



HAL
open science

Approche micro-macro du comportement mécanique et de la rupture d'un composite carbone-carbone à architecture fibreuse multidirectionnelle

Olivier Siron

► **To cite this version:**

Olivier Siron. Approche micro-macro du comportement mécanique et de la rupture d'un composite carbone-carbone à architecture fibreuse multidirectionnelle. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Bordeaux 1, 1996. Français. NNT : . tel-03624195

HAL Id: tel-03624195

<https://hal.science/tel-03624195>

Submitted on 30 Mar 2022

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

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

N° d'ordre : 1498

THESE

PRESENTEE A

L'UNIVERSITE BORDEAUX I

ECOLE DOCTORALE DE MECANIQUE
Par Olivier SIRON

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPECIALITE : MECANIQUE

**APPROCHE MICRO-MACRO DU COMPORTEMENT MECANIQUE ET DE LA RUPTURE
D'UN COMPOSITE CARBONE-CARBONE A ARCHITECTURE FIBREUSE
MULTIDIRECTIONNELLE**

Soutenue le 22 mai 1996

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

Rapporteurs

Devant la Commission d'examen formée de :

MM. P. LADEVEZE
J.L. LATAILLADE
G. FANTOZZI
D. FRANCOIS
P. LAMICQ
R. NASLAIN
J. LAMON

Président
Rapporteur
Examineurs

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (L.C.T.S.), unité mixte associant le C.N.R.S., la Société Européenne de Propulsion et l'Université de Bordeaux I. Je remercie Monsieur le Professeur R. Naslain pour m'y avoir reçu.

Monsieur J. Lamon, Directeur de Recherche au C.N.R.S., a suivi le déroulement de ce travail. Je lui adresse mes sincères remerciements.

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

Je suis très reconnaissant à Messieurs P. Ladevèze, Professeur à l'Ecole Normale Supérieure de Cachan, P. Lamicq, Directeur Recherche et Technologie à la Société Européenne de Propulsion, J.L. Lataillade, Directeur du L.A.M.E.F. E.N.S.A.M. et Professeur à l'Université de Bordeaux I, d'avoir examiné ce travail et de participer au Jury.

Je tiens à remercier Messieurs F. Abbé, E. Inghels et X. Aubard de la S.E.P. pour leur collaboration pour mener à bien cette étude.

Je tiens également à exprimer mes plus vifs remerciements à Messieurs J. Pailhès, G.A. Lebrun, G. Camus et B. Humez du L.C.T.S. pour leur aide essentielle à la réalisation de ce travail.

Qu'il me soit enfin permis d'exprimer ma gratitude à Madame F. Croiser, Mademoiselle C. Dupouy, et Madame J. Forget, pour leur aide chaleureuse.

Table des matières

Introduction.	1
Chapitre I: Présentation des composites carbone-carbone et du composite 2.5D C/C étudié	
I - Synthèse bibliographique.....	4
1 - <u>Aspects morphologiques de l'endommagement des composites C/C sous sollicitations mécaniques et à rupture.....</u>	6
1.1 - Structures de renfort.....	6
1.2 - Les composites C/C densifiés par voie liquide.....	8
1 - <i>Renfort unidirectionnel.....</i>	8
2 - <i>Renfort multidirectionnel.....</i>	10
1.3 - Les composites C/C densifiés par voie gazeuse.	13
2 - <u>Modélisation du comportement mécanique et de la rupture des composites C/C.....</u>	16
2.1 - Approches microscopiques.....	17
2.2 - Approches mésoscopiques.....	18
2.3 - Approches macroscopiques.....	20
3 - <u>Conclusion partielle.....</u>	23
II - Présentation du composite 2.5D C/C.....	24
1 - <u>Elaboration.....</u>	24

1.1 - Réalisation de la préforme fibreuse.....	24
1.2 - Densification de la préforme fibreuse.....	26
1.3 - Synthèse.....	26
2 - <u>Caractérisation morphologique du matériau d'étude</u>	30
2.1 - Cartographies relatives aux iso-épaisseurs maximales de pyrocarbone autour des fibres C d'orientation X.....	30
2.2 - Caractérisation de la texture.....	33

Chapitre II: Etude expérimentale

I - Introduction	37
II - Procédure expérimentale	39
1 - <u>Essais de traction uniaxiale</u>	39
2 - <u>Essais de cisaillement translaminaire de type Iosipescu</u>	46
III - Résultats expérimentaux relatifs aux essais de traction uniaxiale suivant les axes de symétrie du matériau.	49
1 - <u>Description des courbes de comportement</u>	49
2 - <u>Aspects morphologiques de l'endommagement</u>	57
2.1 - Identification des modes d'endommagement.....	57
2.2 - Seuils d'apparition des modes d'endommagement.....	66
2.3 - Caractérisation des modes d'endommagement.....	68
2.4 - Détermination du champ de déplacement in-situ.....	74
2.5 - Conclusion partielle.....	77
3 - <u>Corrélations entre les phénomènes d'endommagement microscopiques identifiés et les grandeurs mécaniques macroscopiques mesurées</u>	78

IV - Résultats expérimentaux relatifs aux essais de traction uniaxiale hors axes de symétrie du matériau.....	83
1 - <u>Description des courbes de comportement.....</u>	83
2 - <u>Aspects morphologiques de l'endommagement.....</u>	90
3 - <u>Corrélations entre les phénomènes d'endommagement microscopiques et les grandeurs mécaniques macroscopiques mesurées.....</u>	91
V - Résultats expérimentaux relatifs aux essais de cisaillement translaminaire.....	93
1 - <u>Description de la courbe de comportement.....</u>	93
2 - <u>Aspects morphologiques de l'endommagement.....</u>	97
2.1 - Identification des modes d'endommagement.....	97
2.2 - Niveaux d'apparition des modes d'endommagement.....	97
2.3 - Caractérisation des modes d'endommagement.....	105
3 - <u>Corrélations entre les phénomènes d'endommagement microscopiques identifiés et les grandeurs macroscopiques mesurées.....</u>	108
VI - Synthèse.....	108

Chapitre III: Modèle macroscopique de comportement mécanique d'un composite 2.5 D C/C

I - Introduction.....	112
II - Description du cadre thermodynamique.....	113

III - Modélisation de l'endommagement anisotrope.....	114
IV - Modélisation de l'anélasticité: couplage endommagement - anélasticité.. ..	118
V - Identification du modèle élastique endommageable avec déformation anélastique.....	119
VI - Simulations du comportement mécanique - Validation du modèle... 124	
1 - <u>Simulation du comportement sous sollicitation de traction uniaxiale.....</u>	126
2 - <u>Simulation du comportement sous sollicitation de cisaillement.....</u>	130
3 - <u>Prévision de la rupture sous sollicitation de traction uniaxiale.....</u>	132
VII - Conclusions.....	133

Chapitre IV: Approche de la rupture du composite 2.5D C/C

I - Introduction.....	135
II - Aspects morphologiques de la rupture.....	137
1 - <u>Rupture sous sollicitation de traction uniaxiale.....</u>	137
2 - <u>Rupture sous sollicitation de cisaillement translaminaire.....</u>	137
III - Prévision de la rupture du composite dans le plan XY sous sollicitation de traction uniaxiale: critère de Tsai-Wu.	142
1 - <u>Premier cas: $F_{12} \equiv 0$.....</u>	145

Table des matières

1 - <u>Deuxième cas: $F_{12} \neq 0$</u>	149
IV - Analyse de la rupture à l'échelle du fil C/C	152
V - Conclusion	156
Conclusions	159

Introduction

L'essor des matériaux composites dans de nombreux secteurs de pointe (aérospatial, aéronautique, automobile, maritime, ...) répond à la solution de problèmes technologiques spécifiques: augmentation de la charge utile via l'allégement des pièces, amélioration du comportement à rupture, L'intérêt majeur des **composites thermostructuraux** est qu'ils conservent leurs propriétés à haute température et sous des environnements agressifs. Toutefois, la maîtrise, puis l'optimisation des paramètres de fabrication permettant l'obtention des caractéristiques mécaniques souhaitées sont recherchées.

Le dimensionnement des structures composites s'effectue essentiellement dans le domaine élastique linéaire. Cependant, les critères de dimensionnement tendent à s'étendre actuellement dans le domaine non linéaire du comportement mécanique avec prise en compte de l'anélasticité. Il apparaît donc impératif de savoir associer ces comportements aux mécanismes d'endommagement qui en sont la cause (décohésion fibre-matrice, fissuration matricielle, rupture de fibres, ...). La première étape dans la modélisation du comportement mécanique de ces matériaux est donc l'étude des relations microstructure-propriétés sous des sollicitations mécaniques quasi-statiques et à température ambiante. Les données ainsi obtenues doivent guider vers l'établissement de modèles de comportement simplifiés et tenant compte des spécificités morphologiques et mécaniques des matériaux étudiés. En outre, l'identification et la validation des modèles de comportement proposés doivent utiliser des essais mécaniques technologiquement réalisables et fiables.

Les composites **carbone-carbone** (fibre et matrice en carbone) ont été développés à l'origine pour les tuyères de propulseurs et les boucliers thermiques des

corps de rentrée. Leur utilisation s'est ensuite étendue au domaine des freins (avions, compétition automobile, ...). Les composites C/C possèdent un ensemble de propriétés mécaniques et chimiques intéressantes:

- une faible densité comprise entre 1.5 et 2.2,
- des caractéristiques mécaniques peu influencées par la température jusqu'à 2000°C sous atmosphère non oxydante,
- une excellente stabilité chimique à très haute température (puisque homogène chimiquement) en milieu neutre ou réducteur,
- une bonne tenue à l'ablation et à la friction à haute température,
- une bio-compatibilité.

Néanmoins, l'inconvénient majeur des composites C/C est la forte sensibilité à l'oxydation au delà de 400°C sous ce type d'atmosphère. Des protections de surface font l'objet de recherche intensives à l'heure actuelle pour pallier ce problème.

L'objectif de cette étude est de décrire le comportement mécanique d'un composite carbone-carbone (C/C) en fonction des modes d'endommagement de la matrice et de la structure du renfort tissé. Une **approche micro-macro** a été choisie. Ainsi, les modes d'endommagement ont été identifiés par microscopie optique lors des essais de traction uniaxiale et de cisaillement. Le comportement mécanique a ensuite été décrit grâce à un modèle d'endommagement à l'échelle macroscopique. La prévision de la rupture a été établie à différentes échelles caractéristiques du renfort fibreux. Le matériau étudié est un composite **2.5D carbone-carbone** élaboré par la Société Européenne de Propulsion (Le Haillan).

Le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique de travaux menés sur les composites carbone-carbone, tant du point de vue de l'identification des mécanismes de dégradation créés sous sollicitations mécaniques, que des modèles mécaniques permettant de décrire ces phénomènes à l'échelle à laquelle ils se produisent. Puis, le composite C/C étudié est présenté.

Le deuxième chapitre expose les résultats expérimentaux obtenus lors d'essais de traction uniaxiale et de cisaillement intralaminaire. Les mécanismes d'endommagement ont été identifiés à l'échelle microscopique, et leur influence sur les grandeurs mécaniques macroscopiques ont été établies. Le choix de variables d'endommagement pour traduire les non linéarités enregistrées sous sollicitations mécaniques y est discuté.

Le troisième chapitre propose un modèle de comportement à l'échelle macroscopique du composite 2.5D C/C sous sollicitations mécaniques quasi-statiques, sous air et à l'ambiante. Le modèle repose sur la théorie de l'endommagement anisotrope développée par Ladeveze, et sur une analyse approfondie des modes d'endommagement se développant sous sollicitations mécaniques (chapitre II).

Enfin, le quatrième chapitre décrit la rupture ultime du composite sous sollicitation de traction uniaxiale. La rupture prévue par le modèle macroscopique de comportement (chapitre III) est comparée avec celle calculée à partir d'une approche micro-macro intégrant les spécificités du tissage étudié.

- Chapitre I -

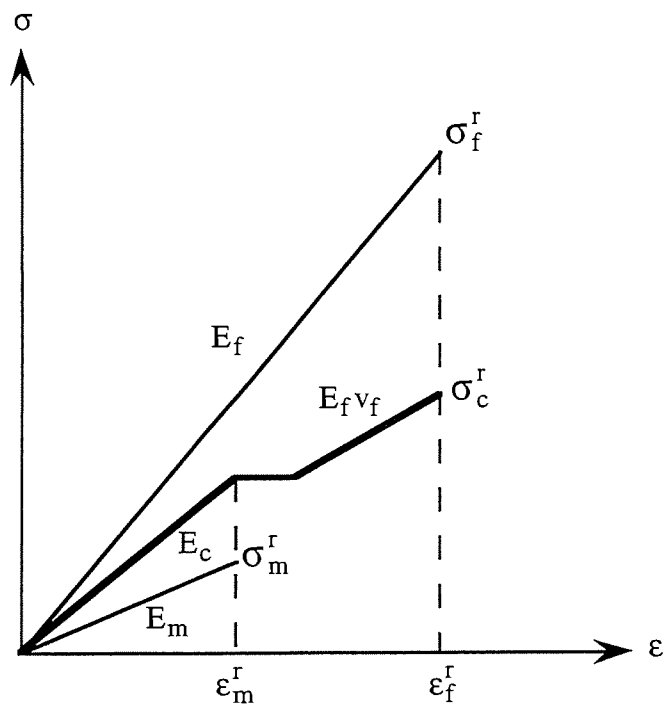
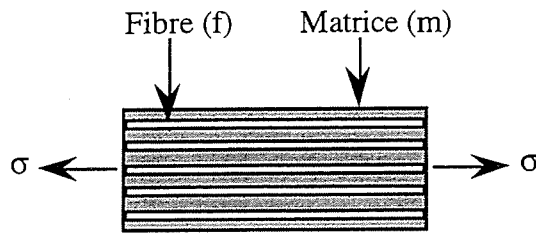
**Présentation des composites carbone-carbone et du
composite 2.5D C/C étudié**

I - Synthèse bibliographique.

De nombreuses données relatives à l'élaboration et la caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres de carbone en fonction de la nature du précurseur utilisé (polyarilonitrile, rayonne, brai ou benzène) sont exposées dans les références [1] et [2].

De même, les différents procédés d'infiltration, ainsi que les traitements thermiques (pyrolyse, carbonisation et graphitisation) intervenant lors de la densification de la préforme fibreuse (par voie liquide ou gazeuse) sont présentés dans les références [1] et [3]. Schématiquement, deux familles de précurseurs sont utilisés par la densification par voie liquide: les résines thermodurcissables (résine phénolique, époxyde, ...) et les résines thermoélastiques (brai, ...). Un deuxième procédé d'infiltration est la densification par voie gazeuse, appelée la "Chemical Vapor Infiltration" (C.V.I.). Quelle que soit la technique de densification retenue, plusieurs cycles d'infiltration couplés à des traitements thermiques adaptés, sont nécessaires pour obtenir la densité souhaitée pour la structure. Le matériau d'étude (densifié par C.V.I.) sera présenté ultérieurement au paragraphe II.

Les composites C/C s'inscrivent dans la catégorie des composites inverses, à savoir que la fibre est plus rigide que la matrice, et la matrice plus fragile que la fibre [4] (figure 1). Une synthèse des principaux travaux relatifs à la compréhension du comportement mécanique et de la rupture des deux grandes familles de C/C est présentée. Dans un premier temps, les aspects purement morphologiques seront abordés. Dans un deuxième temps, des modèles de comportement développés à différentes échelles (en fonction des mécanismes d'endommagement intervenant lors de la sollicitation mécanique et de la rupture) seront exposés. Seuls seront abordés les travaux concernant les résultats micro et macroscopiques obtenus sous sollicitations mécaniques **quasi-statiques**, sous air et à l'**ambiante**.



- Figure 1: représentation schématique du comportement d'un composite inverse unidirectionnel [4] -

1 - Aspects morphologiques de l'endommagement des composites C/C sous sollicitations mécaniques et à rupture.

1.1 - Structures de renfort.

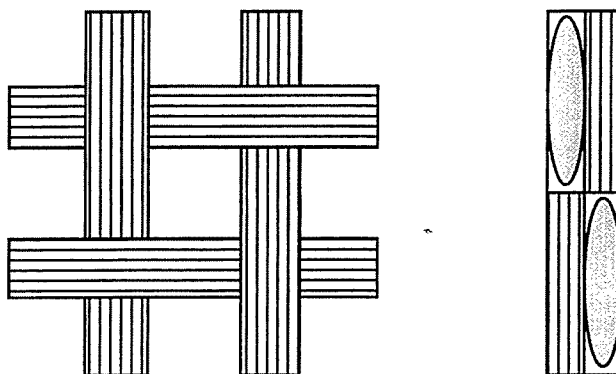
Plusieurs types d'architectures fibreuses sont utilisées dans les composites suivant les performances recherchées [5-7]: tenue au choc thermique, résistance à l'impact et à la fatigue, forte résistance mécanique en température,

Ainsi, l'intérêt des unidirectionnels (1D) est limité (pour une structure) en raison de leur forte anisotropie.

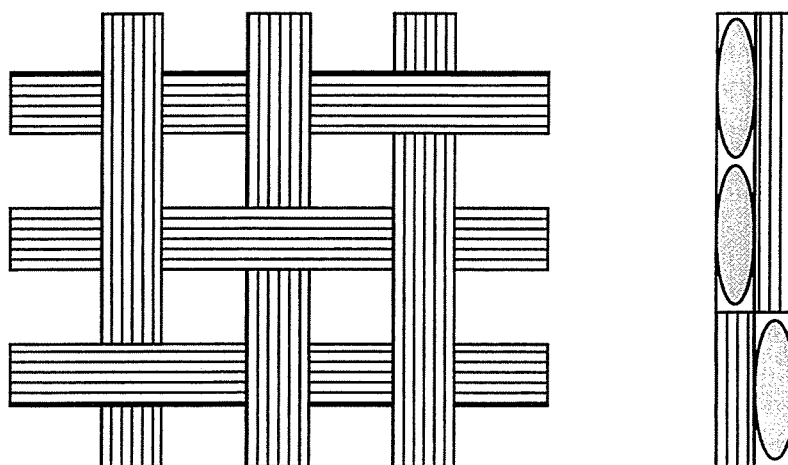
Les structures 2D sont obtenues par empilement de couches unidirectionnelles (stratifiés), ou tissées dont les plus répandues dans les composites thermostrostructuraux sont les taffetas et les satins d'orientation 0/90° (figure 2). L'intérêt des composites tissés par rapport aux stratifiés est qu'ils possèdent des propriétés plus équilibrées dans le plan. Par contre, un inconvénient majeur peut être la résistance au délaminage. Ce type de renfort est adapté à la réalisation de plaques et de coques minces.

La tenue au délaminage a été améliorée dans les textures de type 2.5D grâce à l'aiguilletage de fibres de direction orthogonale au plan du tissu, ou grâce à un tissage des plis constituant le stratifié (procédé "interlocked").

Dans les structures 3D, le renfort est continu dans la direction orthogonale au plan. Dans les structures 4D, les torons (fils) sont disposés suivant les quatre grandes diagonales d'un cube. Les renforts multidirectionnels (3D, 4D, ..., nD) permettent la réalisation de pièces massives (en raison des dimensions de la maille élémentaire) tendant vers un comportement de nature isotrope avec l'augmentation de n.



taffeta ("satin de deux")



satin de trois

- Figure 2: représentation schématique de deux tissages: taffeta et satin de trois -

1.2 - Les composites C/C densifiés par voie liquide.

1 - Renfort unidirectionnel.

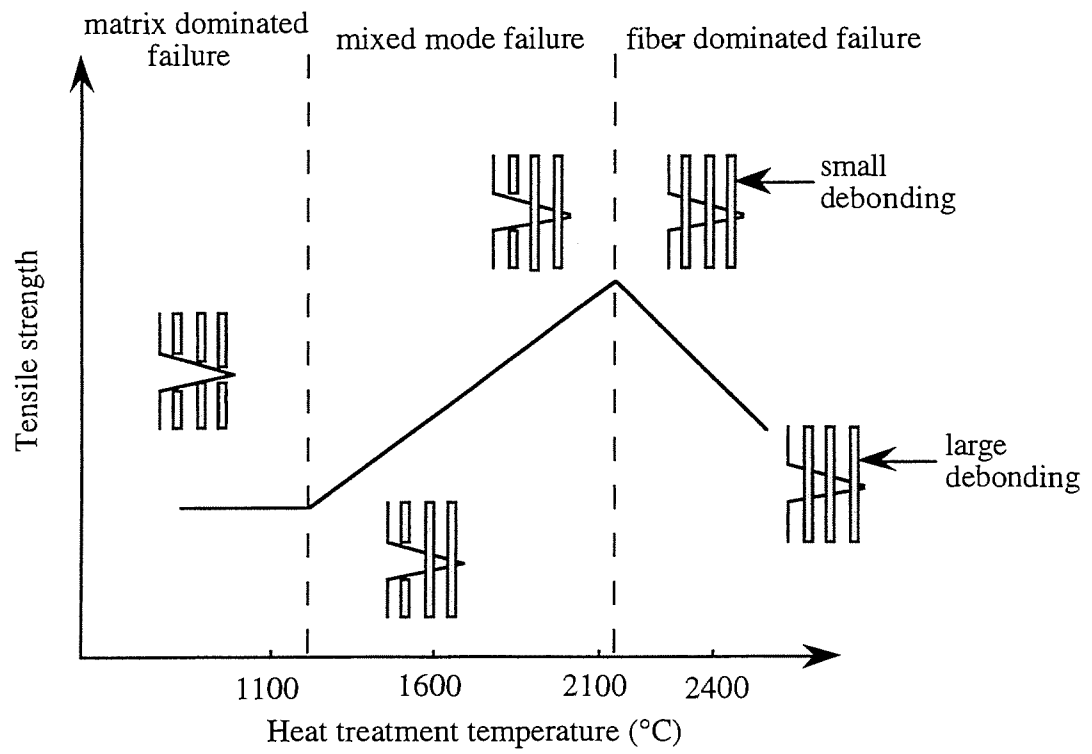
Le comportement en traction des composites **unidirectionnels** C/C est généralement linéaire élastique fragile. Ce comportement est en accord avec la nature linéaire fragile des constituants de base (fibre et matrice). Toutefois, le comportement, et plus particulièrement la rupture des unidirectionnels, est directement liée à la nature de la liaison fibre-matrice. Cette dernière dépend essentiellement (dans une configuration donnée de fibre et de matrice) du traitement thermique imposé lors de l'élaboration du composite. Ainsi Zaldivar [8] définit trois régimes de rupture, présentés à la figure 3, selon la température du traitement:

- jusqu'à $\sim 1000^{\circ}\text{C}$ (carbonisation), la rupture de la matrice provoque celle du composite du fait de la forte liaison fibre-matrice,

- entre $\sim 1000^{\circ}\text{C}$ et 2000°C (graphitisation), la liaison fibre-matrice s'affaiblit, provoquant à terme la fissuration matricielle pontée par les fibres avec une faible décohésion fibre-matrice au droit de la fissure. Le comportement mécanique sous sollicitation de traction uniaxiale tend vers celui représenté à la figure 1. On obtient alors la configuration dissipative optimale recherchée dans le comportement mécanique des composites,

- le traitement thermique au delà de $\sim 2000^{\circ}\text{C}$ conduit à une décohésion fibre-matrice (voire intramatricielle) importante. La rupture du composite s'apparente à celle du fil non infiltré.

L'enregistrement de l'activité acoustique a permis d'établir des analogies entre l'endommagement induit par la nature de la liaison fibre-matrice et les caractéristiques des signaux enregistrés sous sollicitation de flexion trois points [9].



- Figure 3: représentation schématique des modes de rupture en fonction de la température d'élaboration [8] -

2 - Renfort multidirectionnel.

Les composites C/C à architecture fibreuse multidirectionnelle continue (stratifiés 2D, 3D "baguettes", ...) présentent globalement un comportement élastique linéaire sous sollicitations de traction uniaxiale suivant les axes de symétrie de la structure. Sous sollicitation de compression uniaxiale suivant les axes de symétrie, le comportement mécanique est globalement linéaire pour les stratifiés 2D, et élastique endommageable pour les structures 3D [10]. Ces propriétés remarquables ne sont pas retrouvées pour les composites tissés, où un comportement non linéaire couplé avec des déformations résiduelles est observé sous ces deux types de sollicitations. Le comportement sous sollicitation de cisaillement est quasi-linéaire pour les composites 2D, et non linéaire avec déformation résiduelle pour les composites 3D [10]. Ces comportements mécaniques non linéaires sont attribués à l'endommagement de la matrice et/ou des fibres.

* Les composites carbone-carbone **bidirectionnels** sont endommagés au cours de leur élaboration. Cet endommagement se produit à deux échelles [11]:

- dans la matrice, où des micro fissures se forment à proximité de la liaison fibre-matrice du fait de la différence entre les coefficients de dilatation thermique entre ces deux constituants,

- au sein du fil, en raison de la porosité résultant du retrait matriciel lors des différentes phases d'infiltration.

A terme, les contraintes résiduelles imputables au mode d'élaboration demeurent présentes plus ou moins relaxées par le développement de cet endommagement matriciel. Une quantification de ces mécanismes a été effectuée par Gào [12] pour une structure tissée 2D.

Les **mécanismes d'endommagement** se développant au sein d'une structure tissée de type satin de huit, sous sollicitation de **traction uniaxiale** suivant les axes de

symétrie, ont été déterminés par Yurgartis [13]. Ce dernier définit trois domaines d'endommagement lors du chargement:

- initialement, des micro-fissures d'orientation isotrope sont créées essentiellement dans les fils transverses,

- puis, des fissures se développent dans les fils transverses, en moyenne d'orientation orthogonale au chargement. Ce mode de fissuration résulte de la faiblesse de la liaison entre les plans graphitiques (parallèlement aux fibres),

- enfin, le délaminage est amorcé entre les strates. La faible tenue en cisaillement interlaminaire (délaminage) est attribuée à la faible résistance en cisaillement de la matrice.

Des études similaires ont été menées par Anand et Gupta sous sollicitation de **compression uniaxiale** suivant les axes de symétrie [14] et de **cisaillement intra et interlaminaire** [15]. Aucun endommagement microscopique n'a été identifié par ces auteurs lors de ces deux types de chargements, justifiant alors la quasi linéarité des courbes de comportement.

Les **mécanismes de rupture** des composites C/C bidirectionnels ont été étudiés par de nombreux auteurs. Ainsi, Manocha et Bahl [16,17] ont examiné les influences de la nature des fibres C, de l'interaction fibre-matrice, ainsi que de la texture tissée (taffetas et satin de 8) sur le comportement à rupture. Les mécanismes de rupture se produisent à deux échelles: celle de la fibre, et celle du fil. Comme il a été dit précédemment pour les composites unidirectionnels, la rupture du composite est d'autant plus contrôlée par les fibres que la liaison fibre-matrice est plus faible.

Néanmoins, la **morphologie des tissages** est prédominante dans la compréhension des mécanismes de rupture des composites C/C tissés. En effet, les sollicitations locales de flexion se développant dans les **boucles de tissage** (angle d'embuvage) sont responsables de la rupture des composites sollicités en traction uniaxiale [18-20]. En compression, Anand et Gupta [14] relie l'angle d'embuvage avec, d'une part, l'angle de micro-flambage des paquets de fibres à la rupture, et d'autre part,

avec l'angle de la bande de cisaillement se développant à la rupture dans l'échantillon. En outre, ces mêmes auteurs relient l'angle d'embuvage avec l'angle des bandes de cisaillement se développant à l'échelle de la structure sous sollicitation de cisaillement [15]. Ils concluent que les structures tissées testées macroscopiquement sous sollicitation de cisaillement ne garantissent pas une sollicitation de cisaillement à l'échelle du fil dans les zones d'embuvage. En effet, la contribution des contraintes normales de tension et/ou de compression calculées à partir de simulations de type "éléments finis", est supérieure à celle des contraintes de cisaillement dans ces zones privilégiées.

* Les composites carbone-carbone **tridirectionnels** sont également endommagés lors de l'élaboration. Les micro fissures matricielles sont essentiellement confinées à l'intérieur des fils, pour les mêmes raisons que précédemment pour les structures 2D. De nombreux auteurs ont étudié et caractérisé ces mécanismes d'endommagement [21-24]. L'importance des conditions d'élaboration (traitements thermiques, cycles de densification, ...) sur la morphologie de l'endommagement se développant ensuite sous sollicitations mécaniques et lors de la rupture, a été mise en évidence par Perry et Adams [25].

Les mécanismes d'endommagement se développant sous sollicitation de **traction uniaxiale** suivant les axes de symétrie ont été identifiés par Robinson et Francis [26]. De façon analogue aux structures 2D, la nature de la liaison fibre-matrice, et la faiblesse du comportement transverse de la matrice, sont responsables de la fissuration de la matrice identifiée dans les fils transversaux essentiellement. Les fissures se propagent orthogonalement au chargement via la porosité intra-fil jusqu'au croisement avec un fil longitudinal. Puis, elles bifurquent généralement à 90°, ce qui a tendance à désolidariser les fils longitudinaux des fils transversaux. Cet endommagement est lui aussi le résultat de la faiblesse du comportement transverse de la matrice. La rupture du composite est due à la rupture aléatoire des fils longitudinaux.

Une étude complète de caractérisation sous sollicitations de **traction** et de **compression** uniaxiales suivant les axes de symétrie, ainsi que de **cisaillement intralaminaire** de type Iosipescu, a été menée par Walrath et Adams [27]. Des corrélations ont été établies entre les grandeurs mécaniques macroscopiques mesurées et les mécanismes d'endommagement microscopiques identifiés. Comme dans les 2D, les mécanismes de rupture par flambage des paquets de fibres longitudinales ont été mis en évidence sous sollicitation de compression. Les mécanismes d'endommagement se développant sous sollicitation de cisaillement concernent essentiellement les fissures matricielles inter-fils causant la désolidarisation entre les fils.

Des corrélations ont également été établies entre les caractéristiques des signaux acoustiques enregistrés et la nature des mécanismes d'endommagement identifiés [26, 27].

1.3 - Les composites C/C densifiés par voie gazeuse.

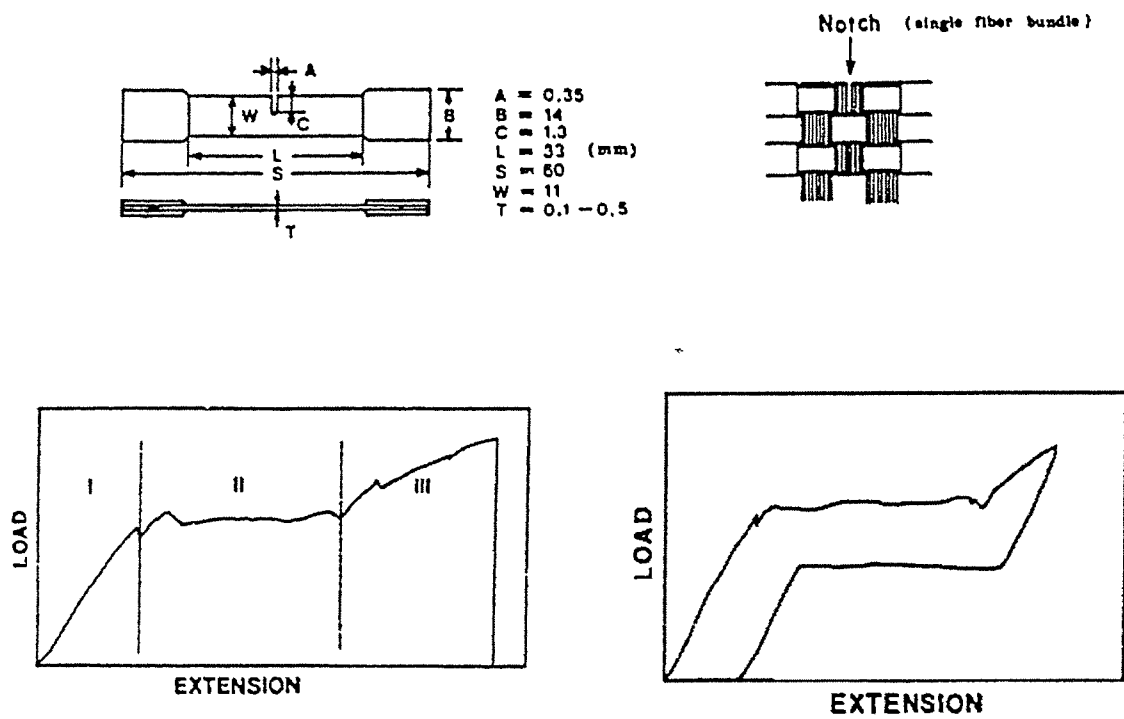
Deux différences importantes sont observées entre les composites élaborés par voie gazeuse et ceux élaborés par voie liquide. D'une part, l'état des contraintes résiduelles est plus limité dans la mesure où la matrice carbone est déposée à l'équilibre en température. D'autre part, la matrice possède une forte anisotropie (variable en fonction des différents traitements thermiques et de pression intervenant lors de l'élaboration).

De façon analogue aux composites élaborés par voie liquide, le mode d'élaboration préfigure leurs caractéristiques physico-chimiques et mécaniques. Ainsi, les différents traitements thermiques et les différentes phases de densification conduisent à l'existence de trois grandes familles de pyrocarbone, à anisotropie structurale croissante, que sont les pyrocarbones laminaires sombres, lisses et rugueux respectivement. L'examen microscopique en lumière polarisée [28] est l'une des techniques permettant de classer les différents pyrocarbones en fonction du degré d'anisotropie des plans

graphitiques qui les composent. La caractérisation initiale du matériau étudié dans ce travail ayant fait appel à cette technique microscopique, des informations supplémentaires seront présentées ultérieurement au paragraphe II. Cette présentation sommaire des pyrocarbones pourra être complétée par les références [29-31] notamment.

Il est communément admis que l'amélioration de l'orientation structurale des plans graphitiques présents dans les pyrocarbones (tendant alors vers celle des pyrographites pour lesquels l'orientation des plans graphitiques demeure parallèle au substrat) augmente le module d'Young longitudinal, ainsi que la contrainte à rupture sous sollicitation de traction uniaxiale suivant l'axe des fibres. En outre, Oh et Lee [32] ont déterminé l'incidence du choix du précurseur de la matrice, ainsi que du traitement thermique lors des phases de densification (et donc de la densité et de la porosité), sur la résistance à la rupture d'un composite tissé 2D sollicité en traction uniaxiale dans l'axe des fibres. L'**endommagement initial** présent dans le matériau bidirectionnel étudié par ces auteurs, se résume à la présence de décohésions fibre-matrice imputables à la différence entre les coefficients de dilatation thermique radiaux entre la fibre et la matrice, ainsi qu'à la présence de fissures matricielles annulaires à proximité de la fibre. La forte anisotropie de la matrice pyrocarbone, et la faiblesse de la tenue interfaciale entre les plans graphitiques, en sont la cause. L'évolution de cet endommagement initial permet une relaxation partielle des contraintes résiduelles d'origine thermique.

L'analyse microscopique des mécanismes d'endommagement a fait l'objet de publications beaucoup moins nombreuses que pour les composites densifiés par voie liquide. Sohn [33] a étudié les mécanismes d'endommagement dans une éprouvette de traction entaillée (figure 4). L'endommagement matriciel se développe à charge imposée dans la phase II (figure 4). L'orientation des fissures matricielles amorcées en fond d'entaille dans les fils longitudinaux, est déterminée par l'action conjuguée de la sollicitation axiale et des fils transversaux sur les fils longitudinaux. La structure anisotrope du pyrocarbone favorise un trajet de la fissuration comportant une succession de bifurcations à 90° au sein de la matrice via des décohésions fibre-matrice.



- Figure 4: courbe de comportement d'une éprouvette entaillée C/C sous sollicitation de traction uniaxiale [33] -

Ces fissures matricielles annulaires sont facilement observables dans la section transversale des fils transversaux, et dans les surfaces de rupture qui montrent des ruptures en escalier de la gaine matricielle. Sakai [34] a calculé le taux de restitution d'énergie élastique d'un carbone pyrolythique en mode I: $G_{IC} = 22 \text{ Jm}^{-2}$ orthogonalement, et 37 Jm^{-2} parallèlement aux plans graphitiques. La valeur de G_{IC} supérieure pour une sollicitation parallèle aux plans graphitiques du PyC., est en accord avec l'orientation préférentielle des fissures matricielles au sein des fils. L'endommagement matriciel et la décohésion fibre-matrice, augmentent la résistance à la rupture du fait du caractère dissipatif de ces mécanismes de fissuration.

Une hypothèse, difficilement vérifiable, peut être avancée à partir de ces résultats expérimentaux, sur l'origine de la déformation résiduelle (figure 4). Cette dernière pourrait être attribuée au glissement des gaines successives de matrice les unes par rapport aux autres, conduisant aux faciès de rupture en escaliers de la matrice dans les fils longitudinaux essentiellement.

La **rupture** du composite est dictée par les fils longitudinaux. Pollock [35] a mis en évidence l'influence du tissage sur le comportement à rupture des composites. Il a déterminé les contributions des composantes de traction et de cisaillement à l'échelle du fil en fonction de l'angle d'embuvage. Nous reviendrons sur ces travaux dans le chapitre V.

2 - Modèles de comportement mécanique et de rupture des composites C/C.

Différentes approches théoriques existent pour décrire le **comportement thermomécanique** des matériaux composites. Schématiquement, deux approches sont envisageables. Les approches **microscopiques** reposent sur la description du comportement mécanique à partir des propriétés des constituants de base du matériau: fibre, matrice et interphase. Elles sont basées sur la définition d'un Volume d'Etude

Représentatif du comportement macroscopique de la structure. Différentes techniques d'homogénéisation peuvent ensuite être envisagées pour déterminer le comportement homogène équivalent du système sain ou endommagé étudié. Les approches **macroscopiques** (échelle de la structure) sont fondées sur la mécanique de l'endommagement [36,37] dont le principe consiste à traduire les discontinuités de la matière par des variables continues dans le cadre de la mécanique des milieux continus.

Toutefois, un intérêt croissant se porte sur les approches intermédiaires, qualifiées de **mésoscopiques**. L'échelle représentative retenue est celle de la strate considérée comme homogène. Le paramétrage de la cellule alors définie est fonction de la périodicité morphologique du matériau. Les bases théoriques de ces modèles se répartissent entre celles des approches microscopiques et macroscopiques.

La synthèse non exhaustive des modèles de comportement existant, sera complétée par une présentation de travaux relatifs à la **rupture** des composites C/C aux échelles auxquelles ils ont été établis.

Lorsque les références disponibles ne concernaient pas les composites C/C, notre attention s'est préférentiellement portée vers des matériaux possédant, comme le matériau étudié dans ce travail, une matrice plus souple que la fibre, tels que les composites à matrice époxyde.

2.1 - Approches microscopiques.

De nombreux modèles micromécaniques s'inspirent des travaux d'Aveston, Cooper et Kelly sur les composites unidirectionnels à matrice céramique [38]. Parmi les plus récents, citons notamment les travaux de Turner [39] sur la modélisation du **comportement élastique endommagé** d'un composite 2D C/C tissé. La

détermination des contraintes à rupture dans les fils transversaux et longitudinaux est déduite des caractéristiques élastiques et à rupture des constituants de base (fibre et matrice).

La **rupture** de matériaux anisotropes a déjà fait l'objet de nombreux travaux. Ainsi, la mécanique de la rupture a été appliquée à la détermination de l'énergie à rupture nécessaire au développement de la fissuration matricielle au sein d'un composite unidirectionnel C/C [40]. En outre, il a été montré que des approches de type Tsai-Hahn [41] peuvent être appliquées à la rupture d'un composite C/C unidirectionnel endommagé (fissuration matricielle pontée par les fibres) [42].

Les approches microscopiques ont été essentiellement développées pour décrire les mécanismes à l'échelle de la microstructure (essentiellement sous sollicitation de traction uniaxiale) en fonction de caractéristiques diverses des constituants. L'objectif de ces approches est d'optimiser le choix des constituants de base (fibre, matrice et interphase). Toutefois, en raison de la complexité architecturale du matériau étudié, et de la méconnaissance de certaines grandeurs mécaniques indispensables à l'utilisation de ce type d'approche, notre attention s'est préférentiellement portée vers des approches mésoscopiques et macroscopiques.

2.2 - Approches mésoscopiques.

La description du **comportement thermoélastique de structures tissées non endommagées** telles que les taffetas et les satins a été abordée par de nombreux auteurs. Elle repose sur la définition d'une cellule élémentaire représentative de la périodicité du matériau, et utilise soit la théorie des stratifiés appliquée à un élément infinitésimal de section [43,44], soit des techniques d'homogénéisation. Les modules élastiques du fil, lorsqu'ils n'ont pas été mesurés sur un composite unidirectionnel, sont

calculés généralement par des approches de type "loi des mélanges" (approche microscopique). De nombreux travaux ont été menés pour déterminer l'incidence du tissage et de l'épaisseur des plis sur les constantes élastiques [43-48]. Des études unidimensionnelles [47,49] ont associé le comportement élastique non linéaire à la contribution de flexion susceptible de se développer dans les zones d'embuvage. En outre, l'incidence de la périodicité des séquences d'empilement des plis a été estimée grâce aux modules élastiques [50] et à la résistance au délaminage [51]. Ces travaux ont permis d'établir des bases solides pour la compréhension du comportement élastique des textures tissées. Toutefois, l'empilement étant difficilement contrôlable, l'application aux matériaux réels demeure un problème ardu.

La **simulation de la fissuration** transverse (ainsi que son prolongement au sein des fils longitudinaux) dans les composites stratifiés $0/90^\circ$ a fait l'objet de nombreux travaux. Initialement, l'influence de la fissuration des fils transversaux sur l'évolution de la rigidité axiale du stratifié, a été déterminée en négligeant la rigidité de la strate endommagée. La limite supérieure des baisses de rigidités axiales a ainsi été obtenue. Dans les modèles proposés par la suite, la strate endommagée est substituée par une strate moyenne équivalente dont les composantes du tenseur des souplesses endommagé dépendent de la géométrie, de l'orientation et la densité des fissures ainsi que de l'épaisseur de la strate, par l'intermédiaire de paramètres représentatifs de cet endommagement. Ces modèles diffèrent par les hypothèses de calcul et les techniques retenues pour simuler le comportement homogène équivalent de la strate, et le transfert de charge s'opérant d'une strate à l'autre. Ainsi, les modèles "shear lag" sont construits selon l'hypothèse que le transfert de charge entre strates adjacentes s'effectue grâce à la contribution du cisaillement interfacial [52]. Alors que la non prise en compte des efforts hors plan conduit à surestimer l'incidence de la fissuration sur la baisse de rigidité axiale, de nombreux modèles sont fondés sur l'écriture tridimensionnelle de l'énergie de déformation du système simulé [53-55]. La prévision des propriétés thermoélastiques de

stratifiés endommagés (avec prise en compte des contraintes résiduelles) a également été établie [56,57]. Enfin, citons les modèles fondés sur la définition d'une variable interne (représentative de l'endommagement identifié) reliées à des entités vectorielles [58-60]. Elles s'inscrivent dans le cadre de la mécanique des milieux continus dont les bases théoriques sont présentées dans le paragraphe 2.3.

Le principal reproche que l'on peut formuler à l'encontre de ces approches, basées sur l'identification des mécanismes d'endommagement (essentiellement sous sollicitation de traction uniaxiale suivant les axes de symétrie), est leur difficulté à prévoir le comportement mécanique de structures à architectures complexes sous sollicitations combinées.

La **rupture** de textures tissées a été étudié par Jortner [18,19] et Pollock [35]. Ces derniers ont mis en évidence l'importance des contributions normales et de cisaillement se développant localement dans les boucles de tissage sur la prévision de la rupture en traction uniaxiale.

2.3 - Approches macroscopiques.

La **modélisation du comportement** des matériaux composites a fait l'objet de plusieurs études dans le cadre de la mécanique de l'endommagement des milieux continus [36,37]. La mécanique de l'endommagement, issue des travaux de Katchanov [61] et Rabotnov, est fondée sur le concept de la grandeur effective permettant de décrire les discontinuités se créant au sein de la structure à partir de l'évolution des composantes du tenseur d'élasticité. Deux approches théoriques ont été proposées pour introduire l'endommagement au sein d'une loi de comportement (élastique endommageable) s'inscrivant dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles.

L'approche issue des travaux réalisés sur les métaux par Lemaitre-Chaboche [36] et Cordebois-Sidoroff [62], a été développée et appliquée aux matériaux composites par Chaboche [63] et Baste-Sidoroff [64] entre autres. Le tenseur d'élasticité est écrit à partir de la définition de la variable interne qu'est le tenseur d'endommagement. Ce dernier est composé de 21 variables scalaires (cas général symétrique) dont l'écriture se déduit de la nature de l'équivalence (énergie ou déformation) retenue. Pour les matériaux initialement isotropes, une formulation tensorielle de l'endommagement est préconisée dans la mesure où l'anisotropie induite par l'endommagement est créée par le chargement [65]. L'utilisation d'un tenseur d'ordre 4 symétrique, et respectant l'anisotropie du matériau est conseillée dans la description élastique endommagée de matériaux anisotropes tels que les composites [64,66]. Le tenseur d'endommagement peut être pris diagonal si les évolutions des coefficients de Poisson sont analogues à celles des modules d'Young ($\frac{\nu}{E} = \text{cst}$). Cependant, les matériaux composites carbone-carbone présentent une forte anisotropie initiale, et une matrice plus souple que la fibre. On peut donc s'attendre à ce que l'orientation de l'endommagement (fissuration matricielle, rupture de fibres) soit plus guidée par les axes de symétrie du matériau que par l'axe du chargement [64]. Ainsi, l'emploi de variables scalaires d'endommagement est généralement retenue dans la description de l'endommagement de structures initialement anisotropes (orthotropes). L'ensemble de ces considérations garantit la symétrie du tenseur d'élasticité. Enfin, le caractère unilatéral de l'endommagement, lié phénoménologiquement à l'ouverture et à la refermeture des fissures, doit être pris en compte dans l'écriture du potentiel thermodynamique de manière à retranscrire que l'endommagement créé est irréversible mais son effet sur le comportement mécanique peut être actif ou inactif [63].

Sous ces hypothèses, le cadre thermodynamique repose sur la construction du potentiel thermodynamique (énergie libre) et du potentiel de dissipation. Le comportement élastique endommageable est alors décrit à partir de la définition de la fonction seuil d'endommagement. L'unicité de la fonction seuil d'endommagement dans un modèle

couplé (couplage des contributions de traction, de compression et de cisaillement au sein de la loi d'évolution) est définie à partir d'un critère quadratique intégrant les forces thermodynamiques associées aux variables d'endommagement. L'anélasticité induite par l'endommagement est, soit prise en compte dans la description de l'endommagement [63], soit définie à partir de l'écriture d'une fonction seuil de plasticité. L'unicité de la fonction seuil de plasticité dans un modèle couplé est définie à partir d'un critère quadratique intégrant les contraintes effectives et la loi d'écrouissage. Cette dernière est fonction du taux de déformation anélastique cumulée [64, 67].

La théorie de l'endommagement anisotrope développée par Ladeveze [37] est fondée sur la construction de cinématiques de l'endommagement. La variable interne d'endommagement est le tenseur des rigidités élastiques. L'endommagement y est décrit par deux fonctions indépendantes: la surface effective donnée par la variable $d(n) = \frac{E^0(n) - E(n)}{E^0(n)}$, et le volume effectif par la variable $\delta(n) = \frac{\gamma^0(n) - \gamma(n)}{\gamma^0(n)}$ (où $E(n)$ et $\gamma(n)$ sont respectivement le module d'Young et le module de déformation volumique suivant la direction de chargement \vec{n}). Ces deux fonctions définissent complètement le tenseur de complaisance du matériau. La nature et l'orientation de l'endommagement, pour un système étudié donné, préfigure de la complexité rencontrée dans l'écriture des deux variables d'endommagement $d(n)$ et $\delta(n)$. Cette approche a été utilisée pour la modélisation du comportement mécanique et la rupture de matériaux composites initialement isotropes tels que les SiC/SiC [68,69], et initialement anisotropes tels que les composites carbone époxy [70], verre époxy [71] et 3D C/C [10,72,73]. Cette approche ayant été utilisée, elle sera détaillée au chapitre IV en fonction des simplifications apportées grâce à l'étude expérimentale des spécificités de l'endommagement.

A l'échelle de la structure, des études ont été menées essentiellement dans le domaine de la **résistance à la propagation de la fissuration** (courbe "R") [74-77].

Toutefois, il a été montré que la géométrie des éprouvettes affecte les courbes de résistance à la propagation de la fissuration [78,79]. Les caractéristiques mécaniques à rupture déduites ne sont pas alors intrinsèques au matériau. En outre, des études récentes réalisées au L.C.T.S. ont également montré la relative insensibilité à l'entaille de ce composite C/C [80].

3 - Conclusion partielle.

Il apparaît que les endommagements présents à l'état initial après élaboration, ainsi que ceux qui se développent sous sollicitations mécaniques quasi-statiques, sous air et à l'ambiante, présentent une certaine analogie quelle que soit la technique de densification retenue (voie liquide ou gazeuse). Toutefois, les données relatives aux mécanismes physiques de dégradation dans les composites C/C élaborés par voie gazeuse demeurent rares dans la littérature. En outre, les quelques données disponibles concernent essentiellement des composites 2D C/C.

La modélisation du comportement non linéaire de structures à architecture fibreuse complexe a déjà fait l'objet de travaux. L'échelle retenue pour l'étude du comportement mécanique et de la rupture du composite 2.5D C/C étudié ici, dépendra des mécanismes d'endommagement identifiés par microscopie, et de la complexité de la structure du matériau. Le paragraphe suivant présente le composite C/C étudié, à savoir un 2.5 D C/C élaboré par la Société Européenne de Propulsion (Le Haillan).

II - Présentation du composite 2.5D C/C.

1 - Elaboration.

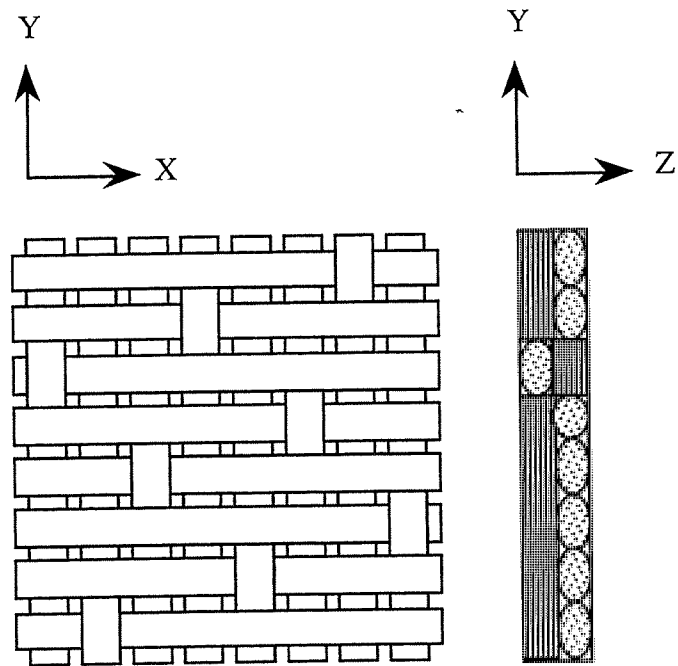
1.1 - Réalisation de la préforme fibreuse.

Les fibres de carbone utilisées dans ce matériau sont issues d'un précurseur PolyAcryloNitrile de densité 1.75. Les caractéristiques élastiques moyennes isotropes transverses de cette fibre sont présentées dans le tableau 1.

E_l (GPa)	E_t (GPa)	ν_{lt}	ν_{tt}	G_{lt} (GPa)	G_{tt} (GPa)
200	15	0.15	0.25	15	6

- Tableau 1: caractéristiques mécaniques élastiques de la fibre C (données S.E.P.) -

Les fibres C utilisées ont un diamètre moyen de 7 mm. Les fils sont assemblés sous la forme d'un tissu de type **satin de huit** (figure 5). Le tissu est enroulé suivant la direction X avec un **recouvrement** de 50%, puis aiguilleté par des aiguilles munies de crochets entraînant les fibres suivant la direction Z. La fraction volumique de fibres est de 0.25, avec une répartition suivant X, Y et Z, respectivement de l'ordre de 0.11, 0.11 et 0.03.



- Figure 5: tissage de type satin de huit -

1.2 - Densification de la préforme fibreuse.

La préforme est densifiée par voie gazeuse (Chemical Vapor Infiltration: C.V.I.). La matrice en pyrocarbone, de densité 2-2.2, est obtenue par pyrolyse d'un précurseur gazeux en phase vapeur. La préforme subit plusieurs cycles d'infiltration dans des conditions de pression et de température spécifiques. Un Traitement Haute Température est ensuite réalisé. Il correspond à la graphitisation du pyrocarbone tendant vers un pyrographite très anisotrope. Enfin, la densification se termine par une dernière infiltration. Les propriétés de la matrice peuvent évoluer suivant son épaisseur pendant un cycle de densification en fonction des fluctuations de la température et de la pression. De plus, de par l'obturation de la porosité de surface au cours d'un cycle d'infiltration, et malgré l'usinage qui peut s'en suivre, les dernières strates infiltrées n'auront pas a priori les mêmes propriétés que les strates situées au coeur du matériau. Les caractéristiques élastiques orthotropes moyennes de la matrice PyC. retenues sont présentées dans le tableau 2.

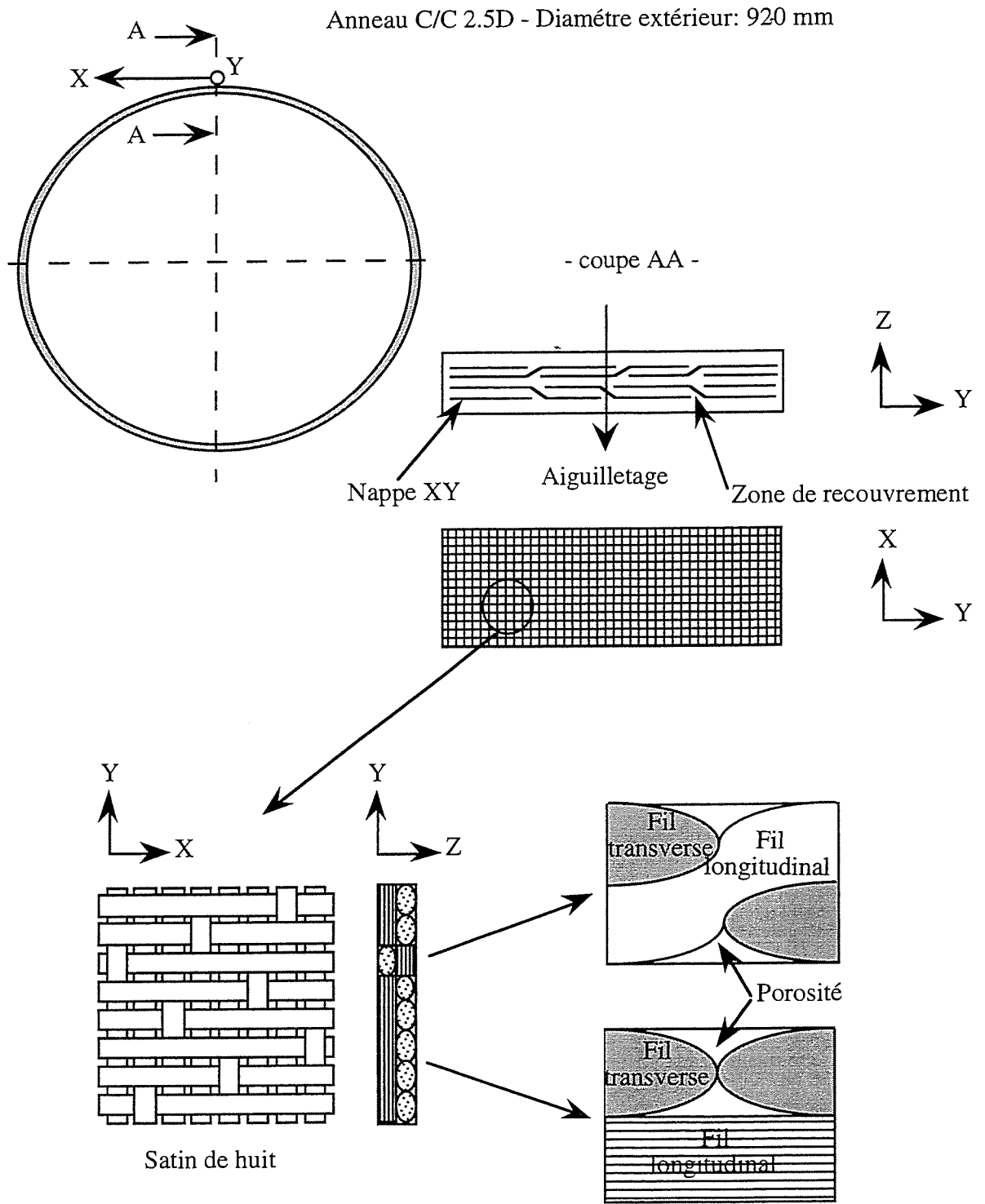
E_l (GPa)	E_t (GPa)	ν_{lt}	ν_{tt}	G_{lt} (GPa)	G_{tt} (GPa)
40	10	0.15	0.30	5	3

- Tableau 2: caractéristiques mécaniques élastiques de la matrice PyC. (données S.E.P.) -

1.3 - Synthèse.

Les différentes échelles d'étude susceptibles d'intervenir dans la caractérisation morphologique et mécanique du matériau sont présentées à la figure 6.

En outre, il est important de noter que:



- Figure 6: présentation des différentes échelles d'étude -

- les pièces réelles sont axisymétriques (cylindro-coniques), limitant dès lors les dimensions des éprouvettes, essentiellement pour celles prélevées dans le sens de la circonférence, en raison du rayon de courbure,

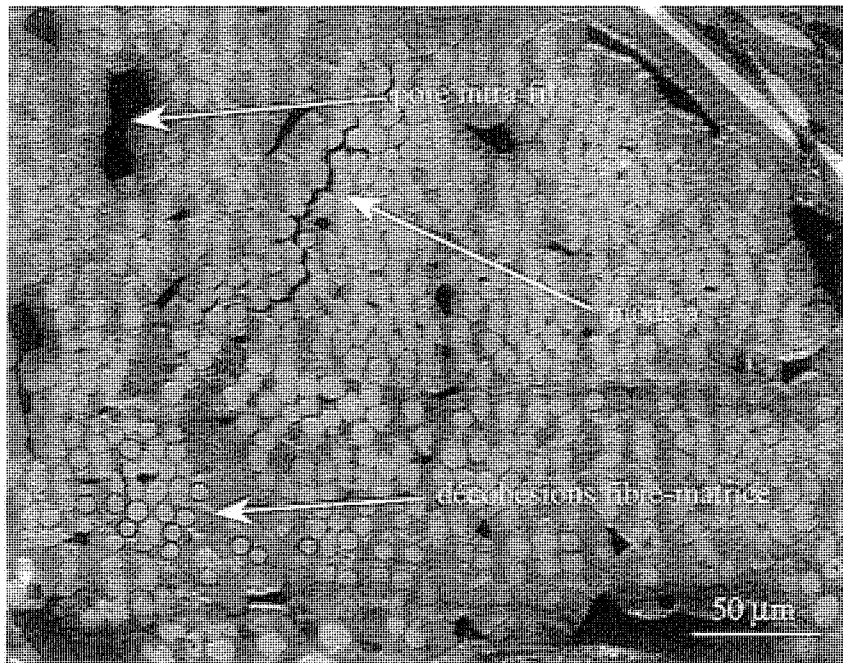
- la longueur des fibres dans le sens X est supérieure à celles orientées suivant la direction Y,

- la direction d'aiguilletage n'est pas rigoureusement orthogonale au plan XY,

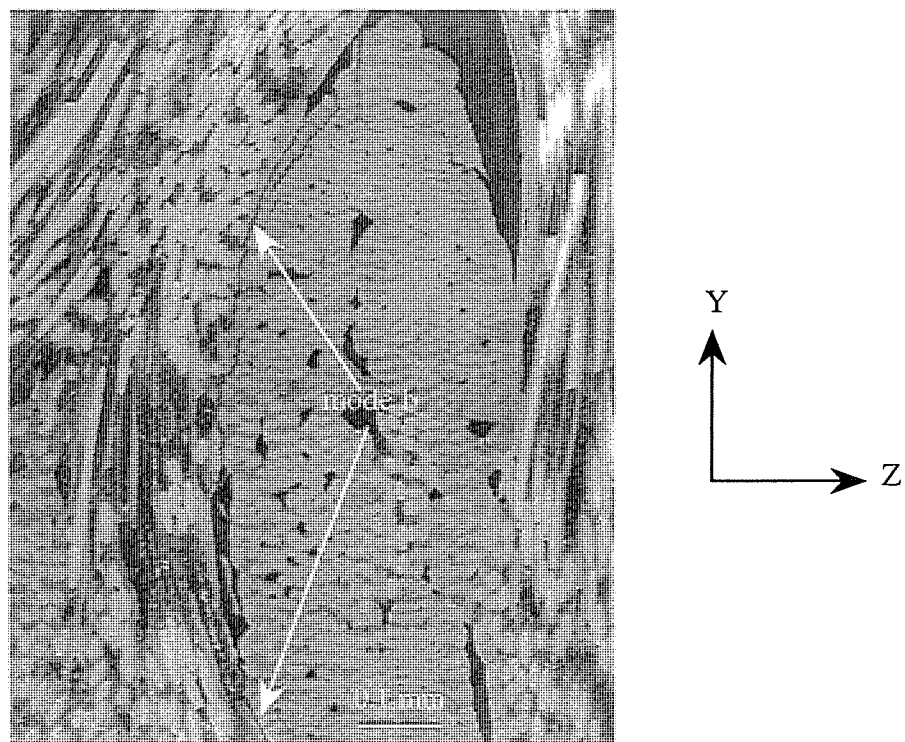
- le T.H.T. provoque une décohésion fibre-matrice du fait de la différence des coefficients de dilatation thermique de la fibre et de la matrice (tableau 3). Les valeurs voisines des coefficients de dilatation thermique entre la fibre et la matrice, et l'incertitude avec lesquelles elles sont connues, ne permettent pas d'estimer rigoureusement les contraintes résiduelles dans la fibre et la matrice malgré la présence d'une fissuration matricielle initiale. Toutefois, il apparaît que le traitement thermique confère au matériau une **très faible tenue interfaciale** fibre-matrice. L'endommagement peut se développer de façon **intra-fil** au sein de la matrice ou au voisinage de la fibre (figure 7). Un deuxième mode d'endommagement a été identifié, à savoir la fissuration **inter-fils** (figure 8) aux croisements des fils suivant les directions privilégiées du matériau. Ce mode d'endommagement se produisant lors du refroidissement, est attribué à un effet de la texture couplé à l'orthotropie de la matrice.

	α_l ($10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)	α_t ($10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)
Fibre C (T300)	-0.6 ± 0.5	12 ± 5
Matrice PyC.	-0.5 ± 0.5	15.5 ± 7.5

- Tableau 3: coefficients de dilatation thermique longitudinaux et transversaux de la fibre C et de la matrice PyC. à température ambiante (données S.E.P.) -



- Figure 7: mise en évidence de l'endommagement matriciel initial: fissuration intra-fil (mode a) -



- Figure 8: mise en évidence de l'endommagement matriciel initial: fissuration inter-fils (mode b) -

2 - Caractérisation morphologique du matériau d'étude.

2.1 - Cartographie relative aux iso-épaisseurs maximales de pyrocarbone autour des fibres C d'orientation X.

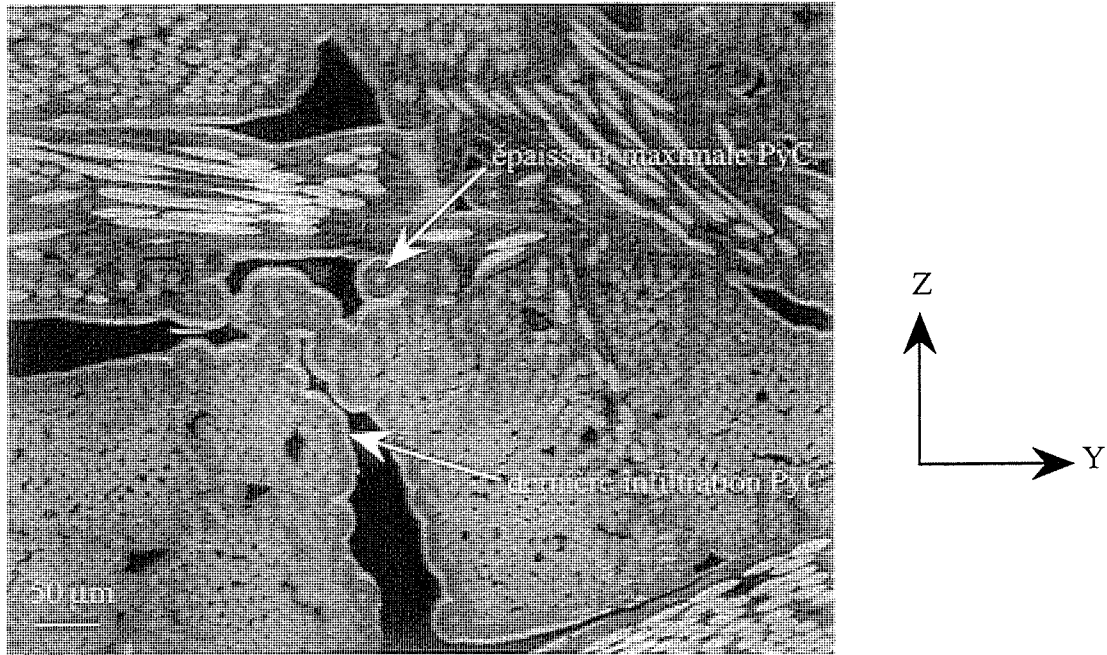
Les épaisseurs de pyrocarbone ont été mesurées à l'aide d'un microscope optique, avec un grandissement 500 sur la totalité de la section transverse de l'anneau (plan YZ). L'incertitude attachée aux mesures est $\pm 1 \mu\text{m}$.

Les épaisseurs de PyC. mesurées correspondent aux valeurs maximales mesurées à la périphérie des fils X (figure 9), mais ne reflètent pas le gradient existant entre le bord et le coeur du fil. Compte tenu de la limite nette observée entre les couches de pyrocarbone déposées lors de la dernière phase de densification et les précédentes (figure 9), la répartition des épaisseurs de PyC. déposées lors de cette dernière phase est présentée à la figure 10. L'épaisseur maximale de PyC. déposée lors des premières infiltrations est relativement constante, de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. La totalité des éprouvettes ont été prélevées à coeur du matériau de manière à s'affranchir des problèmes que pourrait poser la présence d'un gradient de densification.

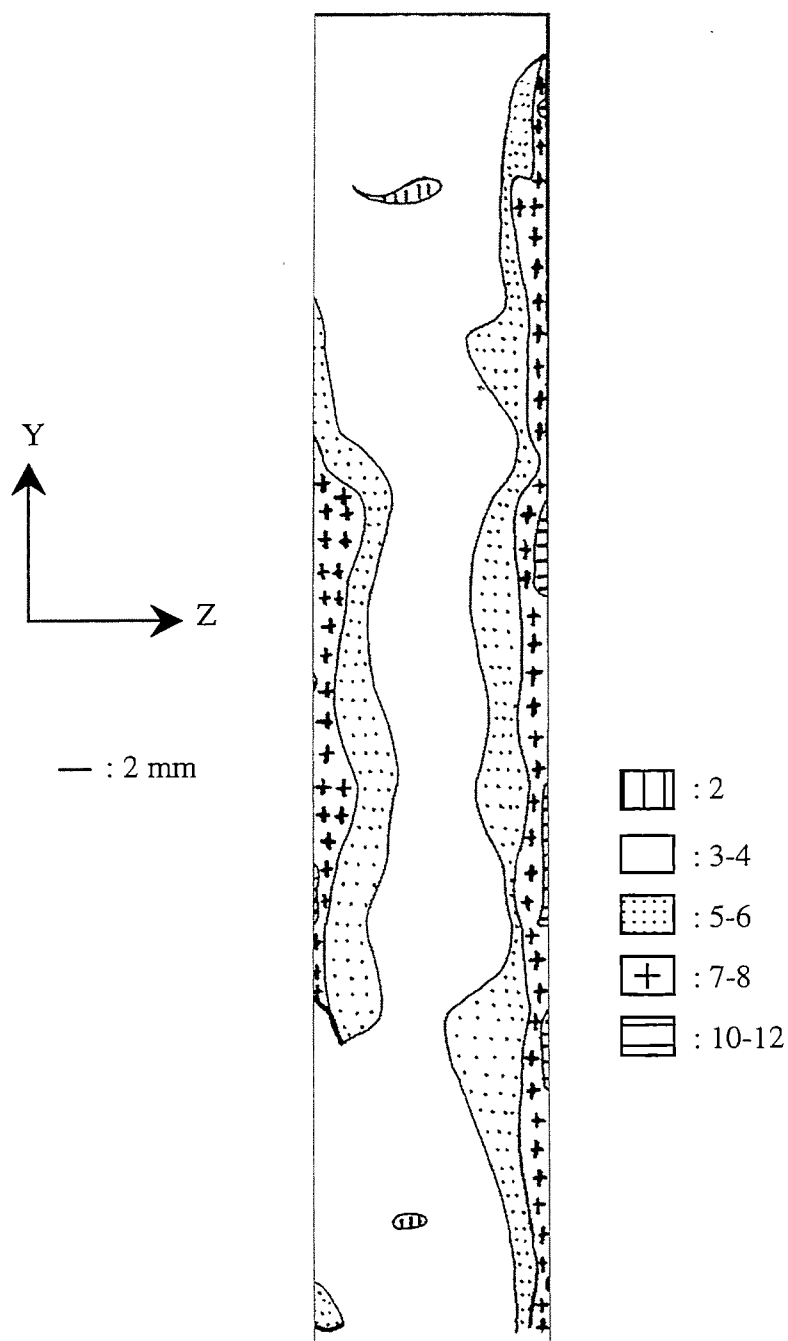
L'évolution du degré d'anisotropie (ou activité optique), déterminé par examen microscopique en lumière polarisée du pyrocarbone [28] permet de scinder la section préalablement étudiée en trois parties.

Le coeur du matériau (situé en deçà de 2 mm à partir du bord) est composé essentiellement de pyrocarbone laminaire rugueux (angle d'extinction compris entre 18° et 21°).

La deuxième zone, comprise entre 2 et 1 mm à partir du bord, est intermédiaire dans la mesure où l'activité optique du pyrocarbone oscille entre 14° et $19-20^\circ$, c'est à dire entre du laminaire lisse (angle d'extinction compris entre 12° et 18°) et du laminaire rugueux.



- Figure 9: localisation des mesures d'épaisseur de PyC. -



Epaisseur PyC. dernière infiltration (μm)

- Figure 10: cartographie relative aux iso-épaisseurs maximales de PyC.

(dernière infiltration) autour des fibres X -

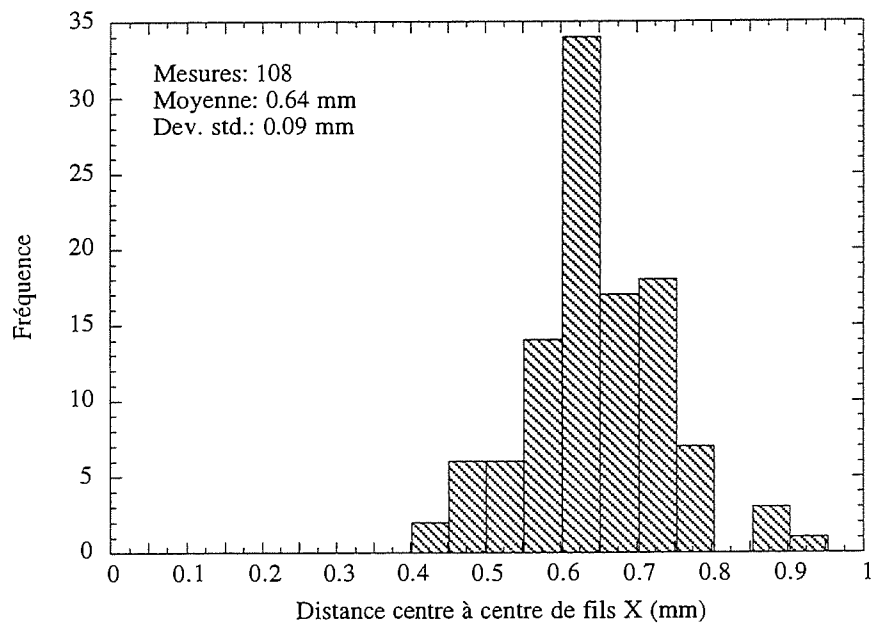
Le degré d'anisotropie de la troisième zone (couche superficielle) est plus délicat à établir. En effet, se cotoient des régions où l'ensemble du pyrocarbone déposé est de nature laminaire lisse; d'autres, où seul le PyC. déposé lors des premières infiltrations est de type laminaire lisse, alors que celui infiltré lors de la dernière phase de densification est de type laminaire sombre (activité optique comprise entre 4 et 12°). Cette complexité semble résulter notamment de la position par rapport au bord de la section des pores permettant l'accès au substrat.

2.2 - Caractérisation de la texture.

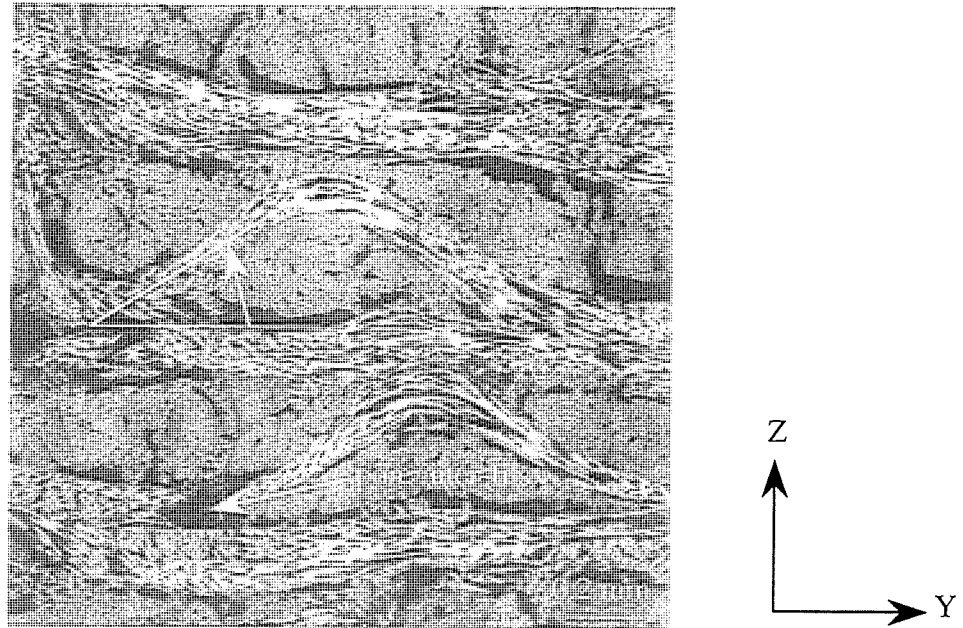
La **porosité** ouverte mesurée par pycnométrie à l'hélium est de $9.3 \pm 0.8\%$ (sept mesures). Les échantillons ayant servi à la mesure de la porosité ouverte ont été par la suite broyés de manière à avoir accès à la porosité totale. Cette dernière est de $14.7 \pm 0.8\%$. Dès lors, il a été considéré que les 5% de porosité fermée sont de type intra-fil. Les 10% de porosité ouverte sont de type inter-fils.

La distance moyenne séparant deux strates XY mesurée entre les centres de fils successifs X dans le plan XZ est 0.64 ± 0.09 mm (figure 11). La section transverse totale mesurée sur des fils d'orientation X et Y est égale à 0.15 ± 0.03 mm² (23 mesures par planimétrie avec un minimum de cinq mesures par valeur). L'épaisseur moyenne des fils est 0.27 ± 0.03 mm (68 mesures locales).

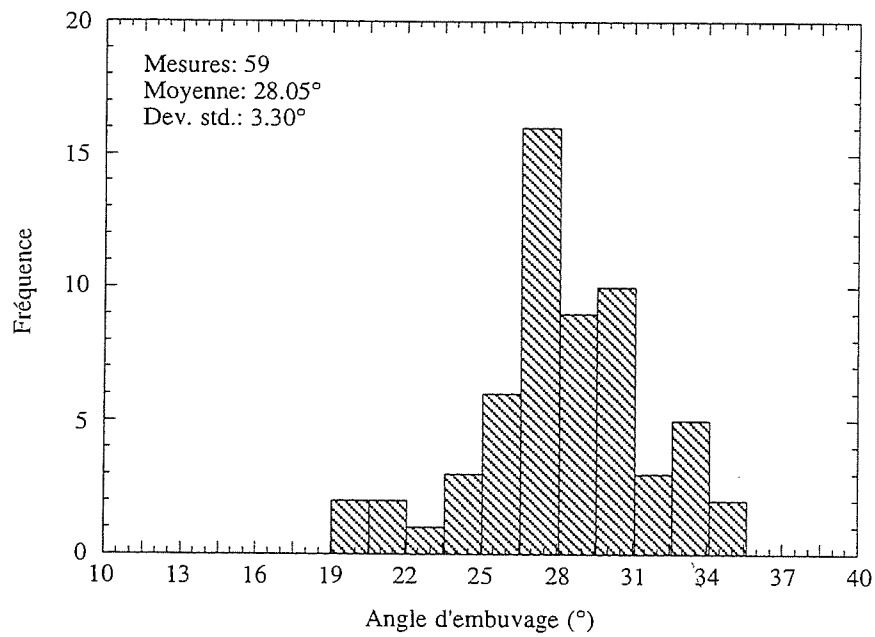
L'une des principales caractéristiques morphologiques différenciant les directions X et Y est l'**angle moyen d'embuvage** θ que forment les fils Y (figure 12). Les fils X sont pratiquement rectilignes. La figure 13 présente la distribution des valeurs de θ , dont la valeur moyenne est $28.05 \pm 3.30^\circ$.



- Figure 11: distribution en distance entre strates mesurée de centre à centre de fils X -



- Figure 12: détermination de l'angle moyen d'embuvage -



- Figure 13: distribution en angle de l'embuvage -

La frisure (c'est à dire l'ondulation) des fils orientés suivant la direction Y essentiellement, inhérente au mode d'élaboration du matériau, n'a pas été mesurée.

Enfin, l'**endommagement matriciel présent à l'état initial** après élaboration, a été caractérisé à partir d'examen de la surface des échantillons en microscopie optique. Les densités de fissures ont été calculées en divisant le nombre de fissures identifiées par l'aire de la surface examinée. Cependant, la détermination d'une densité de fissures dans un milieu tridirectionnel se heurte à des problèmes ardu de stéréologie. Ainsi, il faut considérer que les valeurs de **densités surfaciques** de fissures présentées fournissent des **ordres de grandeur**. Les densités surfaciques des modes d'endommagement initiaux, à savoir la fissuration intra-fil et inter-fils, sont respectivement égales à 3.40 ± 1.30 et 0.45 ± 0.27 fissures mm^{-2} . Par la suite, ces modes d'endommagement seront désignés par les dénominations "mode a" et "mode b" respectivement.

La texture et l'endommagement matriciel initial ont donc été décrits et caractérisés. Dans le chapitre suivant, les modes d'endommagement se produisant sous sollicitations mécaniques quasi statiques, sous air et à l'ambiante, ont été identifiés par microscopie optique et caractérisés.

- Chapitre II -

Etude expérimentale

I - Introduction

L'objet de ce chapitre, est dans un premier temps, d'identifier les modes d'endommagement sous sollicitations mécaniques quasi-statiques sous air et à l'ambiante. L'ensemble des essais mécaniques réalisés doit permettre de caractériser l'endommagement du composite 2.5 D C/C.

L'essai de **traction uniaxiale** a été retenu dans un premier temps en raison de sa relative simplicité de mise en oeuvre et d'interprétation. Les directions X, Y et hors axes de symétrie dans le plan XY ont été étudiées. En raison de la faible épaisseur de l'anneau dans lequel sont prélevées les éprouvettes, les essais mécaniques n'ont pas été réalisés suivant la direction Z.

Le comportement mécanique et de la rupture sous sollicitation de **cisaillement** trans et interlaminaire des matériaux composites a fait l'objet de nombreuses publications ces dernières années. Alors que seul l'essai de torsion sur tube à paroi mince garantit une sollicitation de cisaillement pur, de nombreux modes de sollicitations mécaniques ont été proposés pour caractériser le comportement sous sollicitation de cisaillement de matériaux à architectures fibreuses plus ou moins complexes. Cependant, ces modes de sollicitation énumérés par Lee et Munro [91], induisent des composantes de contraintes normales parasites non négligeables perturbant la détermination des grandeurs mécaniques recherchées. Des études par éléments finis permettent de mettre en évidence ces composantes parasites, et de déterminer des coefficients de correction. Des travaux récents [92,93] montrent que les caractéristiques de cisaillement interlaminaire de composites C/C sont bien approchées à moindre coût par l'essai de compression à double entaille non symétrique. En ce qui concerne le **cisaillement intralaminaire**, l'essai de type **Iosipescu** a également fait l'objet de nombreux travaux [94-98]. L'influence de la

géométrie des éprouvettes et de la nature de la sollicitation appliquée (force ou déplacement), a été étudiée à l'aide de simulations par éléments finis couplées (ou non) à des mesures interférométriques. Des facteurs correctifs, relatifs à l'homogénéité des champs de contrainte et de déformation de cisaillement pur dans les zones de mesure, sont proposés en fonction de l'anisotropie des matériaux testés.

Conscients des perturbations engendrées lors d'essais Iosipescu, une étude essentiellement **qualitative** des modes d'endommagement sous sollicitation de cisaillement a été réalisée.

Par la suite, les **modes de fissuration** identifiés grâce à un montage de suivi in-situ de l'endommagement, ont été caractérisés en fonction de leur nature et de leur seuil d'apparition. Enfin, des corrélations ont été établies entre les phénomènes microscopiques mis en évidence et leurs incidences sur les grandeurs mécaniques macroscopiques mesurées.

La finalité de cette étude est de rechercher les variables d'endommagement macroscopiques représentatives des modes d'endommagement microscopiques identifiés sous chargements mécaniques, et qui soient susceptibles d'être introduites dans un modèle de comportement.

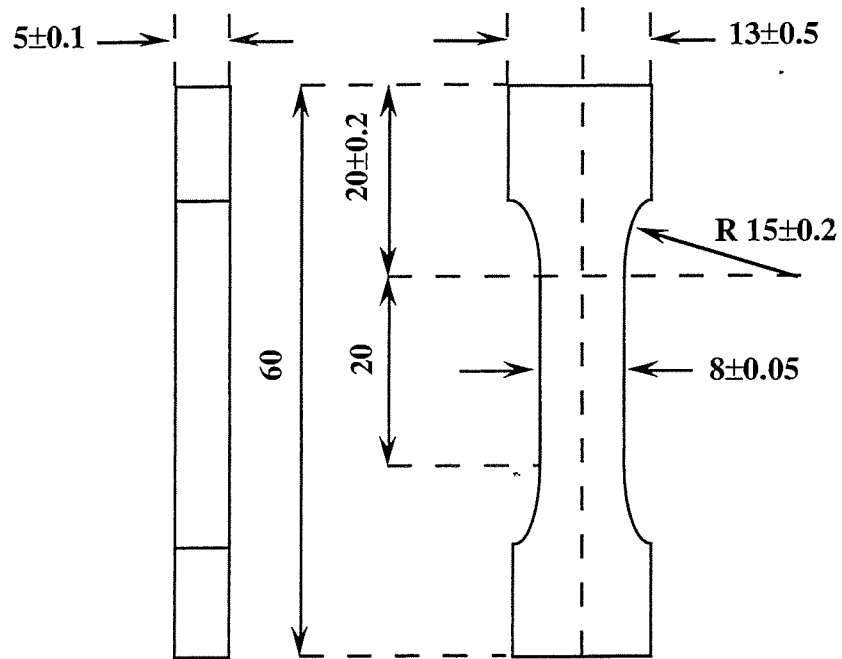
II - Procédure expérimentale.

1 - Essais de traction uniaxiale.

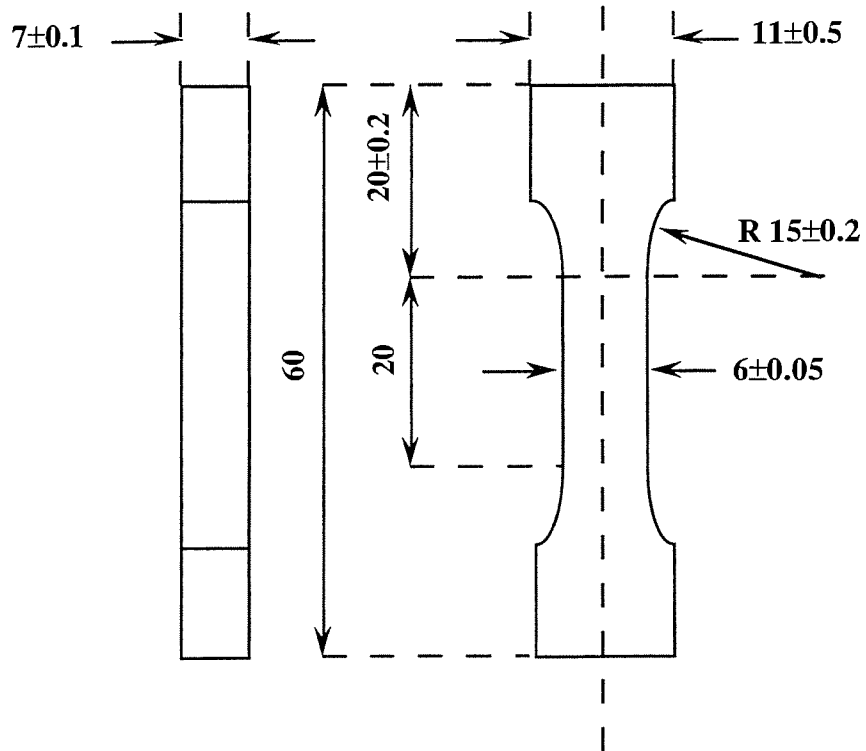
En raison de la symétrie orthotrope du composite C/C examiné, les trois plans XY, XZ et YZ ont été étudiés. La configuration de type "haltère" a été retenue pour les éprouvettes de traction. En outre, en raison de la faible épaisseur de la pièce, ainsi que du rayon de courbure non négligeable, les dimensions des éprouvettes pour l'observation du plan XY ont été choisies suivant les normes S.E.P. (figure 1). La section des éprouvettes pour l'observation des plans XZ et YZ a été légèrement modifiée (figure 2) de manière à couvrir au maximum le plan observé tout en garantissant une section de 40 mm² environ. Les éprouvettes de traction ont été collées sur des rallonges en AU4G (annexe).

La densité apparente des échantillons a été mesurée par la méthode de la double pesée en utilisant de l'orthophtalate de diéthyle comme liquide.

Les déformations longitudinales et transversales lors des essais de **traction uniaxiale suivant les directions X et Y** ont été mesurées à l'aide d'extensomètres à contact. L'asservissement en déplacement est contrôlé par l'extensomètre longitudinal: écartement entre les couteaux égal à 10 mm pour les essais avec suivi in-situ de l'endommagement, et à 20 mm pour les autres. L'extensomètre longitudinal est placé sur la face opposée à celle examinée pendant les essais avec suivi in-situ de l'endommagement. Il est placé sur la face latérale par rapport aux strates XY pour les autres essais. Cinq essais de **traction uniaxiale hors axes de symétrie dans le plan XY** ont également été réalisés, comprenant:



- Figure 1: dimensions normalisées des éprouvettes de traction (observation du plan XY) -



- Figure 2: dimensions normalisées des éprouvettes de traction (observation des plans XZ et YZ) -

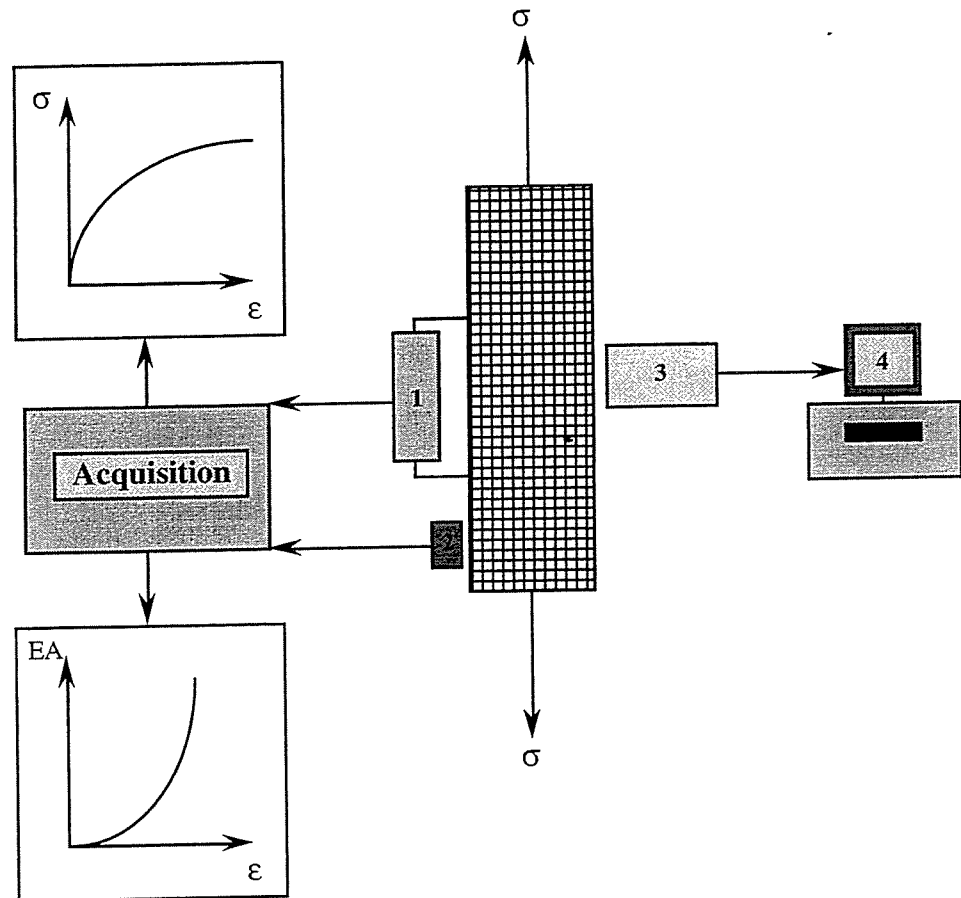
- deux essais à 45° . Les déformations sont mesurées par une rosette (-45° , 0° , $+45^\circ$) (Vishay, SA-06-120WR-350) sur chaque face XY, ainsi que par deux extensomètres longitudinaux à contact d'écartement 20 mm et placés sur les deux faces latérales par rapport au plan des strates,

- deux essais à 22.5° et un à 67.5° par rapport à la direction X. Les déformations sont mesurées par des extensomètres longitudinaux à contact d'écartement 20 mm et placés sur les faces latérales par rapport aux strates XY.

Les essais de traction uniaxiale ont été réalisés à l'aide d'un montage à mors rigides. Des études réalisées par Boehler [88] ont montré que ce type d'appareillage induisait des champs de contraintes parasites provoquant un profil d'éprouvette en "S" lors de ce type d'essai hors axes de symétrie. Toutefois, ces travaux ont été menés sur un composite carbone-époxyde unidirectionnel ayant un rapport d'anisotropie élevé (=18). Le rapport d'anisotropie du plan XY du matériau étudié est très inférieur, de l'ordre de 1.6. Il a été considéré en première approximation que ces perturbations étaient négligeables sur le comportement. En effet, des calculs menés par éléments finis (rapport interne S.E.P. - Le Haillan) ont mis en évidence que les surcontraintes dans les zones de mesure des jauges dans le plan XY sont négligeables (< 5%) sous ce type de sollicitation.

La vitesse de sollicitation a été prise égale à 0.05 \%min^{-1} (hypothèse de quasi-staticité) pour l'ensemble des essais. Des cycles de charge-décharge ont été réalisés.

Le suivi in-situ de l'endommagement s'effectue grâce à un montage mis au point en partie par Guillaumat [46] incluant (figure 3) un microscope optique (grandissements utilisés: x187, x295 et x416) reposant sur une platine (3 degrés de liberté en translation). L'ensemble est couplé à un système d'enregistrement vidéo comprenant une caméra CCD, un magnétoscope et un moniteur de contrôle. Un quadrillage en quinconce pour l'enregistrement vidéo de cinquante à soixante dix vues repérées par leurs coordonnées a été défini sur une des faces de l'éprouvette préalablement polie (figure 4).



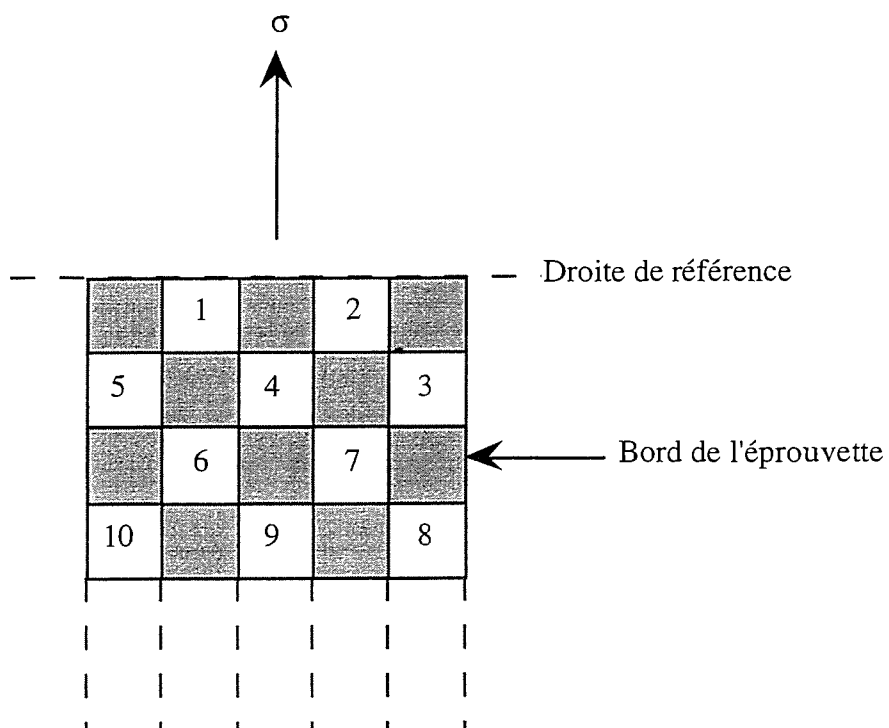
- 1: extensomètre,
- 2: capteur piézoélectrique (enregistrement de l'Emission Acoustique),
- 3: microscope et caméra vidéo,
- 4: magnétoscope et moniteur.

- Figure 3: montage expérimental de suivi in-situ de l'endommagement -

La zone d'observation représente globalement le cinquième de la totalité de la zone entre les couteaux de l'extensomètre. Cette méthodologie nous a permis, grâce à des paliers où le chargement est maintenu constant pendant l'examen de la surface, de suivre les mêmes zones (définies à l'état initial avant sollicitation) à divers niveaux de déformation (incluant l'état relaxé après rupture). L'ensemble des paliers de chargement a été défini de manière à couvrir la totalité de la courbe de comportement par pas de 0.05% de déformation longitudinale.

En outre, l'examen in-situ a permis de déterminer les déplacements (grandissement $\times 416$) à partir de l'évolution des coordonnées longitudinales d'une quarantaine de points (définis grâce à des singularités identifiées dans le matériau) à partir de l'état initial. Les coordonnées ont été relevées suivant cinq lignes (notées I, II, ..., V), orientées suivant l'axe de la sollicitation (figure 4). Les lignes I et V correspondent aux bords de l'éprouvette. La précision des mesures de coordonnées est égale à ± 2 mm. Cette approche, quoique moins précise, a été préférée à la méthode de marquage micro-lithographique [84], pour sa simplicité de mise en oeuvre. L'homogénéité du champ de déformation a également été étudiée à l'aide de deux extensomètres placés sur la même éprouvette.

L'examen de l'endommagement à l'intérieur des échantillons a été réalisée à partir d'un montage d'enrobage (résine époxyde) sous vide, et sous un état de tension préalablement choisi. Pour cela, un moule étanche est placé autour de l'éprouvette mise sous chargement. Une fois le vide réalisé grâce à une pompe, la résine est injectée dans le moule. L'éprouvette est maintenue sous charge le temps nécessaire à la polymérisation de la résine.



- 1, 2,..., 10, ...: numéro des vues repérées par leurs coordonnées (vues 3, 5, 8, 10, ...: bords de la zone utile)

- Figure 4: quadrillage de la surface de l'éprouvette pour le suivi in-situ lors des essais de traction uniaxiale -

L'enregistrement de l'activité acoustique a été effectué à l'aide d'une chaîne d'acquisition ayant les caractéristiques suivantes: bande passante 2 MHz-20 KHz, gain 0-60 dB, seuil 1V; un préamplificateur: bande passante 20-1200 KHz, gain 40 dB; et un capteur: bande passante 100-300 KHz.

Les faciès de rupture ont été observés au Microscope Electronique à Balayage.

Le tableau 1 résume l'ensemble des essais de traction uniaxiale réalisés.

Direction de sollicitation	Plan examiné in-situ	Déformation transversale mesurée	Nombre d'essais
X	XY	/	3
	XZ	/	2
	/	Y	2
	/	Z	3
Y	YX	/	4
	YZ	/	2
	/	X	2
	/	Z	3
45° (plan XY)	/	/	2
22.5° / X	/	/	2
67.5° / X	/	/	1

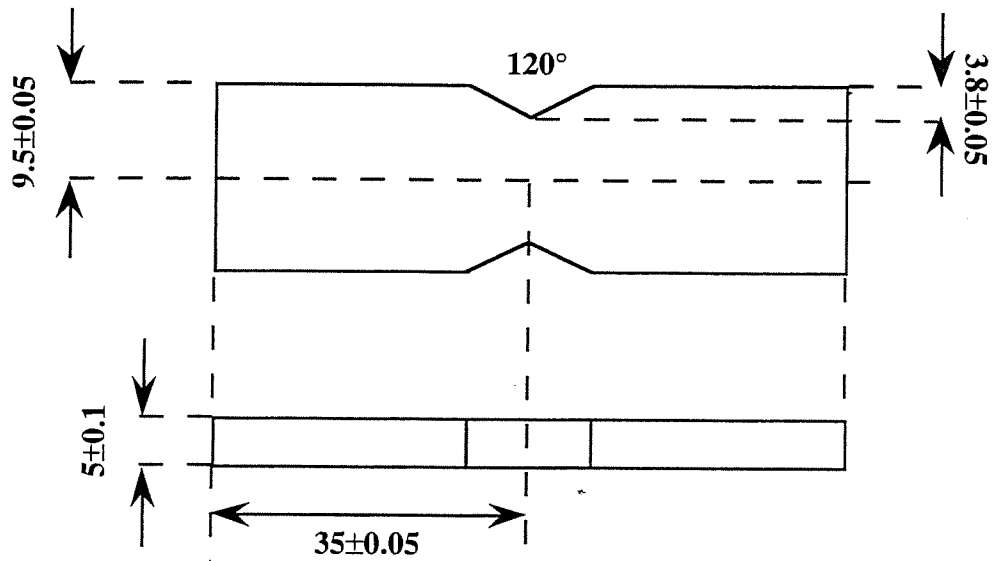
- Tableau 1: présentation des essais réalisés sous sollicitation de traction uniaxiale -

2 - Essais de cisaillement translaminaire de type Iosipescu.

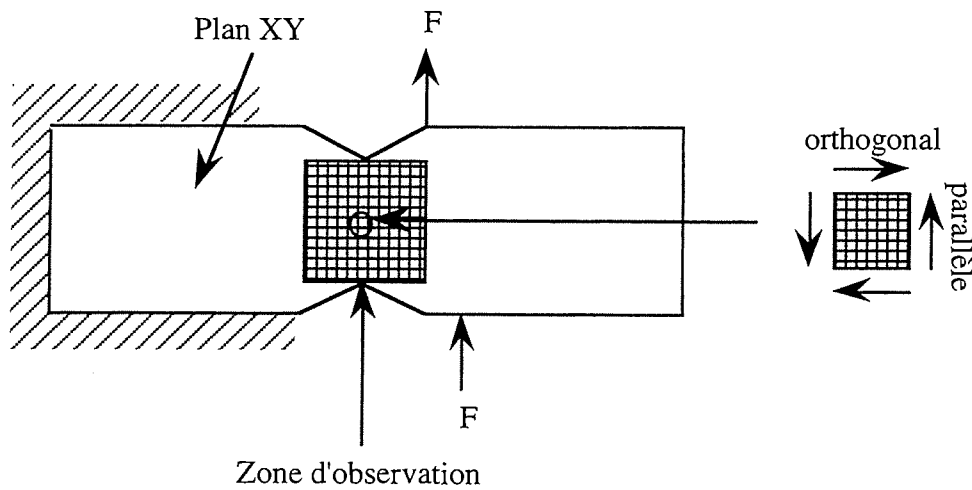
Les modes d'endommagement sous sollicitation de **cisaillement translaminaire** (plan XY) lors d'essais **Iosipescu** ont été déterminés par l'examen in-situ de l'une des faces des éprouvettes. Les dimensions normalisées des quatre éprouvettes testées (prélevées au coeur de la pièce) sont présentées à la figure 5. La même méthodologie que pour les éprouvettes de traction uniaxiale a été suivie. Seule la surface comprise entre les deux entailles a été examinée à l'aide du microscope optique (figure 6). Le schéma de principe est présenté à la figure 7. Une rosette à $\pm 45^\circ$ (Vishay CEA-06-125-WT 350) était collée sur la seconde face. Les conditions d'essais peuvent être considérées comme quasi statiques: déplacement traverse 0.05 mm.min^{-1} . Les quatre essais réalisés avec cycles de charge et décharge (jusqu'à charge nulle) et avec paliers de chargement sont présentés au tableau 2. Les orientations "parallèle" et "orthogonale" sont définies par rapport à l'axe de la sollicitation de traction appliquée au montage (figure 6).

Nombre d'essais réalisés	Directions cisillées	Nombre de vues enregistrées par palier	Pourcentage de surface couverte
2	X: parallèle Y: orthogonale	70	15-25 %
2	Y: parallèle X: orthogonale	70	25 %

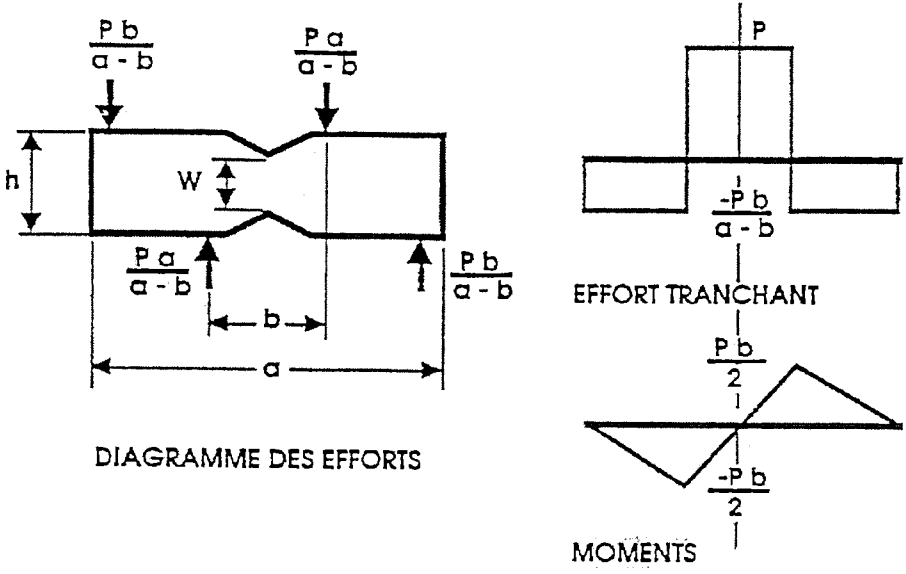
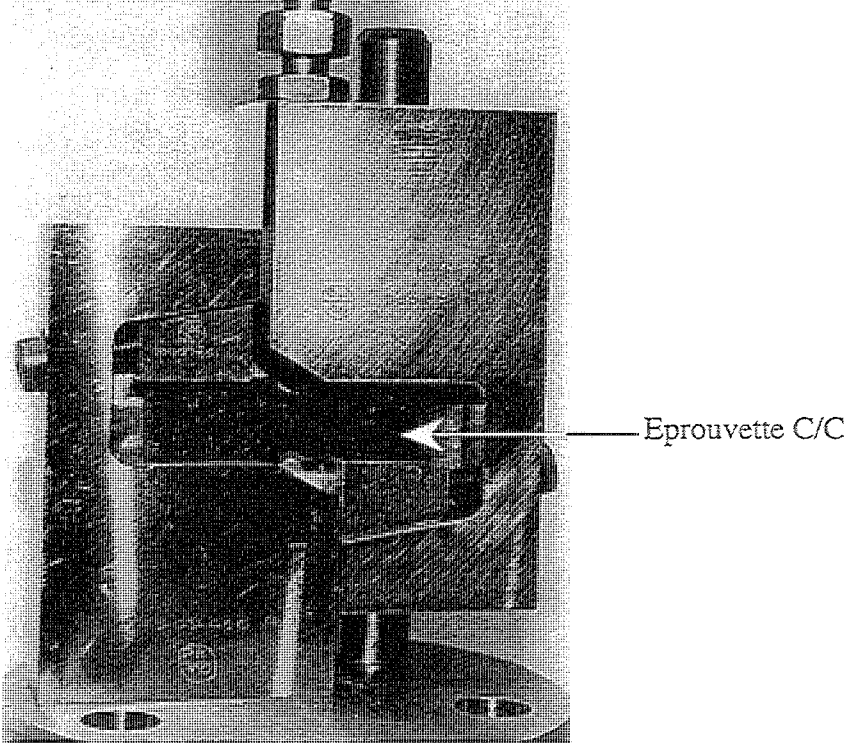
- Tableau 2: présentation des essais de cisaillement translaminaire réalisés avec suivi in-situ de l'endommagement -



- Figure 5: dimensions normalisées des éprouvettes de cisaillement translaminaire de type Iosipescu -



- Figure 6: présentation de l'essai de cisaillement de type Iosipescu avec suivi in-situ de l'endommagement -



- Figure 7: présentation du montage Iosipescu - schéma de principe -

III - Résultats des essais de traction uniaxiale suivant les axes de symétrie du matériau.

1 - Description des courbes de comportement.

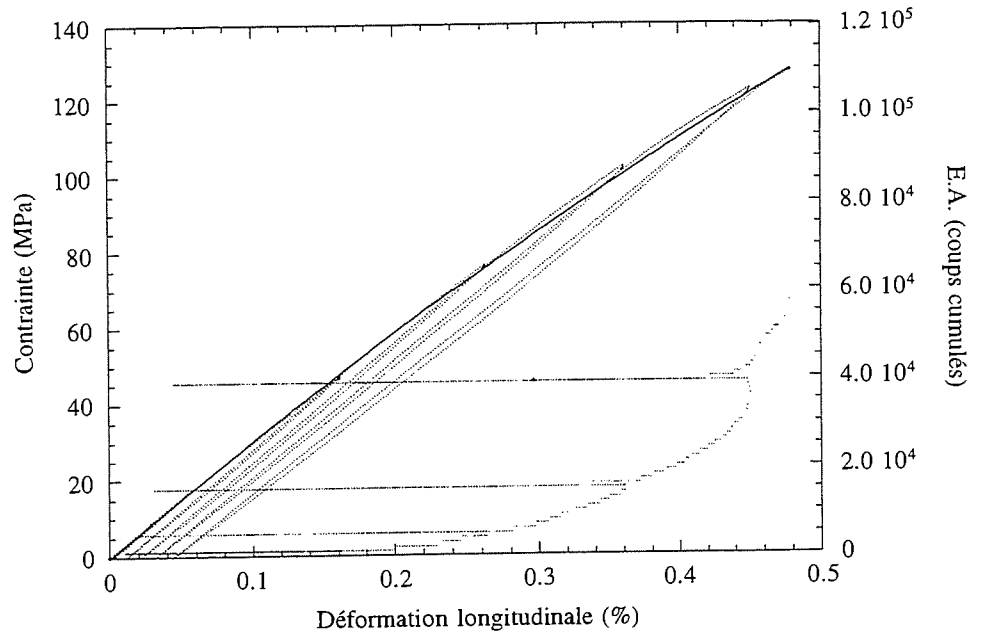
Les figures 8 et 9 présentent les courbes de comportement obtenues sous sollicitation de traction uniaxiale respectivement suivant les directions X et Y avec des cycles de charge décharge. Sur ces mêmes figures, sont représentées les courbes de comportement qualifiées de "stabilisées", et obtenues en reliant les valeurs des contraintes après relaxation ($\leq 6\%$ de la contrainte appliquée) lors des paliers de chargement réalisés pour l'examen in-situ de l'endommagement (durée moyenne 40-45 min). Cette précaution prise, lors des cycles, la courbe de recharge passe par le point de déchargement. L'ensemble des résultats présentés dans la suite en fonction des contraintes le seront avec les valeurs des contraintes "stabilisées".

La densité apparente de l'ensemble des éprouvettes testées est de 1.93 ± 0.05 .

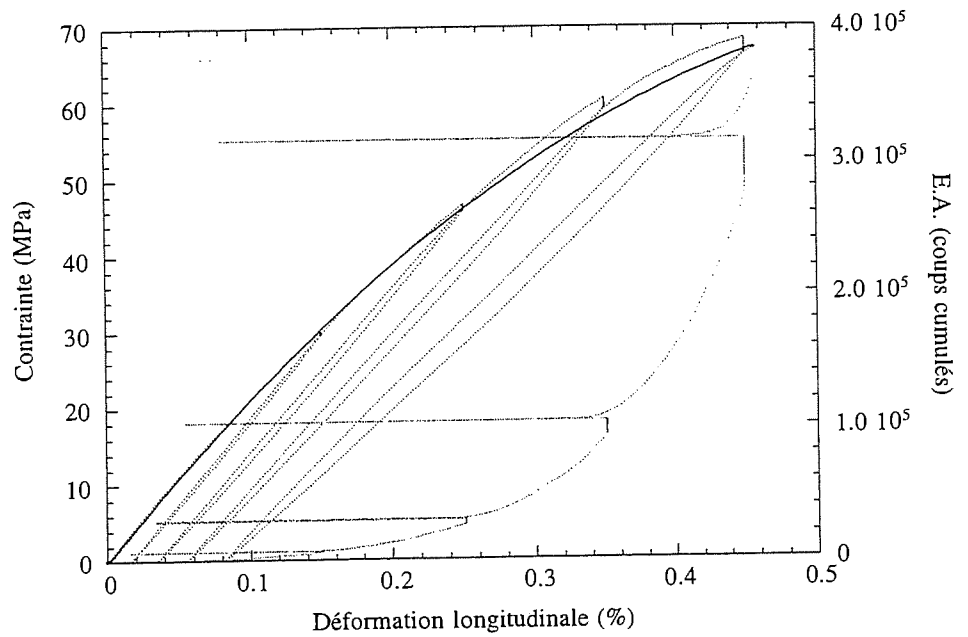
Quoique la courbe de comportement soit non linéaire dès l'état initial, les modules d'Young initiaux ont été calculés à partir des pentes des tangentes à l'origine. Cette non linéarité est attribuée à l'endommagement initial du matériau. Les grandeurs mécaniques initiales obtenues sont présentées dans le tableau 3.

E_X^0 (GPa)	E_Y^0 (GPa)	ν_{XY}^0	ν_{XZ}^0	ν_{YZ}^0
33 ± 2	22.2 ± 0.5	0.18 ± 0.01	0.21 ± 0.02	0.39 ± 0.02

- Tableau 3: modules élastiques orthotropes initiaux mesurés du composite 2.5 D C/C -



- Figure 8: courbes de comportement expérimentale et stabilisée de traction uniaxiale X -

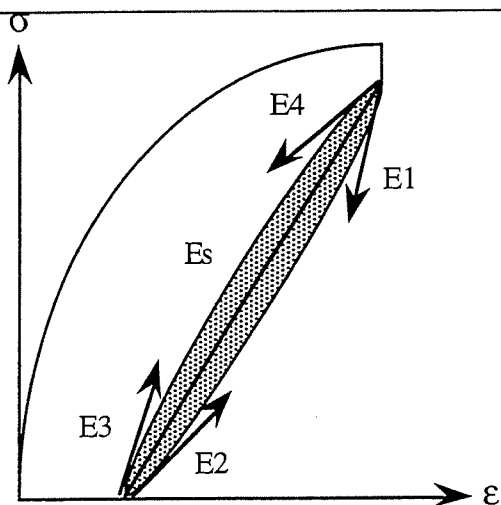


- Figure 9: courbes de comportement expérimentale et stabilisée de traction uniaxiale Y -

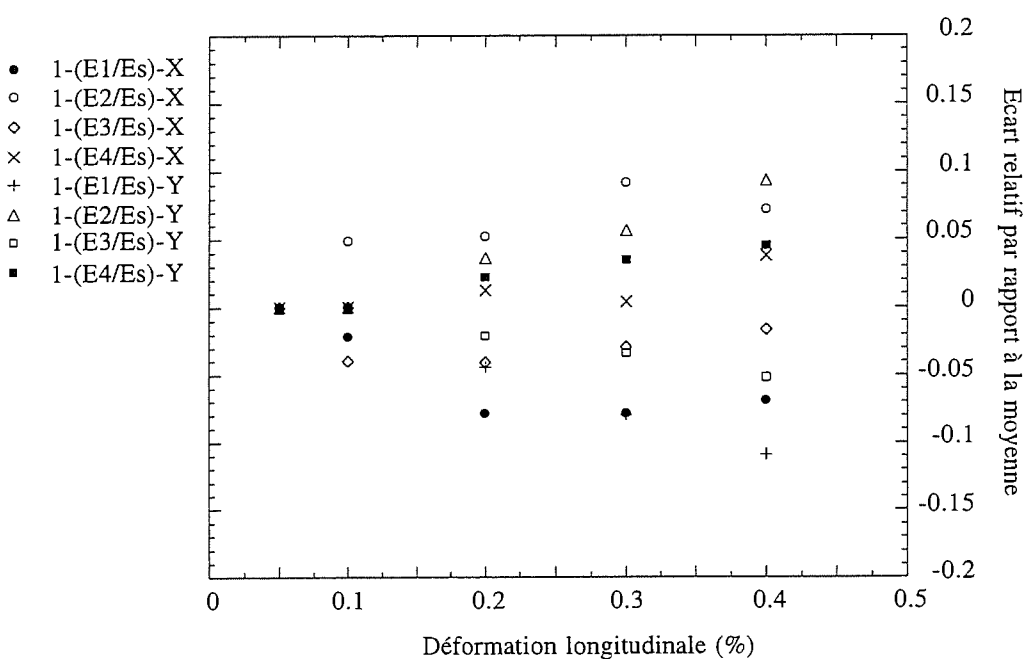
Les modules élastiques présentent une faible dispersion. L'existence d'une architecture fibreuse différente suivant la direction Y comparativement à la direction X se traduit par un module d'Young plus faible suivant la direction Y.

La détermination de la perte de rigidité représentative de l'évolution de l'endommagement subi par le matériau est affectée par la présence de différents mécanismes avec frottement au cours d'un cycle de charge-décharge. La figure 10 présente les quatre modules tangents aux sommets des boucles d'hystérésis, ainsi que le module sécant, envisageables pour quantifier l'endommagement subi par l'échantillon. Une étude analogue a été menée par Reynaud [85] pour optimiser le choix d'un paramètre d'endommagement, à savoir la perte de rigidité, lors des essais de fatigue cyclique sur un composite à matrice céramique. Quoique les mécanismes d'endommagement puissent être différents, ce dernier montre que les valeurs des différents modules ainsi calculés convergent vers une valeur moyenne stabilisée au cours des cycles. Toutefois, la figure 11 met en évidence que les écarts entre ces différents modules demeurent inférieurs à 10%, de sorte que le module d'Young sécant est une approximation acceptable. La figure 12 montre non seulement, que l'endommagement pour une sollicitation suivant la direction Y est plus important que suivant X, mais aussi qu'il existe une relation de proportionnalité entre l'écart à la linéarité et la perte de rigidité ($1 - \frac{E_s}{E_0}$).

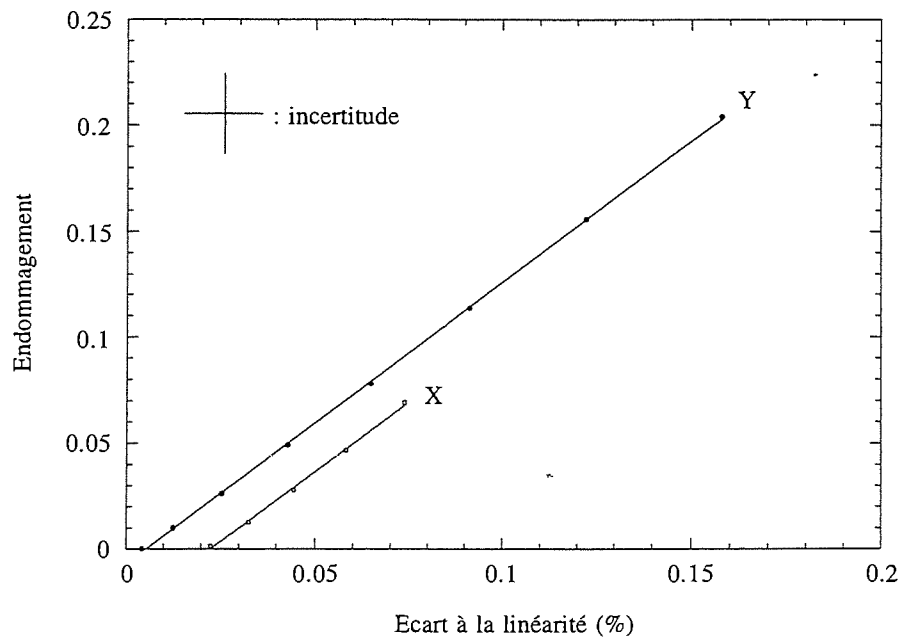
L'enregistrement de l'activité acoustique débute pour une déformation longitudinale de 0.05%. Il se développe jusqu'à rupture de manière exponentielle, mettant en exergue le fait que l'essentiel de l'enregistrement de l'émission acoustique se situe à proximité de la rupture. Les figures 8 et 9 montrent que lors des cycles, aucune activité acoustique n'est enregistrée. On peut penser que la dissipation par frottements lors des fermetures (et ouvertures) des fissures créées sous sollicitation mécanique n'est pas suffisante pour générer des signaux détectables.



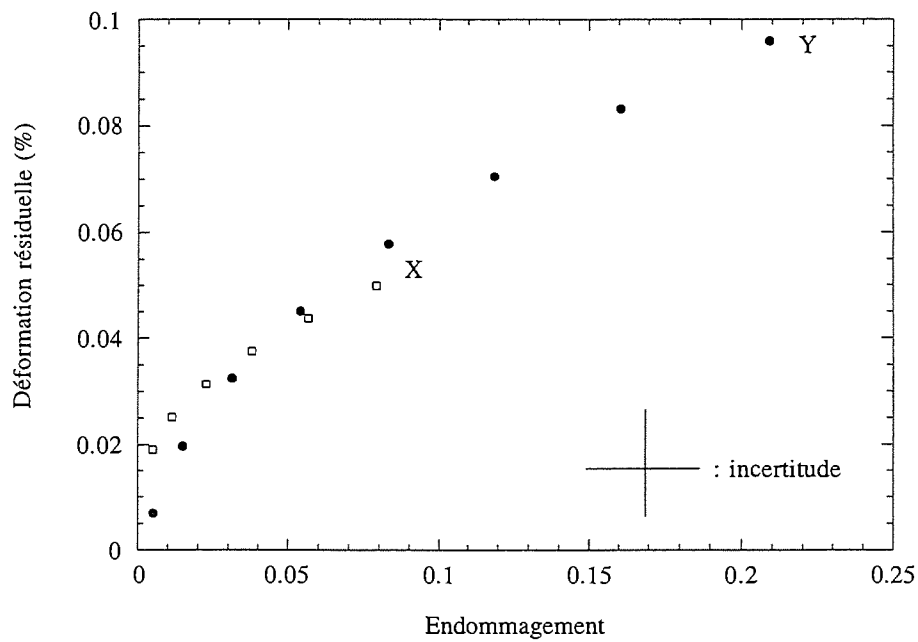
- Figure 10: présentation des différents modules d'Young envisageables pour quantifier l'évolution de la rigidité au cours d'essais cyclés -



- Figure 11: évolution des écarts entre les modules d'Young E_i ($i=1-4$) et le module d'Young sécant en fonction de la déformation longitudinale sous sollicitation de traction uniaxiale suivant les directions X et Y -



- Figure 12: évolution de l'endommagement ($1 - \frac{E}{E_0}$) en fonction de l'écart à la linéarité pour les deux directions de sollicitation X et Y -



- Figure 13: évolution de la déformation résiduelle en fonction de l'endommagement ($1 - \frac{E}{E_0}$) pour une sollicitation de traction uniaxiale suivant les directions X et Y -

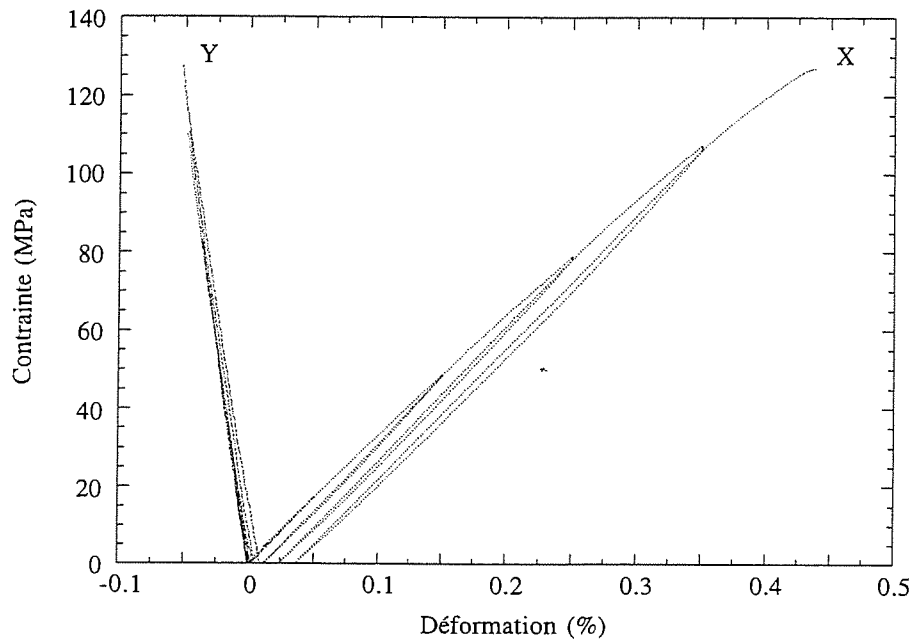
La déformation résiduelle longitudinale est observée lorsque la déformation longitudinale totale appliquée a dépassé 0.05%. Ce résultat est en accord avec l'enregistrement de l'activité acoustique. La figure 13 montre que l'évolution de la déformation résiduelle en fonction de l'endommagement suit une loi analogue pour les deux directions de sollicitation X et Y. Les courbes de comportement avec enregistrement des déformations transverses sont présentées aux figures 14, 15 et 16. L'évolution des coefficients de Poisson en fonction de la déformation longitudinale est représentée à la figure 17.

Le comportement mécanique du composite 2.5 D C/C sous sollicitation de traction uniaxiale peut donc être considéré comme **élastique endommageable avec déformations anélastiques**.

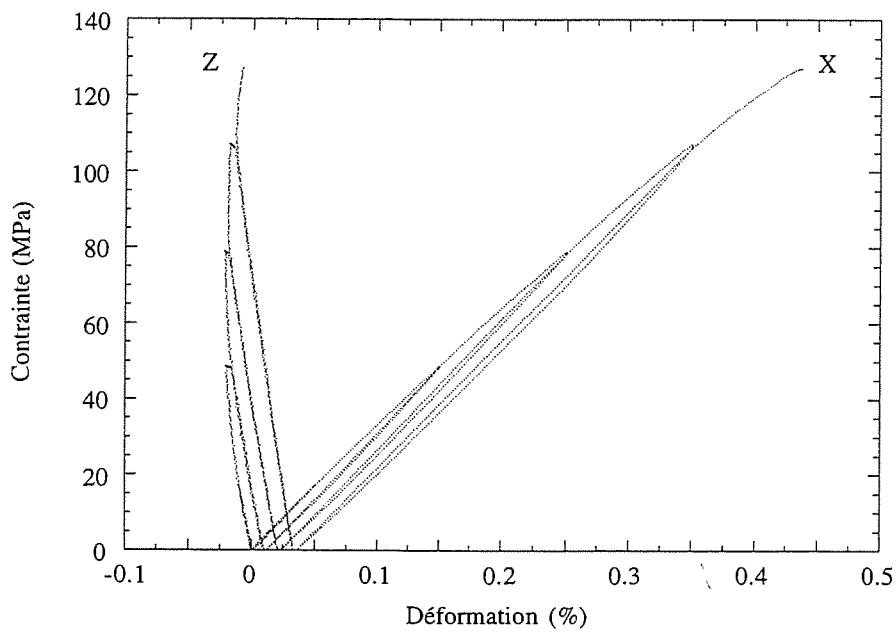
Les valeurs des déformations et contraintes à rupture (tableau 4) présentent une faible dispersion. La rupture se produit à même déformation, mais à un niveau de contrainte globalement deux fois plus élevé pour une sollicitation suivant la direction X comparativement à Y. Ce résultat est imputable aux spécificités morphologiques différentes dans la direction Y de celles présentes suivant la direction X. La rupture sous ce type de sollicitation sera examinée au chapitre V.

Direction de sollicitation	σ^r (MPa)	ϵ^r (%)
X	126.6±4.6	0.48±0.06
Y	64.5±4.9	0.47±0.07

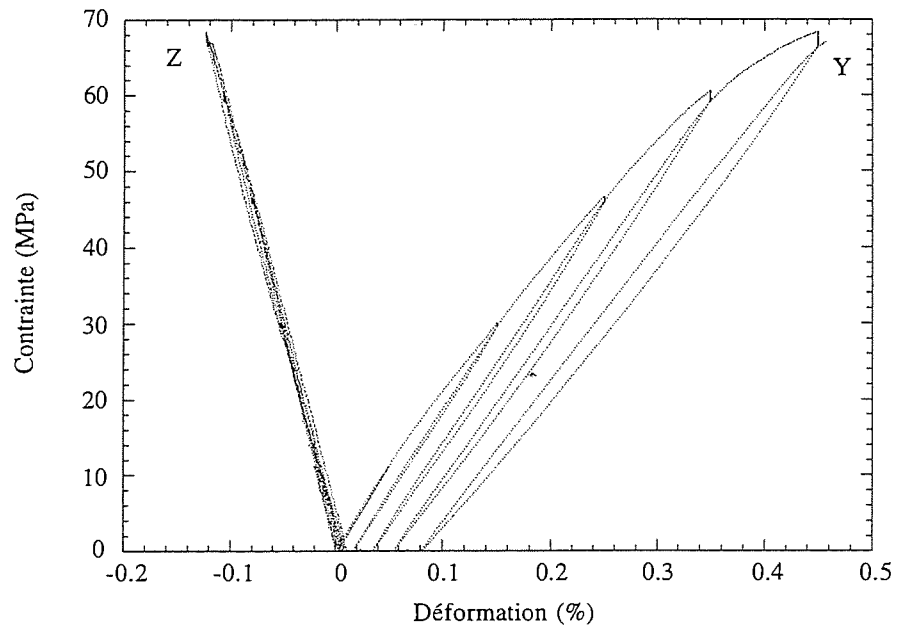
- Tableau 4: contraintes et déformations à rupture sous sollicitation de traction uniaxiale suivant les directions X et Y du 2.5 D C/C étudié -



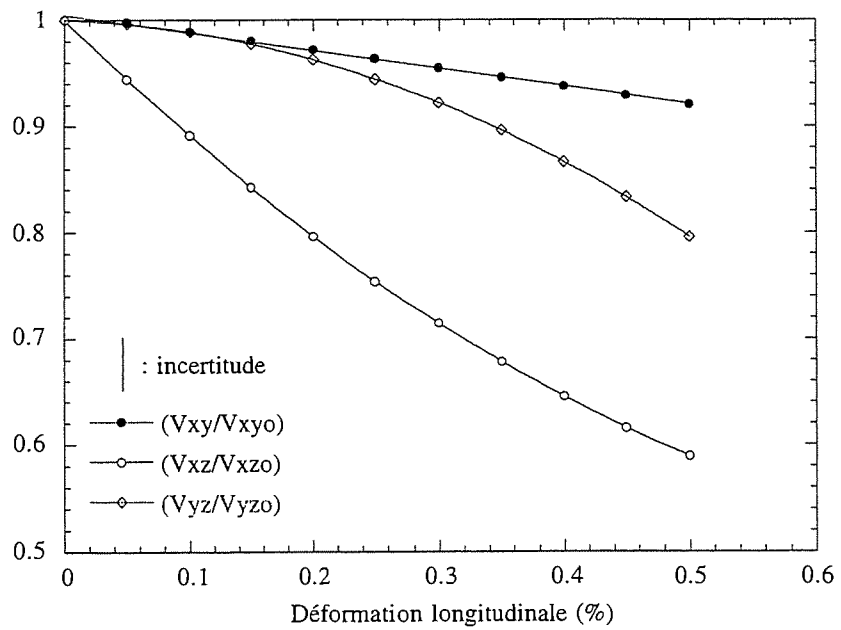
- Figure 14: courbe de comportement sous sollicitation de traction uniaxiale X (déformation longitudinale X et transversale Y) -



- Figure 15: courbe de comportement sous sollicitation de traction uniaxiale X (déformation longitudinale X et transversale Z) -



- Figure 16: courbe de comportement sous sollicitation de traction uniaxiale Y (déformation longitudinale Y et transversale Z) -



- Figure 17: évolution des variations des coefficients de Poisson en fonction de la déformation longitudinale -

2 - Aspects morphologiques de l'endommagement.

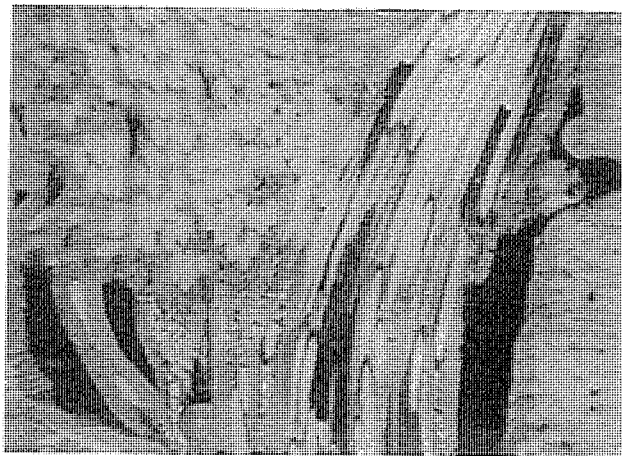
2.1 - Identification des modes d'endommagement.

Les trois mêmes modes d'endommagement ont été identifiés suivant les directions d'orthotropie X et Y, à savoir:

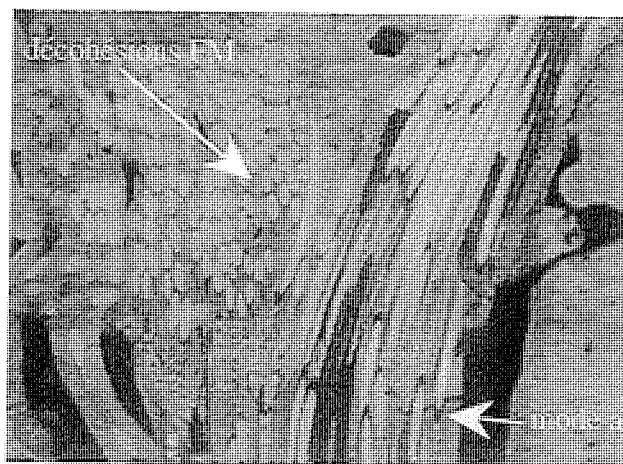
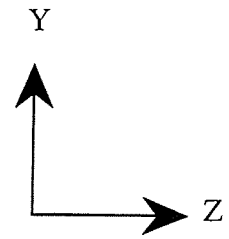
mode a: la fissuration intra-fil (figures 18 et 19) se développe préférentiellement dans les fils transverses, et plus particulièrement dans les fils Z. Ce mode de fissuration est matriciel et/ou décohésif (au voisinage de la fibre). Son trajet est dicté par la forte anisotropie du pyrocarbone, ainsi que par la présence éventuelle de porosité. En outre, la fissuration intra-fil présente à l'état initial ne progresse généralement pas au cours de l'essai.

mode b: la fissuration matricielle inter-fils (figures 20, 21 et 22) se développe aux croisements des fils. De façon analogue au mode a, son site d'amorçage est dicté par la présence de la porosité inter-fils couplée à la forte anisotropie du pyrocarbone.

mode c: la macro-fissuration matricielle (figures 23, 24 et 25) avec pontage par les fibres longitudinales s'amorce entre un fil transverse et/ou une zone inter-fils, et un fil longitudinal. L'orientation des fissures est majoritairement orthogonale à la direction de sollicitation. On observe aussi des fissures matricielles d'orientation parallèle au chargement, ainsi que des fissures dont l'orientation bifurque à 90°. Il a été mis en évidence que la macro-fissuration s'amorçait par le **mode c₁**. Ce mode se caractérise par la longueur de fissures qui reste inférieure à la distance entre deux fils longitudinaux voisins. Le mode c₁ définit une limite à partir de laquelle le **mode c₂** est susceptible de s'amorcer.

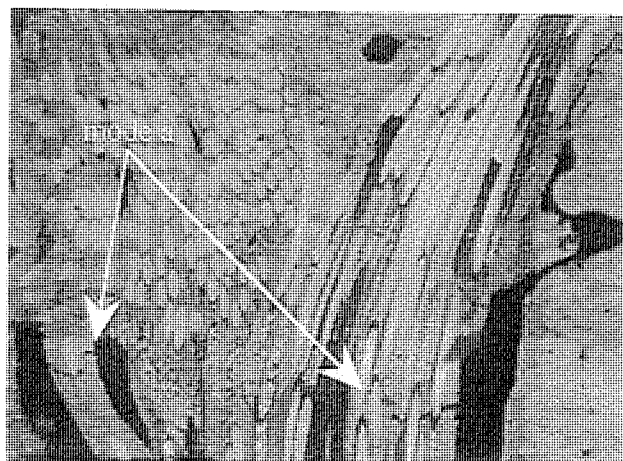


Etat initial



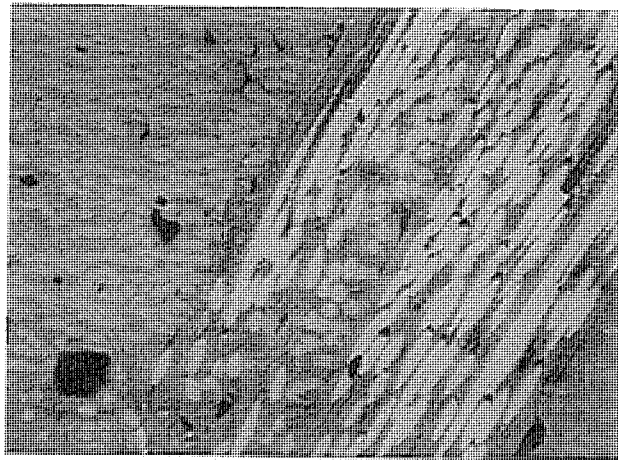
Etat 0.3%

100 μ m

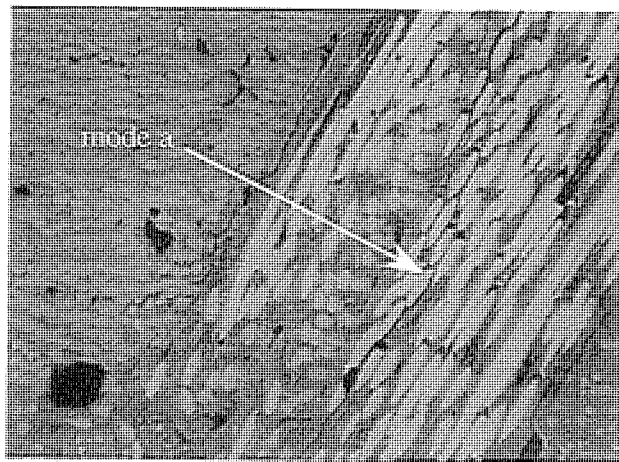
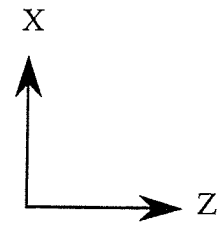


Etat 0.4%

- Figure 18 : mise en évidence du mode a (orthogonal) sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y -

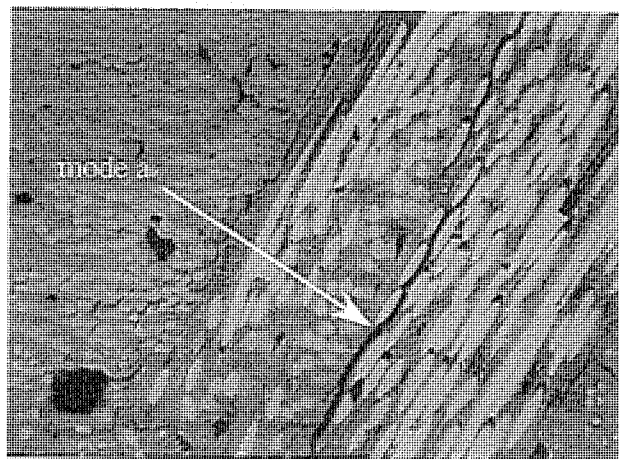


Etat initial



Etat 0.25%

100 μ m

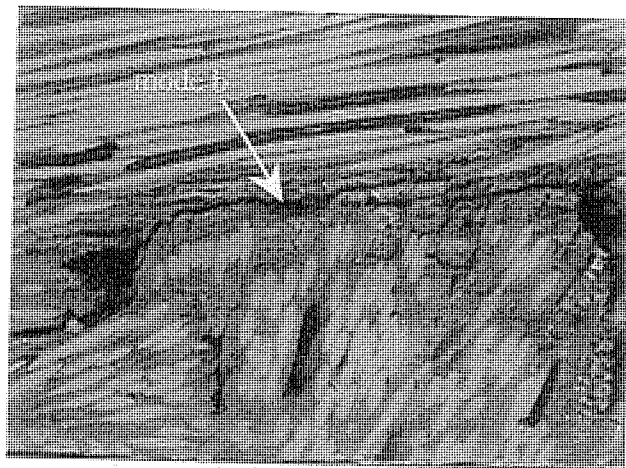
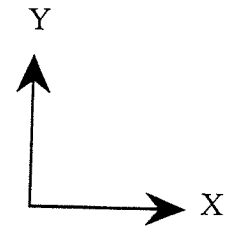


Etat 0.35%

- Figure 19 : mise en évidence du mode a (parallèle) sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction X -

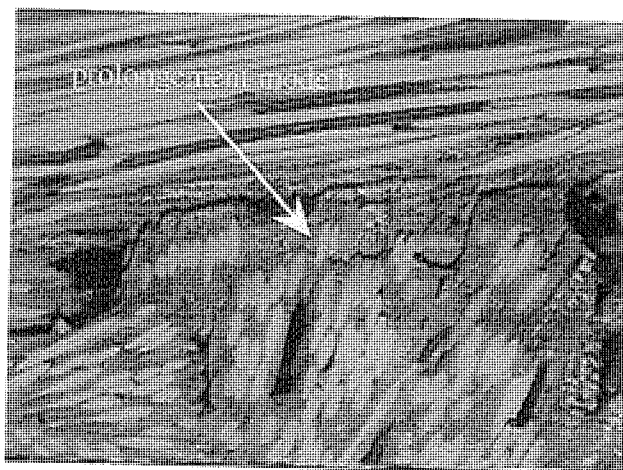


Etat initial



Etat 0.3%

100 μ m

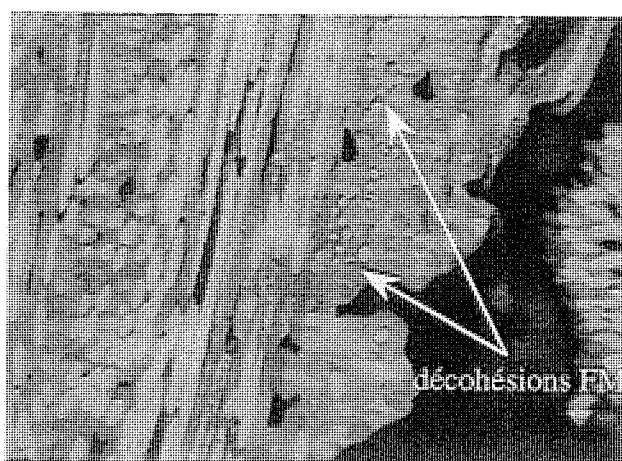
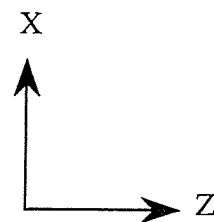


Etat 0.4%

- Figure 20 : mise en évidence du mode b (orthogonal) sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y -

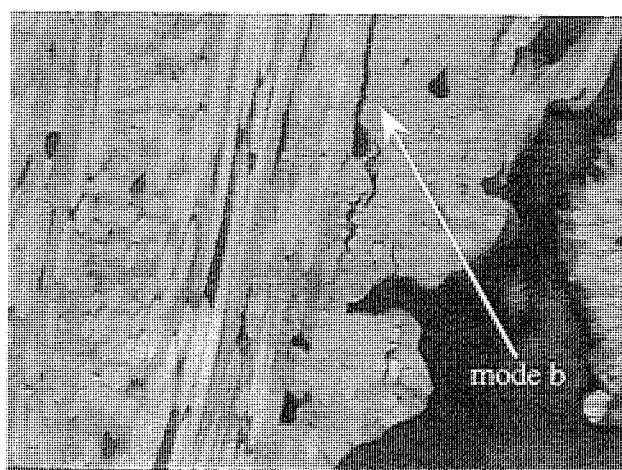


Etat initial



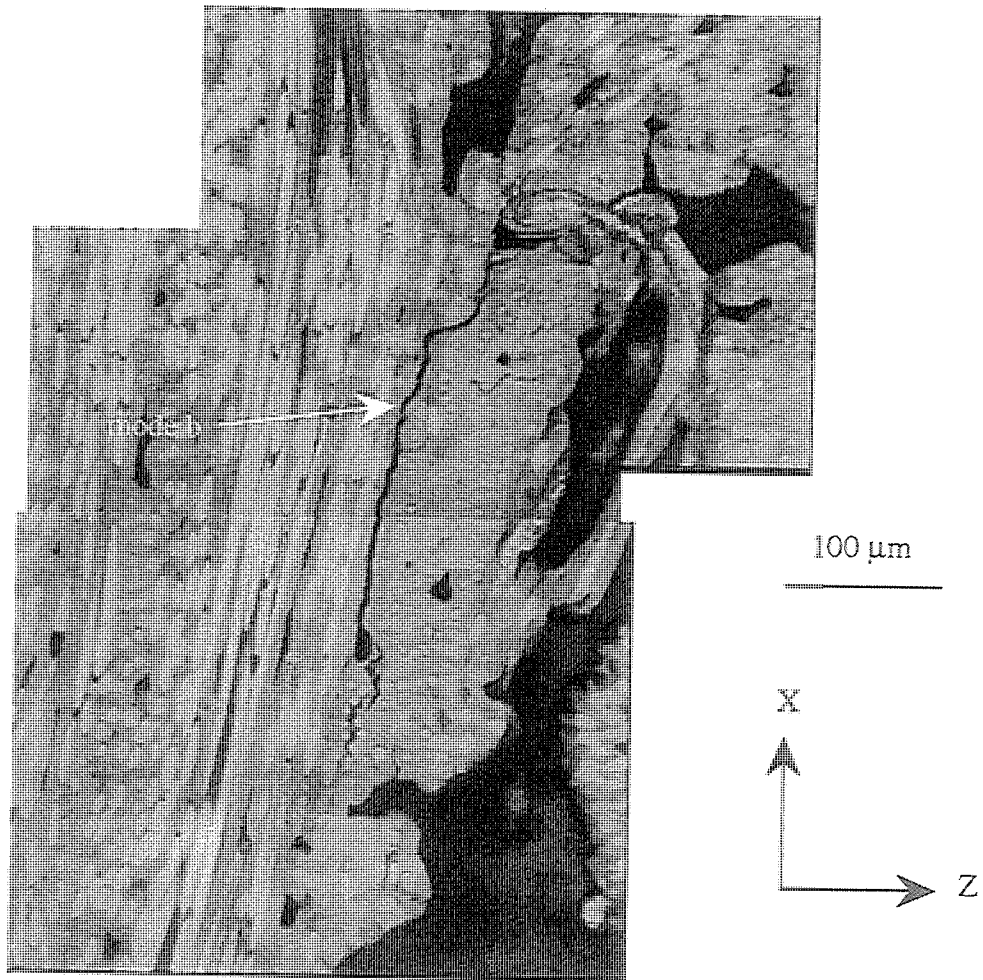
Etat 0.3%

100 μ m

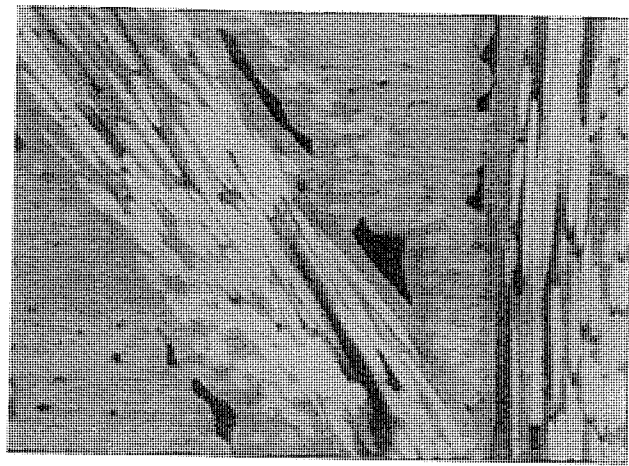


Etat 0.4%

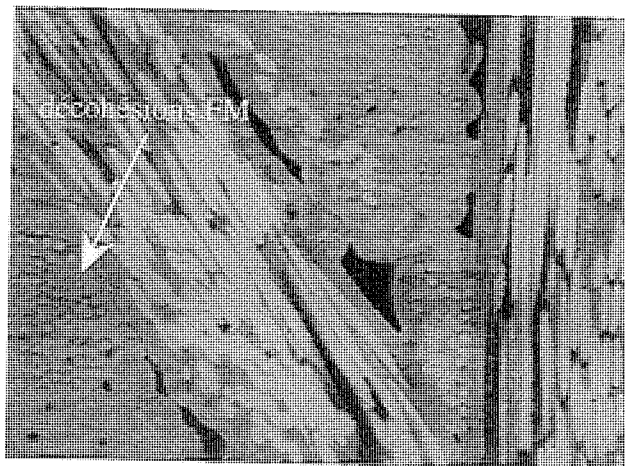
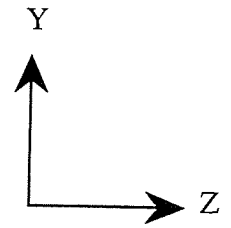
- Figure 21 : mise en évidence du mode b (parallèle) sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction X -



- Figure 22 : mise en évidence du mode b (parallèle) sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction X -

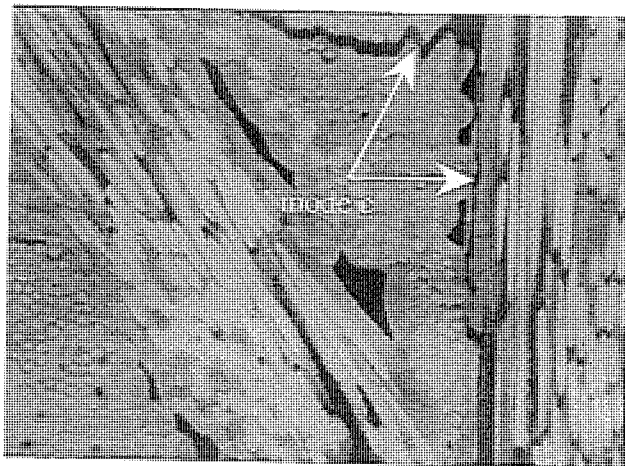


Etat initial



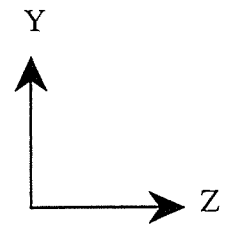
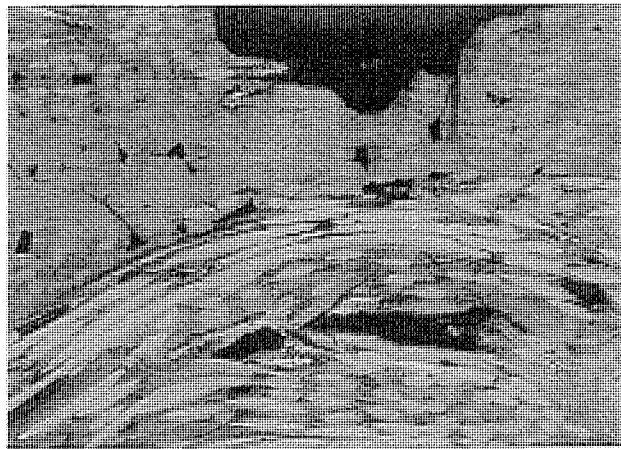
Etat 0.3%

100 μ m

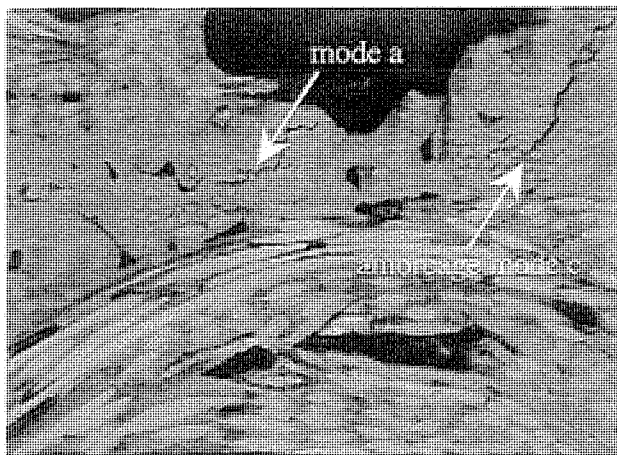


Etat 0.4%

- Figure 23 : mise en évidence du mode c sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y -

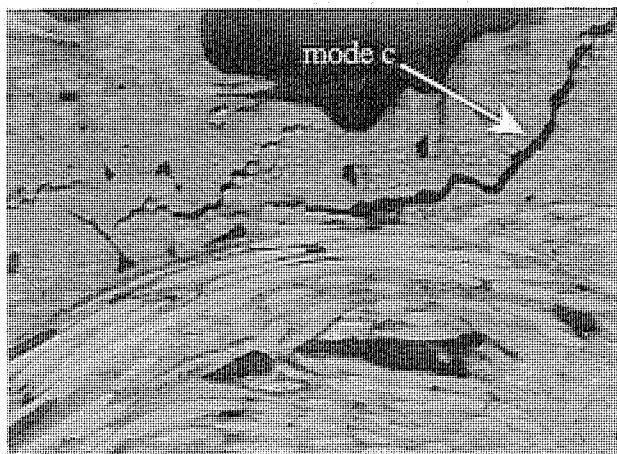


Etat initial



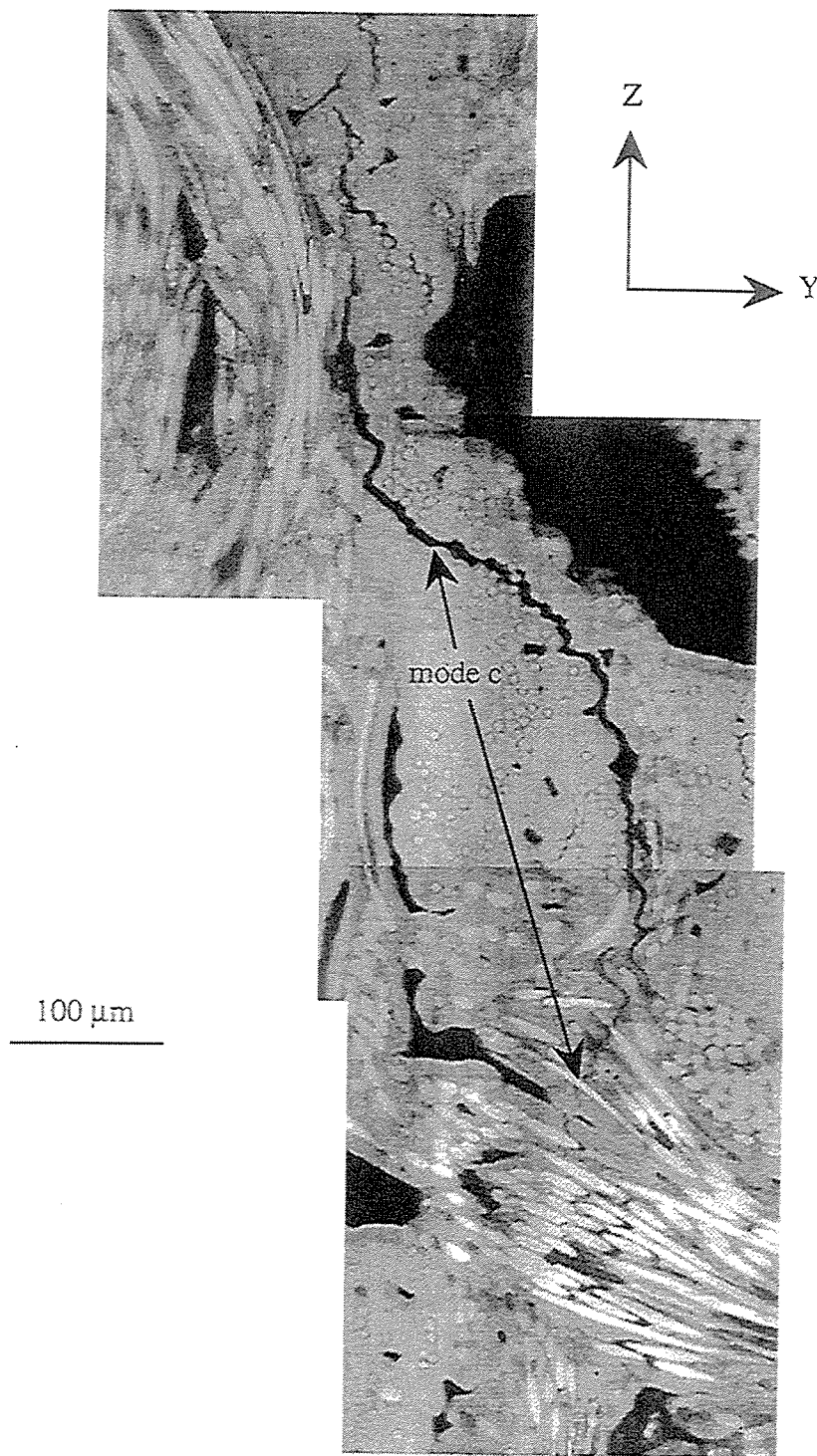
100 μ m

Etat 0.3%



Etat 0.4%

- Figure 24 : mise en évidence du mode c sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y -



- Figure 25 : mise en évidence du mode c (orthogonal) sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y -

Le mode c_2 se développe préférentiellement orthogonalement à la sollicitation. La longueur moyenne des fissures inclut deux à trois fils longitudinaux. L'ouverture de ces fissures évolue, en surface de l'échantillon, entre 2 et 20 μm .

Quoique difficile à établir à partir de vues enregistrées lors de paliers de chargement, l'indépendance de ces trois modes d'endommagement a été postulée. En effet, leur amorçage ne résulte pas de l'évolution du précédent, mais se superpose à celui-ci. Ces trois modes d'endommagement sont schématisés à la figure 26.

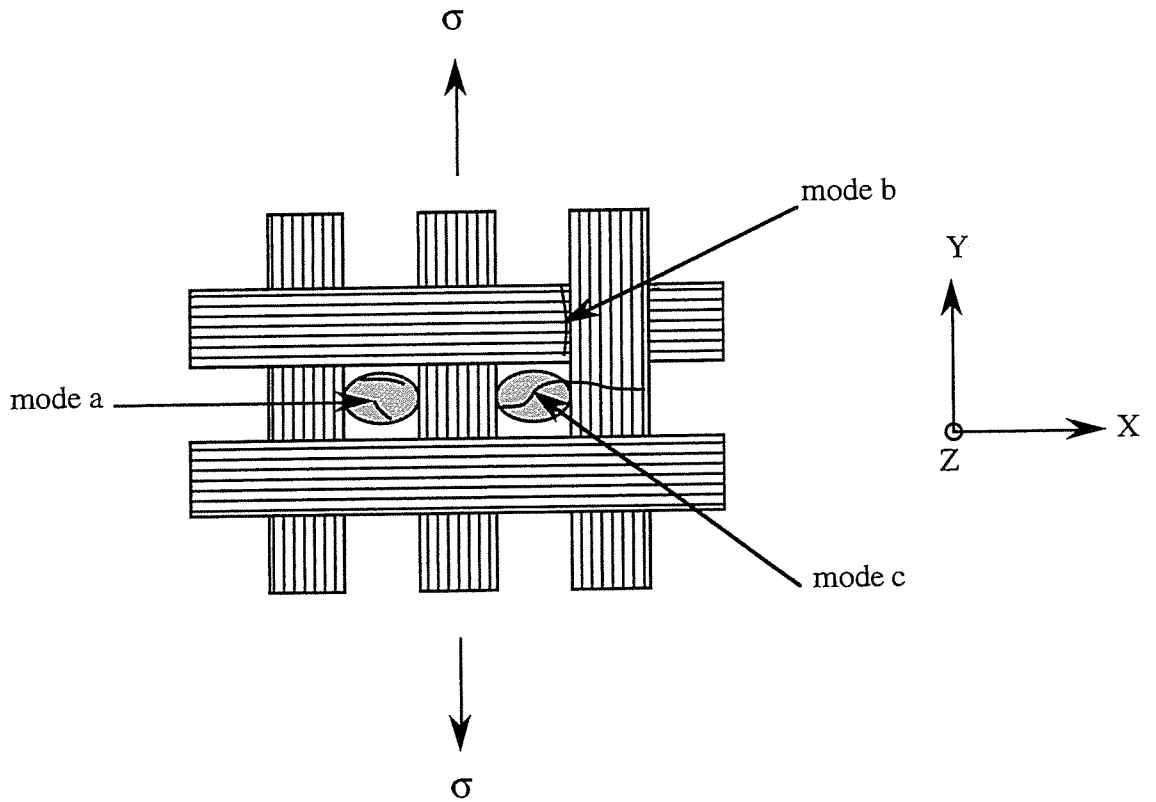
2.2 - Seuils d'apparition des modes d'endommagement.

Les plages d'amorçage des différents modes de fissuration sont présentées dans le tableau 5.

Direction de sollicitation		mode a	mode b	mode c_1	mode c_2
X	ε :	0.05-0.1%	0.1-0.2%	0.2-0.3%	0.3-0.35%
	σ :	16-30 MPa	30-60 MPa	60-90 MPa	90-100 MPa
Y	ε :	0.05-0.1%	0.05-0.15%	0.1-0.2%	0.2-0.3%
	σ :	10-20 MPa	10-30 MPa	20-40 MPa	40-50/55 MPa

- Tableau 5: niveaux d'apparition des modes d'endommagement identifiés sous sollicitation de traction uniaxiale -

Le **mode a** est amorcé à une déformation longitudinale de 0.05%, quelle que soit la direction de sollicitation testée. Ce résultat est en accord, d'une part, avec le début de l'émission acoustique, et d'autre part, avec l'apparition des déformations résiduelles.



- Figure 26: schématisation des modes d'endommagement identifiés sous sollicitation de traction uniaxiale -

Le **mode b** est amorcé suivant la direction Y à une déformation de 0.05% plus faible que suivant la direction X. Ce résultat peut être logiquement attribué à la présence d'imperfections d'alignement des fils suivant cette direction (embuvage, recouvrement, aiguilletage, ...).

La même explication peut être proposée pour le déphasage de 0.05-0.1% entre les niveaux d'apparition du **mode c** d'endommagement pour les deux directions de sollicitation X et Y.

Il est à noter qu'entre le niveau d'apparition des différents modes d'endommagement et la rupture de l'échantillon, aucune phase de saturation n'a été mise en évidence. Les densités des modes de fissuration évoluent jusqu'à la rupture ultime du composite, de manière globalement linéaire avec le chargement.

2.3 - Caractérisation des modes d'endommagement.

L'examen in-situ des modes a, b et c révèle qu'ils sont répartis de façon homogène. Les zones d'embuvage suivant la direction Y n'ont pas été identifiées comme des sites privilégiés d'endommagement. En outre, les zones de recouvrement n'ayant pu être détectées lors des examens au microscope, elles n'ont pas été identifiées comme sites privilégiés d'endommagement.

Les examens microscopiques en surface (par suivi in-situ de l'endommagement), et dans le volume des échantillons (par enrobages sous charge, ainsi que les observations des éprouvettes après rupture) ont permis de caractériser les différents modes de fissuration grâce aux densités de fissures (tableau 6). Le mode c n'est pas séparé en modes c_1 et c_2 car les objectifs utilisés n'ont pas permis de les différencier à l'échelle choisie pour déterminer les densités.

Modes (i)	Plan Xy (j)	Plan Yx	Plan Xz	Plan Yz
a (orthogonal)	1.04±0.18	1.04±0.58	0.82±0.30	1.54±0.07
a (parallèle)	0.82±0.75	0.32±0.26	0.61±0.34	0.47±0.19
b (orthogonal)	0.46±0.05	0.28±0.08	0.38	0.09
b (parallèle)	0.38±0.37	0.10±0.02	0.18±0.08	0.41±0.15
c (orthogonal)	0.43±0.08	0.46±0.40	0.25±0.12	0.21±0.07
c (parallèle)	0.13	0.18±0.08	0.20±0.07	0.11±0.01

- (i): direction de fissuration par rapport à la direction de sollicitation.

- (j): la lettre majuscule définit la direction de sollicitation.

- Tableau 6: densités surfaciques de fissures (mm^{-2}) déterminées in-situ après rupture des échantillons (11 éprouvettes) -

Il apparaît que les densités de fissures sont faibles par rapport à celles observées pour les composites à matrice céramique (SiC/SiC) [89]. La répartition des modes dépend peu du plan considéré. La densité du mode a est en moyenne comprise entre 1 et 2 fissures. mm^{-2} , celle du mode b entre 0.5-0.6 fissure. mm^{-2} , et celle du mode c entre 0.4-0.5 fissure. mm^{-2} .

La répartition volumique des modes d'endommagement a été étudiée à proximité de la rupture suivant les deux plans XY et XZ d'une éprouvette sollicitée suivant la direction X, et enrobée sous charge et sous vide. Les tableaux 7 et 8 présentent les densités mesurées en fonction de la distance par rapport à la surface de cet échantillon.

Distance / surface Modes	Etat 1 surface échantillon	Etat 2 0.74±0.01 (mm)	Etat 3 1.41±0.02 (mm)	Etat 4 2.22±0.02 (mm)	Etat 5 2.93±0.02 (mm)	Etat 6 3.65±0.02 (mm)
a (ortho.)	0.153	0.162	0.063	0.090	0.063	0.072
a (para.)	0.144	0.036	0.018	0.009	/	0.018
b (ortho.)	0.090	0.063	0.045	0.117	0.099	0.018
b (para.)	0.027	0.072	0.100	0.081	0.009	0.036
c ₁ (ortho.)	0.297	0.189	0.108	0.090	0.063	0.054
c ₁ (para.)	0.009	0.018	0.009	/	/	/
c ₂ (ortho.)	0.072	0.045	0.009	0.027	0.018	0.027
c ₂ (para.)	/	/	/	/	/	/

- Tableau 7: répartition dans le volume des densités surfaciques (mm^{-2}) des fissures créées sous sollicitation de traction uniaxiale (1 éprouvette, 95% σ^f , plan Xy) -

Distance / référence Modes	Etat 1 référence	Etat 2 0.59±0.01 (mm)	Etat 3 1.20±0.01 (mm)	Etat 4 2.02±0.02 (mm)	Etat 5 2.58±0.02 (mm)
a (ortho.)	0.230	0.051	0.050	0.229	0.486
a (para.)	/	/	/	/	0.025
b (ortho.)	0.102	0.307	0.178	0.128	0.230
b (para.)	0.077	0.076	0.127	0.256	0.051
c ₁ (ortho.)	0.256	0.334	0.179	0.308	0.256
c ₁ (para.)	/	/	/	/	0.051
c ₂ (ortho.)	0.025	0.051	0.077	/	0.025
c ₂ (para.)	/	/	/	/	/

- Tableau 8: répartition dans le volume des densités surfaciques (mm^{-2}) des fissures créées sous sollicitation de traction uniaxiale (1 éprouvette, 95% σ^T , plan Xz) -

Il apparait à la vue des tableaux 7 et 8, que les densités surfaciques des modes a et b sont plus faibles que celles déterminées in-situ, quel que soit le plan étudié. Plusieurs explications peuvent justifier ces écarts. D'une part, l'essai a été interrompu avant rupture de l'éprouvette. D'autre part, les bords libres pourraient favoriser la fissuration. En outre, on observe un gradient dans la densité du mode "c₁ orthogonal" dans le plan XY, alors que la densité de ce dernier est homogène dans le plan XZ. Toutefois, les densités du mode c sont globalement en accord avec les valeurs déterminées à partir des essais avec un suivi in-situ de l'endommagement.

Les ouvertures des fissures à proximité de la rupture, déterminées sur le même échantillon enrobé sous charge, sont présentées au tableau 9. Les ouvertures moyennes de fissures sont identiques (de l'ordre de 2 μm) quel que soit le mode d'endommagement.

L'examen de la surface après rupture a permis de mesurer les longueurs de fissures des différents modes d'endommagement. Le tableau 10 présente les résultats. Les longueurs de fissures du mode a sont comprises entre 0.1 et 0.2 mm, et celles du mode b sont de l'ordre de 0.2 mm. Les longueurs de fissures du mode c_1 sont inférieures ou égales à la distance entre deux fils longitudinaux, de l'ordre de 0.3 mm. Celles du mode c_2 , sont comprises entre 2 et 3 fils longitudinaux en moyenne, c'est à dire de l'ordre de 1 mm.

Modes	a (ortho.)	a (para.)	b (ortho.)	b (para.)	c (ortho.)	c (para.)
Ouverture de fissure (μm)	2.02±0.84 (73)	2.22±0.76 (22)	2.03±0.48 (43)	2.01±0.34 (29)	2.24±0.97 (130)	2 (10)

- Tableau 9: ouvertures moyennes des fissures des différents modes d'endommagement (1 éprouvette, 95% σ^I) (Le nombre de mesures effectuées est indiqué entre parenthèse) -

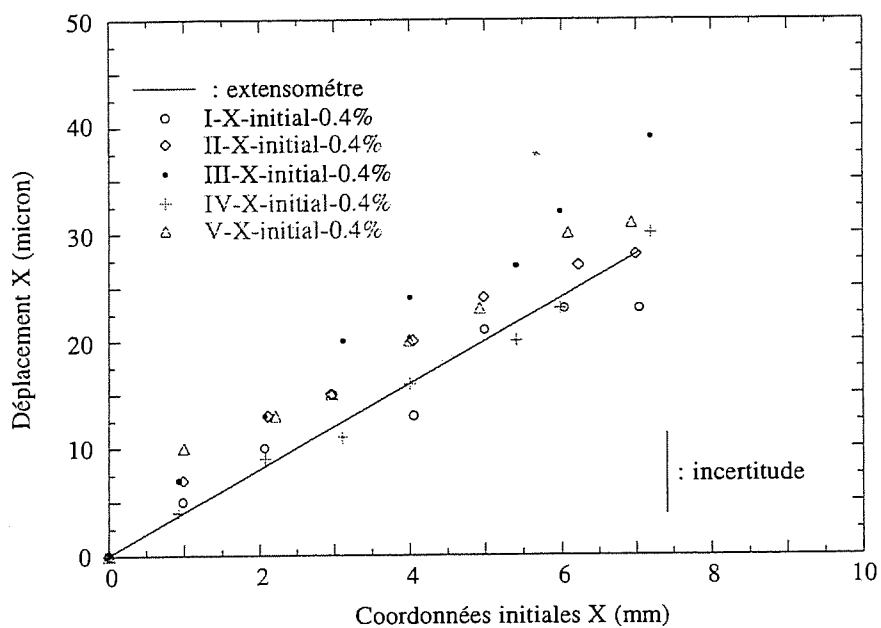
Modes	Directions des fils	Plan Xy	Plan Yx	Plan Xz	Plan Yz
a (ortho.)	X:	0.12±0.04 (53)	0.29±0.22 (18)	0.09±0.03 (13)	0.18±0.04 (41)
	Y:	0.28±0.03 (31)	0.30±0.06 (4)	0.19±0.01 (49)	0.14±0.04 (12)
	Z:	0.17±0.02 (5)	0.21±0.13 (21)	0.19±0.10 (10)	0.41±0.28 (3)
a (para.)	X:	0.33±0.02 (34)	0.28±0.06 (2)	0.17±0.03 (5)	0.24±0.03 (11)
	Y:	/	0.23±0.16 (4)	0.12±0.03 (3)	0.39±0.15 (5)
	Z:	/	/	0.3 (1)	/
b (ortho.)	XY:	0.15±0.03 (10)	0.35±0.31 (10)	0.14±0.06 (6)	0.16±0.01 (6)
	XZ:	0.16±0.03 (5)	0.29±0.14 (22)	0.18±0.02 (13)	0.23±0.06 (21)
	YZ:	0.25±0.06 (44)	0.15±0.10 (3)	0.23±0.01 (38)	/
b (para.)	XY:	0.28±0.02 (10)	0.25±0.08 (10)	0.28±0.07 (44)	0.31±0.09 (61)
	XZ:	0.25±0.01 (26)	/	0.32 (1)	/
	YZ:	/	0.16±0.03 (3)	0.49 (1)	0.22±0.07 (2)
c ₁ (ortho.)		0.35±0.03 (144)	0.36±0.12 (58)	0.33±0.01 (101)	0.33±0.03 (78)
c ₁ (para.)		0.45±0.10 (9)	0.23±0.13 (4)	0.42±0.10 (5)	0.51±0.21 (13)
c ₂ (ortho.)		0.97±0.04 (44)	1.15±0.38 (28)	0.99±0.16 (14)	1.15±0.26 (11)
c ₂ (para.)		0.83±0.07 (2)	/	0.85±0.37 (4)	/

- Tableau 10: longueurs moyennes des fissures des différents modes d'endommagement

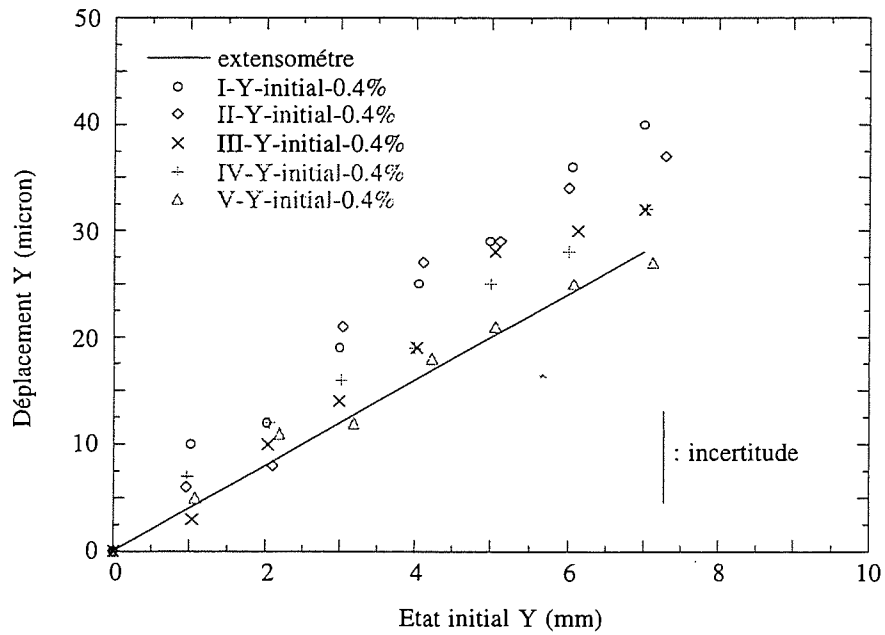
(Le nombre de mesures effectuées est indiqué entre parenthèses) -

2.4 - Détermination du champ de déplacement in-situ.

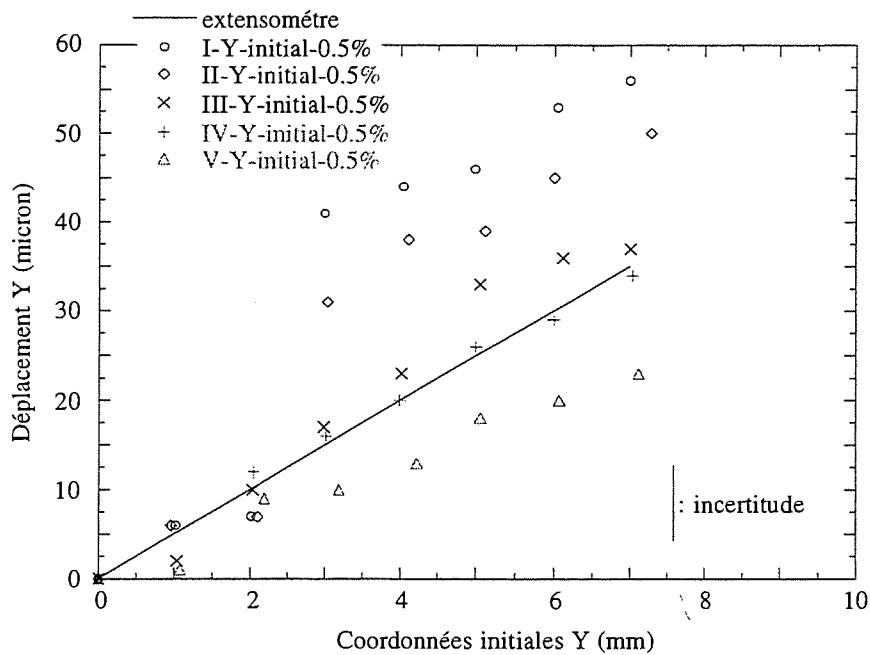
Les déplacements longitudinaux mesurés (figure 4) sur les faces latérales aux strates XY sont présentés aux figures 27, 28 et 29 pour les deux directions de sollicitations X et Y respectivement. La précision des déplacements mesurés est $\pm 4 \mu\text{m}$. Il apparaît logiquement que l'hétérogénéité structurale du matériau se répercute sur l'homogénéité du champ de déplacement. Toutefois, les variations locales tendent à se répartir à proximité de l'évolution moyenne mesurée par l'extensomètre (écartement de 10 mm entre les couteaux). En outre, la détermination du champ de déplacement sur plusieurs zones d'embuvage présentes suivant la direction Y, ne met en évidence aucune hétérogénéité particulière de ce champ comparativement aux mesures réalisées en dehors des zones d'embuvage (à la précision des mesures près). Ainsi, l'hypothèse émise par Byun et Chou [43], selon laquelle le comportement élastique non linéaire d'une structure tissée 2D non endommagée et sollicitée en traction uniaxiale pourrait être imputable à un réalignement du fil par rapport à la direction de sollicitation, n'a pas été confirmée expérimentalement. Les déformations locales en flexion des fils au niveau de l'embuvage préconisées par ces auteurs ne semblent pas significatives dans ce matériau. Ce résultat peut s'expliquer par la présence de l'aiguilletage qui limite les hétérogénéités locales de déplacements au sein de la structure, ainsi que par la présence des strates adjacentes. Enfin, même lorsque des décrochements ont lieu (figure 29), ils se produisent à pente pratiquement constante (qui traduit une déformation constante), ce qui tend à suggérer qu'il n'y a pas d'hétérogénéité des grandeurs élastiques. Ce phénomène de décrochement est du à l'amorçage et au développement de la fissure terminale depuis un bord de l'éprouvette.



- Figure 27: champ de déplacement mesuré in-situ à 0.4% sous sollicitation de traction uniaxiale X (plan XZ) en fonction de la position initiale des points-



- Figure 28: champ de déplacement mesuré in-situ pour une déformation de 0.4% sous sollicitation de traction uniaxiale Y (plan YZ) en fonction de la position initiale des points -



- Figure 29: champ de déplacement mesuré in-situ pour une déformation de 0.5% sous sollicitation de traction uniaxiale Y (plan YZ) en fonction de la position initiale des points -

Ainsi, il apparaît indispensable d'adapter la méthode de mesure du champ de déformation d'une part, au volume élémentaire représentatif du comportement moyen du matériau, et d'autre part, aux mécanismes de dégradation mis en jeu lors des sollicitations mécaniques. En raison de la faible valeur des densités de fissures (essentiellement du mode c) couplée à des ouvertures de fissures qui peuvent être importantes en surface de l'échantillon ($\sim 20 \mu\text{m}$), la mesure de la déformation par extensomètre à contact avec un écartement entre les couteaux de 10 mm est une limite inférieure en deçà de laquelle la mesure réalisée peut ne plus être représentative du comportement moyen.

2.2.5 - Conclusion partielle.

Les observations microscopiques effectuées in-situ, et après rupture, ont permis d'obtenir les résultats suivants:

- les mêmes modes d'endommagement ont été identifiés suivant les deux directions de sollicitation X et Y. L'orientation des fissures matricielles est déterminée par les directions d'orthotropie du matériau. Cependant, un léger déphasage d'amorçage des modes d'endommagement imputable aux différences morphologiques d'alignement entre ces deux directions existe pour les modes d'endommagement b et c.

- la répartition spatiale de ces modes est homogène, et leur évolution jusqu'à la rupture de l'échantillon est linéaire.

- les densités et les longueurs de fissures sont analogues pour les deux directions de sollicitation.

Le tableau 11 résume les caractéristiques moyennes des différents modes d'endommagement amorcés sous sollicitation de traction uniaxiale suivant les directions X et Y.

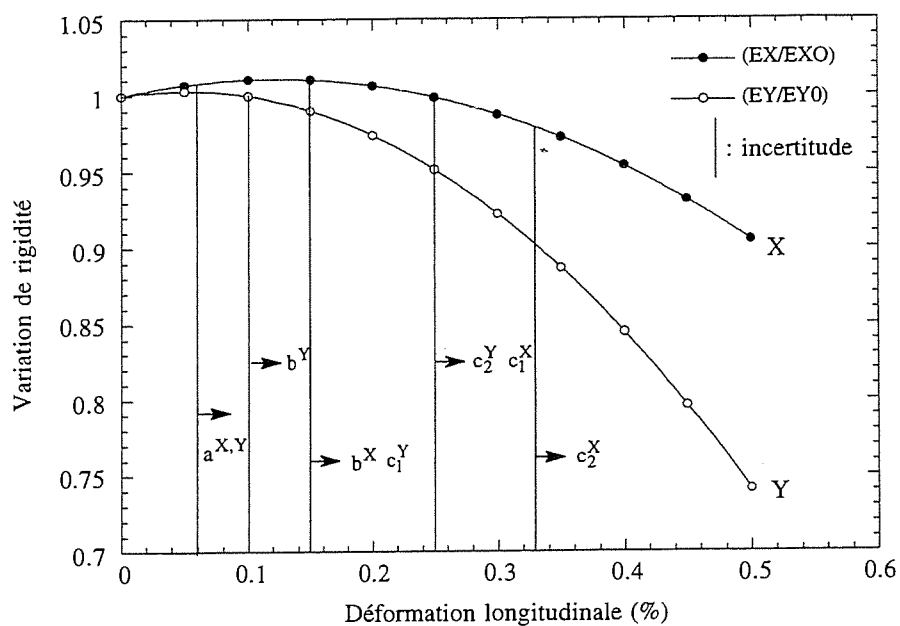
Modes	Densité moyenne (mm ⁻²)	Longueur de fissure moyenne (mm)
a (orthogonal)	1.00	0.14
a (parallèle)	0.50	0.20
b	0.55	0.20
c ₁ (orthogonal)	0.25	0.35
c ₁ (parallèle)	0.15	0.35
c ₂ (orthogonal)	0.05	1.00

- Tableau 11: densités surfaciques et longueurs de fissures moyennes des modes d'endommagement amorcés sous sollicitations de traction uniaxiale X et Y et identifiés après rupture des échantillons -

3 - Corrélations entre les phénomènes d'endommagement microscopiques identifiés et les grandeurs mécaniques macroscopiques mesurées.

La figure 30 présente les **variations de rigidité** ($\frac{E}{E_0}$) suivant les directions X et Y en fonction de la déformation longitudinale appliquée. Il apparaît que les variations de rigidité suivant les directions X et Y ne soient significatives qu'à partir du développement du mode c. L'influence des modes de fissuration sur le module d'Young longitudinal est plus forte pour une sollicitation suivant Y que pour une sollicitation suivant X.

Le site d'amorçage du mode a de fissuration est bien indiqué par la diminution significative des **coefficients de Poisson** ν_{XZ} et ν_{YZ} (figure 17).



- Figure 30: variation de rigidité suivant les directions X et Y en fonction de la déformation longitudinale - comparaison avec les seuils d'apparition des modes d'endommagement -

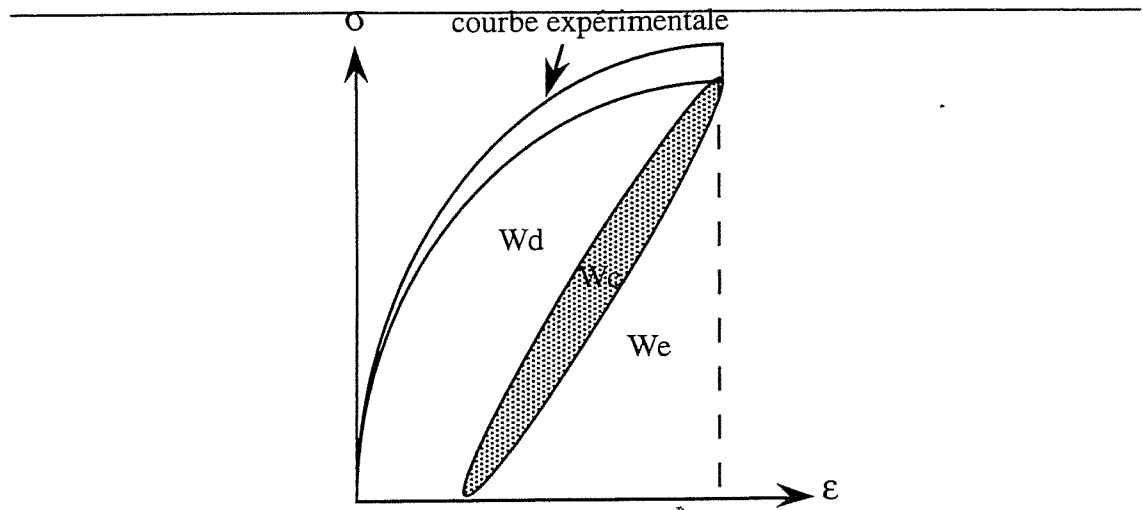
Ces évolutions confirment les observations microscopiques selon lesquelles les fils Z sont des sites privilégiés d'amorçage de ce mode de fissuration comparativement aux deux autres directions de fils X et Y. Par contre, les variations du coefficient de Poisson ν_{XY} restent faibles tout au long du chargement.

Il a été montré précédemment que l'évolution de la **déformation résiduelle** était couplée avec celle de l'endommagement mesuré par les pertes de rigidité (figure 13). Une déformation résiduelle longitudinale est observée dès que le mode a de fissuration a débuté. Le suivi in-situ de l'endommagement a montré que les fissures amorcées sous sollicitations mécaniques (modes a, b et c), essentiellement celles orientées orthogonalement par rapport à la direction de la sollicitation de traction, ne se referment pas totalement à charge nulle. La présence de déformations résiduelles semble imputable à une résistance à la fermeture des fissures créées du fait:

- d'obstacles résultant de l'endommagement de la matrice au sein de l'architecture multidirectionnelle,

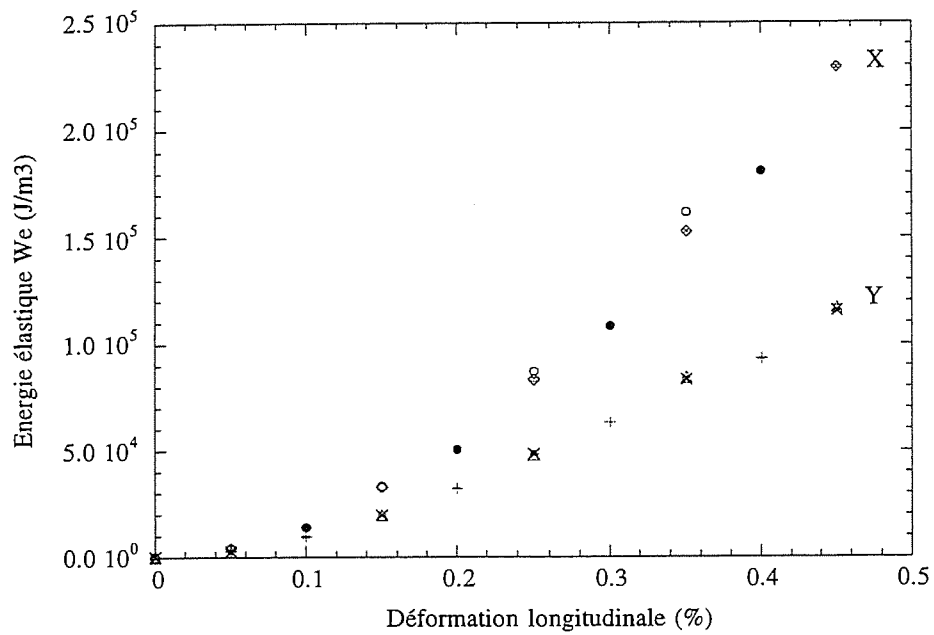
- et/ou à l'effet de contraintes résiduelles (malgré l'existence initiale et le développement sous chargement d'un endommagement matriciel). Cependant, vu les problèmes posés par la détermination expérimentale des contraintes résiduelles (par exemple par diffraction R.X [92]) dans les matériaux C/C, nous n'avons pas poussé plus loin nos investigations dans ce domaine.

La figure 31 présente les **énergies** emmagasinées et dissipées, mesurées à partir des courbes de comportement stabilisées et avec cycles de charge-décharge. Ces valeurs ont été obtenues par planimétrie, avec un minimum de cinq mesures par point. Il apparaît sur les figures de 32 à 34 que ces énergies ne sont pas sujettes à une dispersion significatives pour les deux directions de sollicitation X et Y. En outre, l'énergie élastique emmagasinée pour une sollicitation suivant la direction X est environ deux fois plus grande que suivant Y (figure 32).

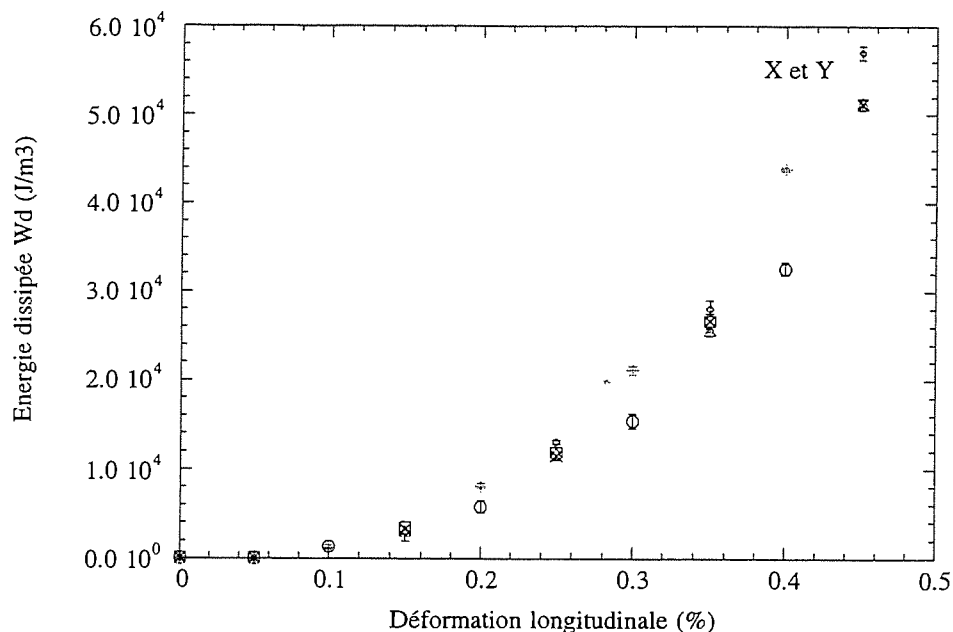


- Wd: énergie dissipée,
- Wc: énergie dissipée lors des cycles de charge-décharge,
- We: énergie élastique emmagasinée.

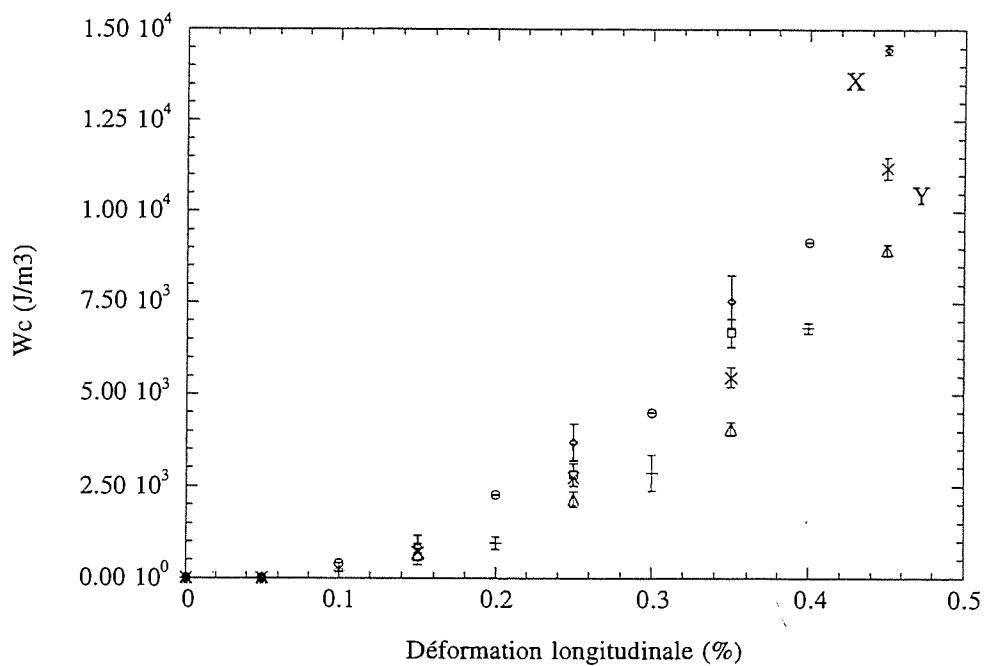
Figure 31: présentation des grandeurs énergétiques calculées -



- Figure 32: évolution de We en fonction de la déformation longitudinale suivant X et Y -



- Figure 33: évolution de W_d en fonction de la déformation longitudinale suivant X et Y -



- Figure 34: évolution de W_c en fonction de la déformation longitudinale suivant X et Y -

Par contre, l'énergie dissipée W_d (figure 33) et W_c (figure 34) est comparable pour les deux directions de sollicitation. Ce résultat est en accord avec l'identité des modes d'endommagement et de leurs densités respectives se développant suivant ces deux directions de sollicitation.

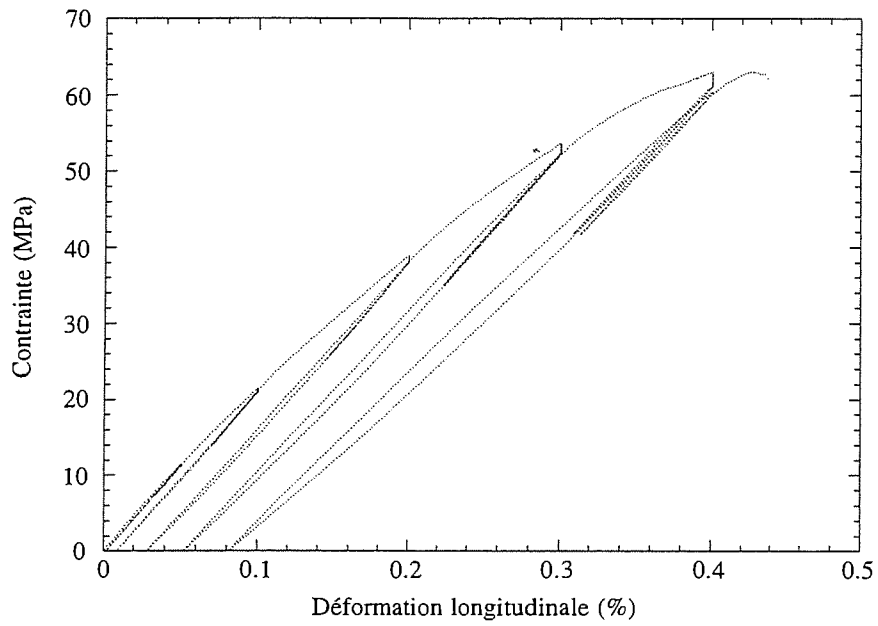
Une étude complémentaire a néanmoins été menée concernant l'énergie dissipée lors des cycles de charge-décharge. Deux cycles partiels de décharge jusqu'à une contrainte représentant le tiers du chargement préalablement appliqué ont été effectués avant et après un cycle complet jusqu'à charge nulle. La figure 35 représente la courbe de comportement ainsi obtenue pour une direction de sollicitation suivant Y. L'absence de boucle d'hystérésis met en évidence l'existence d'un seuil en deçà duquel le matériau ne dissipe pas d'énergie par frottement. Au début du déchargement (comme au début de rechargement) il se produit une déformation élastique de l'ensemble fibre-matrice. La dissipation d'énergie due à des glissements fibre-matrice et matrice-matrice avec frottement se produit ultérieurement. Ces résultats sont en accord avec l'évolution et à la symétrie des modules d'Young ($E_1=E_3$) et ($E_2=E_4$) aux sommets des cycles (figure 11).

IV - Résultats expérimentaux relatifs aux essais de traction uniaxiale hors axes de symétrie du matériau.

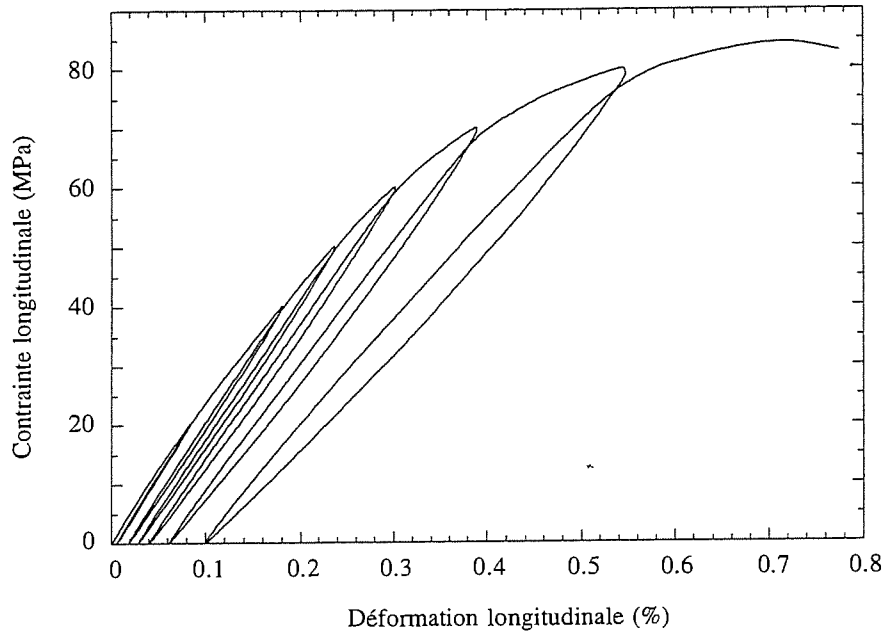
1 - Description des courbes de comportement.

La densité apparente de l'ensemble des éprouvettes testées est de 1.91 ± 0.01 .

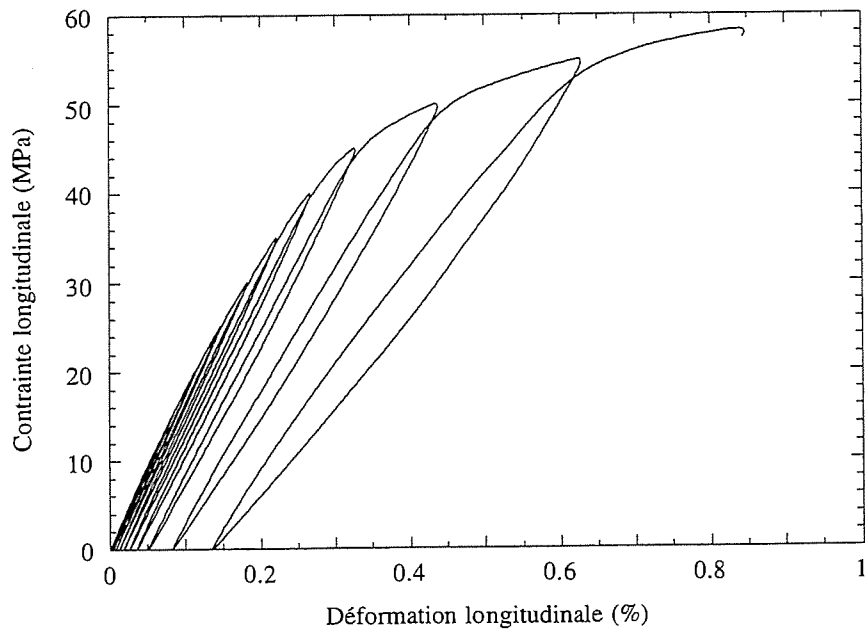
Les figures 36, 37 et 38 présentent les courbes de comportement obtenues sous sollicitation de traction uniaxiale, respectivement à 22.5° (2), 45° , et 67.5° par rapport à la direction X. Il est à noter que les deux courbes de comportement pour un angle d'inclinaison de 22.5° ne sont pas superposables (figure 39).



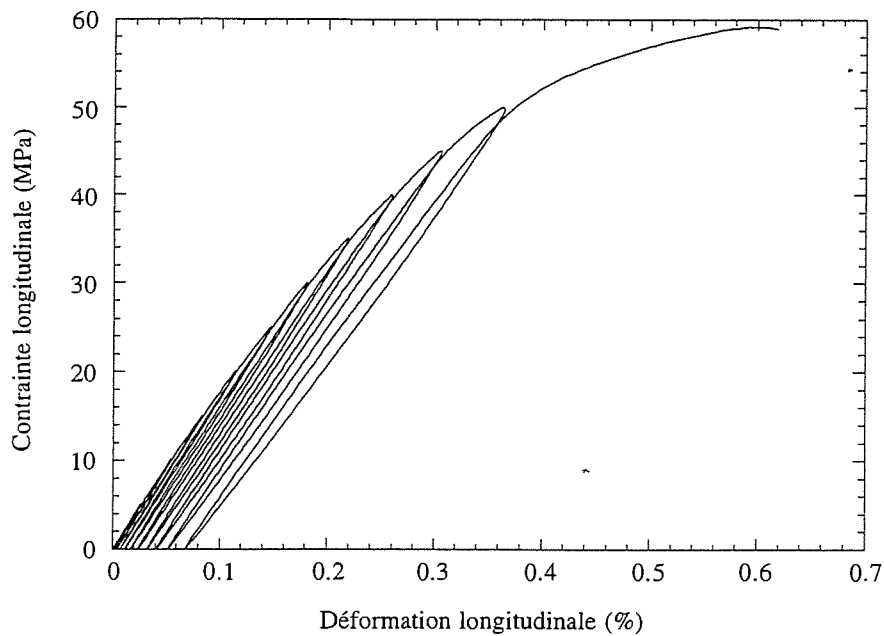
- Figure 35: courbe de comportement sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y avec cycles partiels de charge-décharge -



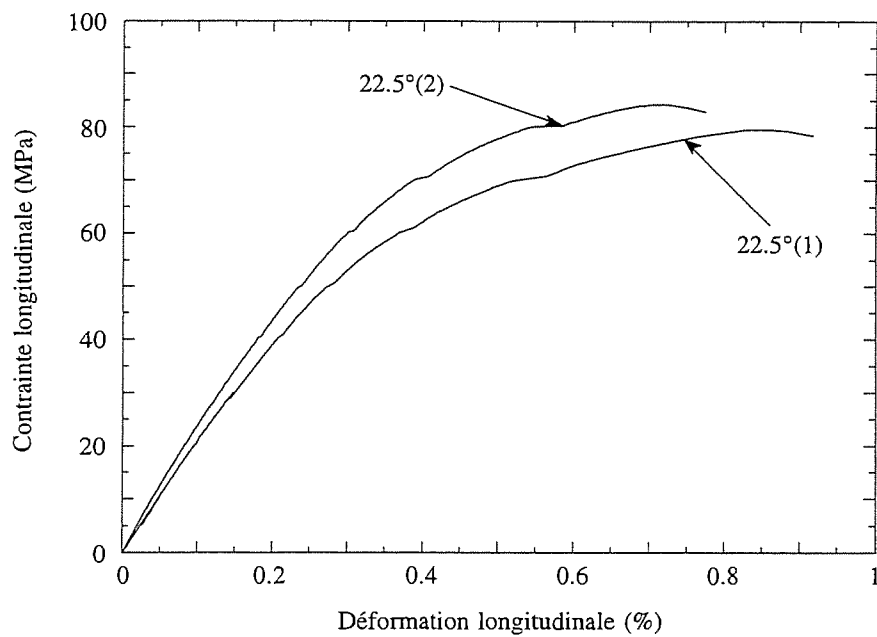
- Figure 36: courbe de comportement sous sollicitation de traction uniaxiale à 22.5°(2) / X -



- Figure 37: courbe de comportement sous sollicitation de traction uniaxiale à 45° -



- Figure 38: courbe de comportement sous sollicitation de traction uniaxiale à 67.5° / X -

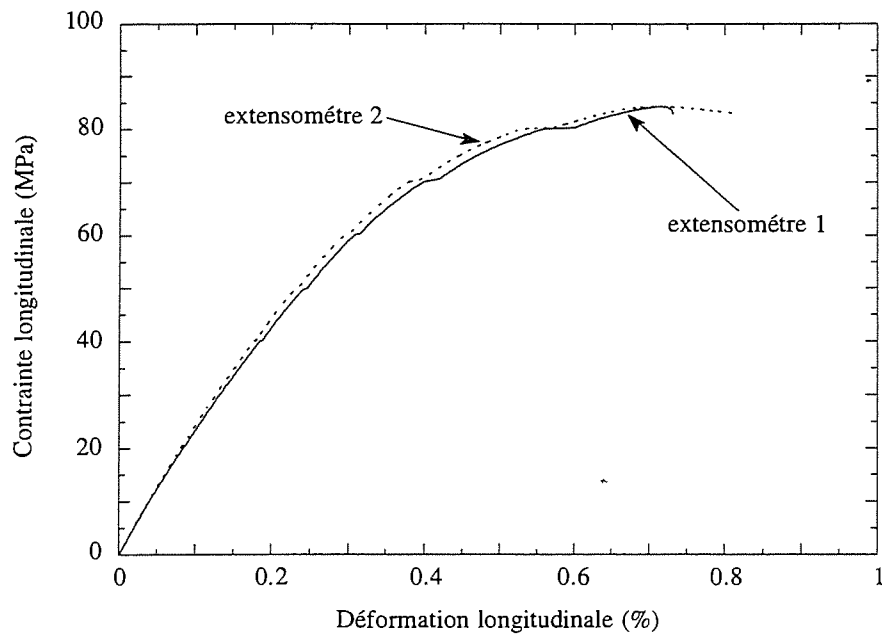


- Figure 39: courbes de comportement sous sollicitation de traction uniaxiale à 22.5°(1,2) /X -

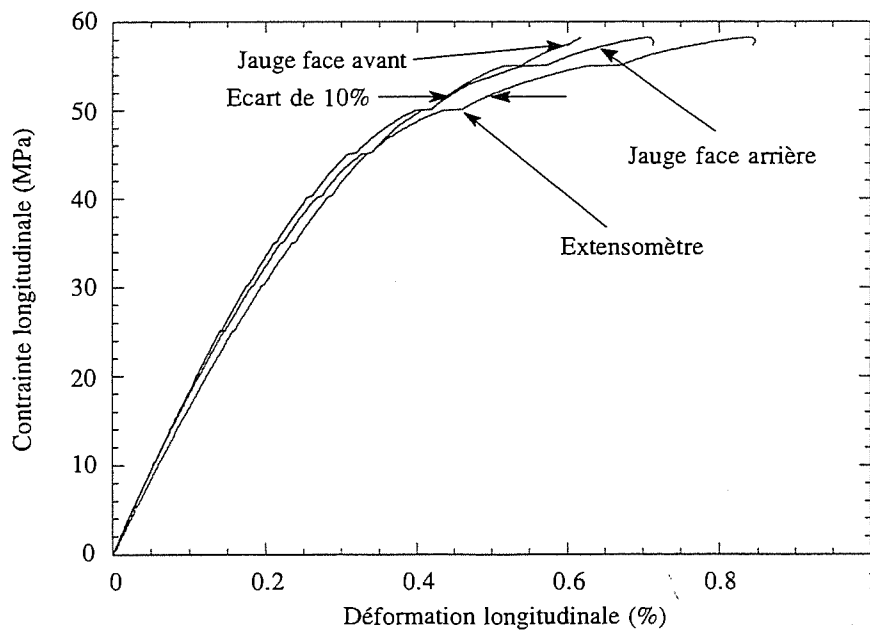
La dispersion de ces deux essais à 22.5° est discutée au chapitre III. La déformation longitudinale reportée sur les courbes de comportement est celle mesurée par l'extensomètre. En effet, la mesure de la déformation longitudinale grâce aux deux extensomètres placés sur les faces opposées s'est révélée être identique (figure 40). Un écart est toutefois enregistré sur les valeurs des déformations à rupture.

Les valeurs mesurées par les jauges et l'extensomètre pour les deux essais à 45° sont comparées aux figures 41 et 42. Il apparaît que les courbes sont relativement proches, sauf à proximité de la rupture où l'extensomètre mesure une déformation plus importante. Par contre, les déformations mesurées par les jauges se superposent quel que soit le niveau de contrainte. En outre, les déformations mesurées par les jauges n'étant pas symétriques par rapport à la déformation mesurée par l'extensomètre (figure 42), l'effet d'une flexion parasite dans ce plan est négligeable. Malgré le nombre insuffisant d'essais réalisés, la déformation mesurée par l'extensomètre supérieure à celle des jauges, s'explique par le fait que l'extensomètre mesure la déformation moyenne le long de la zone utile de l'éprouvette et, est donc moins sensible aux endommagements locaux susceptibles de se développer à partir d'un niveau de contrainte donné. De manière à pallier ce problème, seules les parties de la courbe où l'écart entre les déformations mesurées par l'extensomètre et les jauges reste inférieure à 10% ont été conservées pour la détermination des grandeurs mécaniques recherchées. Ainsi, le plus grand soin est nécessaire pour la réalisation et le dépouillement de ce type d'essais en raison de l'anisotropie et de l'hétérogénéité de ces structures composites [69,93].

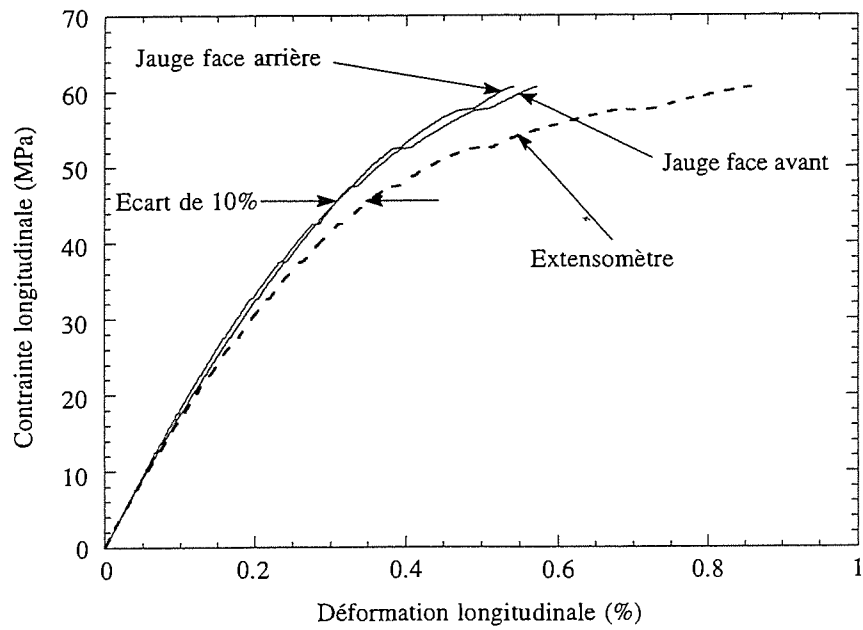
Le dépouillement des deux essais de traction uniaxiale à 45° dans le plan XY a été effectué en projetant les déformations et les contraintes dans les axes de symétrie du matériau ($\frac{v_{XY}}{E_X} = \text{cte}$). Toutefois, les essais à 45° ayant été réalisés pour identifier le modèle de comportement, les évolutions des grandeurs mécaniques ramenées dans les axes de symétrie du matériau seront présentées ultérieurement dans le chapitre IV.



- Figure 40: comparaison extensomètre - extensomètre pour un essai de traction uniaxiale à 22.5°(2) -



- Figure 41: comparaison jauges - extensomètre pour un essai de traction uniaxiale à 45° -



- Figure 42: comparaison jauges - extensomètre pour un essai de traction uniaxiale à 45° -

Les modules d'Young initiaux sont présentés dans le tableau 12. -

Direction de sollicitation	22.5°	45°	67.5°
E_1^0 (GPa)	23.6±1.0	18.9±0.5	20.5

- Tableau 12: modules d'Young longitudinaux initiaux obtenus sous sollicitation de traction uniaxiale hors axes de symétrie -

Comme précédemment, le comportement du matériau sous sollicitation de traction uniaxiale hors axes de symétrie est de type **élastique endommageable avec déformations résiduelles**.

Les valeurs des déformations et des contraintes à rupture sont présentées dans le tableau 13. La rupture sous sollicitation de traction uniaxiale sera traitée ultérieurement au chapitre IV.

Direction de sollicitation	σ^r (MPa)	ϵ^r (%)
22.5°	81±1	0.84±0.06
45°	58.5±0.5	0.85±0.01
67.5°	59.2	0.60

- Tableau 13: contraintes et déformations à rupture longitudinales sous sollicitation de traction uniaxiale -

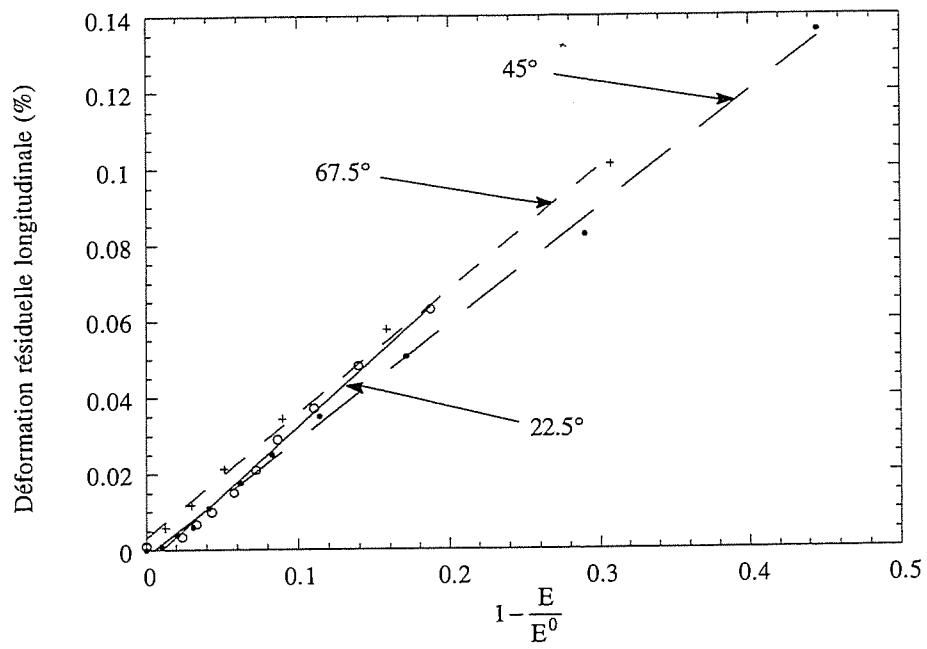
2 - Aspects morphologiques de l'endommagement.

Les essais de traction uniaxiale hors axes de symétrie ont été réalisés pour identifier et valider le modèle de comportement. Le suivi in-situ de l'endommagement n'a pas été

réalisé ici. Toutefois, des études en cours au L.C.T.S. [94] montrent que les mêmes modes d'endommagement se développent (modes a, b et c) que lors des essais de traction suivant les axes d'orthotropie du matériau, et que l'orientation de la fissuration matricielle est déterminée par les axes d'orthotropie du matériau. De nouveaux modes d'endommagement n'ont pas été mis en évidence. Les niveaux d'apparition de ces modes d'endommagement sont inférieurs [95] à ceux observés lors des essais suivant les axes de symétrie.

3 - Corrélations entre les phénomènes d'endommagement microscopiques et les grandeurs mécaniques macroscopiques mesurées.

Les résultats obtenus précédemment pour une sollicitation de traction uniaxiale suivant les axes de symétrie s'appliquent pour le même type de sollicitation hors axes de symétrie. En effet, la figure 43 met en évidence la relation de proportionnalité existant entre la déformation anélastique longitudinale et l'endommagement, caractérisé par la baisse de rigidité longitudinale. Par contre, le seuil d'apparition de l'endommagement est beaucoup plus faible, voire nul, par rapport aux essais de traction uniaxiale réalisés suivant les axes de symétrie du matériau (figure 13). Ce résultat est imputable aux contributions des contraintes de traction et de cisaillement se développant entre les directions de symétrie du matériau sous ce type de chargement.



- Figure 43: représentation de la déformation résiduelle longitudinale en fonction de l'endommagement pour les essais de traction uniaxiale hors-axes réalisés -

V - Résultats expérimentaux relatifs aux essais de cisaillement translaminaire.

En raison de la faible anisotropie du plan XY étudié (~1.6), les grandeurs mécaniques mesurées expérimentalement n'ont pas été affectées des coefficients correctifs imputables à ce type de sollicitation. En effet, Ho [85] propose une correction inférieure à 5% à apporter sur la valeur du module de cisaillement, pour un matériau possédant un rapport d'anisotropie comparable à celui étudié dans ce travail. Ainsi, il a été considéré que:

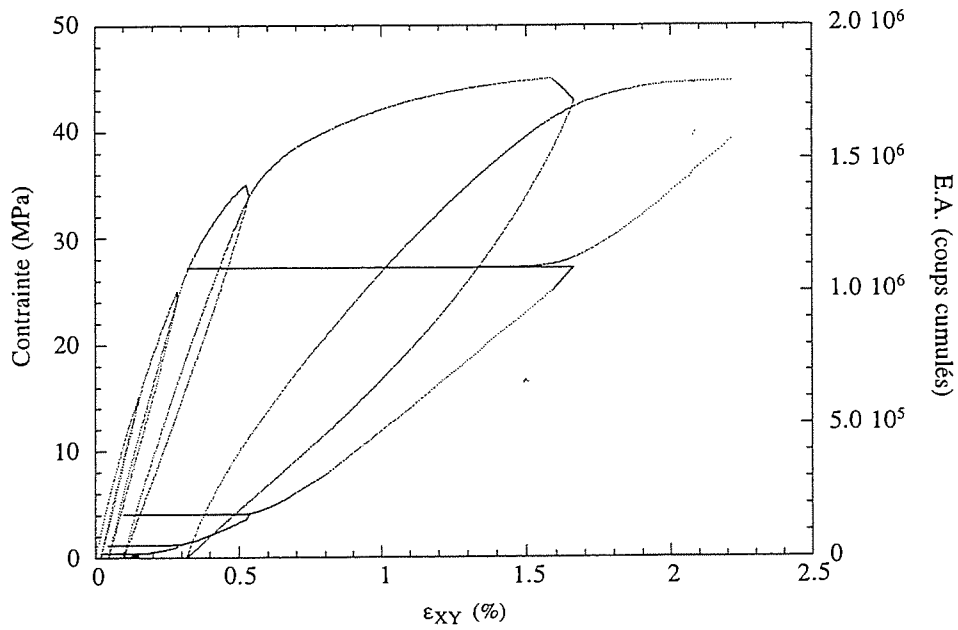
$$\sigma = \text{Force} / \text{Section}$$

$$\text{avec: } \sigma_{XY} = G_{XY} \gamma_{XY} \quad (\gamma_{XY} = 2\varepsilon_{XY})$$

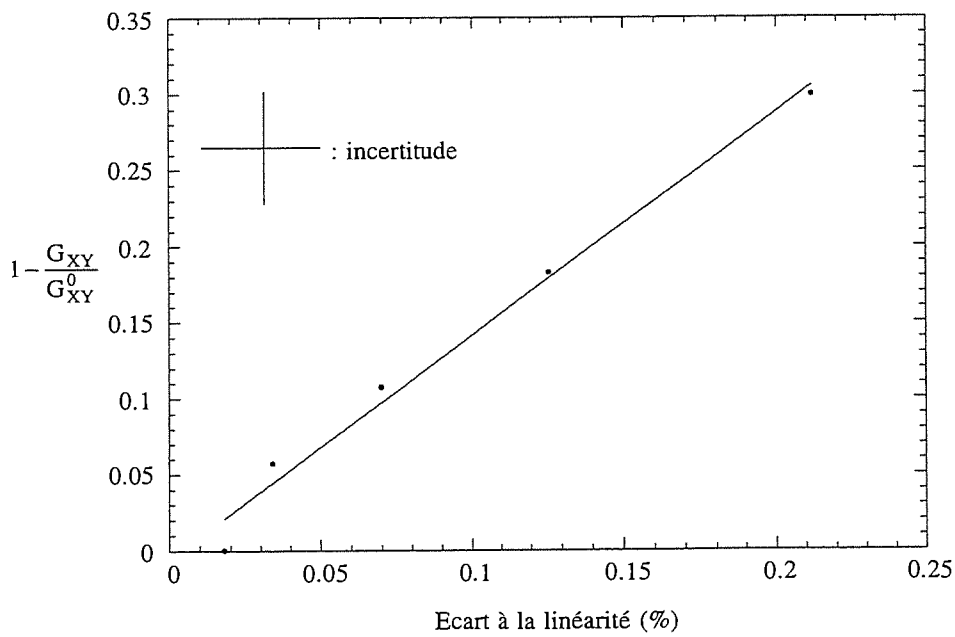
1 - Description de la courbe de comportement.

La courbe de comportement obtenue sous sollicitation de cisaillement translaminaire est présentée à la figure 44. Les quatre courbes obtenues présentaient la même allure. Le comportement mécanique du composite est de nature **élastique endommageable avec déformation résiduelle** sous sollicitation de cisaillement translaminaire de type Iosipescu.

Le module de cisaillement initial (G_{XY}^0) est égal à 5.8 ± 0.2 GPa. Comme précédemment pour les essais de traction uniaxiale, l'évolution de G_{XY} a été mesurée à partir des pentes des sécantes aux boucles d'hystérésis. La figure 45 montre qu'il existe une relation de proportionnalité entre l'écart à la linéarité et l'endommagement caractérisé par $1 - \frac{G_{XY}}{G_{XY}^0}$.



- Figure 44: courbe de comportement expérimentale sous sollicitation de cisaillement translaminaire (plan XY) -



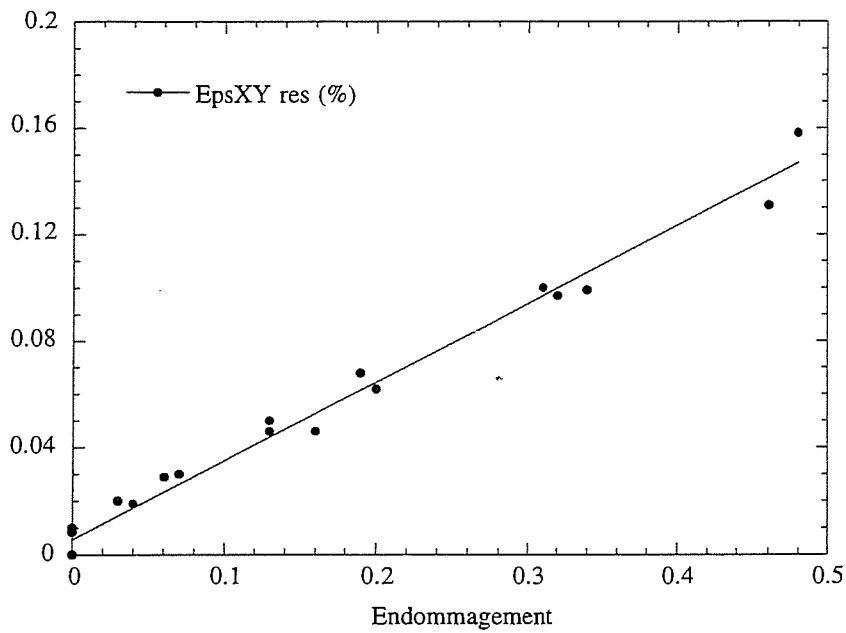
- Figure 45: évolution de l'endommagement en fonction de l'écart à la linéarité sous sollicitation de cisaillement translaminaire -

L'activité acoustique débute (de pair avec la déformation résiduelle) pour une déformation totale ε_{XY} de 0.05%. Elle évolue linéairement jusqu'à rupture. Aucune activité acoustique n'est enregistrée lors des cycles.

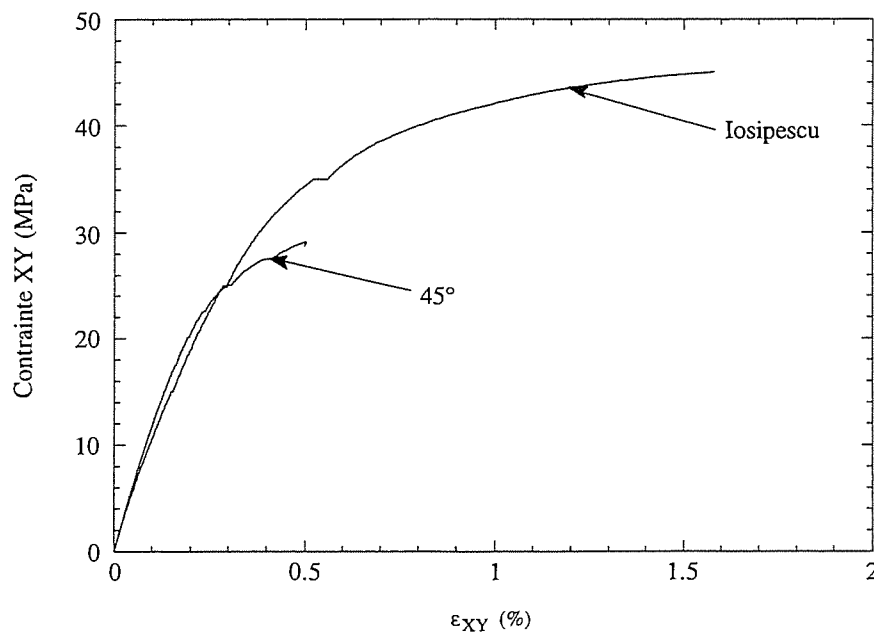
La figure 46 montre que la déformation ε_{XY} résiduelle croît linéairement (avec seuil d'apparition) avec l'état d'endommagement.

Les essais de type Iosipescu ont été interrompus à proximité de la rupture de manière à permettre l'examen dans le volume de l'endommagement identifié en surface de l'échantillon. Toutefois, la valeur de la contrainte à rupture tend vers 45 MPa ($\frac{\partial \sigma_{XY}}{\partial \varepsilon_{XY}} \rightarrow 0$).

Une comparaison est établie à la figure 47 entre l'essai de cisaillement Iosipescu et le comportement de cisaillement issu d'un essai de traction uniaxiale à 45°. Le module de Coulomb initial déduit de l'essai à 45° est de 6.5 ± 0.5 GPa. L'écart modéré de 10% entre les deux valeurs calculées du module de Coulomb pourrait être imputable en partie à l'hétérogénéité de la structure. De plus, le module de cisaillement déduit de l'essai de traction à 45° ne résulte pas d'une sollicitation de cisaillement pur. En outre, les grandeurs mécaniques issues des essais Iosipescu n'ont pas été affectées des facteurs correctifs. Il a également été considéré en première approximation que les perturbations provoquées par le montage à mors rigides dans les essais de traction uniaxiale hors axes de symétrie étaient négligeables sur le comportement mécanique. Ainsi, ces considérations et l'hétérogénéité de la structure, peuvent expliquer cet écart faible entre les valeurs du module de cisaillement déterminé par essai de traction à 45° et essai Iosipescu.



- Figure 46: évolution de la déformation irréversible XY en fonction de l'endommagement sous sollicitation de cisaillement translaminaire -



- Figure 47: comparaison entre l'essai de cisaillement translaminaire de type Iosipescu et l'essai de traction uniaxiale à 45° (plan XY) -

2 - Aspects morphologiques de l'endommagement.

2.1 - Identification des modes d'endommagement.

Les trois modes d'endommagement de la matrice identifiés sous sollicitation de traction uniaxiale ont aussi été observés sous sollicitation de cisaillement translaminaire, à savoir:

mode a: la fissuration intra-fil d'orientation orthogonale et parallèle (figures 48 et 49).

mode b: la fissuration inter-fils d'orientation orthogonale et parallèle (figures 50 et 51).

mode c: la macro-fissuration (avec pontage par des fibres) d'orientation orthogonale et parallèle (figures 52 et 53).

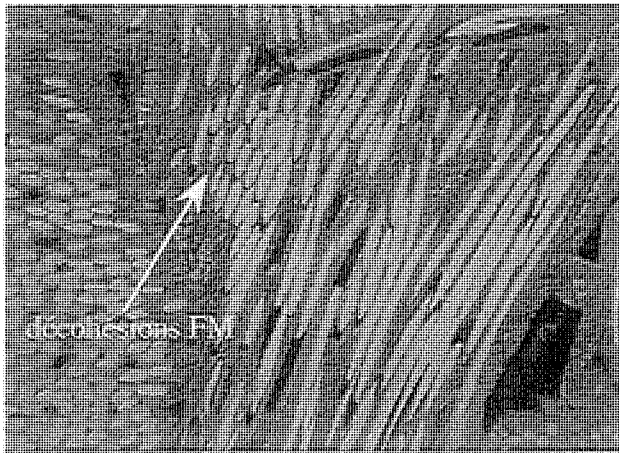
De nouveaux modes d'endommagement n'ont pas été identifiés. L'ensemble des considérations morphologiques énoncées précédemment pour les modes a, b et c identifiés sous sollicitation de traction uniaxiale s'applique également sous sollicitation de cisaillement translaminaire. Ainsi, **l'orientation de ces différentes fissures demeure suivant les axes d'orthotropie** du matériau.

2.2 - Niveaux d'apparition des modes d'endommagement.

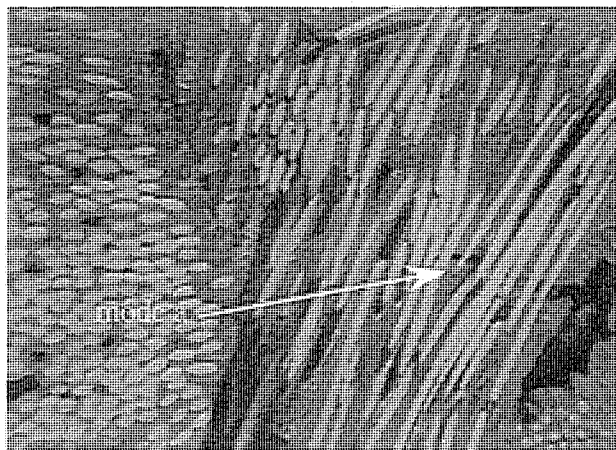
Les essais de cisaillement translaminaire réalisés avec suivi in-situ de l'endommagement ont permis de définir les plages d'amorçage présentées dans le tableau 16 des différents modes de fissuration (les valeurs entre parenthèses indiquent les niveaux de prolongement de fissures présentes à l'état initial).



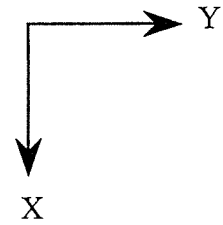
Etat initial



Etat 40 MPa

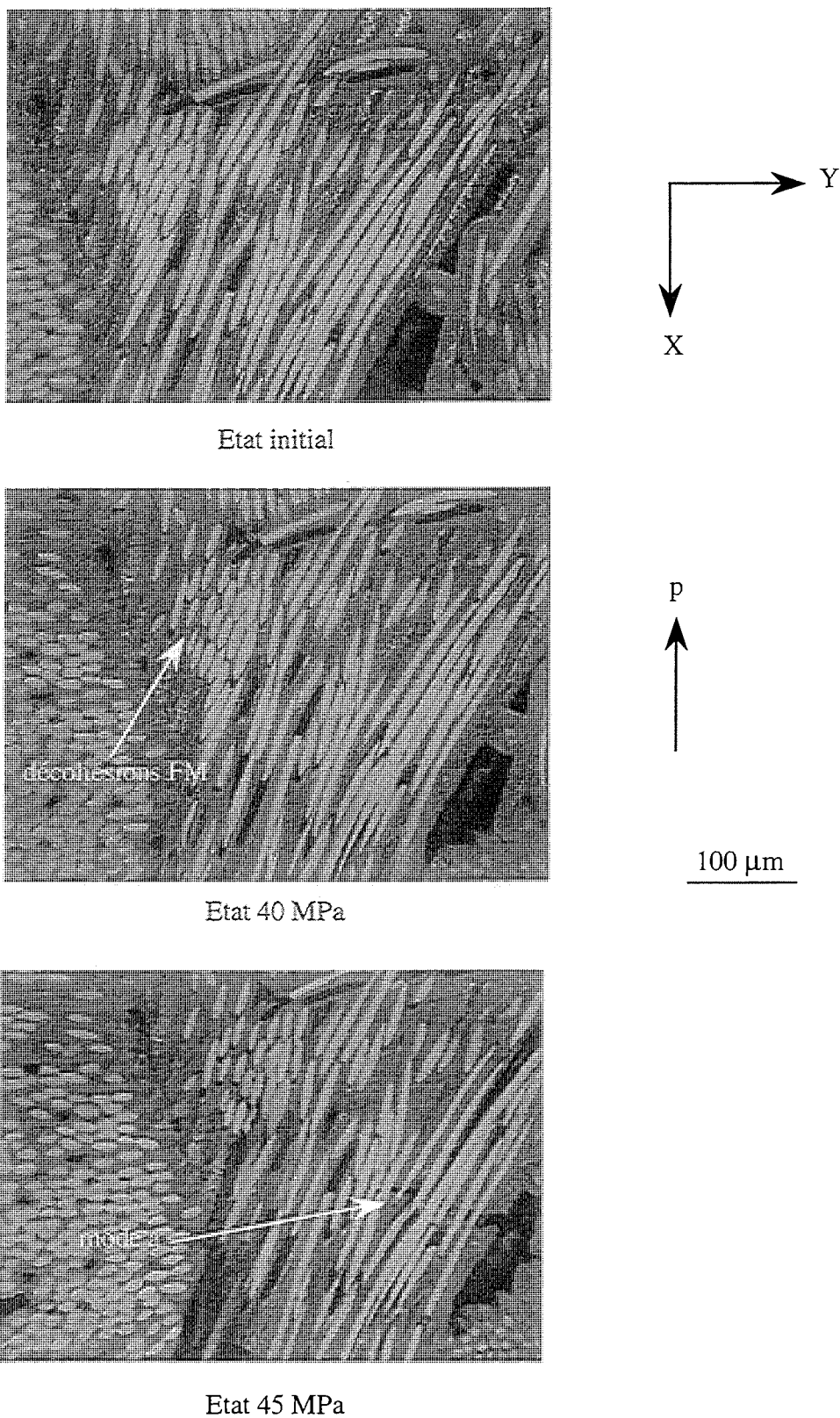


Etat 45 MPa



100 μ m

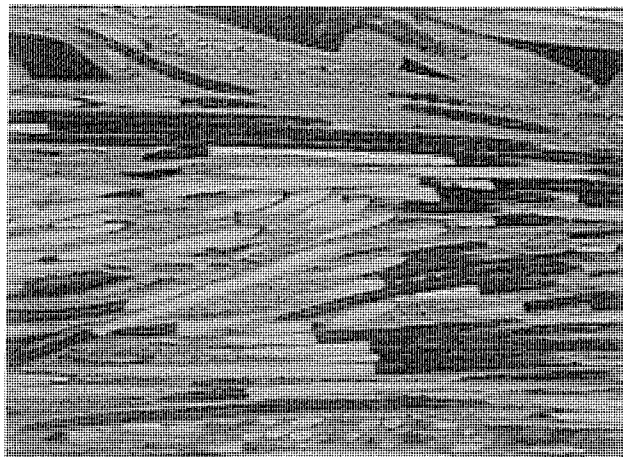
- Figure 48 : mise en évidence du mode a (orthogonal) sous sollicitation de cisaillement translaminaire -



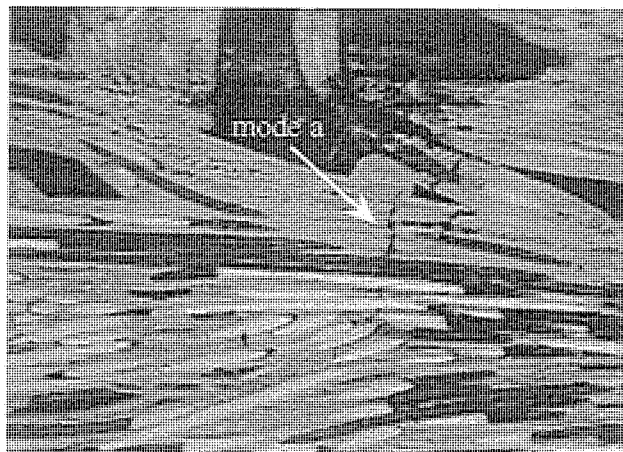
- Figure 48 : mise en évidence du mode a (orthogonal) sous sollicitation de cisaillement translaminaire -



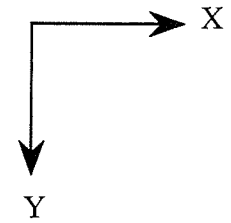
Etat initial



Etat 35MPa

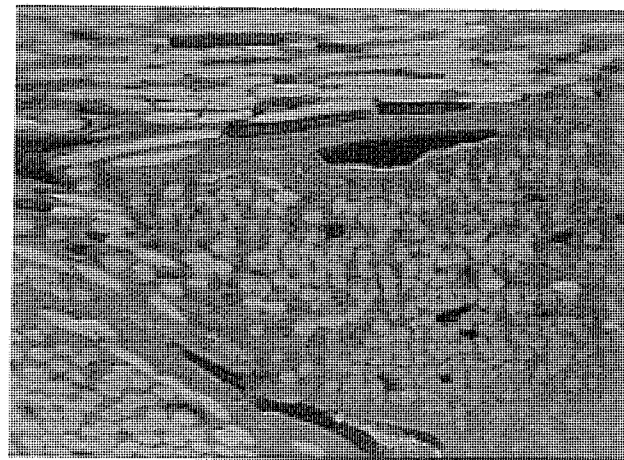


Etat 45 MPa

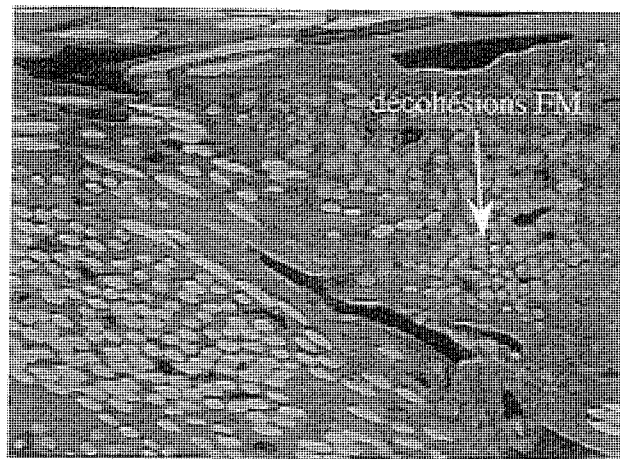


100 μ m

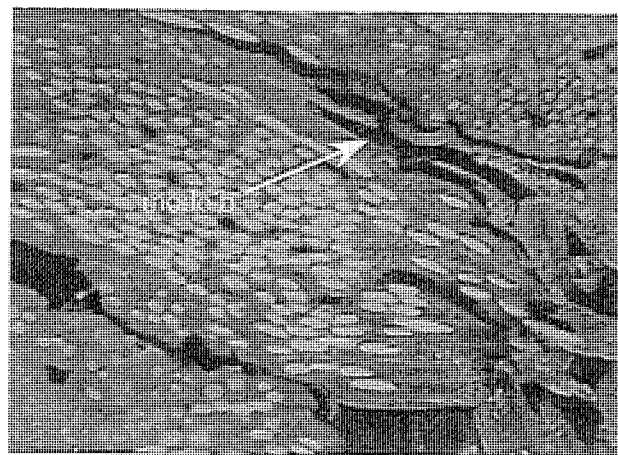
- Figure 49: mise en évidence du mode a (parallèle) sous sollicitation de cisaillement translaminaire



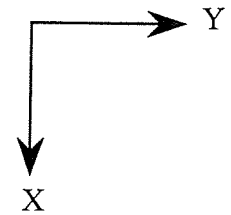
Etat initial



Etat 35 MPa

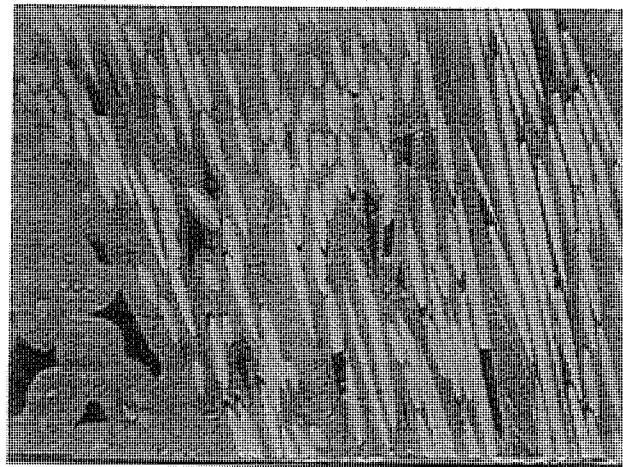


Etat 45 MPa

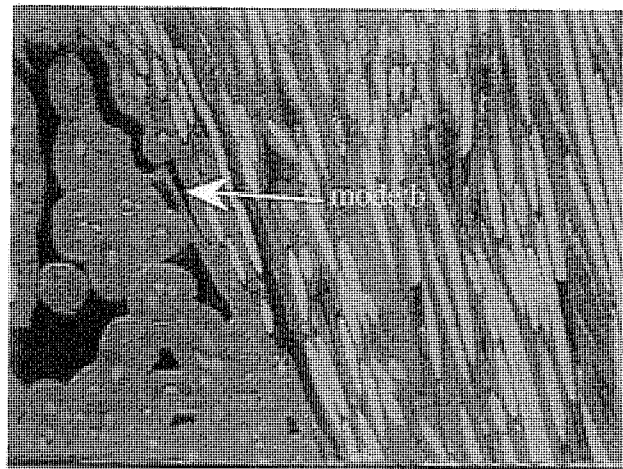
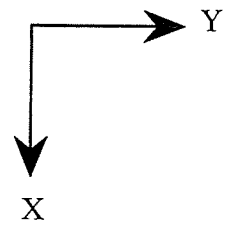


100 μm

- Figure 50 : mise en évidence du mode b (orthogonal) sous sollicitation de cisaillement translaminaire -



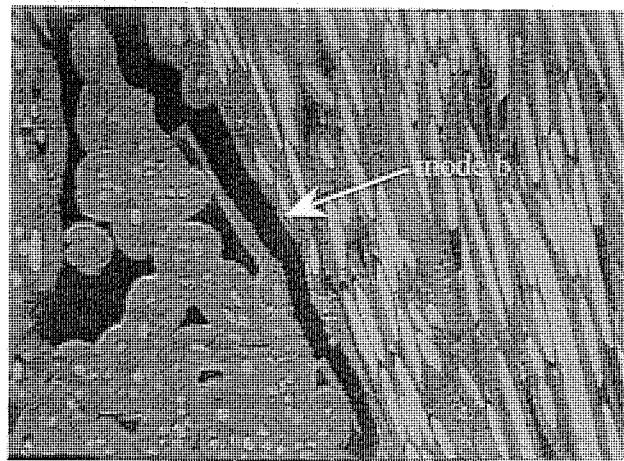
Etat initial



Etat 40 MPa



100 μ m

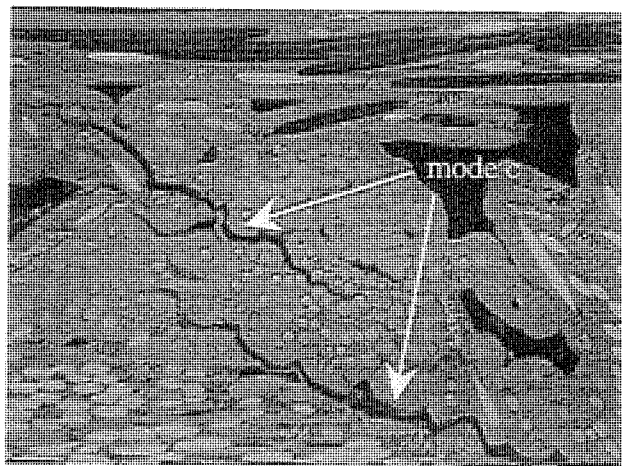


Etat 45 MPa

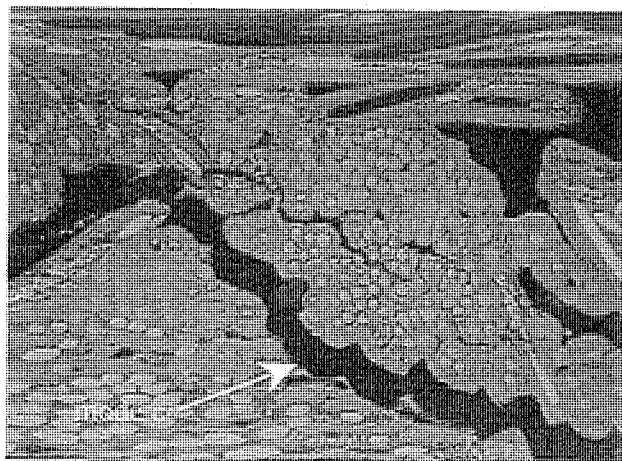
- Figure 51 : mise en évidence du mode b (parallèle) sous sollicitation de cisaillement translaminaire -



Etat initial

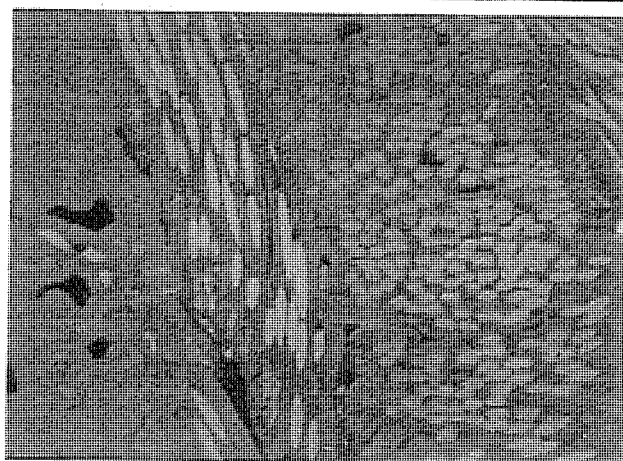


Etat 35 MPa

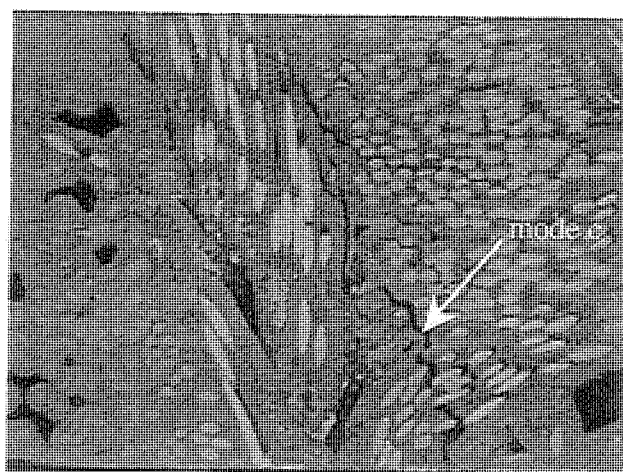
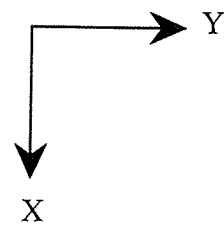


Etat 45 MPa

- Figure 52 : mise en évidence du mode c (orthogonal) sous sollicitation de cisaillement translaminaire -



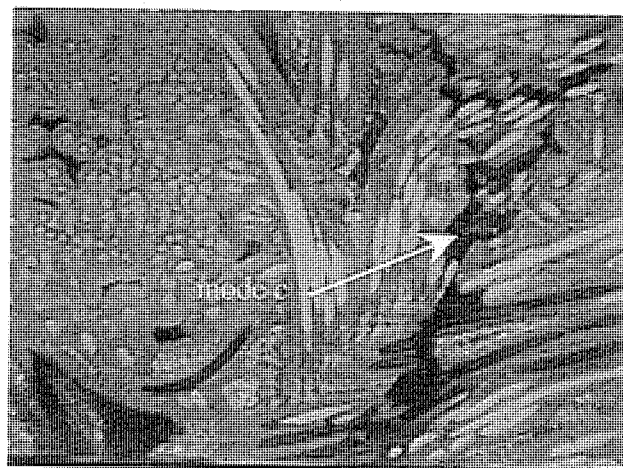
Etat initial



Etat 30 MPa



100 μ m



Etat 45 MPa

- Figure 53 : mise en évidence du mode c (parallèle) sous sollicitation de cisaillement translaminaire -

La direction de fissuration mixte correspond aux fissures amorcées suivant une direction, puis se prolongeant suivant la direction orthogonale.

Orientation de la fissuration	mode a	mode b	mode c
orthogonale	(10-20) 25-45 MPa (0.1-0.2) 0.3-1.2 %	(0-20) 20-45 MPa (0-0.2) 0.2-1.2 %	(20-35) 40-45 MPa (0.2-0.6) 0.9-1.2 %
parallèle	(10-20) 20-45 MPa (0.1-0.2) 0.2-1.2 %	(0-20) 20-45 MPa (0-0.2) 0.2-1.2 %	(10-20) 25-45 MPa (0.1-0.2) 0.3-1.2 %
mixte	(0-15) 25-45 MPa (0-0.14) 0.3-1.2 %	(30-40 MPa) (0.6-0.87 %)	(15-35) 35-45 MPa (0.14-0.6) 0.6-1.2 %

- Tableau 16: niveaux d'apparition des modes d'endommagement en fonction de leur orientation -

Il est à noter que ce tableau ne tient pas compte des décohésions à l'interface fibre-matrice, ou à proximité de la fibre, qui se développent de façon continue de 0 à 45 MPa. La superposition des trois modes d'endommagement a été mise en évidence de la même manière que sous sollicitation de traction uniaxiale.

Les modes a et b de fissuration sont amorcés dès 20-25 MPa, quelle que soit leur orientation. Le mode c, débute préférentiellement dès 25 MPa pour les fissures d'orientation parallèle, puis vers 35-40 MPa suivant la direction orthogonale.

2.3 - Caractérisation des modes d'endommagement.

L'examen in-situ des éprouvettes révèle que les fissures des modes a, b et c ont une répartition spatiale homogène. En outre, les deux entailles dans le plan XY ne sont pas des sites privilégiés d'endommagement.

Les **densités** de fissures pour chaque mode d'endommagement se partagent équitablement entre amorçage et prolongement. Le tableau 17 présente les densités surfaciques de fissures, à 45 MPa, amorcées lors des essais, et identifiées in-situ sur une face des éprouvettes.

Orientation de la fissuration	mode a	mode b	mode c
orthogonale	0.53±0.40	0.25±0.13	0.09±0.06
parallèle	1.43±0.44	0.59±0.42	0.28±0.17
mixte	0.30±0.07	/	0.19±0.14

- Tableau 17: densités surfaciques (mm^{-2}) des modes d'endommagement déterminées in-situ à 45 MPa sous sollicitation de cisaillement translaminaire -

Les densités surfaciques sont légèrement supérieures à celles obtenues sous sollicitation de traction uniaxiale (tableau 11). La densité du mode a est de l'ordre de 2-2.5 fissure mm^{-2} , celle du mode b de 0.8-0.9 fissure mm^{-2} , et celle du mode c entre 0.5 et 0.6 fissure mm^{-2} . En outre, la densité des fissures d'orientation orthogonale est approximativement égale à celle d'orientation parallèle entre l'état initial et 15-20 MPa. Entre 15-20 et 40 MPa la densité des fissures d'orientation parallèle est supérieure à celle d'orientation orthogonale. Enfin, les densités de fissures sont égales de nouveau entre 40 et 45 MPa pour les deux orientations identifiées. Quoiqu'il soit délicat de justifier ces trois

domaines sur la base de valeurs de densités aussi faibles, l'orientation préférentielle des fissures amorcées entre 15-20 et 40 MPa pourrait être attribuée au mode de sollicitation de cisaillement imposé lors d'essai Iosipescu qui se différencie d'un essai de cisaillement pur.

Les **longueurs de fissures** mesurées in-situ en surface de l'échantillon sont respectivement pour les modes a, b et c de l'ordre de 0.16 ± 0.05 mm, 0.19 ± 0.09 mm et 0.37 ± 0.08 mm. Comme précédemment pour les essais de traction uniaxiale, les grossissements retenus n'ont pas permis de dissocier les modes c_1 et c_2 . La longueur moyenne des fissures fournie précédemment pour le mode c est donc à associer préférentiellement au mode c_1 . La longueur des fissures du mode c_2 est difficile à déterminer dans la mesure où leur orientation peut bifurquer à 90° . Toutefois, la longueur moyenne a été estimée par la distance entre 2-3 fils adjacents de même orientation (~ 1 mm).

Les ouvertures des fissures à 45 MPa varient entre 2 et 25 μm en surface de l'éprouvette pour les deux orientations identifiées (l'ouverture moyenne est de l'ordre de 10 μm). Il est à noter que le **mode local d'ouverture** de fissure se développe essentiellement en **mode I** (figures 52 et 53) et non en mode II comme la nature de la sollicitation imposée pourrait le laisser supposer. Ce résultat suggère que la sollicitation macroscopique de cisaillement se décomposerait localement en sollicitations graduelles de traction-compression **orientées suivant les fils**. Ces résultats sont en accord avec ceux de Anand et Gupta [15], qui ont montré par un calcul par éléments finis que les boucles de tissage sont des sites privilégiés d'amorçage et de développement de l'endommagement matriciel en raison des contributions des contraintes normales de traction et de compression supérieures à celles de cisaillement dans ces zones.

La **répartition volumique** des modes d'endommagement a été examinée par Defer [95] par la méthode de l'enrobage sous charge d'une éprouvette préalablement

sollicitée jusqu'à 45 MPa. Le plan XY a été étudié au travers de trois plans incluant la surface, le coeur et un plan médian. Le plan XZ a été étudié au niveau de l'entaille, puis à 1.5, 2.5 et 4 mm de cette dernière. Nous avons supposé en première approximation la symétrie des densités des fissures par rapport aux plans médians de l'éprouvette. De nouveaux modes d'endommagement n'ont pas été identifiés dans le volume. Le tableau 18 présente les résultats obtenus.

Plan d'étude	mode a	mode b	mode c
XY (quel que soit le plan XY étudié dans le volume)	1.5 ± 0.1	0.6 ± 0.1	0.5 ± 0.1
XZ (plan situé au niveau de l'entaille)	0.9 ± 0.1	0.5 ± 0.1	0.15 ± 0.1

- Tableau 18: répartition dans le volume des densités surfaciques (mm^{-2}) des fissures sous sollicitation de cisaillement translaminaire [95] -

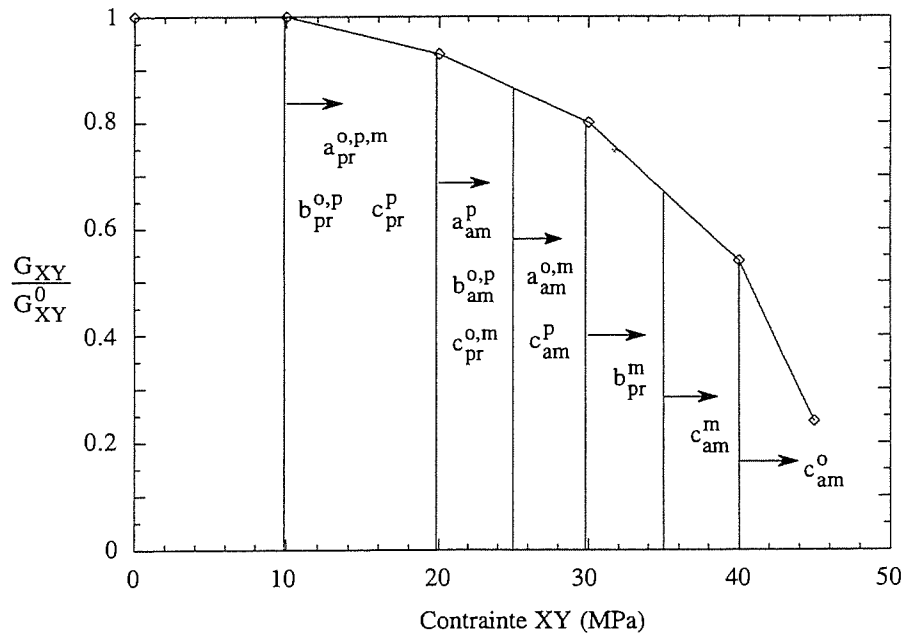
Il apparait que les densités des fissures dans le plan XY, quoique légèrement plus faibles, soient du même ordre de grandeur que celles déterminées en surface de l'échantillon. Les densités des fissures sont plus faibles dans le plan XZ au niveau de l'entaille. Cependant, elles sont globalement trois fois plus élevées dans le plan de l'entaille que dans les trois autres plans XZ étudiés, confirmant ainsi que la sollicitation macroscopique de cisaillement est bien concentrée au niveau de l'entaille dans ce plan.

3 - Corrélations entre les phénomènes d'endommagement microscopiques identifiés et les grandeurs mécaniques macroscopiques mesurées.

La figure 54 présente l'évolution moyenne du module de cisaillement en fonction du chargement appliqué. Il apparaît, comme précédemment pour les sollicitations de traction uniaxiale, que l'évolution du module de Coulomb est en accord avec l'apparition et le développement des modes d'endommagement (tableau 16). L'endommagement subi par l'échantillon semble toutefois plus sévère que sous sollicitation de traction uniaxiale comme l'indique la diminution significative du module de Coulomb, qui atteint 80% à proximité de la rupture. L'existence et le développement de la fissuration matricielle engendre une déformation résiduelle proportionnelle à l'endommagement (figure 46).

VI - Synthèse.

Les observations microscopiques ont permis d'identifier les **trois mêmes modes d'endommagement sous sollicitations de traction uniaxiale et de cisaillement translaminaire de type Iosipescu**: la fissuration intra-fil, la fissuration inter-fils et la macro-fissuration. Ces modes d'endommagement ont été caractérisés, et leur évolution décrite. Les ordres de grandeurs des densités, et des paramètres morphologiques des fissures déterminés à la surface des échantillons ont été vérifiés dans le volume, aux effets de bords près. Ils sont analogues pour les deux types de sollicitations mécaniques examinées.



- Figure 54: évolution du module de cisaillement en fonction du chargement appliqué sous sollicitation de cisaillement translaminaire - comparaison avec les niveaux d'apparition des modes d'endommagement (o: orthogonale, p: parallèle, m: mixte, pr: prolongement, am: amorçage) -

La mesure in-situ du champ de déplacement, ainsi que les différentes mesures extensométriques réalisés sur une même éprouvette sollicitée en traction uniaxiale, ont mis en évidence les perturbations locales du champ de déformation au sein d'une structure à architecture complexe. En outre, la faiblesse des densités de fissures mesurées (essentiellement le mode c) peut provoquer localement une dispersion dans la mesure de la déformation. Toutefois, lorsque la méthode de mesure est adaptée à l'hétérogénéité du matériau, le comportement mécanique moyen peut être obtenu. La mesure du champ de déplacement dans les zones d'embuvage n'a pas mis en évidence (à la précision des mesures près) de phénomènes de réalignement de fils (sollicités localement en flexion) pouvant justifier un comportement élastique non linéaire suivant cette direction.

Des corrélations ont été établies entre les modes d'endommagement identifiés et leurs incidences sur les grandeurs mécaniques mesurées à l'échelle macroscopique.

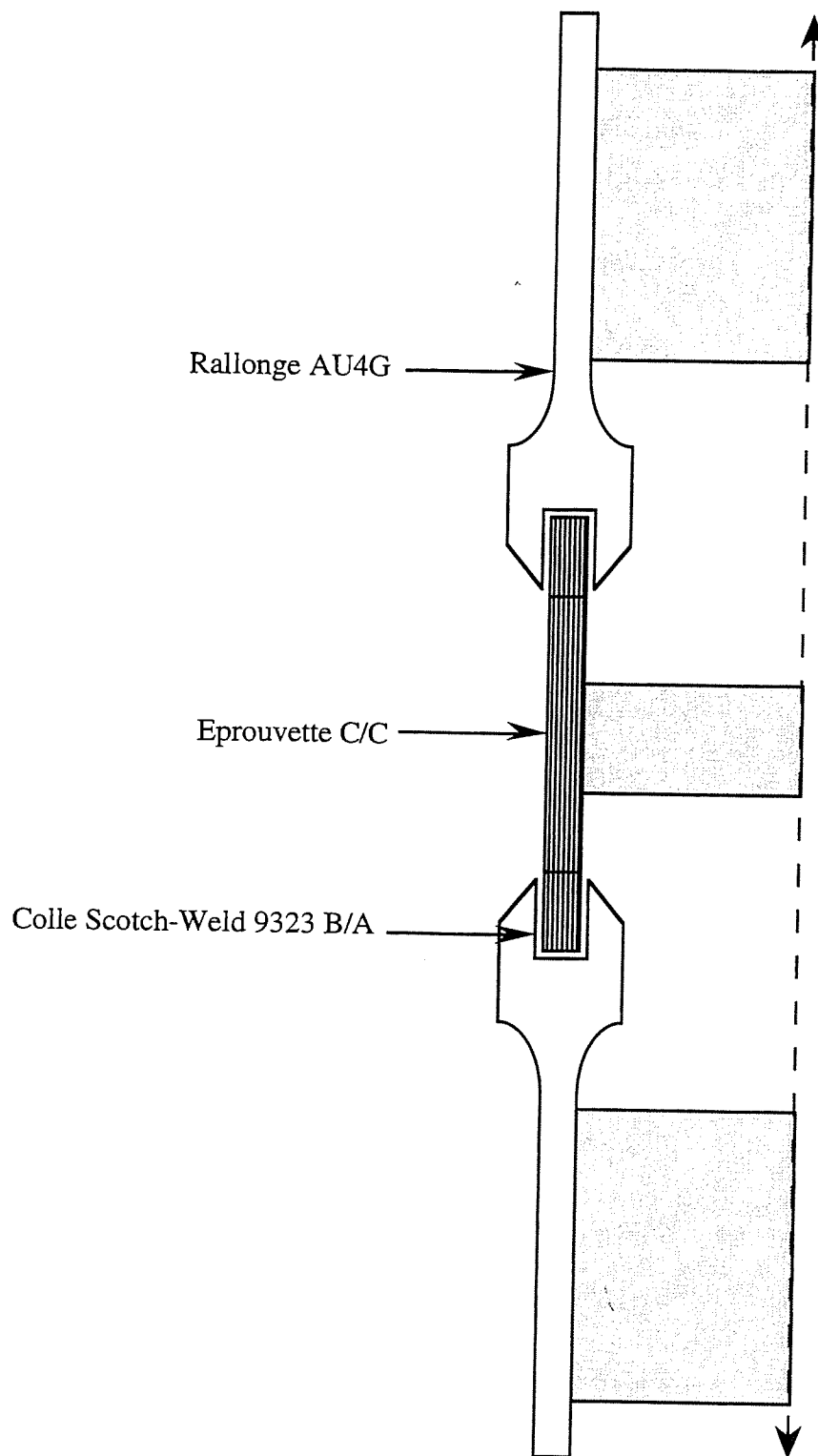
L'évolution de l'énergie dissipée au cours des essais de traction uniaxiale a confirmé la présence de modes d'endommagement identiques suivant les deux directions du matériau X et Y. Cependant, l'emploi de l'énergie dissipée comme variable d'endommagement se heurte à des problèmes ardu de stéréologie dans la transformation d'une densité surfacique en une densité volumique d'un mode d'endommagement. En outre, cette variable d'endommagement ne permet pas aisément de découpler l'incidence des différents modes dont les densités de fissures demeurent faibles (donc imprécises).

Il apparaît que sous sollicitation de traction uniaxiale, la déformation résiduelle longitudinale ainsi que les évolutions des coefficients de Poisson ν_{XZ} et ν_{YZ} sont de bons indicateurs de l'amorçage et du développement du mode a de fissuration. Le mode b est bien représenté par l'évolution des coefficients de Poisson. Enfin, l'évolution de la rigidité est essentiellement représentative de l'amorçage et du développement du mode c. Sous sollicitation de cisaillement translaminaire, les évolutions de la déformation résiduelle et du module de Coulomb sont également des bons indicateurs de l'amorçage et du développement des modes de fissuration. L'enregistrement de l'activité acoustique

s'est également révélé être un bon indicateur de l'amorçage et du développement de la fissuration pour les deux sollicitations mécaniques étudiées.

Il a été montré dans ce chapitre que les différents mécanismes d'endommagement identifiés à l'échelle microscopique étaient traduits par les évolutions des variables d'endommagement macroscopiques. Le chapitre III propose un modèle macroscopique de **comportement élastique endommageable avec déformations anélastiques** de ce matériau dans le plan XY.

Annexe: principe du collage des rallonges AU4G sur éprouvette C/C.



- Chapitre III -

**Modèle macroscopique de comportement
mécanique d'un composite 2.5 D C/C**

I. Introduction.

Dans le chapitre précédent, l'analyse de l'endommagement du composite sous sollicitations mécaniques a montré que les modes d'endommagement étaient identiques sous sollicitations de traction uniaxiale et de cisaillement translaminaire, et que la fissuration matricielle était dictée par les directions d'orthotropie du matériau.

Dans ce chapitre, un modèle de comportement **élastique endommageable avec déformation anélastique** du composite est proposé à partir de la théorie de l'endommagement anisotrope développée par Ladeveze [37]. Cette théorie a déjà été appliquée avec succès à la modélisation du comportement mécanique et la rupture de composites initialement isotropes tel que le 2D tissé SiC/SiC [68,69], ainsi que de composites initialement anisotropes tels que les 2D stratifiés Carbone-Epoxy [70] et Verre-Epoxy [71], ou les 3D C/C [10,72,73]. Ici, les résultats de l'analyse de structure du composite C/C et des modes d'endommagement s'y développant à différentes échelles, et certaines propriétés remarquables identifiées pendant l'étude expérimentale, ont permis d'établir des hypothèses simplifiant le modèle. L'identification ne nécessite que trois essais de traction uniaxiale suivant les directions X, Y et à 45° de l'axe des fils. Le modèle a été validé grâce aux courbes de comportement mesurées en traction uniaxiale suivant diverses directions par rapport aux axes du matériau.

Ce modèle de comportement mécanique a été développé en collaboration avec J. Pailhès (L.C.T.S.).

II - Description du cadre thermodynamique.

Le modèle proposé pour décrire le comportement élastique endommageable avec déformation anélastique du composite 2.5D C/C s'inscrit dans le cadre classique de la thermodynamique des processus irréversibles [36,37]. Les hypothèses de travail sont:

- petites perturbations,
- régime isotherme: $T=T_0$,
- partition des déformations: $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^e + \varepsilon_{ij}^p$, où ε_{ij}^e et ε_{ij}^p sont les composantes élastiques et anélastiques des déformations.

L'état du matériau est déterminé par la connaissance d'un certain nombre de variables. Dans la description du comportement **élastique endommagé**, elles se réduisent dans notre cas à:

- ε_{ij}^e , tenseur de déformation élastique (variable observable),
- et d_i , variables scalaires d'endommagement (variables internes).

L'écriture de l'énergie de déformation $E_D = \frac{1}{2} \text{Tr}[\sigma \varepsilon^e]$ permet d'avoir accès aux variables duales de ε_{ij}^e et d_i , à savoir le tenseur des contraintes σ et les forces thermodynamiques Y_{d_i} respectivement, définies par:

$$\sigma = \left. \frac{\partial E_D}{\partial \varepsilon^e} \right|_{d_i \text{ cst}} = K \varepsilon^e, \text{ avec } K \text{ tenseur de Hooke}$$

$$Y_{d_i} = \left. \frac{\partial E_D}{\partial d_i} \right|_{\sigma \text{ cst}}$$

L'écriture des lois complémentaires décrivant la **dissipation** sont obtenues à partir du potentiel de dissipation $\phi_p \geq 0$. Dans notre cas, ϕ_p est fonction de la variable de flux $\dot{\varepsilon}_p$ (taux de déformation anélastique) et s'obtient par:

$$\phi_p = \text{Tr}[\sigma \dot{\varepsilon}_p] = \text{Tr}[\tilde{\sigma} \dot{\tilde{\varepsilon}}_p] \quad (" \sim " : \text{ grandeur effective (définie au paragraphe IV)})$$

La variable duale de $\dot{\varepsilon}_p$, à savoir σ , se déduit par:
$$\sigma = \frac{\partial \phi_p}{\partial \dot{\varepsilon}_p}$$

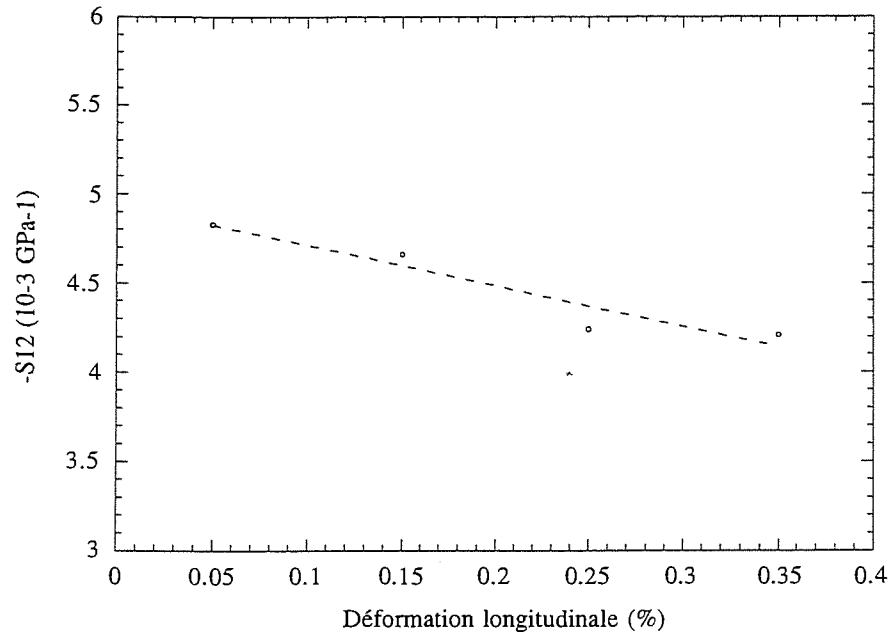
Le cadre thermodynamique étant posé, le modèle a été écrit sous les hypothèses suivantes:

- représentation plane des contraintes dans le plan (1,2) (où 1=X et 2=Y),
- le matériau conserve sa symétrie orthotrope jusqu'à rupture.

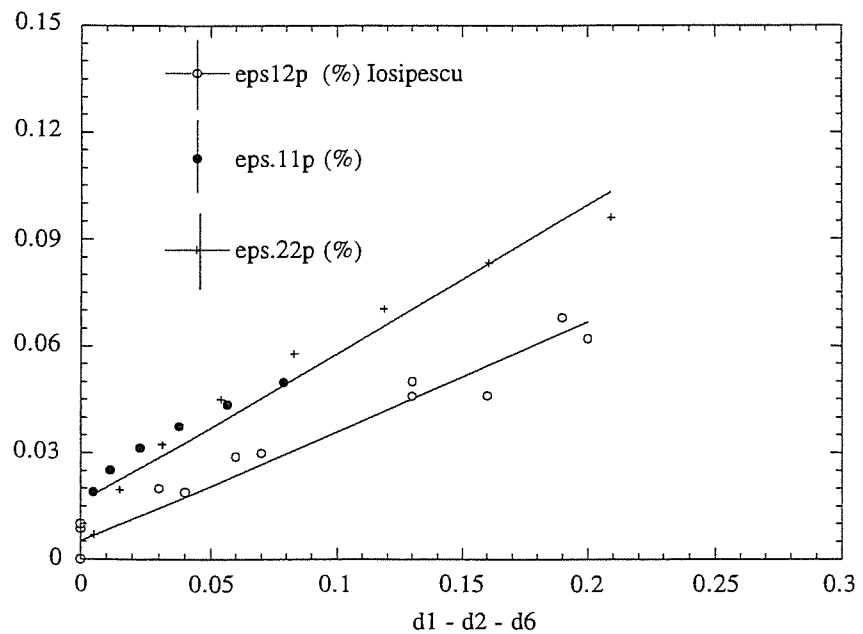
L'hypothèse simplificatrice selon laquelle $\frac{\nu_{12}}{E_1} = \text{cte}$ a été retenue en raison de la faible variation expérimentale du rapport de ces deux grandeurs (figure 1). Conformément aux essais réalisés (traction uniaxiale et cisaillement), l'écriture du problème mécanique repose sur la contribution des contraintes de cisaillement et sur la contribution positive des contraintes de traction. Le comportement élastique endommagé est décrit à partir de la définition de l'énergie de déformation élastique endommagée. La relation de proportionnalité existant entre l'anélasticité et l'endommagement (figure 2) est décrite à l'aide d'une fonction seuil d'anélasticité écrite en contraintes effectives. Le critère d'anélasticité est supposé isotrope en première approximation.

III - Modélisation de l'endommagement anisotrope.

Il a été montré précédemment que l'orientation de l'endommagement matriciel identifié expérimentalement sous sollicitation mécanique respectait l'orthotropie du matériau. La formulation des variables scalaires d'endommagement est telle que:



- Figure 1: variations de $\frac{v_{12}}{E_1}$ en fonction de la déformation longitudinale ϵ_1 mesurée en traction uniaxiale -



- Figure 2: variations de la déformation anélastique en fonction des variables d'endommagement d_i ($i=1, 2, 6$) déterminées lors des essais de traction et Iosipescu -

$$\begin{aligned}
 d_1 &= 1 - \frac{E_1}{E_1^0} \\
 d_2 &= 1 - \frac{E_2}{E_2^0} \quad (d_1, d_2, d_6) \in [0, 1] \\
 d_6 &= 1 - \frac{G_{12}}{G_{12}^0}
 \end{aligned}$$

et l'énergie de déformation élastique endommagée du matériau est égale à :

$$E_D = \frac{1}{2} \left[\frac{\sigma_{11}^2}{E_1^0(1-d_1)} - \frac{2\nu_{12}^0}{E_1^0} \sigma_{11}\sigma_{22} + \frac{\sigma_{22}^2}{E_2^0(1-d_2)} + \frac{\sigma_{12}^2}{G_{12}^0(1-d_6)} \right]$$

La loi élastique endommagée du matériau s'écrit :

$$\varepsilon^e = \mathbf{K}^{-1} \boldsymbol{\sigma} \Leftrightarrow \begin{cases} \varepsilon_{11}^e = \frac{\sigma_{11}}{E_1^0(1-d_1)} - \frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} \sigma_{22} \\ \varepsilon_{22}^e = \frac{\sigma_{22}}{E_2^0(1-d_2)} - \frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} \sigma_{11} \\ \varepsilon_{12}^e = \frac{\sigma_{12}}{2G_{12}^0(1-d_6)} \end{cases}$$

Les variables forces associées thermodynamiquement à d_1 , d_2 , et d_6 sont définies de la façon suivante :

$$\begin{aligned}
 Y_1 &= \left. \frac{\partial E_D}{\partial d_1} \right|_{\boldsymbol{\sigma}: \text{cst}} = \frac{\sigma_{11}^2}{2E_1^0(1-d_1)^2} \\
 Y_2 &= \left. \frac{\partial E_D}{\partial d_2} \right|_{\boldsymbol{\sigma}: \text{cst}} = \frac{\sigma_{22}^2}{2E_2^0(1-d_2)^2} \\
 Y_6 &= \left. \frac{\partial E_D}{\partial d_6} \right|_{\boldsymbol{\sigma}: \text{cst}} = \frac{\sigma_{12}^2}{2G_{12}^0(1-d_6)^2}
 \end{aligned}$$

Les lois d'évolution de d_1 , d_2 , et d_6 , intégrant le couplage entre les contributions de traction et de cisaillement, sont de la forme [96] :

$$\begin{cases} d_1 = f(\underline{Y}_1, \underline{Y}_2, \underline{Y}_6) \\ d_2 = g(\underline{Y}_1, \underline{Y}_2, \underline{Y}_6) \\ d_6 = h(\underline{Y}_1, \underline{Y}_2, \underline{Y}_6) \end{cases} \text{ avec: } \begin{cases} \underline{Y}_1(t) = \sup_{\tau \leq t} Y_1(\tau) \\ \underline{Y}_2(t) = \sup_{\tau \leq t} Y_2(\tau) \\ \underline{Y}_6(t) = \sup_{\tau \leq t} Y_6(\tau) \end{cases}$$

En accord avec les observations microscopiques qui ont montré qu'un endommagement analogue se développe sous sollicitations mécaniques de traction uniaxiale et de cisaillement, il a été considéré en première approximation que les contributions respectives des grandeurs décrivant l'état de sollicitation pouvaient s'ajouter. Les lois d'évolution ont été écrites, et ceci indépendamment de l'histoire du chargement simulé, sous la forme linéaire suivante:

$$\begin{cases} d_1 = f(Y_1 + aY_2 + bY_6) \\ d_2 = g(Y_2 + cY_1 + dY_6) \\ d_6 = h(Y_6 + eY_1 + lY_2) \end{cases} \quad (1)$$

$$\text{avec: } \begin{cases} (Y_1(t) + aY_2(t) + bY_6(t)) = \sup_{\tau \leq t} (Y_1(\tau) + aY_2(\tau) + bY_6(\tau)) \\ (Y_2(t) + cY_1(t) + dY_6(t)) = \sup_{\tau \leq t} (Y_2(\tau) + cY_1(\tau) + dY_6(\tau)) \\ (Y_6(t) + eY_1(t) + lY_2(t)) = \sup_{\tau \leq t} (Y_6(\tau) + eY_1(\tau) + lY_2(\tau)) \end{cases}$$

où les paramètres de couplage a , b , ..., e et l sont à identifier.

Toutefois, la connaissance des modes d'endommagement se développant sous sollicitations mécaniques permet de simplifier cette écriture. Ainsi, les paramètres de couplage a et c peuvent être pris égaux à zéro dans la mesure où une fissure dans un fil transversal (d'orientation 2) est supposée avoir une incidence négligeable sur d_2 pour une sollicitation suivant 1 (et inversement). Les techniques de caractérisation ultrasonores [97] constituent un moyen de valider cette hypothèse. Toutefois les problèmes expérimentaux rencontrés pour caractériser le tenseur d'élasticité de matériaux carbone endommagés ne sont pas complètement résolus à l'heure actuelle [98]. Par contre, les modes d'endommagement matriciel intrafil et interfil justifient la prise en compte de la contribution de cisaillement au sein de la loi de d_1 et d_2 . En outre, la dégradation en cisaillement étant constitué de modes de fissuration également provoqués lors d'une sollicitation de traction suivant les directions 1 et 2, l'évolution de d_6 sera supposée

résulter des mêmes grandeurs que d_1 et d_2 . Les lois d'évolution peuvent donc s'écrire sous la forme:

$$\begin{cases} d_1 = f(Y_1 + bY_6) \\ d_2 = g(Y_2 + dY_6) \\ d_6 = Ad_1 + Bd_2 \end{cases} \quad (2)$$

$$\text{avec: } \begin{cases} (Y_1(t) + bY_6(t)) = \sup_{\tau \leq t} (Y_1(\tau) + bY_6(\tau)) \\ (Y_2(t) + dY_6(t)) = \sup_{\tau \leq t} (Y_2(\tau) + dY_6(\tau)) \end{cases}$$

Les paramètres de couplage b et d sont des caractéristiques du matériau et sont pris constants en première approximation. Les paramètres A et B sont pris égaux en première approximation de manière à retranscrire que les modes de fissuration se répartissent globalement de façon équitable entre les deux directions 1 et 2 lors d'un essai de cisaillement dans le plan (1,2). Les paramètres de couplage e et l , ainsi que la valeur de A , se déduisent des courbes maîtresses d'endommagement de d_1 et d_2 .

IV - Modélisation de l'anélasticité: couplage endommagement - irréversibilité.

La proportionnalité existant entre l'endommagement et l'anélasticité (figure 2) a été mise en évidence précédemment. Pour modéliser l'anélasticité induite par l'endommagement, la description de l'irréversibilité est écrite à partir du tenseur des

$$\text{contraintes effectives: } \tilde{\sigma} = \begin{pmatrix} \frac{\sigma_{11}}{(1-d_1)} & \frac{\sigma_{12}}{(1-d_6)} \\ \frac{\sigma_{12}}{(1-d_6)} & \frac{\sigma_{22}}{(1-d_2)} \end{pmatrix}$$

et du tenseur des taux de déformations anélastiques effectives:

$$\tilde{\varepsilon}_p = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11p}(1-d_1) & \varepsilon_{12p}(1-d_6) \\ \varepsilon_{12p}(1-d_6) & \varepsilon_{22p}(1-d_2) \end{pmatrix}$$

Le critère d'anélasticité est supposé isotrope en première approximation. Ainsi, le domaine d'élasticité est borné par la fonction r quadratique définie par:

$$r(\tilde{\sigma}, R) = \sqrt{\tilde{\sigma}_{11}^2 + m^2 \tilde{\sigma}_{22}^2 + n^2 \tilde{\sigma}_{12}^2} - R(p) - R_0 \quad (3)$$

Les paramètres de couplage m et n sont des caractéristiques du matériau et sont pris constants en première approximation. La fonction d'écrouissage $p \rightarrow R(p) + R_0$ est caractéristique du matériau, où $R(p)$ est une fonction représentative de la déformation résiduelle cumulée p , et R_0 la valeur du seuil de plasticité. Les conditions d'écoulement sont:

$$\begin{cases} \dot{\varepsilon}_{11p} = \dot{p} \frac{\tilde{\sigma}_{11}}{R + R_0} \\ \dot{\varepsilon}_{22p} = \dot{p} m^2 \frac{\tilde{\sigma}_{22}}{R + R_0} \\ \dot{\varepsilon}_{12p} = \frac{1}{2} \dot{p} n^2 \frac{\tilde{\sigma}_{12}}{R + R_0} \end{cases} \quad \text{avec: } \begin{cases} \dot{p} > 0 & \text{si } r = 0 \text{ et } \dot{r} = 0 \\ \dot{p} = 0 & \text{si } r = 0 \text{ et } \dot{r} < 0 \end{cases} \quad (4)$$

d'où: $(3) + (4) \Rightarrow \dot{p} = \sqrt{\tilde{\sigma}_{11}^2 + \frac{\dot{\varepsilon}_{22p}^2}{m^2} + 4 \frac{\dot{\varepsilon}_{12p}^2}{n^2}} \quad (5)$

V - Identification du modèle élastique endommageable avec déformation anélastique.

Outre les modules élastiques initiaux du matériau, le modèle dépend de d_1 , d_2 , des paramètres de couplages b , d , m et n , du paramètre A , et de la fonction d'écrouissage

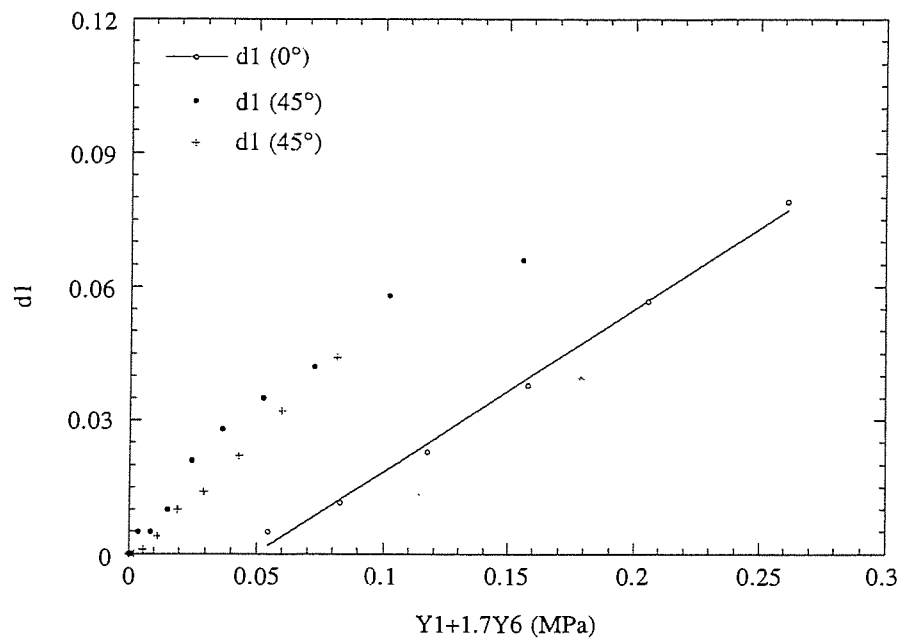
$p \rightarrow R(p) + R_0$. Le tableau 1 présente les trois essais de traction uniaxiale permettant l'identification du modèle.

Essais de traction uniaxiale	Variables d'endommagement - Paramètres de couplage
Direction de sollicitation: 1 (X)	Modules élastiques: E_1^0 , ν_{12}^0 Endommagement: d_1
Direction de sollicitation: 2 (Y)	Module élastique: E_2^0 Endommagement: d_2 Anélasticité: m
Direction de sollicitation : 45°	Module élastique: G_{12}^0 Endommagement: d_6, b, d (A, B, e et l) Anélasticité: n

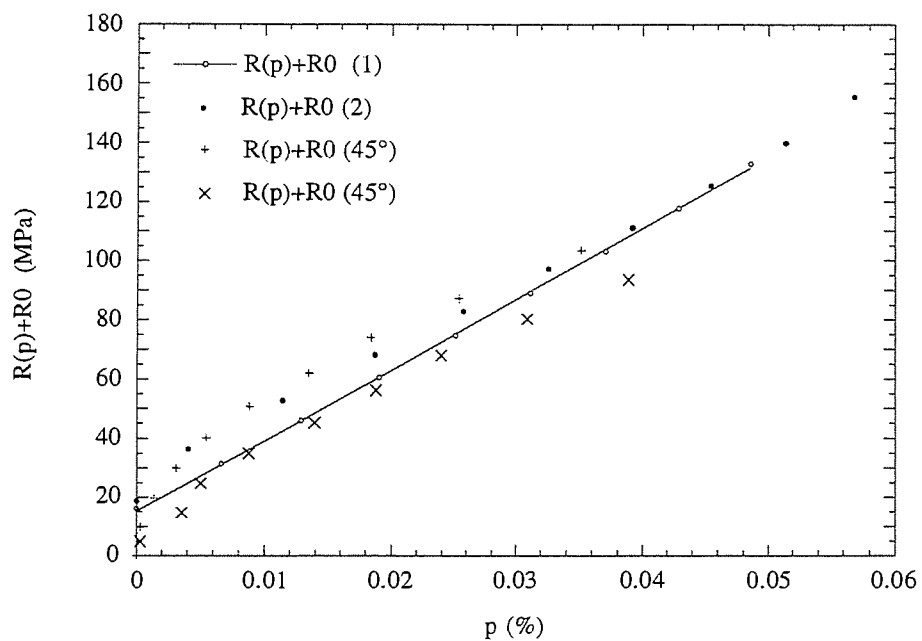
- Tableau 1: présentation des essais de traction uniaxiale permettant l'identification des variables d'endommagement et des paramètres du modèle -

Un essai de **traction uniaxiale suivant la direction 1** avec des cycles de charge-décharge permet de tracer la courbe maîtresse d'endommagement de d_1 (figure 3). Puis, par intégration de la relation (5), cet essai permet de tracer la courbe maîtresse de plasticité (figure 4).

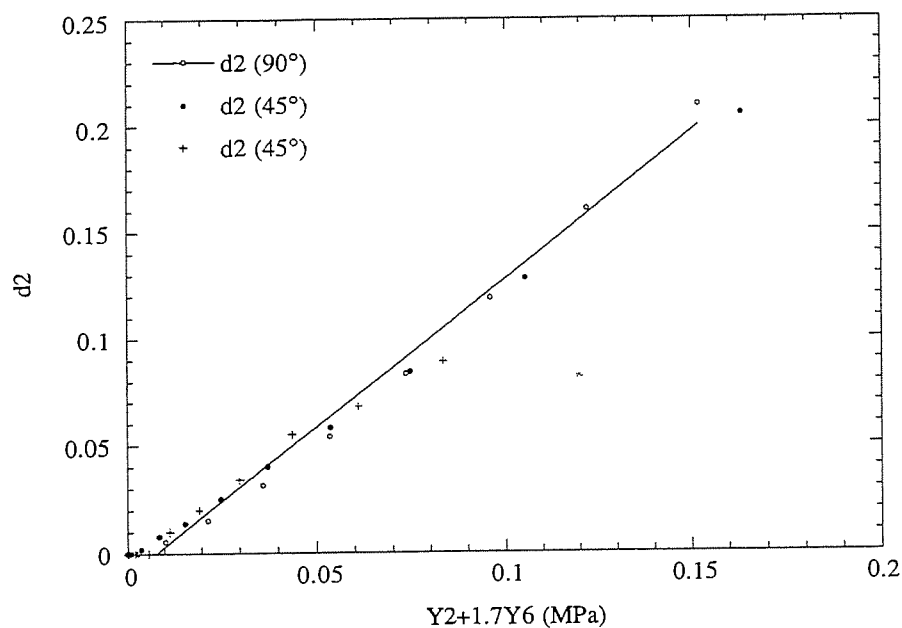
Un essai de **traction uniaxiale suivant la direction 2** avec des cycles de charge-décharge permet de tracer la courbe maîtresse d'endommagement de d_2 (figure 5). Puis, cet essai permet d'identifier la paramètre de couplage m en se recalant sur la courbe maîtresse de plasticité par intégration de la relation (5). La valeur $m = 1.7$ a été obtenue par itérations successives (figure 4).



- Figure 3: courbe maîtresse d'endommagement: $d_1 = f(Y_1 + 1.7Y_6)$ -



- Figure 4: courbe maîtresse de plasticité -



- Figure 5: courbe maîtresse d'endommagement: $d_2 = g(Y_2 + 1.7Y_6)$ -

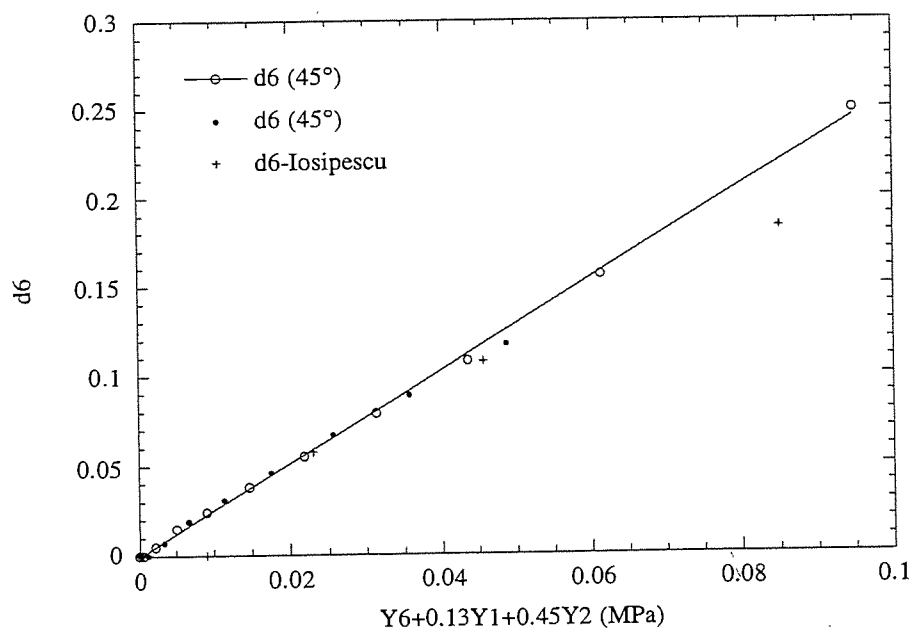


Figure 6: courbe maîtresse d'endommagement: $d_6 = h(Y_6 + 0.13Y_1 + 0.45Y_2)$ -

Un essai de **traction uniaxiale à 45°** de l'axe des fils avec des cycles de charge-décharge permet d'identifier le paramètre n (relation (5)) par recalage sur la courbe maîtresse de plasticité (figure 4). La valeur $n = 3.4$ a été obtenue par itérations successives. Cet essai permet également d'identifier les paramètres b et d (relation (2)) opérant le couplage entre les contributions de traction et de cisaillement au sein des lois d'évolution de d_1 et d_2 respectivement. La valeur $d = 1.7$ a été obtenue pour la courbe maîtresse d'endommagement de d_2 (figure 5). En raison de la difficulté rencontrée pour la détermination du paramètre de couplage b , liée à la faible valeur de la variable d'endommagement d_1 ($\leq 8\%$ expérimentalement à rupture), b a été pris égal à d en première approximation. L'existence d'un seuil dans la loi d'évolution de d_1 (figure 3) non respecté pour les essais à 45° a donc été négligé en première approximation. Notre attention s'est plus portée sur la cinétique attachée à cette variable d'endommagement, c'est à dire à la pente de la courbe maîtresse de d_1 , via le paramètre de couplage $b = 1.7$.

La courbe maîtresse d'endommagement de d_6 présentée à la figure 6, se déduit des courbes maîtresses d'endommagement de d_1 et d_2 :

$$\begin{cases} d_1 = k_{11}(Y_1 + bY_6) + k_{12} \\ d_2 = k_{21}(Y_2 + dY_6) + k_{22} \\ d_6 = Ad_1 + Bd_2 = h(Y_6 + eY_1 + lY_2) \end{cases}$$

où k_{ij} ($i, j = 1, 2$) sont les paramètres des droites décrivant les courbes maîtresses d'endommagement de d_1 et d_2 .

$$\Rightarrow d_6 = (Abk_{11} + Bdk_{21})(Y_6 + \frac{Ak_{11}}{Abk_{11} + Bdk_{21}} Y_1 + \frac{Bk_{21}}{Abk_{11} + Bdk_{21}} Y_2) + (Ak_{12} + Bk_{22})$$

$$\text{d'où par identification: } \begin{cases} A = B \\ b = d = 1.7 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} e = 0.13 \\ l = 0.45 \\ A = 0.9 \end{cases} \quad (6)$$

A terme, lorsque le nombre d'essais d'identification à 45° sera suffisant pour avoir accès au comportement moyen sous ce chargement, l'écriture de la courbe maîtresse de d_6 sera inutile dans la description de l'évolution de l'endommagement. En effet, l'écriture retenue pour décrire l'endommagement de cisaillement ($d_6=A(d_1+d_2)$) permet de s'affranchir de cette étape transitoire lors de la simulation numérique du comportement.

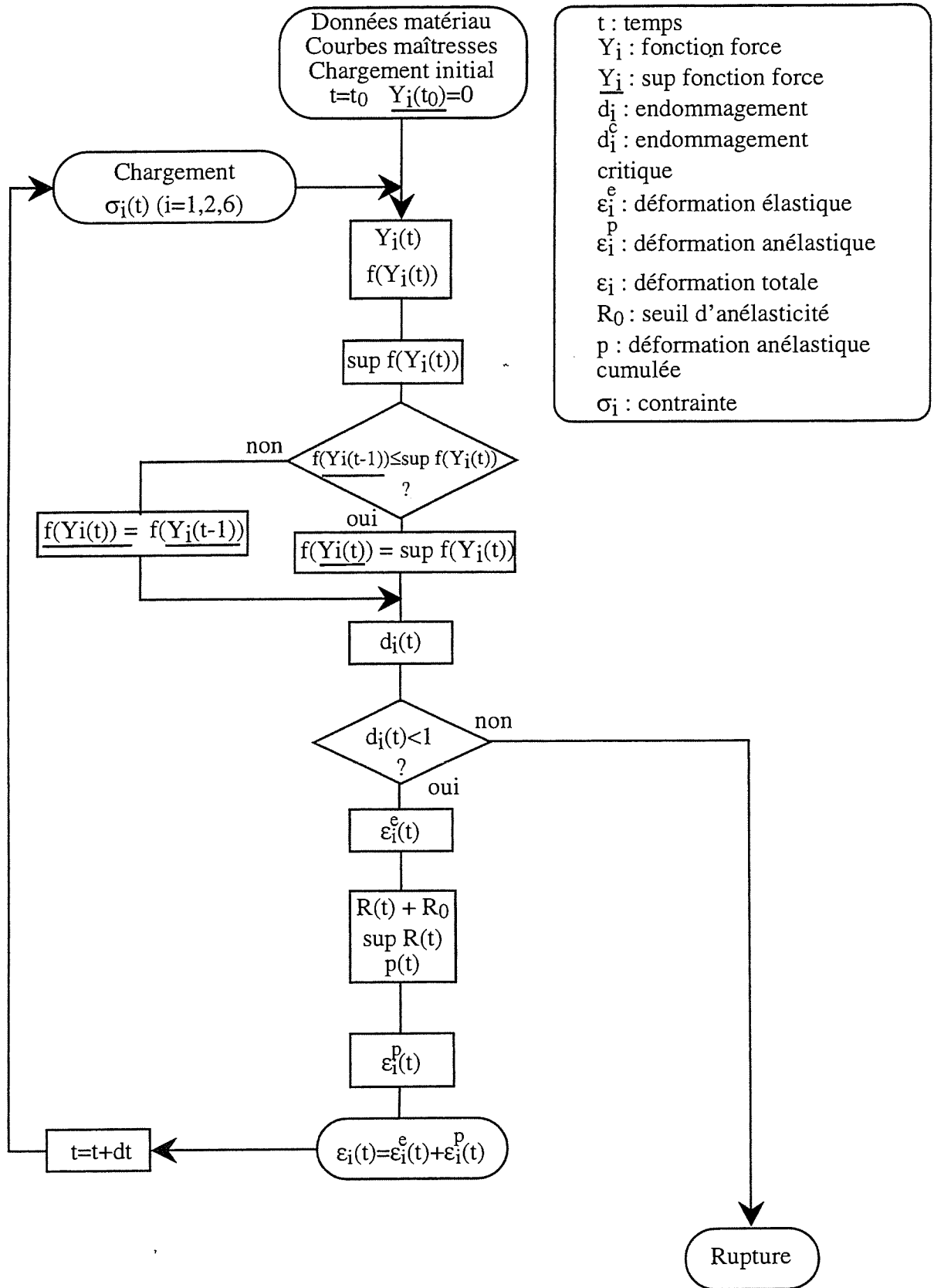
L'identification des paramètres opérant le couplage entre les contributions de traction et de cisaillement conduit à la relation:

$$d(= b) = m = \frac{n}{2} = 1.7$$

L'"unicité" des paramètres de couplage apparaissant dans les courbes maîtresses d'endommagement et d'anélasticité, ainsi que la proportionnalité existant entre la déformation anélastique cumulée p et $R(p)$, confirment l'analogie existant entre le développement de l'endommagement et le comportement anélastique qu'il engendre. La valeur du seuil d'anélasticité obtenu est $R_0 \approx 15$ MPa. Toutefois, le seuil d'anélasticité mesuré lors des essais de traction uniaxiale à 45° est inférieur, de l'ordre de 5-10 MPa (figure 4). Une amélioration dans la description de l'anélasticité pourrait alors être obtenue à partir d'une approximation de type "loi puissance" ayant comme origine cette nouvelle valeur de R_0 .

VI - Simulations du comportement mécanique - Validation du modèle.

L'organigramme de calcul de la simulation du comportement mécanique est présenté à la figure 7. Le calcul nécessite la connaissance des modules élastiques initiaux du matériau, les courbes maîtresses d'endommagement et d'anélasticité, et l'histoire du chargement en contrainte.

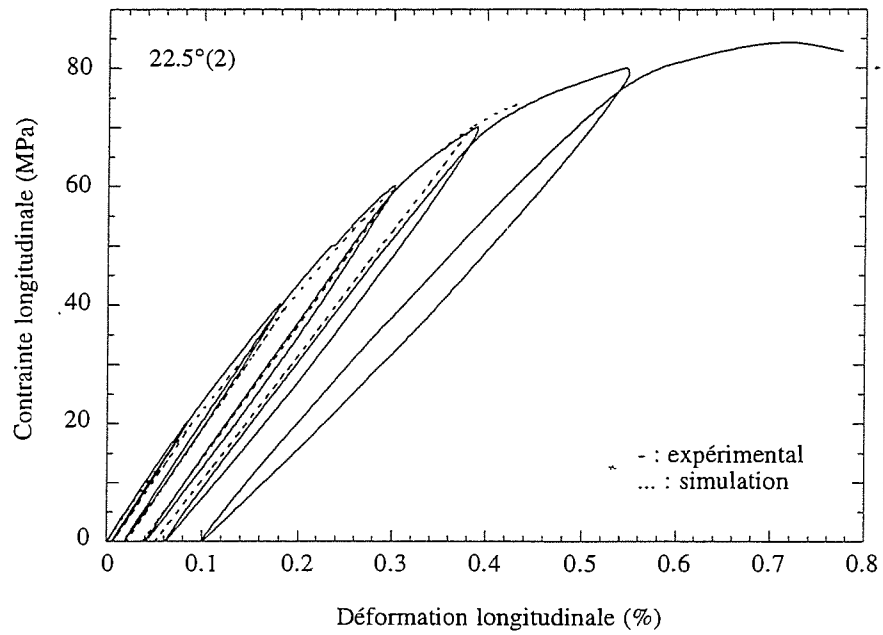


- Figure 7: organigramme de calcul de la simulation numérique -

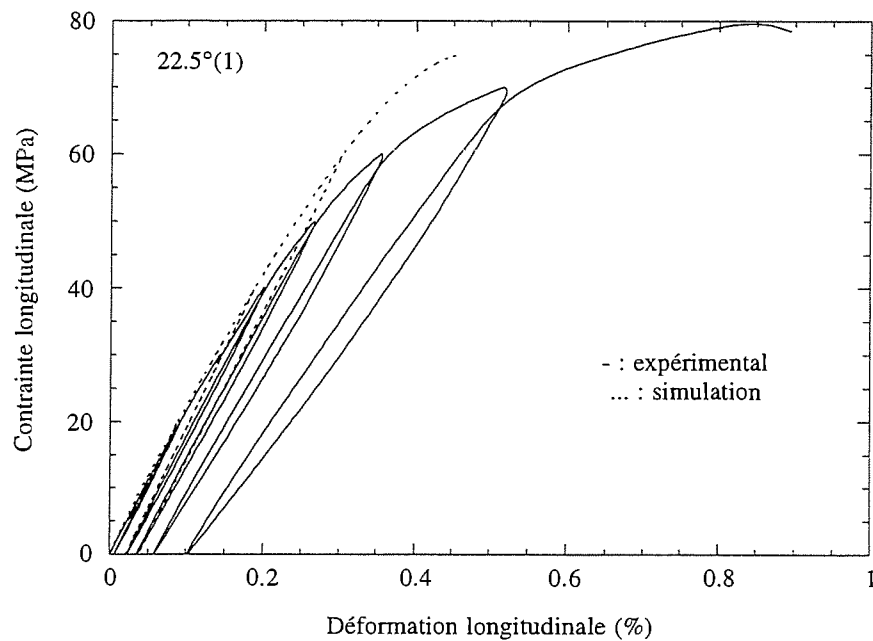
Les déformations élastique et anélastique sont calculées par itérations successives tant que $d_i < 1$ ($i = 1, 2, 6$). Dès que l'une des conditions $d_i = 1$ est vérifiée, le calcul est interrompu.

1 - Simulation du comportement sous sollicitation de traction uniaxiale.

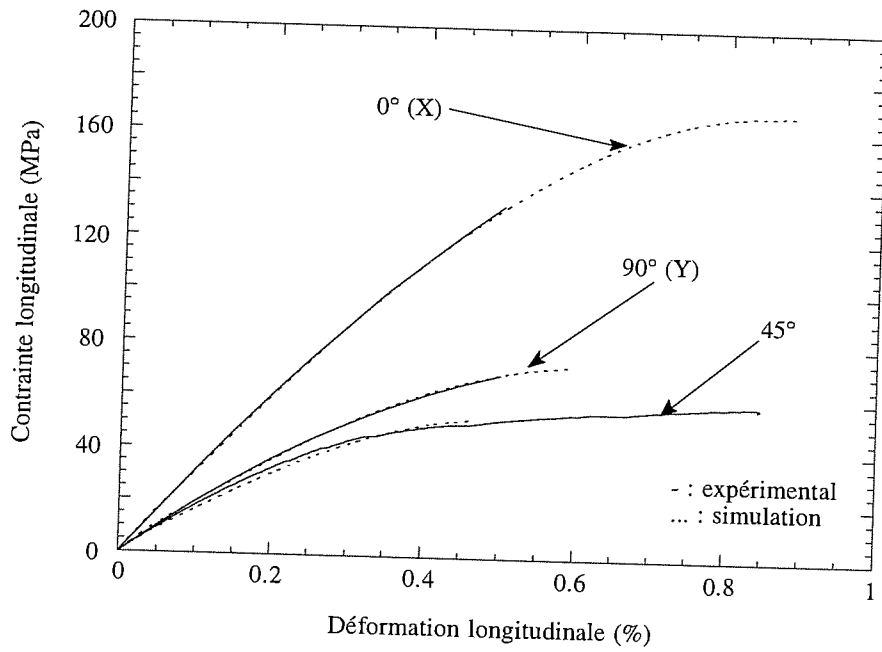
La figure 8 compare les courbes de traction uniaxiale calculées et les courbes expérimentales utilisées pour l'identification du modèle élastique endommageable avec déformation résiduelle. Le modèle a été validé en calculant les courbes de comportement pour des directions de traction distinctes ($15^\circ, 22.5^\circ, 67.5^\circ, 75^\circ$) de celles utilisées pour l'identification des paramètres du modèle (tableau 1). Ces courbes de comportement obtenues ont été ensuite comparées aux courbes expérimentales. Les courbes expérimentales à 15° et 75° sont issues de la référence [95]. Il apparaît que les courbes calculées sont en bon accord avec les courbes expérimentales disponibles (figure 9). Une bonne corrélation est obtenue pour des angles d'inclinaison par rapport à la direction 1 (X) de $15^\circ, 67.5^\circ$ et 75° . La figure 9 montre que les deux essais de traction uniaxiale réalisés pour une inclinaison de 22.5° présentent une certaine dispersion. Alors que le deuxième essai ($22.5^\circ(2)$) est en accord avec le calcul (figure 10), le premier ($22.5^\circ(1)$) sous-estime le cinétique de l'endommagement ainsi que la déformation anélastique (figure 11). Ce résultat peut être attribué dans un premier temps à la valeur du module d'Young longitudinal initial plus faible pour le premier essai (22.5 GPa) que pour le deuxième (24.6 GPa). Les courbes de comportement ont donc été calculées pour des angles d'inclinaison à $22.5^\circ, 25^\circ$ et 27.5° (figure 12) de manière à vérifier si cette singularité pouvait être imputable à un non respect de l'angle d'inclinaison lors du prélèvement de l'éprouvette. Il apparaît que le module d'Young longitudinal n'est pas une variable suffisamment sensible (pour des variations d'angle aussi faibles) pour valider ou infirmer cette hypothèse.



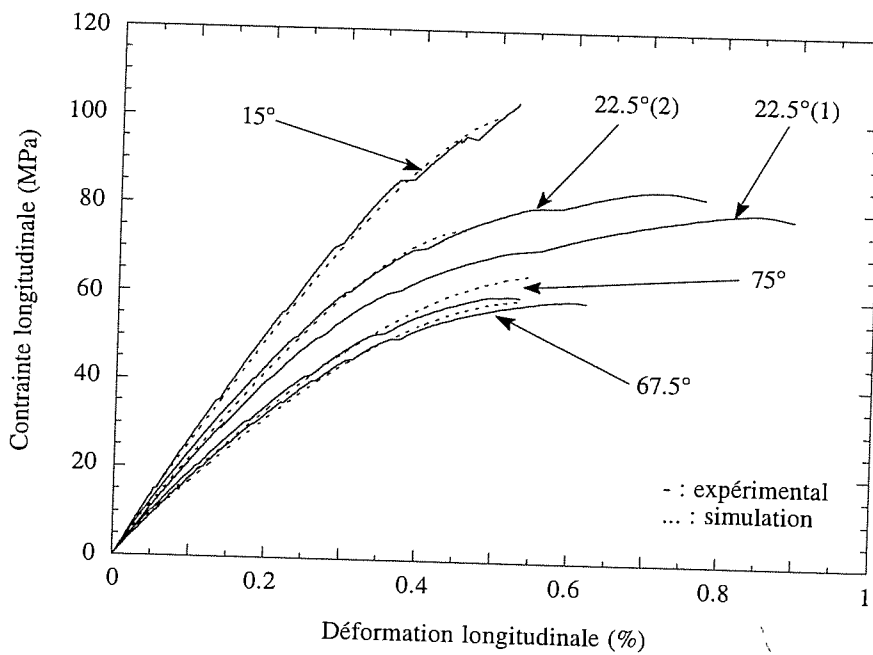
- Figure 10: simulation numérique et courbe d'essai de traction uniaxiale à 22.5°(2) -



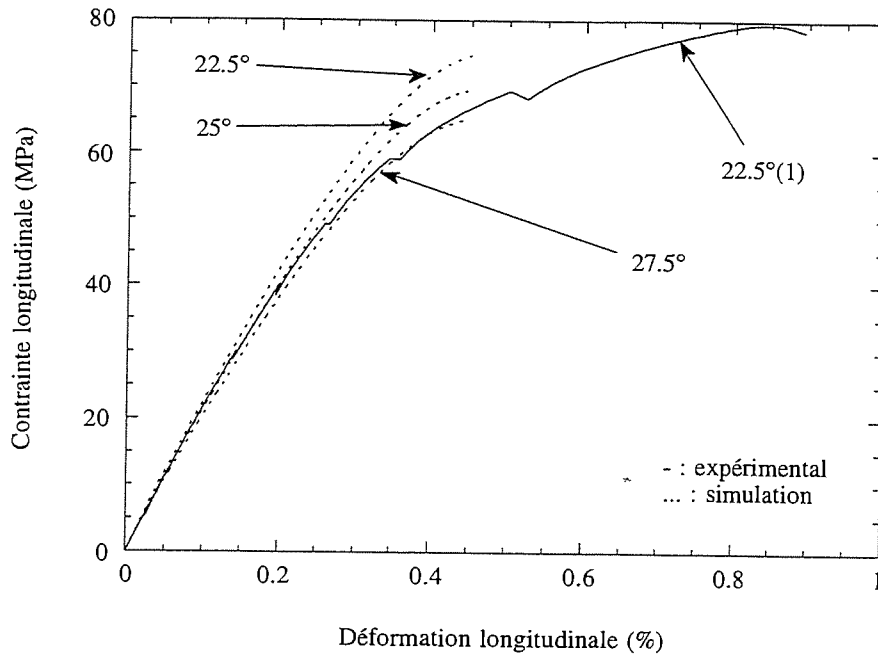
- Figure 11: simulation numérique et courbe d'essai de traction uniaxiale à 22.5°(1) -



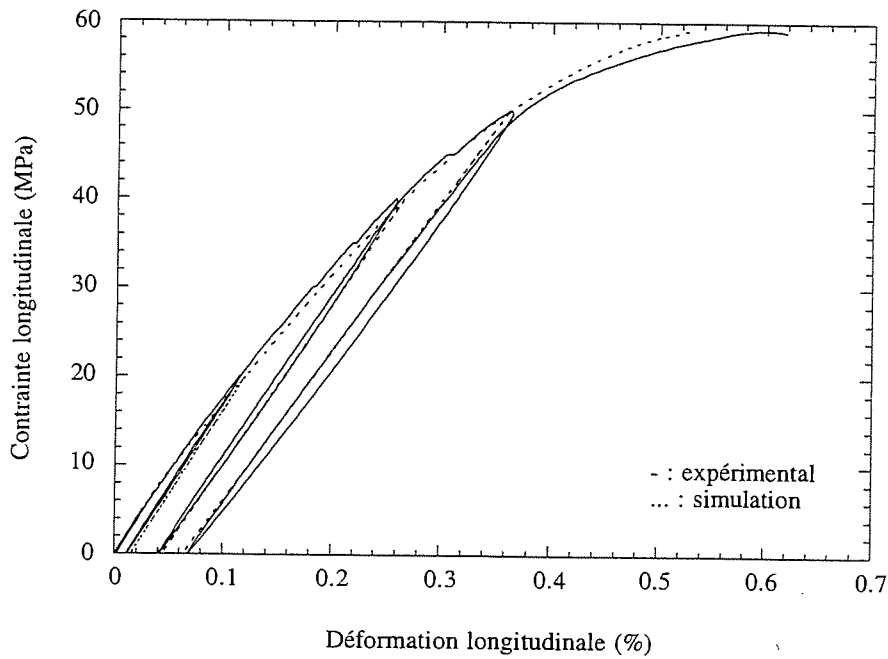
- Figure 8: courbes de comportement calculées et courbes d'essais de traction uniaxiale à 0°, 45° et 90° -



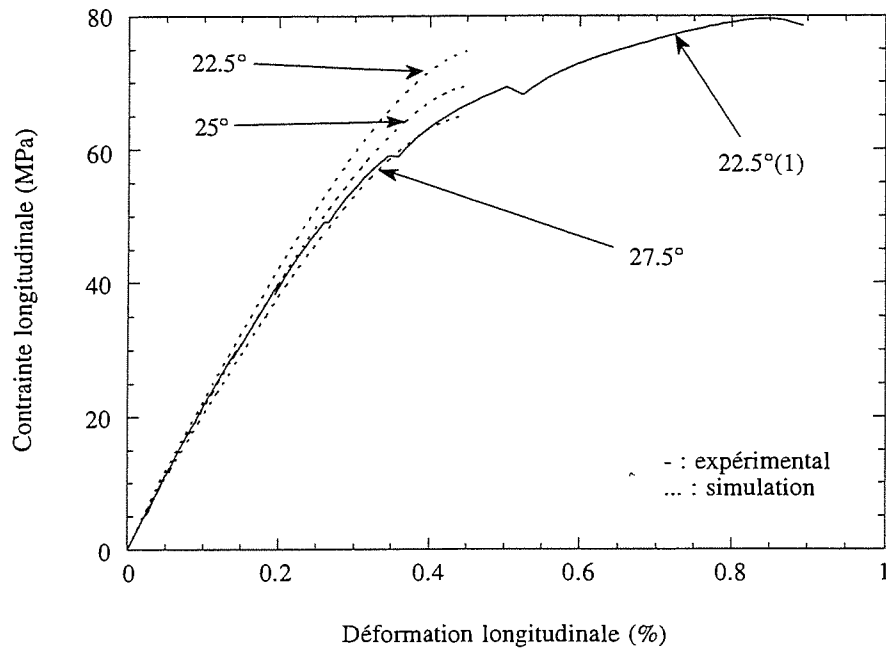
- Figure 9: simulations numériques et courbe d'essai de traction uniaxiale à 15°, 22.5°, 67.5° et 75° -



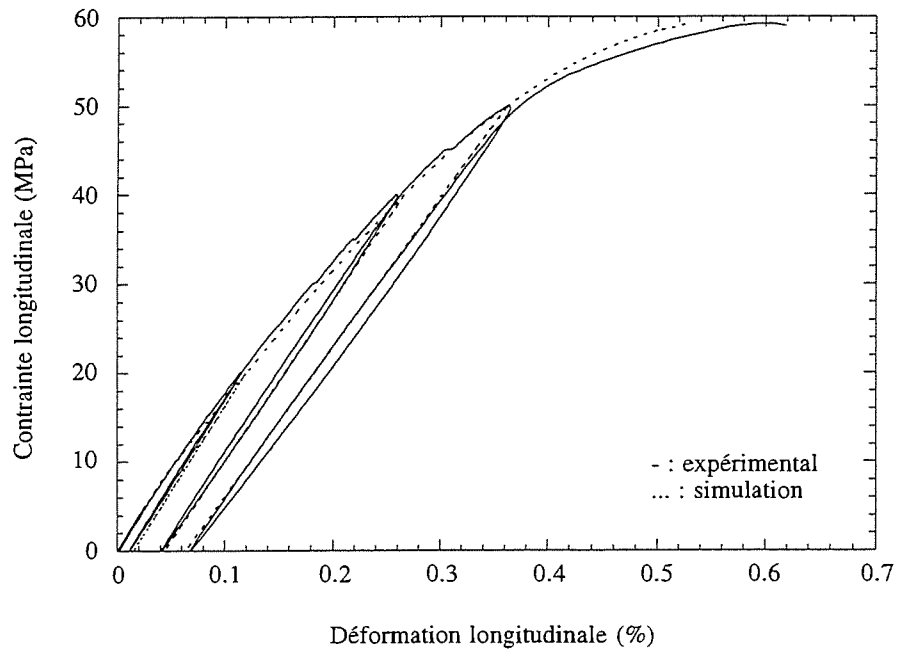
- Figure 12: simulations numériques à 22.5°, 25° et 27.5° et courbe d'essai de traction uniaxiale à 22.5°(1) -



- Figure 13: simulation numérique et courbe d'essai de traction uniaxiale à 67.5° -



- Figure 12: simulations numériques à 22.5°, 25° et 27.5° et courbe d'essai de traction uniaxiale à 22.5°(1) -



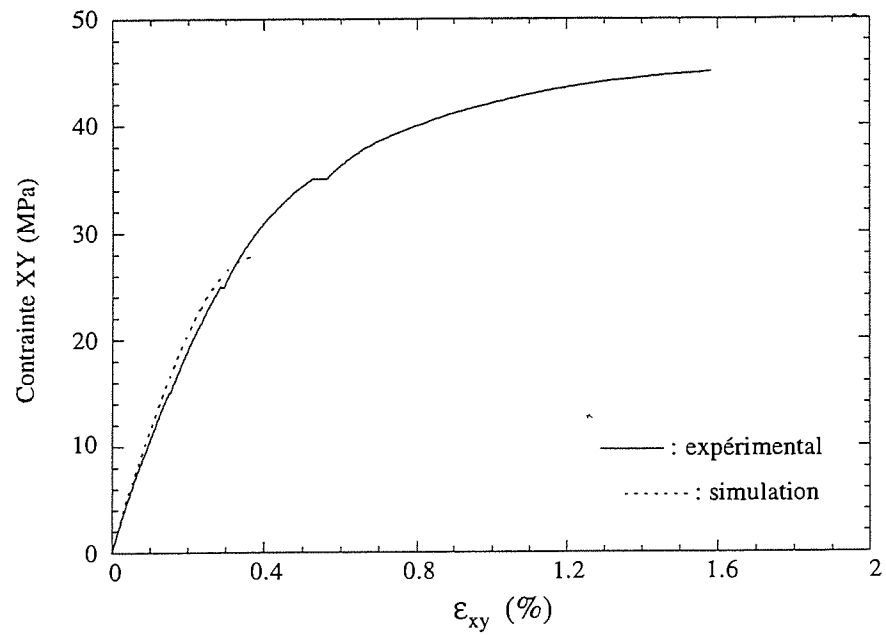
- Figure 13: simulation numérique et courbe d'essai de traction uniaxiale à 67.5° -

Alors que la courbe obtenue à 27.5° est en bon accord avec courbe expérimentale à $22.5^\circ(1)$, la valeur de la contrainte à rupture est sous-estimée, ce qui indique qu'une différence possible dans les angles d'inclinaison ne permet pas d'expliquer la singularité de comportement. Cet écart entre la courbe calculée et l'essai à $22.5^\circ(1)$ pourrait également mettre en évidence une insuffisance dans la description de la courbe maîtresse de d_1 , et plus particulièrement dans l'existence d'un seuil d'amorçage non respecté expérimentalement hors axes de symétrie à 45° (figure 3). Toutefois, la courbe de comportement calculée pour un angle de 67.5° (figure 13) montre que le modèle est capable de prévoir l'endommagement, l'anélasticité ainsi que la contrainte à rupture.

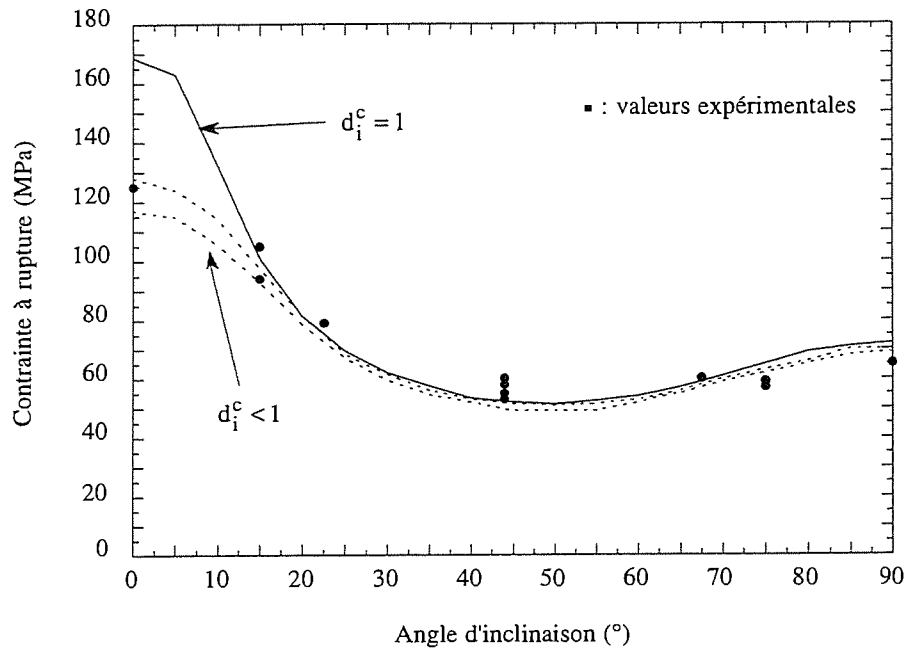
Compte tenu qu'une bonne corrélation entre calculs et résultats expérimentaux est observée pour tous les angles testés, il est raisonnable de considérer dans un premier temps que l'essai de traction uniaxiale à $22.5^\circ(1)$ n'était pas représentatif du comportement moyen du composite pour cet angle d'inclinaison.

2 - Simulation du comportement sous sollicitation de cisaillement.

Les courbes de comportement en cisaillement calculée et expérimentale déduite d'une sollicitation de type Iosipescu sont comparées à la figure 14. Il apparaît que le modèle décrit correctement le début de la courbe jusqu'à un niveau de contrainte de 30 MPa environ. Ce résultat est en accord avec les évolutions comparables de l'anélasticité et de l'endommagement de cisaillement déduit des deux sollicitations étudiées (traction à 45° et essai Iosipescu) présentées aux figures 4 et 6 respectivement. Au delà de ce niveau de contrainte, la simulation est interrompue ($d_i=1$, $i=1,2,6$). Par contre, le comportement de cisaillement issu de la sollicitation de type Iosipescu se poursuit jusqu'à un niveau de contrainte de 45 MPa environ. L'origine de cet écart peut être imputable aussi bien à une insuffisance du modèle, qu'à la validité de la courbe expérimentale de cisaillement (Iosipescu) au delà de 30 MPa environ.



- Figure 14: simulation numérique d'un essai de cisaillement pur et courbe d'essai de cisaillement de type Iosipescu -



- Figure 15: prévision de la rupture sous sollicitation de traction uniaxiale -

En effet, il a été précédemment mis en évidence que l'exploitation des essais de cisaillement de type Iosipescu est délicate. Dès lors, il peut être supposé que l'apparition et le développement d'un endommagement génère des sollicitations parasites non négligeables perturbant l'évolution du champ de "cisaillement pur" souhaité au sein de l'éprouvette.

3 - Prévision de la rupture sous sollicitation de traction uniaxiale.

La rupture ultime peut être traitée analytiquement par des critères d'instabilités justifiés phénoménologiquement par un emballement de l'endommagement à rupture [68]. La détermination des points où $\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} = 0$ revient à satisfaire le problème suivant en vitesse:

$$(\dot{\sigma} \rightarrow 0, \dot{\varepsilon} \neq 0) \Rightarrow \lim_{\dot{\sigma} \rightarrow 0} (\det(S^{tg})) = +\infty$$

S^{tg} étant le tenseur des souplesses tangentes défini par:

$$\varepsilon = S\sigma \Rightarrow \dot{\varepsilon} = S\dot{\sigma} + \dot{S}\sigma = S^{tg}\dot{\sigma}$$

A l'heure actuelle, ce calcul n'a pas été mené à son terme. Toutefois, il apparaît que la prévision de la rupture sous sollicitation de traction uniaxiale issue de la simulation pour des angles d'inclinaison par rapport aux directions d'orthotropie 1 et 2 supérieurs à 10-15° soit en accord avec les valeurs expérimentales (figure 15). Dès lors, la nécessité de définir un **multicritère de rupture** semble s'imposer. En effet, pour de faibles angles d'inclinaison, la rupture de la structure serait à rattacher à un "mode de rupture de fibres" interrompant le processus de fissuration de la matrice. Pour des valeurs d'angles supérieurs, la rupture de la structure sous ce type de sollicitation serait à rattacher au travers de l'écriture d'un critère d'instabilité à un "mode de rupture par fissuration matricielle". Une solution provisoire a cependant été retenue en privilégiant dans un premier temps un mode de rupture par fissuration matricielle. Ainsi, les simulations ont été bornées en incluant dans la relation (6) les valeurs critiques expérimentales $d_i^c < 1$ ($i=1,2,6$). Les valeurs expérimentales à rupture de d_1 et d_2 sous sollicitation de traction

uniaxiale suivant les directions 1 (X) et 2 (Y), sont respectivement 0.08 ± 0.02 et

$$0.22 \pm 0.02: \quad \begin{cases} d_1^c = 0.08 \pm 0.02 \\ d_2^c = 0.22 \pm 0.02 \end{cases} \quad (6) \Rightarrow d_6^c = 0.28 \pm 0.04 \quad (7)$$

La rupture est supposée se produire dès que l'une des trois conditions critiques d_i^c ($i=1,2,6$) est vérifiée (relation (7)). La figure 15 compare les valeurs à rupture expérimentales, et les valeurs des contraintes à rupture calculées sous les deux hypothèses retenues relatives à d_i^c ($d_i^c = 1$ et $d_i^c < 1$). Il apparaît fort logiquement que pour les faibles angles d'inclinaison, essentiellement par rapport à la direction X, la rupture est maintenant comparable aux valeurs expérimentales lorsque $d_i^c < 1$. Par contre, entre environ $10-15^\circ$ et 90° la prévision de la rupture est correcte quelle que soit la valeur de d_i^c . Cela confirme la faible contribution de d_1 dans la description de la rupture de la structure.

VII - Conclusions.

Un modèle de comportement élastique endommageable avec déformation anélastique du composite 2.5D C/C objet de l'étude dans le plan (XY) est proposé. Il repose sur deux variables scalaires d'endommagement d_1 et d_2 . L'introduction des paramètres de couplage au sein des lois d'évolution décrivant l'endommagement a été guidée par les résultats des analyses microscopiques de l'endommagement préalablement présentés dans le chapitre II. En outre, l'anélasticité induite par l'endommagement est décrite par une fonction seuil de plasticité écrite en contraintes effectives. L'identification du modèle nécessite trois essais de traction uniaxiale. Les courbes de comportement calculées à l'aide du modèle sont en bon accord avec les résultats expérimentaux de traction uniaxiale.

En accord avec les observations microscopiques, il est apparu nécessaire d'inclure un couplage entre les contributions de traction et de cisaillement dans la description du

comportement mécanique de ce matériau. A cet égard, il serait intéressant d'exprimer ces paramètres de couplage en fonction des spécificités morphologiques du matériau. En outre, il apparaît que la contribution prépondérante du cisaillement dans le comportement mécanique et la rupture de ce matériau pourrait être abordée en première approximation à partir des composantes de tension suivant les axes de symétrie de la structure. A terme, lorsque le nombre d'essais d'identification et de validation sera suffisant pour avoir accès au comportement mécanique moyen, la sensibilité des paramètres de couplage et du paramètre A devra être étudiée.

Dans ce chapitre, il a été considéré en première approximation que la rupture de la structure résultait de l'évolution de l'endommagement. Toutefois, la nécessité de définir un multicritère de rupture dissociant les mécanismes physiques provoquant la rupture de la structure a été mis en évidence. Dans le dernier chapitre, la rupture est décrite à partir de la rupture des fils au sein du composite C/C.

- Chapitre IV -

Approche de la rupture du composite 2.5D C/C

I - Introduction.

Dans le chapitre précédent, la rupture a été approchée à l'échelle macroscopique sur la base de la cinétique de l'endommagement. Dans le présent chapitre, le comportement à la rupture du composite 2.5D C/C objet de l'étude dans le plan XY est examinée à l'échelle microscopique, sous sollicitations de traction uniaxiale.

La rupture des composites inverses à renfort continu est causée par la rupture des fibres. Celle ci peut être favorisée par l'endommagement de la matrice (fissures) et par les décohésions aux interfaces fibres/matrice. La rupture des fibres est de type aléatoire, et la rupture des fils **rectilignes** sous sollicitations **uniformes** de traction a été approchée par des modèles de type statistique-probabiliste [104]. La prise en compte des champs de contraintes non uniformes dus à l'endommagement de la matrice, voire des gradients de contraintes, nécessite des calculs plus complexes. Ces approches permettent de prévoir la rupture des fils en fonction des caractéristiques de rupture des fibres. A l'heure actuelle, ces approches ne permettent pas de calculer la rupture des composites à renfort tissé multidirectionnel.

Une approche déterministe a été suivie. Elle utilise un critère de type Tsai-Wu [41] qui a été appliqué à l'échelle de la structure dans le repère matériau. L'état d'endommagement de la matrice au voisinage de la rupture a permis l'établissement de certaines hypothèses simplificatrices. Un bon accord a pu être obtenu entre les prévisions des contraintes à rupture déduites de ce critère et les valeurs mesurées sous sollicitations de traction hors axes. La rupture a été étudiée à l'échelle du fil en fonction des spécificités morphologiques du matériau. Les observations microscopiques et les résultats d'une simulation par éléments finis de la zone d'embuvage ont été utilisés. L'analyse s'est

attachée à voir si la rupture pouvait être expliquée à partir de données connues sur les fibres et de critères classiques.

L'ensemble de cette démarche multiéchelle pour décrire le comportement à rupture du matériau pourra être transposée à l'échelle de la zone de recouvrement.

II - Aspects morphologiques de la rupture.

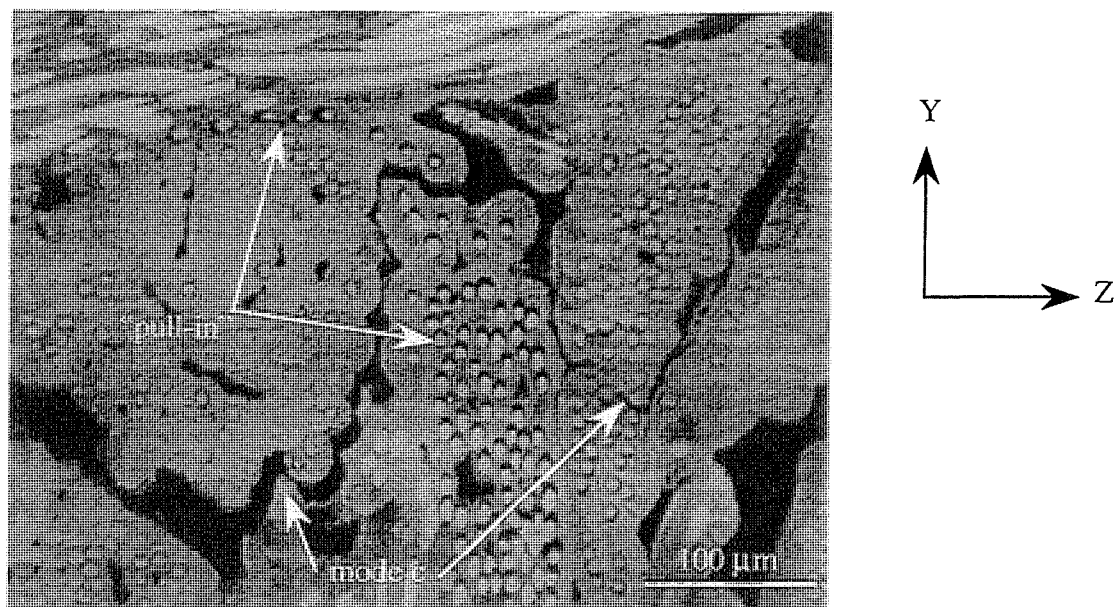
1 - Rupture sous sollicitation de traction uniaxiale.

Sous sollicitation de traction uniaxiale **suivant les axes de symétrie** du matériau, la rupture de l'échantillon est attribuée à la rupture du réseau fibreux longitudinal. La décohésion fibre-matrice existant à l'état initial, devient généralisée au sein des fils à la rupture. Des phénomènes de "pull-in" de fibres (figure 1) ont été identifiés, lors des essais mécaniques avec suivi in-situ de l'endommagement, au voisinage de la rupture des échantillons. Ce phénomène indique que la décohésion fibre-matrice est générale le long de la fibre. La fibre peut donc localement se réaligner par rapport à l'axe du chargement au sein de la gaine matricielle. L'examen des faciès de rupture au microscope électronique à balayage et au microscope optique permet d'affirmer que la rupture se produit localement en mode I (figure 2). Alors que la rupture semble être localisée de manière aléatoire le long des fils longitudinaux pour une sollicitation suivant la direction X, les zones d'embuvage sont des sites privilégiés de rupture pour une sollicitation suivant Y (figure 3).

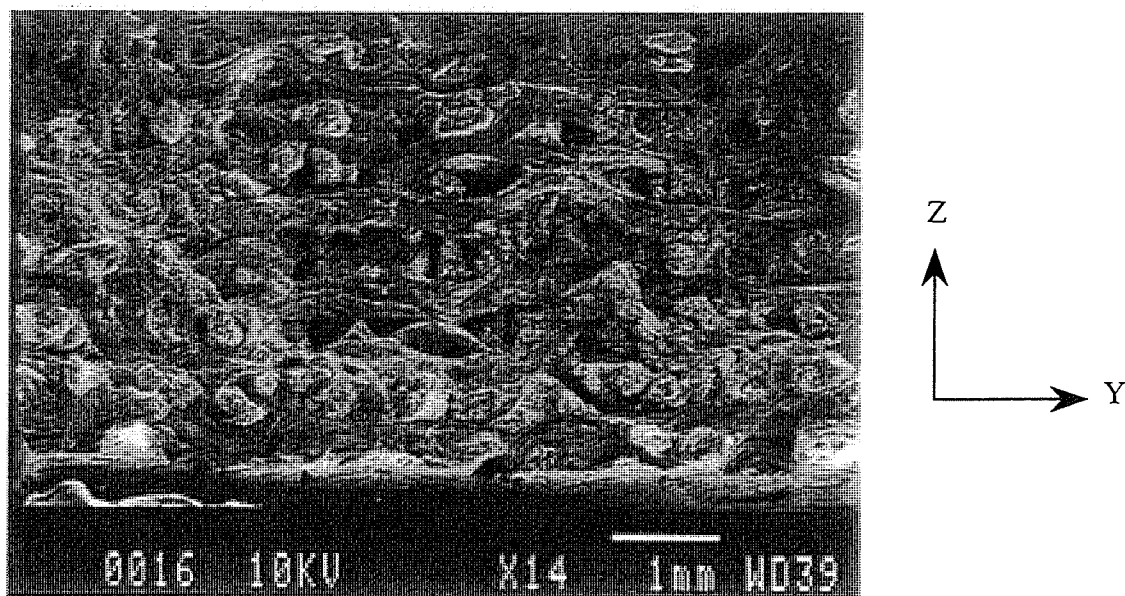
La surface de rupture d'éprouvettes de traction sollicitées **hors axes de symétrie** est orientée par la direction des fils (figure 4). Cette observation est en accord avec les résultats précédents montrant que l'orientation de l'endommagement respecte l'orthotropie de la structure. Les zones d'embuvage ont également été identifiées comme étant les sites privilégiés de la rupture des fils Y pour les essais à 45° (figure 5).

2 - Rupture sous sollicitation de cisaillement translaminaire.

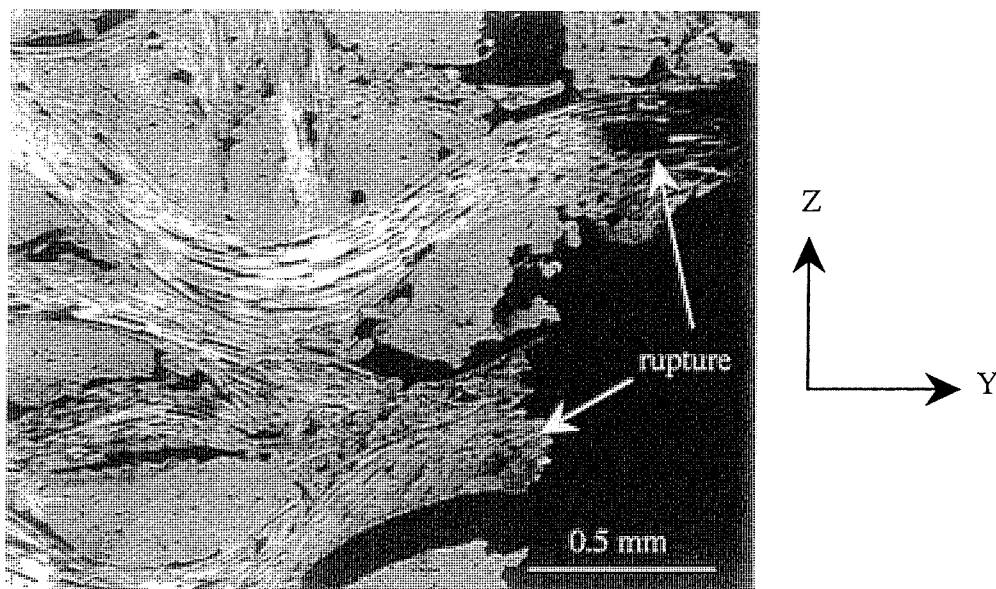
Le mode de rupture n'a pas été étudié expérimentalement sous ce type de sollicitation. Toutefois, des phénomènes de "pull-in" de fibres ont été identifiés dès 25-35 MPa confirmant à nouveau que la rupture du composite était guidée par les fibres.



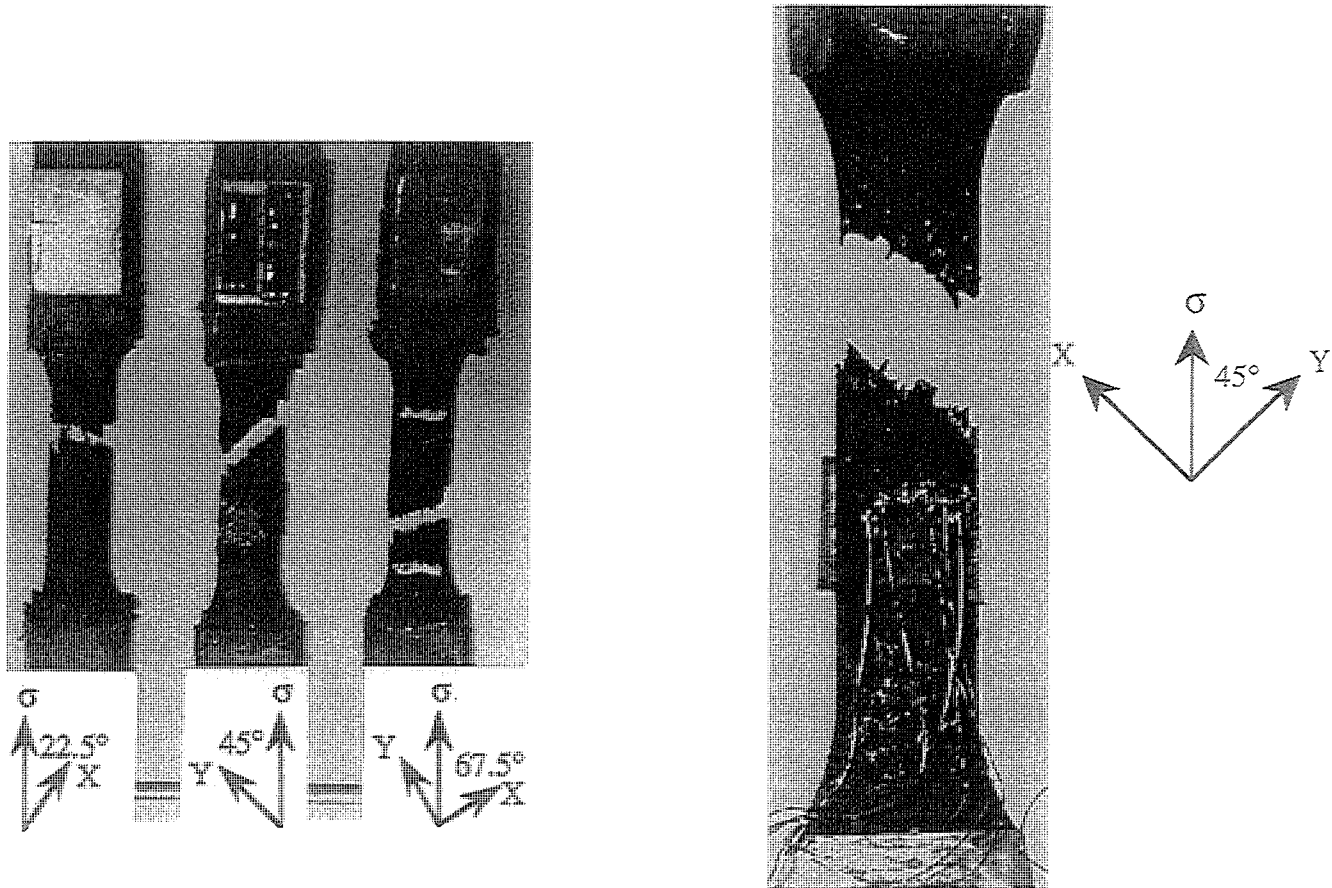
- Figure 1: mise en évidence des phénomènes de “pull-in” à proximité de la rupture sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y (0.5%) -



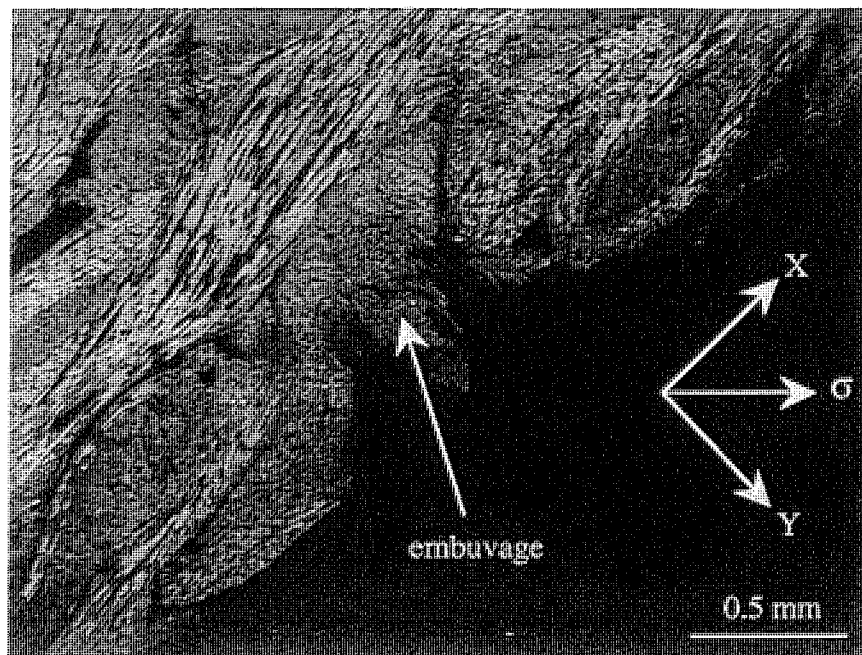
- Figure 2: faciès de rupture (MEB) obtenue suite à une sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction X (plan (YZ)) -



- Figure 3: mise en évidence de la localisation de la rupture dans les zones d'embuvage sous une sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y -



- Figure 4: orientation des faciès de rupture sous sollicitation de traction uniaxiale à 22.5°, 45° et 67.5° par rapport à la direction X -

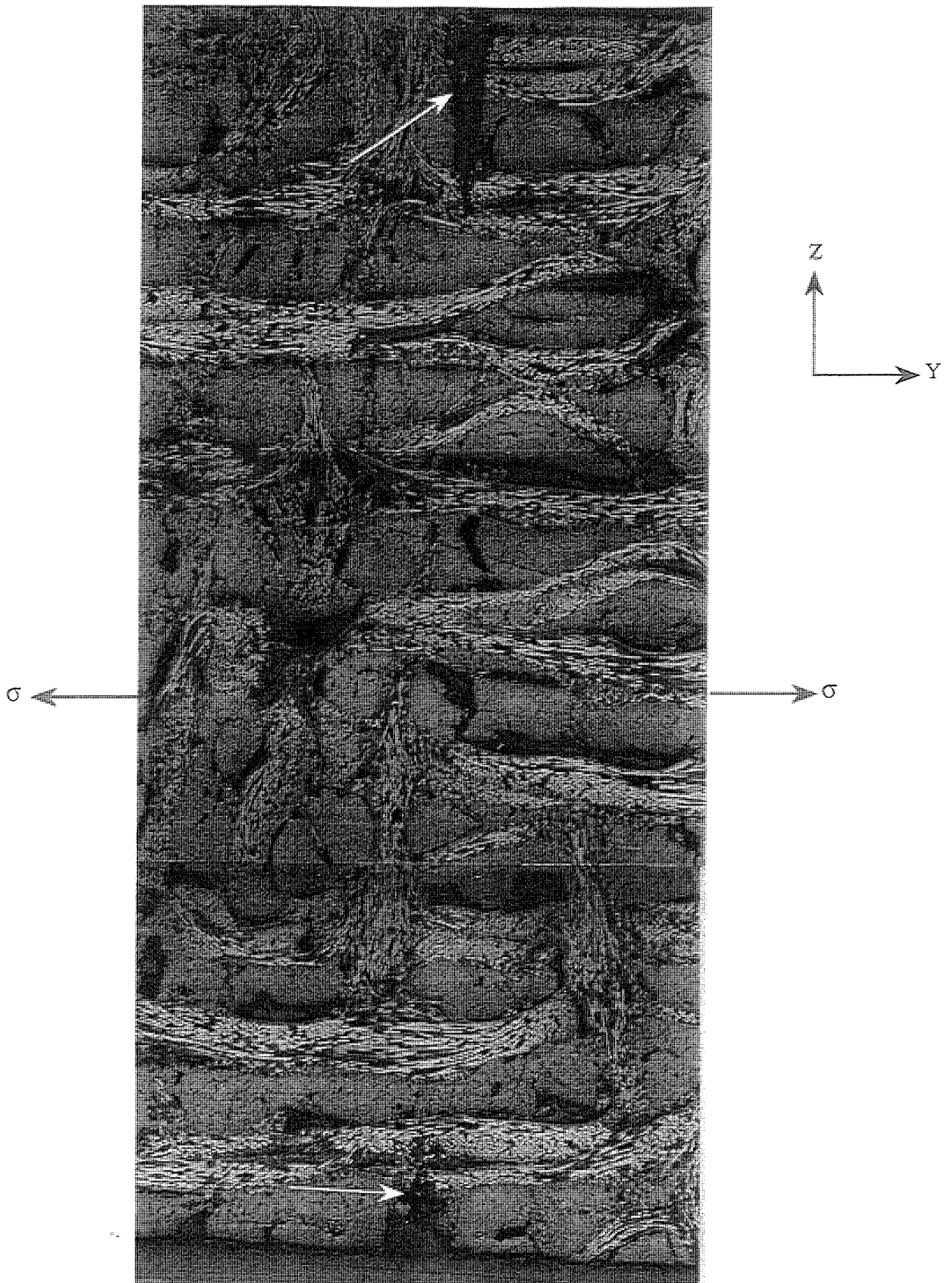


- Figure 5: mise en évidence de la localisation de la rupture dans les zones d'embuvage sous une sollicitation de traction uniaxiale à 45° -

III - Pr evision de la rupture du composite dans le plan XY sous sollicitation de traction uniaxiale: crit ere de Tsai-Wu.

L' tude de la rupture de structures anisotropes C/C a d ej  fait l'objet de travaux fond es sur la r sistance   la propagation de fissure (courbe "R") [74-76]. L'image au microscope d'une  prouvette de traction enrob e sous charge lors d'une rupture "stabilis e" pr esent e   la figure 6 pourrait justifier l'emploi de ce type d'approche. Toutefois, un tel faci s a  t  observ  une seule fois. En outre, des travaux men s sur le mat riau d' tude [80] ont confirm  que la g om trie des  prouvettes test es influen ait les courbes de r sistance   la propagation. Des essais de traction r alis s sur  prouvettes entaill es ont  galement mis en  vidence la relative insensibilit    l'entaille de ce mat riau [80].

Pour pallier ce probl me, une simulation par  l ments finis d'une  prouvette entaill e sollicit e en traction a  t  r alis e par E. Inghels [80]. L' tude du champ de contraintes en fond d'entaille a permis d' tablir un crit ere local de rupture. Il a  t  mis en  vidence que la rupture ultime de l' chantillon  tait provoqu e par la propagation d'une fissure de longueur  quivalente   2-3 fils. Cette longueur critique est comparable   la longueur des fissures du mode c_2 d'endommagement identifi es exp rimentalement (chapitre II). Toutefois, les informations obtenues par suivi in-situ de la fissuration sur une face d' prouvette de traction ne nous permettent pas de statuer de fa on d finitive sur cette corr lation. En effet, il a  t  mis en  vidence avec globalement la m me fr quence que la fissure terminale pouvait  tre d'une part, le prolongement d'une fissure matricielle en mode c_2 , et d'autre part, pouvait se superposer   l'endommagement pr existant. La trop grande simultan it  entre les contraintes   rupture matricielles provoquant le d veloppement du mode c_2 et les contraintes   rupture des fibres provoquant la ruine de la structure ne permet pas de d coupler rigoureusement ce probl me.



- Figure 6: rupture "stabilisée" d'une éprouvette sous sollicitation de traction uniaxiale suivant la direction Y (enrobage sous charge) -

C'est pour l'ensemble de ces raisons que l'importance de la longueur critique l_c (taux critique de fils rompus) provoquant la ruine de l'éprouvette a été implicitement prise en compte par l'emploi dans le critère macroscopique d'une contrainte à rupture moyenne. Le critère de Tsai-Wu [41] a été appliqué à l'échelle macroscopique dans le plan XY (où: 1=X, 2=Y, 6=XY) du composite: $F_1\sigma_1 + F_{ij}\sigma_{ij} = 1$, $i, j = 1, 2, 6$.

Le critère de résistance a été écrit en contrainte plane (relation (1)) sous les hypothèses suivantes:

$$F_1\sigma_1 + F_2\sigma_2 + F_{11}\sigma_1^2 + F_{22}\sigma_2^2 + F_{66}\sigma_6^2 + 2F_{12}\sigma_1\sigma_2 = 1 \quad (1)$$

- le matériau conserve sa symétrie orthotrope à rupture,
- la rupture sous sollicitation de compression n'ayant pas été étudiée au sein de ce travail, le comportement à rupture est pris symétrique en première approximation en traction et en compression ($F_1 = F_2 = 0$),
- deux hypothèses de calcul ont été retenues quant au terme de couplage F_{12} . Le premier cas, où F_{12} est pris nul, est en accord avec le développement du mode b de fissuration tendant à la désolidarisation entre les fils. Le deuxième cas repose sur une valeur non nulle de F_{12} à identifier.

Il a été précédemment précisé que le montage à mors rigide utilisé dans le cadre de cette étude génère dans le plan XY (1,2) des surcontraintes négligeables dans les zones de mesure des jauges. Par contre, il peut être supposé en accord avec les travaux de Boelher [88], que des sollicitations parasites induites à proximité des congés de raccordement conduisent à sousestimer les contraintes à rupture comparativement à celles obtenues avec un essai rotulé. Toutefois, l'incidence de ces champs parasites sur la rupture des échantillons a été négligée en première approximation en raison de la localisation en zone utile des faciès de rupture obtenus sous sollicitation de traction hors axes (figure 4).

1- Premier cas: $F_{12}=0$.

Soient X et Y les contraintes à rupture mesurées lors des essais de traction uniaxiale suivant les directions X et Y. Soit S la contrainte à rupture en cisaillement mesurée à partir de l'essai de traction uniaxiale à 45° de l'axe des fils. Le critère est donc de la forme:

$$F_{11}\sigma_{11}^2 + F_{22}\sigma_{22}^2 + F_{66}\sigma_{66}^2 = 1 \quad (2)$$

avec les notations: $F_{11} = \frac{1}{X^2}$; $F_{22} = \frac{1}{Y^2}$; $F_{66} = \frac{1}{S^2}$

Les valeurs des contraintes à rupture mesurées X, Y et S sont rappelées dans le tableau 1.

X (MPa)	Y (MPa)	S (MPa)
126.6±4.6	64.5±4.9	29±2

- Tableau 1: présentation des contraintes à rupture X, Y et S mesurées -

Les valeurs numériques des coefficients F_{ii} (i=1, 2, 6) sont présentées au tableau 2.

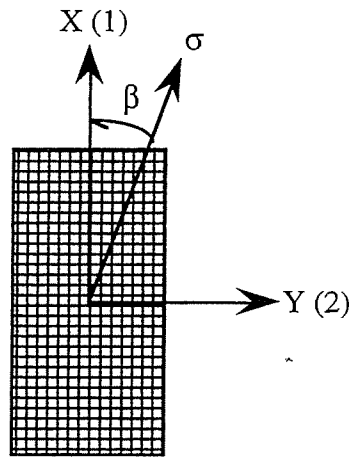
F_{11} (GPa ⁻²)	F_{22} (GPa ⁻²)	F_{66} (GPa ⁻²)
62.4±4.5	239.8±36.2	1179±188

- Tableau 2: identification des F_{ii} -

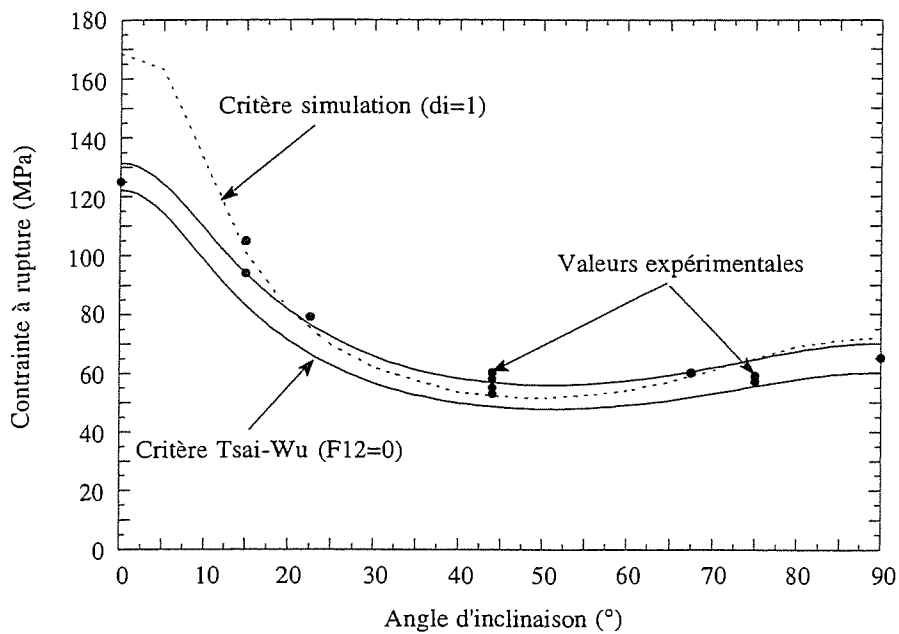
Le champ de contraintes dans le repère (1,2) imputable à une sollicitation de traction σ

faisant l'angle β avec la direction 1 (X) (figure 7) est égal à:

$$\begin{cases} \sigma_{11} = \sigma \cos^2 \beta \\ \sigma_{22} = \sigma \sin^2 \beta \\ \sigma_{66} = \sigma \cos \beta \sin \beta \end{cases}$$



- Figure 7: changement de repère -



- Figure 8: comparaison des prévisions de la rupture du composite C/C 2.5D sous sollicitation de traction uniaxiale, à l'aide du critère Tsai-Wu (bornes inférieure et supérieure - $F_{12}=0$) et de la simulation numérique ($d_i=1$ - chapitre III), et des résultats expérimentaux -

La relation (2) s'écrit donc:
$$\sigma^2 \left(\frac{\cos^4 \beta}{X^2} + \frac{\sin^4 \beta}{Y^2} + \frac{\cos^2 \beta \sin^2 \beta}{S^2} \right) = 1 \quad (3)$$

Le critère de rupture donné par l'équation (2) est présenté à la figure 8 en fonction de l'angle de sollicitation β . Ce critère simplifié est comparé (figure 8) d'une part avec les contraintes à rupture mesurées lors des essais de traction hors axes de symétrie, et d'autre part, avec la prévision de la rupture déduite de la simulation numérique interrompue pour des valeurs des variables d'endommagement $d_i=1$ ($i=1,2,6$) (chapitre III). Les valeurs des contraintes à rupture sous sollicitation de traction uniaxiale sont bien représentées quel que soit l'angle d'inclinaison étudié. Il a donc été considéré que le critère de Tsai-Wu employé décrit de façon satisfaisante de la rupture du composite sous sollicitation de traction uniaxiale.

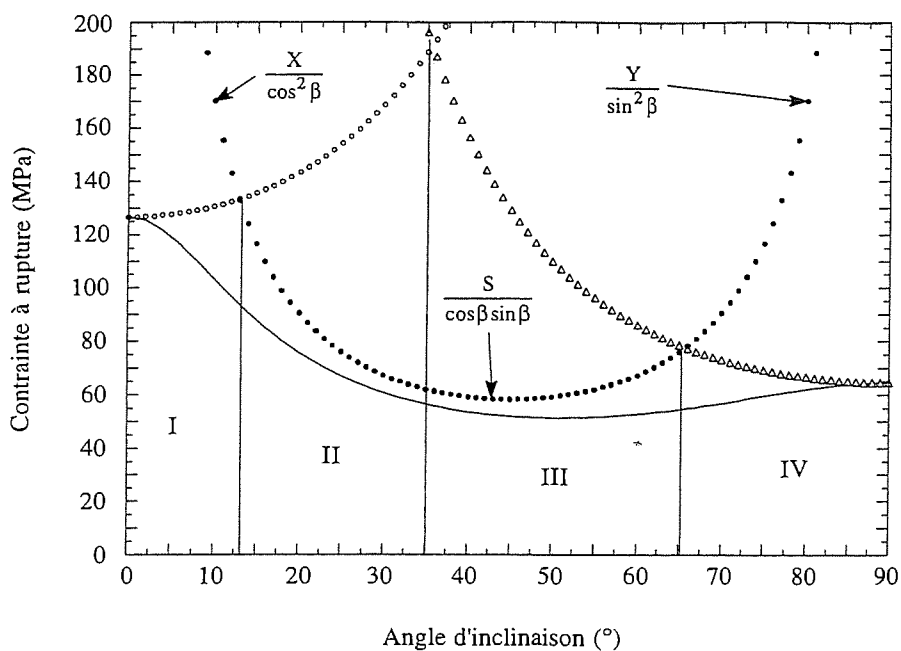
Dès lors, l'évolution découplée des contraintes à rupture dans les axes d'orthotropie du matériau pour une contrainte appliquée σ (relation (3)) a été étudiée (figure 9). Quatre domaines peuvent en être extraits:

- I: entre 0 et 13°, la rupture du composite est imputable à la rupture des fils d'orientation 1 due à la contribution prépondérante de la composante de traction suivant cette direction,

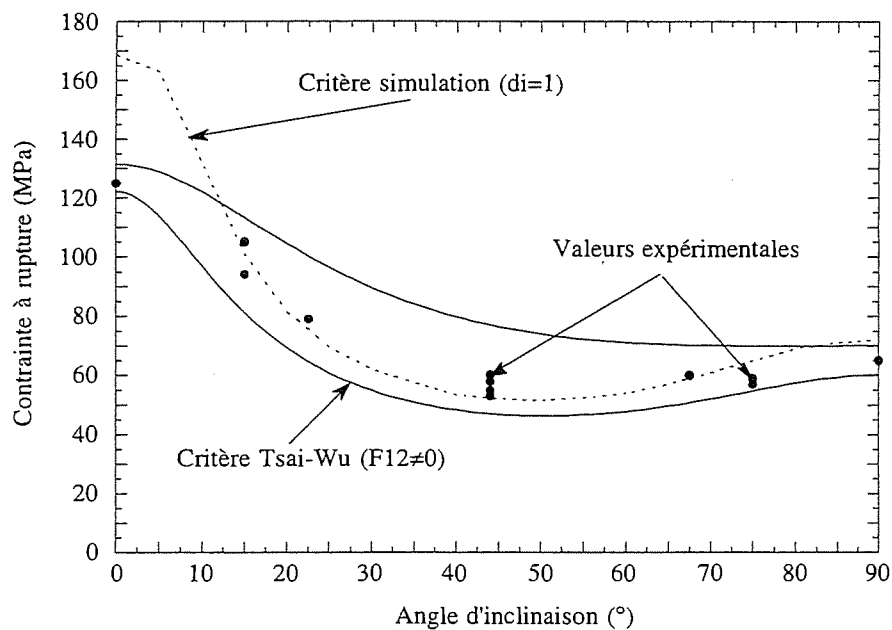
- II: entre 13 et 35°, la rupture du composite est imputable à la rupture des fils d'orientation 1 due à la contribution prépondérante de la composante de cisaillement suivant cette direction,

- III: entre 35 et 65°, la rupture du composite est imputable à la rupture des fils d'orientation 2 due à la contribution prépondérante de la composante de cisaillement suivant cette direction,

- IV: entre 65 et 90°, la rupture du composite est imputable à la rupture des fils d'orientation 2 due à la contribution prépondérante de la composante de traction suivant cette direction.



- Figure 9: comparaison du critère de rupture de Tsai-Wu ($F_{12}=0$) (en trait continu) et des contraintes à rupture découplées, dans les axes d'orthotropie -



- Figure 10: comparaison des prévisions de la rupture du composite C/C 2.5D sous sollicitation de traction uniaxiale, à l'aide du critère Tsai-Wu (bornes inférieure et supérieure - $F_{12} \neq 0$) et de la simulation numérique ($d_i=1$ - chapitre III), et des résultats expérimentaux -

L'observation des faciès de rupture sous sollicitation de traction uniaxiale (figure 4) valide la définition de ces domaines de rupture. Le déséquilibre observé entre les rigidités à l'échelle de la structure se retrouve dans la non symétrie du critère de rupture par rapport à 45°.

2 - Deuxième cas: F_{12} non nul.

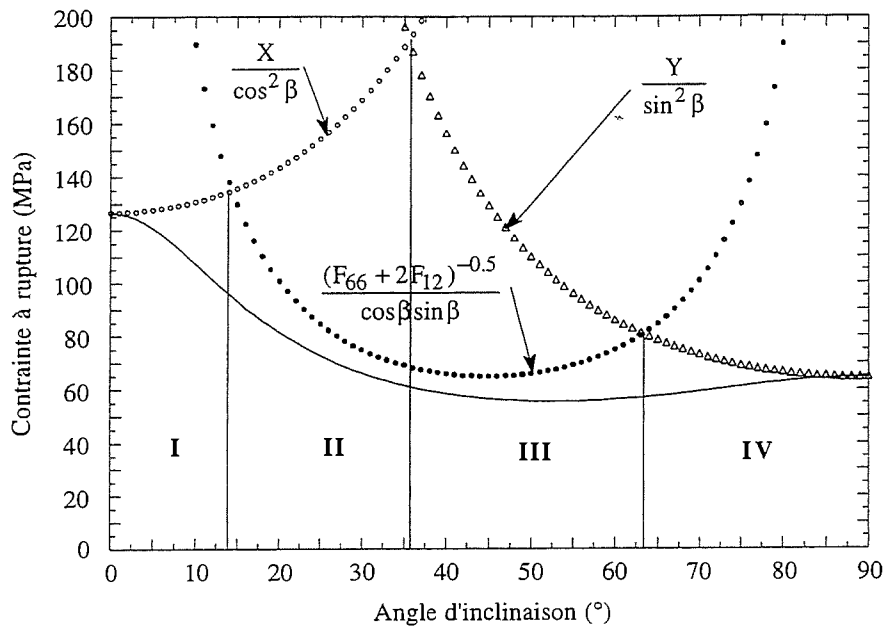
La détermination expérimentale du terme interactif F_{12} nécessite une attention particulière en raison de sa sensibilité [100]. Alors qu'un chargement multiaxial (non disponible à l'heure actuelle) est préférable à l'identification de F_{12} , l'essai de traction hors axes à 45° de l'axe des fils a été retenu. La relation (1) permet de calculer F_{12} telle que:

$$\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_6 = \frac{\sigma_{45^\circ}}{2}$$
$$F_{12} = \frac{2}{\sigma_{45^\circ}^2} - \frac{1}{2}(F_{11} + F_{22} + F_{66}) \quad (4)$$

Le terme de couplage F_{12} se déduit donc de la connaissance des termes F_{ij} ($i=1,2,6$) (tableau 2) et de la contrainte à rupture expérimentale $\sigma_{45^\circ} = 56.5 \pm 2.5$ MPa :

$$(4) \Rightarrow F_{12} = -114.1 \pm 169.8 \text{ GPa}^{-2}$$

La grande incertitude attachée à la détermination de F_{12} intègre dans son domaine de validité le cas particulier où $F_{12}=0$. Le critère de rupture avec prise en compte du terme de couplage F_{12} est représenté à figure 10 en fonction de l'angle d'inclinaison β . De façon analogue au cas précédent ($F_{12}=0$), les prévisions des contraintes à rupture sous sollicitation de traction uniaxiale sont bien représentées quel que soit l'angle d'inclinaison étudié. L'évolution découplée des contraintes à rupture dans les axes d'orthotropie du matériau pour une contrainte appliquée σ a été étudiée (figure 11). Globalement, les quatre domaines définis précédemment ($F_{12}=0$) sont respectés lorsque le terme interactif F_{12} est intégré dans l'écriture du critère de résistance de Tsai-Wu. Dès lors, la rupture du matériau sous sollicitation de traction uniaxiale peut être attribuée:



- Figure 11: comparaison du critère de rupture de Tsai-Wu ($F_{12} \neq 0$) (en trait continu) et des contraintes à rupture découplées, dans les axes d'orthotropie -

- entre 0 et 10-15°, à la rupture des fils d'orientation 1 due à la contribution prépondérante de la composante de traction suivant cette direction,

- entre 10-15° et 35°, à la rupture des fils d'orientation 1 due au couplage des contributions prépondérantes des composantes de cisaillement et de traction suivant cette direction,

- entre 35° et 65°, à la rupture des fils d'orientation 2 due au couplage des contributions prépondérantes des composantes de cisaillement et de traction suivant cette direction,

- entre 65° et 90°, à la rupture des fils d'orientation 2 due à la contribution prépondérante de la composante de traction suivant cette direction.

Il a été mis en évidence que le critère de Tsai-Wu garantissait à l'échelle macroscopique une description satisfaisante de la rupture du composite sous sollicitation de traction hors axes de symétrie. Dès lors, la rupture du matériau entre 10-15° et 65° en "mode matrice" peut être associée à la prédominance des contributions couplées de traction-cisaillement. Le "mode fibres" de rupture est lié à la prédominance de la composante axiale de traction. Toutefois, il apparaît que la prévision de la rupture issue de la simulation bornée à $d_i=1$ ($i=1,2,6$) soit globalement en accord avec les valeurs expérimentales obtenues pour de faibles angles d'inclinaison par rapport à la direction Y. Nous allons désormais nous attacher à déterminer si les spécificités morphologiques inhérentes à la direction Y à l'échelle **du fil**, et plus particulièrement la zone d'embuvage, peuvent justifier l'écart mesuré entre les contraintes à rupture suivant les directions X et Y.

IV - Analyse de la rupture à l'échelle du fil C/C.

Une **analyse unidirectionnelle** montre que le transfert de la charge sur les fibres dû à la fissuration matricielle est modéré. Les fibres supportent après fissuration matricielle 1.5 fois leur charge initiale, comme le montre l'équation (5) :

$$\frac{P_f}{P_c} = \frac{1}{1+a}, \quad \frac{P_m}{P_c} = \frac{a}{1+a}, \quad \text{avec } a = \frac{E_m V_m}{E_f V_f} \approx 0.5 \quad (5)$$

avec P_f , P_c et P_m la charge supportée par les fibres, le composite et la matrice respectivement.

Il a été précédemment indiqué que la rupture du composite était causée par la rupture des fibres, et que la décohésion était généralisée à l'ensemble des fibres. Si on divise les valeurs des contraintes à rupture moyennes mesurées suivant les directions X (tableau 1) et Z (égale à 35 ± 5 MPa - donnée S.E.P.) par leurs fractions volumiques respectives suivant ces directions (0.11 et 0.03), alors la contrainte à rupture longitudinale des fibres est égale à:

$$\frac{\sigma_X^r}{V_{fx}} = \frac{\sigma_Z^r}{V_{fz}} = 1150 \pm 200 \text{ MPa}$$

Cette valeur est en accord avec la valeur de contrainte à rupture de fibres C (T300) mesurée en traction sur des minicomposites C/C (1200 MPa) [99].

Soit k le rapport des contraintes à rupture mesurées suivant les directions X et Y (tableau 1):

$$k = \frac{\sigma_X^r}{\sigma_Y^r} = 1.96 \pm 0.22$$

Une analyse unidirectionnelle est appliquée en supposant que seule la contrainte curviligne est non nulle au sein du fil Y. Ce raisonnement conduit à:

- une surcontrainte (insuffisante) dans l'ondulation de $1.3 \left(\frac{1}{\cos^2 28} \right)$, pour la

valeur mesurée de l'angle moyen d'embuvage et égale à 28° (chapitre I),

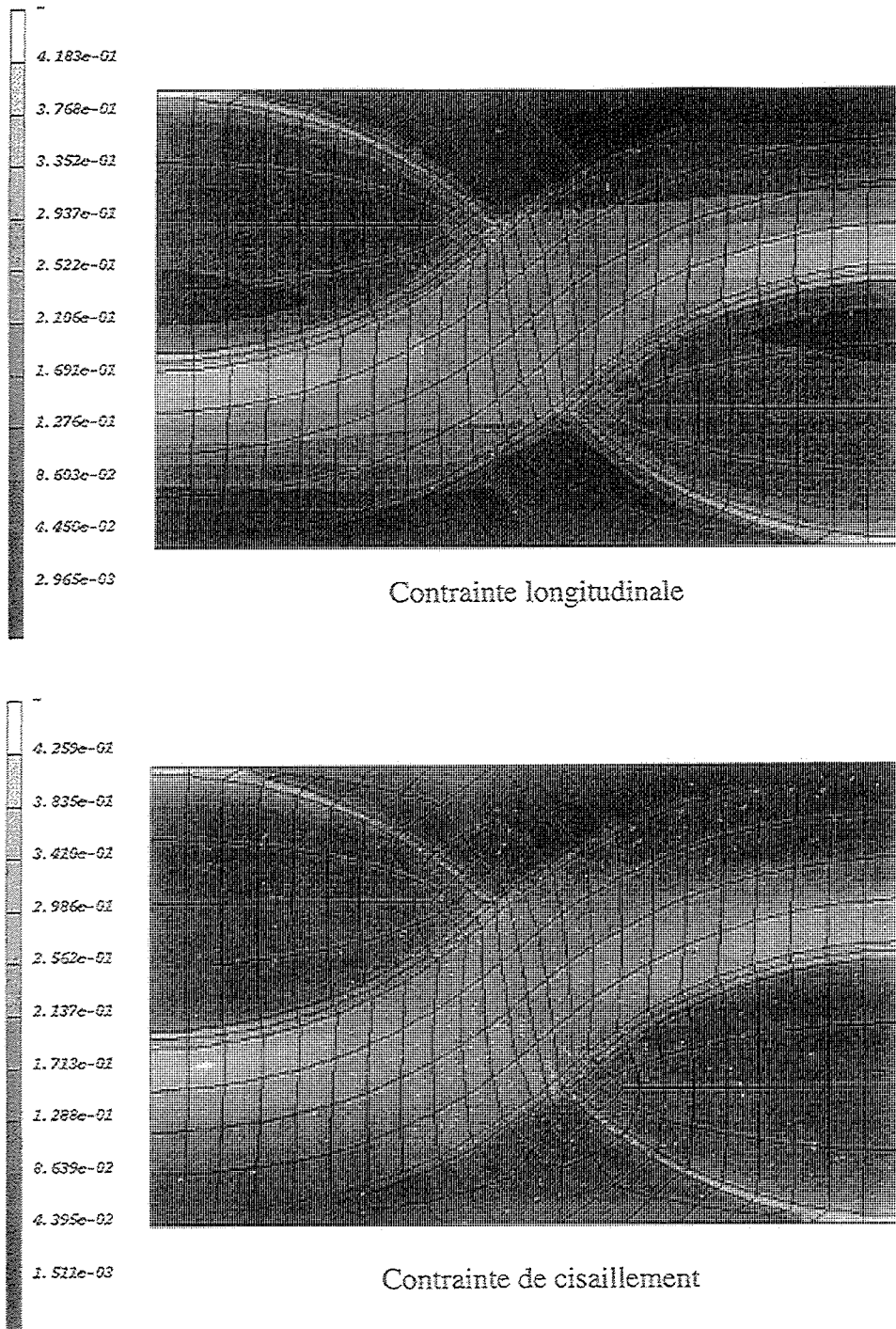
- une surcontrainte de $2 \left(\frac{1}{\cos^2 45} \right)$ pour un angle local d'inclinaison de 45° .

Cependant, l'expérience montre que la rupture du fil Y se produit pour un angle local

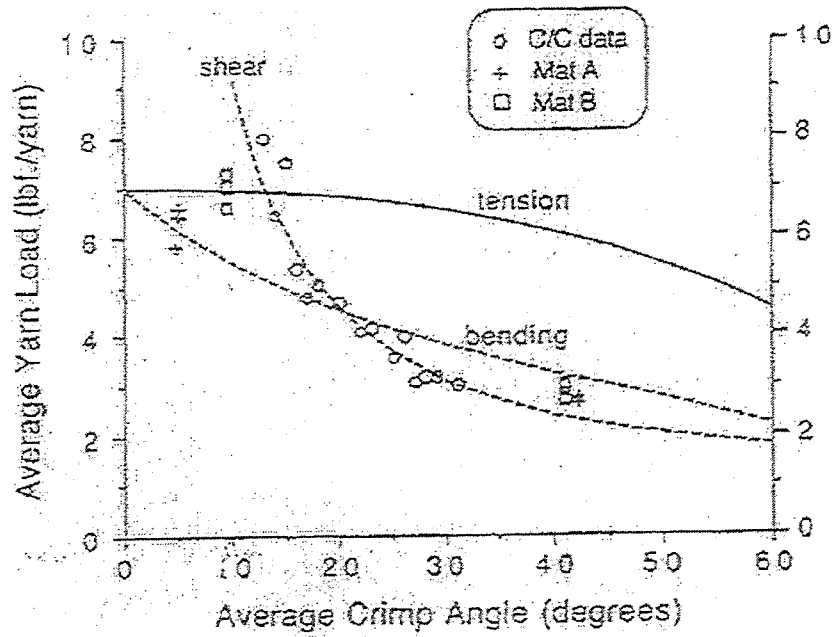
d'inclinaison inférieur à 45° (figure 3). Ainsi, ce type de critère de rupture à l'échelle du fil étant insuffisant pour justifier le rapport 2 existant entre les directions X et Y, une simulation par éléments finis de la zone d'embuvage à l'échelle du fil a été conduite. Le maillage et le cadre du calcul sont présentés en annexe.

Les profils des contraintes longitudinale et de cisaillement (par rapport au repère global) sont présentés à la figure 12. Les calculs mettent en évidence un gradient des contraintes longitudinales de tension dans les zones de l'embuvage où l'angle local est proche de 0°, ainsi que des composantes de cisaillement. Ainsi, la sollicitation de **flexion** imposée au fil Y dans les zones d'embuvage provoque une surcontrainte de l'ordre de 1.5 par rapport à la valeur moyenne de la contrainte de tension calculée pour un angle local de 0°. Toutefois, il faudrait localement un facteur 2 de surcontrainte pour expliquer la valeur de k mesurée entre les deux directions X et Y. Ainsi, il peut être logiquement considéré que la rupture du fil Y soit attribuée à la présence de **surcontraintes locales de tension couplées à la contribution des composantes de cisaillement** pour un angle local proche de 0°. La localisation de la rupture du fil Y (figure 3) valide ce résultat.

Ce résultat est à comparer aux travaux réalisés par Jortner [18] et Pollock [35]. Jortner propose une relation semi-empirique reliant l'angle moyen d'embuvage μ à la force à rupture du fil: $P_{\text{rupture}} = \frac{\text{cste}}{\sin \mu}$. Pollock a développé un modèle de type résistance des matériaux pour décrire l'influence de l'embuvage sur le comportement mécanique du fil. Il utilise un mode de sollicitation équivalent de flexion pour déterminer la nature de la sollicitation mécanique provoquant la rupture du fil (traction, flexion, ou cisaillement pur) en fonction de l'angle d'embuvage. La figure 13 compare les valeurs expérimentales des forces à rupture des fils et celles déduites du modèle en fonction de l'angle d'embuvage moyen.



- Figure 12 : profils des contraintes longitudinale et de cisaillement au sein de la cellule avec embuvage (1% appliqué en déplacement) -



- Figure 13: prévision de la rupture à l'échelle du fil en fonction de l'angle d'embuvage moyen [35] -

Ainsi, si le modèle de Pollock est utilisé pour la valeur de l'**angle moyen d'embuvage** présent dans le matériau étudié et égale à **28°**, la rupture doit se produire globalement pour une force deux fois faible par rapport au fil droit, imputable aux contributions couplées des composantes de flexion et de cisaillement. Toutefois, le lien entre la valeur de l'angle moyen de l'embuvage garantissant une bonne description de la rupture du fil, et l'angle local pour lequel se produit la rupture n'est pas établi. L'écriture d'un critère couplant les contributions des gradients des contraintes longitudinales à celles de cisaillement intervenant pour des angles locaux proches de 0° permettrait d'optimiser la description de la rupture à l'échelle du fil Y.

Dès lors, il apparaît que la rupture du matériau par instabilité en "mode matrice" soit à rattacher à la prédominance du couplage des contributions de traction-cisaillement. Ce résultat valide la bonne description de la rupture sous sollicitation de traction hors axes entre 10-15° et 90° prévue par la simulation bornée à $d_j=1$ ($i=1,2,6$) (figure 10).

V - Conclusion.

L'examen au microscope des surfaces de rupture des échantillons testés sous sollicitation de **traction uniaxiale suivant les axes de symétrie** de la structure a montré que la rupture se produit dans les fils parallèles à la direction de chargement. Il a été montré que la rupture des fils X lors de traction suivant cette même direction résulte de la rupture des fibres. Lorsque la sollicitation de traction est appliquée parallèlement à l'axe Y, la rupture se produit dans les zones d'embuvage. La surface de rupture de ces fils est généralement perpendiculaire à la direction de sollicitation pour un angle local d'ondulation proche de 0°.

Dans un premier temps, le critère de Tsai-Wu a été appliqué au composite dans le repère matériau pour décrire la rupture sous **sollicitation de traction hors axes de symétrie** en fonction de l'angle de la sollicitation. Les contraintes de rupture ainsi

calculées sont en bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus pour divers angles de sollicitation, ce qui indique que le critère de Tsai-Wu permet une approximation satisfaisante de la rupture de ce matériau sous ce type de sollicitation.

Dans un deuxième temps, les résultats de l'analyse par éléments finis de la distribution des contraintes au sein du fil ont mis en évidence la présence de surcontraintes locales de tension dans la partie interne des ondulations, en contact avec les fils transverses, où l'angle local d'inclinaison est voisin de 0° . Des contraintes de cisaillement sont également identifiées dans ces régions. La rupture des fils suivant la direction Y a été attribuée à la présence de surcontraintes locales de tension couplées à la contribution des composantes de cisaillement. Compte tenu de la complexité du champ de contraintes mis en évidence par le calcul par éléments finis, et l'absence pour l'instant de solution analytique qui permette de décrire de manière satisfaisante les gradients de contraintes au sein des zones d'embuvage, nous n'avons pas poussé plus loin nos investigations dans ce domaine.

La nécessité de définir un **multicritère de résistance** a été établie. Ainsi, pour de faibles angles d'inclinaison ($0, 10-15^\circ$) par rapport à la direction 1(X), la rupture du matériau en "mode fibres" est à rattacher à la contribution prédominante de la composante axiale de traction. Pour des angles d'inclinaison compris entre $10-15^\circ$ et 90° , la rupture du matériau se produit en "mode matrice" en raison des contributions prédominantes des composantes couplées de traction-cisaillement.

L'extension multiaxiale dans le plan (1,2) du multicritère de résistance de type Tsai-Wu devrait:

- d'une part, inclure les termes F_1 et F_2 dissociant le comportement à rupture en traction et en compression, et les termes F_{16} et F_{26} intégrant le couplage de traction-cisaillement,

- et d'autre part, tenir compte de la distribution statistique des contraintes à rupture des fibres [99,103].

Les résultats de cette analyse à l'échelle de l'embuvage pourront être appliqués ultérieurement à l'échelle de la zone de recouvrement.

Annexe

Maillage.

Le maillage de la cellule est présenté à la figure 1.a. Les dimensions ont été définies à partir des données morphologiques présentées au chapitre I. Une couche de liaison PyC. d'épaisseur 10 μm a été introduite au bord des fils. En accord avec la valeur moyenne expérimentale, l'angle moyen d'embuvage est de 28° . La cellule est constituée de 332 quadrilatères à huit noeuds.

Propriétés élastiques des constituants.

Les modules élastiques orthotropes de la fibre C et de la matrice PyC. retenus dans le cadre de cette étude sont rappelés au tableau 1.a. Les mèches de fibres C subissent une torsion lors de l'élaboration du tissu. Ponsolle [101] a utilisé différents modèles pour prévoir la baisse de rigidité longitudinale induite par la torsion. Ses résultats mettent en évidence la complexité des modèles nécessaires pour décrire ce phénomène. La torsion a été prise en compte en affectant à la rigidité longitudinale des fibres C une baisse de 10% ($E_1^f = 180 \text{ GPa}$). Cette baisse de rigidité représente la moyenne des pertes calculées par Ponsolle.

La détermination des caractéristiques mécaniques d'un unidirectionnel à partir des propriétés de ses constituants est encore considérée à l'heure actuelle comme un problème ardu [5,102]. La formulation semi-empirique de Tsai et Hahn [41,45] a été retenue en adaptant le calcul des modules transverses pour tenir compte de l'orthotropie de la matrice (tableau 2.a). Les modules élastiques ainsi déterminés sont présentés dans le tableau 1.a ($V_f=0.30$; $V_m=0.65$; $V_p=0.05$). Ces valeurs seront à confronter avec les caractéristiques mesurées d'un unidirectionnel C/C nominal non disponibles à l'heure actuelle.

En outre, de manière à respecter les fractions volumiques de fibres, de matrice et de porosité présentes dans le matériau réel, la zone complémentaire aux fils longitudinaux

et transversaux (zone "aiguilletage + porosité") a été affectée des modules élastiques présentés dans le tableau 1.a, et déduites de la formulation présentée au tableau 2.a ($V_f=0.14$; $V_m=0.30$; $V_p=0.56$).

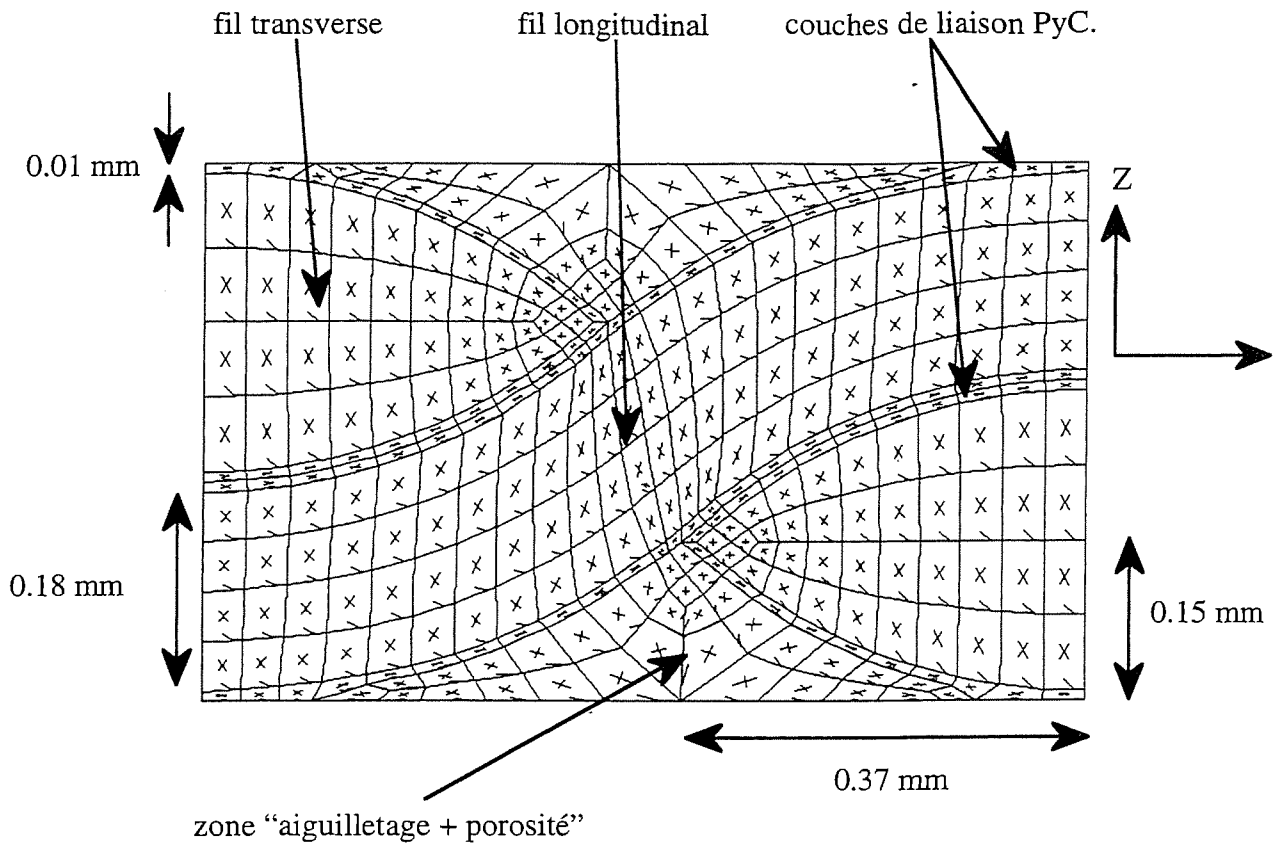
Conditions aux limites et de chargement.

Les conditions aux limites appliquées aux noeuds de la cellule sont représentées à la figure 2.a. Le chargement de traction (1% en déplacement) est appliqué aux noeuds de la face 2.

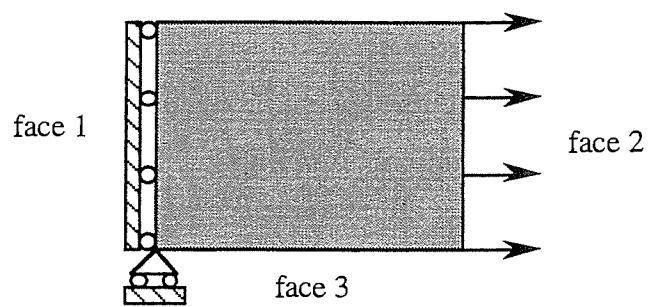
Les calculs ont été réalisés grâce au code de calcul par éléments finis MARC incluant le pré et post processeur graphique MENTAT. Les calculs ont été réalisés en élasticité linéaire, en 2D et sous l'hypothèse de contrainte plane.

	E_l^i (GPa)	E_t^i (GPa)	ν_{lt}^i	ν_{tt}^i	G_{lt}^i (GPa)	G_{tt}^i (GPa)
Fibre C	200	15	0.15	0.25	15	6
Matrice PyC.	40	10	0.15	0.30	5	3
Fil C/C	80	12	0.14	0.20	6	5
Zone aiguilletage + porosité	38	6	0.06	0.09	3	2

- Tableau 1.a: modules élastiques longitudinaux et transversaux des constituants à la cellule d'étude (i = fibre, matrice, fil, "aiguilletage + porosité") -



- Figure 1.a: maillage de la zone d'embuvage -



- Figure 2 .a: conditions aux limites et de chargement (1% en déplacement) relatives à une sollicitation de traction uniaxiale -

$$P = \frac{1}{v_f + \eta v_m} (v_f P_f + \eta v_m P_m)$$

Propriété	P	P _f	P _m	η
E _l	E _l	E _l ^f	E _l ^m	1
v _{lt}	v _{lt}	v _{lt} ^f	v _{lt} ^m	1
G _{lt}	1 / G _{lt}	1 / G _{lt} ^f	1 / G _{lt} ^m	η _{lt}
G _{tt}	1 / G _{tt}	1 / G _{tt} ^f	1 / G _{tt} ^m	η _{tt}

$$\eta_{lt} = \frac{1}{2} \left(1 + \frac{G_{lt}^m}{G_{lt}^f} \right)$$

$$\eta_{tt} = \frac{1}{4(1 - v_{tt}^m)} \left(3 - 4v_{tt}^m + \frac{G_{tt}^m}{G_{tt}^f} \right)$$

$$E_t = \frac{4kG_{tt}}{k + mG_{tt}} \quad m = 1 + \frac{4kv_{lt}^2}{E_l^2}$$

- Tableau 2.a: détermination des propriétés élastiques du fil C/C [75]
(f: fibre, m: matrice) -

Conclusions

Une **approche micro-macro** du comportement mécanique et la rupture d'un composite C/C 2.5D est proposée. Elle repose sur une analyse de l'endommagement au travers des différents modes de fissuration et de leur incidence sur les caractéristiques élastiques du composite, et sur des modèles de comportement et de rupture.

Le comportement mécanique du composite 2.5D C/C a été étudié sous sollicitations mécaniques quasi-statiques de traction uniaxiale et de cisaillement intralaminare (essai Iosipescu), à température ambiante. Dans les deux cas de chargement, le comportement mécanique est de nature élastique endommageable avec déformations résiduelles.

Dans un premier temps, les **modes d'endommagement** de la matrice lors des essais mécaniques ont été analysés par examen en microscopie optique des éprouvettes. Les trois mêmes modes de fissuration matricielle ont été identifiés sous les deux types de sollicitations mécaniques étudiés, à savoir:

- la fissuration intra-fil (mode a),
- la fissuration inter-fils (mode b),
- et, la fissuration intra et inter-fils (mode c).

Les fissures sont généralement distribuées de manière homogène. Les densités de fissures et leurs dimensions ont été déterminées sur la surface des échantillons. Les résultats ont été validés dans le volume des éprouvettes testées. L'orientation de la fissuration est dictée par les directions d'orthotropie de la structure. Quoique les densités de fissures demeurent faibles, les variations du module de cisaillement intralaminare et des modules de rigidité suivant les axes de symétrie orthotrope de la structure, se sont révélées être de

bons indicateurs d'endommagement. L'anélasticité mesurée à charge nulle a été attribuée à la non refermeture des fissures créées sous sollicitation mécanique.

Un modèle macroscopique du comportement élastique endommageable avec déformation résiduelle et de la rupture du 2.5D C/C a été proposé. Il repose sur la théorie de l'endommagement anisotrope développée par Ladeveze, et il a été guidé par les données sur les modes d'endommagement de la matrice identifiés par microscopie optique. En accord avec les essais réalisés, seules les contributions positives des composantes de traction, et de cisaillement, dans le plan XY ont été prises en considération dans l'écriture de l'énergie de déformation. Ainsi, le comportement élastique endommagé est décrit par deux variables scalaires d'endommagement que sont les baisses de rigidités suivant les directions d'orthotropie X et Y. Les lois d'évolution de ces deux variables intègrent un couplage entre les contributions de traction et de cisaillement. En outre, l'évolution du module de cisaillement se déduit par combinaison linéaire de ces deux variables d'endommagement. L'anélasticité induite par l'endommagement est décrite par une fonction seuil de "plasticité" (critère isotrope) couplant les contributions des contraintes effectives de traction et de cisaillement. En raison des simplifications apportées à l'écriture de ce modèle, son identification nécessite seulement trois essais de traction uniaxiale suivant les directions X, Y et à 45° de l'axe des fils. Les comportements mécaniques calculés grâce à ce modèle sont apparus en bon accord avec les résultats expérimentaux de validation réalisés suivant des directions de traction différentes de celles choisies pour l'identification. En outre, un critère de rupture bornant les évolutions des variables d'endommagement a été utilisé pour prévoir les contraintes de rupture. Celles ci étaient analogue aux valeurs mesurées lors des essais de traction uniaxiale.

Dans le dernier chapitre, la **rupture** du composite sous sollicitation de traction uniaxiale a été décrite grâce au critère de Tsai-Wu. Ce modèle est apparu comme une

approximation satisfaisante de la rupture de ce composite, les prévisions étant en accord avec les mesures de la contrainte de rupture pour divers angles de sollicitation par rapport aux directions d'orthotropie du matériau. Puis, la rupture des fils Y a été attribuée à la présence de surcontraintes de tension et de cisaillement dans les zones d'embuvage.

Les bases d'un **multicritère de résistance** ont été établies. La rupture du matériau en "mode matrice" a été associée à une prédominance des composantes couplées de traction-cisaillement. La description de la rupture au travers de l'écriture d'un critère d'instabilité semble adaptée à ces mécanismes physiques de rupture. La rupture en "mode fibres" est à rattacher à la prédominance de la composante axiale de traction au sein des fils rectilignes. La connaissance de la distribution statistique des contraintes à rupture des fibres serait bénéfique à la description de la rupture des fils rectilignes.

L'approche micro-macro proposée apporte une base de données importante sur le comportement mécanique en traction et en cisaillement, sur les modes de fissuration de la matrice, et sur la rupture d'un composite C/C 2.5D. Elle a permis de déterminer l'influence de la structure et de l'endommagement sur le comportement mécanique et sur la rupture. Elle pourrait s'appliquer à divers composites C/C renforcés par des fibres différentes, et possédant une structure de renfort différente. Elle pourra servir de base à des approches incluant des modèles micromécaniques d'endommagement de la matrice et de rupture de fibres.

Références bibliographiques.

- [1] : PACAULT A., "Les carbones", G.F.E.C., tome 2, Ed. Masson, p.781-912, 1965.
- [2] : DELHAES P., "Les matériaux carbonés", "Introduction aux matériaux composites", tome 2, NASLAIN R., Ed. du C.N.R.S., p.387-404, 1985.
- [3] : BROQUERE B., BUTTAZZONI B., CHOURY J.J., "Les composites carbone-carbone. Leurs applications industrielles", "Introduction aux matériaux composites", tome 2, NASLAIN R., Ed. du C.N.R.S., p.405-438, 1985.
- [4] : QUENISSET J.M., "Mécanismes d'endommagement des matériaux composites", 23ème colloque G.F.R., "Endommagement et rhéologie des solides", Bordeaux, 1988.
- [5] : BERTHELOT J.M., "Matériaux composites - Comportement mécanique et analyse des structures", Ed. Masson, p.55-82, 1992.
- [6] : GAY D., "Matériaux composites", Ed. Hermès, p.48-63, 1987.
- [7] : SCARDINO F., "An introduction to textile structures and their behavior", p. 1-26, "Textile structural composites", CHOU T.W., KO F.K., Ed. Elsevier, 1989.
- [8] : ZALDIVAR R.J., RELICK G.S., "Microstructural observations on the failure modes of unidirectional carbon/carbon composites", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.52-53, 1993.
- [9] : PARDINI L.C., McENANEY B., "Fracture and acoustic emission from unidirectional carbon-carbon composites", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.30-31, 1993.
- [10] : REMOND Y., "Sur la reconstitution du comportement mécanique d'un composite 3D à partir de ces constituants", Thèse de Doctorat de l'Université de Paris VI, 1984.
- [11] : FALK D.C., YURGARTIS S.W., "Quantification of fiber-matrix cracking in C/C composites", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.134-135, 1993.
- [12] : GAO F., PATRICK J.W., WALKER A., "The characterisation of cracks and voids in two-dimensional carbon-carbon composites", Carbon, 31, 1, p.103-108, 1993.

- [13] : YURGARTIS S.W., McGIBBON B.S., WALLSH J., MOOSBRUGGER J.C., "Evolution of damage during tensile and shear loading of carbon-carbon composites", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.36-37, 1993.
- [14] : GUPTA V., ANAND K., KRYSKA M., "Failure mechanisms of laminated carbon-carbon composites-I: under uniaxial compression", Acta. metall. mater., 42, 3, p.781-795, 1994.
- [15] : ANAND K., GUPTA V., DARTFORD D., "Failure mechanisms of laminated carbon-carbon composites-II: under shear loads", Acta. metall. mater., 42, 3, p.797-809, 1994.
- [16] : MANOCHA L.M., BAHL O.P., SINGH Y.K., "Effect of fiber/matrix interactions on mechanical properties of carbon/carbon composites", p.310-315.
- [17] : MANOCHA L.M., BAHL O.P., "Influence of carbon fiber type and weave pattern on the development of 2D carbon-carbon composites", Carbon, 26, 1, p.13-21, 1988.
- [18] : JORTNER J., "Microstructure of cloth-reinforced carbon-carbon laminates", Carbon, 30, 2, p.153-163, 1992.
- [19] : JORTNER J., "On the effect of crimp angle on tensile strength of plain-weave carbon-carbon laminates", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.72-73, 1993.
- [20] : HUGHES J., YURGARTIS S.W., "Incorporation of microstructural features in carbon-carbon failure theories", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.132-133, 1993.
- [21] : ADAMS D.F., "Micro-analysis of the behavior of a three-dimensionally-reinforced carbon-carbon composite material", Mater. Sci. and Engi., 23, p.55-68, 1976.
- [22] : MORALES A., CHU J.N., FANG P., KO F.K., "Structure and properties of unidirectional and 3D braided commingled peek / graphite composites", A.N.T.E.C., p.1459-1464, 1989.
- [23] : FEI Y.Q., McENANEY B., DERBYSHIRE F.J., BURCHELL T.D., "Microstructural characterisation of 3D carbon-carbon composites, 1 - A systematic

observation of structure by SEM", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.64-65, 1993.

[24] : FEI Y.Q., McENANEY B., DERBYSHIRE F.J., BURCHELL T.D., "Microstructural characterisation of 3D carbon-carbon composites, 2 - A quantitative study by SEM digital image analysis", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.66-67, 1993.

[25] : PERRY J.L., ADAMS D.F., "Mechanical tests of a three-dimensionally-reinforced carbon-carbon composite material", Carbon, 14, 1, p.61-70, 1976.

[26] : ROBINSON C.T., FRANCIS P.H., "Damage initiation in a three dimensional carbon-carbon composite material", Fatigue of fibrous composite materials, A.S.T.M. (S.T.P. 723), p.85-100, 1981.

[27] : WALRATH D.E., ADAMS D.F., "Damage mechanisms / failure mechanics of carbon-carbon composite materials", Interim report Office of Naval Research, University of Wyoming, 1979.

[28] : DOUX F., "Les carbones éclairés en lumière polarisée", communication interne S.E.P., 1989.

[29] : PIERSON H.O., NORTHROP D.A., "Carbon-felt, carbon-matrix composites: dependence of thermal and mechanical properties on fiber precursor and matrix structure", J. Composite Materials, 9, p.118-130, 1975.

[30] : LOLL P., DELHAES P., PACAULT A., "Diagramme d'existence et propriétés de composites carbone-carbone", Carbon, 15, p.383-390, 1977.

[31] : KAAE J.L., "The mechanism of the deposition of pyrolytic carbons", Carbon, 23, 6, p.665-673, 1985.

[32] : OH S.M., LEE J.Y., "Effects of matrix structure on mechanical properties of carbon-carbon composites", Carbon, 26, 6, p.769-776, 1988.

[33] : SOHN K.Y., OH S.M., LEE J.Y., "Failure behavior of carbon/carbon composites prepared by chemical vapor deposition", Carbon, 26, 2, p.157-162, 1988.

[34] : SAKAI M., BRADT R.C., FISCHBACH D.B., "Fracture toughness anisotropy of a pyrolytic carbon", J. of Materials Science, 18, p.1564-1576, 1983.

- [35] : POLLOCK P.B., "Tensile failure in 2D carbon-carbon composites", Carbon, 28, 5, p.717-732, 1990.
- [36] : LEMAITRE J., CHABOCHE J.L., "Mécanique des matériaux solides", Ed.Dunod, p.343-349, 1988.
- [37] : LADEVEZE P., "Sur la mécanique de l'endommagement des composites", JNC 5, p.667-683, Paris, Sept. 1986.
- [38] : AVESTON J., COOPER G.A., KELLY A., "Single and multiple fracture", Conference Proceedings of National Physical Laboratory, Teddington, London, Sciences and Technology, p.15-26, 1971.
- [39] : TURNER K.R., SPECK J.S., EVANS A.G., "Mechanisms of deformation and failure in carbon-matrix composites subject to tensile and shear loading", J. Am. Ceram. Soc., 78, 7, p.1841-1848, 1995.
- [40] : MIYAJIMA T., SAKAI M., "The fracture toughness for first matrix cracking of a unidirectionally reinforced carbon/carbon composite material", J. Mater. Res., 6, 11, p.2312-2317, 1991.
- [41] : TSAI S.W., HAHN H.T., "Introduction to composites materials", Ed. Technomic, 1980.
- [42] : YASUDA E., TANIGUCHI K., TANABE Y., CHIKUGO R., KIMURA S., MATSUO Y., "The effect of bridging on the strength of a unidirectional carbon/carbon composite in off-axis tests", Comp. Sc. and Tech., 41, p.55-61, 1991.
- [43] : BYUN J.H., CHOU T.W., "Modelling and characterization of textile structural composites: a review", J. of strain analysis, 24, 4, p. 253-262, 1989.
- [44] : NAIK N.K., SHEMBEKAR P.S., "Elastic behavior of woven fabric composites: I-Lamina analysis", Journal of composites materials, 26, 15, p. 2196-2225, 1992.
- [45] : HAHN H.T., PANDEY R., "Micromechanics models for thermoelastic properties of woven fabric composites", Pennsylvania State University, 1992.
- [46] : JORTNER J., "A model for predicting thermal and elastic constants of wrinkled regions in composites materials", ASTM STP 836, p. 217-236, 1984.

- [47] : CHOU T.W., ISHIKAWA T., "Analysis and modeling of two-dimensional fabric composites", "Textile structural composites", Ed. Elsevier, p.209-239, 1989.
- [48] : WHITCOMB J., WOO K., GUNDAPANENI S., "Macro finite element for analysis of textile composites", J. of Composites Materails, 28, 7, 1994.
- [49] : RAI H.G., ROGERS C.W., CRANE D.A., "Mechanics of curved fiber composites", J. of reinforced plastics and composites, 11, p.552-566, 1992.
- [50] : SHEMBEKAR P.S., NAIK N.K., "Elastic behavior of woven fabric composites: II-Laminate analysis", J. of composites materials, 26, 15, p. 2226-2246, 1992.
- [51] : YURGATIS S.W., MAURER J.P., "Modelling weave and stacking configuration effects on interlaminar shear stresses in fabric laminates", Composites, 24, 8, p.651-658, 1993.
- [52] : KIM Y.W., HONG C.S., "Progressive failure model for the analysis of laminated composites based on finite element approach", J. of Reinforced Plastics and Composites, 11, p.1078-1092, 1992.
- [53] : LAWS N., DVORAK G.J., HEJAZI M., "Stiffness changes in unidirectionnal composites caused by crack systems", Mechanics of materials, 2, p.123-137, 1983.
- [54] : DVORAK G.J., LAWS N., HEJAZI M., "Analysis of progressive matrix cracking in composite laminates: I - Thermoelastic properties of a ply with cracks", J. of Composite Materials, 19, p.216-234, 1985.
- [55] : HASHIN Z., "Analysis of cracked laminates: a variational approach", Mechanics of Materials, 4, p.121-136, 1985.
- [56] : GUNDMUNDSON P., OSTLUND S., "First order analysis of stiffness reduction due to matrix cracking", J. of Composites Materials, 26, 7, p.1009-1030, 1992.
- [57] : GUNDMUNDSON P., OSTLUND S., "Prediction of thermoelastic properties of composite laminates with matrix cracks", Composites Science and Technology, 44, p.95-105, 1992.
- [58] : TALREJA R., "Continuum modelling of damage in ceramic matrix composites", Mechanics of Materials, 12, p.165-180, 1991.

- [59] : THIONNET A., RENARD J., "Meso-macro approach to transverse cracking in laminated composites using Talreja's model", *Composites engineering*, 3, 9, p.851-871, 1993.
- [60] : LEE J.W., ALLEN D.H., HARRIS C.E., "Internal state variable approach for predicting stiffness reductions in fibrous laminated composites with matrix cracks", *J. of Composite Materials*, 23, p.1273-1291, 1989.
- [61] : KACHANOV L.M., "Introduction to continuum damage mechanics", Martinus Nijhoff Publishers, 1986.
- [62] : CORDEBOIS J.P., SIDOROFF F., "Endommagement anisotrope en élasticité et plasticité", *J. de Mécanique théorique et appliquée*, p.45-60, 1982.
- [63] : CHABOCHE J.L., LESNE P.M., MAIRE J.F., "Phenomenological damage mechanics of brittle materials with description of the unilateral damage effects", MECAMAT, "Endommagement des structures", Brest, 1994.
- [64] : BASTE J.S., CHARCOSSET C., SIDOROFF F., "Modélisation élasto-plastique endommageable d'un composite 3D", *J.N.C. 6, A.M.A.C.*, p.765-776, 1988.
- [65] : LESNE P.M., LESNE O., MAIRE J.F., "Modélisation macroscopique du comportement inélastique et endommagé des composites tissés", MECAMAT, "Endommagement des structures", Brest, 1994.
- [66] : BASTE S., AUDOIN B., "On internal variables in anisotropic damage", *Eur. J. Mech. A Solids*, 10, 6, p.587-606, 1991.
- [67] : GRIMAUD R., "Modélisation du comportement non linéaire d'un composite carbone-carbone 3D", Thèse de Doctorat de l'Université de Lyon, 1992.
- [68] : AUBARD X., "Modélisation et identification du comportement mécanique des matériaux composites 2D SiC/SiC", Thèse de Doctorat de l'Université de Paris VI, 1992.
- [69] : GASSER A., "Sur la modélisation et l'identification du comportement mécanique des composites céramique-céramique à température ambiante", Thèse de Doctorat de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan, 1994.
- [70] : LADEVEZE P., LE DANTEC E., "Damage modelling of the elementary ply for laminated composites", *Composites Science and Technology*, 43, p.257-267, 1992.

- [71] : CASARI P., DE ROECK Y.H., ALLIX O., "Identification d'un modèle de comportement endommageable pour stratifié verre epoxy a usage naval", MECAMAT, "Physique et mécanique de l'endommagement", Brest, 1994.
- [72] : POSS M., PROSLIER L., "Endommagement et rupture des matériaux composites tridirectionnels", J.N.C. 3, A.M.A.C., p.333-343, 1982.
- [73] : ALLIX O., CLUZEL C., LADEVEZE P., "Méso-modélisation de l'endommagement de composites évolutifs tridirectionnels", J.N.C. 8, A.M.A.C., p.401-412, 1992.
- [74] : R'MILI M., "Application de la mécanique de la rupture au composite carbone-carbone bidirectionnel", Thèse de Doctorat de l'Université de Lyon, 1987.
- [75] : GRIESHEIM G.E., POLLOCK P.B., YEN S.C., "Notch strength and fracture behavior of 2D carbon-carbon composites", J. Am. Ceram. Soc., 76, 4, p.944-956, 1993.
- [76] : KAWADA H., MATSUMORI M., OMATA H., URUNO T., HIRAMOTO J., HAYASHI I., "Fracture behavior of notched C/C composites", Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p.140-141, 1993.
- [77] : IVENS J., DEBAERE P., MCGOLDRICK C., VERPOEST I., VAN DER VLEUTEN P., "2.5D fabrics for delamination resistant composite structures", Composites, 25, 2, p.139-146, 1994.
- [78] : ZOK F., HOM C.L., "Large scale bridging in brittle matrix composites", Acta metall. mater., 38, 10, p.1895-1904, 1990.
- [79] : QUENISSET J.M., BOUYOU S., YOTTE S., MARTIN E., "Damage and failure propagations in carbon-carbon composite materials", 1er colloque carbone-carbone, Arcachon, 1993.
- [80] : INGHELS E., rapport interne L.C.T.S., 1994.
- [81] : LEE S., MUNRO M., "Evaluation of the in-plane shear test methods for composite materials by the decision analysis technique", Composites, 17, 13, 1986.

- [82] : THIELICKE B., SOLTESZ U., MASCHKE H.G., "Determination of the interlaminar shear strength of C/C composites by compression shear tests", 8th CIMTEC World Ceramics Congress and Forum on New Materials, Florence, 1994.
- [83] : PERES P., SILVESTRINI P., "Caractérisation en cisaillement interlaminaire de composites thermostrostructuraux", AMAC/CODEMAC, p.127-138, Bordeaux, Mars 1990.
- [84] : MORTON J., HO H., TSAI M.Y., FARLEY G.L., "An evaluation of the Iosipescu specimen for composites materials shear property measurement", Composites Materials, 26, 5, p.708-749, 1992.
- [85] : HO H., TSAI M.Y., MORTON J., FARLEY G.L., "Numerical analysis of the Iosipescu specimen for composites materials", 46, p.115-128, 1993.
- [86] : GIPPLE K.L., HOYNS D., "Measurement of the out-of-plane shear response of thick section composites materials using the V-notched beam specimen", Composites Materials, 28, 6, p.543-572, 1994.
- [87] : PIERRON F., VAUTRIN V., "Analyse de la rupture d'éprouvettes Iosipescu à la mesure de la résistance au cisaillement", JNC 9, AMAC, p.709-718, Saint-Etienne, 1994.
- [88] : BOEHLER J.P., EL AOUIFI L., "Problème de la réalisation correcte des essais hors-axes", CODEMAC, "Endommagement des matériaux et structures composites", Guéthary, 1989.
- [89] : GUILLAUMAT L., "Microfissuration des CMC: relation avec la microstructure et le comportement mécanique", Thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux I, 1056, 1994.
- [90] : MARION S., "Influence de l'interphase carbone pyrolithique sur l'endommagement et le comportement macroscopique de matériaux composites céramiques C/SiC", Thèse de Doctorat de l'Université de Paris 13, 1993.
- [91] : REYNAUD P., "Etude du comportement en fatigue des matériaux composites à matrice céramique suivi par émission acoustique", Thèse de Doctorat de l'Université de Lyon, 1992.

- [92] : BOBET J.L., "Sur l'emploi de MoSi₂ comme interphase dans les matériaux composites à matrice SiC élaboré par CVD-CVI", Thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux, 1993.
- [93] : CLUZEL C., "Mise en place expérimentale", MECAMAT, Workshop BERTIN, 1993.
- [94] : PAILHES J., rapport interne L.C.T.S., 1995.
- [95] : DEFER S., "Comportement mécanique des composites carbone-carbone - Etude de l'endommagement sous sollicitations de cisaillement", rapport de stage de fin d'étude ENSICA, L.C.T.S., 1995.
- [96] : ALLIX O., CLUZEL C., GASSER A., LADEVEZE P., "Modélisation de l'endommagement pour les composites céramique-céramique à température ambiante", Rapport d'activité du L.M.T. Cachan dans le cadre du G.S.4 C., 1992.
- [97] : BASTE S., "Elastic measurement and anisotropic damage assessment of carbon/carbon materials by ultrasonic interferometry", 1^{er} colloque carbone/carbone, Arcachon, 1993.
- [98] : EL BOUAZZAOUI R., "Caractérisation de l'endommagement anisotrope par métrologie ultrasonore. Application à un matériau composite industriel: le 2D C/SiC", Thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux I, 1994.
- [99] : LEBRUN G.A., rapport interne L.C.T.S., 1995.
- [100] : COLLOMBET F., "Critères de résistance", Endommagement des matériaux et assemblages composites, CODEMAC, Guéthary, 1991.
- [101] : PONSOLLE D., "Morphological and mechanical analysis of needled nonwoven composites", Master of Science in Materials Engineering, Drexel University, 1993.
- [102] : LENE F., PAUMELLE P., "Micromechanisms of damage in woven composites", Composite Material Technology, 45, p.97-105, 1992.
- [103] : LISSART N., "Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique", Thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux, 1994.