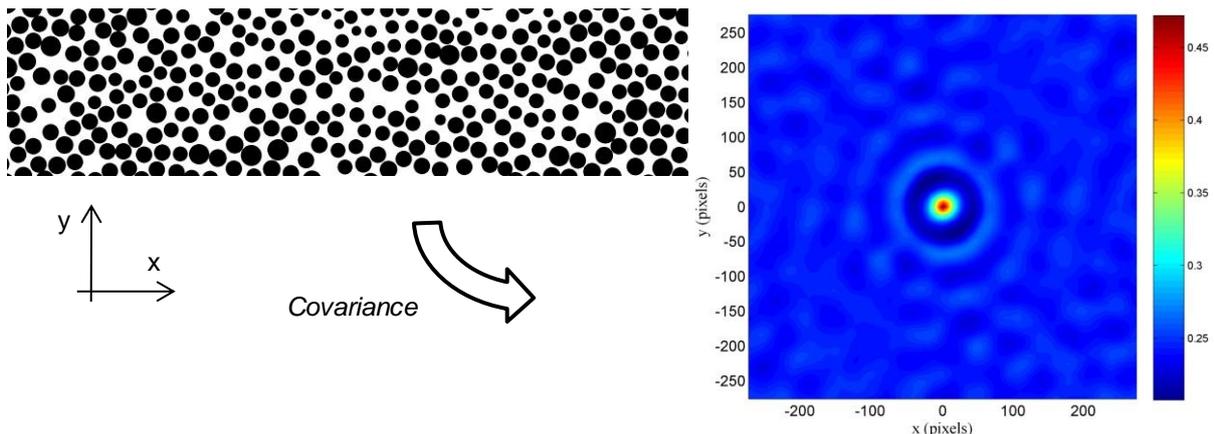


Figure 5.1 - Détermination de la covariance à partir d'une micrographie représentative de l'arrangement des fibres dans un fil d'une texture 3-02bis.

L'approche suivie consiste alors à générer des cellules représentatives en utilisant toute l'information contenue dans le calcul de covariance. Le but est de construire des cellules élémentaires, de taille inférieure à la taille du VER géométrique (en l'occurrence celle de l'image), mais dont la covariance reste la plus proche possible de la covariance de la microstructure de référence.

La figure 5.2 représente des coupes du covariogramme calculées dans les directions x et y . Sur ces tracés, chaque pic correspond à une distance caractéristique de la microstructure. Le premier correspond à la distance entre une fibre et ses plus proches voisins puis le second à la distance avec les seconds voisins et ainsi de suite. Comme cette grandeur représente la probabilité d'avoir deux points séparés de h pixels dans la même phase, la valeur à $h=0$ est le taux de fibres du fil. De plus, la covariance converge vers la fraction volumique de fibres au carré. La courbe de covariance permet de définir la taille minimale d'un VER géométrique du fil considéré [JEU 01]. Ainsi, pour les images représentatives de la texture 3-02bis, cette distance est évaluée à environ 400 pixels ce qui correspond à une cellule contenant 25 fibres.

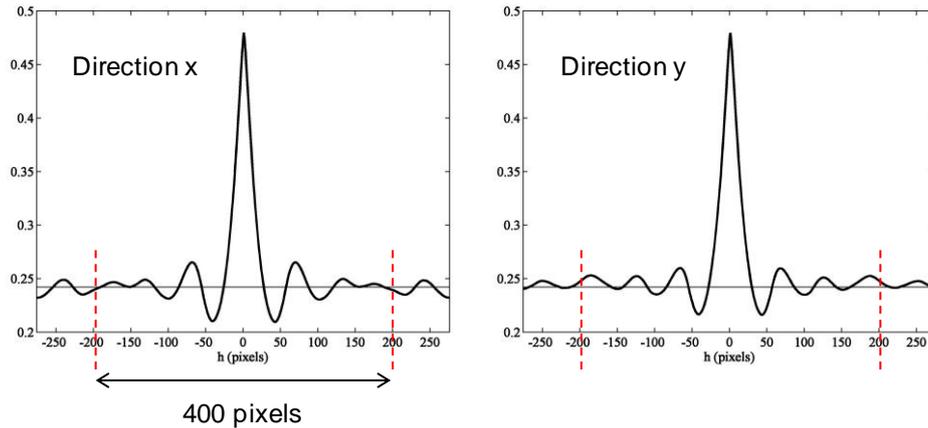


Figure 5.2 - Covariance de la micrographie d'un fil d'une texture 3-02bis dans les directions x et y .

► **Construction des cellules périodiques** – A partir des données géométriques identifiées, l'outil GENCELL [COU 08] permet de recréer une cellule périodique de 25 fibres dont la covariance est proche de celle de la microstructure de référence (cf. figure 5.3a).

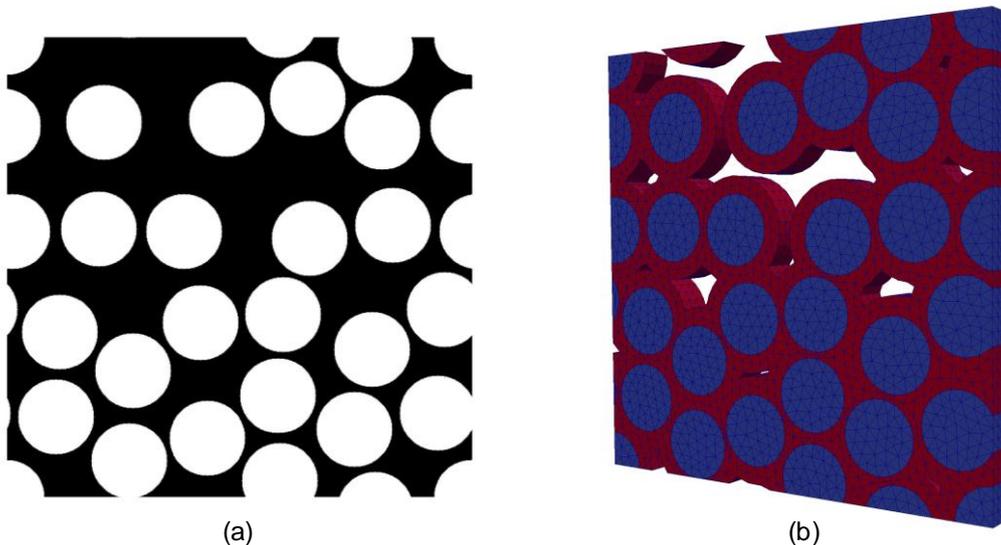


Figure 5.3 - (a) Cellule statistiquement représentative d'un fil d'une texture 3-02bis et (b) maillage 3D de cette cellule.

La matrice est obtenue en dilatant les fibres jusqu'à retrouver la fraction surfacique de porosité (11%). Une description géométrique des frontières des différentes entités de la microstructure est alors obtenue. Un maillage éléments finis est ensuite généré à partir de ce modèle à l'aide d'un mailleur

bidimensionnel. Une attention particulière est portée à la détermination des positions et du nombre de nœuds présents sur les arrêtes afin d'assurer la périodicité du maillage pour le calcul des propriétés homogénéisées (conditions aux limites de type périodiques appliquées) L'interphase, d'épaisseur faible, n'est pas prise en compte ici car seules les propriétés élastiques sont déterminées dans un premier temps. Pour la prise en compte de l'endommagement il sera par contre important de la considérer.

► **Données d'entrée – propriétés des constituants** – Les fibres et la matrice CVI des tubes tressés interlocks considérés sont supposées être isotropes. Les propriétés retenues pour le calcul sont celles proposées dans [SAU10] et sont rassemblées dans le tableau 5.1.

Tableau 5.1 - Propriétés élastiques des constituantes fibres et matrice [SAU 10a].

	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson
Fibres Hi-Nicalon S	375	0,2
Matrice SiC CVI	400	0,2

► **Calcul des propriétés homogénéisées** – Les propriétés élastiques initiales de la cellule élémentaire sont calculées à l'aide de l'outil GENPROP qui s'appuie sur une formulation éléments finis classique. Pas moins d'une cinquantaine de calculs sont réalisés sur différentes cellules générées de covariance identique. Les fibres sont orientées dans la direction 3. La matrice de rigidité moyenne obtenue en GPa est la suivante :

$$C_{flu} = \begin{pmatrix} 211,2_{\pm 52,9} & 48,6_{\pm 12,0} & 52,0_{\pm 12,5} & 0 & 0 & 0 \\ 48,6_{\pm 12,0} & 239,5_{\pm 36,3} & 57,6_{\pm 8,5} & 0 & 0 & 0 \\ 52,0_{\pm 12,5} & 57,6_{\pm 8,5} & 364,0_{\pm 11,0} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 77,7_{\pm 17,0} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 109,9_{\pm 11,3} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 99,9_{\pm 17,5} \end{pmatrix} \quad (5.1)$$

Ces valeurs indiquent que le fil est de nature quasi isotrope transverse avec une légère anisotropie transverse. Ce résultat est en bon accord avec les travaux menés par Château et al. [CHA10] à l'échelle du fil sur un composite SiC_f/SiC de même nature.

1.2 INFLUENCE DES PARAMETRES

Le calcul des propriétés élastiques des fils est piloté par plusieurs paramètres : (i) la fraction volumique de fibres, (ii) l'épaisseur de matrice intra-fils, (iii) les propriétés élastique des fibres et (iv) les propriétés élastiques de la matrice. Les deux premiers dépendent directement des mesures réalisées sur les composites de l'étude alors que les deux derniers sont longuement débattus dans la littérature et peuvent varier de plusieurs dizaines de GPa pour les modules.

Ces considérations forcent à se poser la question de l'influence de chacun de ces paramètres sur les propriétés des fils. Ainsi, une étude paramétrique a été réalisée à l'aide des outils de modélisation GENCELL et GENPROP afin de quantifier l'effet des propriétés des constituants sur le comportement élastique du fil.

Les fils possèdent un comportement mécanique orthotrope. De ce fait, seuls neuf coefficients varient dans la matrice de rigidité. Le tableau 5.2 présente l'évolution des coefficients de la matrice de rigidité du fil en fonction des rigidités de la matrice et des fibres.

Tableau 5.2 - Evolution des coefficients de la matrice de rigidité des fils en fonction des modules de la matrice et des fibres.

C_{11}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	190,1 \pm 47.6	201,5 \pm 49.8	210,7 \pm 52.3
	400	200,5 \pm 50.3	211,2 \pm 52.9	222,7 \pm 55.1
	440	209,5 \pm 52.6	221,7 \pm 56.6	232,3 \pm 58.2

C_{12}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	43,7 \pm 10.8	46,4 \pm 11.4	48,9 \pm 12.0
	400	46,2 \pm 11.3	48,6 \pm 12.0	51,3 \pm 12.5
	440	48,2 \pm 11.7	51,1 \pm 12.5	53,4 \pm 13.2

C_{22}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	215,6 \pm 32.7	227,2 \pm 35.0	239,9 \pm 36.7
	400	226,9 \pm 34.0	239,5 \pm 36.3	251,1 \pm 38.7
	440	237,1 \pm 35.7	251,0 \pm 37.7	263,5 \pm 40.0

C_{13}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	46,8 \pm 11.3	49,6 \pm 11.8	51,9 \pm 12.3
	400	49,3 \pm 11.9	51,9 \pm 12.5	54,8 \pm 13.0
	440	51,6 \pm 12.4	54,6 \pm 13.1	57,1 \pm 13.8

C_{33}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	327,6 \pm 9.9	347,7 \pm 9.9	367,7 \pm 9.8
	400	343,9 \pm 11.0	364,0 \pm 11.0	384,1 \pm 10.9
	440	360,0 \pm 12.0	380,3 \pm 12.1	400,4 \pm 12.1

C_{23}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	51,9 \pm 7.6	54,7 \pm 8.1	57,8 \pm 8.5
	400	54,6 \pm 7.9	57,6 \pm 8.5	60,5 \pm 8.9
	440	57,1 \pm 8.3	60,4 \pm 8.8	63,4 \pm 9.3

C_{44}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	69,9 \pm 15.4	74,1 \pm 16.9	78,2 \pm 18.8
	400	73,5 \pm 15.9	77,6 \pm 17.1	81,9 \pm 18.5
	440	76,9 \pm 16.3	81,3 \pm 17.6	85,4 \pm 18.8

C_{55}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	98,9 \pm 10.2	104,7 \pm 11.6	114,8 \pm 28.6
	400	104,0 \pm 10.6	109,9 \pm 11.3	115,7 \pm 12.7
	440	108,7 \pm 11.0	115,0 \pm 11.7	120,9 \pm 12.4

C_{66}		E_{fil} (GPa)		
		337,5	375	412,5
$E_{matrice}$ (GPa)	360	89,9 \pm 15.8	95,1 \pm 16.8	99,0 \pm 19.9
	400	94,8 \pm 16.6	99,9 \pm 17.5	105,2 \pm 18.5
	440	99,4 \pm 17.2	104,8 \pm 18.4	109,8 \pm 19.3

Les propriétés des fibres et de la matrice semblent avoir quasiment le même effet sur les différentes rigidités des fils. Ceci peut s'expliquer par le fait que les modules sont très proches initialement et que les proportions volumiques de ces deux phases sont également très proches. Ceci dit, l'augmentation

ou la diminution des rigidités de ces deux constituants de 10% apporte ou soustrait 20 GPa à la rigidité axiale du fil (soit un peu plus de 5% de la valeur de référence). Les matrices de rigidité obtenues dans cette partie seront réutilisées dans la section **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** pour l'étude paramétrique à l'échelle de la structure. Les propriétés mécaniques des fils étant estimées, il est à présent temps de s'intéresser à la simulation du comportement mécanique élastique d'un composite tressé tubulaire.

2 SIMULATION NUMERIQUE DU COMPORTEMENT MECANIQUE ELASTIQUE D'UN COMPOSITE TRESSE TUBULAIRE

La simulation numérique du comportement mécanique d'un composite tressé tubulaire inclut nécessairement une étape de simulation du comportement élastique. Cette étape a pour but de valider la modélisation réalisée en retrouvant les propriétés élastiques de la structure obtenues expérimentalement.

Dans cette partie, un essai de traction a été simulé pour une texture 3-02bis. Ce cas de chargement est détaillé avec une analyse des champs de contraintes simulés et une analyse des champs de contraintes principales ainsi que des propriétés élastiques de la structure.

2.1 SIMULATION D'UN ESSAI DE TRACTION

La simulation de traction a été réalisée à l'aide du maillage présenté en figure 5.4. Un déplacement correspondant à 0,1% de déformation est appliqué selon l'axe z vertical.

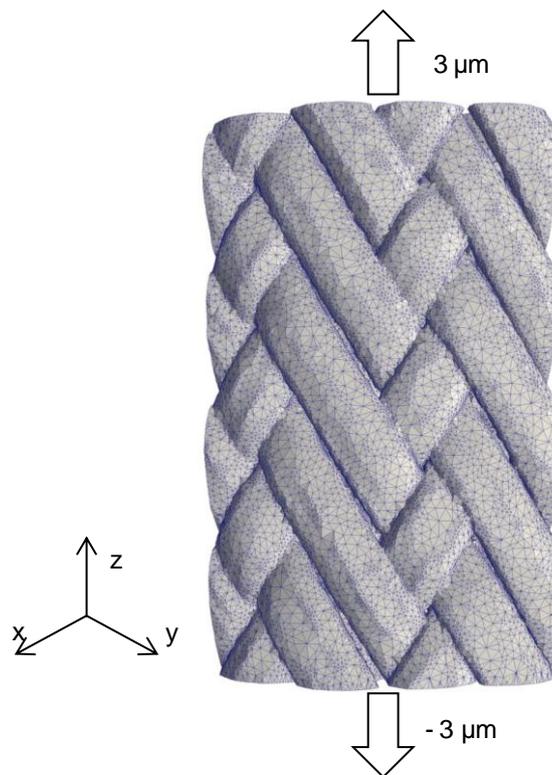


Figure 5.4 - Maillage éléments finis utilisé pour la simulation de traction.
Illustration du chargement imposé.

Deux conditions limites ont été employées : (i) une condition de bords libres dans laquelle les deux côtés du maillage n'étaient pas contraints et (ii) une condition de bords bloqués pour laquelle les flancs du maillage ne pouvaient pas se déplacer selon les directions x et y. Ces deux conditions représentent les cas extrêmes de chargement et donnent les bornes d'intervalles pour les rigidités de la structure. Ainsi, un calcul utilisant des conditions de périodicité fournirait des rigidités comprises entre ces bornes.

► **Module de rigidité axiale** - Le premier résultat intéressant est l'estimation de la rigidité axiale du tube (E_{axiale}). Celle-ci est obtenue à l'aide de la relation suivante :

$$\begin{cases} V_t = (r_e^2 - r_i^2) * \frac{d\theta}{2} * h, \\ K = \frac{1}{V_t} \sum_{i \in \text{éléments}} \sigma_i * v_i, \\ E_{axiale} = \frac{K * h}{d}, \end{cases} \quad (5.2)$$

Le schéma présenté sur la figure 5.5 donne une représentation du volume d'un motif de texture et présente les différentes variables utilisées dans les équations 5.2 : r_e et r_i représentent les rayons externe et interne du tube, $d\theta$ la proportion angulaire du motif par rapport au tube complet, h la hauteur du maillage sollicitée et d le déplacement total imposé au maillage. A ces paramètres s'ajoute la contrainte axiale dans l'élément i (σ_i) et le volume de cet élément (v_i).

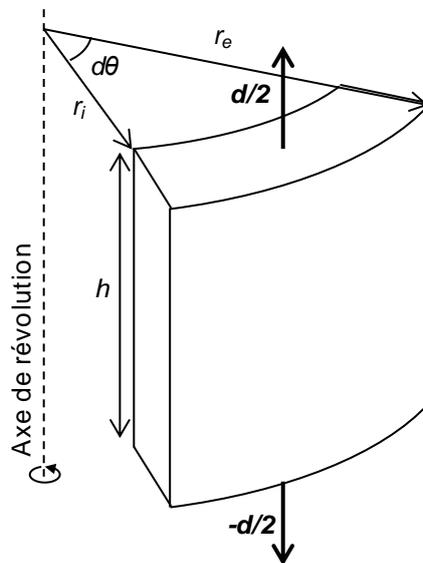


Figure 5.5 - Illustration des différentes grandeurs du système d'équations 2.2.

Avec cette relation, la rigidité axiale de la structure est calculée à 237 GPa pour la condition de bords bloqués et à 227 GPa pour la condition de bords libres. La valeur expérimentale moyenne pour cette texture est de 242 GPa. La simulation fournit donc une valeur approchée avec une erreur comprise entre 6% pour les bords libres et 2% pour les bords bloqués. Ces valeurs sont très encourageantes et valident la modélisation réalisée dans le domaine élastique.

► **Analyse des champs de contrainte** - La simulation numérique procure le champ de déplacement selon l'axe z (figure 5.6a). Le champ de contraintes σ_{zz} (figure 5.6b) montre des concentrations de

contraintes au niveau des jonctions des fils. Ce résultat est en accord avec les observations expérimentales puisque ces zones présentent majoritairement de la fissuration après traction.

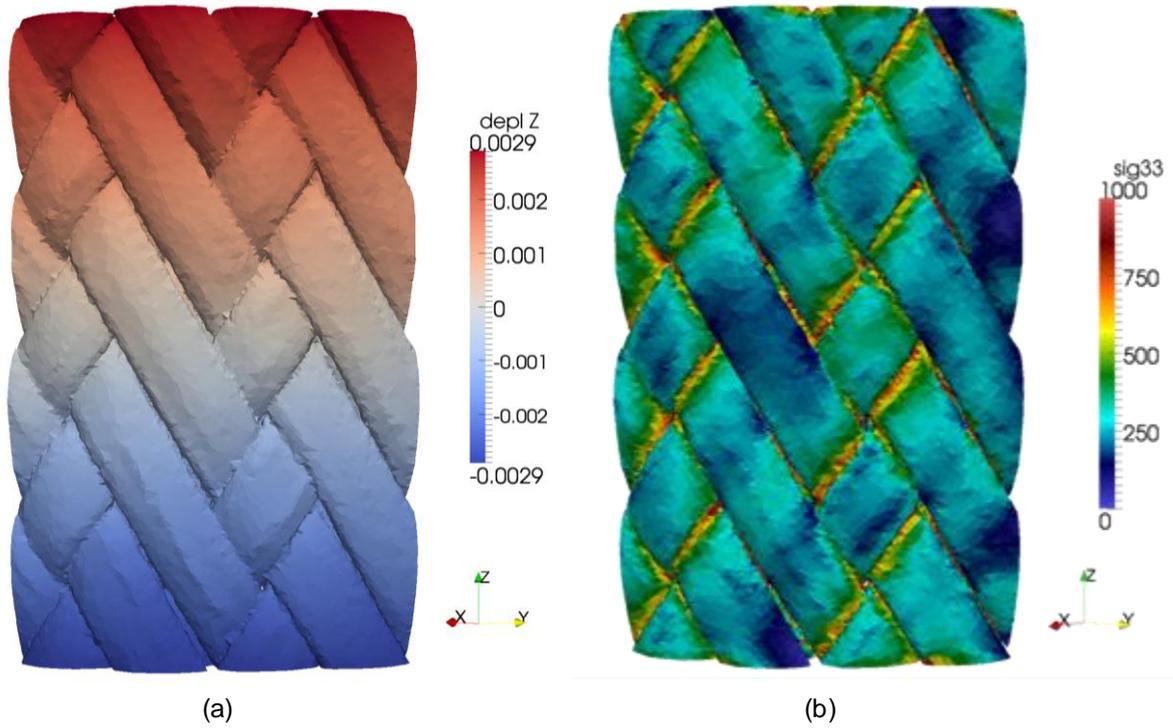


Figure 5.6 - (a) Champ de déplacement selon l'axe z et (b) contrainte axiale.

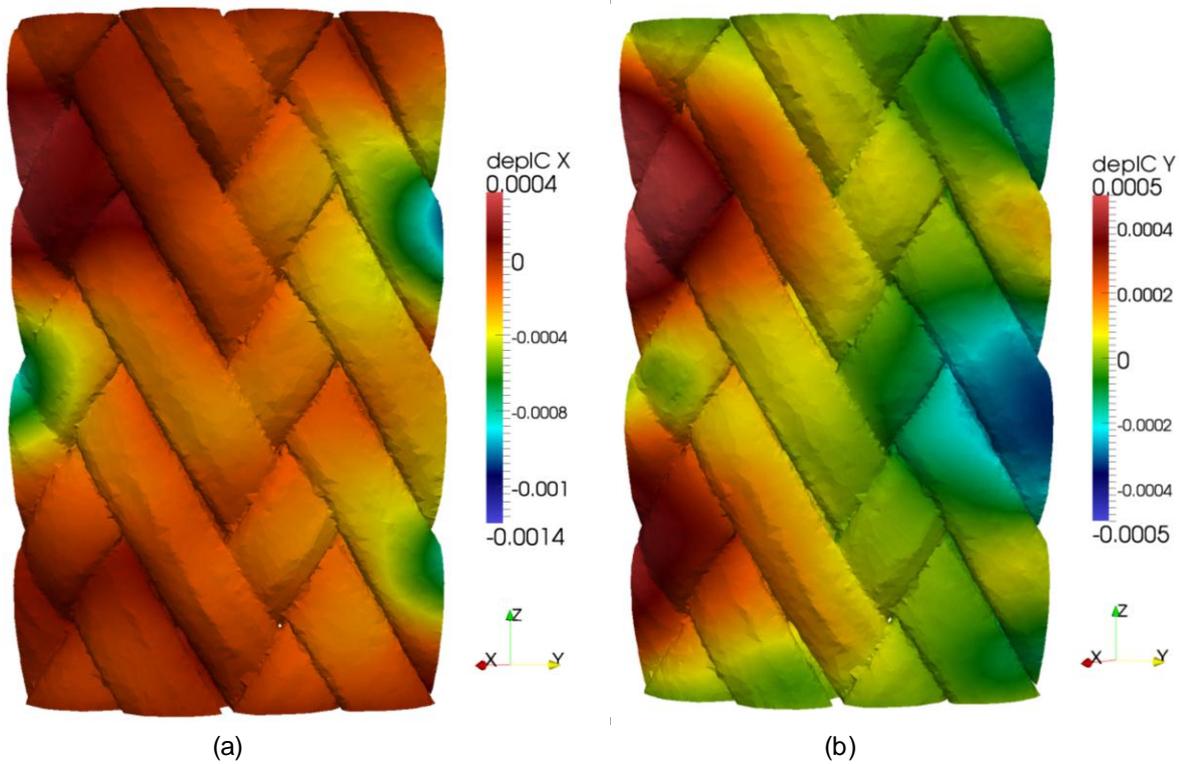


Figure 5.7 - Champs de déplacement selon (a) r et (b) θ .

Grâce à une projection dans le repère cylindrique local de chaque élément, il est possible d'obtenir les champs de déplacements dans le repère cylindrique associé au tube. Les déplacements selon la direction radiale et orthoradiale sont présentés sur la figure 5.7. Des coupes de ces champs permettent de visualiser les deux effets Poissons dans la structure (figure 5.8).

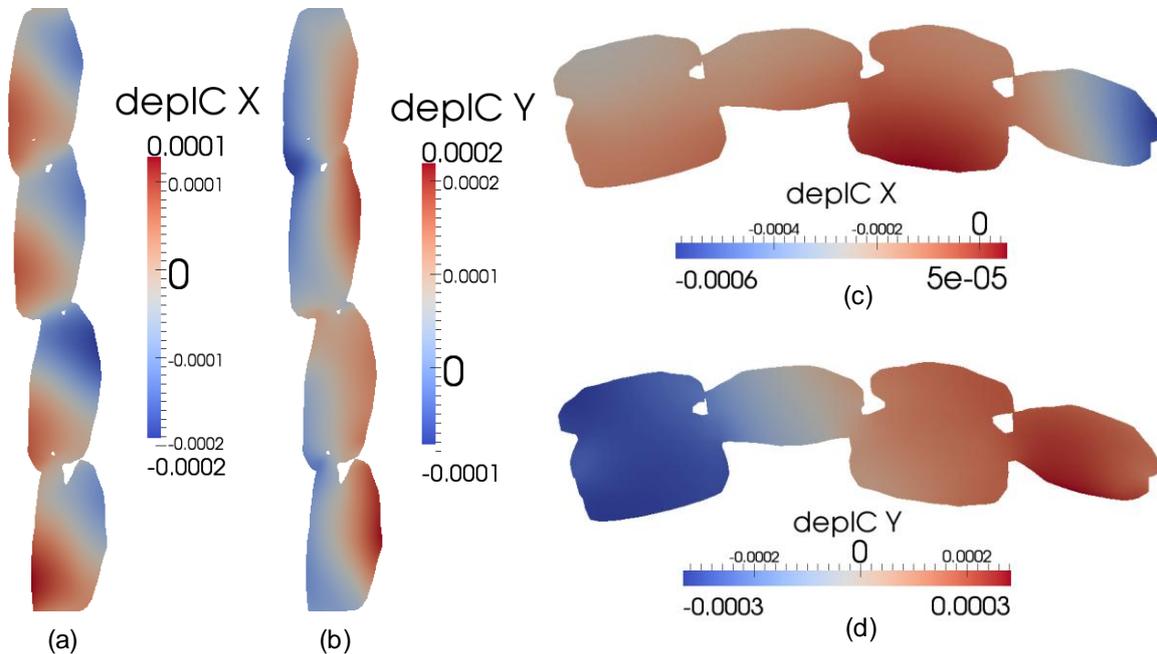


Figure 5.8 - Champs de déplacement radial (deplC X) et orthoradial (deplC Y) coupés selon (a) et (b) la hauteur et (c) et (d) la section.

Ainsi, les champs de contraintes et de déplacements sont bien représentatifs des événements se passant dans le matériau lors d'un essai de traction. Afin d'avoir une première appréhension de l'endommagement dans ce modèle, il est possible d'étudier les contraintes principales dans la matrice. Cette analyse devrait permettre de vérifier les directions de propagation des éventuelles fissures dans la structure.

► **Analyse des contraintes principales** - Les contraintes principales sont déterminées comme étant les valeurs propres des tenseurs des contraintes dans chaque élément. Les directions principales sont donc les vecteurs propres associés. Ainsi, les fissures se propagent perpendiculairement aux directions propres. Les trois valeurs propres sont ensuite triées dans l'ordre décroissant. C'est-à-dire que $s_I > s_{II} > s_{III}$. De ce fait, s_I représente la contrainte de traction la plus forte et s_{III} , si elle est négative, la contrainte de compression la plus forte.

La figure 5.9 présente les champs vectoriels des trois contraintes principales à la surface du composite. La première contrainte principale présente une direction propre orientée selon la direction z ce qui correspond bien au mode de fissuration le plus intuitif, c'est-à-dire les fissures normales à l'axe de chargement. Les deux autres contraintes principales sont orientées dans le plan (r, θ) . Ceci tend à prouver l'existence d'une seconde direction de propagation des fissures qui serait parallèle à l'axe z. Cette seconde famille de fissures est également observée expérimentalement mais résulte d'un effet dynamique prenant place au moment de la rupture. La simulation montre donc que la fissuration se propage de manière normale à l'axe de chargement et qu'il est possible d'avoir également des fissures parallèles à la direction de chargement. Pour valider cela, il serait intéressant d'introduire de la fissuration normale à l'axe de chargement et de vérifier à nouveau les contraintes principales.

La simulation numérique dans le domaine élastique a permis de valider la modélisation géométrique réalisée. La rigidité axiale de la structure est retrouvée avec moins de 5% d'erreur et les zones de concentration de contrainte sont en accord avec les observations expérimentales. L'analyse des contraintes principales permet également de retrouver les orientations des différentes familles de fissures observées ainsi que leur ordre d'apparition. A présent que le modèle est validé, il devient envisageable d'y ajouter une prise en compte de l'endommagement de la structure.

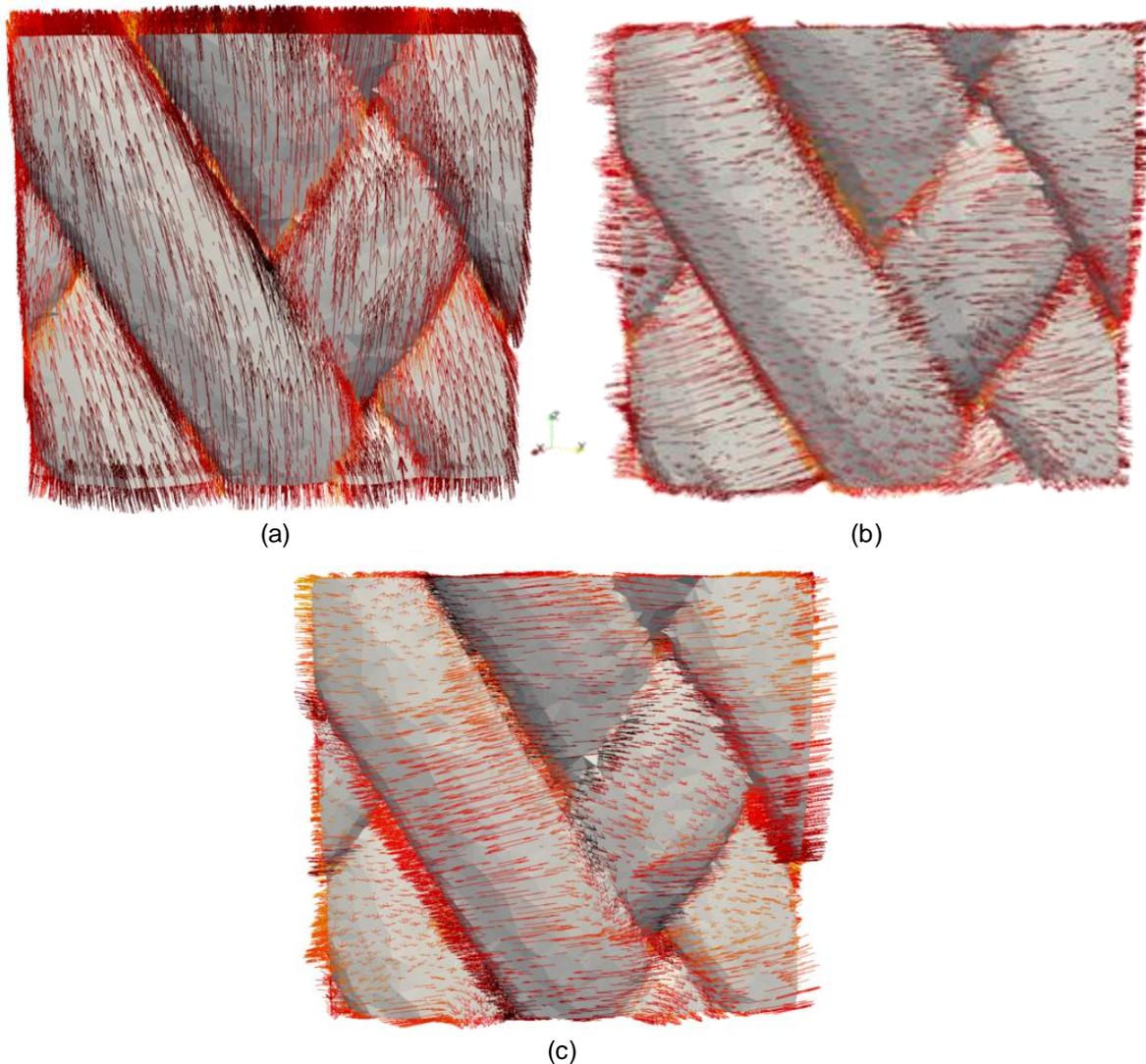


Figure 5.9 - Champs vectoriels des directions principales associées aux contraintes principales (a) s_I , (b) s_{II} et (c) s_{III} .

3 PRISE EN COMPTE DE L'ENDOMMAGEMENT

La prise en compte de l'endommagement dans le modèle est primordiale pour simuler l'ensemble du comportement mécanique des structures étudiées. Dans un premier temps, une approche simple basée sur un critère de rupture probabiliste de type Weibull pour la matrice est mise en place. Cette approche permet de valider la possibilité de rendre compte du caractère endommageable du matériau dans le modèle développé et de vérifier l'orientation de la fissuration résultante. Une amélioration de l'approche est ensuite proposée. Cette dernière repose sur l'utilisation d'une fissuration discrète à

toutes les échelles du modèle et permet de réutiliser l'ensemble des données recueillies dans le chapitre 3 concernant l'évolution des densités de fissuration au cours du chargement.

3.1 CRITERE DE RUPTURE PROBABILISTE

Dans un premier temps, un critère de rupture probabiliste reposant sur une statistique de Weibull est inséré dans les éléments de la matrice et permet de calculer la contrainte de rupture en fonction de paramètres propres au matériau. L'équation (5.3) présente la forme de la probabilité cumulée de Weibull :

$$P(\sigma, V) = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right], \quad (5.3)$$

où V représente le volume de l'élément, σ la contrainte appliquée et V_0 , σ_0 et m des paramètres de la loi dépendant du matériau utilisé. Pour une matrice en carbure de silicium déposée par voie gazeuse, ces paramètres peuvent prendre les valeurs suivantes : $V_0 = 1m^3$, $\sigma_0 = 11,4 MPa$ et $m = 6,08$ [LIS 97].

L'endommagement est inséré dans le modèle à l'aide d'une méthode incrémentale. Celle-ci s'appuie uniquement sur des calculs élastiques. La déformation est incrémentée de $\Delta\varepsilon$ à chaque pas de calcul et à chaque itération du pas, un déplacement correspondant à la déformation considéré est appliqué à la structure. Le rapport $K = \frac{\sigma_{ppal}}{\sigma_{rupture}}$ est alors calculé pour chaque élément (où σ_{ppal} représente les contraintes principales de l'élément et $\sigma_{rupture}$ sa contrainte à rupture obtenue grâce à la relation de Weibull) et l'élément pour lequel K est le plus grand et supérieur à 1 est alors rompu. Le calcul est répété jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'élément dont le rapport des contraintes (K) soit supérieur à 1 pour ce chargement puis le pas de calcul est incrémenté. Ainsi, à chaque itération, au maximum un élément est rompu et à la fin de chaque pas de calcul, l'équilibre des forces mène à des contraintes dans les éléments de la matrice plus faibles que leurs contraintes de rupture. Cette méthode permet d'obtenir directement la courbe contrainte/déformation associée à la simulation. Cependant, comme chaque élément rompu nécessite un calcul élastique, cette technique est très consommatrice de temps. Ainsi, pour le maillage utilisé, un seul calcul d'endommagement demande plus de deux semaines à être réalisé. Il devient donc difficile de multiplier les calculs.

Une vingtaine de calculs d'endommagement ont tout de même été réalisés sur le même maillage de la texture 3-02bis. Chacun de ces calculs représente un jeu de contraintes à ruptures des éléments définis aléatoirement au début de la simulation grâce à la relation 5.3.

Premièrement, la propagation de l'endommagement dans le maillage est remarquable. Ainsi, la figure 5.10 présente cette propagation obtenue lors d'une de ces simulations de traction. L'endommagement constaté est concentré au niveau des jonctions des fils ce qui est en accord avec les champs de contraintes longitudinales simulés dans les calculs élastiques précédents et parfaitement intuitif. Pour une déformation de 0,5%, certaines fissures normales à l'axe de chargement commencent à être visibles. La direction de propagation des fissures est en parfait accord avec les observations expérimentales. Cependant, la fissuration semble apparaitre bien tard par rapport aux valeurs mesurées. En effet, les premiers éléments qui rompent le font vers 0,08% de déformation alors que la limite élastique expérimentale est plutôt aux alentours de 0,04% de déformation. Ceci peut s'expliquer par les paramètres employés dans la loi de Weibull qui ne sont pas tout à fait adaptés au matériau considéré. Malheureusement le temps nécessaire à la réalisation d'un calcul d'endommagement ne permet pas de tester plusieurs jeux de paramètres différents.

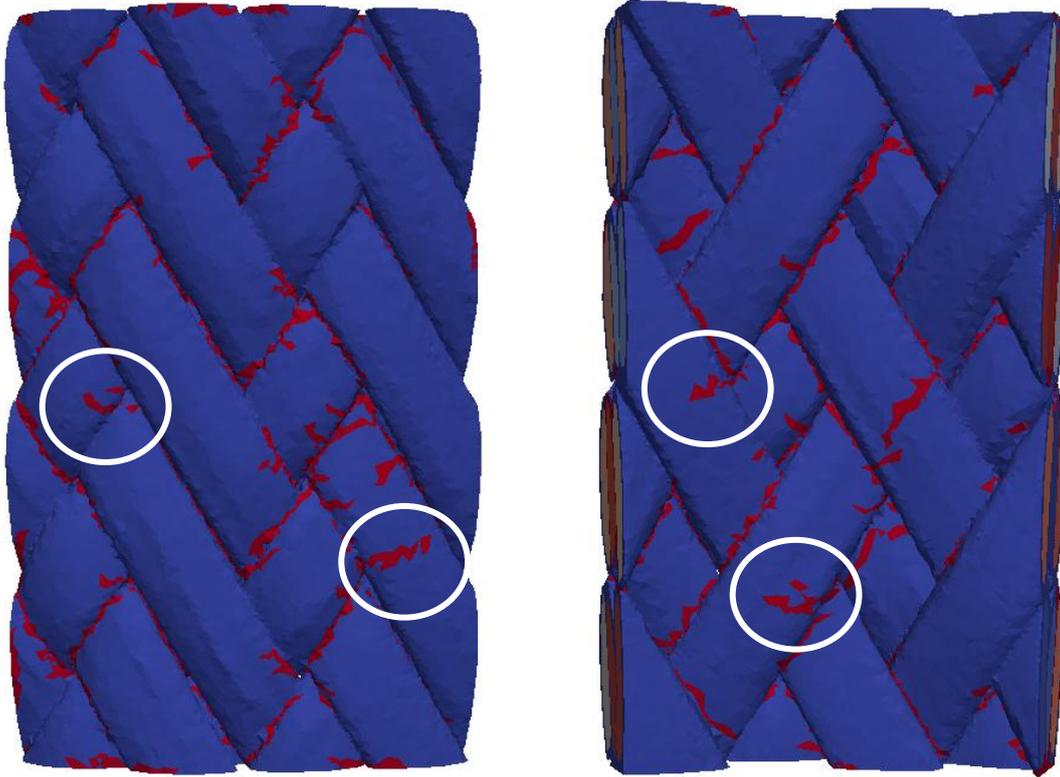


Figure 5.10 - Orientation de l'endommagement lors d'une simulation numérique d'un essai de traction sur tube. Les fissures normales à l'axe de chargement sont entourées en blanc.

Ensuite, quelques uns des calculs effectués sont représentés sur la figure 5.11. La moyenne des vingt simulations est reportée sur la figure 5.12 et comparée à une courbe de comportement d'une texture 3-02bis.

Cette courbe représente bien un comportement élastique endommageable. Toutefois, elle ne se superpose pas aux résultats expérimentaux puisque le jeu de paramètres de la loi de Weibull n'est pas encore adapté à ce type de matériau. De plus, cette méthode est très dépendante du maillage et ne prend en compte que très peu de physique. En effet, aucune loi d'endommagement n'est pour l'instant considérée dans les fils. En outre la décohésion et le frottement interfacial ne sont pas représentés par cette approche. Ceci mis à part, la propagation de l'endommagement dans le maillage est remarquable.

Cette approche a donc montré la faisabilité de l'insertion de l'endommagement dans le modèle développé. De plus, l'orientation de l'endommagement avec une telle méthode simplifiée est déjà conforme aux observations expérimentales. Cependant, cette méthode n'est pas suffisante pour simuler le comportement mécanique d'une structure tubulaire. Aussi, une prise en compte plus représentative de l'endommagement est proposée pour la suite des travaux.

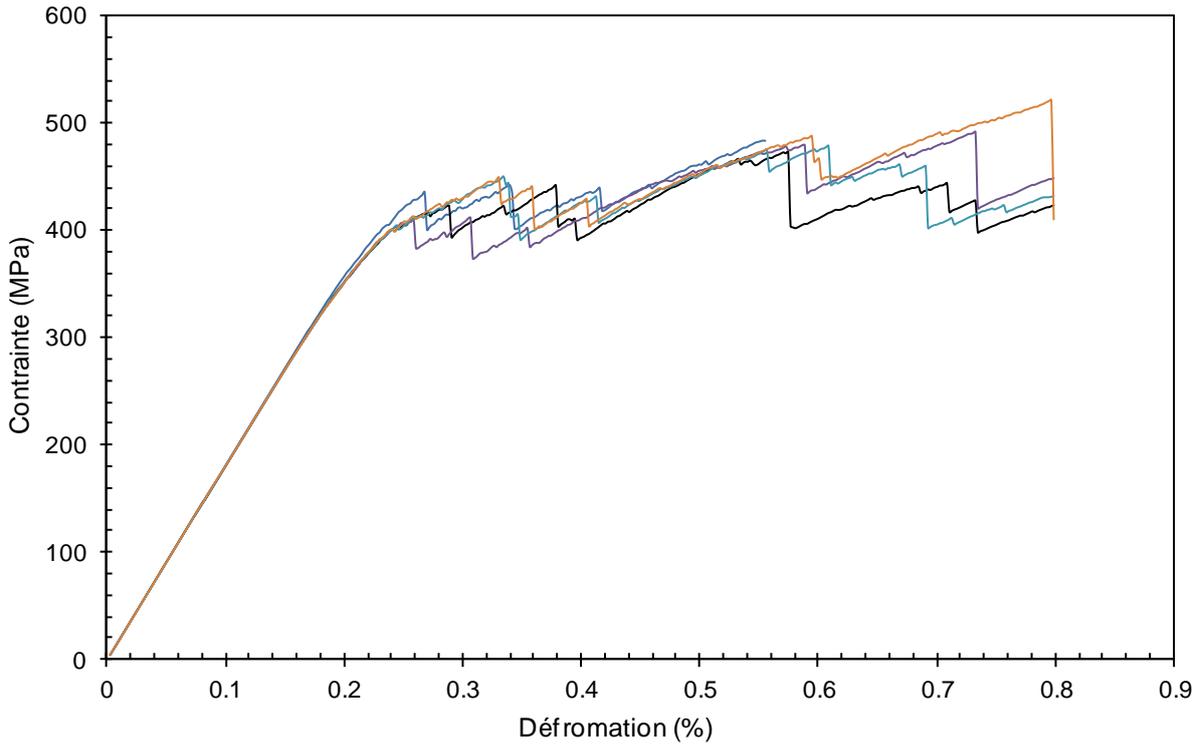


Figure 5.11 - Quelques exemples de courbes de comportement obtenues par simulation d'un essai de traction sur tube à l'aide d'un critère de rupture probabiliste de type Weibull dans la matrice.

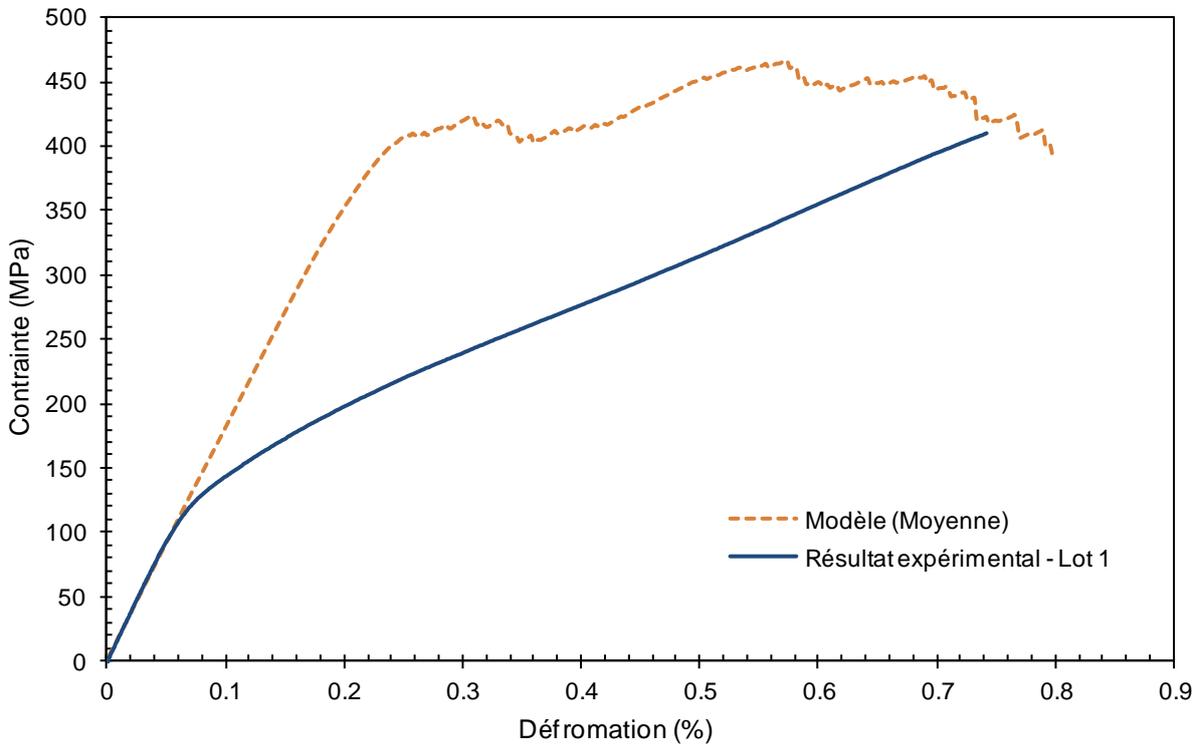


Figure 5.12 - Moyenne des cinquante simulations de traction réalisées. Comparaison à une courbe de comportement expérimentale d'une texture 3-02bis.

3.2 VERS UN ENDOMMAGEMENT DISCRET

Le modèle multi-échelle mis en place laisse la possibilité de traiter l'endommagement aux différentes échelles décrites. Ainsi pour un chargement donné, il est envisageable de déterminer les propriétés mécaniques endommagées des fils avant de réaliser une simulation numérique à l'échelle mésoscopique. Cet endommagement peut être introduit de diverses manières et la méthode retenue repose sur une appréhension discrète de la fissuration similaire à ce qui a été fait dans [COU 08].

Pour cela, les fissures sont introduites physiquement dans le maillage de la structure. La densité de fissuration, l'orientation des fissures et les longueurs de décohésions associées sont déterminées expérimentalement. Ces valeurs sont ensuite utilisées pour représenter le réseau de fissures de la structure à un chargement donné que ce soit à l'échelle microscopique ou à l'échelle mésoscopique (figure 5.13).

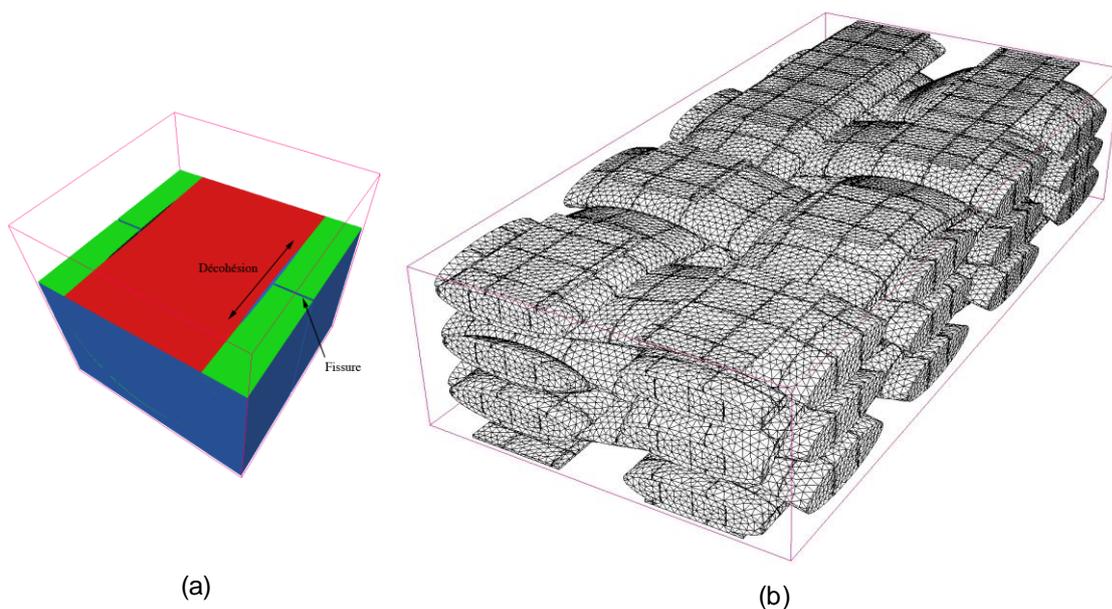


Figure 5.13 - Illustration d'un réseau de fissures discrètes introduites (a) à l'échelle microscopique et (b) à l'échelle mésoscopique dans un composite tissé issu de [COU 08].

Enfin, les différentes simulations permettent d'obtenir les propriétés des fils endommagés pour l'échelle microscopique et les propriétés macroscopiques de la structure endommagée à l'échelle mésoscopique et ce à différents pas de chargement.

Cette technique permet de s'affranchir de l'effet du maillage tout en prenant en compte la majorité de la physique des phénomènes de fissuration. Cependant, elle ne repose pas sur un critère de rupture mais bien sur les cinétiques de fissuration mesurées expérimentalement. Il devient donc difficile de traduire complètement la courbe de comportement et nécessite tout de même de connaître quelques paramètres expérimentaux.

Les outils nécessaires à l'application de cette approche ne sont pas encore adaptés pour des tubes mais existent déjà pour des composites tissés plans [COU 08]. Adapter ces outils pour des composites tressés tubulaires ne demande pas beaucoup de modifications. Il suffit de modifier le repère global utilisé pour passer du repère cartésien au repère cylindrique et ainsi pouvoir ajouter de la fissuration selon les directions radiale et orthoradiale.

Finalement, l'endommagement à ajouter au modèle peut être représenté par l'introduction discrète d'un réseau de fissuration dans les maillages. Cet ajout n'a pas encore été réalisé à ce jour mais pourrait être mis en place rapidement.

4 CONCLUSIONS DU CHAPITRE

Dans un premier temps, les propriétés élastiques des fils sont obtenues grâce à des calculs d'homogénéisation périodique effectués sur des cellules statistiquement représentatives du matériau considéré. Ces cellules contiennent environ 25 fibres et sont construites à partir d'une technique s'appuyant sur la covariance et d'une image micrographique d'un fil de la texture étudiée. Les simulations montrent que les fils ont un comportement quasi isotrope transverse avec une légère anisotropie transverse ce qui est en bon accord avec la littérature. Une étude paramétrique ultérieure a montré que les rigidités des fils avaient une sensibilité similaire aux modules des fibres et de la matrice : une baisse ou une hausse de 10% des propriétés élastiques des constituants résulte en une baisse ou une hausse de 5% de la rigidité axiale.

Ensuite, et à l'aide des propriétés obtenues pour les fils, des simulations numériques de traction ont été réalisées dans le domaine élastique sur un maillage d'une texture 3-02bis. La rigidité axiale simulée sous-estime la rigidité expérimentale moyenne de 5% ce qui est un bon résultat. Les champs des contraintes axiales montrent des concentrations de contraintes aux jonctions des fils entre deux fils avec la même orientation ou entre deux fils avec des orientations différentes. Ce résultat est en accord avec les observations expérimentales qui montrent des fissures dans la majorité de ces jonctions. En outre, les contraintes principales présentent un champ vectoriel associé à la première contrainte propre principalement orienté selon l'axe de révolution du tube ce qui favorise l'ouverture de fissures normales à la direction de chargement. Encore une fois, ces résultats sont en bon accord avec les observations.

Enfin, l'ajout de l'endommagement dans le modèle a été considéré. Dans un premier temps, cela est réalisé en utilisant un critère de rupture probabiliste de type Weibull pour la matrice. Cette première approche a permis de montrer qu'il était possible de considérer de l'endommagement dans le modèle mis en place et que l'orientation de la fissuration était en accord avec les observations expérimentales. En considérant le fait que cette approche ne prend en compte que très peu de physique liée à l'endommagement, ces résultats sont déjà très encourageants. Une amélioration de cette méthode a été proposée dans laquelle, l'endommagement serait introduit sous forme discrète directement dans le maillage. La densité de fissuration mesurée expérimentalement peut alors être réutilisée afin de représenter un endommagement en fonction du chargement appliqué. De plus, les phénomènes de décohésions seraient pris en compte. Par ailleurs, les outils nécessaires à cette méthode sont déjà disponibles pour un composite tressé plan. Il ne reste plus qu'à les adapter pour un composite tressé tubulaire en modifiant le repère cartésien en repère cylindrique.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de la thèse était double. Dans un premier temps, il était demandé de caractériser des composites tressés interlock de géométrie tubulaire. Ces structures relativement nouvelles nécessitaient une caractérisation mécanique pour deux sollicitations dimensionnantes afin de mieux comprendre le comportement de ces tubes. En ce sens, un montage de traction axiale et un dispositif de pression interne ont été développés permettant la réalisation à température ambiante d'essais mécaniques monotones et cyclés sur tubes en composite à matrice céramique. Ces outils expérimentaux ont permis de réaliser bon nombre d'essais mécaniques sur les structures de l'étude.

Ainsi, les composites testés possèdent un comportement élastique endommageable reproductible. L'endommagement présent après un essai de traction ou un essai de pression interne est similaire. On observe deux familles de fissures superficielles possédant deux directions de propagation différentes (normales et parallèles à l'axe de chargement), des décohésions fil/fil et fil/matrice sont également visibles et se propagent dans toutes les directions au sein du matériau. Les fissures parallèles à la direction de sollicitation sont imputées à un effet dynamique lors de la rupture des tubes. De plus, l'évolution de la densité de fissuration est mesurée directement sur la surface des tubes par analyse d'images et est en bon accord avec l'évolution de l'émission acoustique. Enfin, les faciès de fissuration montrent la présence de déchaussement de fibre et de gaines de matrice indiquant que l'interphase a bien joué son rôle.

Des éprouvettes barreaux étaient également mises à disposition afin de comparer les comportements mécanique des structures planes et tubulaires. Les plaques sont obtenues par découpe d'une préforme sèche tubulaire et densification à plat. L'angle de tressage est maintenu durant cette mise en forme afin de conserver les propriétés géométriques du tube parent. Le but de ces éprouvettes était de vérifier la présence d'un quelconque effet de structure du à la courbure des tubes. Des essais de traction uniaxiale ont été réalisés sur ces échantillons et ont montré que les éprouvettes planes possédaient une réponse mécanique similaire à celui de leurs tubes parents que ce soit au niveau du comportement ou de l'endommagement. Ce résultat permet d'affirmer que pour des éprouvettes barreaux mises en forme par cette technique, il n'y a pas de différence de comportement mécanique avec les tubes parents en traction axiale à température ambiante.

En parallèle de ces objectifs expérimentaux, il était demandé de développer une démarche de modélisation adaptée aux structures de l'étude. Un outil numérique permettant le choix d'une texture précise en fonction de propriétés mécaniques spécifique en s'appuyant uniquement sur la microstructure des composites devait être développé. En réponse, une démarche multi-échelle a été proposée. En prenant place aux échelles du fil et de la texture ce modèle permet de rendre compte des propriétés mécanique macroscopiques à partir des propriétés morphologiques et microstructurales du matériau.

Un ensemble d'outils a été développé afin de rendre possible cette modélisation : (i) une première géométrie est créée à partir des données morphologiques de la texture, (ii) puis la tension des fils lors du tressage est simulée afin de donner les bonnes dimensions à la géométrie. (iii) Les fils sont ensuite maillés et (iv) la matrice SiC est ajoutée par une technique de voxel element. (v) Enfin, le maillage 3D complet est obtenu à l'aide du mailleur ghs3d de l'INRIA.

Les simulations numériques réalisées montrent que le comportement élastique des structures est correctement représenté : la rigidité axiale est retrouvée à moins de 5% près et les contraintes sont concentrées aux jonctions des fils. L'endommagement est alors ajouté au modèle. D'abord par une approche simplifiée de type Weibull pour la matrice. L'endommagement ainsi créé est orienté dans la direction normale au chargement. Une alternative à cette approche a ensuite été proposée reposant sur une intégration discrète de l'endommagement et une loi de comportement de type DMD [COU 08]. Les outils nécessaires à l'application de cette méthode ne sont pas encore opérationnels et nécessitent quelques modifications pour fonctionner sur des structures tubulaires.

Le modèle développé est donc capable de représenter un composite interlock tressé tubulaire à matrice céramique et son comportement élastique. L'endommagement représente une grande partie de son comportement et une première approche a été proposée. Bien que très simple, cette méthode est déjà capable de rendre compte de l'orientation des fissures de manière réaliste. Il est très probable que la détermination du bon jeu de paramètres pour la loi de Weibull permettrait d'obtenir un meilleur accord entre la courbe expérimentale et le comportement simulé, tout du moins pour la partie correspondant à l'endommagement matriciel (jusqu'à 0,4% de déformation environ). D'autres approches peuvent également être considérées pour rendre compte de l'endommagement dans les structures tubulaires. Par exemple, une insertion discrète des fissures guidée par la cinétique déterminée expérimentalement pourrait permettre de prendre en compte le phénomène de décohésion.

Ces travaux de thèse ont ouvert la voie à l'étude complète du comportement thermomécanique des composites tressés de géométrie tubulaire. Ces structures sont pressenties pour une application de gainage de matière fissile au sein d'un réacteur nucléaire. Elles serviront donc d'échangeur thermique entre le combustible et le fluide caloporteur ce qui lui fait subir des sollicitations thermiques importantes. Ainsi, la mesure des propriétés thermiques des tubes serait très intéressante. En ce sens, un des essais de traction réalisés incluait une mesure de la diffusivité thermique de la structure au cours du chargement. Ce résultat fait partie des travaux menés au laboratoire par Loys Duquesne et montre la faisabilité de telles mesures.

Les composites thermomécanique sont des matériaux conçus pour des applications à très haute température. Connaître les propriétés mécaniques des structures tubulaires à température ambiante est un premier pas nécessaire pour aller vers la réalisation d'une étude à haute température. Ces travaux seront également menés au laboratoire et les premiers essais de traction montrent que les éprouvettes barreaux testées à 1000°C sous atmosphère neutre possèdent un comportement mécanique similaire à celui mesuré à température ambiante. Ce résultat rassure sur la stabilité du matériau et permet de penser que les tubes se comporteraient de manière identique.

D'autres types de sollicitations pourraient également permettre de mieux comprendre la physique de ces structures. C'est par exemple le cas de la flexion, de la torsion ou de combinaison de toutes ces sollicitations qui font intervenir d'autres directions de chargement. Il pourrait également être intéressant de mesurer la réponse de tubes composites à un choc représentant par exemple la chute d'une gaine au sol.

Le tressage interlock n'étant pas la seule mise en forme de renfort disponible, d'autres travaux ont été initiés pour caractériser le comportement de ces autres structures. C'est, par exemple, le cas au centre du CEA de Saclay où la thèse de Fabien Bernachy-Barbe [BER 13] s'intéresse à des tresses 2D couplées à de l'enroulement filamentaire.

Le modèle mis en place durant cette thèse pourrait également être complété afin de représenter toutes les mises en forme de renfort possible. En l'état, les outils développés sont déjà capables de représenter des tubes tressés bidimensionnels ou interlocks. Seul l'enroulement filamentaire n'est pas encore représentable.

Enfin, un dernier aspect du gainage est en cours de recherche au LCTS. Il s'agit de la problématique liée à la fermeture des gaines introduite dans l'étude de Zélie Mané. Encore une fois, il est possible d'adapter les outils déjà développés pour représenter cette géométrie complexe de composite.

REFERENCES

- [AUB 92] X. Aubart, « Modélisation et identification du comportement mécanique des matériaux composites 2D SiC/SiC », Thèse de doctorat, Université de Paris VI, 1992.
- [AYR 08] C. Ayranci, C. Jason, « 2D braided composites: A review for stiffness critical applications. », *Compos. Struct.* 85(1), pp. 43-58, 2008.
- [BAS 98] S. Baste, C. Aristégui, « Induced anisotropy and crack systems orientations of a ceramic matrix composite under off principal axis loading. », *Mech. Mater.* 29(1), pp. 19-41, 1998.
- [BEA 83] A.G. Beattie, « Acoustic emission principles and instrumentation. », *J. Acoustic Emission* 2(1), pp. 95-128, 1983.
- [BER 98] S. Bertrand, « Amélioration de la durée de vie de composites SiC/SiC - interphases nanosequencées (PyC/SiC)_n et (BN/SiC)_n. », Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 1998.
- [BER 13] F. Bernachy-Barbe, « Comportement mécanique de tubes composites SiC/SiC. Relation microstructure/propriétés mécaniques. », Rapport de 1^{ère} année de thèse, Note technique DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M/NT/2013-3338, Avril 2013.
- [BIG 05] D. Bigaud, L. Dréano, P. Hamelin, « Models of interactions between process, microstructure and mechanical properties of composite materials - a study of the interlock layer-to-layer braiding technique. », *Compos. Struct.* 67(1), pp. 99-114, 2005.
- [BIZ 11] M. Bizeul, C. Bouvet, J.J. Barrau, R. Cuenca, « Fatigue crack growth in thin notched woven glass composites under tensile loading. Part II : Modelling. », *Compos. Sci. Technol.* 71(3), pp. 297-305, 2011.
- [BUE 13a] E. Buet, C. Sauder, S. Poissonnet, C. Vix-Guterl, « Procédé pour réduire la rugosité de surface de fibres en carbure de silicium destinées à être utilisées pour la réalisation d'un composite à matrice céramique. », Brevet d'invention 2 984 883 A1, Juin 2013.
- [BUE 13b] E. Buet, C. Sauder, S. Poissonnet, C. Vix-Guterl, « Procédé pour améliorer la résistance mécanique d'un matériau composite à matrice céramique SiC/SiC. », Brevet d'invention 2 984 884 A1, Juin 2013.
- [BUR 98] A. Burr, F. Hild, F.A. Leckie, « On the mechanical behaviour under cyclic loading of ceramic matrix composites. », *Mater. Sci. Eng. A* 250(2), pp. 256-263, 1998.
- [BYS 00] J. Byström, N. Jekabsons, J. Varna, « An evaluation of different models for prediction of elastic properties of woven composites. », *Composites Part B* 31(1), pp. 7-20, 2000.
- [CAD 95] C. Cady, F.E. Heredia, A.G. Evans, « In-plane mechanical properties of several ceramic-matrix composites. », *J. Am. Ceram. Soc.* 78(8), pp. 2065-2078, 1995.
- [CAM 96] G. Camus, L. Guillaumat, S. Baste, « Development of damage in a 2D woven C/SiC composite under mechanical loading: I mechanical characterization. », *Compos. Sci. Technol* 56(12), pp. 1363-1372, 1996.

- [CAM 00] G. Camus, « Modeling of the mechanical behavior and damage processes of fibrous ceramic matrix composites : application to a 2D SiC/SiC. », *Int. J. Solids Struct.* 37(6), pp. 919-942, 2000.
- [CAS 08] E. Castelier, « Modélisation des composites SiC/SiC par un comportement élastique non linéaire. », NT/SESC/LSC 08-036, 2008.
- [CAS 11a] É. Castelier, « Identification d'un modèle de comportement mécanique pour les tubes de composite SiC/SiC », NT CEA/DEN/CAD/SESC/LSC 11-001, Février 2011.
- [CAS 11b] E. Castelier, E. Rohmer, E. Martin, B. Humez, « Utilisation de la dimension temporelle pour améliorer la corrélation d'images. », 20^{ème} Congrès Français de Mécanique (CFM20), Besançon, Septembre 2011.
- [CHA 10] C. Château, L. Gélébart, M. Bornert, J. Crepin, D. Caldemaison, « Multiscale approach of mechanical behaviour of SiC/SiC composites : elastic behaviour at the scale of the tow. », *Technische mechanik* 30(1-3), pp. 45-55, 2010.
- [CHA 11] C. Château, « Analyse expérimentale et modélisation micromécanique du comportement élastique et de l'endommagement de composites SiC/SiC unidirectionnels », Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2011.
- [CHE 99] Z. Chen, D. Zhu, M. Lu, « Evaluation of elastic properties of 3D (4-step) regular braided composites by a homogenization method. », *Compos. Struct.* 47(1-4), pp. 477-482, 1999.
- [CHR 79] F. Christin, « Les composites carbone-carbone-carbure de silicium : une nouvelle famille de matériaux destinés à des applications à haute température », Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 1979.
- [CHU 85] T.C. Chu, W.F. Ranson, M.A. Sutton, « Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics », *Exp. Mech.* 25(3), pp. 232-244, 1985.
- [CHU 97] L. Chuck, G.A. Graves, « Hoop tensile strength and fracture behavior of continuous fiber ceramic composite tubes from ambient to elevated temperature », *J. Compos. Tech. Res.* 19(3), pp. 184-190, 1997.
- [COU 08] G. Couégnat, « Approche multi-échelle du comportement de matériaux composites à renforts tissés. », Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 2008.
- [COU 13] G. Couégnat, H. Ayadi, C. Saurat, E. Rohmer, « Towards realistic geometric modeling of woven fabrics. », 19th International Conference on Composite Materials (ICCM19), Montréal, Canada, 2013.
- [DEM 97] E. Demianouchko, J. Bai, « Stress state analyses of a $\pm 55^\circ$ filament-wound composite tubes with damage effect. », *Compos. Struct.* 37(2), pp. 233-239, 1997.
- [DRE 92] L. Dréano, « Modèles d'interactions " procédé – microstructure – performances mécaniques de matériaux composites à renfort textile " – Etude du tressage tridimensionnel par entremêlement couche à couche. », Thèse de doctorat, Université Claude Bernard (Lyon I), 1992.
- [DUR 10] D. Durville, « Simulation of the mechanical behavior of woven fabrics at the scale of fibers. », *Int. J. Mater. Form.* 3(2), pp. 1241-1251, 2010.

- [EIT 84] G.G. Eitzen, H.N.G. Wadley, « Acoustic emission : establishing the principles. », J. Res. Nat. Bur. Stand. 89(1), pp. 75-100, 1984.
- [EVA 94] A.G. Evans, F.W. Zok, « Review the physics and mechanics of fibre-reinforced brittle matrix composites. », J. Mater. Sci. 29(15), pp. 3857-3896, 1994.
- [FOR 00] P. Forio, « Comportement thermomécanique et durée de vie d'un composite SiC/SiC à matrice séquencée et autocicatrisante. », Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 2000.
- [GOD 11] N. Godin, M. R'Mili, P. Reynaud, G. Fantozzi, J. Lamon, « Identification of damage modes in ceramic matrix composites by acoustic emission signal pattern recognition. », Ceram. Eng. Sci. Proc. 32(2), pp. 123-133, 2011.
- [GRE 07] C.J. McGregor, R. Vaziri, A. Poursartip, X. Xiao, « Simulation of progressive damage development in braided composite tubes under axial compression. », Composites: Part A 38(11), pp. 2247-2259, 2007.
- [HEG 97] H.C. Hege, M. Seebass, D. Stalling, M. Zöckler, « A Generalized Marching Cubes Algorithm Based On Non Binary Classifications », ZIB Preprint SC-97-05, 1997.
- [HIL 02] F. Hild, B. Raka, M. Baudequin, S. Roux, F. Cantelaude, « Multi-scale displacement field measurement of compressed mineral wool samples by digital image correlation », Appl. Opt. 41(32), pp. 6815-6828, 2002.
- [HIN 02] T. Hinoki, L.L. Snead, Y. Katoh, A. Hasegawa, T. Nozawa, A. Kohyama, « The effect of high dose/high temperature irradiation on high purity fibers and their silicon carbide composites. », J. Nucl. Mater. 307-311, pp. 1157-1162, 2002.
- [HWA 13] C.L. Hwan, K.H. Tsai, W.L. Chen, S.J. Sun, « Predicting the elastic moduli of three-dimensional (four step) braided tubes using a spatial spring model. », J. Compos. Mater. 47(8), pp. 991-1000, 2013.
- [ISO 13] « Céramique technique - Céramique composite - Guide pour déterminer le degré de non alignement lors des essais mécaniques uniaxiaux. », norme ISO-17161, 2013.
- [ISO 14] « Testing method for mechanical properties measurements of continuous fiber reinforced CMC tubes under tensile loading. », norme ISO, 2014.
- [JEU 01] D. Jeulin, « Caractérisation morphologique et modèles de structures aléatoires. », M. Bornet, T. Bretheau, P. Gilormini Eds, Homogénéisation en mécanique de matériaux 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques, Hermès, pp. 95-132, 2001.
- [KAS 88] M. Kass, A. Witkin, D. Tenzopoulos, « Snakes: Active contour models. », Int. J. Comput. Vision 1(4), pp. 321-331, 1988.
- [KAT 04] Y. Katoh, A. Kohyama, T. Nozawa, M. Sato, « SiC/SiC composites through transient eutectic-phase route for fusion applications. », J. Nucl. Mater. 329-333(A), pp. 587-591, 2004.
- [KAT 07] Y. Katoh, L.L. Snead, C.H. Henager Jr, A. Hasegawa, A. Kohyama, B. Riccardi, H. Hegeman, « Current status and critical issues for development of SiC composites for fusion applications », J. Nucl. Mater. 367-370(A), pp. 659-671, 2007.

- [KAT 10] Y. Katoh, L.L. Snead, T. Nozawa, S. Kondo, J.T. Busby, « Thermophysical and mechanical properties of near-stoichiometric fiber CVI SiC/SiC composites after neutron irradiation at elevated temperature. », *J. Nucl. Mater.* 403(1-3), pp. 48-61, 2010.
- [KAT 11] Y. Katoh, T. Nozawa, L.L. Snead, K. Ozawa, H. Tanigawa, « Stability of SiC and its composites at high neutron fluence. », *J. Nucl. Mater.* 417(1-3), pp.400-405, 2011.
- [LAD 01] P. Ladevèze, G. Lubineau, « On a damage mesomodel for laminates micro-meso relationships, possibilities and limits. », *Compos. Sci. Technol.* 61(15), pp. 2149-2158, 2001.
- [LEI 92] C. Lei, Y.J. Cai, F.K. Ko, « Finite element analysis of 3D braided composites. », *Adv. Eng. Software* 14(3), pp. 187-194, 1992.
- [LIS 97] N. Lissart, J. Lamon, « Damage and failure in ceramic matrix minicomposites : experimental study and model. », *Acta Mater.* 45(3), pp. 1025-1044, 1997.
- [LIS 13] T. Lisle, C. Bouvet, M.L. Pastor, P. Margueres, R.P. Corral, « Damage analysis and fracture toughness evaluation in a thin woven composite laminate under static tension using infrared thermography. », *Comp. Part. A* 53, pp. 75-87, 2013.
- [LOR 11] C. Lorrette, C. Sauder, L. Chaffron, J.L. Seran, « Progress in developing SiCf/SiC composite materials for advanced nuclear reactors », 18^{ème} congrès international sur les matériaux composites (ICCM18), Jeju (Corée du Sud), Aout 2011.
- [LOR 12] C. Lorrette, C. Sauder, L. Chaffron, B. Humez, E. Rohmer, F. Larribau-Lavigne, M.A. Dourges, « Composites SiCf/SiC pour applications nucléaires - Fabrication, propriétés mécaniques et thermiques. », Atelier GEDEPEON MATINEX, Lyon, Mars 2012.
- [LOR 13] C. Lorrette, C. Sauder, L. Chaffron, E. Rohmer, L. Duquesne, B. Humez, G. Camus, E. Martin, « Fabrication and thermophysical performances of SiC_f/SiC composites for advanced nuclear fission reactors. », 8th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites (HT-CMC8), Xi'an, Chine, Septembre 2013.
- [MA 84] C.L. Ma, J.M. Yang, T.W. Chou, « Elastic stiffness of three-dimensional braided textile structural composites. », *Composite Materials: Testing and Design, Seventh Conference*, p. 404-421, 1984.
- [MAI 96] J.F. Maire, D. Pacou, « Essais de traction-compression-torsion sur tubes composites céramique-céramique. », 10èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC10), Paris, Octobre 1996.
- [MAI 97] J.F. Maire, J.L. Chaboche, « A new formulation of continuum damage mechanics (CDM) for composite materials. », *Aerosp. Sci. Technol.* 1(4), pp. 247-257, 1997.
- [MAI 12] E. Maillet, N. Godin, M. R'Mili, P. Reynaud, J. Lamin, G. Fantozzi, « Analysis of Acoustic Emission energy release during static fatigue tests at intermediate temperatures on Ceramic Matrix Composites : Towards rupture time prediction. », *Compos. Sci. Technol.* 72(9), pp. 1001-1007, 2012.
- [MAN 98] J. Mansfield, G.E. Holling, A. Hendry, « Fiber-reinforcement of CMC combustion tubes. », 4^{ème} congrès sur les composites céramique/céramique (ISSN : 0037-5225), Belgique, 1998.

- [MAS 96] J.E. Masters, P.G. Ifju, « A phenomenological study of triaxially braided textile composites loaded in tension. », *Compos. Sci. Technol.* 56(3), pp. 347-358, 1996.
- [MIA 07] Y.Y. Miao, E. Zhou, « Mechanics of textile composites Microgeometry. », *Compos. Sci. Technol.* 68(7-8), pp. 1671-1678, 2007.
- [MIR 06] A. Miravete, J.M. Bielsa, A. Chiminelli, J. Cuartero, S. Serrano, N. Tolosana, R. Guzman de Villoria, « 3D mesomechanical analysis of three-axial braided composite materials. », *Compos. Sci. Technol.* 66(15), pp. 2954-2964, 2006.
- [MUN 98] A. Munjiza, K.R.F. Andrews, « Nbs contact detection algorithm for bodies of similar size. », *Int. J. Numer. Methods Eng.* 43(1), pp. 131-149, 1998.
- [MOE 07] M. Moevus, « Mécanismes d'endommagement, émission acoustique et durée de vie en fatigue statique du composite SiC/[Si-B-C] aux températures intermédiaires (< 800 °C). », Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2007.
- [MOR 04] G. N. Morscher, « Stress-dependent matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites », *Comp. Sci. Technol.* 64(9), pp. 1311-1319, 2004.
- [MOR 07] G. N. Morscher, H. M. Yun J. A. DiCarlo, « In-Plane Cracking Behavior and Ultimate Strength for 2D Woven and Braided Melt-Infiltrated SiC/SiC Composites Tensile Loaded in Off-Axis Fiber Direction », *J. Am. Ceram. Soc.* 90(10), pp. 3185-3193, 2007.
- [NAI 95] N. Naïk, V. Ganesh, « An analytical method for plain waves fabric composites. », *Composites* 26(4), pp. 281-289, 1995.
- [NAS 89] R. Naslain, F. Langlais, R. Fedou, « The CVI processing of ceramic matrix composites », *J. Phys. Colloques* 50(C5), pp. 191-207, 1989.
- [NAS 98] R. Naslain, « The design of the fibre-matrix interfacial zone in ceramic matrix composites. », *Comp. Part. A* 29A, pp. 1145-1155, 1998.
- [NIE 03] G.M. Nielson, « On marching cubes », *IEEE Trans. Visual. Comput. Graphics* 9(3), pp. 283-297, 2003.
- [NOZ 09] T. Nozawa, T. Hinoki, A. Hasegawa, A. Kohyama, Y. Katoh, L.L. Snead, C.H. Henager Jr, J.B.J. Hegeman, « Recent advances and issues in development of silicon carbide composites for fusion applications. », *J. Nucl. Mater.* 386-88(A), pp. 622-627, 2009.
- [PET 82] W.H. Peters, W.F. Ranson, « Digital imaging techniques in experimental stress analysis », *Opt. Eng.* 21(3), pp. 427-431, 1982.
- [PIL 11] A. Pilato, « Caractérisation des structures composites bobinées épaisses, Application à l'étude du comportement de réservoirs de stockage d'hydrogène. », Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1, 2011.
- [QUE 03] S.C. Quek, A.M. Waas, K.W. Shahwan, V. Agaram, « Analysis of 2D triaxial flat braided textile composites. », *Int. J. Mech. Sci.* 45(6-7), pp. 1077-1096, 2003.
- [RIG 10] P. Rigaud, « Programme RAGAZ, Essais d'éclatement des tubes SiC/SiC SNECMA », NT CEA/DEN/MAR/PIE/DTEC/SEPE 2010/24, Décembre 2010.

- [RIG 11] P. Rigaud, « Projet MACNA, Essais d'éclatement des tubes SiC/SiC DMN », NT CEA/DEN/MAR/DTEC/SEPE 2011/09, Octobre 2011.
- [SAF 11] H. Safa, « Qu'est ce que le nucléaire ? », Collection bulles de sciences, Editions EDP sciences, ISBN 978-2-7598-0430-6, 2011.
- [SAU 10a] C. Sauder, A. Brusson, J. Lamon, « Influence of interface characteristics on the mechanical properties of Hi-Nicalon type S or Tyranno-SA3 fiber-reinforced SiC/SiC minicomposites. », *Int. J. Appl. Ceram. Technol* 7(3), pp. 291-303, 2010.
- [SAU 10b] C. Sauder, E. Buet, « Processing and characterization of SiC/SiC Pin cladding reinforced with Hi-Nicalon S and SA3 fibers. », ANS 2010 Annual Meeting, San Diego, Juin 2010.
- [SAU 13] C; Sauder, C. Lorrette, « Procédé de fabrication d'un composite à matrice céramique. », Brevet d'invention FR 2 972 448 B1, Avril 2013.
- [SHE 01] S. Sheng, S. Hoa, « Three dimensional micro-mechanical modeling of woven fabric composites. », *J. Compos. Mater.* 35(19), pp. 1701-1729, 2001.
- [TAN 06] X. Tang, J.D. Whitcomb, A.D. Kelkar, J. Tate, « Progressive failure analysis of 2 x 2 braided composites exhibiting multiscale heterogeneity. », *Compos. Sci. Technol.* 66(14), pp. 2580-2590, 2006.
- [TAR 05] N. Tarakçioğlu, L. Gemi, A. Yapici, « Fatigue failure behavior of glass/epoxy +55° filament-wound pipes under internal pressure. », *Compos. Sci. Technol.* 65(3-4), pp. 703-708, 2005.
- [TOR 02] S. Torquato, « Random heterogeneous materials : microstructure and macroscopic properties. », Editions Springer, ISBN 0-387-95167-9, 2002.
- [VAG 95] E. Vagaggini, J.M. Domergue, A.G. Evans, « Relationships between Hysteresis Measurements and the constituents properties of ceramic matrix composites: I, Theory. », *J. Am. Ceram. Soc.* 78(10), pp. 2709-2720, 1995.
- [WAN 97] Y.Q. Wang, A.S.D. Wang, « Spatial distribution of yarns and mechanical properties in 3D braided tubular composites. », *Appl. Compos. Mater.* 4(2), pp. 121-132, 1997.
- [WAN 09] Y. Wang, Y. Miao, D. Swenson, B.A. Cheeseman, C.F. Yen, B. LaMattina, « Digital element approach for simulation impact and penetration of textiles. », *Int. J. Numer. Methods Eng.* 37(5), pp. 552-560, 2009.
- [WIL 92] D.J. Williams, M. Shah, « A fast algorithm for active contours and curvature estimation. », *Comput. Vision Image Understanding* 55(1), pp. 14-26, 1992.
- [WIL 97] P.M. Wild, G.W. Vickers, « Analysis of filament-wound cylindrical shells under combined centrifugal, pressure and axial loading. », *Comp. Part A* 28(1), pp. 47-55, 1997.
- [XIA 01] M. Xia, H. Takayanagi, K. Kemmochi, « Analysis of multi-layered filament-wound composite pipes under internal pressure. », *Compos. Struct.* 53(4), pp. 483-491, 2001.
- [YAN 86] J.M. Yang, C.L. Ma, T.W. Chou, « Fiber inclination model of three dimensional textile structural composites. », *J. Compos. Mater.* 20(5), pp. 472-483, 1986.

- [YOU 05] S. Youssef, E. Maire, R. Gaertner, « Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by X-Ray tomography. », *Acta. Mater.* 53(3), pp. 719-730, 2005.
- [ZAB 12] M. Zabiégo, « Point sur les études de conception et de fabrication/caractérisation d'un élément combustible céramique réfractaire pour la filiaire RNR-G. », Note technique CEA/DEN/CAD/DEC/SESC/LC2I 12-008 indice 0, Juin 2012.
- [ZAB 13] M. Zabiégo, C. Sauder, C. Lorrette, P. Guedeney, « Tube multicouche amélioré en matériau composite à matrice céramique, gaine de combustible nucléaire en résultant et procédés de fabrication associés. », Brevet d'invention 2 978 697 A1, Février 2013.
- [ZHA 07] M.Z. Zhang, H.J. Li, « Automatically generated geometric description of 3D braided rectangle preform. », *Comput. Mater. Sci.* 39(4), pp. 836-841, 2007.
- [ZHA 10] Y.L. Zhao, « Analysis of structures and elastic properties of 3D tubular braided composites. », *J. Tianjin Polytech. Univ.* 29, pp. 15-18, 2010.
- [ZHA 12] L. Zhang, J.M.F. Ferreira, S. Olhero, L. Courtois, T. Zhang, E. Maire, J.C. Rauhe, « Modeling the mechanical properties of optimally processed cordierite-mullite-alumina ceramic foams by X-ray computed tomography and finite element analysis. », *Acta Mater.* 60(10), pp. 4235-4246, 2012.

ANNEXE A

DETERMINATION D'UNE FORMULE DE CALCUL DES CONTRAINTES CIRCONFÉRENTIELLES LORS D'UN ESSAI D'ECLATEMENT

Lors des essais de pression interne, la détermination des contraintes circonférentielle est nécessaire pour pouvoir comparer différents moyens de mesure et différents essais entre eux. La formule du rayon externe décrite dans le mémoire relie la contrainte circonférentielle aux pressions appliquées et à la géométrie de l'éprouvette. Cette formule découle directement des équations d'équilibre local de la mécanique et peut être généralisée pour un matériau non isotrope. Le propos de cette annexe est d'établir cette relation et sa généralisation à un matériau orthotrope.

Dans un premier temps, seul le cylindre sera considéré, puis la géométrie sera modifiée afin de tenir compte du manchon élastomère présent à l'intérieur du tube.

1 FORMULE DU RAYON EXTERNE GENERALISEE

Considérons un cylindre creux homogène infiniment long de rayon interne r_i et de rayon externe r_e . Le vecteur déplacement noté $\vec{u}(r, \theta, z)$ peut se décomposer selon les axes du repère cylindrique de la figure 2.6 :

$$\vec{u}(r, \theta, z) = u_r(r, \theta, z)\vec{e}_r + u_\theta(r, \theta, z)\vec{e}_\theta + u_z(r, \theta, z)\vec{e}_z. \quad (\text{A.1})$$

Comme le cylindre est supposé homogène et infiniment long, il n'y a pas de dépendance selon l'angle ni selon la hauteur sauf pour la composante selon \vec{e}_z qui doit rendre compte de l'effet Poisson. L'équation A.1 peut alors se mettre sous la forme suivante :

$$\vec{u}(r) = u_r(r)\vec{e}_r + u_\theta(r)\vec{e}_\theta + u_z(r, z)\vec{e}_z. \quad (\text{A.2})$$

Le tenseur des déformations donné dans un repère cylindrique selon la notation de Voigt peut alors se simplifier :

$$\varepsilon = \begin{pmatrix} \varepsilon_{rr} \\ \varepsilon_{\theta\theta} \\ \varepsilon_{zz} \\ \varepsilon_{\theta z} \\ \varepsilon_{rz} \\ \varepsilon_{r\theta} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_r}{\partial r} \\ \frac{1}{r} \frac{\partial u_\theta}{\partial \theta} + \frac{u_r}{r} \\ \frac{\partial u_z}{\partial z} \\ \frac{1}{r} \frac{\partial u_z}{\partial \theta} + \frac{\partial u_\theta}{\partial z} \\ \frac{\partial u_r}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial r} \\ \frac{\partial u_\theta}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_r}{\partial \theta} - \frac{u_\theta}{r} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_r}{\partial r} \\ \frac{u_r}{r} \\ \frac{\partial u_z}{\partial z} \\ 0 \\ \frac{\partial u_z}{\partial r} \\ \frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r} \end{pmatrix}. \quad (\text{A.3})$$

Le matériau composant le cylindre est supposé orthotrope dont les axes d'orthotropie sont les axes du repère cylindrique. Ainsi, sa matrice de rigidité notée C peut être simplifiée comme suit :

$$C = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix}. \quad (\text{A.4})$$

Le tenseur des contraintes s'obtient alors par la relation classique suivante :

$$\sigma = C * \varepsilon. \quad (\text{A.5})$$

En effectuant le produit matriciel, la relation A.4 peut se mettre sous la forme suivante, où i est compris entre 1 et 6 :

$$\sigma_i = C_{i1} \frac{\partial u_r}{\partial r} + C_{i2} \frac{u_r}{r} + C_{i3} \frac{\partial u_z}{\partial z} + C_{i5} \frac{\partial u_z}{\partial r} + C_{i6} \left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{u_\theta}{r} \right). \quad (\text{A.6})$$

Les équations d'équilibre local dans un repère cylindrique sont données par :

$$\begin{cases} \frac{\partial \sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{r\theta}}{\partial \theta} + \frac{\partial \sigma_{rz}}{\partial z} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}}{r} = 0, \\ \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{\theta\theta}}{\partial \theta} + \frac{\partial \sigma_{\theta z}}{\partial z} + \frac{\partial \sigma_{\theta r}}{\partial r} + 2 \frac{\sigma_{r\theta}}{r} = 0, \\ \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} + \frac{\partial \sigma_{rz}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{\theta z}}{\partial \theta} + \frac{\sigma_{rz}}{r} = 0. \end{cases} \quad (\text{A.7})$$

A la vue de la forme des contraintes données dans l'équation A.5, le système A.6 peut se mettre sous la forme simplifiée suivante :

$$\begin{cases} \frac{\partial \sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{\partial \sigma_{rz}}{\partial z} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}}{r} = 0, \\ \frac{\partial \sigma_{\theta r}}{\partial r} + 2 \frac{\sigma_{r\theta}}{r} = 0, \\ \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} + \frac{\partial \sigma_{rz}}{\partial r} + \frac{\sigma_{rz}}{r} = 0. \end{cases} \quad (\text{A.8})$$

Ce qui permet d'obtenir un système de trois équations différentielles à trois inconnues :

$$\begin{cases} C_{11} \frac{\partial^2 u_r}{\partial r^2} + \frac{C_{11}}{r} \frac{\partial u_r}{\partial r} - \frac{C_{22}}{r^2} u_r + (C_{13} + C_{55}) \frac{\partial^2 u_z}{\partial r \partial z} + \frac{C_{13} - C_{23}}{r} \frac{\partial u_z}{\partial z} = 0, \\ \frac{\partial^2 u_\theta}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_\theta}{\partial r} - \frac{1}{r^2} u_\theta = 0, \\ C_{33} \frac{\partial^2 u_z}{\partial z^2} + C_{55} \frac{\partial^2 u_z}{\partial r^2} + \frac{C_{55}}{r} \frac{\partial u_z}{\partial r} = 0. \end{cases} \quad (\text{A.9})$$

A partir de la seconde équation de ce système, il vient la forme de la composante orthoradiale du déplacement :

$$u_\theta(r) = K_1 r + \frac{K_2}{r}. \quad (\text{A.10})$$

De même, la forme de la composante longitudinale du déplacement découle de la troisième équation du système A.9 (en supposant qu'il est symétrique par rapport au plan $z=0$) :

$$u_z(r, z) = (K_3 \ln(r) + K_4) z. \quad (\text{A.11})$$

En faisant l'hypothèse qu'il n'y a pas de torsion dans le tube, la constante K_3 devient nulle puisque la relation suivante doit être satisfaite [XIA 01] :

$$\iint r^2 \sigma_{rz} dr dz = 0. \quad (\text{A.12})$$

Le déplacement longitudinal ne dépend plus que de z :

$$u_z(r, z) = \varepsilon_z z. \quad (\text{A.13})$$

La première équation du système A.9 s'écrit alors :

$$C_{11} \frac{\partial^2 u_r}{\partial r^2} + \frac{C_{11}}{r} \frac{\partial u_r}{\partial r} - \frac{C_{22}}{r^2} u_r + \frac{C_{13} - C_{23}}{r} \varepsilon_z = 0. \quad (\text{A.14})$$

Ce qui permet d'identifier le déplacement radial :

$$u_r(r) = \frac{C_{13} - C_{23}}{C_{22} - C_{11}} \varepsilon_z r + Ar^a + \frac{B}{r^a}, \quad (\text{A.15})$$

où $a = \sqrt{\frac{C_{22}}{C_{11}}}$.

En posant :

$$\begin{aligned} b_+ &= C_{12} + aC_{11}, \\ b_- &= C_{12} - aC_{11}, \\ \delta &= \frac{C_{13} - C_{23}}{C_{22} - C_{11}} \\ \alpha_z &= C_{13} + \delta(C_{11} + C_{12}), \\ \beta_z &= C_{23} + \delta(C_{12} + C_{22}), \\ \gamma_z &= C_{33} + \delta(C_{13} + C_{23}), \end{aligned} \quad (\text{A.16})$$

et en remarquant que :

$$\begin{aligned} C_{22} + aC_{12} &= a(C_{12} + aC_{11}) = a \cdot b_+, \\ C_{22} - aC_{12} &= -a(C_{12} - aC_{11}) = -a \cdot b_-, \end{aligned} \quad (\text{A.17})$$

le tenseur des contraintes peut se mettre sous la forme suivante :

$$\sigma = \begin{pmatrix} Ar^{a-1}b_+ + \frac{B}{r^{a+1}}b_- + \alpha_z \varepsilon_z \\ aAr^{a-1}b_+ - a\frac{B}{r^{a+1}}b_- + \beta_z \varepsilon_z \\ Ar^{a-1}(C_{23} + aC_{13}) + \frac{B}{r^{a+1}}(C_{23} - aC_{13}) + \gamma_z \varepsilon_z \\ 0 \\ 0 \\ -2C_{66} \frac{K_2}{r^2} \end{pmatrix}. \quad (\text{A.18})$$

Le cylindre est soumis à une pression interne notée P_i et à une pression externe notée P_e ce qui donne les conditions limites suivantes :

$$\begin{cases} \vec{T}(\vec{\sigma}_{r=r_e}, \vec{e}_r) = -P_e \vec{e}_r, \\ \vec{T}(\vec{\sigma}_{r=r_i}, -\vec{e}_r) = P_i \vec{e}_r, \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} b_+ A r_e^{a-1} + b_- \frac{B}{r_e^{a+1}} = -P_e - \alpha_z \varepsilon_z, \\ b_+ A r_i^{a-1} + b_- \frac{B}{r_i^{a+1}} = -P_i - \alpha_z \varepsilon_z. \end{cases} \quad (\text{A.19})$$

Les constantes d'intégration sont donc solutions du système suivant :

$$\begin{pmatrix} b_+ r_e^{2a} & b_- \\ b_+ r_i^{2a} & b_- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A \\ B \end{pmatrix} = - \begin{pmatrix} (P_e + \alpha_z \varepsilon_z) r_e^{a+1} \\ (P_i + \alpha_z \varepsilon_z) r_i^{a+1} \end{pmatrix}. \quad (\text{A.20})$$

Puis, en inversant la matrice et en simplifiant les coefficients résultants de cette opération, il reste les formulations suivantes :

$$\begin{cases} A = \frac{1}{b_+} \left[\frac{P_i r_i^{a+1} - P_e r_e^{a+1}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} - \frac{r_e^{a+1} - r_i^{a+1}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} \alpha_z \varepsilon_z \right], \\ B = \frac{r_i^{a+1} r_e^{a+1}}{b_-} \left[\frac{P_e r_i^{a-1} - P_i r_e^{a-1}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} - \frac{r_e^{a-1} - r_i^{a-1}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} \alpha_z \varepsilon_z \right]. \end{cases} \quad (\text{A.21})$$

Afin d'identifier la dernière constante d'intégration, il est nécessaire de faire intervenir une condition supplémentaire. Lors des essais, les bords du tube sont libres. Ceci peut se traduire par l'équation suivante :

$$\iint \sigma_{zz}(r) \cdot dr \cdot r \cdot d\theta = 0. \quad (\text{A.22})$$

Après intégration, une nouvelle équation apparaît qui permet d'isoler la dernière constante :

$$\begin{aligned} (C_{23} + aC_{13}) \frac{A}{1+a} (r_e^{a+1} - r_i^{a+1}) - (C_{23} - aC_{13}) \frac{B}{1-a} \frac{r_e^{a-1} - r_i^{a-1}}{r_e^{a-1} r_i^{a-1}} \\ + \frac{1}{2} \gamma_z \varepsilon_z (r_e^2 - r_i^2) = 0 \end{aligned} \quad (\text{A.23})$$

En posant :

$$\begin{aligned}
\varphi_p &= \frac{1}{1 + a C_{12} + a C_{11}} \frac{C_{23} + a C_{13}}{1}, \\
\varphi_m &= \frac{1}{1 - a C_{12} - a C_{11}} \frac{C_{23} - a C_{13}}{1}, \\
\omega_1 &= \alpha_z \left(\varphi_m \frac{(r_e^a r_i - r_e r_i^a)^2}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} - \varphi_p \frac{(r_e^{a+1} - r_i^{a+1})^2}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} \right) + \frac{1}{2} \gamma_z (r_e^2 - r_i^2), \\
\omega_2 &= \varphi_p \frac{r_e^{a+1} r_i^{a+1} - r_i^{2a+2}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} + \varphi_m \frac{r_e^{2a} r_i^2 - r_e^{a+1} r_i^{a+1}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}}, \\
\omega_3 &= \varphi_p \frac{r_e^{2a+2} - r_e^{a+1} r_i^{a+1}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} + \varphi_m \frac{r_e^{a+1} r_i^{a+1} - r_e^2 r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}},
\end{aligned} \tag{A.24}$$

la dernière constante prend la forme suivante :

$$-P_i \frac{\omega_2}{\omega_1} + P_e \frac{\omega_3}{\omega_1} = \varepsilon_z. \tag{A.25}$$

Enfin, en remplaçant les constantes d'intégrations par leurs formulations dans l'équation de la contrainte circonférentielle, il vient la solution suivante :

$$\sigma_{\theta\theta} = a \frac{r_i^{a+1} r^{2a} + r_e^{2a}}{r^{a+1} r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_i + \alpha_z \varepsilon_z) - a \frac{r_e^{a+1} r^{2a} + r_i^{2a}}{r^{a+1} r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_e + \alpha_z \varepsilon_z) + \beta_z \varepsilon_z, \tag{A.26}$$

Ainsi pour le cas d'un cylindre homogène, infiniment long composé d'un matériau orthotrope, la contrainte circonférentielle ne dépend que des composantes du tenseur de rigidité, des pressions appliquées ainsi que de la géométrie de l'éprouvette. En supposant le matériau isotrope ($a = 1$), cette formule devient exactement la relation proposée par Etienne Castelier [CAS 11a].

A présent que le cadre théorique est bien défini pour un cylindre seul, il est possible de prendre en compte la présence du manchon élastomère.

2 PRISE EN COMPTE DU MANCHON ELASTOMERE

La géométrie inclue maintenant un manchon élastomère qui est inséré à l'intérieur du premier cylindre. Celui-ci est représenté par un autre cylindre de rayon interne r_0 et de rayon externe r_i . La pression interne n'est plus appliquée directement sur le composite mais uniquement sur le manchon. La pression externe est toujours appliquée sur le composite. Les cylindres sont supposés homogènes et infiniment longs et le comportement du composite est supposé orthotrope tandis que celui du manchon est isotrope. Le coefficient de Poisson de l'élastomère est supposé très proche de 0,5 et sa matrice de rigidité est nommée M .

Pour le matériau composite, les composantes du vecteur déplacement sont toujours représentées par les équations suivantes :

$$\begin{aligned}
 u_r(r) &= \frac{C_{13} - C_{23}}{C_{22} - C_{11}} \varepsilon_z r + Ar^a + \frac{B}{r^a}, \\
 u_\theta(r) &= K_1 r + \frac{K_2}{r}, \\
 u_z(z) &= \varepsilon_z z,
 \end{aligned} \tag{A.27}$$

et les contraintes par :

$$\sigma = \begin{pmatrix} Ar^{a-1}b_+ + \frac{B}{r^{a+1}}b_- + \alpha_z \varepsilon_z \\ aAr^{a-1}b_+ - a\frac{B}{r^{a+1}}b_- + \beta_z \varepsilon_z \\ Ar^{a-1}(C_{23} + aC_{13}) + \frac{B}{r^{a+1}}(C_{23} - aC_{13}) + \gamma_z \varepsilon_z \\ 0 \\ 0 \\ -2C_{66} \frac{K_2}{r^2} \end{pmatrix}. \tag{A.28}$$

Le manchon est supposé isotrope ($a=1$), ce qui implique que le vecteur déplacement dans ce matériau suit les relations suivantes :

$$\begin{aligned}
 u_{rm}(r) &= A_m r + \frac{B_m}{r}, \\
 u_{\theta m}(r) &= K_{1m} r + \frac{K_{2m}}{r}, \\
 u_{zm}(z) &= \varepsilon_{zm} z,
 \end{aligned} \tag{A.29}$$

et que les contraintes sont données par :

$$\sigma = \begin{pmatrix} 2(\lambda + \mu)A_m - 2\mu \frac{B_m}{r^2} + \lambda \varepsilon_{zm} \\ 2(\lambda + \mu)A_m + 2\mu \frac{B_m}{r^2} + \lambda \varepsilon_{zm} \\ 2\lambda A_m + (2\lambda + \mu)\varepsilon_{zm} \\ 0 \\ 0 \\ -2\mu \frac{K_{2m}}{r^2} \end{pmatrix}, \tag{A.30}$$

où λ et μ représentent les coefficients de Lamé de l'élastomère.

En plus des contraintes de pression appliquée, il faut prendre en compte la continuité de la contrainte et des déplacements à l'interface des deux matériaux. Les conditions aux limites deviennent alors :

$$\begin{aligned}
 -P_i &= \sigma_{rr}^M(r_0), \\
 -P_e &= \sigma_{rr}^C(r_e), \\
 u_r^M(r_i) &= u_r^C(r_i), \\
 \sigma_{rr}^M(r_i) &= \sigma_{rr}^C(r_i).
 \end{aligned} \tag{A.31}$$

Exprimées sous forme de système linéaire, ces conditions deviennent :

$$\begin{aligned}
 2(\lambda + \mu)A_m r_0^2 - 2\mu B_m + \lambda \varepsilon_{zm} r_0^2 &= -P_i r_0^2, \\
 A r_e^{2a} b_+ + B b_- + \alpha_z \varepsilon_z r_e^{a+1} &= -P_e r_e^{a+1}, \\
 A_m r_i^{a+1} + B_m r_i^{a-1} &= \delta \varepsilon_z r_i^{a+1} + A r_i^{2a} + B, \\
 2(\lambda + \mu)A_m r_i^{a+1} - 2\mu B_m r_i^{a-1} + \lambda \varepsilon_{zm} r_i^{a+1} &= A r_i^{2a} b_+ + B b_- + \alpha_z \varepsilon_z r_i^{a+1}.
 \end{aligned} \tag{A.32}$$

Dans le protocole de l'essai, du talc est inséré entre le manchon et le composite afin de faciliter le glissement entre les deux matériaux et ainsi éviter d'ajouter des contraintes supplémentaires à celle de pression interne. Cependant, dans le modèle numérique employé pour valider la formule, les maillages des deux couches sont parfaitement joints afin de simplifier les conditions de calcul. Il est également possible de faire l'hypothèse qu'une fois que la pression est appliquée dans le manchon, celui-ci ne peut plus glisser sur le composite. Ceci permet d'ajouter la condition suivante :

$$\varepsilon_z = \varepsilon_{zm} \tag{A.33}$$

Des deux premières équations, deux variables peuvent être isolées :

$$\begin{aligned}
 2\mu B_m &= 2(\lambda + \mu)A_m r_0^2 + (P_i + \lambda \varepsilon_{zm})r_0^2, \\
 b_- B &= -(P_e + \alpha_z \varepsilon_z)r_e^{a+1} - A r_e^{2a} b_+.
 \end{aligned} \tag{A.34}$$

En remplaçant ces deux inconnues dans les deux autres équations, il vient rapidement :

$$\begin{aligned}
 b_+ A &= \frac{1}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} \left[-2(\lambda + \mu)(r_i^2 - r_0^2)r_i^{a-1}A_m \right. \\
 &\quad \left. + (P_i + \lambda \varepsilon_{zm})r_i^{a-1}r_0^2 - (P_e + \alpha_z \varepsilon_z)r_e^{a+1} \right. \\
 &\quad \left. + (\alpha_z - \lambda)\varepsilon_z r_i^{a+1} \right].
 \end{aligned} \tag{A.35}$$

Cette dernière équation permet d'isoler l'inconnue restante et de l'exprimer sous la forme suivante :

$$\begin{aligned}
 2r_i^{a-1}A_m &= -\frac{1}{\chi_m} \left[2\mu \frac{r_e^{2a} b_+ - b_- r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} + b_+ b_- \right] r_i^{a-1} r_0^2 (P_i + \lambda \varepsilon_{zm}) \\
 &\quad + \frac{2\mu}{\chi_m} \left[\frac{r_e^{2a} b_+ - b_- r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} - b_+ \right] (P_e + \alpha_z \varepsilon_z) r_e^{a+1} \\
 &\quad - \frac{2\mu}{\chi_m} \left[\frac{r_e^{2a} b_+ - b_- r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} (\alpha_z - \lambda) - b_+ b_- \delta \right] \varepsilon_z r_i^{a+1}
 \end{aligned} \tag{A.36}$$

Où

$$\chi_m = b_+ b_- (\mu r_i^2 + (\lambda + \mu) r_0^2) - 2\mu (\lambda + \mu) (r_i^2 - r_0^2) \frac{r_e^{2a} b_+ - b_- r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}}$$

Il devient alors envisageable d'exprimer la contrainte circonférentielle sous une forme similaire à l'équation A.26 :

$$\begin{aligned} \sigma_{\theta\theta} = & a \frac{r_i^{a+1} r^{2a} + r_e^{2a}}{r^{a+1} r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_i + \alpha_z \varepsilon_z) \Omega_1 \\ & - a \frac{r_e^{a+1} r^{2a} + r_i^{2a}}{r^{a+1} r_e^{2a} - r_i^{2a}} (P_e + \alpha_z \varepsilon_z) \Omega_2 + (\beta_z - \Omega_3) \varepsilon_z \end{aligned} \quad (\text{A.37})$$

où les coefficients Ω_1, Ω_2 et Ω_3 représentent l'effet du manchon dans la contrainte circonférentielle et sont exprimés comme suit :

$$\begin{aligned} \Omega_1 &= \frac{b_+ b_-}{\chi_m} (\lambda + 2\mu) r_0^2 \\ \Omega_2 &= \frac{1}{\chi_m} \left(b_- b_+ (\mu r_i^2 + (\lambda + \mu) r_0^2) - 2\mu (\lambda + \mu) (r_i^2 - r_0^2) \frac{r_i^{2a} b_- + r^{2a} b_+}{r^{2a} + r_i^{2a}} \right) \\ \Omega_3 &= a \frac{r^{2a} + r_e^{2a} r_i^{a+1}}{r_e^{2a} - r_i^{2a} r^{a+1}} \frac{b_+ b_-}{\chi_m} \mu (\lambda - \alpha_z + 2(\lambda + \mu) \delta) (r_i^2 - r_0^2) \end{aligned}$$

Il reste à obtenir l'expression de la constante ε_z . La condition de bords libres nécessaire pour identifier la dernière inconnue est mise sous la forme suivante :

$$\int_{r_i}^{r_e} r \sigma_{zz}^C(r) dr + \int_{r_0}^{r_i} r \sigma_{zz}^M(r) dr = 0. \quad (\text{A.38})$$

La déformation axiale est donc solution de l'équation suivante :

$$\begin{aligned} A(C_{23} + aC_{13}) \frac{r_e^{a+1} - r_i^{a+1}}{a+1} + B(C_{23} - aC_{13}) \frac{r_e^{-a+1} - r_i^{-a+1}}{-a+1} \\ + \gamma_z \varepsilon_z \frac{r_e^2 - r_i^2}{2} + (2\lambda A_m + (2\lambda + \mu) \varepsilon_z) \frac{r_i^2 - r_0^2}{2} = 0. \end{aligned} \quad (\text{A.39})$$

Ce qui donne :

$$\rho_z \varepsilon_z = -\rho_i P_i + \rho_e P_e, \quad (\text{A.40})$$

où

$$\begin{aligned} \rho_i &= \frac{r_0^2}{2\chi_m} \left(b_+ b_- 2(\lambda + 2\mu) \omega_2 - \left(b_+ b_- + 2\mu \frac{r_e^{2a} b_+ - b_- r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} \right) \lambda (r_i^2 - r_0^2) \right), \\ \rho_e &= \frac{1}{\chi_m} \left(\omega_3 \chi_m - \mu \frac{r_e^{a+1}}{r_i^{a+1}} \left(\frac{r_e^{2a} b_+ - b_- r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} - b_+ \right) (\lambda r_i^2 - 2(\lambda + \mu) \omega_2) (r_i^2 - r_0^2) \right), \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
\rho_2 = & \frac{\mu}{\chi_m} \left(\left(\alpha \left(\frac{r_e^{a+1}}{r_i^{a+1}} - 1 \right) + \lambda \right) (\lambda r_i^2 - 2(\lambda + \mu)\omega_2) - \lambda \lambda r_0^2 \right) (r_i^2 - r_0^2) \frac{r_e^{2a} b_+ - b_- r_i^{2a}}{r_e^{2a} - r_i^{2a}} \\
& + [b_- \delta r_i^{a+1} - \alpha r_e^{a+1}] \frac{\mu b_+}{r_i^{a+1} \chi_m} (\lambda r_i^2 - 2(\lambda + \mu)\omega_2) (r_i^2 - r_0^2) \\
& + \frac{1}{2\chi_m} [(\lambda + 2\mu)\chi_m - b_+ b_- \lambda^2 r_0^2] (r_i^2 - r_0^2) + \frac{1}{2} \gamma (r_e^2 - r_i^2) \\
& + \left(\alpha - \lambda + \lambda(\lambda + 2\mu) \frac{b_+ b_-}{\chi_m} r_0^2 \right) \omega_2 - \alpha \omega_3.
\end{aligned}$$

ANNEXE B

RECAPITULATIF DES GRANDEURS INGENIEURS DES ESSAIS MECANIKES DE LA THESE

Les essais mécaniques réalisés au cours de ces travaux ont fourni un grand nombre de données sur les matériaux notamment en termes de propriétés mécaniques. L'ensemble des valeurs importantes des différents essais effectués est résumé dans ce chapitre : dans la première partie pour les essais de traction sur tubes, dans la seconde pour les tractions sur éprouvettes barreaux et dans la dernière pour les essais de pression interne.

Rappelons ici que les contraintes présentées pour les éprouvettes tubulaires sollicitées en traction sont obtenues à partir du diamètre interne donné par le mandrin (7,9 mm) et du diamètre externe moyen mesuré par profilométrie optique. Pour les essais sur éprouvette barreau, les sections mesurées le sont de manière équivalente aux tubes afin de pouvoir comparer les comportements mécanique. Quant aux essais de pression interne, les contraintes sont obtenues grâce à la formule du rayon externe à l'aide des mêmes diamètres que pour la traction .Les valeurs des diamètres issues de la caractérisation morphologique des textures sont présentées dans le chapitre 1.

1 RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION SUR EPROUVETTES TUBULAIRES

Le tableau B.1 concerne les essais réalisés sur les douze textures retenues par le CEA. Les trois renforts sélectionnés pour ces travaux sont surlignés.

Tableau B.1 - Caractéristiques mécanique des douze textures initiales du lot 1 sous chargement de traction axiale à température ambiante : contrainte élastique (σ_e), déformation élastique (ε_e), contrainte à rupture (σ_r), déformation à rupture (ε_r), rigidité axiale (E), coefficient de Poisson (ν).

Texture	Tube	σ_e (MPa)	ε_e (%)	σ_r (MPa)	ε_r (%)	E (GPa)	ν
3-01	A	81.8	0.035	522.8	0.658	240.7	0.12
3-02	A	55.8	0.023	461.8	0.807	237.4	0.11
3-02bis	A	79.4	0.033	516.5	0.694	245.3	0.22
4-03	A	54.7	0.025	410.8	0.560	232.0	0.28
4-03bis	A	59.6	0.035	291.9	0.388	152.3	0.21
6	A	66.7	0.035	459.5	0.713	192.1	0.22
8	A	29.6	0.017	348.0	0.579	172.1	0.18
9	A	57.4	0.031	440.8	0.698	188.9	0.18
10	A	34.5	0.016	364.9	0.615	211.1	0.15
11	A	86.9	0.037	470.9	0.729	237.4	0.18
12	A	73.1	0.038	492.7	0.770	231.8	0.12
13	A	77.6	0.036	452.9	0.635	215.3	0.15

Les valeurs des coefficients de Poisson sont reportées à titre indicatif car ces essais ont été réalisés à l'aide d'un objectif macro avant l'acquisition de l'objectif télécentrique. Les déformations des images dues à l'optique ne sont donc pas encore supprimées.

Les essais de traction complémentaires réalisés sur les tubes composites sont résumés dans le tableau B.2. La même remarque concernant les coefficients de Poisson s'applique aux tubes du lot 1.

Tableau B.2 - Principales caractéristiques mécaniques des tubes testés en traction axiale à température ambiante : contrainte élastique (σ_e), déformation élastique (ε_e), contrainte à rupture (σ_r), déformation à rupture (ε_r), rigidité axiale (E), coefficient de Poisson (ν).

Texture	Tube	Lot	σ_e (MPa)	ε_e (%)	σ_r (MPa)	ε_r (%)	E (GPa)	ν
3-02bis	A2	1	59.0	0.023	450.5	0.570	248.4	0.34
8	A2	1	28.5	0.018	338.8	0.518	186.2	0.31
12	A2	1	64.4	0.032	479.2	0.743	215.7	0.13
3-02bis	CE1-T1a	2	97.6	0.042	455.6	0.764	236.7	0.17
3-02bis	CE1-T1b	2	-	-	429.0	0.697	208.2	0.16
8	Ca	3	92.2	0.036	422.3	0.779	251.2	0.19
8	Cb	3	87.0	0.036	435.4	0.746	264.2	0.20
12	4E4-T4a	2	89.2	0.035	539.7	0.841	250.9	0.19
12	4E4-T4b	2	80.3	0.035	517.5	0.824	244.3	0.20

L'essai réalisé sur l'éprouvette CE1-T1b de texture 3-02bis ne comportait ni d'extensométrie de contact ni de capteur d'émission acoustique. De ce fait, la limite élastique ne peut pas être déterminée de manière identique à celle des autres essais et n'a donc pas été reportée dans ce tableau. Passons à présents aux résultats concernant les éprouvettes barreaux.

2 RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION SUR EPROUVETTES BARREAUX

Trois éprouvettes planes ont été sollicitées en traction axiale lors de ce travail. L'ensemble des propriétés mécaniques mesurées est rassemblé dans le tableau B.3 suivant.

Tableau B.3 - Principales caractéristiques mécaniques des éprouvettes barreaux testées en traction axiale à température ambiante : contrainte élastique (σ_e), déformation élastique (ε_e), contrainte à rupture (σ_r), déformation à rupture (ε_r), rigidité axiale (E), coefficient de Poisson (ν).

Texture	Eprouvette	Lot	σ_e (MPa)	ε_e (%)	σ_r (MPa)	ε_r (%)	E (GPa)	ν
3-02bis	BE1 P1	1	57.5	0.018	468.8	0.612	267.4	0.30
3-02bis	CE1 P2	2	75.3	0.034	545.3	0.827	257.3	-
12	4E4 P1	1	49.8	0.023	393.7	0.593	211.1	0.18

L'éprouvette plane de texture 3-02bis du lot 2 possède un comportement mécanique transverse atypique avec une pente initiale quasiment nulle et des déformations résiduelles positives. De ce fait, le coefficient de Poisson n'a pas pu être identifié.

3 RESULTATS DES ESSAIS DE PRESSION INTERNE SUR EPROUVETTES TUBULAIRES

Les derniers essais réalisés concernent un chargement de pression interne. Le tableau B.4 présente l'ensemble des propriétés mécaniques mesurées lors de ces essais.

Tableau B.4 - Principales caractéristiques mécaniques des éprouvettes barreaux testées en traction axiale à température ambiante : pression à la limite élastique (P_e), déformation élastique (ε_e), pression à la rupture (P_r), déformation à rupture (ε_r), rigidité axiale (E), coefficient de Poisson (ν).

Texture	Tube	Lot	P_e (Bar)	ε_e (%)	P_r (Bar)	ε_r (%)	E (GPa)	ν
3-02bis	BE1-T3a	2	32.6	0.009	139.7	1.526	176.4	0.12
3-02bis	BE1-T3b	2	31.3	0.009	141.9	1.355	158.0	0.08
8	Da	3	28.6	0.002	164.6	1.476	174.8	0.15
8	Db	3	38.7	0.007	166.6	1.498	198.8	0.08
12	4E4-T3a	2	30.6	0.005	141.9	1.086	224.4	0.06
12	4E4-T3b	2	22.0	0.005	137.6	0.668	216.0	-

Le comportement axial mesuré lors des essais de pression interne est délicat à analyser. Les valeurs des coefficients de Poisson sont très faibles donc les débuts des courbes sont quasiment verticaux ce qui rend la mesure de la pente difficile. Ainsi, pour un des essais réalisés, cette pente n'a pas pu être mesurée précisément et la valeur du coefficient de Poisson associé n'est pas donnée.