

$ddv_{min}$  : durée de vie minimale en fatigue statique.

$ddv_{max}$  : durée de vie maximale en fatigue statique.

$\Delta L$  : allongement de l'éprouvette mesuré par extensométrie.

$\varepsilon$  : déformation.

$\varepsilon_c$  : déformation du composite.

$\varepsilon_f$  : déformation du fil longitudinal.

$\varepsilon_r$  : déformation de rupture du composite.

$E_a$  : énergie d'activation de la réaction d'oxydation du carbone.

$E_c$  : module d'Young du composite.

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

$E_f$  : module d'Young de fibre.

$F$  : force appliquée au composite.

$F_f$  : force appliquée sur un fil longitudinal.

FSC : Fissuration Sous Critique

$k$  : constante de passage du fil longitudinal au composite.

$K$  : facteur d'intensité de contrainte dans le fil.

$K_I$  : facteur d'intensité de contrainte.

$K_{IC}$  : facteur d'intensité de contrainte critique ou ténacité (résistance à la propagation brutale de fissure).

$K_{ii}$  : facteur d'intensité de contrainte initial avant fatigue statique.

$L$  : longueur de jauge de l'éprouvette en composite.

$m_f$  : paramètre statistique de Weibull de la distribution des contraintes de rupture de fibre.

$m^*$  : paramètre statistique de Weibull de la distribution des contraintes de rupture de composite. Le composite est assimilé à un matériau homogène équivalent.

$n$  : exposant liée au matériau et à l'environnement.

$n_c$  : exposant liée au matériau et à l'environnement sur composite.

$n_f$  : exposant liée au matériau et à l'environnement sur fil.

$\Psi$  : opérateur de changement d'échelle entre le fil et le composite.

$\pi_{SiO_2}$  : effet retard induit par la formation d'une couche protectrice de silice en surface des fibre SiC.

$\pi$  : effet retard induit par la matrice et la formation de verre cicatrisant  $B_2O_3$ .

$R, A_{10}$  : constantes.

$\sigma$  : contrainte appliquée sur la ou les fibre(s) d'un fil longitudinal.

$\sigma_c$  : contrainte dans le composite.

$\sigma_c|_{t_r}$  : contrainte efficace sur composite pour la durée de vie  $t_r$ .

$\sigma|_{t_r}$  : contrainte sur fil pour la durée de vie  $t_r$ .

$\sigma_f$  : contrainte de rupture d'une fibre.

$\sigma_{of}$  : paramètre statistique de Weibull de la distribution des contraintes de rupture de fibre.

$\sigma_o^*$  : paramètre statistique de Weibull de la distribution des contraintes de rupture de composite. Le composite est assimilé à un matériau homogène équivalent.

$\sigma_r$  : contrainte de rupture du composite.

$\sigma|_{réelle}$  : contrainte réelle dans les fils longitudinaux.

$S$  : section théorique de l'éprouvette en composite.

$S_f$  : section d'un fil longitudinal.

$t_r$  : durée de vie qui correspond au temps à rupture.

$T$  : température.

$U$  : constante liée au matériau reliant la taille du miroir et la contrainte de rupture.

$v$  : vitesse de fissuration. Vitesse de propagation de fissure.

$V$  : volume de matériau étudié.

$V_m$  : fraction volumique de matrice dans le composite.

$V_f$  : fraction volumique de fibre dans le composite.

$V_o$  : volume de référence ( $1m^3$ ).

$w$  : nombre de fils longitudinaux supportant la force appliquée au composite.

$X_{rupture}$  : position de la rupture de l'éprouvette en composite.

$Y = 2/\sqrt{\pi}$  : facteur de forme associé aux défauts lenticulaires.

$\Gamma$  : nombre de paramètres statistiques à déterminer pour établir une prévision.

$\gamma$  : niveau de confiance sur la loi de fiabilité complète.

$T_\varrho = (t_1, \dots, t_\varrho)$  : échantillon de  $\varrho$  durées de vie obtenues par les essais de fatigue sur matériau.

$\varrho$  : taille de l'échantillon  $T_\varrho$

$h(t)$  : loi de fiabilité réduite calculée sur l'échantillon  $T_\varrho$

$f(t)$  : loi de fiabilité complète construite par la procédure bayésienne

$\Lambda = (w, \theta)$  :  $w$  et  $\theta$  sont respectivement l'espérance et l'écart type des durées de vie sur  $T_\varrho$ .  $\Lambda$  est intrinsèque à l'échantillon  $T_\varrho$ .

$g(\Lambda/t)$  : terme de vraisemblance ou densité *a posteriori* de  $\Lambda$  sur  $T_\varrho$ .

$p(\Lambda)$  : terme d'évidence ou loi *a priori* sur  $\Lambda$ .

$\xi(t/\Lambda)$  : densité *a posteriori* des durées de vie.

$t_m$  : durée de vie maximale fixée par avis d'expert.

$\tilde{t}$  : durée de vie escomptée en fatigue pour des conditions expérimentales fixées.

Chapitre 1 .....	12
1. Présentation des CMCs .....	13
1.1. Définition et historique .....	13
1.1.1. Le composite en général .....	13
1.1.1.a. Les différentes échelles .....	13
1.1.1.b. Les différentes familles .....	14
1.1.2. Les catégories de CMCs .....	14
1.1.3. Pourquoi les CMCs ? .....	16
1.1.4. Les applications des CMCs .....	16
1.2. La microstructure d'un CMCs : cas d'un SiC/SiC .....	17
1.2.1. Les fibres carbure de silicium .....	17
1.2.2. La matrice carbure de silicium .....	20
1.2.3. L'intercouche de carbure de bore B <sub>4</sub> C .....	20
1.2.4. L'interface .....	21
2. Comportement mécanique d'un SiC/SiC .....	24
2.1. Domaines de comportement .....	24
2.2. Endommagement .....	25
2.3. Rupture ultime des SiC/SiC .....	26
2.3.1. Mécanismes de rupture ultime et défauts microstructuraux .....	26
2.3.2. Description statistique de la rupture ultime .....	27
2.4. Rupture différée des composites SiC/SiC à haute température .....	29
2.4.1. La fissuration sous-critique des céramiques monolithiques .....	29
2.4.2. La fissuration sous-critique des fibres carbure de silicium .....	33
2.4.3. Origines de la rupture différée dans les composites SiC/SiC .....	39
3. Prévion de la durée de vie en fatigue statique des fils en carbure de silicium	40
3.1. Modélisation de la fissuration sous critique des fibres .....	40
3.2. La rupture des fils .....	41
3.3. Effet retard .....	42
4. Conclusions .....	44
Chapitre 2 .....	45
1. Procédure expérimentale .....	46
1.1. Matériau et éprouvettes .....	46
1.2. Essais de fatigue statique sur composite .....	46
1.3. Essais de traction monotone sur composite .....	50
2. Résultats expérimentaux .....	52
2.1. Courbe de comportement du composite en traction monotone uniaxiale .....	52
2.2. Durée de vie en fatigue .....	59
2.2.1. Difficultés expérimentales .....	59
2.2.2. Courbe d'endurance du composite à 500°C .....	61
3. Relation fil – composite : effet d'échelle .....	63
3.1. Opérateur de changement d'échelle .....	63
3.2. Cas du composite SiC/SiC et du fil Hi-Nicalon à 500°C sous air ambiant	65
3.3. Protection des fibres par la matrice .....	67
4. Conclusions .....	71

Chapitre 3.....	72
1. Fractographies : identification des mécanismes d'endommagement.....	73
1.1. Faciès de fissuration sous critique.....	74
1.1.1. Observations.....	74
1.1.2. Interprétations.....	75
1.2. Faciès miroirs.....	80
1.2.1. Observations.....	80
1.2.2. Interprétations.....	81
1.3. Faciès lisses.....	86
1.3.1. Observations.....	86
1.3.2. Interprétations.....	87
2. Rupture et cinétique d'endommagement en fatigue statique en traction uniaxiale.....	92
2.1. La rupture du composite contrôlée par les fils longitudinaux.....	92
2.2. Cinétique d'endommagement.....	93
2.3. Sources de variabilité.....	96
3. Conclusions.....	97
 Chapitre 4.....	 98
1. Description statistique de la microstructure.....	99
1.1. Les défauts.....	99
1.2. Distribution statistique des contraintes appliquées sur fibre : dispersion du chargement des fibres.....	100
1.3. Distribution statistique des contraintes de rupture initiales des fibres....	102
2. Construction du modèle mécanique probabiliste.....	103
2.1. Modélisation de la fissuration sous critique.....	103
2.2. Modélisation du report d'effort entre les fibres.....	104
2.3. Formalismes du modèle mécanique probabiliste.....	107
3. Résultats : dispersion et prévision de la durée de vie.....	110
3.1. Conditions de simulations.....	110
3.2. Diagrammes d'endurance.....	110
3.3. Evolution de la contrainte résiduelle.....	120
4. Fatigue statique sous un gradient de contrainte et de température.....	124
4.1. Calcul de la distribution spatiale de durée de vie : prévision et localisation de la rupture.....	124
4.2. Résultats et discussion.....	126
4.3. Calcul d'une géométrie d'éprouvette.....	128
5. Conclusions.....	130

Chapitre 5.....	132
1. Objectifs.....	133
2. Echantillons à information faible.....	133
2.1. Essais censurés et limités en nombre.....	134
2.2. Fonction de fiabilité réduite.....	134
2.3. Notion de fiabilité du matériau et de fiabilité du protocole.....	136
2.3.1. Fiabilité du matériau.....	136
2.3.2. Fiabilité du protocole.....	136
2.3.3. Fiabilité par les essais de fatigue sur composite.....	136
3. Approche bayésienne.....	137
3.1. Paradigme bayésien.....	138
3.2. Informations a priori et hypothèses.....	139
3.3. Estimateurs bayésiens.....	140
3.3.1. Construction d'un estimateur bayésien de l'espérance $w$ des durées de vie.....	140
3.3.2. Construction d'un estimateur bayésien de l'écart type $\theta$ des durées de vie.....	141
3.3.3. L'« avis d'expert » et conservatisme de l'« avis d'expert ».....	142
4. Validation du modèle bayésien : application aux renforts fibreux.....	146
4.1. Cas des monofilaments et des fils Hi-Nicalon en fatigue statique.....	146
4.2. Détermination de l'avis d'expert.....	147
4.2.1. Avis d'expert pour les monofilaments.....	147
4.2.2. Avis d'expert pour les fils.....	148
4.3. Fonctions de fiabilité complètes.....	149
4.3.1. Cas des monofilaments.....	149
4.3.2. Cas des fils.....	150
4.4. La loi réduite et la loi complète.....	151
5. Détermination de la loi de fiabilité complète du composite.....	155
5.1. Résultats expérimentaux de fatigue statique à 500°C sous air ambiant.....	155
5.2. Détermination de l'avis d'expert.....	155
5.3. Loi de fiabilité complète.....	156
6. Applications de la loi de fiabilité complète.....	159
6.1. Diagrammes d'endurance du composite en fatigue statique.....	159
6.2. Essais de fatigue sur fil pour des prévisions sur composite.....	161
6.3. Prévision de la taille d'échantillon.....	164
7. Conclusions.....	165

# Chapitre 1

## Synthèse bibliographique

### **Introduction**

Ce premier chapitre présente succinctement les CMCs. Une attention particulière est portée sur le comportement mécanique élastique endommageable, les modes d'endommagement et le vieillissement en service. Il est démontré que le renfort fibreux dicte la tenue du composite. Sont introduites les notions de durée de vie et de rupture différée sous l'effet de l'affaiblissement des renforts. L'affaiblissement du renfort est dû à la fissuration sous critique. La fissuration sous critique est la croissance lente d'une fissure au sein d'un monofilament qui est activée par l'environnement et la température. Un modèle mécanique décrivant le phénomène de fissuration sous critique est présenté pour prévoir la durée de vie du renfort en fonction de l'environnement et de la température.

## 1. Présentation des CMCs

### 1.1. Définition et historique

#### 1.1.1. Le composite en général

##### 1.1.1.a. Les différentes échelles

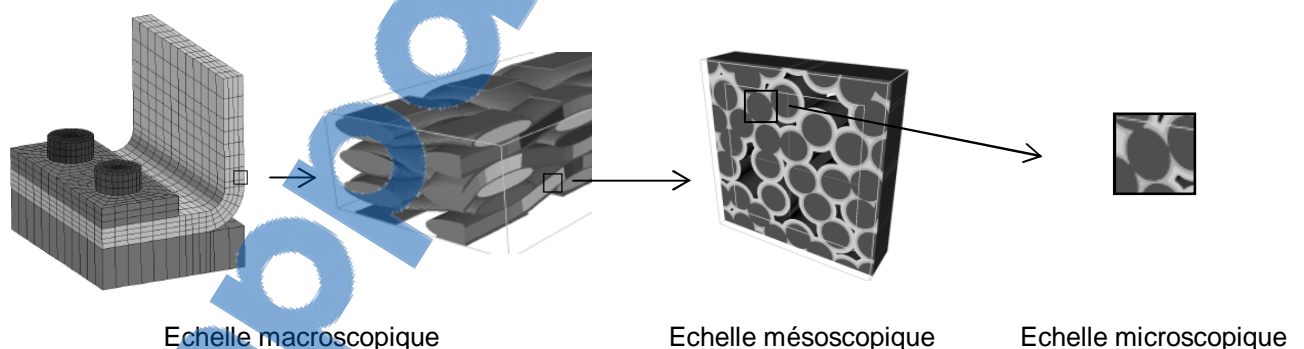
Un composite est un assemblage de plusieurs constituants : le renfort, la matrice et l'interface. L'association de ces divers constituants confère au composite des propriétés supérieures à celles des constituants pris séparément.

Le renfort est constitué de fibres, également nommées monofilaments. Les fibres généralement employées sont des fibres longues. Leur diamètre moyen varie de 7  $\mu\text{m}$  (fibres carbone) à 120  $\mu\text{m}$  (fibres SC6). La fibre définit l'échelle microscopique du composite (**Figure I – 1**).

Les fibres forment un assemblage d'éléments en parallèle appelé fil (de 500 à 24000 fibres par fil dans certains composites carbone). L'orientation et le tissage des fils sont choisis en fonction des efforts appliqués au composite. Le fil constitue l'échelle mésoscopique du composite.

La matrice imprègne ou infiltre les fils, ce qui permet de protéger les fibres des agressions physico-chimiques liées à l'environnement. La matrice fige également l'orientation des fils afin de conserver les propriétés du composite dans des directions privilégiées. Le renfort assure la tenue du composite et la reprise des efforts lorsque la matrice s'endommage par multifissuration. Le tissage des fils, infiltré par la matrice, correspond à l'échelle macroscopique. L'échelle macroscopique est l'échelle de la pièce.

L'interface assure la liaison entre les fibres et la matrice. Elle influe significativement sur le comportement mécanique du composite.



**Figure I – 1** Représentation des différentes échelles du composite <sup>[Couegnat2008]</sup> : section des fibres à l'échelle micro, tissage des fils non imprégné à l'échelle mésoscopique, pièce en composite à l'échelle macroscopique.

### 1.1.1.b. Les différentes familles

Deux grandes familles de composites se distinguent : les composites pour les basses températures et les composites pour les hautes températures. Les premiers sont composés de renforts de type fibres de carbone ou fibres de verre et d'une matrice organique (phénolique ou époxyde). Ils ne sont utilisés qu'aux basses températures ( $\leq 100^\circ\text{C}$ ). Les applications sont multiples : naval, ferroviaire, automobile, aéronautique, .... Les seconds ou composites thermostructuraux sont élaborés avec un renfort céramique ou carbone et une matrice métallique, céramique ou carbone. Ils résistent aux hautes températures et sont destinés aux applications structurales chaudes : aéronautique, aérospatial, nucléaire,.... Parmi les composites thermostructuraux, les composites à matrice céramique (CMCs) font l'objet de nombreux travaux de recherche.

### 1.1.2. Les catégories de CMCs

[Lamon2005] propose une classification des CMCs en trois catégories : les composites à matrice vitrocéramique, les composites oxydes et les composites non oxydes.

Les premiers CMCs non oxydes élaborés furent des composites de type C/C (fibres et matrice de carbone). Malgré des propriétés intéressantes à haute température leur emploi est limité à cause de leur sensibilité à l'oxydation dès  $450^\circ\text{C}$  [Choury1989]. L'élaboration des premiers composites SiC/SiC est apparue en 1977 [Christain1977] [Héraud1981] avec le remplacement de la matrice de carbone par du carbure de silicium. En 1980, les fibres de carbone ont été remplacées par des fibres à base de carbure de silicium. La **(Figure I – 2)** donne des exemples de structures de composites C/C et C/SiC où les fibres sont en carbone et la matrice en C ou en SiC [Siron1996] [Folio1997].

Les composites SiC/SiC de dernière génération sont les composites de type SiC/(Si-B-C). Leur matrice intègre des composés borés qui s'oxydent dès  $400^\circ\text{C}$  en formant un verre cicatrisant  $\text{B}_2\text{O}_3$ . La formation de verre par la matrice protège les fibres de deux manières différentes. D'une part, elle consomme l'oxygène ce qui l'empêche de pénétrer jusqu'aux fibres et d'amorcer leur dégradation. D'autre part, elle colmate les fissures matricielles. Le verre joue le rôle de barrière en empêchant la progression de l'oxygène vers les fibres [Carrère1996] [Lamouroux1999] **(Figure I – 3)**.



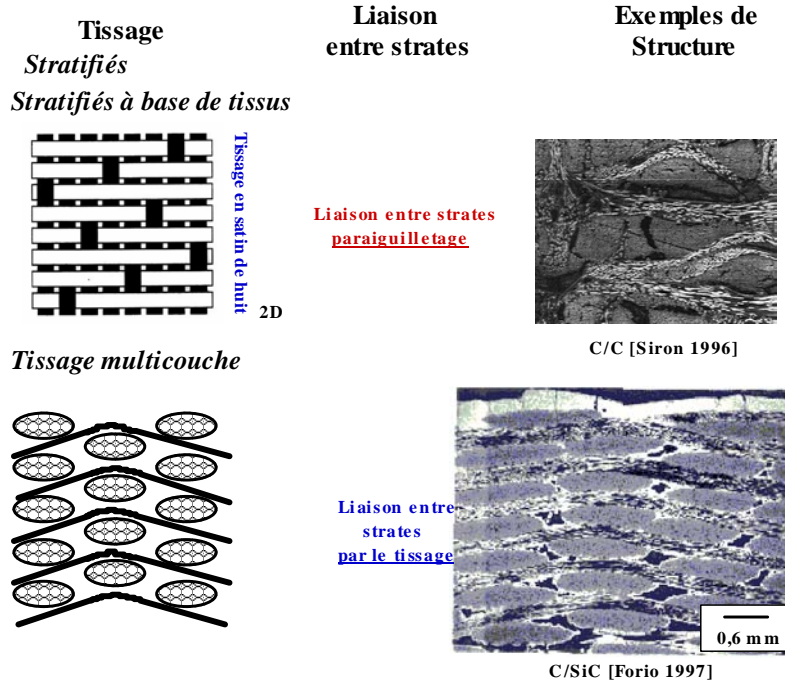


Figure I – 2 Exemples de mise en forme des fibres : tissage multicouche et tissage satin [Forio1997] [Siron1996]

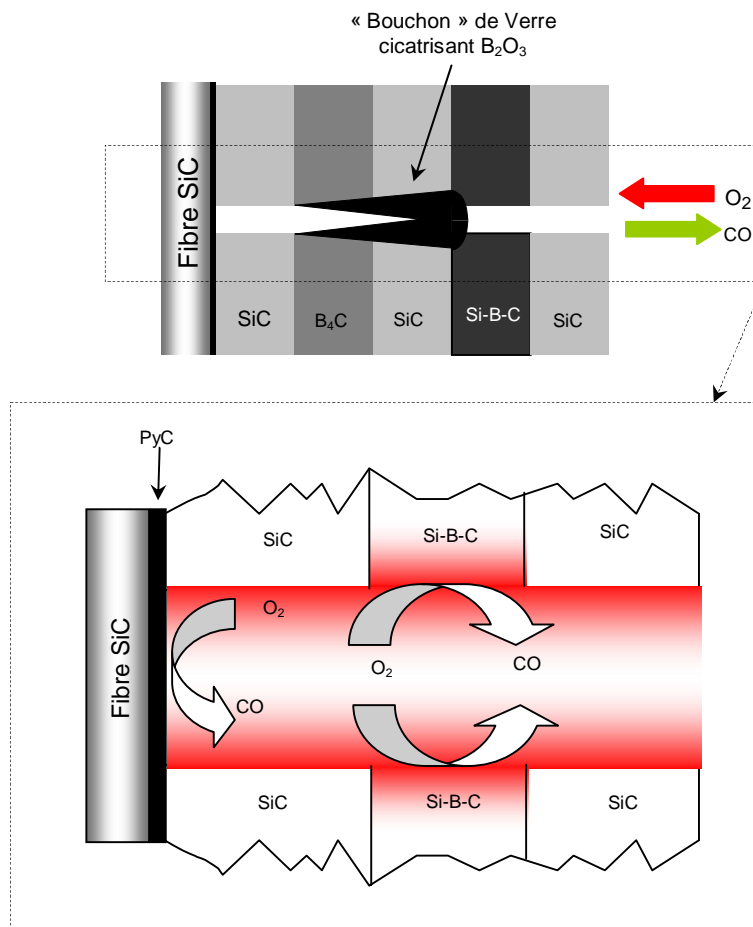


Figure I – 3 Mécanismes de cicatrisation matricielle par formation de verre  $B_2O_3$  [Pailler2004]

### 1.1.3. Pourquoi les CMCs ?

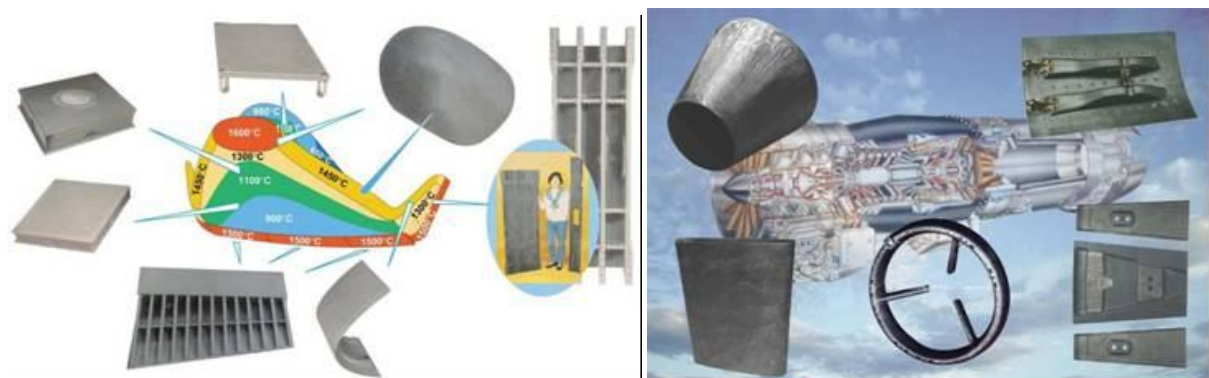
Malgré d'excellentes caractéristiques mécaniques et thermiques, les céramiques monolithiques possèdent une faible ténacité, ce qui les rend extrêmement fragiles et sensibles à la propagation de fissures. Pour remédier à ce lourd inconvénient, les CMCs ont été développés à partir des années 60 sur le concept de déviation de fissures matricielles par les fibres.

L'augmentation de la ténacité est obtenue grâce au renfort qui arrête les fissures et reprend progressivement la charge au fur et à mesure que la matrice se fissure. La rupture du composite est contrôlée par le renfort. Le rôle du renfort est prépondérant sur la tenue du composite et son comportement mécanique.

Les interfaces entre les fibres et la matrice jouent également un rôle déterminant car elles retardent la rupture du renfort en déviant les fissures matricielles. Ces différents constituants rendent le composite élastique-endommageable.

### 1.1.4. Les applications des CMCs

Avec des températures d'utilisation très élevées (400°C-3000°C), les CMCs sont des matériaux à très hautes performances qui résistent aux radiations, au fluage et aux chocs thermiques. Ils sont des matériaux intéressants pour alléger les structures chaudes et retarder les échéances de maintenance. Initialement réservés à l'aérospatiale et l'aéronautique militaire, le spectre de leurs domaines d'application s'élargit puisqu'ils s'intègrent progressivement dans l'industrie nucléaire et dans l'aéronautique civile. Snecma Propulsion Solide (SPS) est aujourd'hui un des grands spécialistes internationaux qui maîtrise l'élaboration et l'industrialisation des composites à matrice SiC. La **(Figure I – 4)** <sup>[Christin2005]</sup> résume quelques applications potentielles des CMCs.



**Figure I – 4 Exemples d'applications des CMCs. Composites à matrice SiC pour la navette Hermès (gauche) et pour un moteur d'avion (droite).**

## 1.2. La microstructure d'un CMCs : cas d'un SiC/SiC

Un composite SiC/SiC est un CMC à fibres et matrice en carbure de silicium. Leur microstructure est fortement hétérogène.

### 1.2.1. Les fibres carbure de silicium

Les fibres (et donc les fils) ont des caractéristiques mécaniques élevées dans le sens axial (longitudinal). Pour cette raison, les fils doivent être orientés parallèles aux sollicitations mécaniques. L'orientation des fils doit être choisie en fonction des sollicitations imposées au matériau.

Les fibres SiC sont apparues à travers plusieurs générations. Les premières ont été synthétisées par CVD (Chemical Vapor Deposition) sur des filaments en carbone ou tungstène. Nommées fibres Textron SCS-X, elles ont renforcé les premiers composites à matrice métallique. Ce type de renfort a rapidement été abandonné en raison de son trop fort diamètre (110  $\mu\text{m}$ ) qui cause de grosses difficultés pour le tissage. De nouvelles fibres céramiques de plus faible diamètre (10-20  $\mu\text{m}$ ) ont alors été mises au point pour faciliter le tissage <sup>[Lamicq1986]</sup>.

Dans les années 70 sont apparues les fibres Nicalon (Nippon Carbon Co., Japan) fabriquées par filage du polycarbosilane (PCS) fondu à 300°C sous atmosphère inerte <sup>[Yajima1976 a-b]</sup>. La fibre obtenue est ensuite réticulée en vue de la rendre fusible et pyrolysée vers 1100°C-1300°C sous atmosphère neutre. Cette fibre a l'avantage d'être de faible diamètre (environ 15  $\mu\text{m}$ ) et d'être constituée de grains de SiC  $\beta$  (1-5 nm) stables chimiquement. Les inconvénients de cette fibre sont leur fort taux d'oxygène (12% atomique) et de carbone libre (15% atomique). L'oxygène est sous forme d'une phase Si-C-O amorphe très instable qui s'oxyde dès les températures moyennes et se décompose vers 1100°C en Si(gazeux) et CO(gazeux) <sup>[Laffon1989] [Lecoustumer1993] [Chollon1995] [Bouillon1991]</sup>.

Pour diminuer la quantité d'oxygène dans la fibre, le procédé de réticulation est alors réalisé par bombardement électronique sous atmosphère exempte d'oxygène. La fibre obtenue est appelée Hi-Nicalon : elle contient moins de 1% atomique d'oxygène et les grains de SiC  $\beta$  sont plus gros (2-20 nm). Cette fibre est plus stable et résiste mieux au phénomène de fluage mais elle contient encore une grande quantité de carbone libre (15% atomique) sous forme de feuillets aromatiques empilés au niveau des joints de grain <sup>[Chollon1995]</sup>. Ces joints de grains représentent des sites favorables pour l'oxydation et permettent également le fluage par glissement des grains dès 1200°C.

La sensibilité à l'oxydation et au fluage est diminuée en synthétisant des fibres de 3<sup>e</sup> génération Hi-Nicalon S (Nippon carbon Co., Japan). Ces fibres sont quasi-stœchiométriques, elles contiennent des cristallites de SiC  $\beta$  de taille plus importante et un taux de carbone libre faible (<3%) <sup>[Pailler2005]</sup>. D'autres fibres stables de 3<sup>e</sup> génération sont apparues comme la Tyranno SA et la Sylramic : la **(Figure 1 – 5)** résume les procédés d'élaboration de ces différentes fibres et le **(Tableau 1 – 1)** rassemble leurs principales caractéristiques.

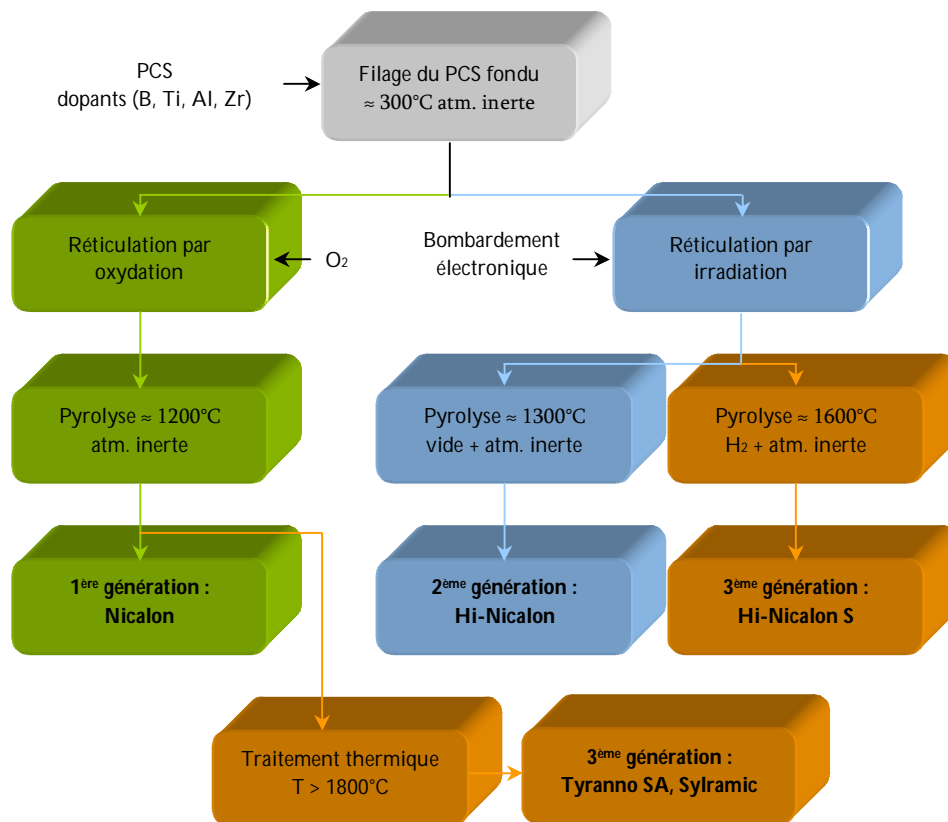


Figure I – 5 Procédés d'élaboration des principales fibres à base de carbure de silicium à base de précurseur polymère [Gauthier2007] [Laforet2009]

	Nippon Carbon Co., Japon			Ube industries ltd, Japon	Dow Corning Co., E.U	Carborundum Co., E.U
	<i>Cg Nicalon</i>	<i>Hi-Nicalon</i>	<i>Hi-Nicalon S</i>	<i>Tyranno SA</i>	<i>Sylramic</i>	<i>Carborundum</i>
Diamètre (µm)	14 <sup>c</sup>	14 <sup>a</sup>	13 <sup>a</sup>	10 <sup>a,g</sup>	10,4 <sup>a</sup>	30 <sup>a</sup>
Densité	2,55 <sup>c</sup>	2,74 <sup>a</sup>	3,0 <sup>a</sup>	3,02 <sup>a,g</sup>	3,06 <sup>a</sup>	3,15 <sup>i</sup>
Contrainte à rupture (GPa)	2,8 <sup>c</sup>	2,8 <sup>a</sup>	2,5 <sup>a</sup>	2,84 <sup>a</sup>	2,9 <sup>a</sup>	1,25 <sup>a</sup>
Module d'Young (GPa)	220 <sup>c</sup>	270 <sup>a</sup>	408 <sup>a</sup>	303 <sup>a</sup> 420 <sup>g</sup> , 390-420 <sup>j</sup>	372 <sup>a</sup>	420 <sup>j</sup>
ε <sub>R</sub> (%)	1,4 <sup>c</sup>	1,04 <sup>a</sup>	0,63 <sup>a</sup>	0,94 <sup>a</sup> , 0,7 <sup>g</sup>	0,78 <sup>a</sup>	0,4 <sup>j</sup>
Résistivité (Ω.cm)	10 <sup>3-10</sup> <sup>4 g</sup>	1,4 <sup>g</sup>	0,1 <sup>g</sup>	0,15 <sup>l</sup>	1 <sup>l</sup>	
Dilatation thermique (10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	3,2 <sup>g</sup> (25-500°C) 3,1-3,2 <sup>j</sup> (25°C)	3,5 <sup>g</sup> (25-500°C) 3,3-3,5 <sup>j</sup> (25°C)			5,4 <sup>g</sup> (20-1320°C) 4,0-5,4 <sup>j</sup> (25°C)	4,5 <sup>j</sup>
Capacité thermique (J.Kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	710 <sup>l</sup> (à 25°C) 1170 <sup>l</sup> (à 500°C)	670 <sup>l</sup> (à 25°C) 1170 <sup>l</sup> (à 500°C)	700 <sup>l</sup> (à 25°C) 1150 <sup>l</sup> (à 500°C)		613-753 <sup>f</sup> (à 50°C)	
Conductivité thermique (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	2,97 <sup>g</sup> (25°C) 2,2 <sup>g</sup> (500°C)	7,77 <sup>g</sup> (25°C) 10,1 <sup>g</sup> (500°C)	18,4 <sup>g</sup> (25°C) 16,3 <sup>g</sup> (500°C)	64,6 <sup>g</sup>	40-46 <sup>f</sup> 40-45 <sup>g</sup>	
Taille des grains de SiC (nm)	2,0 <sup>c,d</sup> ~ 3 <sup>e</sup>	4,0 <sup>c</sup> 5,0 <sup>d</sup> , 5-10 <sup>h</sup>	> 100 <sup>e</sup> 50 <sup>h</sup>	~ 200 <sup>h</sup>	85 <sup>c</sup> 100-200 <sup>h</sup>	2000 <sup>m</sup>
Composition chimique (% <sub>m</sub> / % <sub>at</sub> )						
Si	56,6 <sup>b</sup>	62,4/41,6 <sup>a</sup> 63,7 <sup>b</sup>	68,9/48,7 <sup>a</sup> 68,9 <sup>b</sup>	67,8/47,3-47,9 <sup>a</sup>	66,6/46,7 <sup>a</sup> 66,6 <sup>b</sup>	
C	31,7 <sup>b</sup>	37,1/57,8 <sup>a</sup> 35,8 <sup>b</sup>	30,9/51,0 <sup>a</sup> 30,9 <sup>b</sup>	31,3/50,9-51,7 <sup>a</sup>	28,5/46,7 <sup>a</sup> 28,5 <sup>b</sup>	
O	11,7 <sup>b</sup>	0,5/0,6 <sup>a</sup> 0,5 <sup>b</sup>	0,2/0,2 <sup>a</sup> 0,2 <sup>b</sup>	0,3/0,4 <sup>a</sup>	0,8/1,0 <sup>a</sup> 0,8 <sup>b</sup>	
Al		-	-	≤ 2,0/1,4 <sup>a</sup>	-	
Ti		-	-	-	2,1/0,9 <sup>a</sup> 2,1 <sup>b</sup>	
B		-	-	-	2,3/4,2 <sup>a</sup> 2,3 <sup>b</sup>	Trace <sup>i</sup>
N		-	-	-	0,4/0,6 <sup>a</sup> 0,4 <sup>b</sup>	
C/Si (% atomique)	1,3 <sup>c</sup>	1,38 <sup>a</sup>	1,04 <sup>a</sup>	1,08 <sup>a</sup> (surface), 1,34 <sup>a</sup> (cœur)	1,05 <sup>a</sup> (surface), 1,14 <sup>a</sup> (cœur)	1,01 <sup>a</sup> , 1,0 <sup>i</sup>

<sup>a</sup> : [Dong2001] <sup>b</sup> : [Osborne1998] <sup>c</sup> : [Youngblood1998a] <sup>d</sup> : [Henager1998] <sup>e</sup> : [Snead2000] <sup>f</sup> : [Jones2000] <sup>g</sup> : [Hasegawa2000] <sup>h</sup> : [Bunsell2000] <sup>i</sup> : [Newsome1997]  
<sup>j</sup> : [Naslain2003] <sup>k</sup> : [Ichikawa2000] <sup>l</sup> : [Sauder2004] <sup>m</sup> : [Morscher1995]

**Tableau I – 1** **Caractéristiques des principales fibres à base de SiC** [Gauthier2007] [Laforet2009]

### 1.2.2. La matrice carbure de silicium

Le carbure de silicium est déposé sur les fibres par CVD (dépôt chimique en phase vapeur) ou par CVI (infiltration chimique en phase vapeur) pour les préformes fibreuses. Le précurseur est un système Si-C-H-Cl (souvent  $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ ) dilué dans de l'hydrogène. Le SiC obtenu présente une structure cubique caractéristique d'une croissance colonnaire (cristaux de SiC  $\beta$ ) [Loumagne1995]. Il assure la tenue du matériau et protège les fibres des agressions mécaniques et oxydantes. Lorsque cette matrice se fissure, le matériau se dégrade à haute température car l'oxygène pénètre jusqu'aux fibres. Pour limiter ce phénomène, des matrices multicouches à base de carbure de bore  $\text{B}_4\text{C}$  ont été conçues. Le (**Tableau I – 2**) présente les propriétés mécaniques du carbure de silicium qui varient en fonction de la température.

Matériau	T (°C)	Module de Young E (GPa)	Coefficient de dilatation ( $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )
<b>SiC CVD</b> [Kern1968] [Hirai1988]	24	420	4,9 – 5,5 ( $17 \leq T \leq 2097 \text{ } ^\circ\text{C}$ )
	937	370	
	1217	340	
	1397	270	
	25	275 – 465	
<b>SiC pressé à chaud</b> [Mcic1979]	24	430 – 448	4,4 ( $25 \leq T \leq 1367 \text{ } ^\circ\text{C}$ )
	1377	380	
<b>Monocristal SiC <math>\beta</math></b> [Li1986]			$3,19 + 3,6 \cdot 10^3 T - 1,68 \cdot 10^{-6} T^2$

**Tableau I – 2 Propriétés du carbure de silicium en fonction de la température**  
[Laforet2009]

### 1.2.3. L'intercouche de carbure de bore $\text{B}_4\text{C}$

L'intercouche de carbure de bore est déposée sous forme de couches séquencées SiC- $\text{B}_4\text{C}$ -SiC (**Figure I – 6**) par CVD. Le dépôt est réalisé à partir de différents mélanges gazeux tels que  $\text{BCl}_3 - \text{CH}_4 - \text{H}_2$  dans des conditions de super saturation (haute pression des gaz précurseurs). La température influe significativement sur la cristallisation du  $\text{B}_4\text{C}$ . Pour des températures inférieures à  $1500^\circ\text{C}$ , la cristallisation est incomplète et les dépôts obtenus sont amorphes. A partir de  $1500^\circ\text{C}$ , la cristallisation est améliorée et plus homogène. Les principales caractéristiques du  $\text{B}_4\text{C}$  sont indiquées dans le (**Tableau I – 3**).

La phase matricielle  $\text{B}_4\text{C}$  s'oxyde rapidement à partir de  $400^\circ\text{C}$  pour former un verre  $\text{B}_2\text{O}_3$  amorphe qui devient liquide à partir de  $500^\circ\text{C}$ . Ce verre cicatrise les fissures matricielles et ralentit l'arrivée de l'oxygène au contact des fibres, ce qui accroît la durée de vie des CMCs [Garitte2007] [Pasquier1997]. Selon la température et la géométrie de la fissure, le bouchon de verre colmate plus ou moins efficacement les fissures et empêche la pénétration de l'oxygène au sein du composite.

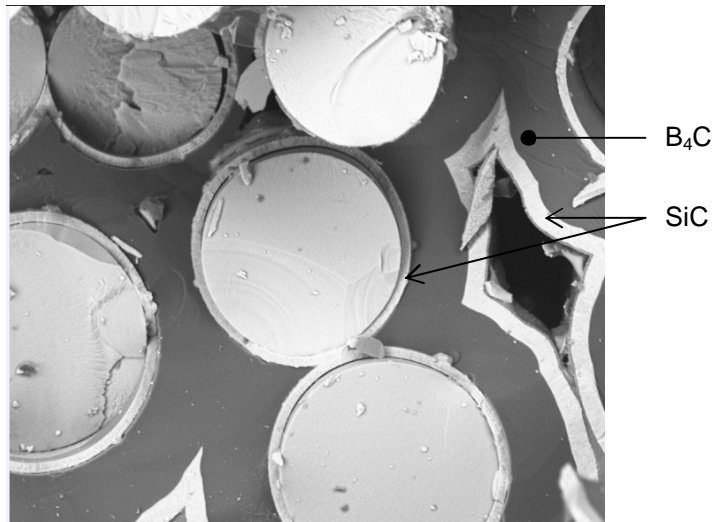


Figure I – 6 Micrographie d'une composite SiC/SiC illustrant les différentes couches de la matrice et le séquençage SiC-B<sub>4</sub>C-SiC.

Matériau	Module de Young $E$ (GPa)	Coefficient de dilatation ( $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )
<b>B<sub>4</sub>C commercial pressé à chaud</b> [Accurate ceramic Corporation]	455 ( $T = 25^\circ\text{C}$ )	5,6 ( $25 \leq T \leq 1000^\circ\text{C}$ )
<b>B<sub>4</sub>C CVD</b> [Sezer2001]	360 – 460 ( $T = 25^\circ\text{C}$ )	4 – 8 ( $25 \leq T \leq 800^\circ\text{C}$ )
<b>B<sub>4</sub>C par frittage réaction</b> [Ramana1985]	$= 461 - 5,486 \cdot 10^{-2} (T + 273) \cdot e^{\left(\frac{-114,5}{T+273}\right)}$ ( $25 \leq T \leq 780^\circ\text{C}$ )	
<b>B<sub>4</sub>C pressé à chaud</b> [Mcic1979]		4,5 ( $25 \leq T \leq 871^\circ\text{C}$ ) 6,1 ( $871 \leq T \leq 2204^\circ\text{C}$ )

Tableau I – 3 Propriétés du B<sub>4</sub>C en fonction de la température [Laforet2009].

#### 1.2.4. L'interface

L'interface entre les fibres et la matrice améliore nettement le comportement du composite et transforme le matériau fragile en un matériau endommageable. Elle compte trois fonctions principales :

- assurer la liaison entre les fibres et la matrice pour permettre le partage des efforts entre la matrice et le renfort ;
- protéger les renforts de l'endommagement de la matrice en déviant les fissures (rôle de fusible mécanique) ;
- protéger les renforts des agressions physico-chimiques par l'environnement.

Le rôle de l'interface est complexe car ces fonctions l'obligent à avoir des propriétés antagonistes. C'est notamment le cas pour assurer le partage des efforts entre les fibres et la matrice et dévier les fissures matricielles <sup>[Droillard1996]</sup> (**Figure 1 – 7**). Pour obtenir un comportement du composite adapté, un compromis doit être trouvé entre une interface forte et faible (**Figure 1 – 8**). L'interface doit être également compatible chimiquement avec les fibres et la matrice.

Si l'interface est faible, la contrainte de cisaillement interfacial est basse ce qui favorise les décohésions entre les fibres et la matrice (mode d'interface adhésif). Les fissures matricielles sont facilement déviées par l'interface (dissipation d'énergie). La quasi-intégralité des efforts appliqués au composite est supportée par les fibres. La faible participation de la matrice à la reprise d'effort limite la multifissuration matricielle. En outre, la contrainte de rupture du composite est faible à cause de la faible participation de la matrice. Une interface faible entre les fibres et la matrice confère au composite une ténacité élevée et une faible contrainte de rupture <sup>[Lamon2005] [Pasquier1997]</sup>.

Une interface forte correspond à une contrainte de cisaillement interfacial élevée (mode d'interface cohésif), ce qui favorise le partage des efforts entre les fibres et la matrice. Les efforts appliqués au composite sont alors supportés par les fibres et la matrice qui s'endommage par multifissuration. Une interface forte augmente donc la contrainte de rupture du composite et la ténacité par le phénomène de dissipation d'énergie par multifissuration matricielle <sup>[Lamon2005] [Pasquier1997] [Droillard1996]</sup>.

L'évaluation de la contrainte de cisaillement interfacial entre les fibres et la matrice est réalisée grâce à des cycles de charge-décharge durant un essai de traction. La contrainte de cisaillement interfacial est calculée à l'aide de l'amplitude des cycles <sup>[Lamon, Rebillat, Evans1996]</sup>. Le (**Tableau 1 – 4**) donne les valeurs de contraintes de cisaillement interfacial pour différents types d'interphases.

Dans les composites 2D SiC/SiC, l'interphase mesure environ 0,1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Elle se constitue soit de pyrocarbone (PyC), soit de nitrure de bore (BN), soit d'un assemblage des deux matériaux (interphase séquencée). Le pyrocarbone permet d'obtenir des interfaces à rupture cohésive. La déviation de fissure a lieu au sein de la couche d'interphase lorsque l'interface fibre/interphase a été renforcée par traitement de la surface de fibre. Le pyrocarbone présente également l'avantage d'être compatible chimiquement avec les fibres et la matrice de SiC. Il limite aussi l'apparition de contraintes résiduelles d'origine thermique lors de l'élaboration du composite. Son inconvénient majeur est qu'il s'oxyde très rapidement dès 500°C <sup>[Naslain1995]</sup>.

Malgré leur mode de rupture adhésif <sup>[Rebillat2000]</sup> et leur moins bonne tenue mécanique <sup>[Pasquier1997]</sup>, les interfaces BN ont été développées car elles cumulent deux avantages. Elles offrent une meilleure tenue à l'oxydation jusqu'à 800°C et forment un verre cicatrisant  $\text{B}_2\text{O}_3$  lorsqu'elles s'oxydent.

Des interphases séquencées combinant des couches de pyrocarbone et de nitrure de bore ont fait leur apparition pour tirer profit des avantages de chacun d'eux <sup>[Bertrand2000]</sup>. Ce type d'interface assure au composite une bonne résistance à la fissuration et l'oxydation <sup>[Bertrand2000]</sup>.



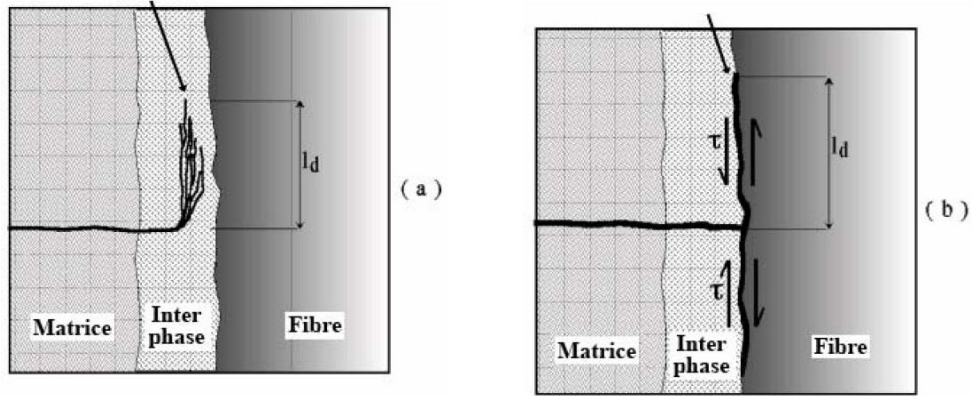


Figure I – 7 Influence de l'interphase sur la propagation de fissure pour une interface fibre/PyC forte (mode cohésif) (a) et une interface faible fibre/PyC (mode adhésif) (b) [Lamon2005]

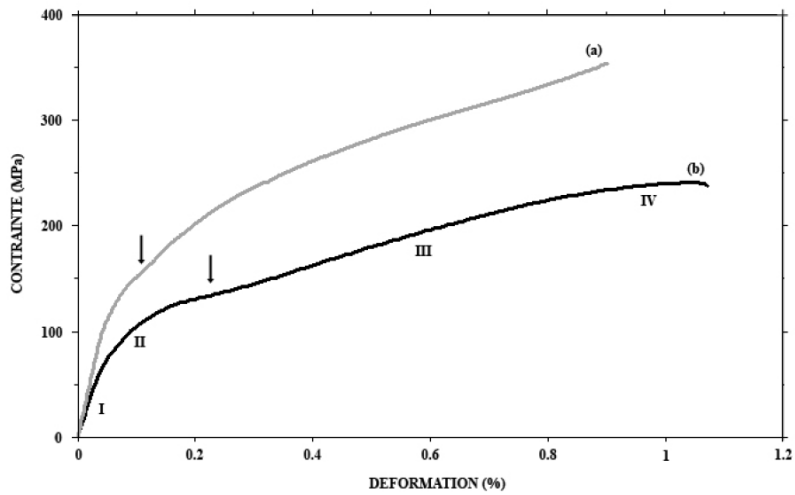


Figure I – 8 Courbes de comportement en traction uniaxiale de composites tissés 2D-SiC/SiC, possédant des interfaces fibre/matrice fortes (a) ou faibles (b) [Lamon 2005]

SiC/C/SiC SiC/(C/SiC)n/SiC	Interphase	Distance interfissure	Tension (cycles)	Tension (domaine non linéaire)	Push-out (domaine non linéaire)	Push-out (plateau)
<b>Fibres non traitées</b> 2D microcomposites minicomposites 2D tissé	PyC (0.1)	8-12	0.7	4-20 40-80	14-16 31 28	12-10 19.3 12.5
	PyC (0.1)		3			
	PyC (0.1)		21-115			
	PyC (0.5)		4			
	(PyC/SiC) <sub>2</sub>		2			
(PyC/SiC) <sub>4</sub>	9					
<b>Fibres traitées</b> 2D tissé	PyC (0.1)	140-203	190			165-273
	PyC (0.5)		370			100-105
	(PyC/SiC) <sub>2</sub>		150			133
	(PyC/SiC) <sub>4</sub>		90			90

Tableau I – 4 Contraintes de cisaillement interfacial (MPa) des composites 2D SiC/SiC possédant une interface de pyrocarbone, déterminées sur différents types d'échantillons et à l'aide de diverses méthodes [Lamon2005]

## **2. Comportement mécanique d'un SiC/SiC**

### **2.1. Domaines de comportement**

Le comportement mécanique du composite est étudié en traction monotone uniaxiale à température ambiante (**Figure I – 9**). Les SiC/SiC sont des matériaux élastiques endommageables qui présentent trois domaines de comportement successifs. La succession de ces domaines linéaires et non linéaires est due à un module d'élasticité de la matrice supérieur à celui des fibres (composites à fibres SiC ou C et à matrice SiC).

Le premier domaine est linéaire. La déformation  $\varepsilon$  du composite est élastique. La limite élastique en déformation est de l'ordre de 0,05% pour les composites SiC-SiC à renfort tissé. Les défauts originels présents dans le composite ne croissent pas sous l'effet du chargement. Les fibres et la matrice ne subissent ni la croissance ni l'apparition de fissures. La pente de cette partie linéaire correspond au module d'Young du composite  $E_c$ . Pour un composite unidirectionnel,  $E_c$  est relié de manière satisfaisante aux modules d'Young de la fibre et de la matrice par la loi des mélanges (**Eq. I – 1**).

**Eq. I – 1**

$$E_c = E_m \cdot V_m + E_f \cdot V_f$$

$V_f$  la fraction volumique de fibres orientées dans le sens du chargement,  $V_m$  la fraction volumique de matrice,  $E_f$  et  $E_m$  les modules élastiques respectifs de fibre et de matrice.

Le deuxième domaine est non linéaire, les déformations sont plus grandes que dans le domaine élastique. Cette diminution du module d'Young du composite est induite par la multifissuration matricielle (**Figure I – 10**). Lorsque la déformation augmente, la multifissuration matricielle engendre un report progressif des efforts sur les fils longitudinaux. Lorsque la matrice atteint un état saturé de fissuration, le comportement du composite redevient linéaire (domaine III) et la tenue du composite est assurée par les fibres longitudinales.

Dans le troisième domaine, le module est plus faible que dans le premier car la participation de la matrice à la reprise des efforts est quasi nulle. Les efforts sont intégralement reportés sur les fibres longitudinales qui dictent le comportement du composite. Le module du composite est étroitement lié à celui des fibres longitudinales (**Eq. I – 2**).

**Eq. I – 2**

$$E_c = E_f \cdot V_f$$

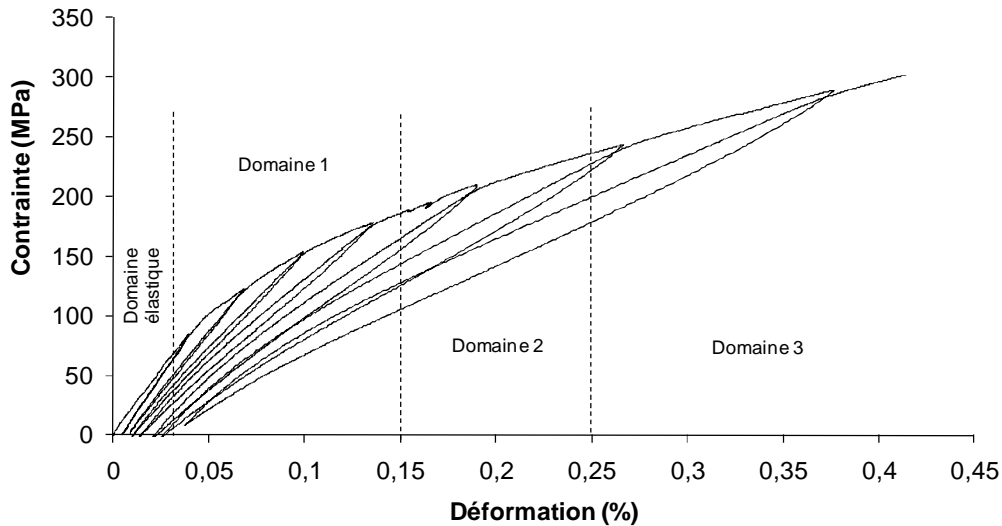


Figure I – 9 Courbe de comportement d'un SiC/SiC en traction monotone uniaxiale à température ambiante.

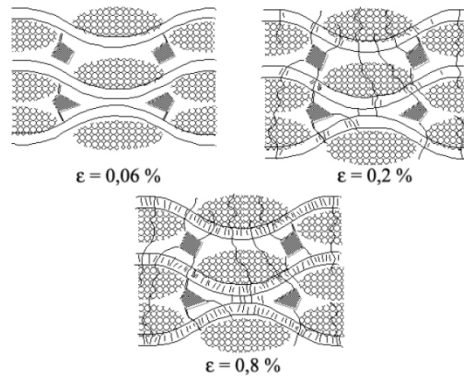


Figure I – 10 Processus d'endommagement de la matrice dans un composite 2D-SiC/SiC au cours d'un essai de traction uniaxiale uniforme à déformation imposée dans la direction des fils longitudinaux [Lamon2005].

**2.2. Endommagement**

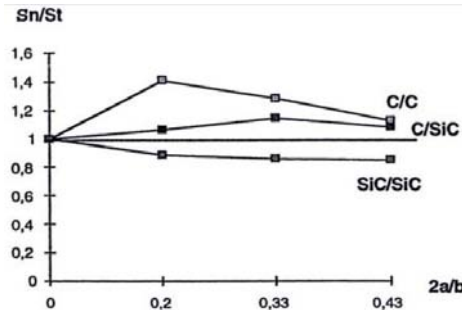
Ces trois domaines de comportement sont liés à un mode d'endommagement par multifissuration qui se compose de mécanismes chronologiques et séquentiels propres à chaque domaine. Les observations au microscope et les essais de traction révèlent que ces mécanismes s'activent successivement au fur et à mesure que la déformation augmente [Lamon2001] [Guillaumat1993]

(Tableau I – 5).

	$0\% \leq \epsilon < 0,035\%$	Domaine élastique
<b>Domaine I</b>	$0,035\% \leq \epsilon < 0,15\%$	Fissuration de la matrice interfil
<b>Domaine II</b>	$0,15\% \leq \epsilon < 0,25\%$	Fissuration de la matrice des fils transversaux
<b>Domaine III</b>	$0,25\% \leq \epsilon < 0,8\%$	Fissuration de la matrice des fils longitudinaux

Tableau I – 5 Mécanismes d'endommagement intervenant dans chaque domaine de comportement du composite [Lamon2001] [Guillaumat1993].

Les essais de traction sur des éprouvettes entaillées révèlent la quasi-insensibilité à l'effet d'entaille du composite [Kagawa1997] [Evans1997] (**Figure I – 11**). Pour les composites 2D-SiC/SiC, la contrainte de rupture dépend très faiblement de la longueur d'entaille. Dans les composites C/C et C/SiC, la contrainte de rupture est indépendante de la longueur d'entaille grâce à une relaxation des contraintes à l'extrémité de l'entaille. Cette relaxation est due à l'endommagement de la matrice et aux décohésions.



**Figure I – 11** Sensibilité à l'effet d'entaille de composites à renfort tissé et matrice carbone ou céramique (SiC) mesurée sur des éprouvettes de traction uniaxiale.  $S_n/S_t$  est le rapport des contraintes de rupture d'une éprouvette entaillée et d'une éprouvette non entaillée :  $a$  est la longueur de chaque entaille et  $b$  la largeur de l'éprouvette [Lamon2005].

### 2.3. Rupture ultime des SiC/SiC

#### 2.3.1. Mécanismes de rupture ultime et défauts microstructuraux

Par définition, le renfort assure la tenue du composite, il est donc légitime de penser que la rupture ultime du composite est contrôlée par les fils longitudinaux. Ce propos est d'ailleurs démontré dans [Lamon2005]. Au sein des fils longitudinaux qui reprennent intégralement les efforts lors de la multifissuration matricielle, les fibres rompent de manière individuelle et successive. Ces ruptures de fibres se produisent au fur et à mesure que l'effort appliqué au composite augmente à partir d'un certain seuil. La rupture des fibres est fortement sensible à la présence de défauts microstructuraux qui ont une répartition aléatoire [Lamon1998] [Lamon2007]. Leur distribution statistique dépend du champ de contrainte et du volume de matériau. La contrainte de rupture des fibres est dispersée et suit une loi statistique de Weibull [Lamon2005] (**Eq. I – 3**).

**Eq. I – 3** 
$$\alpha = p(\sigma_f \leq \sigma_f^*) = 1 - e^{-\left[ \frac{V}{V_0} \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right]}$$

$m_f, \sigma_{of}$  les paramètres statistiques de Weibull,  $\sigma_f$  est la contrainte de rupture au rang  $\alpha$ ,  $V$  est le volume de l'éprouvette,  $V_0$  le volume élémentaire de référence ( $V_0 = 1 \text{ m}^3$ ).

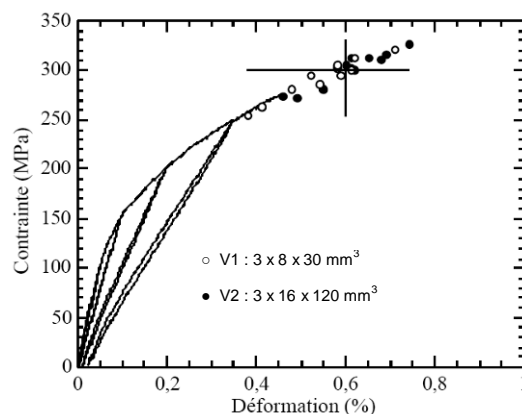
La rupture d'un fil se produit lorsqu'une fraction critique  $\alpha_c$  de fibres longitudinales rompues est atteinte [Calard2004]. Cette fraction critique signifie que les fibres non rompues ne peuvent plus supporter la charge. Ce formalisme tient compte des interactions interfibres qui favorisent leur rupture et font atteindre des valeurs de  $\alpha_c$  plus faibles [Laforet2009] [Calard2004]. Pour les fils SiC Nicalon NL 202 considérés seuls et sans interaction,  $\alpha_c$  représente environ 17 % du nombre total de monofilaments [Lissart1994a].

### 2.3.2. Description statistique de la rupture ultime

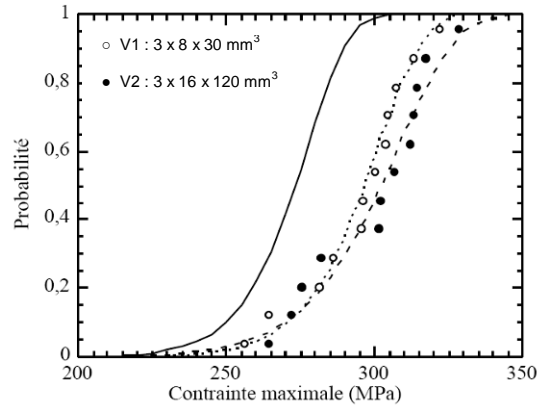
Malgré une faible sensibilité à l'effet de volume, la contrainte de rupture du composite est fortement dispersée (**Figure I – 12, Figure I – 13**). La rupture du composite est commandée par les fils les plus faibles dont la rupture se produit lorsque les fibres les plus critiques rompent. La rupture du composite est donc dictée par les fibres les plus critiques. Dans le composite, la rupture des fibres n'est pas uniquement provoquée par la présence de défauts microstructuraux. Les effets d'échelle tels que les interactions interfibrilles au sein des fils ou l'alignement des fibres jouent un rôle non négligeable. En raison de ces facteurs extrinsèques, la dispersion de la contrainte de rupture du composite n'est pas exclusivement induite par la population de défauts de fibres. Par conséquent, la rupture des composites tissés ne suit pas une loi de Weibull car leur mode de rupture n'est pas en accord avec les hypothèses du modèle de Weibull [Lamon2005] [Calard2002]. Ces travaux de thèse ont nécessité la compréhension et la modélisation de l'impact des effets d'échelle sur l'évolution des populations de défauts des fibres. Les défauts microstructuraux sont considérés comme les entités physiques.

Le passage de l'échelle des fibres à l'échelle du composite entraîne une troncature successive de la distribution statistique des contraintes de rupture [Lamon2005] (**Figure I – 14**). Finalement, pour décrire la rupture du composite il suffit de considérer les valeurs extrêmes inférieures des contraintes de rupture sur fibre.

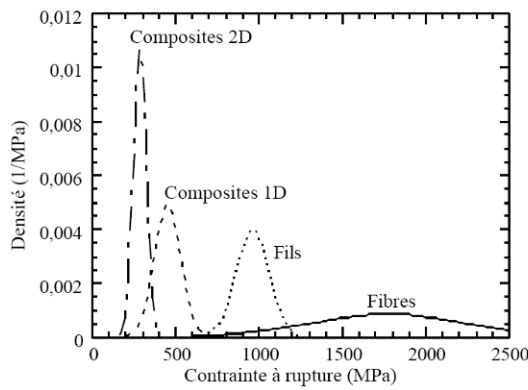
Le (**Tableau I – 6**) fournit les valeurs des paramètres statistiques de la loi de Weibull sur monofilament et composite 2D. Les modules  $m^*$  et  $\sigma_0^*$  ne sont que des valeurs comparatives et n'ont aucune vocation prédictive. Pour les calculer, le composite est assimilé à un matériau homogène équivalent qui permet l'application du modèle de Weibull.



**Figure I – 12** Courbes de comportement en traction uniaxiale de composites 2D-SiC/SiC, obtenues pour 2 lots d'éprouvettes de dimensions différentes. Les points en fin d'essai représentent les contraintes maximales atteintes pour les différentes éprouvettes [Lamon2005].



**Figure I – 13 Distributions statistiques des contraintes de rupture de composites 2D SiC/SiC en traction uniaxiale, pour deux lots d'éprouvettes de dimensions différentes [Calard2004]. Mise en évidence de la faible sensibilité de la contrainte de rupture à l'effet de volume.**



**Figure I – 14 Distributions statistiques des contraintes de rupture de monofilament, de fil de carbure de silicium (fibres Nicalon NLM 202), de composites SiC/SiC à renfort unidirectionnel (minicomposites) et à renfort tissé [Lamon2005]. Mise en évidence de la troncature à chaque changement d'échelle.**

<b>Monofilament Hi-Nicalon</b> [Gauthier2008]	$m_f$	$\sigma_{of}$ (MPa)	$\alpha_c$ (%)
	8,4	61	13
<b>Composite 2D-SiC/SiC à renfort tissé</b> [Calard2004]	$m^*$	$\sigma_o^*$ (MPa)	$\alpha_c$ (%)
	30*	430*	3

**Tableau I – 6 Valeurs des modules de Weibull et de  $\alpha_c$  sur composite 2D-SiC/SiC [Calard2004] et sur monofilament Hi-Nicalon [Gauthier2008].**

## 2.4. Rupture différée des composites SiC/SiC à haute température

### 2.4.1. La fissuration sous-critique des céramiques monolithiques

Dès le début des années 1960, de nombreux travaux ont démontré que certains matériaux céramiques sont sensibles à un phénomène de croissance lente de fissure ou propagation sous-critique [Charles1962] [Wiederhorn1967] [Evans1974] [Lange1974] [Ritter1978] [Mendiratta1978]. Le terme sous-critique implique une dépendance temporelle de la contrainte de rupture des matériaux céramiques. Lors de la mise en charge, le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  en fond de fissure est inférieur à sa valeur critique  $K_{IC}$  (ou ténacité<sup>6</sup>). La croissance de défaut par fissuration sous critique génère une augmentation de  $K_I$ . Lorsque  $K_I = K_{IC}$ , la rupture brutale se produit (instabilité).

Cette croissance lente de fissure précède la rupture brutale. Elle implique une dépendance temporelle de la résistance à la rupture des matériaux céramiques qui explique leur rupture différée (**Figure I – 15**).

Les premières études de fissuration lente ont été menées sur les verres et diverses céramiques monolithiques (porcelaine, alumine, nitrure de silicium...). Ces travaux ont mis en évidence l'activation du phénomène de fissuration lente par réaction d'hydrolyse des liaisons Si-O-Si en pointe de fissure dans les verres [Wiederhorn1967] (**Figure I – 16**). Cette réaction de corrosion cause la rupture des liaisons interatomiques en fond de fissure : c'est la corrosion sous contrainte. Elle est activée par la température et elle est d'autant plus active que la pointe de fissure est facile d'accès pour H<sub>2</sub>O (**Figure I – 16**). La vitesse d'avancée de fissure dépend alors de la réactivité de H<sub>2</sub>O sur le verre en pointe de fissure [Wiederhorn1970] [Wiederhorn1974].

Les premières expérimentations (éprouvette de flexion entaillée, de traction entaillée, double cantilever, double torsion...) ont permis d'appliquer des méthodes directes. Ces dernières consistent à mesurer la propagation de la fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  [Wiederhorn1967]. La croissance de fissure est stable jusqu'à une longueur de fissure critique  $a_c$  qui correspond à  $K_{IC}$ , ce qui engendre la rupture par propagation instantanée (instabilité) (**Eq. I – 4**).

**Eq. I – 4**

$$K_{IC} = \sigma \cdot Y \cdot \sqrt{a_c}$$

$\sigma$  la contrainte appliquée (mode I),  $Y$  un facteur géométrique dépendant de la géométrie de la fissure et des dimensions de l'échantillon et du mode de sollicitation,  $K_{IC}$  facteur d'intensité de contrainte,  $a_c$  longueur critique de fissure.

<sup>6</sup> Capacité à résister à la propagation brutale de fissures.

Dans le cas particulier du verre et de l'alumine en atmosphère humide, la croissance de fissure comprend trois régimes de propagation distincts (**Figure I – 17**) :

- Régime I : la vitesse de propagation de la fissure dépend fortement de la contrainte appliquée et de la réaction chimique. La vitesse de propagation  $v$  de la fissure et le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  sont reliés par une loi de Paris (**Eq. I – 5**) qui est une description empirique du couplage mécano-chimique (contrainte appliquée et réaction chimique en pointe de fissure) ;

**Eq. I – 5**

$$v = \frac{da}{dt} = A_1 \cdot K_I^n$$

$n$  et  $A_1$  des constantes dépendant du matériau et de l'environnement,  $v$  vitesse de propagation de la fissure,  $a$  longueur de fissure,  $t$  le temps,  $K_I$  facteur d'intensité de contrainte.

- Régime II : la vitesse de propagation de fissure devient limitante et la consommation des réactifs est plus rapide que l'approvisionnement en réactifs ;
- Régime III : l'environnement ne contrôle plus l'avancée de la fissure. Celle-ci se propage brutalement jusqu'à rupture du matériau.

Dans les matériaux céramiques, le domaine I domine la durée de vie. Les calculs de prévision de la durée de vie se limitent alors à ce domaine I et se basent sur la loi de Paris. Cette hypothèse rend les prévisions conservatives.

L'effet de la température sur le phénomène de fissuration sous-critique a été étudié par R.J. Charles et W. B. Hillig dans les céramiques monolithiques sous air. Ces travaux ont démontré que la vitesse de fissuration dans les céramiques monolithiques augmente avec la température <sup>[Charles1962]</sup>. Entre 600°C et 800°C, K. D. Mc Henry et R. E. Tressler attribuent le phénomène de fissuration lente à des mécanismes réactionnels d'oxydation en pointe de fissure <sup>[McHenry1977]</sup>. L'évolution de la vitesse de propagation de fissure en fonction de  $K_I$  est déterminée pour différentes températures (**Figure I – 18**).

L'étude de la fissuration sous critique sur des matériaux fibreux tels que les CMCs est impossible par les méthodes directes. Sont employées des méthodes indirectes qui consistent à mesurer le temps à rupture en fonction de la force constante appliquée (diagrammes d'endurance). La combinaison de la loi de Paris (**Eq. I – 5**) et de la relation d'Irwin (**Eq. I – 4**) aboutit à l'expression de la durée de vie pour des valeurs faibles de  $K_I$  (domaine 1) (**Eq. I – 6**) <sup>[Wiederhorn1974]</sup>.

**Eq. I – 6**

$$t_r = 2 \cdot K_{Ii}^{2-n} / A_1 \cdot \sigma^2 \cdot Y^2 \cdot (n - 2)$$

$\sigma$  la contrainte appliquée,  $K_{Ii}$  le facteur d'intensité de contrainte initial,  $t_r$  durée de vie,  $A_1$ ,  $n$ ,  $Y$  constantes.

$K_{Ii}$  peut être exprimé en fonction de la contrainte à rupture  $\sigma_f$  et de la ténacité  $K_{IC}$  (**Eq. I – 7**). La durée de vie est exprimée par (**Eq. I – 8**).

**Eq. I – 7**

$$K_{Ii} = \frac{\sigma}{\sigma_f} \cdot K_{IC}$$

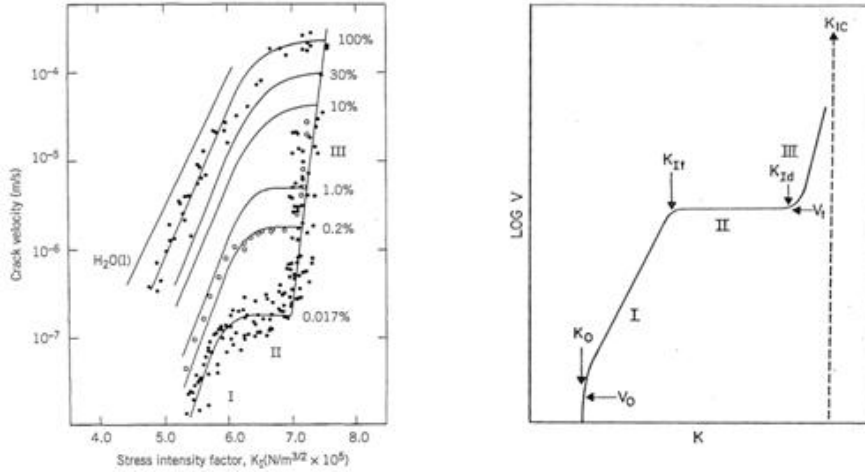
**Eq. I – 8**

$$t_r = 2 \cdot \sigma^{-n} \cdot (K_{IC} / \sigma_f)^{2-n} / A_1 \cdot Y^2 \cdot (n - 2)$$

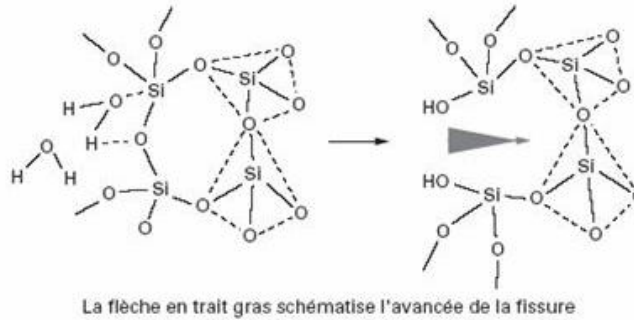
$\sigma$  la contrainte appliquée,  $K_{IC}$  le facteur d'intensité de contrainte critique,  $t_r$  durée de vie,  $A_1$ ,  $n$ ,  $Y$  constantes,  $\sigma_f$  contrainte de rupture.



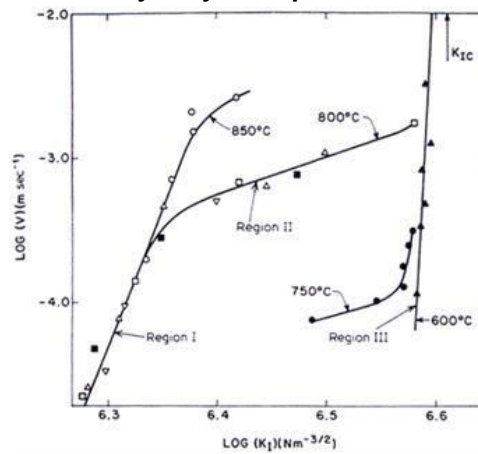
Le paramètre  $n$  indique la sensibilité du matériau à la fissuration sous-critique. Il correspond au coefficient directeur de la courbe du temps à rupture en fonction de la contrainte appliquée tracée en coordonnées logarithmiques (**Figure I – 19, Figure I – 20**). De nombreuses études ont ainsi permis de déterminer des valeurs de  $n$  généralement comprises entre 10 et 40 pour différents matériaux céramiques [Evans1974] [Jakus1978] [Ritter1979] [Fett1997].



**Figure I – 15** Variation de la vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte sur un verre [Wiederhorn1967].



**Figure I – 16** Réaction d'hydrolyse en pointe de fissure dans les verres.



**Figure I – 17** Vitesses de propagation de fissures dans le SiC [McHenry1977].

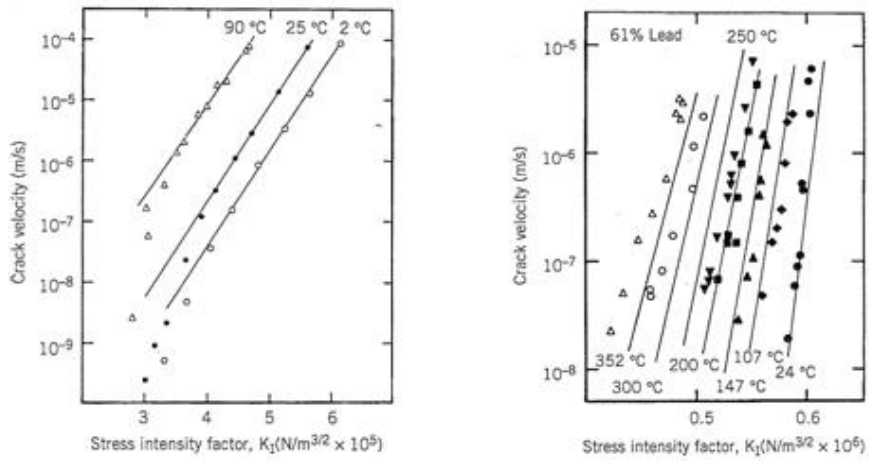


Figure I – 18 Vitesse de fissuration de différents verres en fonction de la température et de  $K_I$  [Wiederhorn1970] [Wiederhorn 1974]

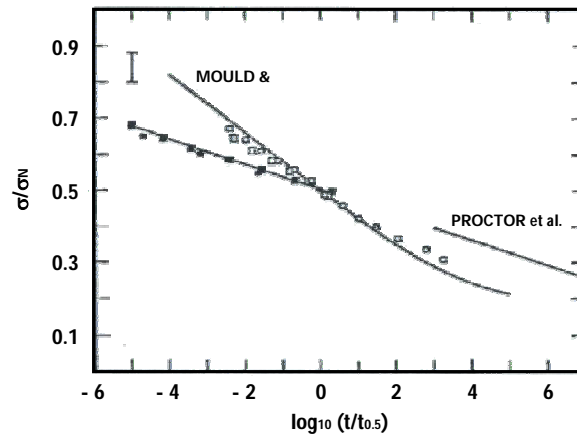


Figure I – 19 Courbes de durée de vie après essais de fatigue statique sur différents verres silicatés [Wiederhorn1970]

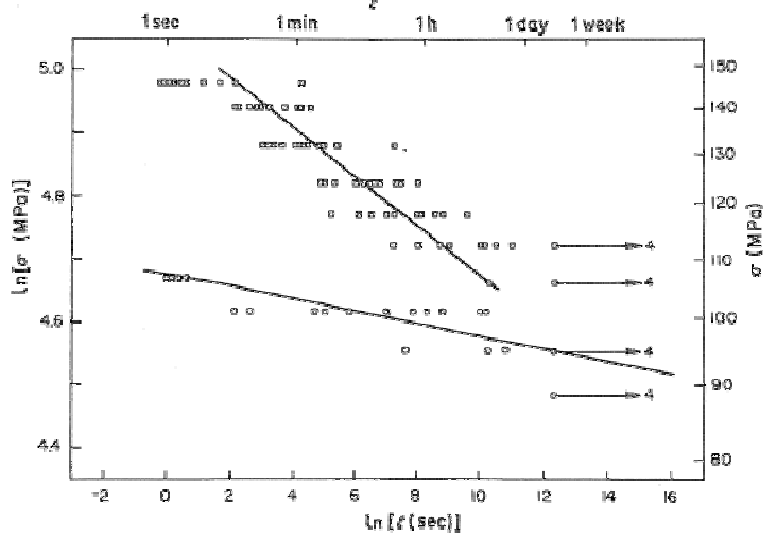


Figure I – 20 Courbes de durée de vie après essais de fatigue statique sur différents verres [Baskaran1987]

### 2.4.2. La fissuration sous-critique des fibres carbure de silicium

Cette analyse est réalisée pour un composite SiC/SiC à interphase de pyrocarbone en fonction de la température et de la concentration d'oxygène. L'oxygène pénètre dans la microstructure via les fissures matricielles et les pores. Les fibres s'oxydent de deux manières différentes (**Figure I – 21**). Elles subissent une oxydation superficielle qui conduit à une réduction de leur section. Elles subissent également une oxydation à l'extrémité des défauts qui entraîne leur croissance lente : c'est la fissuration sous critique. L'effet de la réduction du diamètre de fibre par oxydation superficielle est négligeable par rapport à la fissuration sous critique de défaut.

Pour les températures supérieures à 800°C, de nombreux travaux ont abouti à la détermination des mécanismes de propagation de défauts prédominants [Jones1995] [Lewinsohn1996] [Henager2001a-b] [Jones2005].

Pour les températures inférieures ou égales à 800°C, la fissuration sous-critique est étudiée à partir des années 2000 dans des fils SiC [Gauthier2009] [Gauthier2008] [Bertrand1998] [Lavaire1999] [Folio1997]. Ce phénomène est attribué à la croissance lente de défaut activée par réaction chimique en fond de fissure. L'avancée de fissure dans la fibre est due à l'oxydation du carbone libre inter granulaire aux joints de grains de SiC (**Figure I – 22**). Des observations en microscopie électronique à balayage des faciès de rupture [Gauthier2009] [Lavaire1999] [Folio2004] [Laforet2009] confirment l'existence de ce mécanisme. Des fronts successifs d'avancée de fissure à partir d'un défaut initial démontrent la croissance stable de défauts sous l'effet de l'oxydation jusqu'à une taille critique (**Figure I – 23**). Cette croissance lente de fissure augmente le facteur d'intensité de contrainte en fond de fissure  $K_I$  jusqu'à sa valeur critique  $K_{IC}$  entraînant alors la rupture de la fibre. Cette augmentation de  $K_I$  correspond à une diminution de contrainte de rupture du défaut. Lorsque la contrainte de rupture atteint la contrainte appliquée à la fibre, l'instabilité se produit et le défaut se propage instantanément dans la fibre. Le temps de rupture au terme duquel se produit l'instabilité définit la durée de vie de la fibre (**Figure I – 24**).

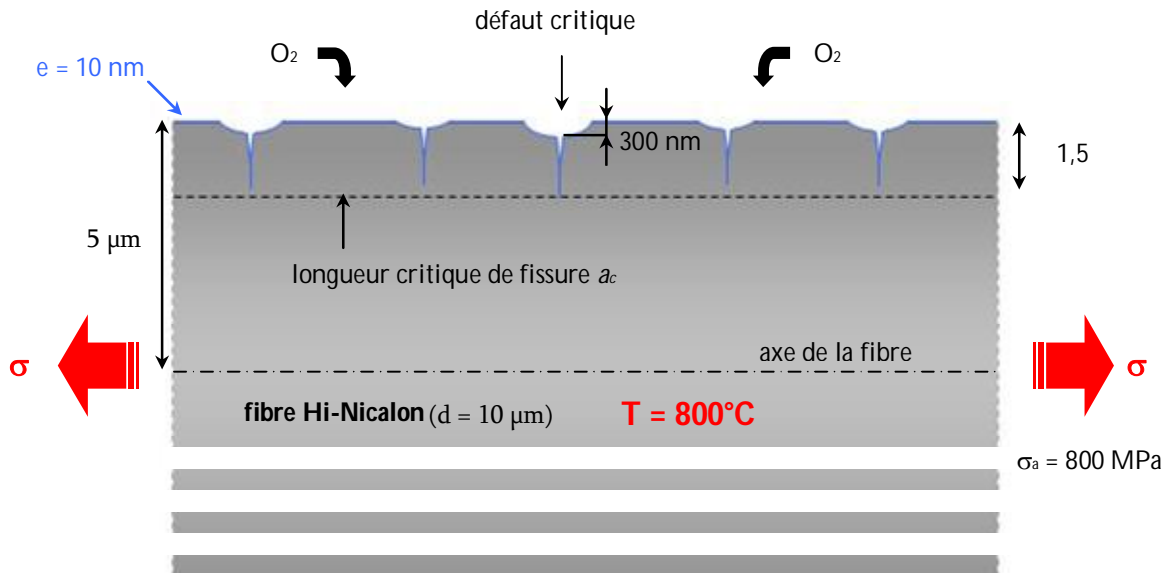
Les premiers essais de fatigue statique ont été réalisés à 700°C sur fil constitué de 500 fibres unitaires. Trois types de fibres ont été étudiés : Nicalon, Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S (**Figure I – 25**) [Bertrand1998]. Les résultats fournissent deux informations majeures. D'une part, ils confirment que ces fibres SiC sont sujettes à la rupture différée. D'autre part, ils fournissent une hiérarchisation des différents types de fibres SiC en fonction de leur résistance à la fissuration sous critique : Hi-Nicalon S > Hi-Nicalon > Nicalon.

Des essais de fatigue statique menés à 600°C et 700°C sur des fils de type Nicalon fournissent des résultats en accord avec la loi de fissuration lente proposée par Wiederhorn (**Eq. I – 9**) [Folio2004] [Lavaire1999] [Folio2000a] (**Figure I – 26**). Les valeurs des paramètres  $A_f$  et  $n_f$  sont présentés dans (**Tableau I – 7**). Bien que deux températures soient explorées, ces résultats n'indiquent rien sur l'effet de la température car trop peu de points expérimentaux constituent la base de données.

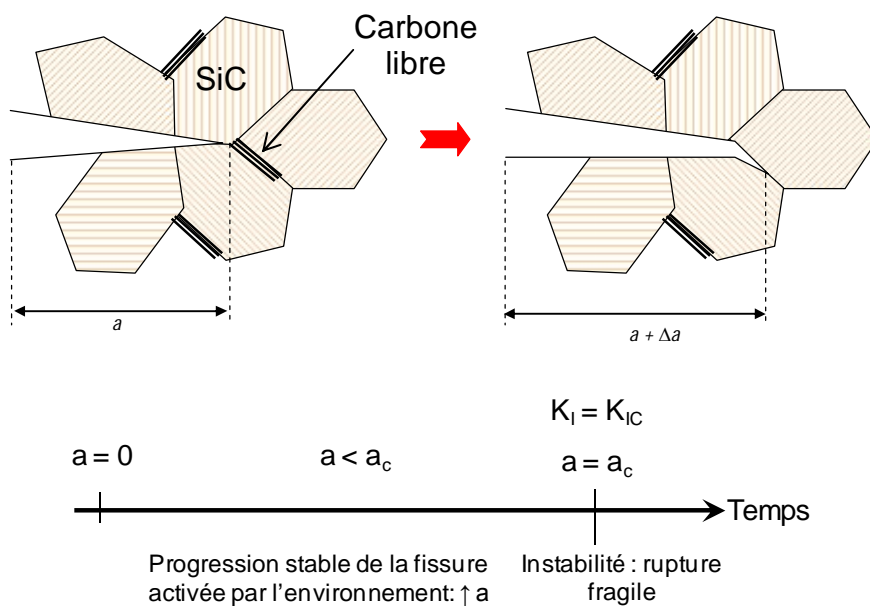
Une variabilité importante est constatée sur les résultats obtenus sur fil Nicalon NLM 202 à 700°C (**Figure I – 27**). Cette observation soulève un axe central qui sera traité dans cette thèse et qui porte sur la dispersion des résultats de fatigue statique.

Enfin, les essais de fatigue statique sur fil SiC les plus récents ont été réalisés par [Laforet2009] sur des fils Hi-Nicalon pour des températures de 500°C à 1200°C (**Figure I – 28**), (**Figure I – 29**). Les

résultats obtenus sont comparés aux résultats de <sup>[Gauthier2008]</sup> à 500°C et 800°C (**Figure I – 30**) et aux résultats de <sup>[Bertrand1998] [Pailler2004]</sup> à 700°C et 600°C (**Figure I – 31**). La durée de vie semble augmenter lorsque la température diminue. Les paramètres de la loi de fissuration lente  $t_r \cdot \sigma^{n_f} = A_f$  associés à ces résultats sont présentés dans (**Tableau I – 8**).



**Figure I – 21** Description des processus d'oxydation au sein d'une fibre : coexistence de la fissuration sous critique et d'une l'oxydation superficielle <sup>[Gauthier2007]</sup>. Réduction de diamètre négligeable par oxydation superficielle (300nm) par rapport à la fissuration sous critique de défaut (1,5μm).



**Figure I – 22** Schématisation du mécanisme de croissance de défaut par fissuration sous critique. Oxydation du carbone libre aux joints de grains de SiC en pointe de fissure <sup>[Gauthier2007]</sup>.

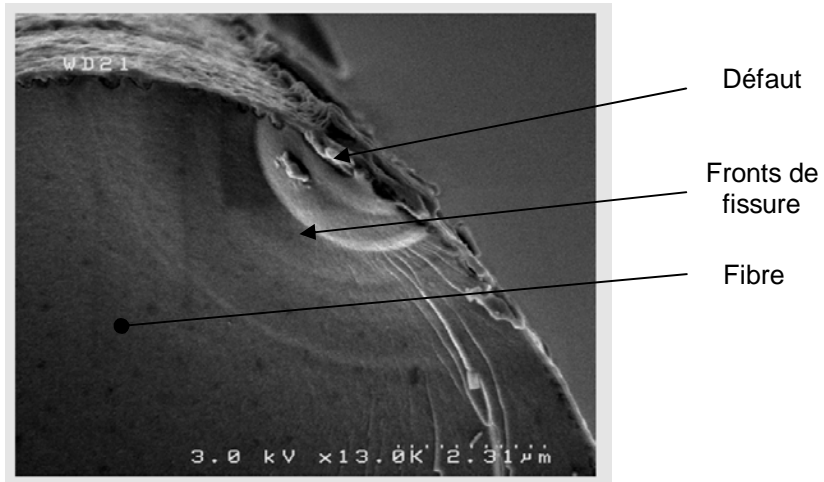


Figure I – 23 Micrographie MEB d'une fibre Nicalon NLM 202 après essai de fatigue statique à 700°C. Mise en évidence de la propagation lente d'un défaut [Lavaire1999] [Forio2004].

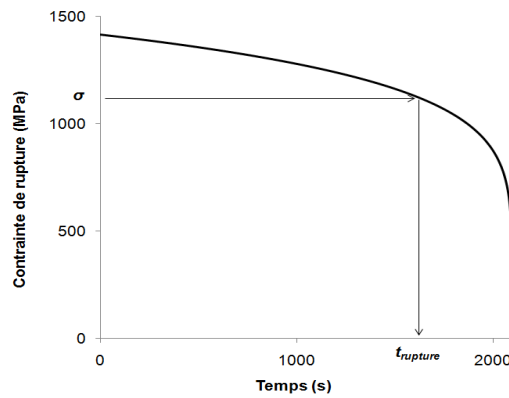


Figure I – 24 Diminution de la contrainte de rupture d'un défaut de fibre sous l'effet de la fissuration sous critique.

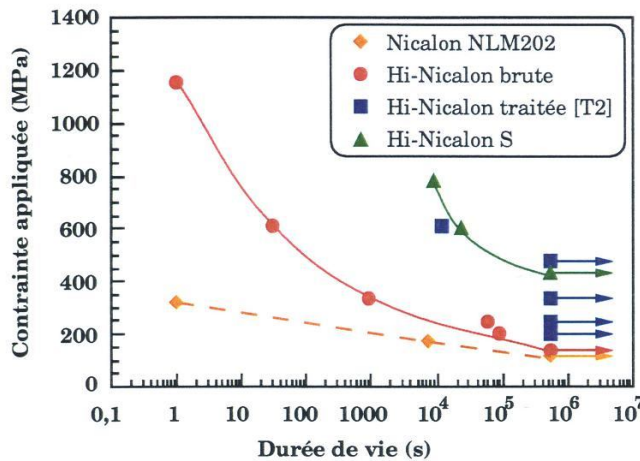


Figure I – 25 Durée de vie de différents fils de fibres à base de SiC obtenue à partir d'essais de fatigue statique à 700°C [Bertrand1998].

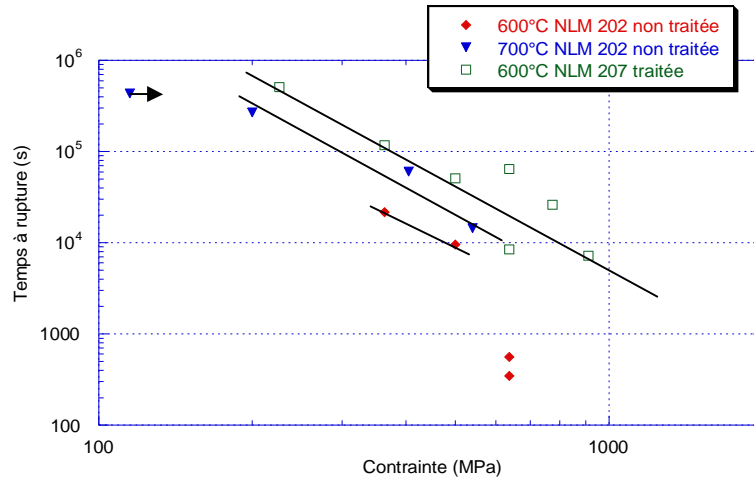


Figure I – 26 Durée de vie de fils SiC Nicalon obtenue à partir d’essais de fatigue statique à 600°C et 700°C [Lavaire1999] [Forio2000a]

Fibres	T (°C)	A <sub>f</sub> (Pa <sup>n</sup> .s)	n <sub>f</sub>
Nicalon NLM 207 traitées	600	1,69 10 <sup>29</sup>	2,81
Nicalon NLM 202 non traitées	600	2,1 10 <sup>26</sup>	2,56
Nicalon NLM 202 non traitées	700	3,95 10 <sup>28</sup>	2,78

Tableau I – 7 Paramètres de la loi  $t_r \cdot \sigma^{n_f} = A_f$  de fil SiC Nicalon après essais de fatigue statique à 600°C et 700°C [Lavaire1999] [Forio2004]

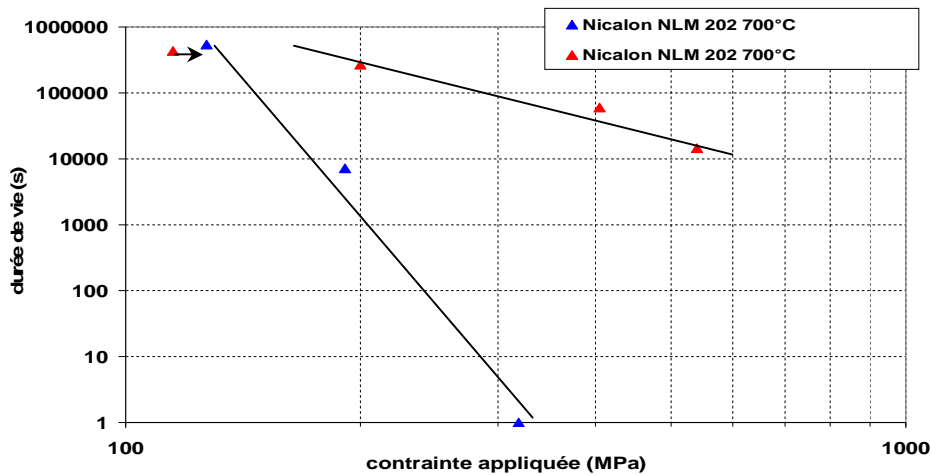


Figure I – 27 Comparaison des résultats de fatigue statique sur fil Nicalon NLM 202 à 700°C [Lavaire1999] [Bertrand1998]

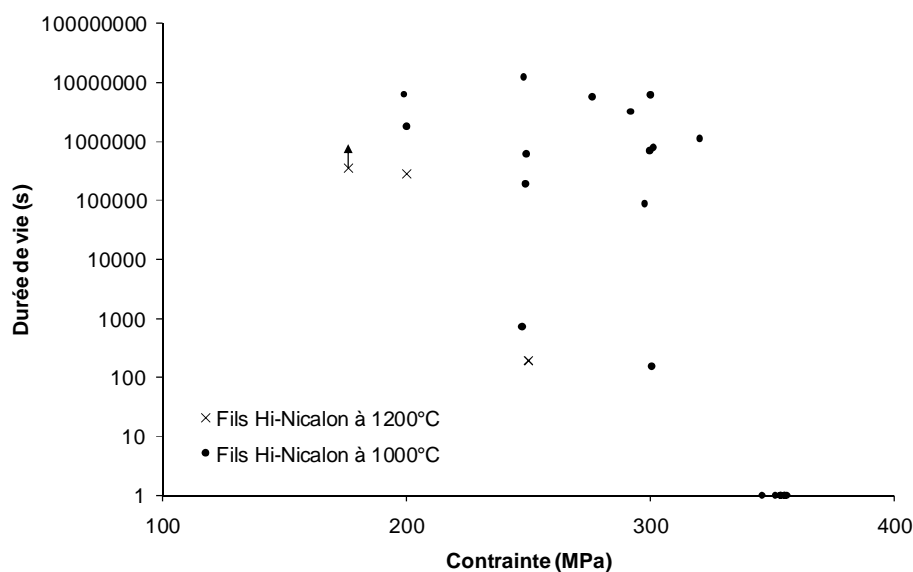


Figure I – 28 Diagramme d'endurance démontrant la rupture différée en fatigue statique des fils Hi-Nicalon à 1000°C et 1200°C. Mise en évidence de la dispersion significative de la durée de vie [Laforet2009].

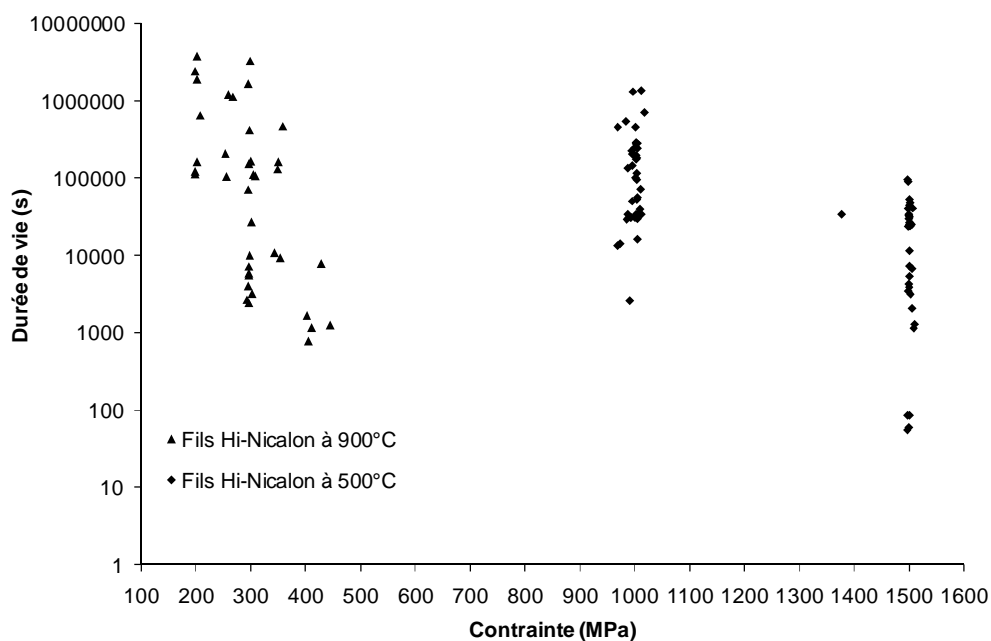


Figure I – 29 Diagramme d'endurance démontrant la rupture différée en fatigue statique des fils Hi-Nicalon à 500°C et 900°C. Mise en évidence de la dispersion significative de la durée de vie [Laforet2009].

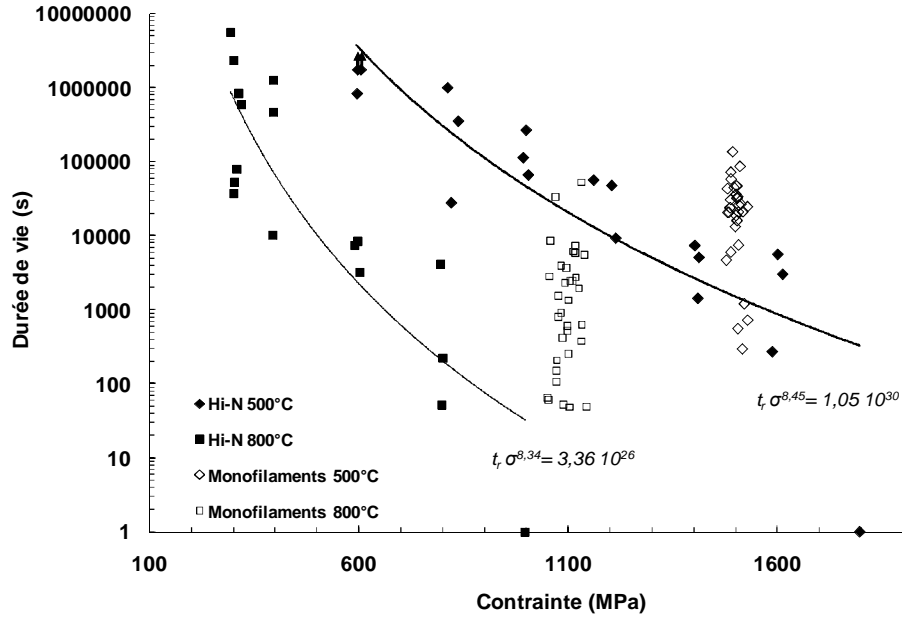


Figure I – 30 Diagramme d'endurance illustrant la rupture différée en fatigue statique sur fil et fibre Hi-Nicalon à 500°C et 800°C. Diminution de la durée de vie lorsque la température augmente. Identification des facteurs  $n_f$  et  $A_f$  de la loi empirique  $t_r \cdot \sigma^{n_f} = A_f$  [Gauthier2008].

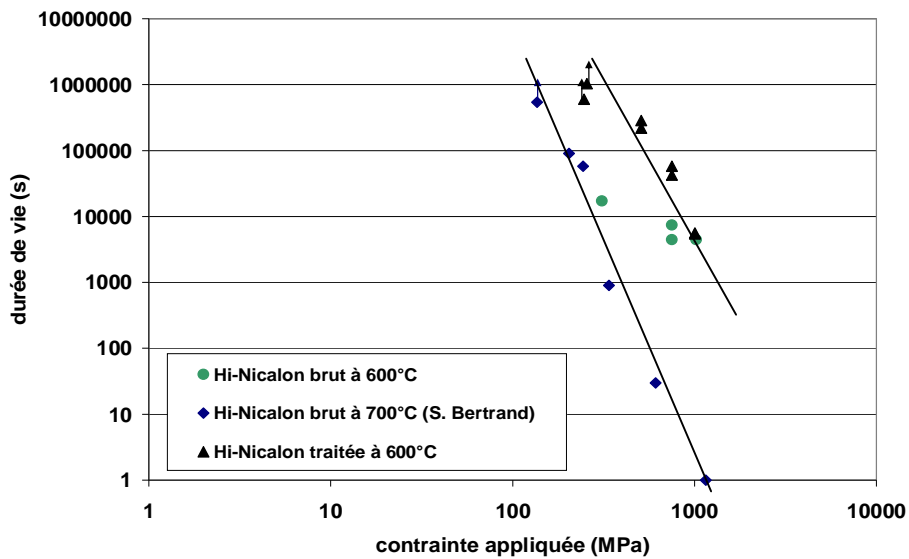


Figure I – 31 Durée de vie de fils SiC Hi-Nicalon obtenue à partir d'essais de fatigue statique à 600°C et 700°C [Bertrand1998] [Pailler2004].



Fibres	$T$ (C°)	$A_f$ (Pa <sup>n</sup> .s)	$n_f$
Hi-Nicalon [Bertrand1998]	700	2,78 10 <sup>61</sup>	6,80
Hi-Nicalon traitée [Pailler2004]	600	3,87 10 <sup>53</sup>	5,52
Hi-Nicalon [Gauthier2009]	500	1,05 10 <sup>81</sup>	8,4
	800	3,36 10 <sup>77</sup>	8,4
Hi-Nicalon S [Gauthier2009]	600	3,15 10 <sup>77</sup>	7,25
	800	3,33 10 <sup>75</sup>	7,24
Hi-Nicalon [Laforet2009]	500	1,24 10 <sup>82</sup>	8,40
	900	5,62 10 <sup>67</sup>	
	1000	5,62 10 <sup>67</sup>	
	1200	5,62 10 <sup>67</sup>	

**Tableau I – 8 Paramètres de la loi  $t_r \cdot \sigma^{n_f} = A_f$  de fils SiC Hi-Nicalon après essais de fatigue statique à 500°C, 600°C, 700°C, 900°C, 1000°C et 1200°C** [Bertrand1998] [Pailler2004] [Gauthier2009] [Laforet2009]

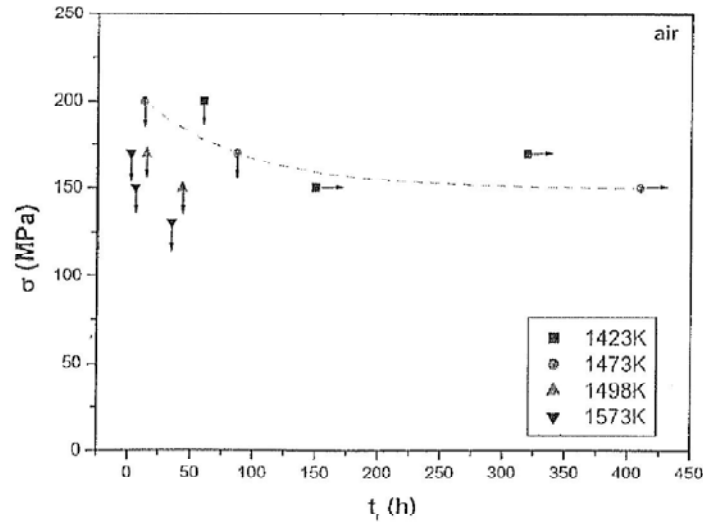
### 2.4.3. Origines de la rupture différée dans les composites SiC/SiC

La rupture différée se produit si des mécanismes de propagation de fissures sont activés par des agents extérieurs (effet de l'environnement, température, contrainte,...).

Lors de sollicitations thermomécaniques à haute température, au dessus de la limite élastique, les fissures matricielles apparaissent et laissent pénétrer les gaz oxydants présents dans l'atmosphère (essentiellement O<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O) dans le composite. Dans un premier temps, ces gaz attaquent l'interface. La disparition de celle-ci va entraîner un report de l'effort supporté par la matrice sur les fibres en causant leur surcharge. Dans un deuxième temps, les gaz attaquent les fibres.

Un autre phénomène responsable de la dégradation et de la ruine d'un composite est le fluage. Ce mécanisme ne se produit qu'à partir de 1200°C pour les fibres SiC. De nombreuses études sur le fluage des CMCs et des fibres à base de SiC ont été réalisées mais ne seront pas rappelées dans ce mémoire [Bodet1995] [Hochet1997] [Rugg1999] [Narisawa2001] [Farizy2002] [Sauder2007].

Peu d'études ont été menées sur la rupture différée en fatigue des composites SiC/SiC. Les travaux les plus récents ont été menés par [Moëvus2007] [Farizy2002]. Un diagramme d'endurance montrant la rupture différée sur composite est présenté (**Figure I – 32**). Comme sur les fils et les fibres, une loi puissance est employée pour décrire l'évolution de la durée de vie en fonction de la contrainte. Les paramètres de la loi puissance sur composite à 500°C déterminés par [Moëvus2007] sont présentés dans (**Tableau I – 9**). La rupture différée en fatigue statique, à haute température, sous air est également observée sur des composites C/SiC [Momon2008]. Pour les fibres de carbone l'oxydation de la surface est prépondérante et la réduction du diamètre conduit à la rupture.



**Figure I – 32** Diagramme d’endurance d’un composite tissé SiC/SiC 2D en fatigue statique sous air à différentes températures. Mise en évidence du phénomène de rupture différée sur composite [Farizy2002].

Composite	T (C°)	A <sub>f</sub> (Pa <sup>n</sup> . s)	n <sub>f</sub>
SiC/SiC tissé 2D à fibres Hi-Nicalon [Moevus2007]	500	3,24 10 <sup>22</sup>	3,25

**Tableau I – 9** Paramètres de la loi  $t_r \cdot \sigma^{n_f} = A_f$  pour un composite SiC/SiC après essais de fatigue statique à 500°C [Moevus2007].

### 3. Prédiction de la durée de vie en fatigue statique des fils en carbure de silicium

#### 3.1. Modélisation de la fissuration sous critique des fibres

Le modèle de fissuration sous-critique des fils a été abordé par Forio [Folio2004]. Il repose aussi sur le formalisme de Paris employé pour la fatigue statique des céramiques [Davidge1973] (Eq. I – 5). La vitesse d’avancée de fissure dépend du facteur d’intensité de contrainte  $K_I$  et des constantes liées au matériau  $A_1$  et  $n_f$ .  $A_1$  introduit la réaction chimique en pointe de fissure et se définit par une loi d’Arrhenius (Eq. I – 9) [Gauthier2008].

**Eq. I – 9** 
$$A_1 = A_{10} \cdot e^{\left(\frac{-E_a}{RT}\right)}$$

$E_a$  l’énergie d’activation de la réaction de l’oxygène sur le carbone,  $T$  la température,  $R$  et  $A_{10}$  des constantes.

La durée de vie des monofilaments en fatigue statique est le temps nécessaire au défaut responsable de la rupture de croître d'une longueur initiale  $C_j$  à une longueur critique  $a_c$ . Cette croissance de la longueur de fissure est un mécanisme d'endommagement stable des fibres décrit par une intégration de la loi de propagation de fissure entre  $C_j$  et  $a_c$  (**Eq. I – 10**). La relation d'Irwin permet de relier le facteur d'intensité de contrainte et la longueur de fissure (**Eq. I – 11**), (**Eq. I – 12**). Finalement, l'expression du temps à rupture  $t_r$  de la fibre correspond à une perte de contrainte de rupture induite par la propagation de défaut <sup>[Wiederhorn1974] [Davidge1973]</sup> (**Eq. I – 13**). La contrainte  $\sigma_f$  est la contrainte de rupture de la fibre dans les conditions inertes. Elle s'exprime en fonction de la loi de Weibull qui régit la dispersion statistique des contraintes de rupture des fibres (**Eq. I – 14**).

$$\text{Eq. I – 10} \quad t_r = \int_{C_j}^{a_c} \frac{da}{v} = \frac{2}{\sigma^{n_f} \cdot A_1 \cdot (n_f - 2)} \left[ \frac{C_j^{2-n_f/2}}{Y^{n_f}} - \frac{K_{IC}^{2-n_f} \cdot \sigma^{n_f}}{Y^2} \right]$$

$$\text{Eq. I – 11} \quad C_j = \frac{K_{IC}^2}{\sigma_f^2 \cdot Y^2}$$

$\sigma_f$  la contrainte de rupture de la fibre en l'absence de d'effets d'environnement.

$$\text{Eq. I – 12} \quad a_c = \frac{K_{IC}^2}{\sigma^2 \cdot Y^2}$$

$\sigma$  la contrainte appliquée à la fibre.

$$\text{Eq. I – 13} \quad t_r = \frac{2 \cdot K_{IC}^{2-n_f}}{\sigma^{n_f} \cdot A_1 \cdot (n_f - 2) \cdot Y^2} \left[ \sigma_f^{n_f-2} - \sigma^{n_f-2} \right]$$

$Y = 2/\sqrt{\pi}$  un facteur géométrique pour des défauts lenticulaires.

$$\text{Eq. I – 14} \quad p = \alpha = 1 - e \left( -\frac{V}{V_0} \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right) \right)^{m_f}$$

$\alpha$  le rang de la fibre dans la distribution statistique des contrainte à rupture,  $\sigma_f$  la contrainte de rupture de la fibre au rang  $\alpha$ ,  $m_f$  le module de Weibull,  $\sigma_{0f}$  la constante de Weibull,  $\sigma$  contrainte appliquée sur fibre,  $V$  le volume de l'éprouvette,  $V_0$  volume de référence (1 m<sup>3</sup>),  $t_r$  durée de vie,  $K_{IC}$  facteur d'intensité de contrainte,  $a_c$  longueur critique de fissure,  $C_j$  longueur initiale de défaut,  $A_1, n_f, Y$  constantes.

### 3.2. La rupture des fils

Au cours de la fatigue statique, la fissuration sous critique provoque la rupture des fibres les plus sévères du fil. Ces fibres présentent les durées de vie les plus courtes. Lorsque la proportion de fibres rompues  $\alpha$  atteint une valeur critique  $\alpha_c$ , il se produit la rupture du fil. Les fibres non rompues ne peuvent plus supporter la charge : c'est l'instabilité.

La durée de vie du fil est donc le temps à rupture de la fibre critique au rang  $\alpha_c$  dans la distribution statistique des contraintes de rupture des fibres (**Eq. I – 15**).

$$\text{Eq. I – 15} \quad \sigma_f = \sigma_{0f} \cdot \left( \frac{1}{V} \cdot \ln \left( \frac{1}{1-\alpha_c} \right) \right)^{\frac{1}{m_f}}$$

$\sigma_f$  la contrainte de rupture de la fibre critique,  $m_f$  le module de Weibull,  $V$  le volume de l'éprouvette,  $\sigma_{0f}$  la constante de Weibull,  $\alpha_c$  le rang de la fibre critique dans la distribution statistique des contrainte à rupture,  $V$  le volume de l'éprouvette.

Pour les fils Hi-Nicalon,  $\alpha_c$  vaut 13% à température ambiante, 5% à 500°C et 4% à 800°C [Gauthier2006] [Laforet2009]. Ces valeurs sont confirmées par l'émission acoustique enregistrée lors des essais de fatigue statique sur fil <sup>[Forio2004]</sup>. Un diagramme d'endurance établi avec le modèle (**Eq. I – 13**) est présenté dans (**Figure I – 33**), (**Figure I – 34**).

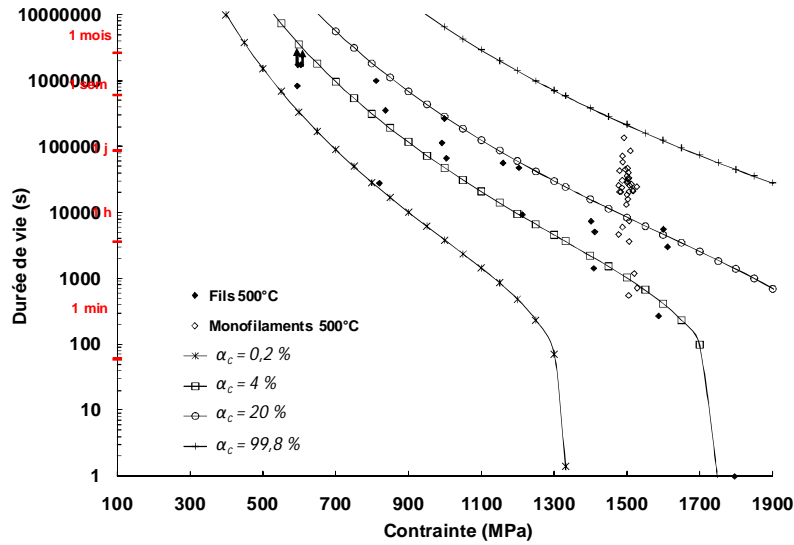


Figure I – 33 Prévisions de la durée de vie sur fibre et fil Hi-Nicalon à partir du modèle de fissuration sous critique et pour différentes valeurs de  $\alpha_c$ . Comparaison des prévisions aux durées de vie obtenues par les essais de fatigue statique à 500°C [Gauthier2008].

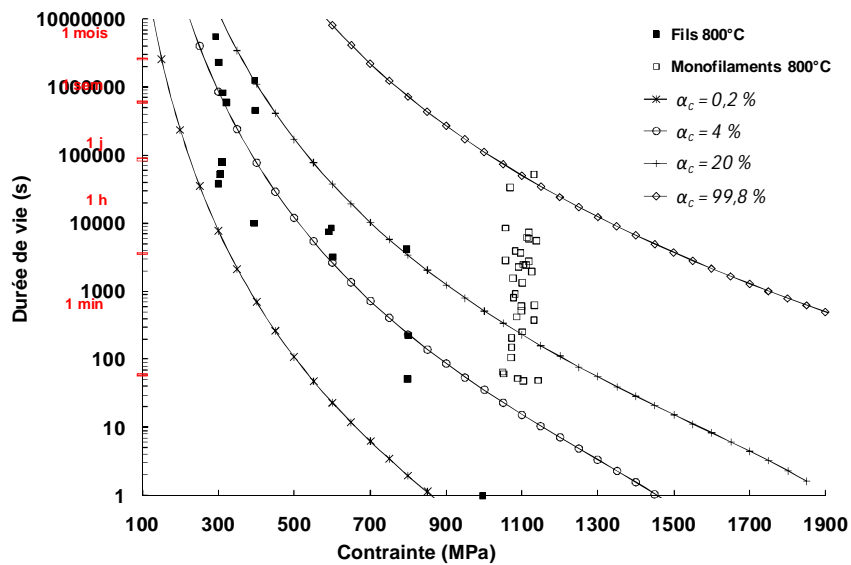


Figure I – 34 Prévisions de la durée de vie sur fibre et fil Hi-Nicalon à partir du modèle de fissuration sous critique et pour différentes valeurs de  $\alpha_c$ . Comparaison des prévisions aux durées de vie obtenues par les essais de fatigue statique à 800°C [Gauthier2008].

### 3.3. Effet retard

Plus la température augmente, plus la réactivité de l’oxygène avec le SiC augmente [Deal1965] [Laforet2009]. A partir de 700°C, la surface des fibres SiC exposée à l’oxygène s’oxyde et il se forme de la silice SiO<sub>2</sub>. La vitesse de formation de silice augmente avec la température. La silice se dépose en surface des fibres et forme une couche uniforme protectrice (**Figure I – 35**) qui ralentit la croissance lente de défaut en limitant la pénétration d’oxygène en fond de fissure [Deal1965] (**Figure I – 36**). Ce phénomène de passivation des fibres retarde leur rupture différée et augmente la durée de vie des

fil. Il est décrit par un paramètre retard  $\pi_{SiO_2}$  introduit dans la loi d'Arrhenius utilisée pour expliciter le mécanisme d'oxydation des fibres. (Eq. I – 9) devient alors (Eq. I – 16).

La cicatrisation des composites SiC/SiC par formation de verre qui colmate les fissures rend plus difficile l'accès de l'oxygène aux fibres. Une analogie est raisonnable avec la passivation par la silice. Dans la suite des travaux, la cicatrisation matricielle sera également introduite par un terme retard.

Eq. I – 16

$$A_1 = A_{10} \cdot e^{\left(\frac{-E_a}{R \cdot T} + \pi_{SiO_2}\right)}$$

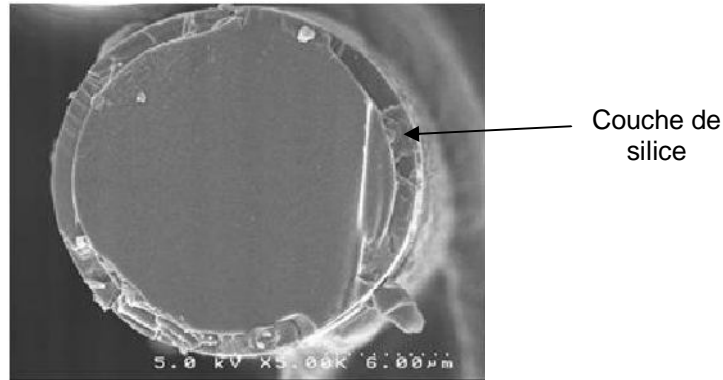


Figure I – 35 Faciès de rupture d'une fibre dans un fil Hi-Nicalon après rupture en fatigue statique à 1000°C, sous air, à 250 MPa. Mise en évidence de la formation d'une couche de silice en surface des fibres [Laforet2009].

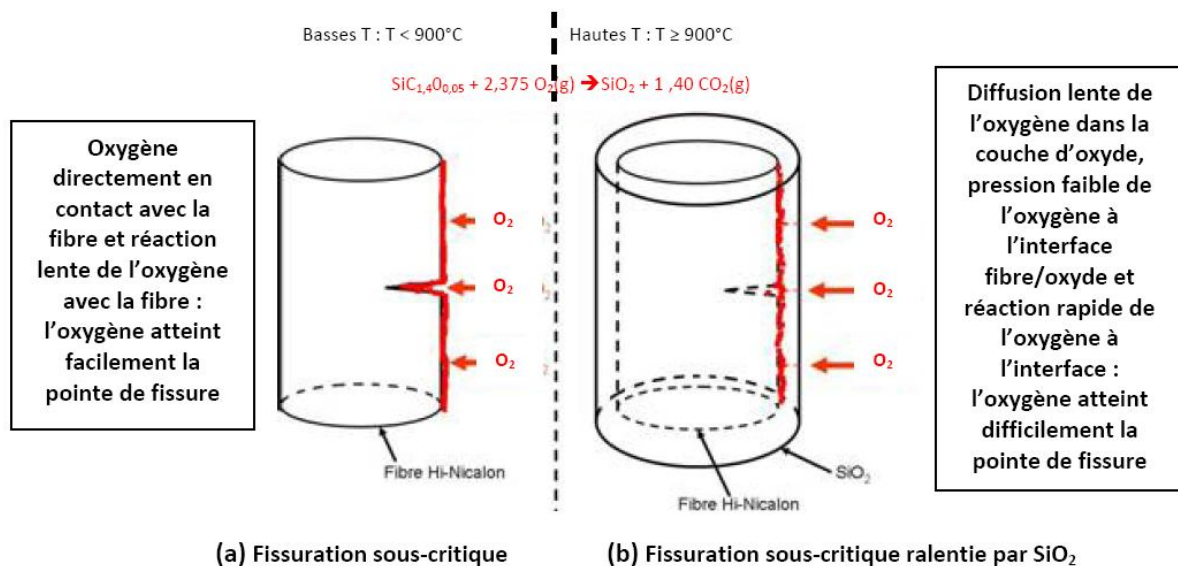


Figure I – 36 Schématisation de la passivation des fibres sous l'effet de la formation d'une couche protectrice de silice en surface [Laforet2009].

## **4. Conclusions**

Les mécanismes d'endommagement du composite sont séquentiels et chronologiques. Lorsque la contrainte augmente, la fissuration de la matrice interfils se développe et amorce la fissuration de la matrice intrafils. Lorsque la fissuration de la matrice intrafils s'opère, les efforts appliqués au composite sont reportés progressivement sur les fils longitudinaux. Dès lors que la multifissuration matricielle atteint la saturation, les efforts sont intégralement repris par les fils longitudinaux. La rupture ultime du composite est dictée par la rupture d'un ou plusieurs fils (les plus faibles) en fonction du champ de contraintes. Le renfort joue un rôle prépondérant sur la tenue du composite ce qui justifie une approche microscopique (défauts dans les fibres) pour l'établissement de lois prévisionnelles à l'échelle macroscopique (composite). Les précédents travaux démontrent que la contrainte de rupture de fibres et des fils est dispersée à température ambiante <sup>[Gauthier2008] [Laforet2009]</sup>.

La fissuration sous-critique à haute température a été mise en évidence à l'échelle du fil <sup>[Forio2004] [Gauthier2008] [Laforet2009]</sup> et à l'échelle du monofilament <sup>[Gauthier2008]</sup>. Ce phénomène de croissance lente de défaut dans les fibres sous l'effet d'une réaction d'oxydation en pointe de fissure est activé par l'environnement et la température. La fissuration sous-critique a été examinée sur différents types de fils à base de SiC. Les résultats de fatigue statique sont conformes à la loi de fissuration lente  $t_r \cdot \sigma^{n_f} = A_f$  et le paramètre  $n_f$  est généralement  $< 10$  ce qui démontre la grande sensibilité des fils à la fissuration lente. La fissuration sous critique est un mécanisme d'endommagement stable.

La rupture d'un fil se produit lorsqu'une fraction critique de fibres rompues est atteinte. Cette fraction critique correspond à l'instabilité générée par un report d'effort trop important qui ne peut plus être supporté sur les fibres non rompues. Les ruptures de fibres sont provoquées par la fissuration sous critique. Les interactions interfibres et les éventuels pontages par de la silice ont un rôle prépondérant <sup>[Yun1996b] [Calard1998] [Laforet2009]</sup> car elles accélèrent les ruptures de fibres. La fraction critique de fibres rompues est atteinte plus rapidement.

Enfin, un modèle théorique de fissuration lente prévoit la durée de vie des fils <sup>[Forio2004] [Gauthier2007] [Laforet2009]</sup>. Ce modèle est basé sur une loi phénoménologique de Paris qui intègre la probabilité de rupture (ou rang) d'un monofilament au sein du fil <sup>[Weibull1954] [Lissart1994a] [Lissart1997]</sup>.

Les essais de fatigue statique réalisés sur éprouvettes 2D dans les conditions expérimentales identiques mettent en évidence une très forte dispersion de la durée de vie, ce qui indique la contribution de phénomènes aléatoires (présence de défauts, accès de l'oxygène,...etc.). A ce jour, très peu de travaux portent sur les sources de dispersion de la durée de vie. Une bonne connaissance des phénomènes qui introduisent la dispersion est indispensable pour établir un modèle robuste qui permette des prévisions pertinentes de la durée de vie dans le contexte évoqué dans l'introduction (longues durées de vie). A cet égard, les résultats expérimentaux seront analysés et exploités en fonction des connaissances acquises aux échelles intermédiaires des fibres et des fils. Cette méthode constitue une approche multi échelle de la durée de vie.

## Chapitre 2

### Expériences et essais : étude du comportement d'un composite SiC/SiC à matrice auto-cicatrisante en fatigue statique

#### Introduction

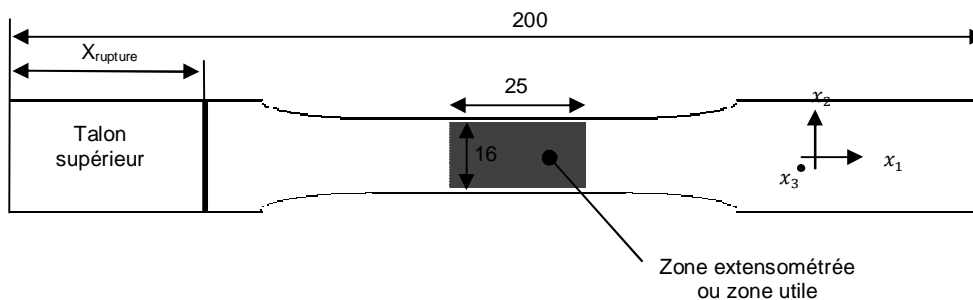
Le comportement mécanique d'un composite SiC/SiC à matrice auto cicatrisante est typique de celui des CMCs. 2 régimes d'endommagement sont distingués : le régime composite à faible contrainte et le régime fil à forte contrainte. Chacun de ces régimes se caractérise par un état d'endommagement différent à l'échelle microscopique. Les fils longitudinaux ont un rôle prépondérant sur la tenue du composite.

2 campagnes d'essais de fatigue statique en traction uniaxiale ont été menées à 800°C et 500°C. La température de 500°C apparaît comme une température critique. Des diagrammes d'endurance sont établis à partir des résultats expérimentaux. Un opérateur de changement d'échelle est construit pour le passage du fil seul au composite. Cet opérateur prévoit la durée de vie du composite à partir de la durée de vie du fil seul. Il est un outil intéressant pour compléter les bases de données expérimentales sur composite.

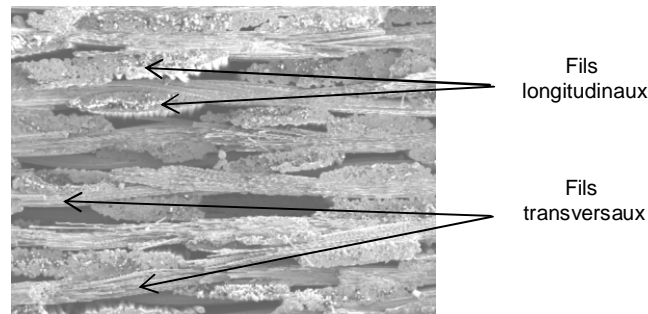
## 1. Procédure expérimentale

### 1.1. Matériau et éprouvettes

Le composite étudié est un SiC/SiC à renfort tissé 2D, fabriqué par Snecma Propulsion Solide. La microstructure fortement hétérogène est constituée de fibres SiC Hi-Nicalon (Nippon Carbon Co., Japon) et d'une matrice SiC multi-couche. Les échantillons employés pour les essais de fatigue statique en traction ont une épaisseur constante (4 mm) et une géométrie définie par la (**Figure II – 2**). La zone extensométrée (longueur de jauge ou zone utile) se situe au milieu de l'échantillon et contient  $150 \pm 10$  fils longitudinaux constitués de 500 fibres chacun (**Figure II – 3**).



**Figure II – 2** Géométrie des éprouvettes en composite destinées aux essais de fatigue statique à chaud et aux essais de traction monotone.



**Figure II – 3** Micrographie d'un faciès de rupture du composite. Mise en évidence de l'hétérogénéité importante de la microstructure.

### 1.2. Essais de fatigue statique sur composite

La fatigue du composite est étudiée à deux températures différentes. Une première campagne est menée à  $800^{\circ}\text{C}$  et une deuxième à  $500^{\circ}\text{C}$ . Le protocole expérimental est identique pour tous les essais de fatigue (**Tableau II – 1**).

Les essais de fatigue statique sur composite ont été réalisés à force imposée sur des machines à mors hydrauliques froids (**Figure II – 4**), (**Figure II – 5**). L'angle  $\alpha$  entre l'axe de traction et



l'axe longitudinal de l'éprouvette est inférieur à 1° ce qui garantit que le composite est sollicité en traction uniaxiale.

La longueur de jauge est soumise à une température uniforme au sein du four (**Figure II – 6**). Le profil de température des fours est connu grâce aux essais d'étalonnage menés avant les essais de fatigue statique. La variation de contrainte efficace le long de l'éprouvette est induite par la variation de section d'éprouvette (**Figure II – 7**).

La position de la rupture est définie par la distance  $X_{rupture}$ , mesurée à partir de l'extrémité du talon supérieur (talon du haut). La précision sur la position de la rupture est de  $\pm 1$  mm en raison de l'incertitude de mesure et de la surface de rupture très irrégulière (**Figure II – 8**).

Au cours de l'essai, une acquisition numérique enregistre :

- le temps ;
- la force  $F$  constante, appliquée sur l'éprouvette mesurée par une cellule de force ;
- la température  $T$  mesurée par un thermocouple placé dans le four, au milieu de la longueur de jauge ;
- l'allongement mesuré par un extensomètre à couteaux dont la longueur de jauge vaut 25 mm (**Figure II – 6**). Les cycles de décharge-recharge toutes les 10 heures servent à suivre l'évolution de l'endommagement.

La reproductibilité des conditions expérimentales influence directement la durée de vie et *a fortiori* l'échantillon des durées de vie expérimentales. Pour étudier correctement la dispersion de la durée de vie, certaines précautions sont indispensables dans le protocole expérimental.

Le lancement d'un essai est systématiquement précédé d'une phase de stabilisation thermique. L'éprouvette est placée dans le four et serrée dans les mors sans effort de traction. Lorsque la température d'essai est atteinte, l'effort de traction est appliqué sur l'éprouvette (vitesse d'application constante de 12800N/min).

Contrainte	200 MPa
Température	800°C - 500°C
Atmosphère	Air ambiant
Sollicitation	Traction avec retour à 0 MPa toutes les 10 heures.

**Tableau II – 1 Conditions d'essai de fatigue statique sur composite.**

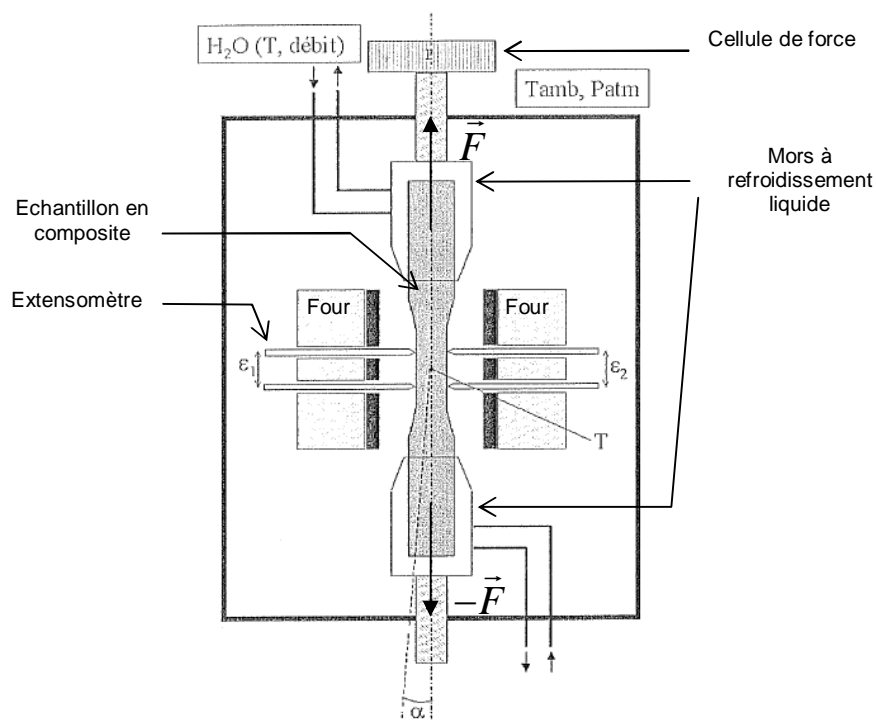


Figure II – 4 Schéma du dispositif expérimental des essais de fatigue statique en traction uniaxiale à mors froids [Farizy2002].

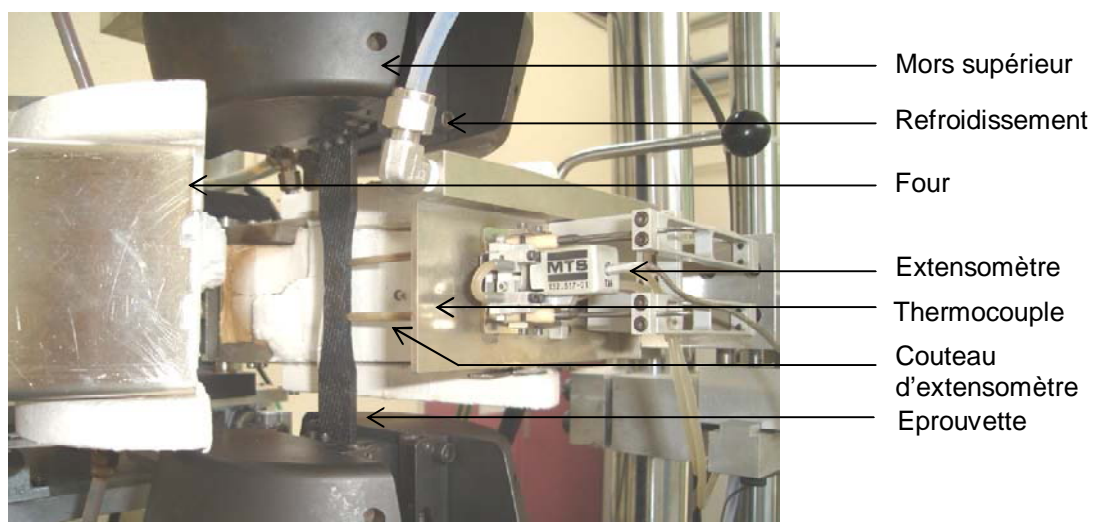


Figure II – 5 Photos du four résistif avec l'éprouvette serrée dans les mors. L'extensomètre est en contact sur le flanc de l'éprouvette.

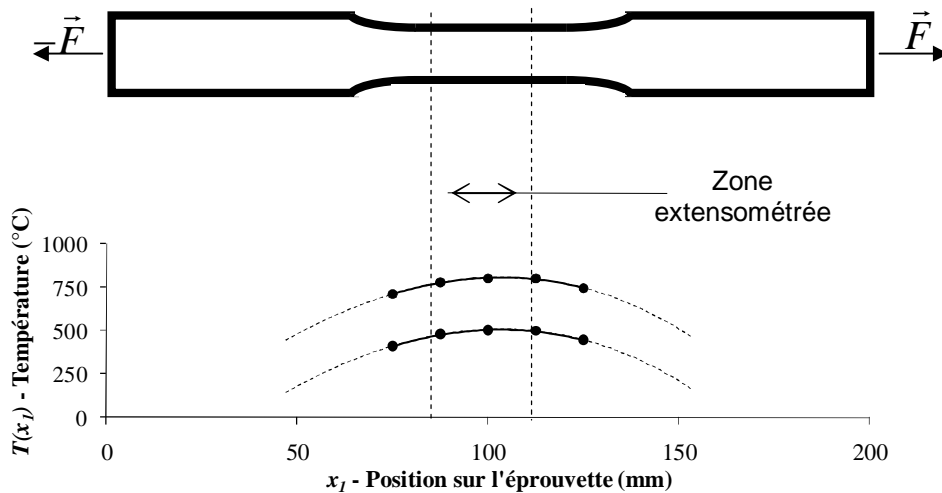


Figure II – 6 Gradient thermique appliqué sur l'échantillon en composite au cours de la fatigue à 800°C et 500°C.

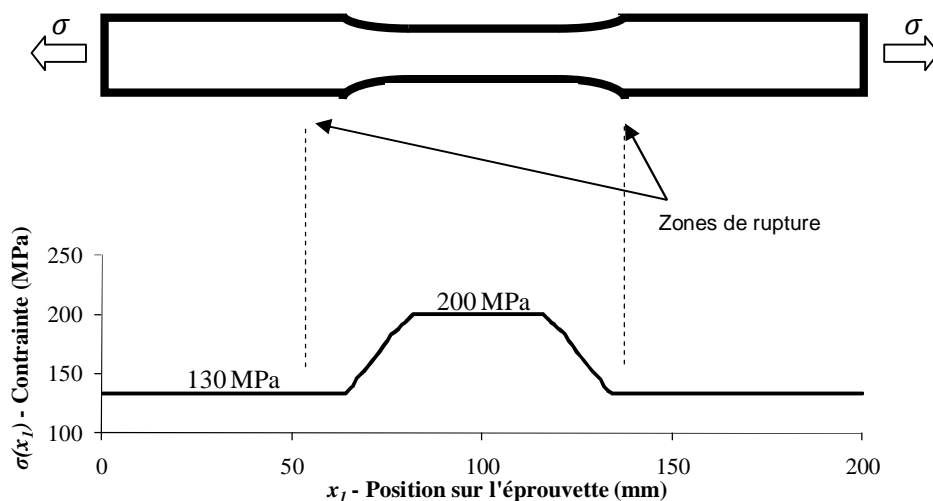
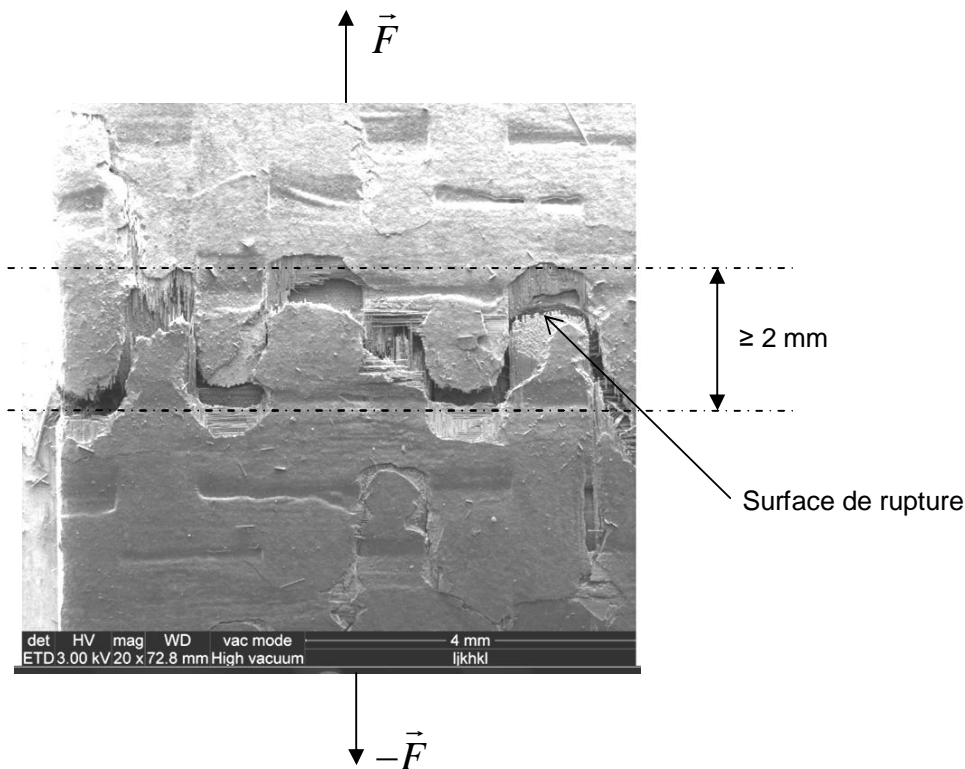


Figure II – 7 Gradient de contrainte efficace dans l'éprouvette en composite pour un essai de fatigue statique à 200MPa en traction uniaxiale.



**Figure II – 8** Mise en évidence de l'incertitude sur la position de la rupture.

### 1.3. Essais de traction monotone sur composite

Les essais de traction monotone sont des essais à force imposée. La force varie de manière croissante et monotone (vitesse de sollicitation imposée de 12800N/min).

Deux types d'essais se distinguent : les essais de timbrage et les essais à rupture. Les essais de timbrage sont arrêtés avant la rupture de l'éprouvette. Ils consistent à pré endommager le composite avant un essai de fatigue ou de traction monotone. Les essais à rupture permettent de déterminer les caractéristiques du matériau comme la contrainte de rupture, la déformation de rupture, les contraintes de cisaillement interfacial, ...

Certains essais de traction pourront être réalisés après fatigue statique. On parle alors d'essais résiduels. Les essais de traction monotone ont été réalisés à température ambiante et sous air ambiant.

Au cours de l'essai de traction, une acquisition numérique enregistre :

- la force  $F$  appliquée à l'éprouvette mesurée par la cellule de force ;
- l'allongement  $\Delta L$  de l'éprouvette, sur la longueur de jauge, mesuré par l'extensomètre.

Le calcul de la contrainte efficace (**Eq. II – 1**) est basé sur les dimensions de l'éprouvette avant le dépôt de protection contre l'oxydation (seal coat). Ce dépôt continu est réalisé en phase finale de préparation des éprouvettes et son épaisseur peut être variable (**Figure II – 9**). La présence

du seal coat conduit à une augmentation de la section de l'éprouvette, donc à une réduction de la contrainte. Le calcul basé sur la section  $S$  surestime la contrainte réelle dans le composite. L'impossibilité de quantifier l'effet du seal coat sur le champ de contrainte dans la section de l'éprouvette constitue une grande source d'incertitude pour la représentation des points expérimentaux dans les diagrammes d'endurance.

Outre l'effet du seal coat, la microstructure du composite est fortement hétérogène ce qui donne lieu à de forts gradients de contraintes dans une section de l'éprouvette. Le calcul de la contrainte ne tient pas compte de ces hétérogénéités. La contrainte efficace sur composite est une contrainte macroscopique non représentative de l'état de contrainte de la microstructure.

En pratique, la section efficace est identique pour toutes les éprouvettes (64 mm<sup>2</sup> dans la zone utile). Sa valeur est fournie par Snecma Propulsion Solide.

**Eq. II – 1**

$$\sigma_c = \frac{F}{S}$$

$F$  la force appliquée sur l'éprouvette (N),  $S$  la section « hors seal coat » ou section efficace,  $\sigma_c$  contrainte efficace sur composite.

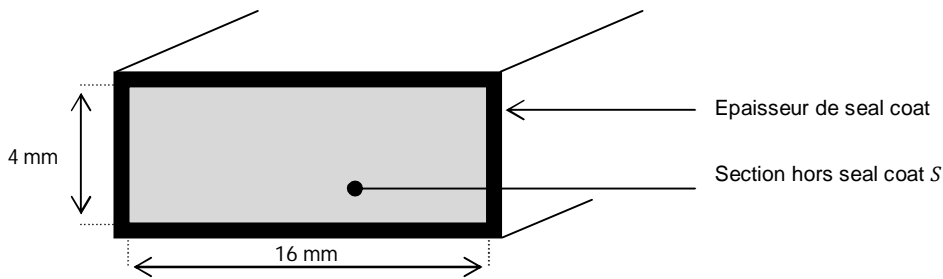
La déformation du composite est calculée à partir de l'allongement mesuré par l'extensomètre à couteaux (**Eq. II – 2**). La déformation calculée est la déformation du composite sur la longueur de jauge de 25 mm (distance entre les couteaux en contact avec la tranche de l'éprouvette). La déformation du composite est une grandeur macroscopique qui ne rend pas compte de l'état de déformation de la microstructure.

**Eq. II – 2**

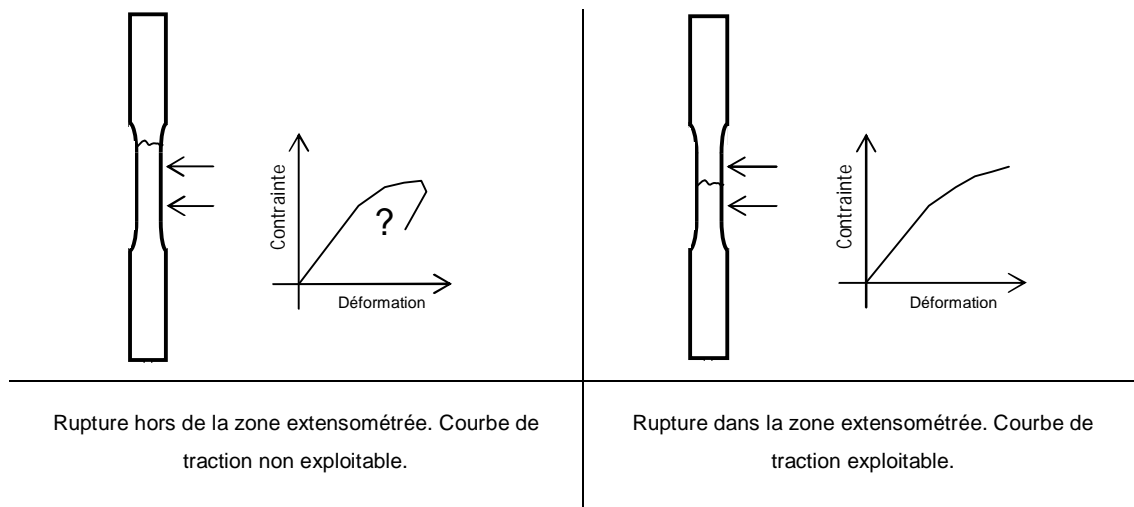
$$\varepsilon_c = \frac{\Delta L}{L}$$

$\Delta L$  allongement mesuré par l'extensomètre,  $L = 25$  mm longueur de jauge fixée par la distance entre les couteaux de l'extensomètre,  $\varepsilon_c$  déformation du composite sur la longueur de jauge.

La rupture hors de la longueur de jauge rend l'essai inexploitable. Ce cas de rupture est rencontré lors des essais à 800°C. Le composite cicatrise à partir de 600°C et la rupture intervient dans une zone d'endommagement non cicatrisée qui se développe à plus basse température ( $\approx 500^\circ\text{C}$ ). Lorsque cette zone d'endommagement n'est pas dans la zone extensométrée, la déformation mesurée ne correspond pas à la déformation du composite dans sa zone de rupture. La courbe de traction est alors faussée car l'extensomètre enregistre une diminution de la déformation lorsque la contrainte augmente (**Figure II – 10**). Ce point constitue une des grandes difficultés dans la réalisation et l'exploitation des essais de traction.



**Figure II – 9** Représentation idéalisée d'une section de l'éprouvette avec la présence de seal coat d'épaisseur constante. En réalité, l'épaisseur est variable.



**Figure II – 10** Effet de la position de la rupture sur la courbe de traction mesurée par l'extensomètre.

## **2. Résultats expérimentaux**

Deux types de résultats expérimentaux sont présentés : la courbe de traction monotone et les courbes d'endurance pour des conditions de température et d'environnement fixées. Ces résultats et les observations microscopiques permettront d'identifier la cinétique d'endommagement en fatigue.

### **2.1. Courbe de comportement du composite en traction monotone uniaxiale**

Les courbes de traction monotone des éprouvettes en composite révèlent un comportement mécanique élastique endommageable typique des CMCs avec les trois domaines présentés au chapitre 1 (**Figure II – 11**). Une dispersion significative est constatée sur le comportement global en traction du composite (**Tableau II – 2**). Cette dispersion induit une variabilité importante sur la contrainte de rupture et la déformation à rupture. Le module d'Young du composite est également sujet à cette variabilité mais dans une moindre mesure.

Dans le cadre de notre étude, deux régimes de comportement sont distingués : le régime composite et le régime fil. Le régime composite correspond aux faibles déformations [0% ; 0,2% – 25%], c'est-à-dire aux faibles contraintes efficaces [0MPa ;  $\cong$  200MPa]. Le régime composite comprend les domaines I et II. Dès le début de la mise en charge, la matrice inter-fils se fissure puis les fils transversaux subissent la multifissuration intra-fils. Les efforts sont progressivement reportés sur les fils longitudinaux. Le composite étant sollicité à de faibles contraintes, la fissuration matricielle intra-fils n'est que partielle et locale au sein des fils longitudinaux (**Figure II – 12**). La tenue du composite est assurée par les fils longitudinaux et la matrice qui n'est pas encore intégralement fissurée. La contribution non négligeable de la matrice, les déformations locales importantes au niveau des embuvages et les interactions engendrent des concentrations de contraintes dans les fils longitudinaux (**Eq. II – 3**). L'application d'une loi des mélanges usuelle pour le calcul de la contrainte sur fil est donc inadaptée (**Eq. II – 4**).

**Eq. II – 3**

$$\sigma|_{réelle} = K \cdot \sigma = K \cdot \frac{F_f}{S_f}$$

$\sigma|_{réelle}$  contrainte réelle dans les fils longitudinaux (MPa),  $\sigma$  contrainte apparente sur fil (MPa),  $F_f$  force supportée par un fil longitudinal,  $S_f$  la section du fil,  $K$  facteur de concentration de contrainte dans le fil.

**Eq. II – 4**

$$\sigma_c \neq V_f \cdot \sigma + V_m \cdot \sigma_m$$

$$V_m \neq 0$$

$$V_f \neq 0$$

$\sigma_c$  contrainte efficace sur composite (MPa),  $\sigma$  contrainte apparente sur fil (MPa),  $\sigma_m$  contrainte dans la matrice (MPa),  $V_f$  fraction volumique de fibres dans l'axe longitudinal (axe de sollicitation),  $V_m$  fraction volumique de matrice.

Le régime fil correspond aux déformations élevées [0,2% – 0,25% ;  $\varepsilon_r$ ], c'est-à-dire aux contraintes efficaces élevées [ $\cong$  200MPa ;  $\sigma_r$ ]. Le régime fil comprend le domaine III. La limite entre le régime composite et le régime fil coïncide avec la limite entre le domaine II et le domaine III. Néanmoins, il peut y avoir une zone de transition entre les deux régimes. Cette limite se caractérise par l'apparition d'un second domaine linéaire dès lors que la matrice est complètement fissurée. Dans le régime fil, la tenue du composite dans l'axe longitudinal est assurée par les fils longitudinaux. Lorsque la contrainte augmente, les fissures dans les fils transversaux se propagent aux fils longitudinaux où elles sont déviées. Cette déviation de fissures engendre une multifissuration complète des fils longitudinaux <sup>[Lamon2005] [Guillaumat1993] [Forio2000]</sup>. Au fur et à mesure que la déformation du composite augmente, la multifissuration matricielle s'amplifie jusqu'à atteindre la saturation (**Figure II – 13**). La charge appliquée au composite est reportée intégralement sur les fils longitudinaux. La déformation du composite et sa durée de vie sont alors dictées par les fils longitudinaux. La multifissuration limite considérablement la contribution de la matrice pour la reprise d'effort. Néanmoins, son rôle n'est pas négligeable car elle joue encore le rôle de retardateur de la fissuration sous critique en limitant l'accès de l'oxygène aux fibres. Les fibres longitudinales peuvent être considérées comme des éléments en parallèle contribuant identiquement à la reprise des efforts. Pour ces raisons, l'application d'une loi des mélanges pour le calcul de la contrainte sur fil longitudinal est

moins approximative en régime fil qu'en régime composite (**Eq. II – 5**). La superposition des courbes de comportement sur minicomposite et sur composite démontre que les fils longitudinaux sont assimilables à des minicomposites (**Figure II – 14**).

**Eq. II – 5**

$$\sigma_c = V_f \cdot \sigma + V_m \cdot \sigma_m$$

$$V_m \approx 0$$

$$\sigma_c \approx V_f \cdot \sigma$$

$\sigma_c$  contrainte efficace sur composite (MPa),  $\sigma$  contrainte apparente sur fil (MPa),  $\sigma_m$  contrainte dans la matrice (MPa),  $V_f$  fraction volumique de fibres dans l'axe longitudinal (axe de sollicitation),  $V_m$  fraction volumique de matrice.

Dans les 2 régimes, l'estimation des contraintes appliquées sur fil longitudinal est réalisée en comparant les courbes de comportement du composite et du minicomposite pour des déformations identiques. De cette manière, la prise en compte de la contribution matricielle est immédiate. Pour autant, les déformations locales sont négligées ce qui amène à une sous estimation pénalisante de la contrainte sur fibre (**Figure II – 15**). Pour chaque déformation, le rapport entre la force sur composite et la force sur minicomposite diminue lorsque la déformation diminue. Il est environ égal à 150 dans le régime fil (**Figure II – 16**). Cette valeur concorde avec le nombre de fils longitudinaux qui supportent la charge dans le composite. Elle confirme que les fils longitudinaux dans le composite sont assimilables à des minicomposites en parallèle.

La contrainte  $\sigma$  est la contrainte globale supportée par les  $w$  fils longitudinaux de l'éprouvette en composite (**Eq. II – 6**). Tous les fils sont supposés supporter une force identique.

**Eq. II – 6**

$$\sigma = \frac{F_f}{S_f}$$

$F_f$  la force reprise par un fil longitudinal et  $S_f$  est la section du fil,  $\sigma$  contrainte dans les fils longitudinaux.

En régime fil, la force appliquée au composite est intégralement reportée sur les fils longitudinaux. La matrice est totalement fissurée ce qui limite sa participation. La contrainte dans le composite est reliée à la contrainte dans les fils longitudinaux par la relation (**Eq. II – 7**).

**Eq. II – 7**

$$\sigma_c = \frac{w \cdot F_f}{w \cdot S_f} = \sigma$$

En régime composite, une partie de la force appliquée au composite est reprise par les fils et une autre partie par la matrice qui n'est pas complètement fissurée. La participation de la matrice peut être vue comme une augmentation de section. Ce partage d'effort revient à considérer que la force  $F$  est distribuée sur une section  $q \cdot S_f$  plus grande que  $w \cdot S_f$  (**Eq. II – 8**). Lorsque  $k = \frac{w}{q}$  tend vers 0, la participation de la matrice est maximale. Lorsque  $k$  tend vers 1, les fils longitudinaux supportent l'intégralité de la charge. La participation de la matrice est minimale. Ce formalisme illustre l'évolution de la participation des fils longitudinaux et de la matrice en fonction du chargement du composite.



Eq. II – 8

$$\sigma_c = \frac{w \cdot F_f}{q \cdot S_f} = k \cdot \frac{F_f}{S_f} = k \cdot \sigma$$

w nombre de fils longitudinaux reprenant la force appliquée  $F$ ,  $q \cdot S_f$  section réelle sur laquelle s'applique la force  $F$ .

Finalement,  $\sigma$  et  $\sigma_c$  sont reliées par la relation (Eq. II – 9) quel que soit le régime de comportement du composite.

Eq. II – 9

$$\sigma_c = k \cdot \sigma$$

Régime fil :  $k \approx 1$

Régime composite :  $k \in [0; 1]$

$\sigma$  contrainte dans les fils longitudinaux,  $\sigma_c$  contrainte efficace,  $k$  constante de passage du fil longitudinal au composite.

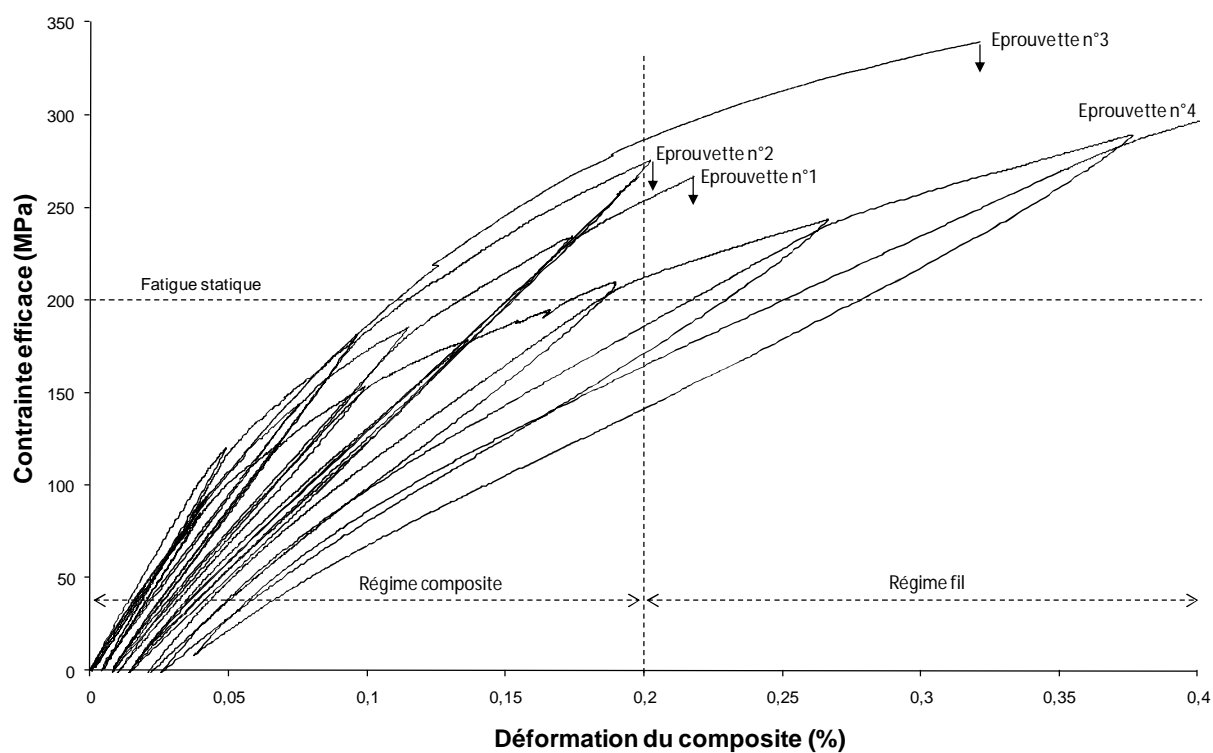
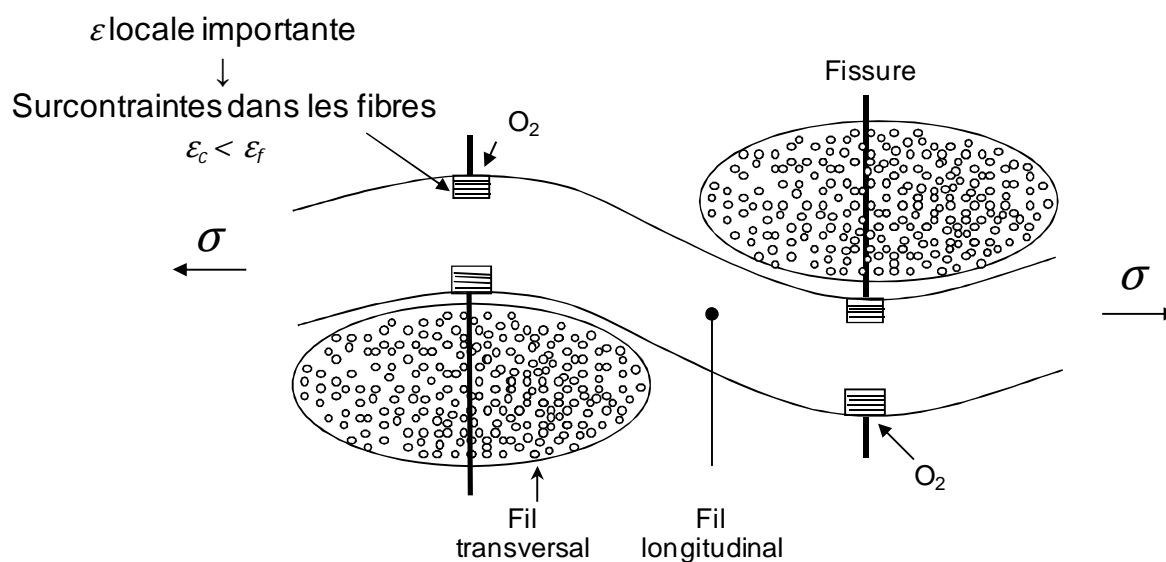


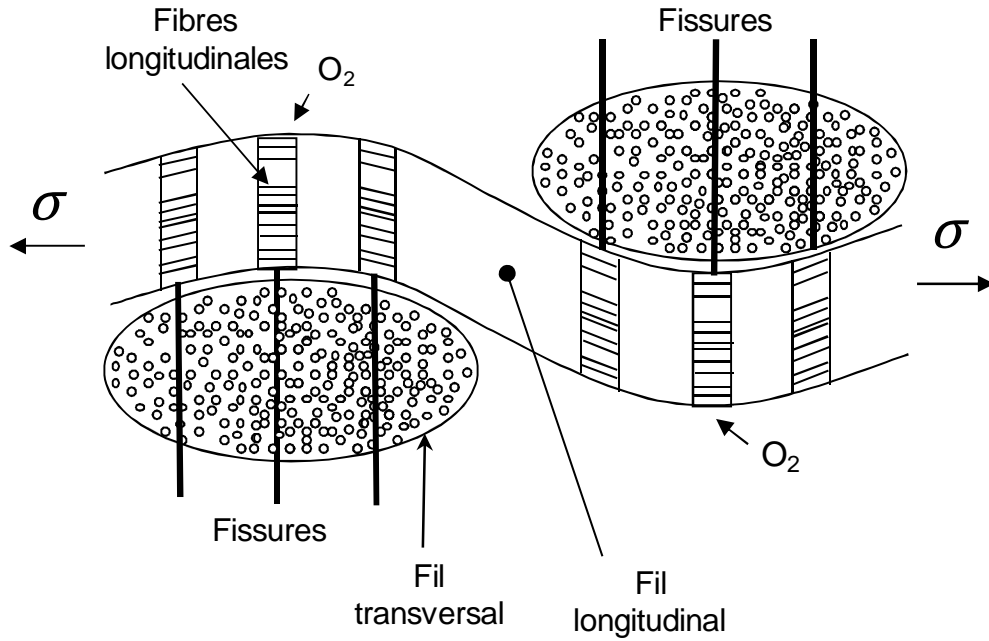
Figure II – 11 Courbes de comportement en traction monotone, à température ambiante sur composite. Mise en évidence des deux régimes et de la forte dispersion du comportement.

	$\sigma_r$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	$E_c$ (MPa)
Eprouvette n°1	260	0,217	215
Eprouvette n°2	270	0,198	264
Eprouvette n°3	340	0,321	253
Eprouvette n°4	Non rompue		249
$100 \cdot \frac{\text{Max} - \text{Min}}{\text{Max}}$ (%)	23,5	38,3	18,5

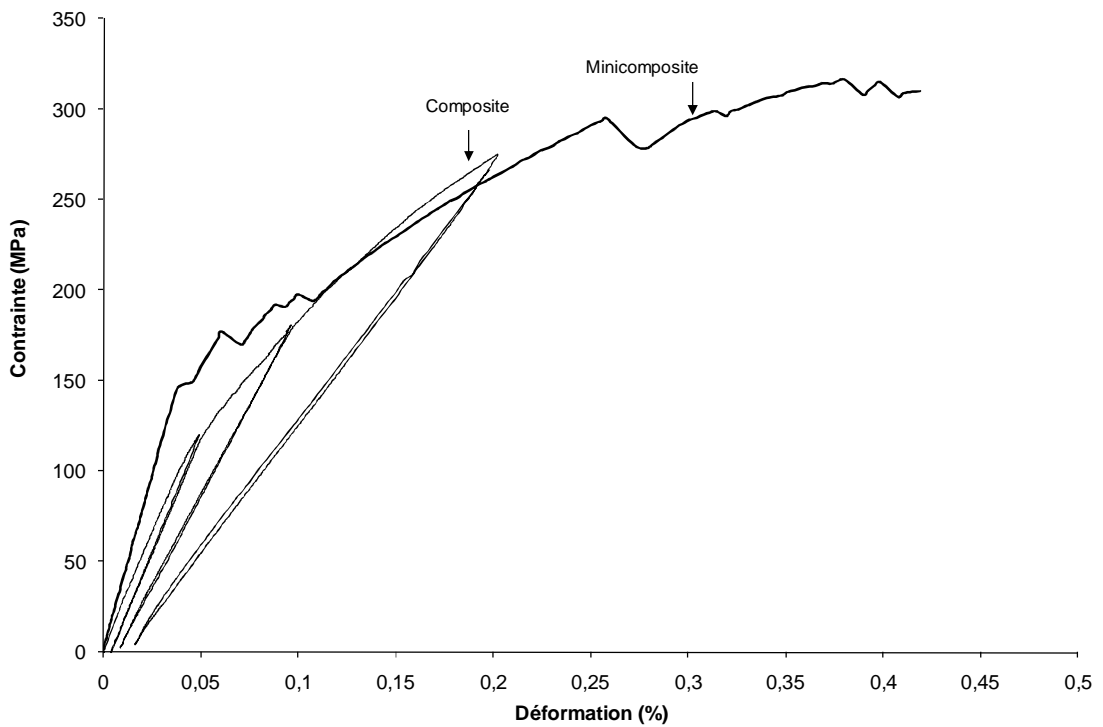
**Tableau II – 2 Valeurs du module d'Young, de contrainte à rupture et déformation à rupture du composite en traction monotone à température ambiante. Mise en évidence d'une dispersion significative par l'écart relatif entre les valeurs minimales et maximales.**



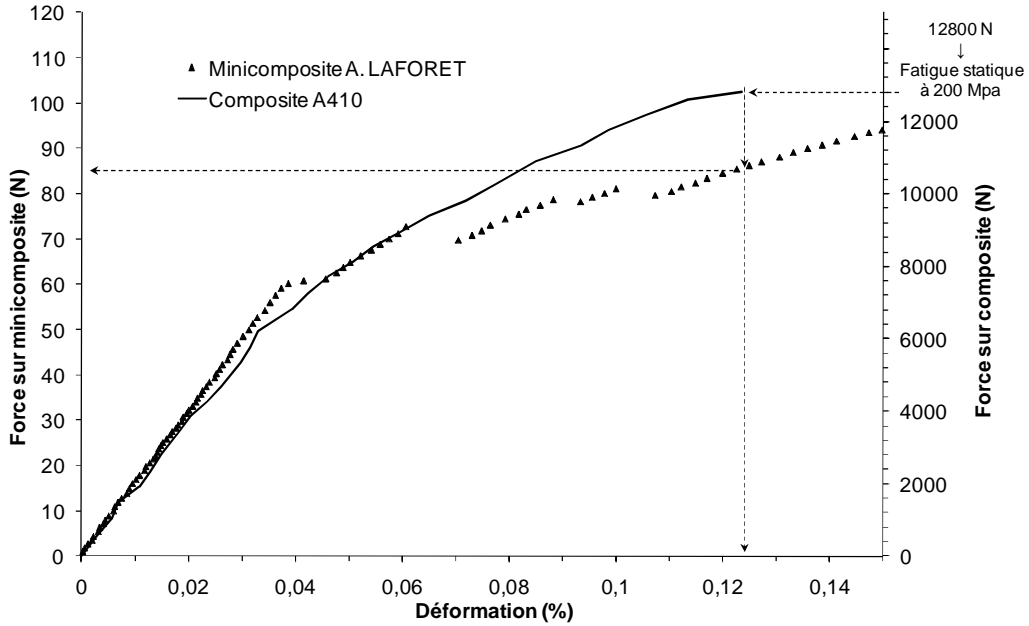
**Figure II – 12 Schématisation de la fissuration partielle des fils longitudinaux sous faibles contraintes : régime composite.**



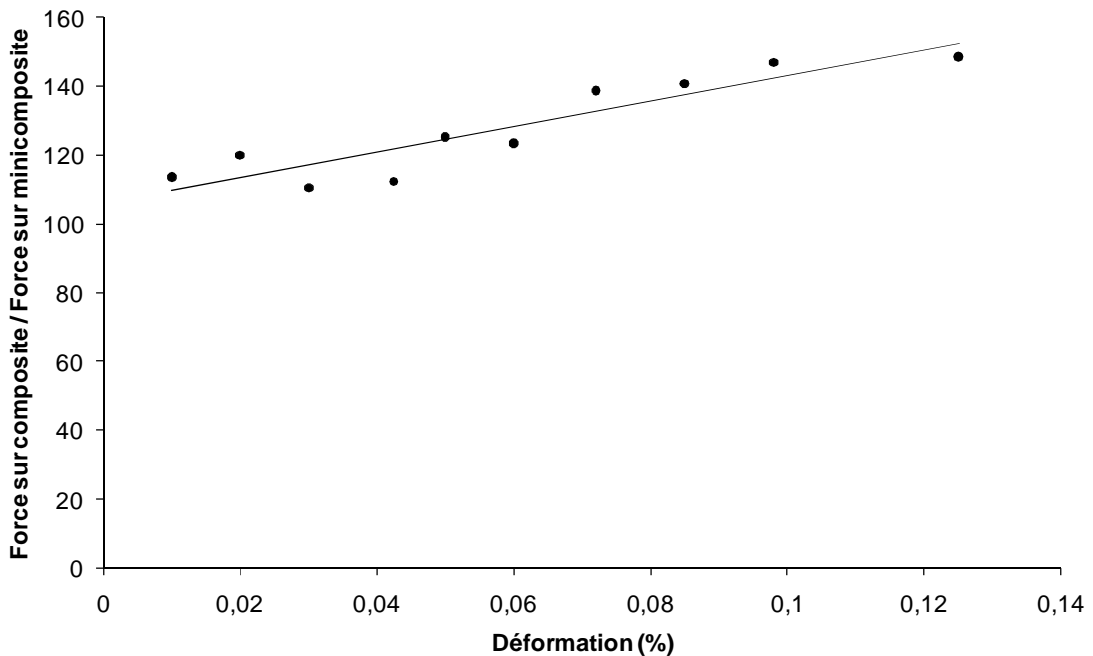
**Figure II – 13 Schématisation de la multifissuration matricielle responsable du report de charge sur les fils longitudinaux. Etat de fissuration saturé dans les fils transverses: régime fil.**



**Figure II – 14 Comparaison entre le comportement du composite et du minicomposite en traction monotone uniaxiale à l'ambiante. Superposition des 2 comportements ce qui démontre que les fils longitudinaux sont assimilables à des minicomposites. Pour le composite, la contrainte est la contrainte efficace.**



**Figure II – 15** Comparaison du comportement en traction monotone uniaxiale à l'ambiante d'un composite et d'un minicomposite. Pour une contrainte efficace de 200MPa et une déformation de 0,13% sur composite, il faut 150 minicomposites. Or, le composite comporte 150 fils longitudinaux qui supportent intégralement la charge. Ce résultat confirme que les fils longitudinaux dans le composite sont assimilables à des minicomposites.



**Figure II – 16** Evolution du rapport (Force sur composite / Force sur minicomposite) en fonction de la déformation. Ce rapport tend vers 150 dans le régime fil. Il diminue dans le régime composite.

## 2.2. Durée de vie en fatigue

### 2.2.1. Difficultés expérimentales

L'organisation des essais de fatigue a nécessité la recherche d'un compromis entre des durées de vie suffisamment courtes pour les moyens d'essais mais suffisamment longues pour mener des études consistantes sur les mécanismes d'endommagement. Les conditions expérimentales ont été choisies de façon que la durée maximale des essais soit de l'ordre de 800 heures (environ 1 mois). Une première campagne d'essais de fatigue a été menée à 800°C et une deuxième à 500°C. La base de données de résultats compte 5 durées de vie à 800°C (**Tableau II – 3**) et 32 durées de vie à 500°C (**Tableau II – 4**). Un bilan sur le nombre d'essais et sur la durée totale des essais est proposé dans le (**Tableau II – 5**). Au total, plus de 20000 heures d'essais de fatigue ont été comptabilisées.

Les durées de vie à 800°C sont obtenues pour des conditions expérimentales identiques : fatigue statique sous air ambiant et contrainte efficace de 200MPa en zone extensométrée. Pour les 5 éprouvettes, la rupture est intervenue systématiquement au-delà de la zone extensométrée dans une région où la température et la contrainte sont plus faibles que dans la zone extensométrée. La température de rupture est comprise entre 540°C et 650°C aux incertitudes près portant sur le profil thermique du four. La contrainte efficace de rupture est constante et égale à 133 MPa. En raison de la variabilité de la température de rupture, une étude de la dispersion des durées de vie du composite ne peut être menée correctement. Aucun diagramme d'endurance ne peut être construit. La campagne d'essais à 800°C a donc été remplacée par une campagne d'essais de fatigue à 500°C qui apparaît comme une température critique pour le matériau.

A 500°C, la fatigue statique est toujours réalisée sous air ambiant et pour une contrainte efficace de 200MPa en zone extensométrée. Une collaboration avec SPS, le laboratoire MATEIS et le CEAT a permis d'enrichir cette base de données à l'aide de points singuliers dans le régime fil et le régime composite à la même température de 500°C. Toutes les ruptures se sont produites dans la zone extensométrée où température et contrainte atteignent leurs valeurs maximales. D'après les résultats à 500°C, la durée de vie du composite diminue lorsque la contrainte augmente. Une dispersion significative des durées de vie sur composite est constatée (**Tableau II – 6**). Cette dispersion est beaucoup plus faible que celle observée sur les durées de vie de fil.

$T(X_{rupture})$ (°C)	$\sigma_c(X_{rupture})$ (MPa)	ddv (h)	$X_{rupture}$ (mm)
540	133,33	305	55 ± 2 mm
650	133,33	460	137 ± 5 mm
620	133,33	573	141 ± 3 mm
610	133,33	601	136 ± 5 mm
540	133,33	662	55 ± 3 mm

**Tableau II – 3 Contraintes, déformations et températures de rupture des éprouvettes en composite pour les essais de fatigue à 800°C.**

	$T(X_{rupture})$ (°C)	$\sigma_c(X_{rupture})$ (MPa)	ddv (h)	$X_{rupture}$ (mm)	
CEAT	500°C	60	4764		
			1300		
			1865		
			634		
LCTS		500°C	200	77	100 ± 2 mm
				66	100 ± 2 mm
				725	85 ± 2 mm
				568	93 ± 2 mm
				662	120 ± 2 mm
				656	115 ± 2 mm
				354	95 ± 2 mm
				833	120 ± 2 mm
				412	107 ± 2 mm
				255,4	108 ± 5 mm
				478	92 ± 5 mm
				90,5	92 ± 2 mm
	440			83 ± 4 mm	
	196			85 ± 2 mm	
	0			178 ± 5 mm	
	489,1			110 ± 5 mm	
369,1	113 ± 5 mm				
394,7	117 ± 5 mm				
248,8	105 ± 5 mm				
MATEIS	500°C	170	480		
			200	185	
			230	109	
			310	42	
SPS	500°C	130	635		

**Tableau II – 4 Contraintes, déformations et températures de rupture des éprouvettes en composite pour les essais de fatigue à 500°C.**

Température	Laboratoire	Nombre d'essais	Durée totale d'essai
500°C	LCTS	23	7684 h
	CEAT	4	8600 h
	MATEIS	4	820 h
	SPS	1	635 h
800°C	LCTS	5	2600 h
		37	20339 h

**Tableau II – 5 Bilan du nombre d'essais effectifs de fatigue menés sur composite. Mise en évidence d'une durée totale importante d'occupation des bancs d'essais.**

	$F_{ij}$ <sup>[Laforet2009]</sup>	$F_{ij}$ <sup>[Laforet2009]</sup>	Composite
Contrainte (MPa)	1100	1600	200 (contrainte efficace)
$\frac{ddv_{max}}{ddv_{min}}$	518	1710	13
$\frac{ddv_{moy}}{ddv_{med}}$	2,407	0,9678	1,024

**Tableau II – 6 Dispersion observée sur les durées de vie de fil et de composite en fatigue statique à 500°C.**

### 2.2.2. Courbe d'endurance du composite à 500°C

Pour les résultats à 500°C, une régression sur les 32 durées de vie permet de dégager une loi donnée par **(Eq. II – 10)**. Ce type de loi puissance est employé pour décrire le phénomène de fissuration lente sur fil et monofilament <sup>[Gauthier2006] [Laforet2009]</sup>. La **(Figure II – 17)** compare la courbe d'endurance sur composite donnée par **(Eq. II – 10)** avec les points expérimentaux. L'exposant  $n$  tend vers 2 sur composite alors qu'il tend vers 8 sur fil <sup>[Gauthier2006] [Laforet2009]</sup>. La **(Figure II – 18)** présente les durées de vie sur fil et sur composite en fatigue statique, à 500°C, sous air ambiant. Les contraintes sont reportées sans aucune correction : contrainte efficace pour les éprouvettes en composite et contrainte sur fil pour les fils. Les courbes d'endurance sur composite et fil sont distinctes. La faible quantité de point expérimentaux sur composite ne permet pas de conclure que  $n$  est constant en fonction de la contrainte. Dans le fil, les fibres sont plus exposées à l'oxygène que dans le composite. En toute logique, la durée de vie du fil ne peut pas être supérieure à celle du composite pour une même contrainte. Ce propos suppose l'existence d'une asymptote verticale pour les faibles contraintes sur fil. Cette asymptote correspond à un seuil en contrainte. Pour les contraintes inférieures au seuil, la durée de vie du fil tend vers l'infini. Pour les contraintes au dessus du seuil, les durées de vie sont régies par le modèle sur fil. Le modèle sur fil n'est donc pas validé aux faibles contraintes.

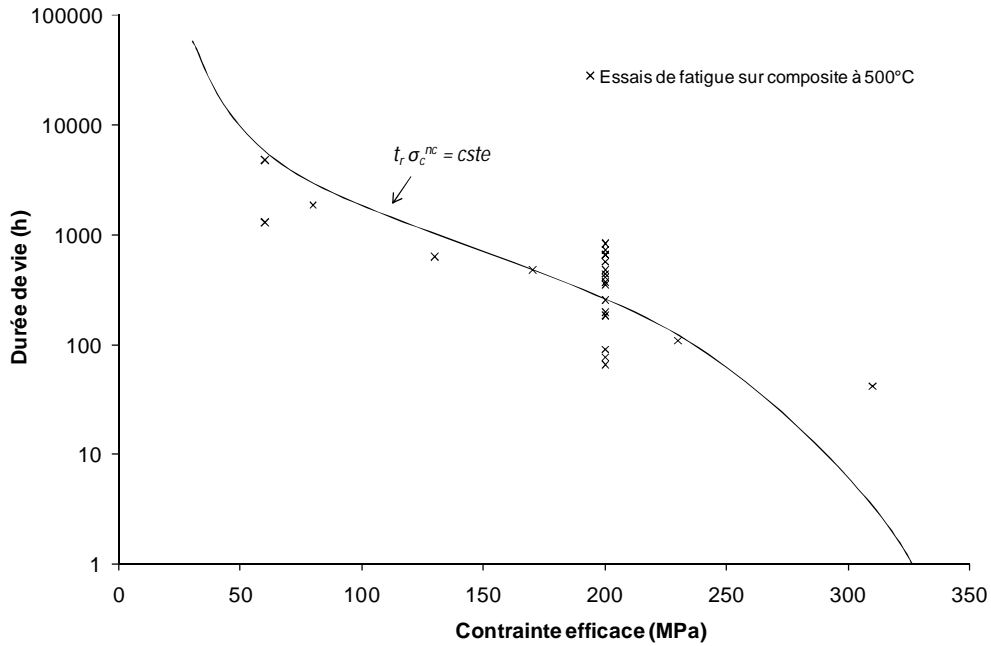
Pour les plus faibles contraintes, la multifissuration matricielle n'atteint pas la saturation. Le réseau limité de fissures améliore la protection des fibres de la fissuration sous critique en empêchant l'oxygène de pénétrer jusqu'aux défauts de fibres. L'effet retard de la matrice est accru et participe à l'augmentation de la durée de vie en ralentissant la fissuration sous critique des fibres. En contrepartie, la multifissuration partielle provoque des zones de concentrations de contraintes où la déformation des fibres est très supérieure à celle du composite **(Figure II – 12)**. La déformation des fibres dans les fils est hétérogène. Cet effet conduit à des interactions entre les fibres et à une réduction de la fraction critique  $\alpha_c$ . Une compétition entre diminution de la fraction critique et ralentissement de la fissuration sous critique régit alors la cinétique d'endommagement.

Quand la multifissuration matricielle est complète, la charge appliquée au composite est reportée sur les fibres longitudinales. Les fils longitudinaux sont assimilables à des minicomposites. La multifissuration élimine les concentrations de contraintes et la déformation des fibres devient quasi homogène dans les fils longitudinaux. Les interactions entre les fibres sont alors plus faibles qu'en

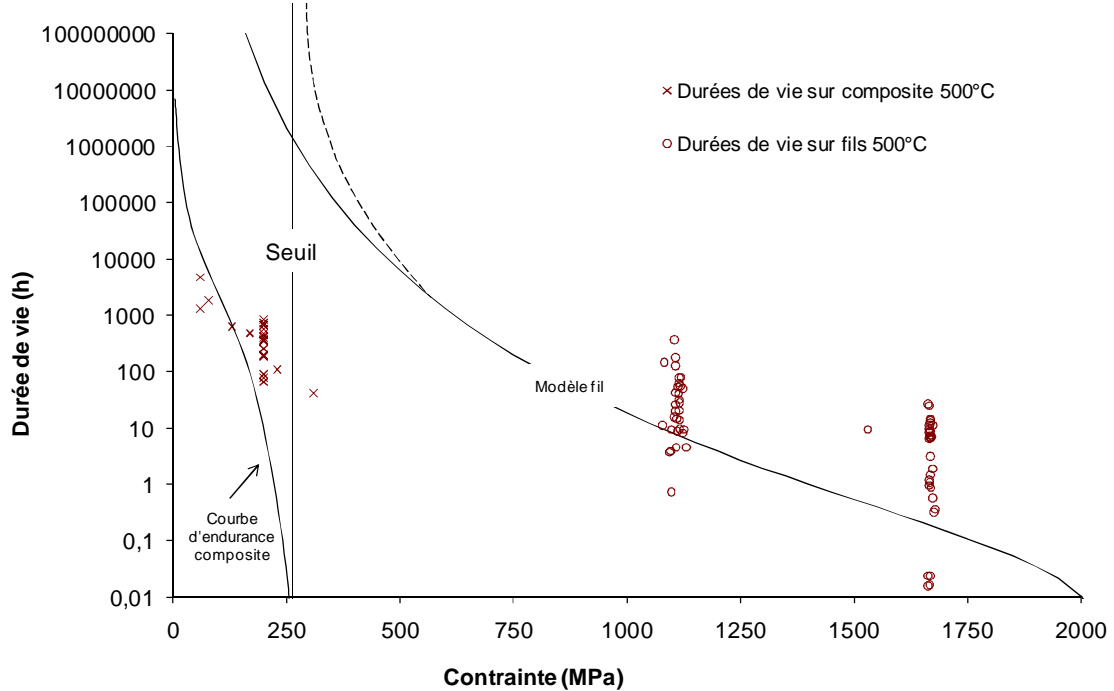
régime composite. Ce phénomène peut engendrer l'augmentation de la fraction critique  $\alpha_c$  dans le régime fil.

**Eq. II – 10**  $t_r \cdot \sigma_c^2 = 7 \cdot 10^6$

$t_r$  la durée de vie du composite (h),  $\sigma_c$  la contrainte efficace (MPa).



**Figure II – 17** Courbe d'endurance obtenue par régression numérique sur les durées de vie expérimentales à 500°C sous air ambiant du composite en fonction de la contrainte. Identification de (Eq. II – 10).



**Figure II – 18** Diagramme des durées de vie en fonction de la contrainte. Fatigue statique à 500°C sous air ambiant sur composite et fil [Laforet2009]. Evolution du facteur  $n$  de la loi puissance lors du passage entre le fil ( $n_f = 8$ ) et le composite ( $n_c = 2$ ). Mise en évidence d'une contrainte seuil pour les fils. Pas de correction de contrainte : contrainte efficace pour le composite et contrainte sur fil pour les fils.



### **3. Relation fil – composite : effet d'échelle**

#### **3.1. Opérateur de changement d'échelle**

La (**Figure II – 18**) fait apparaître un effet d'échelle entre le fil et le composite 2D tissé. Les durées de vie sur fil et composite sont reportées sans correction de contrainte. A durée de vie constante, le fil supporte une contrainte plus élevée que le composite. Nous ne comparons pas la durée de vie à contrainte identique car l'extrapolation de la durée de vie sur fil vers les faibles contraintes n'est pas validée.

Compte tenu de la (**Figure II – 18**), le passage du fil au composite est caractérisé par un opérateur  $\Psi$  défini par (**Eq. II – 11**). Cet opérateur relie la contrainte sur fil et la contrainte sur composite à durée de vie fixée. Le module d'élasticité du composite non endommagé est relié par une loi des mélanges au module de fil et de matrice (**Eq. II – 12**).

Dans le composite, la déformation des fils longitudinaux est égale à la déformation longitudinale du composite (**Eq. II – 13**). Cette équivalence en déformation, suppose que l'on néglige les effets du tissage. Le désalignement des fils longitudinaux est négligeable. Les fils longitudinaux participent identiquement à la reprise des efforts. Dans l'axe longitudinal, la relation (**Eq. II – 13**) permet d'écrire (**Eq. II – 14**). En introduisant (**Eq. II – 11**) et (**Eq. II – 12**) dans (**Eq. II – 14**), il vient (**Eq. II – 15**) dans le régime élastique du composite non endommagé.

Parmi les paramètres nécessaires à la détermination de l'opérateur  $\Psi$ , les fractions  $V_m$ ,  $V_f$  et le module des fibres  $E_f$  sont connus. En revanche, le module de la matrice  $E_m$  est inconnu car il dépend de l'état de fissuration (nombre de fissures matricielles). La valeur exacte de  $\Psi$  est complexe à calculer. Pour cette raison, nous calculons les valeurs extrêmes de  $\Psi$  par l'encadrement donné par (**Eq. II – 16**). En régime élastique non endommagé, la participation de la matrice pour la rigidité longitudinale du composite n'est pas négligeable car la matrice n'est pas fissurée. Dans le régime fil, le composite est endommagé et la multifissuration matricielle est complète. La participation de la matrice est alors négligeable,  $E_m \simeq 0$  et  $\Psi = V_f$ . Cet encadrement démontre la très lourde approximation commise lors des précédentes approches basées sur un passage du fil au composite pour  $\Psi = V_f$  quelle que soit  $\sigma_c$ . La valeur exacte de  $\Psi$  nécessite de connaître la décroissance du module de la matrice lorsque la matrice se fissure. Cette relation peut être donnée par émission acoustique lors d'essais mécaniques ou par calculs éléments finis. Une évolution de  $\Psi$  est illustrée dans la (**Figure II – 19**).

L'identification de l'opérateur peut également être faite à partir des courbes d'endurance sur fil et composite issues des essais de fatigue statique (**Eq. II – 17**). A partir des courbes d'endurance, les contraintes sur fil et composite sont calculées pour chaque valeur de durée de vie (**Figure II – 20**). La contrainte sur fil est calculée à partir du modèle sur fil <sup>[Laforet2009]</sup>. La contrainte efficace est calculée par la loi de durée de vie sur composite obtenue par régression. L'opérateur  $\Psi$  relie la courbe d'endurance sur fil et composite. Cette méthode ne sera pas approfondie ici en raison d'un nombre trop faible d'essais sur composite et d'un modèle de durée de vie sur fil non validé à faible contrainte.

**Eq. II – 11**

$$\sigma_c|_{t_r} = \Psi \cdot \sigma|_{t_r}$$

$\sigma_c|_{t_r}$  contrainte sur composite pour la durée de vie  $t_r$ ,  $\sigma|_{t_r}$  contrainte sur fil pour la durée de vie  $t$ ,  $\Psi$  opérateur de changement d'échelle.

**Eq. II – 12**

$$E_c = E_m \cdot V_m + E_f \cdot V_f$$

$E_f$  le module de fibre,  $E_m$  le module de la matrice,  $V_f$  fraction volumique de fibre participant à la rigidité du composite dans l'axe longitudinal,  $V_m$  fraction volumique de matrice participant à la rigidité du composite dans l'axe longitudinal.

**Eq. II – 13**

$$\varepsilon_c = \varepsilon_f$$

$\varepsilon_f$  la déformation des fils longitudinaux dans le composite,  $\varepsilon_c$  la déformation longitudinale du composite.

**Eq. II – 14**

$$\frac{\sigma_c}{E_c} = \frac{\sigma}{E_f}$$

**Eq. II – 15**

$$\Psi = \left(1 + \frac{E_m \cdot V_m}{E_f \cdot V_f}\right) \cdot V_f \quad \text{Régime élastique non endommagé}$$

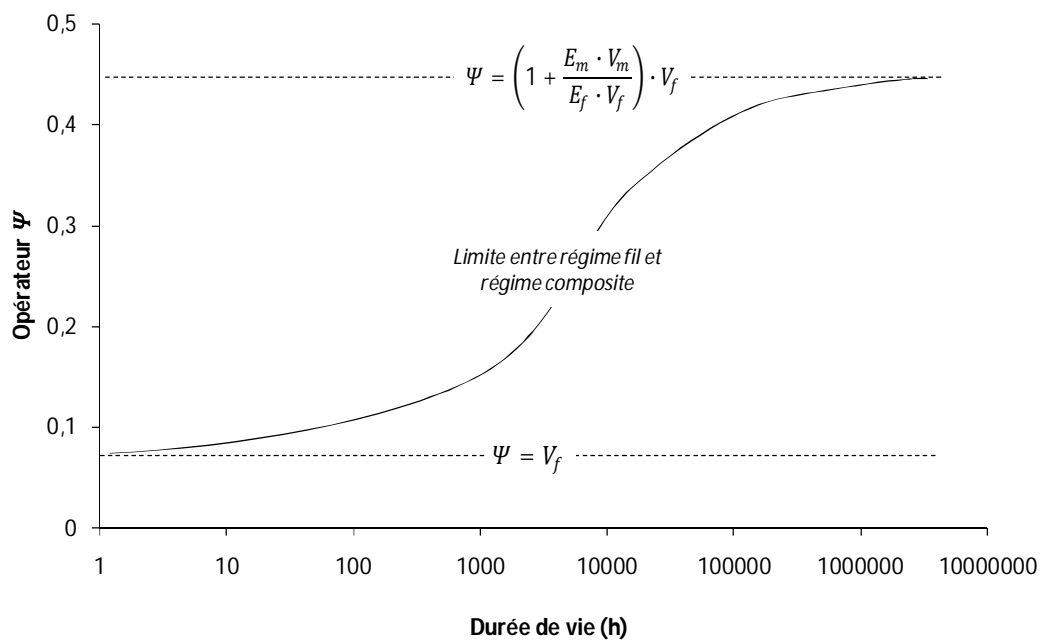
**Eq. II – 16**

$$V_f \leq \Psi \leq \left(1 + \frac{E_m \cdot V_m}{E_f \cdot V_f}\right) \cdot V_f \quad \text{Encadrement de } \Psi$$

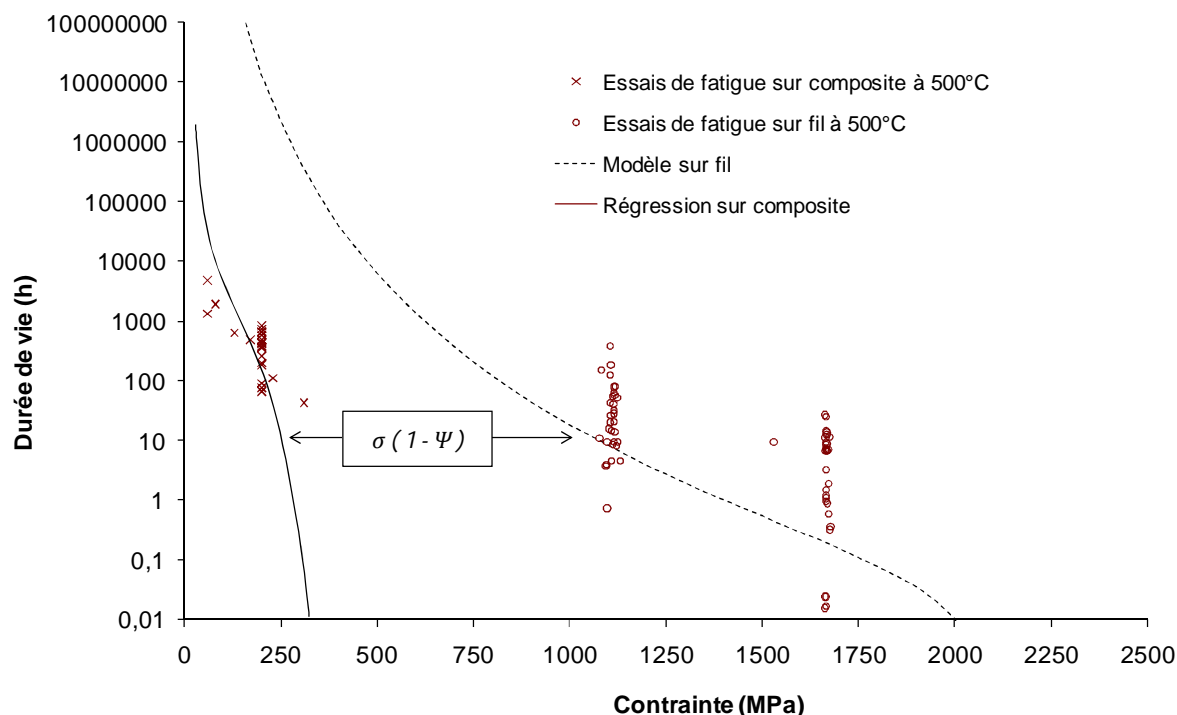
**Eq. II – 17**

$$\Psi = \frac{\left(\frac{A_c}{t_r}\right)^{\frac{1}{n_c}}}{\left(\frac{A_f}{t_r}\right)^{\frac{1}{n_f}}}$$

$A_c$ ,  $n_c$  paramètres de la loi de durée de vie sur composite,  $A_f$ ,  $n_f$  paramètres de la loi de durée de vie sur fil.  $E_f$  le module de fibre,  $E_m$  le module de la matrice,  $V_f$  fraction volumique de fibre participant à la rigidité du composite dans l'axe longitudinal,  $V_m$  fraction volumique de matrice participant à la rigidité du composite dans l'axe longitudinal,  $\sigma_c|_{t_r}$  contrainte sur composite pour la durée de vie  $t$ ,  $\sigma|_{t_r}$  contrainte sur fil pour la durée de vie  $t$ ,  $\Psi$  opérateur de changement d'échelle.



**Figure II – 19** Illustration indiquant l'évolution de l'opérateur  $\Psi$  en fonction de la durée de vie en fatigue statique.



**Figure II – 20** Identification de l'opérateur de changement d'échelle  $\Psi$ . Pour chaque valeur de durée de vie  $t$ ,  $\Psi$  est calculé à partir de  $\sigma|_{t_r} - \sigma_c|_{t_r}$ . Pour le composite, la contrainte correspond à la contrainte efficace. Pour le fil, la contrainte est la contrainte sur fil.

### 3.2. Cas du composite SiC/SiC et du fil Hi-Nicalon à 500°C sous air ambiant

Les valeurs numériques employées dans (Eq. II – 16) sont données dans le (Tableau II – 7). L'encadrement obtenu pour  $\Psi$  est indiqué par (Eq. II – 18).

**Eq. II – 18** 
$$0,15 \leq \Psi \leq 0,45$$

Cet encadrement est employé pour prévoir la courbe d'endurance moyenne sur composite à partir de la courbe d'endurance moyenne sur fil (Figure II – 21). L'encadrement des points expérimentaux sur composite est satisfaisant. Seules 3 durées de vie ne sont pas englobées par les prévisions car on considère la courbe d'endurance moyenne sur fil. Pour encadrer toutes les durées de vie, il faut considérer les courbes d'endurance extrêmes sur fil (courbes de durées de vie minimale et maximale). La (Figure II – 22) présente une prévision de la durée de vie à 1% (1% des durées de vie sont inférieures à la prévision). Toutes les durées de vie expérimentales sont encadrées.

L'opérateur  $\Psi$  démontre qu'un exposant sur composite  $n_c = 2$  correspond à un exposant sur fil  $n_f = 8$ .

$E_m$ (GPa)	300
$E_f$ (GPa)	200
$V_m$ (%) [Lamon2005]	20
$V_f$ (%) [Lamon2005]	15
$n_f$	8,4
$A_f(Pa^n \cdot s)$ [durées de vie à 1%]	$9,24 \cdot 10^{28}$
$A_f(Pa^n \cdot s)$ [durées de vie à 50%]	$1,05 \cdot 10^{30}$

Tableau II – 7 Valeurs numériques employées pour l'identification de l'opérateur de changement d'échelle à partir de (Eq. II – 16).

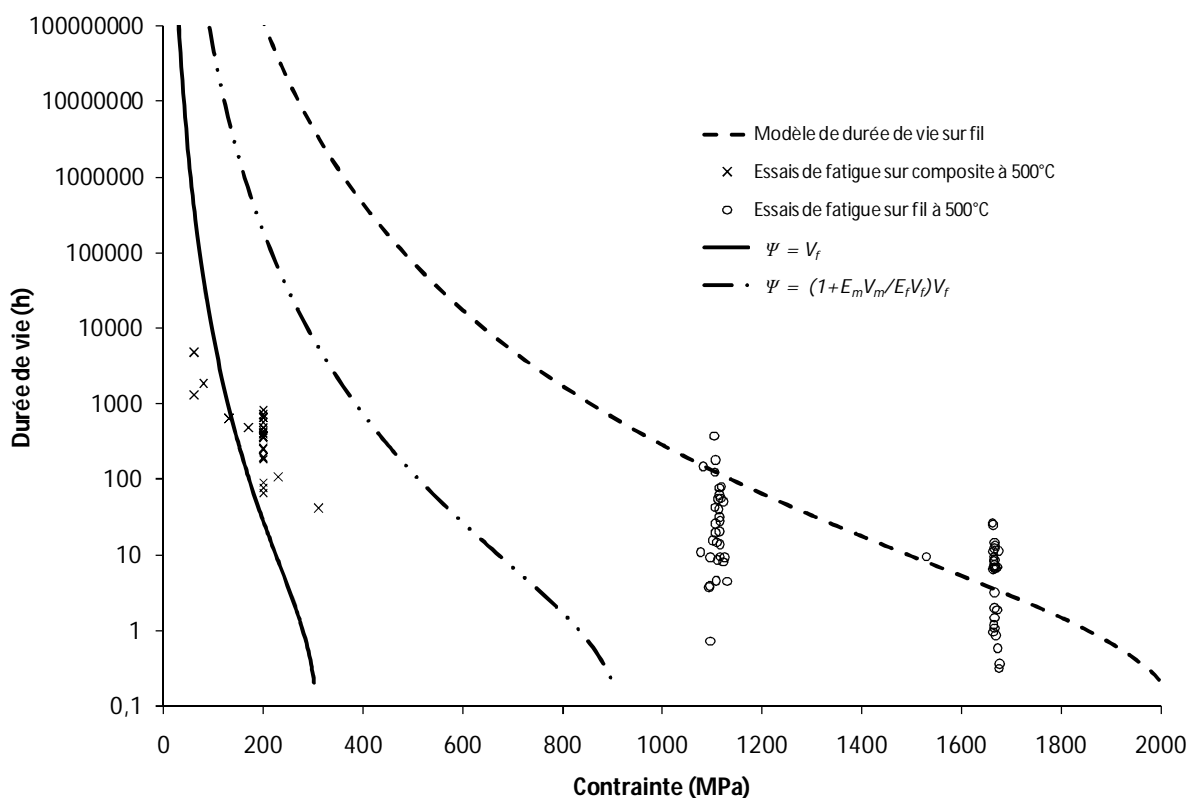
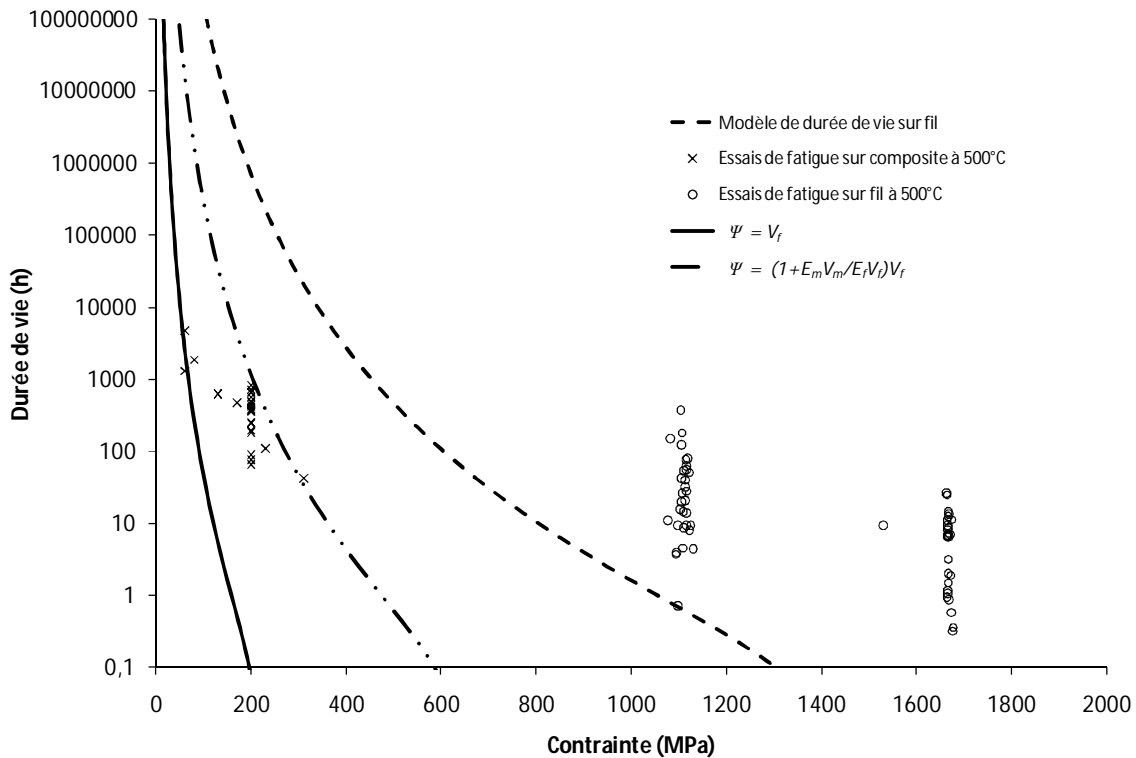


Figure II – 21 Prédiction des durées de vie moyennes (50%) sur composite à partir de l'opérateur  $\Psi$  et du modèle de durée de vie sur fil. Fatigue statique à 500°C sous air ambiant. Bonne corrélation entre les prévisions et les durées de vie expérimentales sur composite.



**Figure II – 22 Prédiction des durées de vie 1% sur composite à partir de l'opérateur  $\Psi$  et du modèle de durée de vie sur fil. Fatigue statique à 500°C sous air ambiant. Bonne corrélation entre les prévisions et les durées de vie expérimentales sur composite.**

### 3.3. Protection des fibres par la matrice

Au chapitre 4, la modélisation requiert la connaissance de l'effet retard induit par la matrice sur la fissuration sous critique des fibres. La matrice limite l'accès de l'oxygène vers les défauts présents dans les fibres. En réduisant la surface de fibre exposée à l'oxygène et le flux d'oxygène, elle agit comme un retardateur de la fissuration sous critique. Cet effet protecteur ralentit la fissuration sous critique et retarde la rupture des fibres. Il dépend de l'état de fissuration matricielle. Plus la matrice est fissurée, plus l'oxygène s'achemine facilement jusqu'aux fibres. L'effet retard se caractérise par un paramètre  $\pi$  dans la loi d'Arrhenius (**Eq. II – 19**), (**Eq. II – 20**). A contrainte identique,  $\pi$  correspond à l'écart entre les durées de vie sur fil seul et sur fil longitudinal dans le composite. Les durées de vie sur fil longitudinal sont obtenues par une correction en contrainte effectuée sur les durées de vie sur composite. Cette correction emploie l'opérateur de changement d'échelle  $\Psi$  en régime fil (état multifissuré) (**Eq. II – 21**) (**Figure II – 23**). En faisant varier le terme retard  $\pi$ , (**Eq. II – 20**) est ajustée pour obtenir la courbe d'endurance sur fil longitudinal. La courbe d'endurance moyenne sur fil longitudinal est obtenue pour un terme retard  $\pi = 3$ . Pour la suite, l'effet retard induit par la protection matricielle sera considéré par le paramètre  $\pi = 3$ . Cette valeur est cohérente avec <sup>[Laforet2009]</sup>.

Pour les températures au delà de 600°C, un verre  $B_2O_3$  se forme et colmate les fissures matricielles. Cette cicatrisation matricielle amplifie l'effet retard en empêchant le passage de l'oxygène dans les fissures matricielles. Ce mécanisme dépend à la fois de la température qui pilote la formation de verre cicatrisant et de l'état de contrainte qui fixe l'ouverture des fissures matricielles. La

cicatrisation fait augmenter le terme retard  $\pi$ . L'absence de durées de vie sur composite à des températures où la cicatrisation se produit empêche d'identifier l'augmentation de  $\pi$ . Les travaux sur la fatigue des minicomposites à 900°C, 1000°C et 1200°C [Laforet2009] démontrent que la cicatrisation matricielle induit un terme retard  $\pi = 10$ .

La cicatrisation est activée par la température. Si le matériau est soumis à un champ non uniforme de température, une répartition spatiale du paramètre retard apparaît. Le terme retard  $\pi$  n'est pas identique en tout point du composite. Ce cas est rencontré lors de la première campagne d'essais de fatigue statique (essais à 800°C). Le centre de l'éprouvette est à 800°C et la cicatrisation matricielle s'opère et  $\pi = 10$ . Dans les congés, la température est inférieure à 600°C, la cicatrisation n'existe plus et  $\pi = 3$ . La variation de  $\pi$  le long de l'éprouvette n'est pas mesurée expérimentalement. Dans la suite, cette évolution de  $\pi$  est supposée linéaire en fonction de la température sur la plage [250°C – 800°C] (**Eq. II – 22**). D'après le profil thermique du four, la température suit une loi exponentielle en fonction de la position (**Eq. II – 23**).  $\pi$  est alors exprimé en fonction de la position sur l'éprouvette par (**Eq. II – 24**) (**Figure II – 24**). Pour les essais à 500°C, la cicatrisation ne se produit pas et  $\pi$  est constant le long de l'éprouvette (**Figure II – 25**). L'ensemble des valeurs numériques est récapitulé dans (**Tableau II – 8**).

Pour les 2 températures, le paramètre retard est identifié pour un niveau de contrainte efficace identique de 200MPa. Le terme retard n'est pas étudié en fonction de la contrainte efficace qui pilote l'état de fissuration matricielle donc l'efficacité de la protection matricielle et de la cicatrisation. Ceci introduit une incertitude sur la valeur de  $\pi$ . Dans notre étude, les valeurs  $\pi$  sont obtenues alors que le composite est en régime fil où la matrice est multi fissurée. Ces valeurs sont donc des valeurs basses de  $\pi$  ce qui conduit à une sous-estimation de l'effet retard. L'utilisation de ces valeurs pour des contraintes efficaces inférieures à 200MPa est donc conservatrice. L'utilisation de ces valeurs au-delà de 200MPa est aussi permise car l'état de fissuration de la matrice est saturé et il n'évolue plus lorsque la contrainte augmente.

$$\text{Eq. II – 19} \quad t_r \cdot \sigma^{n_f} = A_0 \cdot e^{\left(\frac{E_a}{R \cdot T}\right)}$$

$$\text{Eq. II – 20} \quad t_r \cdot \sigma_{longi}^{n_f} = A_0 \cdot e^{\left(\frac{E_a}{R \cdot T} - \pi\right)}$$

$$\text{Eq. II – 21} \quad \sigma_{longi} \Big|_{t_r} = \frac{\sigma_c \psi}{\psi}$$

$$\text{Eq. II – 22} \quad \pi = B \cdot T(x_1)$$

$$\text{Eq. II – 23} \quad T(x_1) = C \cdot e^{a \cdot x_1}$$

$$\text{Eq. II – 24} \quad \pi = e^{a \cdot x_1 + b}$$

$\pi$  terme retard,  $x_1$  position le long de l'éprouvette,  $a$  et  $b$  constantes,  $t_r$  durée de vie,  $\sigma$  contrainte sur fil,  $\sigma_{longi}$  contrainte sur fil longitudinale,  $\sigma_c$  contrainte efficace sur composite,  $\psi$  opérateur de changement d'échelle entre composite et fil,  $E_a$  énergie d'activation de la réaction d'oxydation de carbone,  $T$  température,  $R$  et  $n_f$  constantes,  $a, b, B, C$  constantes.

$A_0$ (s <sup>-1</sup> MPa <sup>-n</sup> )	5,61 10 <sup>17</sup>	$T < 800^\circ\text{C}$ (pas de cicatrisation)	
$E_a$ (J/mol)	185000	$\pi$	3
$R$ (J/mol/K)	8,314	$T \geq 800^\circ\text{C}$ (cicatrisation)	
$n_f$	8	$\pi$	10
$B$	3/250	C	0,406
$a$	0,035	$b$	-0,9
$\Psi$	0,15	Régime fil	

Tableau II – 8 Valeurs numériques employées pour décrire le phénomène de retard induit par la matrice et pour alimenter le modèle de durée de vie.

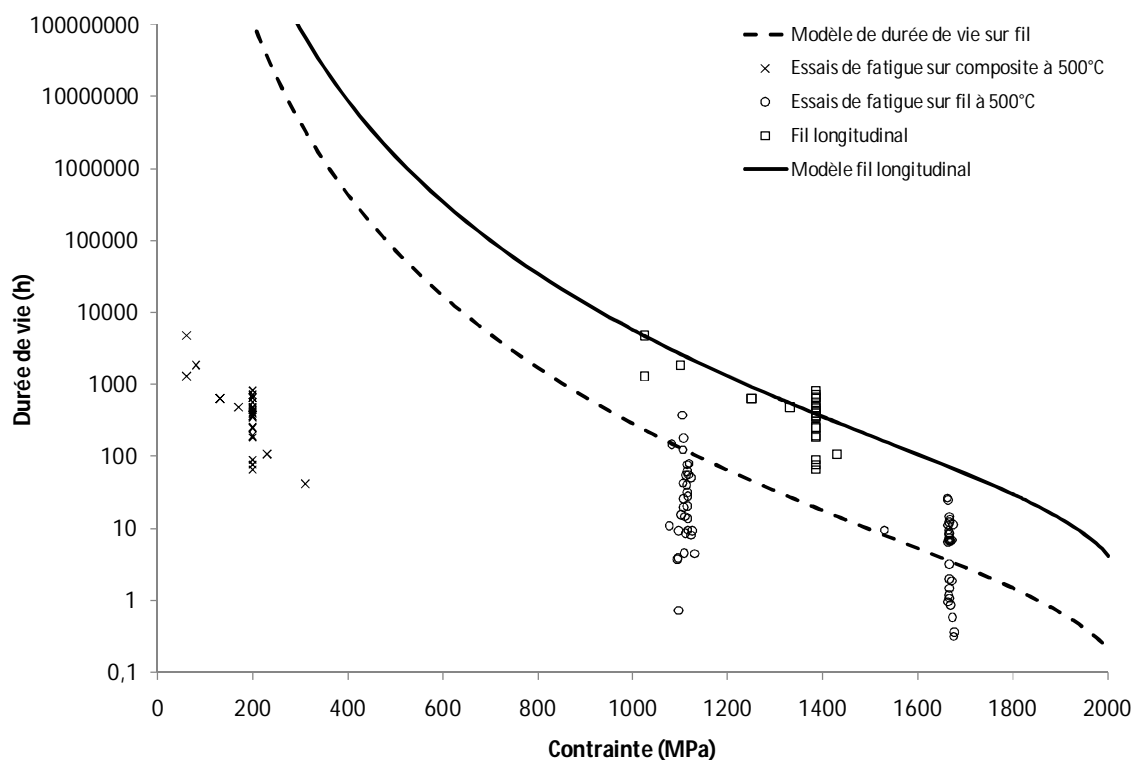


Figure II – 23 Identification du terme retard  $\pi$  dans le domaine non cicatrisant à 500°C sous air ambiant. La contrainte sur composite est la contrainte efficace. La contrainte sur fil longitudinal est calculée par l'opérateur de changement d'échelle.  $\sigma|_{t_r} = \frac{\sigma_c|_{t_r}}{\Psi}$ .  $\Psi$  est donné dans Tableau II – 8. Les durées de vie sur fil sont obtenues par les essais de fatigue statique sous air ambiant à 500°C [Laforet2009].

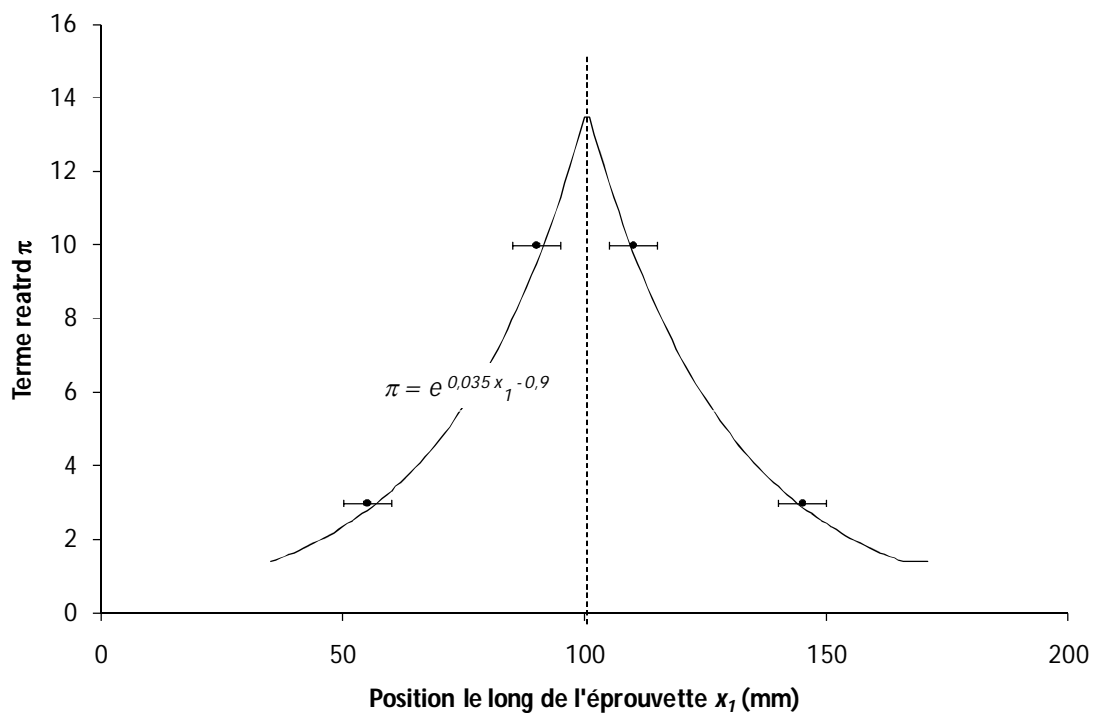


Figure II – 24 Evolution du terme retard le long de l'éprouvette lors des essais de fatigue statique à 800°C Eq. II – 24. Au centre la cicatrisation matricielle est activée. Aux extrémités, la cicatrisation ne s'opère plus.

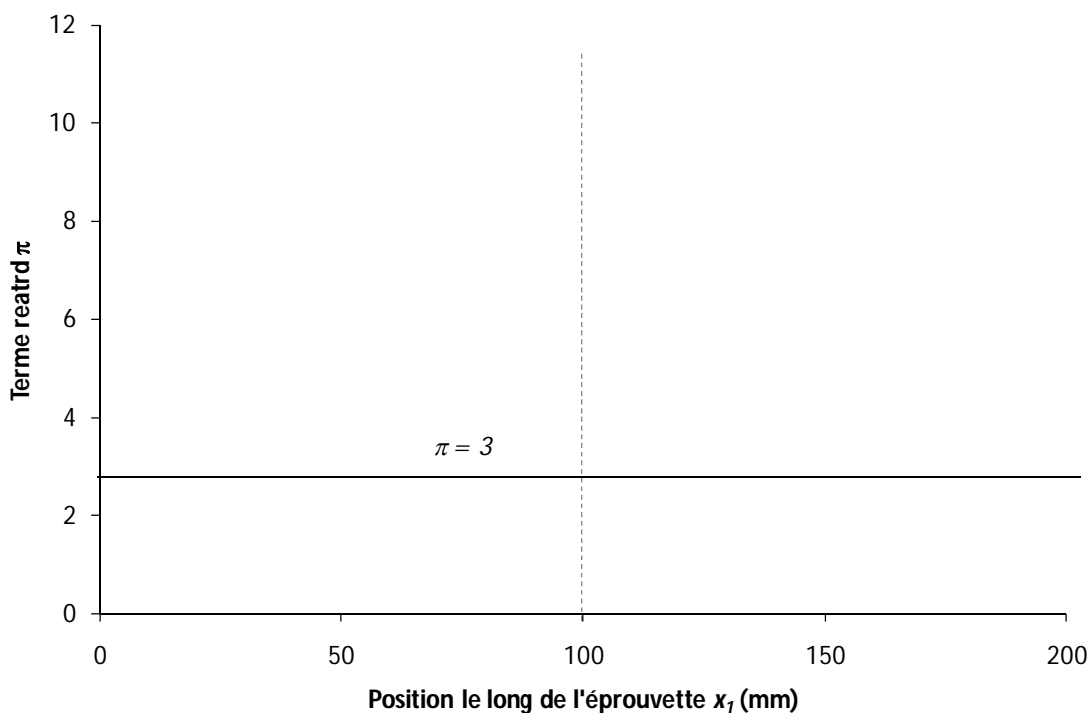


Figure II – 25 Evolution du terme retard le long de l'éprouvette lors des essais de fatigue statique à 500°C. La cicatrisation matricielle n'est pas activée.



## **4. Conclusions**

2 campagnes d'essais de fatigue statique ont été menées à deux températures différentes (800°C et 500°C). Lors des essais à 800°C, la rupture s'est produite dans une zone intermédiaire où la température avoisinait 500°C. Cette température semble être critique et déterminante sur la rupture différée du composite en fatigue. Une dispersion importante est constatée sur la durée de vie du composite en fatigue statique, sous air ambiant, à force imposée. Une dispersion significative est également observée sur le comportement mécanique du composite en traction monotone uniaxiale.

2 régimes de comportement en traction sont définis. Aux fortes contraintes efficaces, la matrice est multi fissurée et les fils longitudinaux supportent intégralement la charge : c'est le régime fil. Aux faibles contraintes efficaces, la matrice n'est pas intégralement fissurée et sa participation n'est pas négligeable pour la reprise des efforts : c'est le régime composite. Dans les 2 régimes, la cinétique d'endommagement est dictée par les fibres longitudinales.

Un opérateur de changement d'échelle a été construit pour décrire le passage du fil au composite. Cet opérateur permet de prévoir la durée de vie du composite en fatigue par des essais sur fil. Les prévisions de cet opérateur concordent avec les durées de vie expérimentales sur composite et fil. L'effet retard induit par la protection matricielle et par la cicatrisation matricielle est identifié. Cet effet est décrit par un terme retard  $\pi$  qui dépend de la température. L'évolution de  $\pi$  est déterminée dans les 2 campagnes d'essais de fatigue statique (800°C et 500°C). D'après l'opérateur l'exposant  $n_f = 8$  sur fil correspond à  $n_c = 2$  sur composite. Cette variation d'exposant est affectée par l'effet d'échelle et l'effet retard.

## Chapitre 3

### Fractographie : identification des mécanismes d'endommagement en fatigue statique

#### Introduction

L'étude des faciès de rupture après fatigue démontre que la rupture différée est contrôlée par les fils longitudinaux qui subissent 3 mécanismes de rupture différents. Les mécanismes prépondérants sont la fissuration sous critique, la rupture fragile de fibres par paquets et la recharge des fibres non rompues. La rupture de fibres est déclenchée soit par la présence de défauts superficiels, soit par la propagation instantanée dans les fibres en contact. Au moment de leur rupture, les fibres ne sont pas systématiquement endommagées. Les observations des faciès de rupture de fibres ont permis de déterminer deux distributions statistiques : celle des contraintes à rupture des fibres et celle de la taille des paquets de fibres en contact.

## **1. Fractographies : identification des mécanismes d'endommagement**

Les fractographies ont été réalisées au microscope électronique à balayage sur les faciès de rupture après fatigue statique. Les observations se sont particulièrement concentrées sur la morphologie de la microstructure et sur les faciès de rupture des fibres longitudinales (**Tableau III – 1**).

Trois types de faciès de rupture de fibres différents ont été recensés :

- faciès de fissuration sous critique ;
- faciès miroir ;
- faciès lisses.

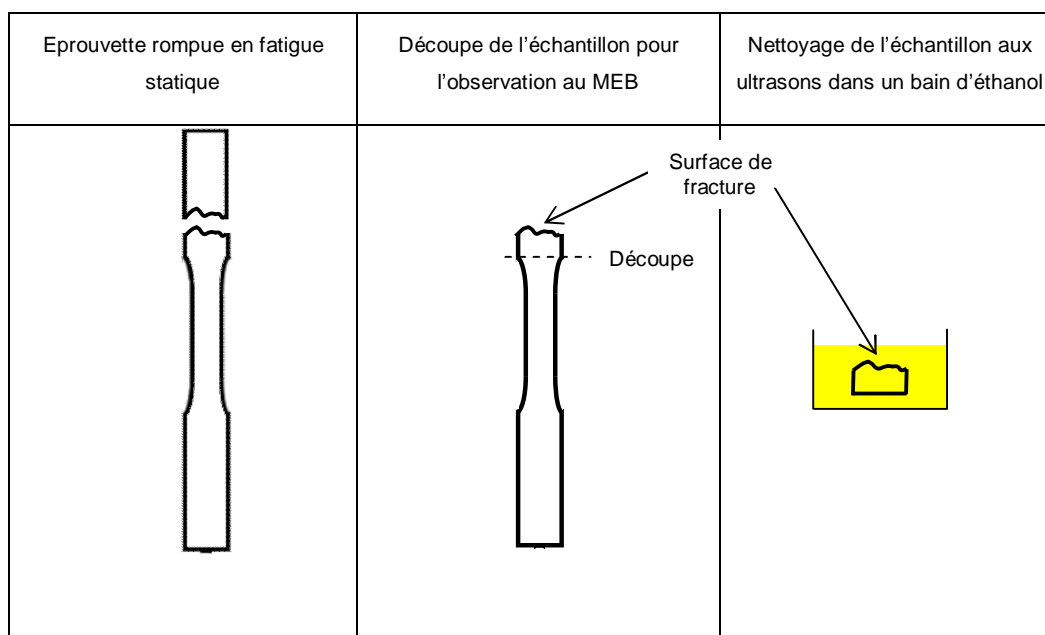
Les fractographies ont porté sur l'étude de 9 faciès de rupture différents : 5 faciès de rupture obtenus lors de la première campagne d'essais de fatigue (essais à 800°C) et 4 faciès issus de ruptures en fatigue statique lors de la deuxième campagne d'essais (essais à 500°C).

La préparation des échantillons avant l'observation en microscopie est identique (**Figure III – 1**). Elle nécessite le prélèvement du faciès de rupture sur l'éprouvette. Pour cela, l'éprouvette est tronçonnée à l'aide d'une scie à fil lubrifiée à l'eau. Après sciage, l'échantillon est nettoyé aux ultrasons dans un bain d'éthanol afin d'éliminer les pollutions et les dépôts sur le faciès de rupture. Après séchage, le faciès est conservé au sec.

Les faciès de rupture ont été observés à l'aide de deux microscopes électroniques à balayage (MEB) à émission de champ. Les observations sont réalisées pour la majorité en mode « électrons secondaires ». Toutes les micrographies sont accompagnées d'une légende indiquant la tension d'accélération des électrons émis en kV, le grandissement, et l'échelle en  $\mu\text{m}$  ou nm selon les grandissements.

	Nombre d'échantillons observés	Nombre de faciès de FSC recensés (non analysés par spectroscopie Auger)	Nombre de faciès lisses recensés	Nombre de faciès miroir recensés	Nombre maximal de fibres observées
Essais à 800°C (1 <sup>ère</sup> campagne d'essais)	5	≈ 12	≈ 100	≈ 50	≈ 300000
Essais à 500°C (2 <sup>ème</sup> campagne d'essais)	4	≈ 10	≈ 100	≈ 50	≈ 250000

**Tableau III – 1 Bilan sur les quantités de faciès de rupture de fibres observés au MEB et utilisés pour les comptages. Les valeurs présentées sont indicatives.**



**Figure III – 1 Principe de la préparation des échantillons pour les fractographies MEB. Eprouvettes rompues après fatigue statique à chaud sous air ambiant.**

### 1.1. Faciès de fissuration sous critique

La fissuration sous critique est un endommagement physico-chimique de fibre due à la conjonction de deux facteurs principaux : la présence de défauts de fibres qui constituent des sites préférentiels pour amorcer l'oxydation interne aux joints de grains et la présence d'oxygène qui entretient la croissance lente de défauts. Sur le faciès de rupture de fibre, cette croissance lente de défauts se caractérise par des lignes courbes parallèles qui correspondent aux fronts d'avancée de fissure (**Figure III – 2**). Les fibres initialement les plus faibles ne subissent pas systématiquement de la fissuration sous critique si elles ne regroupent pas ces 2 facteurs.

#### 1.1.1. Observations

D'abord étudié sur fibre <sup>[Gauthier2007]</sup> puis sur fil <sup>[Laforet2009]</sup>, ce phénomène est très complexe à caractériser sur composite. La présence des faciès de fissuration sous critique ne semble pas présenter d'arrangement particulier. Cependant, les observations révèlent que ce type de faciès se rencontre préférentiellement en périphérie de fil longitudinal, à proximité ou non d'une porosité (**Figure III – 3**). Les observations montrent qu'un faciès de fissuration sous critique est généralement jointif avec un (ou des) faciès lisse(s) (**Figure III – 2**). Un fil longitudinal peut contenir 2 ou 3 faciès de fissuration sous critique (**Figure III – 4**). Dans certains cas, la similitude entre les faciès de fissuration sous critique et d'autres faciès empêche de statuer sur leur nature. La discrimination entre certains faciès miroirs et les faciès de fissuration lente est très difficile (**Figure III – 5**). Une autre difficulté qui s'ajoute à l'observation des faciès de fissuration lente est leur rareté qui rend leur recherche très fastidieuse. La propagation sous critique de défaut dans les fibres concerne une très faible partition de

fibres longitudinales. Pour observer un faciès de fissuration lente, il est fréquent de réaliser plusieurs heures de recherche infructueuses au microscope.

En raison des difficultés d'identification des faciès de fissuration sous critique, les observations visuelles ne suffisent pas pour démontrer leur présence dans le composite. Pour prouver l'existence de faciès de fissuration lente dans le composite, une analyse Auger en collaboration avec le CECAMA<sup>7</sup> de l'ICMCB<sup>8</sup> a été réalisée sur deux faciès de rupture de fibre : un faciès A et un faciès B (**Figure III – 6**). Cette analyse de la composition chimique des faciès apporte des informations quantitatives sur la concentration en carbone et oxygène dans la fibre en fonction de la profondeur (**Figure III – 7**).

L'analyse du faciès A révèle deux gradients de composition dans la fibre le long du faciès de fissuration lente (**Figure III – 8**).

Le premier gradient est observé en P1, P2, P3 et P4 et se caractérise par une augmentation de la concentration en oxygène et une diminution de celle du carbone lorsque la profondeur diminue.

Le deuxième gradient se caractérise par une concentration d'oxygène plus importante au point P1 qu'au point P4, notamment à faible profondeur (à proximité de la surface du faciès). À l'inverse, la concentration en carbone est plus faible au point P1 qu'au point P4. Lorsque la profondeur augmente, ce gradient de composition entre P1 et P4 diminue.

L'analyse du faciès B révèle un seul gradient de composition chimique (**Figure III – 9**). Lorsque la profondeur augmente, la concentration en carbone augmente et la concentration en oxygène diminue. Cette évolution est identique en chaque point P1, P2, P3 et P4. Au bruit de mesure près, aucune différence de composition est mesurée entre P1 et P4.

### 1.1.2. Interprétations

L'augmentation de la concentration en oxygène et la diminution de la concentration en carbone est due à une réaction d'oxydation du carbone.

Sur le faciès A, le premier gradient de composition est dû à une exposition du faciès à l'oxygène après rupture de la fibre. L'exposition complète du faciès a conduit à une oxydation quasi identique en tout point du faciès. Cette oxydation consomme le carbone d'où une diminution de sa concentration et une augmentation d'oxygène. Le second gradient de composition de P1 à P4 est engendré par une oxydation locale de la fibre avant sa rupture. La section de la fibre n'est pas intégralement exposée à l'oxygène et l'oxydation a lieu en P1 et non en P4. Cette oxydation partielle de la section de fibre caractérise une propagation lente de défaut par fissuration sous critique. Le point P1 correspond à la zone de fissuration sous critique et le point P4 correspond à la zone rugueuse de rupture fragile. Le faciès A est donc un faciès de fissuration sous critique.

Sur le faciès B, la présence d'un gradient unique de composition présent en tout point démontre que l'oxydation concerne toute la section de la fibre. L'oxydation a donc eu lieu après

<sup>7</sup> Centre de Caractérisation des Matériaux Avancés

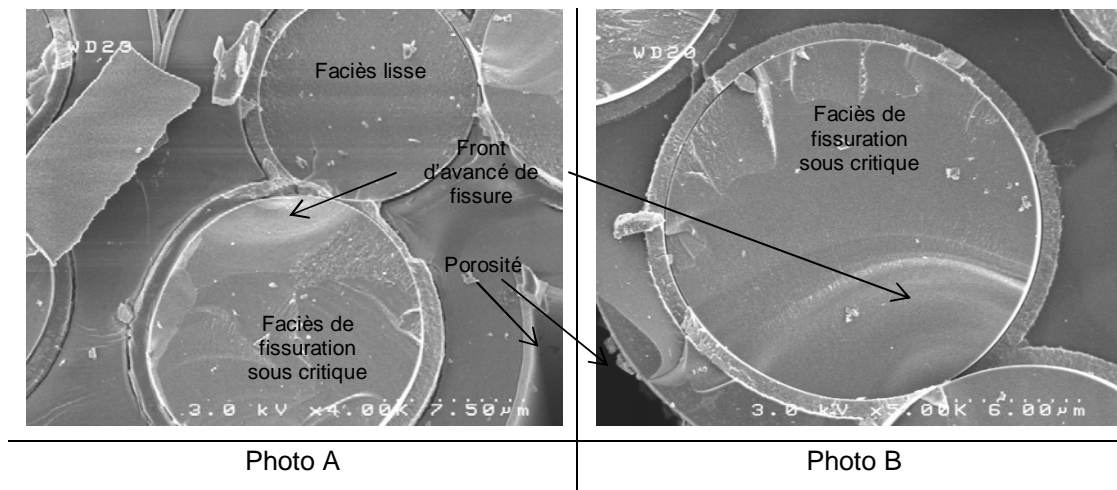
<sup>8</sup> Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux

rupture de la fibre. Le faciès B n'est donc pas un faciès de fissuration sous critique mais un faciès lisse.

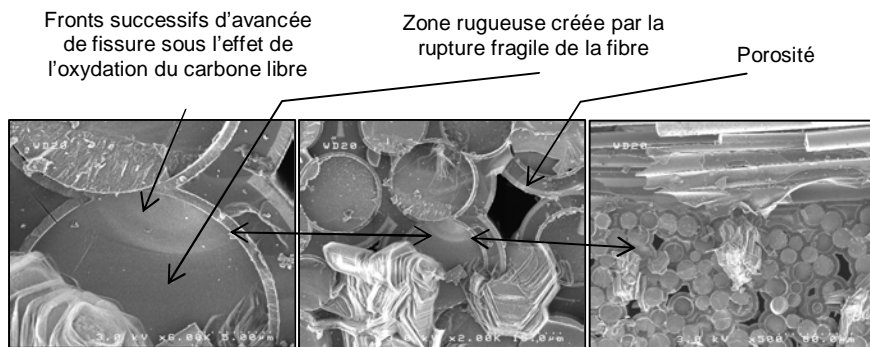
Ces résultats confirment que le phénomène de fissuration lente se produit au sein du composite lors de la fatigue statique sous air ambiant. Globalement, les faciès de fissuration sous critique sont constatés préférentiellement en périphérie des fils longitudinaux car la présence d'oxygène est plus importante en périphérie du fil longitudinal qu'au centre (**Figure III – 3**). Les fractographies révèlent l'existence de fissuration sous critique dans les fibres mais elles ne permettent pas d'évaluer précisément la proportion de fibres subissant la fissuration lente.

Dans le composite, la matrice protège les fibres de l'oxygène ce qui n'est pas le cas dans les fils seuls. A la différence des fils seuls, la rupture par fissuration sous critique ne concerne qu'une faible partition des fibres longitudinales de l'ensemble des fibres exposées à l'oxygène  $\Omega$  (**Figure III – 10**). Ce type de représentation illustre assez bien les effets du passage du fil au composite. Dans le fil seul, l'absence de matrice expose toutes les fibres à l'oxygène. Les ensembles  $\Sigma$  et  $\Omega$  sont identiques. Dans le fil seul, les interactions sont également très faibles (absence de contacts et de pontages interfibrés) et l'ensemble des fibres jointives est vide. Cette classification permet d'étudier l'influence des évolutions microstructurales et particulièrement le développement du réseau de jonctions, de porosités,....

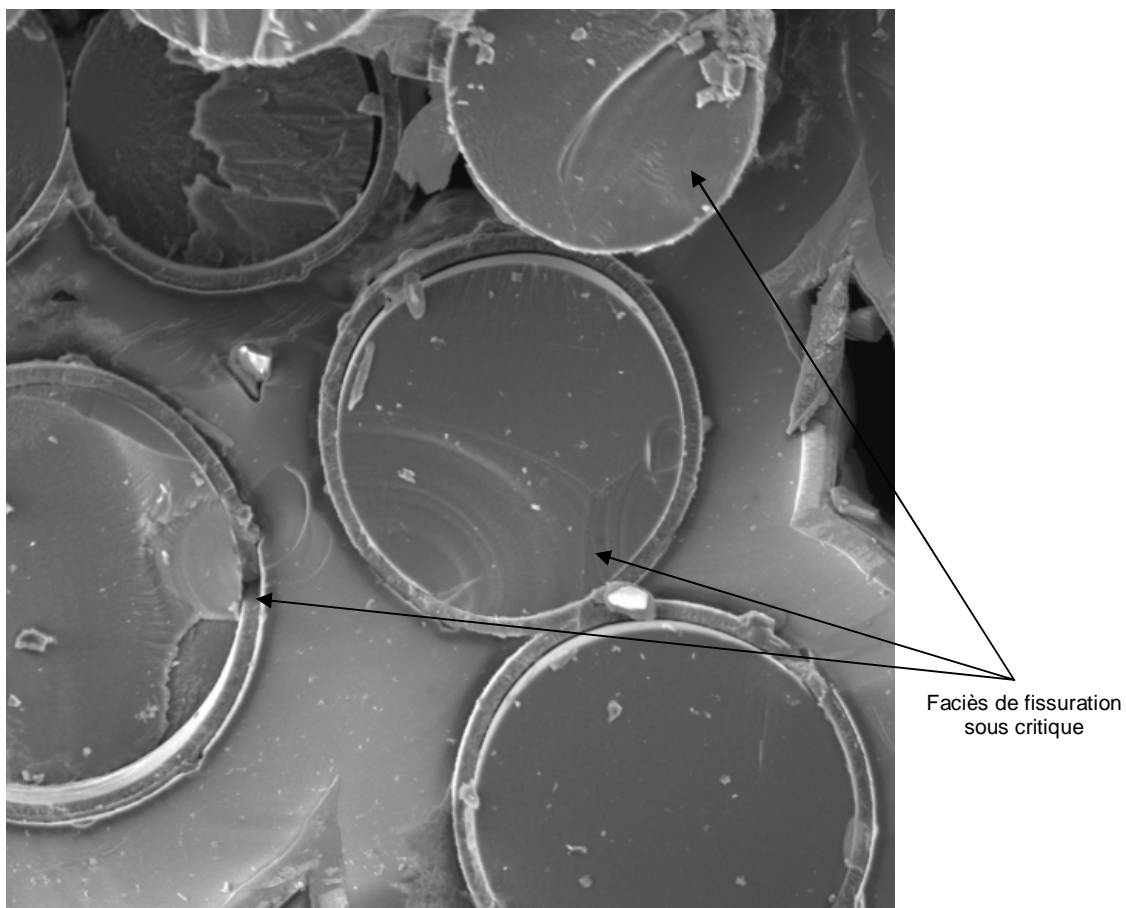
Lors du passage du régime fil au régime composite, la fissuration matricielle s'amplifie et la quantité de fibres exposées à l'oxygène augmente. Cette évolution microstructurale se traduit par une augmentation de la taille de l'ensemble  $\Omega$  (**Figure III – 11**).



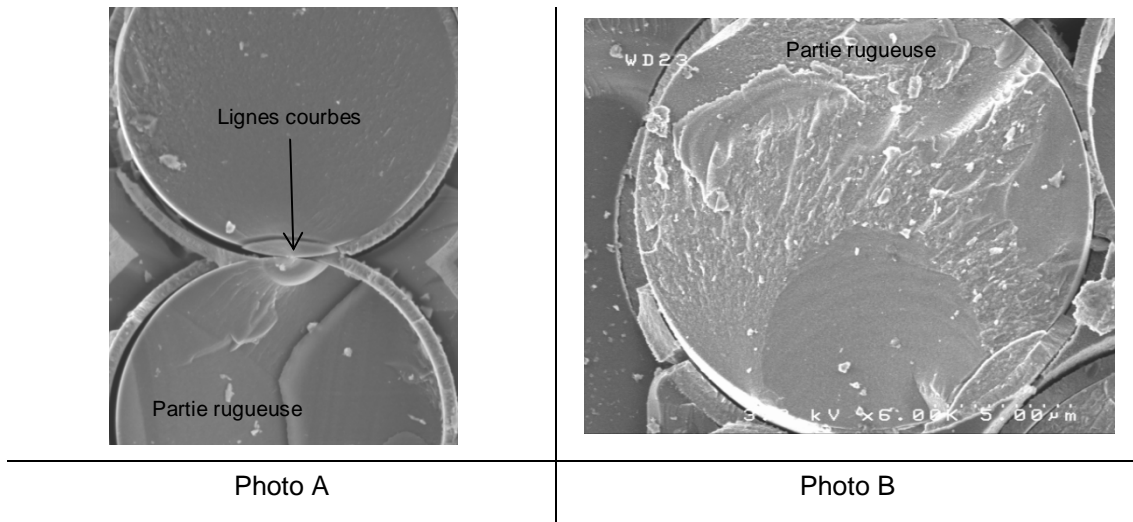
**Figure III – 2** Observation de faciès de fissuration sous critique sur différents échantillons. Présence de porosité au voisinage des faciès de fissuration sous critique. Photo A : présence de faciès lisses en contact avec un faciès de fissuration sous critique. Photo B : présence d'un contact entre le faciès de fissuration sous critique et un autre faciès.



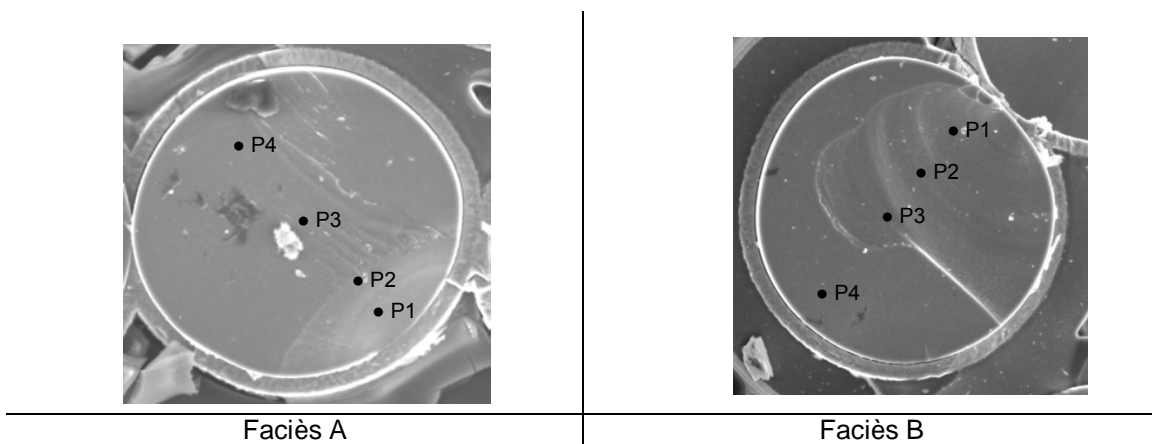
**Figure III – 3** *Faciès de fissuration sous critique observé sur une micrographie du composite réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB). Rupture après 109 h de fatigue à 500°C et 133MPa. Présence de la fissuration sous critique en périphérie de fil longitudinal et à proximité d'une porosité.*



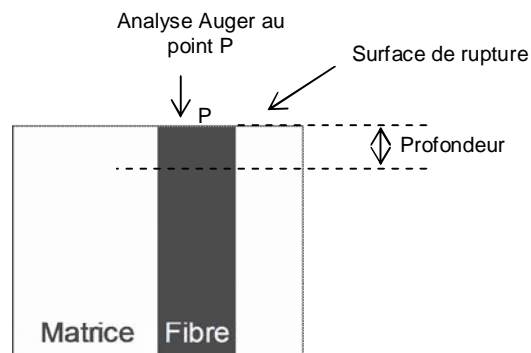
**Figure III – 4** *Microscopie qui démontre la présence de 3 faciès de fissuration sous critique dans un même fil longitudinal.*



**Figure III – 5** Illustration de la difficulté pour discriminer un faciès miroir et un faciès de fissuration sous critique. Photo A : la fibre du bas semble être un miroir par la présence d'une partie rugueuse. Pourtant des lignes courbes s'apparentent à des fronts d'avancée de fissure au niveau du contact entre les fibres. Photo B : faciès qui présente des fronts d'avancée de fissure typiques d'une fissuration sous critique et une zone rugueuse typique des miroirs.

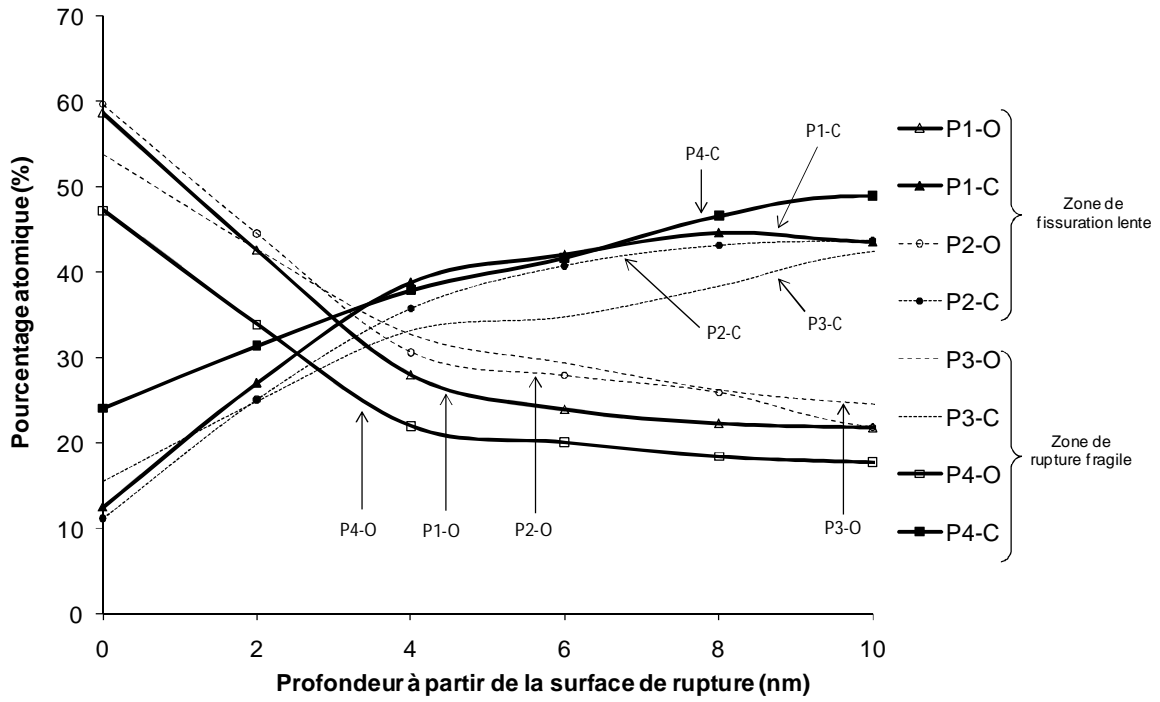


**Figure III – 6** Faciès de rupture de fibre dans différents échantillons après fatigue statique à chaud sous air ambiant destinés aux analyses Auger. Le faciès A s'apparente à un faciès de fissuration sous critique. Le faciès B n'est pas un faciès de fissuration sous critique.

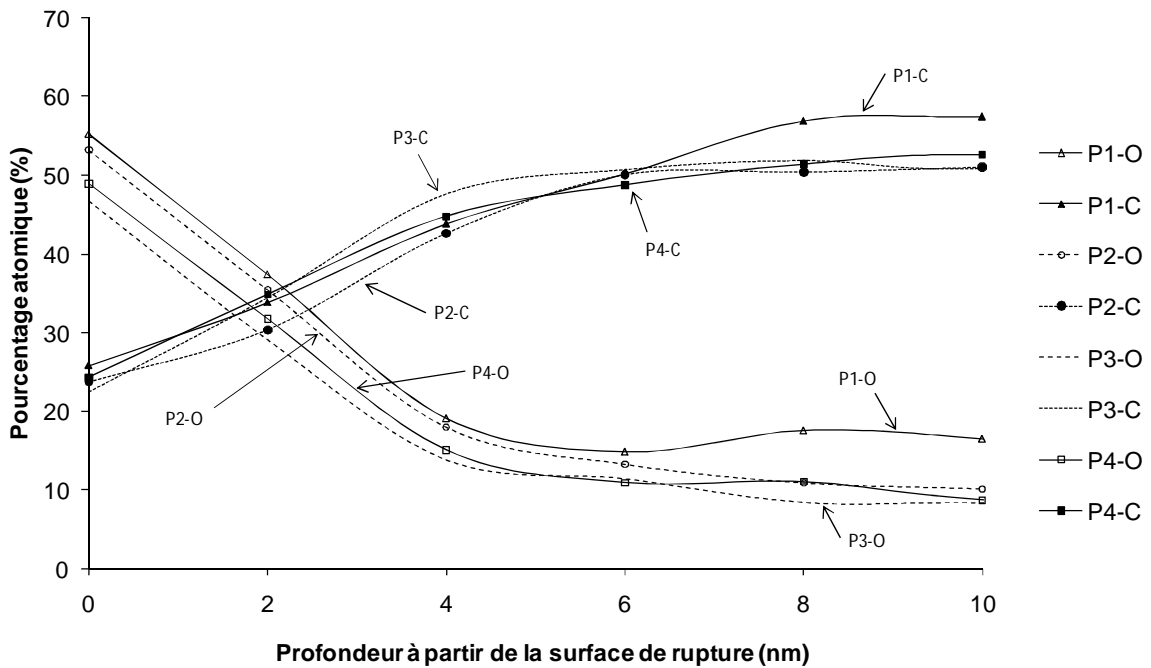


**Figure III – 7** Principe de l'analyse Auger pour la détermination de la composition chimique en fonction de la profondeur pour chaque point d'analyse.

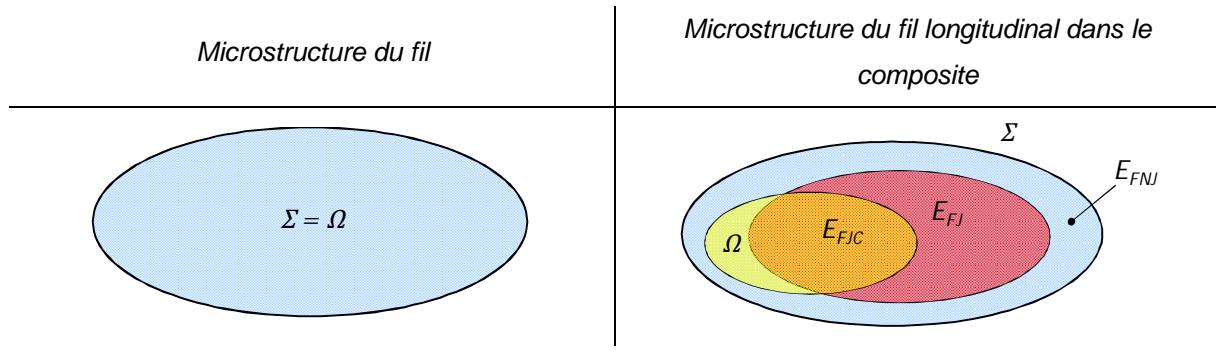




**Figure III – 8** Evolution, en fonction de la profondeur à partir de la surface de rupture, de la concentration en carbone et en oxygène pour différents points du faciès A. Mise en évidence de deux gradients de composition. 1<sup>er</sup> gradient : en chaque point, la composition s’enrichit en oxygène et s’appauvrit en carbone lorsque la profondeur diminue. 2<sup>e</sup> gradient à profondeur faible (courbes en gras) : en P1, la concentration d’oxygène et de carbone est respectivement supérieure et inférieure que celles mesurées en P4.



**Figure III – 9** Evolution, en fonction de la profondeur à partir de la surface de rupture, de la concentration en carbone et en oxygène pour différents points du faciès B. Mise en évidence d’un gradient unique de composition. En chaque point, la composition s’enrichit en oxygène et s’appauvrit en carbone lorsque la profondeur diminue.



$\Sigma$  : ensemble des fibres du fil longitudinal (contient  $k$  fibres)

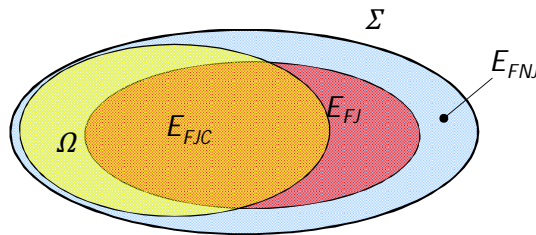
$\Omega$  : ensemble des fibres exposées à l'oxygène (contient les fibres subissant la fissuration sous critique et au plus  $\alpha_c \cdot k$  fibres)

$E_{FJ}$  : ensemble des fibres jointives dans le fil (comprend les paquets de fibres jointives)

$E_{FNI}$  : ensemble des fibres non jointives dans le fil

$E_{FJC}$  : ensemble des fibres jointives critiques dans le fil (jointives et subissant la fissuration sous critique, contient  $\rho_c \cdot k$ )

**Figure III – 10 Représentation de la microstructure à l'aide d'ensembles des classes de fibres au sein des fils longitudinaux. Prise en compte des interactions (contacts entre fibres) et de la fissuration sous critique. Mise en évidence des effets d'échelle lors du passage du fil au composite par l'apparition de contacts et de la protection matricielle.**



**Figure III – 11 Représentation de l'augmentation de l'ensemble  $\Omega$  lors du passage du régime composite au régime fil. La quantité de fibres exposées à l'oxygène augmente car la fissuration matricielle se développe.**

## 1.2. Faciès miroirs

### 1.2.1. Observations

Les faciès miroirs caractérisent la rupture fragile. La rupture fragile est engendrée par la présence de défauts originels au sein des fibres (**Figure III – 12**). La quantité de faciès miroirs est largement supérieure à la quantité de faciès de fissuration sous critique. La recherche des miroirs est nettement moins fastidieuse et beaucoup rapide que la recherche de faciès de fissuration sous critique.

Les miroirs sont généralement groupés et les groupes ne présentent pas d'arrangement particulier. Les groupes sont de taille aléatoire entre 1 et 10 fibres et leur position est variable : aussi bien au centre des fils longitudinaux qu'en périphérie, aussi bien au centre de l'échantillon qu'en surface (**Figure III – 13**). Un miroir peut être en contact avec un faciès lisse ou de fissuration sous critique (**Figure III – 14**). Lorsqu'ils ne sont pas jointifs, les miroirs ne sont quasiment jamais dans un plan identique et s'accompagnent d'une zone fortement chahutée avec un foisonnement de fibres déchaussées. La plupart des fibres, dont la rupture présente un miroir, est déchaussée et une décohésion entre fibre et matrice est observée (**Figure III – 15**).

La taille du miroir  $r$  (**Figure III – 16**) est liée à la contrainte de rupture par (**Eq. III – 1**) [Kirchner1974] [Morsher1997] [Davies2002] ce qui rend les observations *post mortem* très intéressantes pour caractériser la contrainte de rupture des fibres. Ce travail a d'ailleurs été mené sur fibre [Gauthier2007] et fil [Laforet2009]. 40 miroirs ont été recensés pour la mesure de  $r$ . Ces 40 miroirs sont choisis sur 5 échantillons différents. Le comptage est ainsi plus représentatif de la dispersion morphologique du composite. Ces 40 valeurs ont abouti au calcul de 40 contraintes de rupture de fibres. La distribution statistique expérimentale est calculée avec l'estimateur donné par (**Eq. III – 2**). La distribution expérimentale des contraintes de rupture des fibres présente une corrélation étroite avec la distribution des contraintes à rupture des fibres non endommagées à température ambiante (**Eq. III – 3**) [Gauthier2007]. Cette corrélation est montrée par la (**Figure III – 17**). Les valeurs numériques sont récapitulées dans (**Tableau III – 2**). Nous considérons la plus faible valeur de  $U$  (2,1 MPa.m<sup>0.5</sup>) afin de sous estimer les contraintes de rupture et de rester conservatif.

**Eq. III – 1**

$$\sigma_f = \frac{U}{\sqrt{r}}$$

$\sigma_f$  contrainte de rupture de la fibre,  $r$  rayon de courbure du faciès miroir,  $U$  constante liée au matériau, 2,1 MPa.m<sup>0.5</sup> ≤  $U$  ≤ 3,5 MPa.m<sup>0.5</sup> pour les fibres Hi-Nicalon [Bertrand1998] [Hurst et al.1995].

**Eq. III – 2**

$$p = \frac{i_{\sigma_f} - 0,5}{y}$$

$i_{\sigma_f}$  est le rang de  $\sigma_f$  parmi les  $y$   $\sigma_f$  classées par ordre croissant. ( $y = 40$ ).

**Eq. III – 3**

$$p = 1 - e^{\left[ -\frac{V}{V_0} \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right]}$$

$V = L_j \cdot S_{moy}$  volume de fibre considéré,  $L_j$  longueur de jauge,  $S_{moy}$  section moyenne de fibre,  $V_0$  volume de référence,  $\sigma_{of}$  et  $m_f$  paramètres de Weibull liés au matériau. Pour les fibres Hi-Nicalon à l'ambiante  $\sigma_{of} = 61$ MPa et  $m_f = 8$  [Gauthier2007].

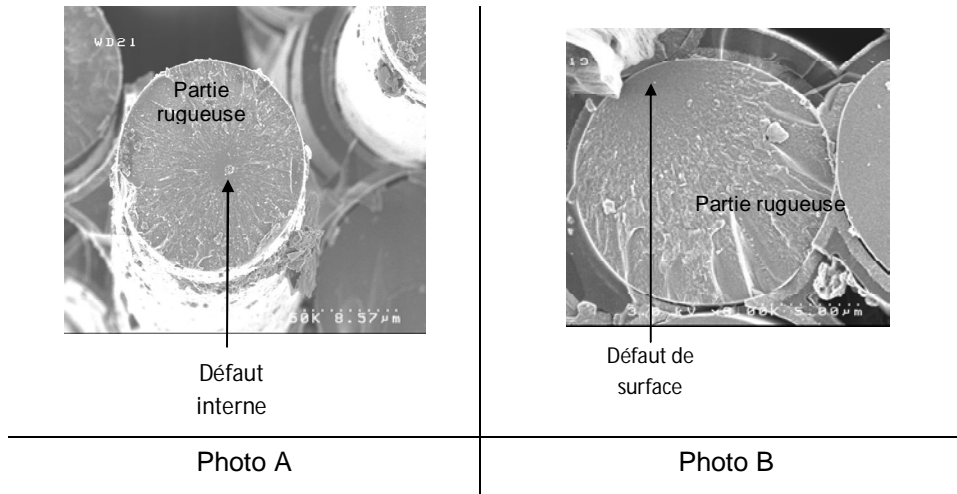
### 1.2.2. Interprétations

La corrélation observée entre les distributions statistiques des contraintes à rupture indique que les miroirs correspondent à des ruptures de fibres non endommagées. Le défaut responsable de la rupture fragile de la fibre ne subit aucune croissance sous l'effet de l'environnement. Si elle n'est pas engendrée par une dégradation induisant une diminution de contrainte à rupture, la rupture fragile des fibres à faciès miroir ne peut être due qu'à une augmentation locale des contraintes. Leur rupture

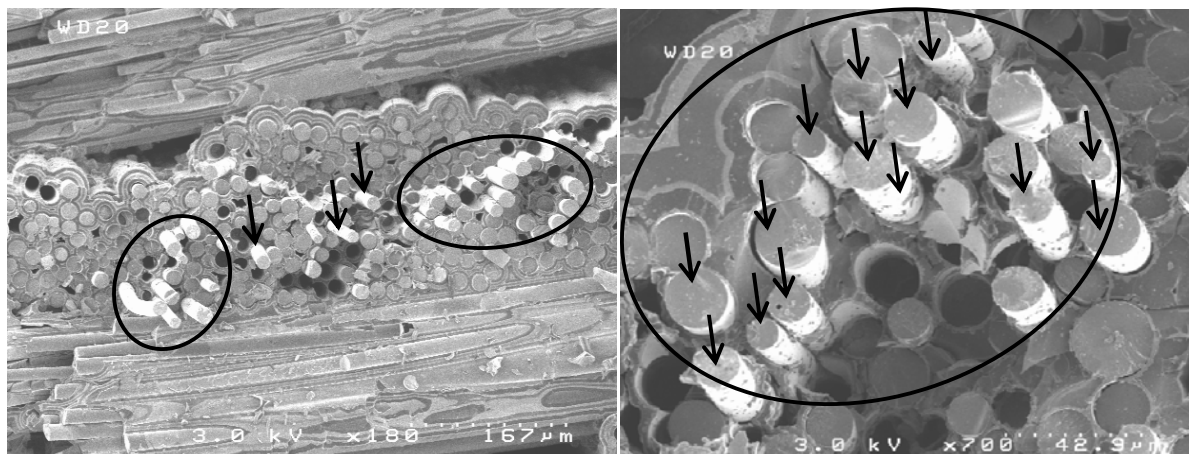
se produit lorsque la contrainte appliquée  $\sigma$  dans la fibre atteint la contrainte de rupture  $\sigma_f$  : c'est l'état de surcharge (**Figure III – 18**). L'augmentation de la contrainte appliquée, en fatigue statique à force imposée, est causée par le phénomène de recharge lorsque des fibres voisines rompent : c'est le partage de charge entre les fibres.

En fatigue statique à force imposée (inférieure à la force de rupture), le phénomène de recharge doit être amorcé par la rupture de fibres. Il ne peut apparaître de lui-même. La rupture de fibres non endommagées se produit donc après la rupture d'autres fibres qui subissent un endommagement ou une dégradation (par exemple fissuration sous critique). Puisqu'il nécessite d'être amorcé par la rupture de fibres endommagées, le phénomène de recharge n'est pas le mécanisme pilote. Pour amorcer les recharges, un autre mécanisme intervient avant la rupture de fibres non endommagées. Les fibres à faciès miroir ne sont donc pas les premières fibres cassées dans le composite au cours de la fatigue.

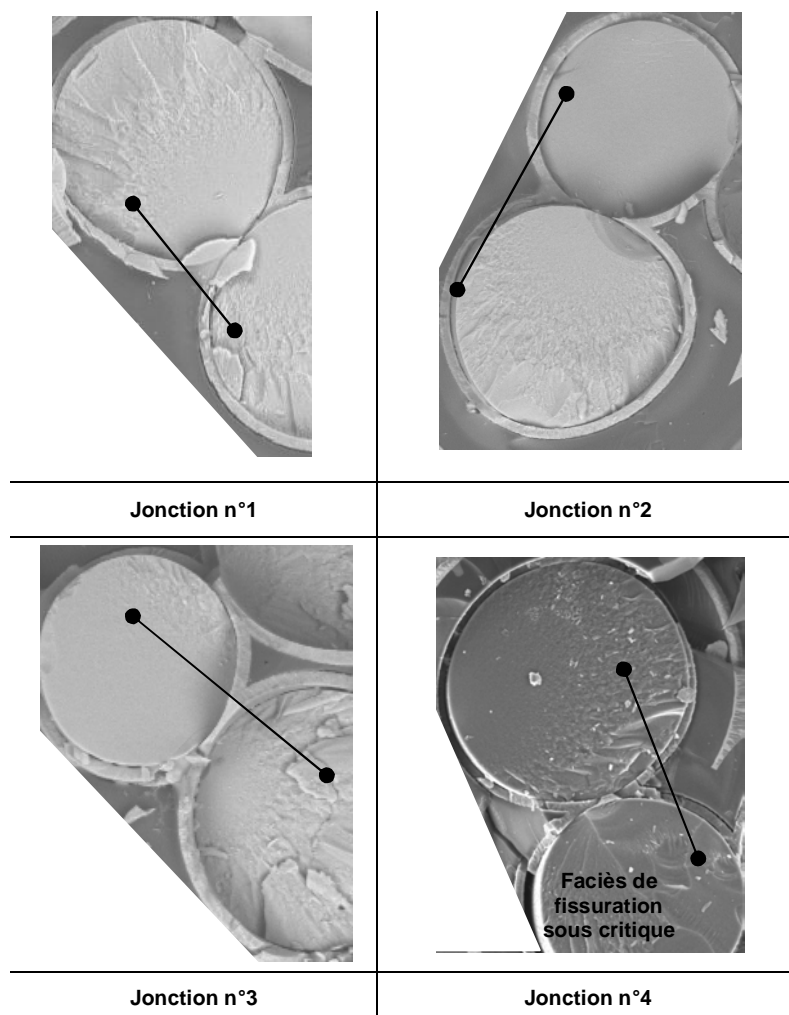
La rupture fragile de la fibre se produit au niveau du défaut le plus sévère. Le défaut le plus sévère a une position aléatoire dans la fibre. La position de la rupture est alors variable et les miroirs ne se situent pas tous à une hauteur identique. Cette variabilité dans la position du défaut le plus sévère explique pourquoi les faciès miroirs sont associés à des zones chahutées avec des fibres déchaussées.



**Figure III – 12** Microscopie illustrant la morphologie des miroirs. **Photo A** : la rupture de la fibre est amorcée par un défaut interne. **Photo B** : la rupture de la fibre se produit à partir d'un défaut de surface.



**Figure III – 13** Illustration de la présence groupée de miroirs. La répartition des groupes ne présente pas d'arrangement particulier. La taille des groupes varie d'une seule fibre à une dizaine de fibres. Ces cercles représentent les groupes de miroirs et les flèches montrent les miroirs seuls. Les groupes peuvent être au centre du fil longitudinal ou en périphérie.



**Figure III – 14** Observation de deux types de jonctions avec les miroirs. La jonction n°1 montre deux miroirs jointifs. Les jonctions n°2 et n°3 montrent des jonctions entre un miroir et un faciès lisse. La jonction n°4 montre une jonction entre un miroir et un faciès de fissuration sous critique.

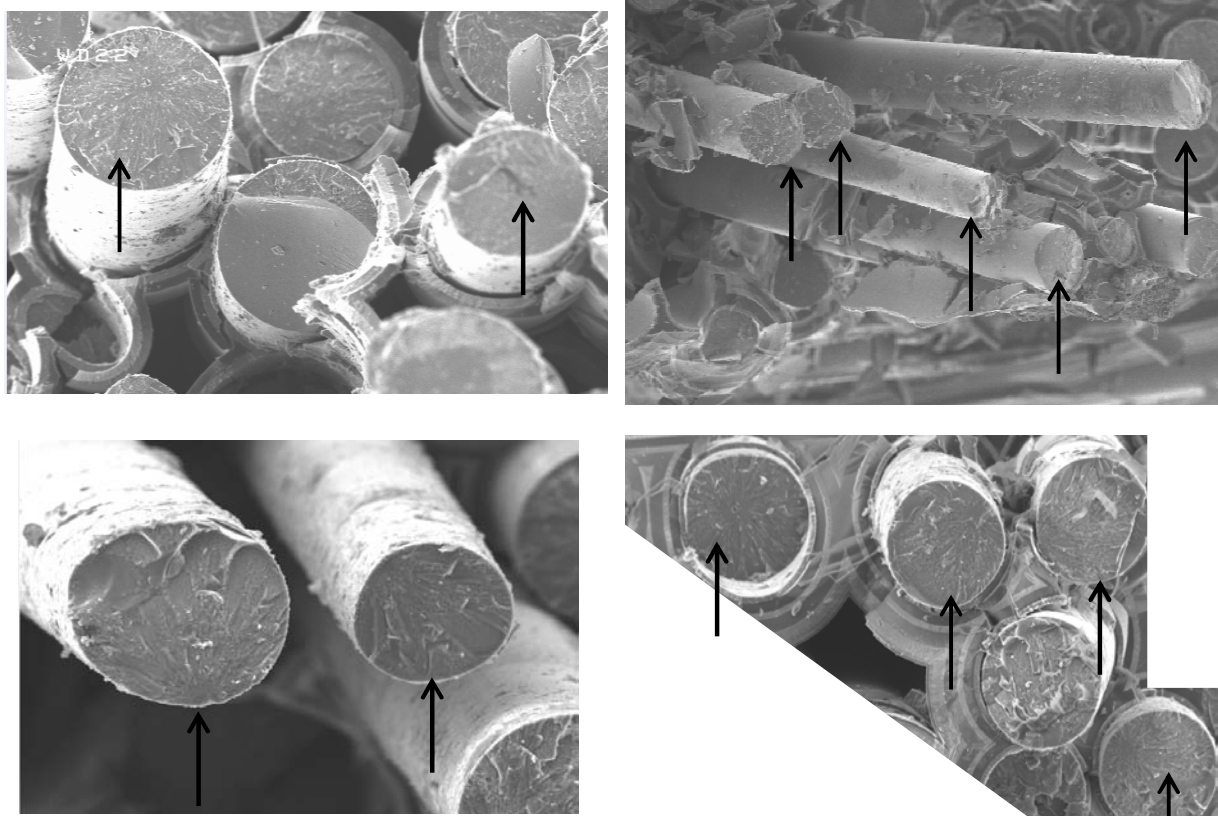


Figure III – 15 Illustration des décohésions entre fibres et matrice en présence de miroirs. Sur chaque photo, les fibres qui présentent un miroir sont déchaussées et leur rupture n'intervient pas dans un plan identique. Les miroirs sont fléchés.

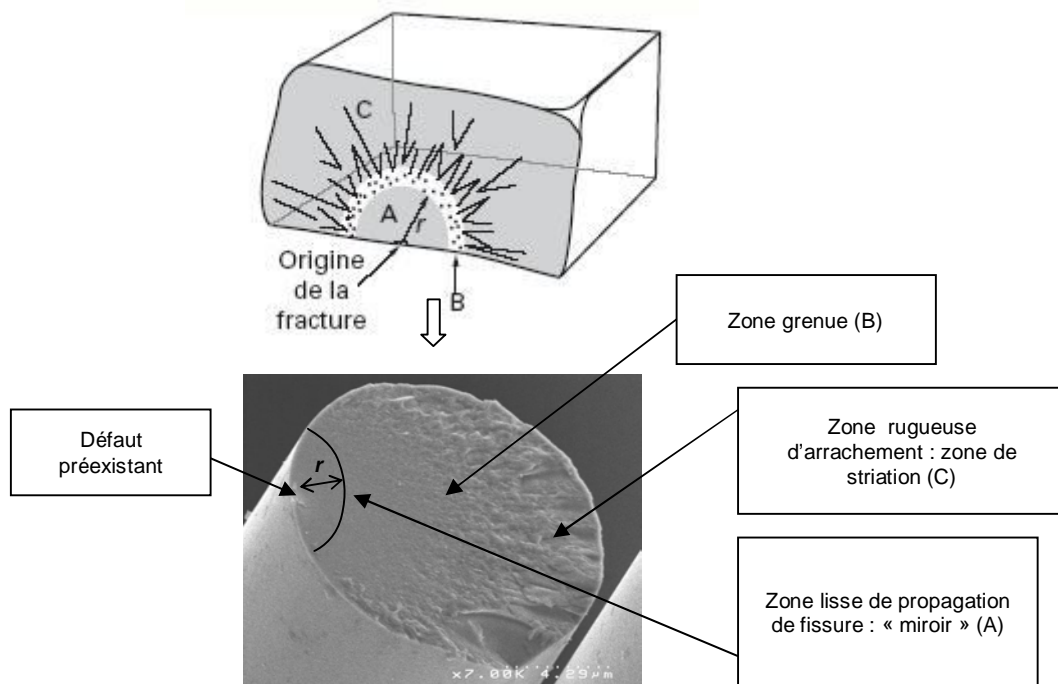
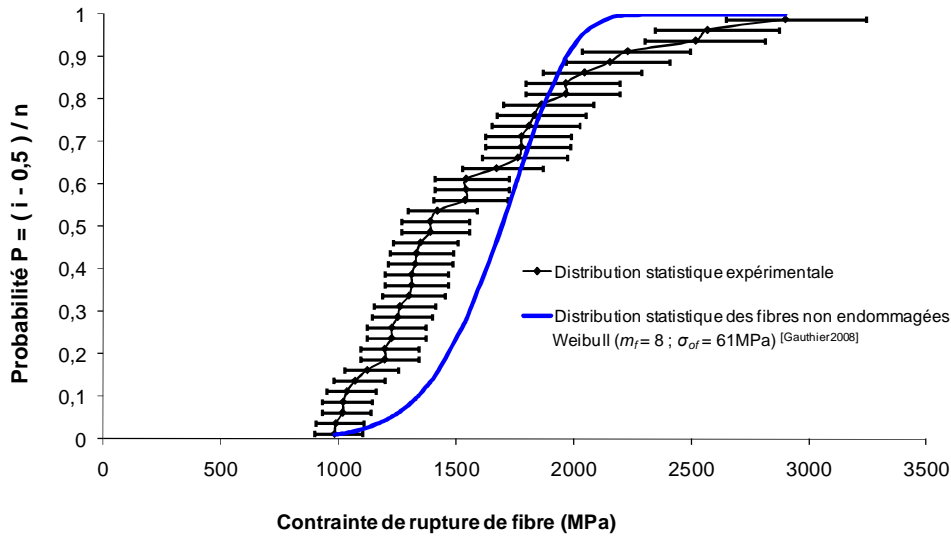


Figure III – 16 Mesure de la taille des miroirs sur une fibre SiC Hi-Nicalon [Gauthier2007] pour le calcul de la contrainte de rupture de la fibre.



**Figure III – 17 Comparaison entre la distribution statistique expérimentale des contraintes de rupture de fibres et la distribution théorique des contraintes de rupture des fibres à l’ambiante. La distribution théorique est une loi de Weibull et correspond aux fibres non endommagées [Gauthier2008]. La distribution expérimentale est calculée à partir de la taille des miroirs. Une bonne corrélation est observée entre les deux distributions.**

$\sigma_{of}$ (MPa) [Gauthier2008]	61	$V_o$ (m <sup>3</sup> )	1
$m_f$ [Gauthier2008]	8	$L_j$ (m)	0,025
$U$ (MPa. m <sup>0,5</sup> )	2,1	$S_{moy}$ (m <sup>2</sup> )	$7,85 \cdot 10^{-11}$
$y$	40	$V = L_j \cdot S_{moy}$ (m <sup>3</sup> )	$1,96 \cdot 10^{-12}$

**Tableau III – 2 Valeurs numériques employées pour établir la distribution statistique des contraintes de rupture de fibres.**

$$\left[ \frac{\sigma}{\sigma_f} \right]_t < 1 \xrightarrow{\text{Recharges}} \left[ \frac{\sigma}{\sigma_f} \right]_{t+dt} \geq 1$$

Etat non surchargé                      Etat de surcharge

$\sigma|_{t+dt} = \sigma|_t + \Delta\sigma$  : augmentation de la contrainte dans les fibres sous l’effet des recharges.

$\sigma_f|_{t+dt} = \sigma_f|_t = cste$  : contrainte de rupture constante dans les fibres à faciès miroir.

**Figure III – 18 Description explicite du phénomène de recharge qui conduit à la surcharge de fibres non endommagées et à l’apparition de faciès miroir.**

### 1.3. Faciès lisses

#### 1.3.1. Observations

Les faciès lisses présentent une morphologie typique sans défaut et sans front d'avancée de fissure (**Figure III – 19**). Ils sont les plus faciles à discriminer parmi les trois types de faciès présentés. Ils sont nombreux et leur recherche est nettement moins fastidieuse comparé aux faciès de fissuration sous critique. La principale particularité des faciès lisses, qui fait leur grande différence avec les miroirs, est qu'ils appartiennent à un plan identique. Les faciès lisses sont observés sur des fibres non déchaussées et dans des zones peu chahutées sans foisonnement de fibres déchaussées (**Figure III – 20**).

Les faciès lisses présentent une disposition groupée. Les faciès lisses peuvent être en contact entre eux mais aussi avec des miroirs ou des faciès de fissuration sous critique. Les groupes ne présentent pas d'arrangement particulier. Ils se rencontrent en périphérie de fil longitudinal ou à cœur (**Figure III – 21**). Les observations démontrent également que la position des faciès lisses n'est pas influencée par la position du fil longitudinal dans l'éprouvette en composite. Les faciès lisses sont aussi bien observés en bord d'éprouvette qu'à cœur (**Figure III – 20**).

La taille des groupes est variable et peut aller de 2 à 15 fibres selon les cas. Dans la section d'un fil longitudinal, la quantité de paquets peut aller jusqu'à 20. Un comptage de la taille de paquet a été mené pour identifier la distribution statistique de la taille des paquets de faciès jointifs. Le comptage intègre les trois types de faciès et s'appuie sur quatre fils différents appartenant chacun à des échantillons différents (**Tableau III – 3**). La principale difficulté du comptage est de trouver un compromis entre un grandissement suffisamment fort permettant de voir les jonctions et un grandissement assez faible pour que l'image reste représentative de toute la population des paquets. Lorsque le grandissement est trop important (c'est le cas pour notre comptage), il est nécessaire de juxtaposer les clichés ce qui complique la démarche et introduit des erreurs de comptage. Le comptage visuel introduit également des erreurs liées à la subjectivité. C'est le cas lorsqu'il faut statuer sur l'existence d'une jonction ou non entre deux faciès voisins, et cette situation est relativement fréquente (environ 2 fois sur 5). Les erreurs de subjectivité sont d'autant plus nombreuses lorsque l'on étudie les fractographies qui présentent un certain relief. Il est impossible d'observer certaines zones du composite car la profondeur de champ du microscope présente une limite. Bien que la préparation des échantillons soit rigoureuse, de nombreuses pollutions sont présentes sur les clichés ce qui empêche de réaliser un comptage correct. Les pollutions peuvent être des résidus de verre borosilicate ou des débris issus du choc induit par la rupture (**Figure III – 22**). Elles empêchent de distinguer certaines fibres. Malgré une préparation rigoureuse et soignée des échantillons, le comptage visuel sur des fractographies est sujet à d'importantes sources d'erreur difficilement contrôlables. Pour cette raison, le comptage n'a pas été étendu à une grande quantité de fils longitudinaux. La distribution des tailles de paquet (**Figure III – 23**) ne peut être considérée comme absolument représentative de la morphologie microstructurale du composite.



### 1.3.2. Interprétations

Les faciès lisses sont observés sur les fibres jointives et dans un même plan. Les paquets de fibres jointives n'ont pas de géométrie et de disposition particulière dans les fils.

L'absence de front d'avancée de fissure et de défaut sur les faciès lisses signifie que la rupture des fibres à faciès lisse est provoquée par un phénomène extérieur à ces fibres. Ce phénomène est la propagation instantanée d'une fissure qui traverse la fibre. Lorsque des fibres jointives sont traversées par une fissure, il apparaît un groupe de faciès lisses jointifs. Pour que la fissure traverse le paquet de fibres, sa propagation se fait de proche en proche entre les fibres via les jonctions interfibrées (**Figure III – 24**). La présence de faciès lisses appartenant à un plan identique révèle que la propagation de la fissure est rectiligne et orthogonale à l'axe de sollicitation, ce qui est cohérent avec <sup>[Lamon2005] [Pailler2004] [Forio2000]</sup>. La présence de faciès lisses groupés indique la rupture instantanée de paquets de fibres. La taille des groupes de faciès lisses augmente lorsque le nombre de jonctions augmente.

La présence de jonctions implique que la rupture d'une fibre dans un paquet entraîne la rupture instantanée du paquet, ce qui favorise les instabilités en éliminant des fibres non endommagées et de faible criticité ( $\frac{\sigma}{\sigma_f} \ll 1$ ). Le mécanisme de rupture par paquet est donc un phénomène très nocif pour la tenue du composite. Il est un processus d'endommagement mécanique.

Outre l'élimination de fibres saines, la rupture par paquet amplifie les recharges des fibres non rompues car la fatigue statique est réalisée à force imposée. La rupture d'une fibre dans un paquet de fibres jointives induit une recharge qui dépend de la taille du paquet. Cette recharge générée est égale à la somme des forces supportées par les fibres du paquet avant sa rupture. Cette recharge augmente la contrainte appliquée dans les fibres non rompues et peut conduire à la surcharge de certaines d'entre elles. La surcharge est d'autant plus probable lorsque la recharge augmente, c'est-à-dire lorsque la taille de paquet augmente.

La rupture de fibres par paquets est amorcée soit par une surcharge, soit par une propagation instantanée de fissure via les jonctions. Le seul mécanisme pouvant activer ces 2 types d'amorçage est la fissuration sous critique. Cette conclusion est corroborée par l'observation de jonctions entre faciès lisses et faciès de fissuration sous critique. La fissuration sous critique est alors un mécanisme pilote responsable de l'activation de la cinétique d'endommagement en fatigue.

Le taux de fibres jointives  $\eta$  est un paramètre morphologique introduit pour caractériser les jonctions interfibrées (**Eq. III – 4**). Le nombre de fibres jointives  $n_{FJ}$  dépend à la fois de la taille et du nombre de paquets de fibres jointives dans le fil longitudinal (**Eq. III – 5**). Pour un taux de fibres jointives donné, plusieurs configurations microstructurales sont possibles (**Figure III – 25**). En pratique, nous nous fixerons un taux de fibres jointives à partir duquel nous calculerons le nombre de fibres jointives dans le fil longitudinal  $n_{FJ}$ . Une analyse d'image en coupe biaisée menée à Snecma Propulsion Solide, a permis de dégager un taux de fibres jointives d'environ 45% dans les fils longitudinaux.

**Eq. III – 4**

$$\eta = \frac{n_{FJ}}{n}$$

$\eta$  taux de fibres jointives,  $n_{FJ}$  nombre de fibres jointives dans le fil longitudinal,  $n$  nombre total de fibres dans le fil longitudinal.

Eq. III – 5

$$\eta = \frac{\sum_{k=1}^{k=v} T_k}{n} = \frac{v_{moy} \cdot T_{moy}}{n}$$

$\eta$  taux de fibres jointives,  $n$  nombre de fibres dans le fil longitudinal,  $T_{moy}$  taille moyenne de paquet,  $v_{moy}$  effectif moyen des paquets de taille  $T_{moy}$ .

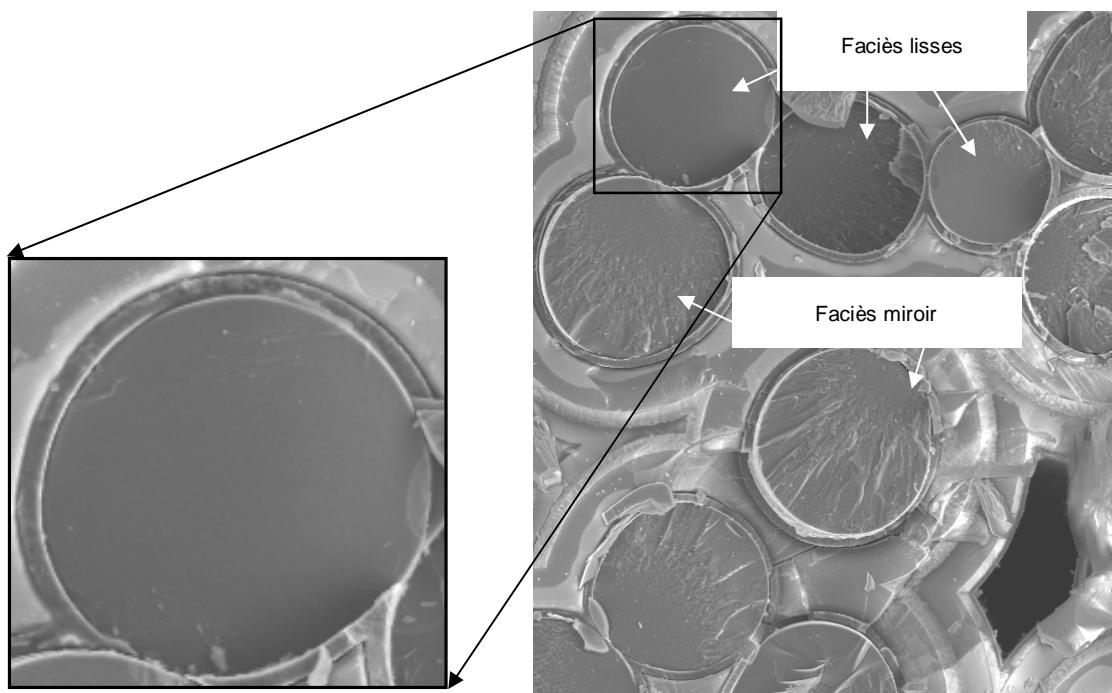


Figure III – 19 Comparaison entre un faciès lisse et un faciès miroir. Les faciès lisses sont jointifs et dans un plan identique. Mise en évidence de l'absence de défaut et de front d'avancée de fissure sur les faciès lisses.

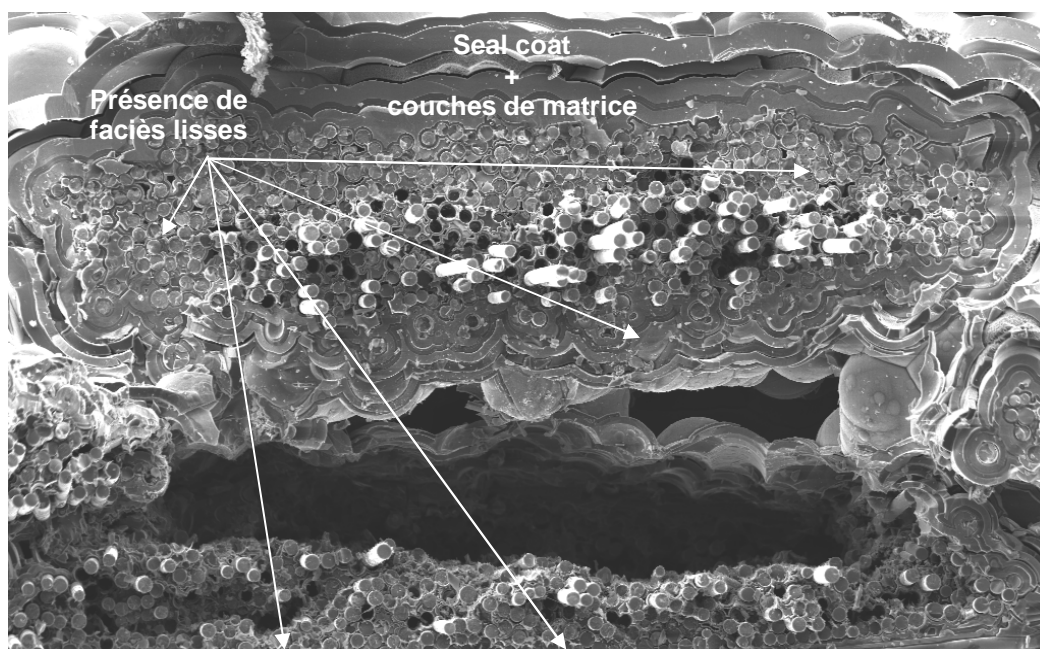
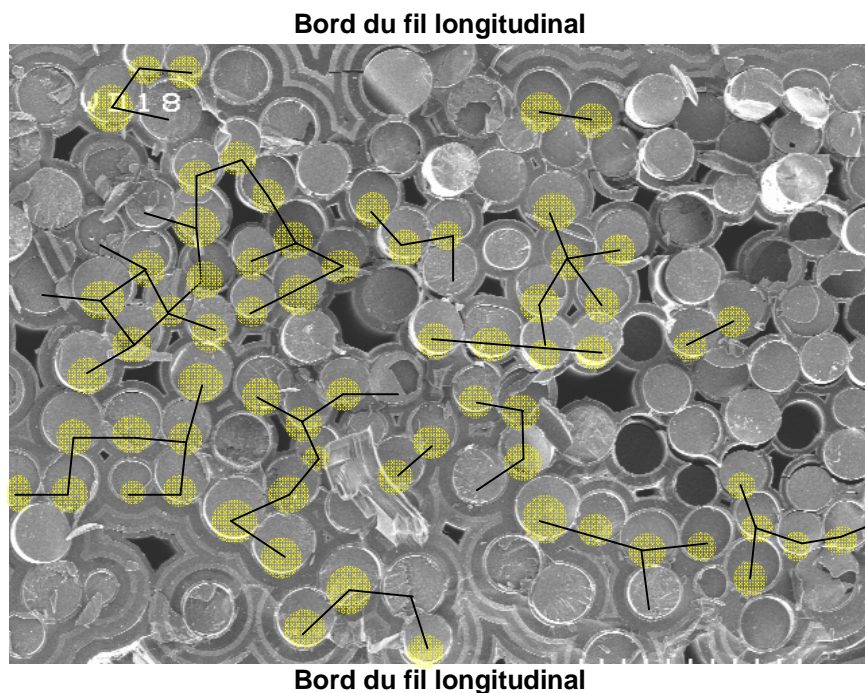


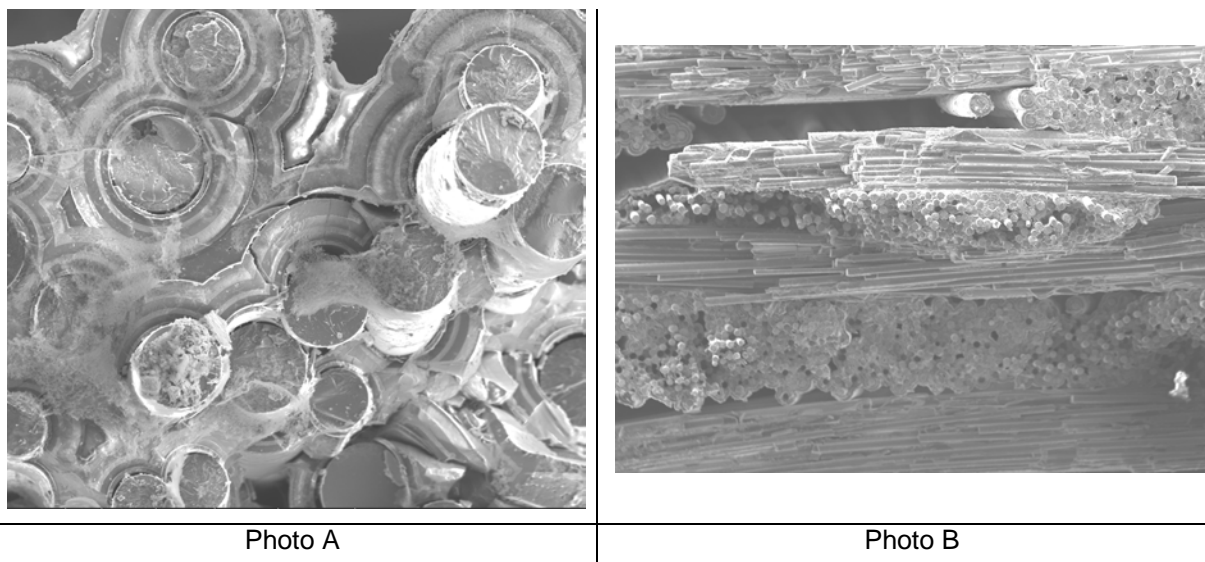
Figure III – 20 Micrographie illustrant la corrélation entre la présence de faciès lisses et de zones peu chahutées (absence de foisonnement). Les faciès lisses sont dans un plan identique et leur position est aussi bien en périphérie de fil longitudinal qu'au centre. Pas d'influence observable des couches de matrice sur la densité de faciès lisses.



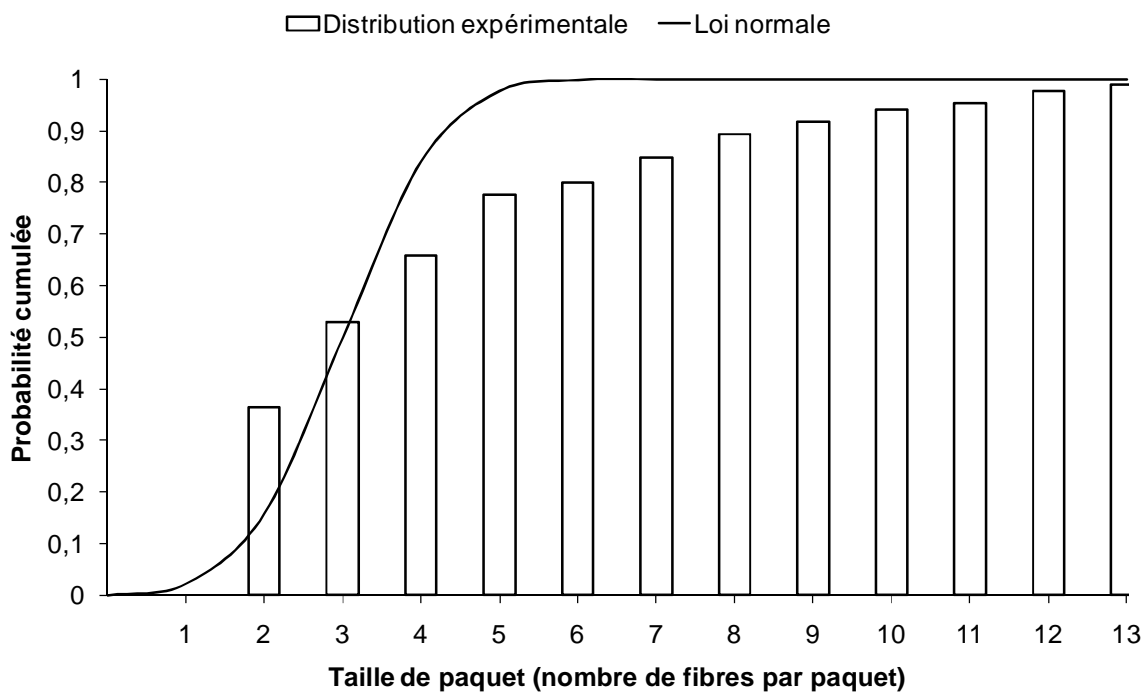
**Figure III – 21** Micrographie d'une section de fil longitudinal illustrant la présence de faciès lisses (colorés en jaunes). Les traits noirs indiquent le réseau de jonctions entre les faciès lisses qui forment des paquets. Certains faciès lisses sont jointifs avec un miroir dans certains paquets. La taille, la disposition et l'arrangement des paquets sont aléatoires. Pas de présence préférentielle des faciès lisses entre le bord et le cœur du fil longitudinal.

Taille de paquet	Référence échantillon					Nombre de paquets recensés $N$	$p = \frac{N}{\sum N}$
	A410 - 2 - 006	A410 - 2 - 007	A410 - 2 - 009	A410 - 2 - 03	A410 - 2 - 08		
1	0	0	0	0	0	0	0
2	3	9	8	3	8	31	0,369
3	0	5	5	1	3	14	0,536
4	4	3	1	0	2	10	0,655
5	2	1	3	2	0	8	0,75
6	0	0	1	1	0	2	0,774
7	1	0	1	0	2	4	0,821
8	1	0	3	1	1	6	0,893
9	1	0	0	0	1	2	0,917
10	0	0	1	1	0	2	0,94
11	0	1	0	0	0	1	0,952
12	0	0	0	0	2	2	0,976
13	0	0	1	0	0	1	0,988
14	0	0	0	0	0	0	0,988
15	0	0	0	0	0	0	0,988
16	1	0	0	0	0	1	1
						$\sum N = 84$	

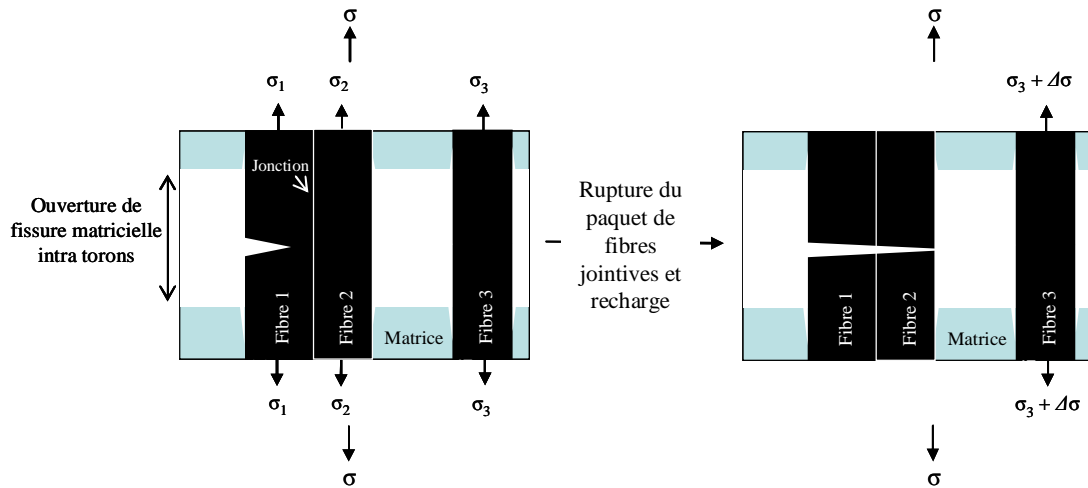
**Tableau III – 3** Valeurs issues du comptage de la taille des paquets sur quatre échantillons différents. Construction de la distribution statistique expérimentale des tailles de paquet par l'estimateur  $p$ . Au total 84 paquets ont été recensés. La taille moyenne de paquet est de 3 fibres (taille pour laquelle  $p \approx 0,5$ ).



**Figure III – 22** Mise en évidence de la présence de pollution (verre borosilicate) qui empêche la réalisation correcte du comptage et l’observation des faciès de fibre (Photo A). Illustration du relief important qui perturbe la qualité du comptage (Photo B).



**Figure III – 23** Comparaison entre la distribution statistique expérimentale de la taille des paquets et la loi normale de moyenne 3 et d’écart type 1. Mise en évidence d’une bonne corrélation entre les deux distributions. La taille des paquets est décrite par une loi normale.



**Figure III – 24 Schématisation de la propagation de fissure de proche en proche entre les fibres via les jonctions. La fissure dans la fibre se propage dans la fibre 2 via la jonction. La rupture du paquet (fibre 1 + fibre 2 ) engendre la recharge des fibres non rompues (fibre 3) au sein des fils longitudinaux au cours de la fatigue statique. La rupture de la fibre 1 suffit pour éliminer la fibre 2.**

	$\eta = \frac{n_{FJ}}{n} = \frac{7}{10} = 70\%$
	$\eta = \frac{n_{FJ}}{n} = \frac{7}{10} = 70\%$
	$\eta = \frac{n_{FJ}}{n} = \frac{7}{10} = 70\%$

**Figure III – 25 Schématisation des fibres jointives dans la section d'un fil longitudinal. Pour un taux de fibres jointives fixé plusieurs configurations microstructurales sont possibles. Dans chaque configuration, le nombre de paquets et la taille des paquets ne sont pas systématiquement identiques.**

## **2. Rupture et cinétique d'endommagement en fatigue statique en traction uniaxiale**

### **2.1. La rupture du composite contrôlée par les fils longitudinaux**

Les fils longitudinaux forment un système d'éléments en parallèle qui supportent une force identique. En fatigue statique en traction uniaxiale à force imposée, la rupture d'un fil engendre la recharge des fils non rompus. La rupture d'un fil est déclenchée lorsqu'une fraction de fibres rompues  $\alpha_c$  est atteinte. La rupture du composite est déclenchée lorsque la proportion de fils rompus atteint la fraction critique  $\gamma_c$  : c'est l'instabilité, les fils non rompus ne peuvent plus supporter la charge appliquée au composite.

D'après la relation de Coleman (**Eq. III – 6**), la fraction critique  $\gamma_c$  est inférieure ou égale à 5% pour les valeurs numériques du (**Tableau III – 4**). Ce résultat démontre que la rupture du composite est déclenchée par une faible quantité de fils longitudinaux. Dans notre cas, la rupture de 7 fils suffit pour rompre le composite.

Comme les fibres, les fils présentent des jonctions. Sous l'effet des jonctions, la rupture d'un fil engendre la rupture d'un paquet de fil par propagation instantanée de fissure. Le calcul par (**Eq. III – 6**) (**Eq. III – 7**) surestime la valeur de  $\gamma_c$ .

Pour la suite, nous considérerons que la rupture du composite est déclenchée par la rupture d'un seul fil ( $\gamma_c \cong 1\%$ ). Ce critère de rupture est conservatif, il sera employé en fatigue statique et en traction monotone.

**Eq. III – 6** 
$$\gamma_c \leq 1 - e^{-\frac{1}{m}}$$

$m$  est le module équivalent de Weibull des contraintes de rupture des fils,  $\gamma_c$  la fraction critique de fils longitudinaux rompus dans l'éprouvette en composite.

$m \geq 20$  d'après <sup>[Lamon2005]</sup> <sup>[Laforet2009]</sup> et les simulations de traction monotone par le modèle mécanique probabiliste. Il vient (**Eq. III – 7**).

**Eq. III – 7** 
$$\gamma_c \leq 5\%$$

D'après ce critère de rupture, la durée de vie de l'éprouvette en composite est la durée de vie du fil le plus faible. La durée de vie du fil le plus faible correspond au temps  $t_r$  au terme duquel la fraction de fibres rompues  $\alpha$  atteint une valeur critique  $\alpha_c$  <sup>[Gauthier2007]</sup> <sup>[Laforet2009]</sup> (**Eq. III – 8**).  $\alpha_c$  est la fraction critique de fibres rompues parmi l'ensemble des fibres longitudinales du fil (**Eq. III – 9**). Lorsque  $\alpha$  atteint  $\alpha_c$ , les fibres non cassées ne peuvent plus supporter le report d'effort ce qui entraîne leur rupture et la rupture brutale du fil : c'est l'instabilité. La rupture de fibres par paquets est amorcée par la rupture des premières fibres subissant la fissuration sous critique. Les ruptures par paquets ont pour effet d'accélérer l'augmentation de  $\alpha$  dans le temps. Pour atteindre  $\alpha = \alpha_c$ , il suffit de rompre

quelques fibres par fissuration sous critique. Ces quelques fibres rompues par fissuration sous critique représentent une proportion  $\varphi_c < \alpha_c$  parmi l'ensemble des fibres du fil. Pour rompre le fil, la fraction totale de fibres rompues doit atteindre  $\alpha_c$ . En présence de paquets, il suffit de rompre une proportion  $\varphi_c \leq \alpha_c$  de fibres par fissuration sous critique pour atteindre  $\alpha = \alpha_c$ .  $\alpha_c$  est induite par une fraction critique  $\varphi_c$  de fibres rompues par fissuration sous critique (**Eq. III – 10**). Finalement, la durée de vie du composite est le temps au terme duquel la proportion de fibres rompues par fissuration sous critique  $\varphi$  atteint  $\varphi_c$  <sup>[Gauthier2007] [Forio2000]</sup> (**Eq. III – 11**). Cette relation met en exergue la nocivité des ruptures de fibres par paquet sur la tenue du composite.

**Eq. III – 8**  $t_r = t(\alpha = \alpha_c)|_{\Sigma}$

**Eq. III – 9**  $\alpha_c = \alpha_c|_{\Sigma}$

**Eq. III – 10**  $\alpha_c|_{\Sigma} = \varphi_c|_{\Sigma} + \rho_c|_{\Sigma}$

**Eq. III – 11**  $t_r = t(\varphi = \varphi_c)|_{\Sigma}$

$\varphi$  fraction de fibres rompues par fissuration sous critique dans le fil longitudinal (sur  $\Sigma$ ),  $\rho$  fraction de fibres rompues sous l'effet de ruptures par paquets dans le fil longitudinal,  $\alpha$  fraction totale de fibres rompues dans le fil longitudinal,  $t_r$  le temps de rupture ou durée de vie du dans le fil longitudinal donc de l'éprouvette en composite.

La rupture du composite est contrôlée par les fibres longitudinales puisque le composite est en régime fil. Comme pour la durée de vie, la contrainte de rupture est la contrainte pour laquelle la fraction de fibres rompues atteint la valeur critique  $\alpha_c$  (**Eq. III – 12**). Une définition en fonction d'une fraction  $\varphi_c$  n'a donc pas d'intérêt.

**Eq. III – 12**  $\sigma_c^R = \sigma_c(\alpha = \alpha_c)|_{\Sigma}$

$\gamma_c$ (%)	1
$\alpha_c$ (%) <sup>[Laforet2009] [Gauthier2007] [Calard2002]</sup>	12
$\varphi_c$ (%) <sup>[Gauthier2007] [Forio2000]</sup>	4
$m$ <sup>[Lamon2005] [Laforet2009] [Calard2002]</sup>	20 – 30

**Tableau III – 4 Valeurs numériques employées pour les critères de rupture du composite. Ces valeurs sont identifiées par des essais à température ambiante.**

**2.2. Cinétique d'endommagement**

Par les fractographies, les processus physiques et thermomécaniques d'endommagement responsables de la rupture différée du composite ont été identifiés. Ces derniers concernent les fibres longitudinales et présentent une hiérarchie car certains sont activés par d'autres. La chronologie et la

prédominance des processus d'endommagement sont décrites par la cinétique d'endommagement. La cinétique définit également la vitesse à laquelle le composite s'endommage.

La rupture d'une fibre longitudinale se produit lorsque la contrainte qu'elle supporte atteint sa contrainte de rupture. La rupture des fibres compte 3 origines :

- la fissuration sous critique qui diminue la contrainte de rupture par croissance de défaut. Elle dépend du temps et induit les phases d'endommagement stable;
- la surcharge provoquée par un report d'effort après rupture de fibres voisines. Elle est instantanée et induit les phases d'endommagement instable ;
- la propagation de fissure via les jonctions. Elle est instantanée et induit les phases d'endommagement instable.

Ces 3 phénomènes sont responsables de l'augmentation de la fraction de fibres longitudinales rompues  $\alpha$  au cours de la fatigue. La fissuration sous critique est le mécanisme pilote car elle est le seul mécanisme qui puisse amorcer la propagation de fissure et/ou les reports d'efforts. En fatigue statique, la première fibre casse par fissuration sous critique. Cette rupture provoque une recharge des fibres non rompues. Cette recharge est variable car la fissuration sous critique peut intervenir soit dans une fibre individuelle (recharge faible), soit dans une fibre jointive au sein d'un paquet de fibres (recharge élevée car rupture par paquet). La recharge est gouvernée par la taille du paquet de fibres rompues. Parmi les fibres rechargées, certaines peuvent supporter la recharge, d'autres atteignent un état de surcharge qui entraîne leur rupture. Les ruptures de fibre sont d'autant plus probables lorsque la recharge de fibres augmente. Lorsque les fibres sont surchargées, elles rompent instantanément et génèrent à leur tour des recharges jusqu'à obtenir un état d'équilibre. L'état d'équilibre correspond à la configuration où toutes les fibres rechargées supportent l'augmentation de contrainte sans être surchargées. Seule la fissuration sous critique peut de nouveau perturber un tel état d'équilibre en causant la rupture d'au moins une fibre. Il se produit alors une nouvelle séquence de rechargement. Cette séquence de rechargement aboutit soit à un nouvel état d'équilibre, soit à la rupture du composite par emballement du phénomène de surcharges. L'emballement du phénomène de surcharge se produit lorsque les recharges génèrent systématiquement des ruptures de fibres. Un état d'équilibre est alors impossible. L'emballement des surcharges engendre la rupture du fil longitudinal, donc celle de l'éprouvette en composite. L'augmentation des recharges favorise l'emballement. Or, les recharges dépendent de la taille des paquets de fibres rompues, donc la taille des paquets contrôle l'apparition de l'emballement. Plus la taille des paquets augmente, plus l'emballement est précoce et la rupture du composite rapide.

Cette description de la cinétique d'endommagement démontre que les mécanismes d'endommagement sont séquentiels et chronologiques (**Figure III – 26**). Plus les phases de fissuration sous critique sont longues, plus la durée de vie augmente. Pour augmenter la durée de vie en fatigue, 3 possibilités sont envisageables. La première consiste à empêcher la fissuration sous critique, ce qui permet d'avoir une durée de vie infinie car la cinétique n'est jamais amorcée. Cette voie a conduit au développement des matrices cicatrisantes qui limitent l'accès de l'oxygène aux fibres pour retarder la fissuration sous critique. La seconde possibilité est d'éliminer les jonctions interfibres pour empêcher les ruptures par paquets. Cette piste est complexe à mettre en œuvre car elle nécessite de revoir le



process d'élaboration du composite qui est le principal responsable des jonctions. La troisième est de privilégier les sollicitations à déformation imposée. Lors de rupture de fibres, les survivantes ne sont pas rechargées de sorte que  $\rho_c|_{\Sigma} = 0$ .

La cinétique d'endommagement est séquencée comme suit :

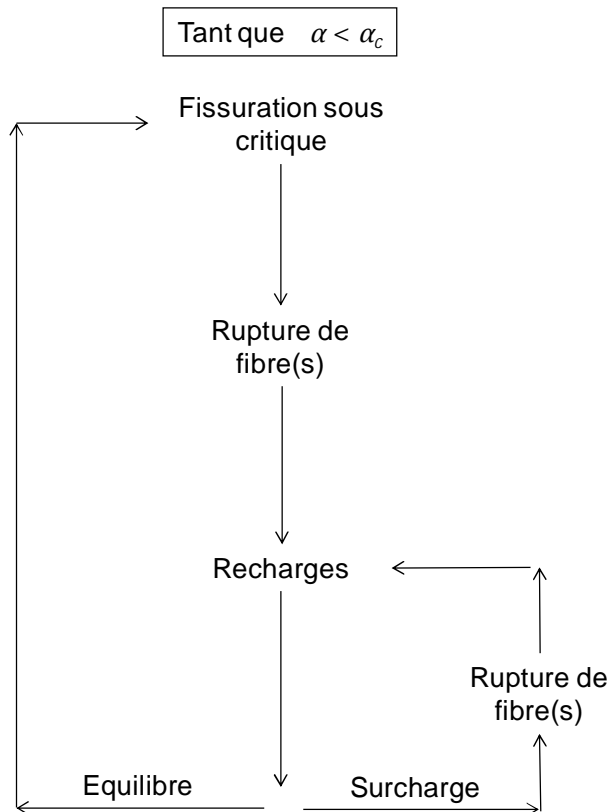
- Etape 1 : rupture de la fibre critique (par fissuration sous critique ou surcharge).
- Etape 2 : recharge des fibres en interaction avec la fibre rompue. Lors de la rupture de la fibre au rang  $k$ , la fibre au rang  $i$ , de section  $S_i$ , reprend un incrément de charge noté  $\Delta\sigma_{ki}$ . La recharge des fibres se traduit, dans le modèle, par une augmentation  $\Delta\sigma_{ki}$  de la contrainte appliquée  $\sigma_i$ , sur les fibres survivantes (**Figure III – 27**). La modélisation prend en compte les conditions d'équilibre. La somme des recharges des fibres survivantes est égale à la charge qui n'est plus supportée par les fibres rompues (**Eq. III – 13**).

**Eq. III – 13**

$$\sum \Delta\sigma_{ki} \cdot S_i = \sum F_k \text{ ( fibres rompues)}$$

$\Delta\sigma_{ki}$  incrément de contrainte dans la fibre  $i$  après rupture de la fibre  $k$ ,  $S_i$  section de la fibre  $i$ ,  $F_k$  force appliquée sur la fibre  $k$  avant sa rupture.

- Etape 3 : fissuration sous critique des fibres rechargées jusqu'à leur rupture, ce qui engendrera l'instabilité suivante (retour à l'étape 1).



**Figure III – 26 Schématisation de la cinétique d'endommagement du composite en fatigue. Mise en évidence de la chronologie des mécanismes d'endommagement. Le premier mécanisme est la fissuration sous critique qui est le processus pilote.**

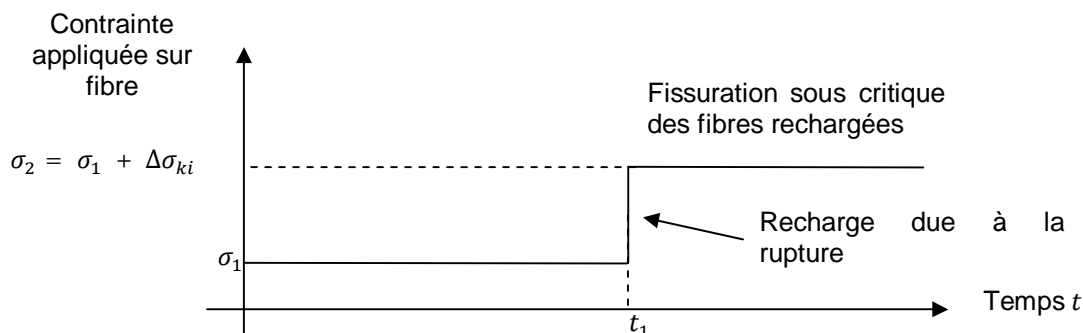


Figure III – 27 Recharge des fibres survivantes dans un paquet de fibres avec interactions

### 2.3. Sources de variabilité

L'identification de la cinétique d'endommagement en fonction de la microstructure laisse entrevoir plusieurs sources de dispersion de la durée de vie du composite. Ces sources de dispersion interviennent certainement sur le comportement mécanique en traction monotone uniaxiale.

La taille des paquets apparaît comme un paramètre important qui gouverne le report d'efforts sur les fibres survivantes. Or, les reports d'efforts pilotent l'endommagement mécanique des fibres et leur rupture. Les micrographies ont révélé que la taille de paquet est très variable, ce qui implique une forte variabilité dans le processus de recharge des fibres non rompues, donc sur la vitesse d'endommagement des fils longitudinaux. La fraction critique de fibres rompues est atteinte plus ou moins rapidement, ce qui induit une dispersion de la durée de vie du composite.

Une autre source de dispersion est introduite par la matrice qui influence le partage de charge entre les fibres, le champ de contraintes dans les fils selon son état de fissuration et retarde la fissuration sous critique. Dans son rôle de retardateur de la fissuration sous critique, la matrice intègre deux fonctions. Elle est une barrière de diffusion pour l'oxygène et limite la surface de fibre exposée à l'environnement. L'amorçage de la fissuration lente au niveau d'un défaut en surface de fibre dépend alors de la fissuration matricielle et de la distribution spatiale de la population des défauts dans les fibres.

Les sources de dispersion sont introduites par la proportion de fibres jointives, la proportion de fibres sujettes à la fissuration sous critique et la taille des paquets. La microstructure figure donc comme une source importante de variabilité de la durée de vie et du comportement mécanique. Or, la microstructure est fixée par les phases d'élaboration, ce qui permet de conclure que la tenue du composite est contrôlée dès son élaboration.

### **3. Conclusions**

Les fractographies révèlent que la cinétique d'endommagement du composite en fatigue à haute température fait intervenir trois mécanismes de rupture de fibres longitudinales qui sont :

- la fissuration sous critique sur une très faible proportion de fibres ;
- la rupture de fibre individuelle ou par paquet (non jointives) sous l'effet de surcharge ;
- la rupture de fibres jointives par paquet sous l'effet d'une propagation de fissure.

La fissuration sous critique apparaît comme le mécanisme pilote qui amorce la cinétique d'endommagement en entraînant la rupture des premières fibres au cours de la fatigue et/ou la propagation de fissure

Les ruptures de fibres par paquet sont très nocives car elles augmentent le report de charge sur les fibres non rompues et éliminent des fibres non endommagées. La présence de défauts dans les fibres n'est pas l'unique cause de leur rupture. Les jonctions gouvernent également les ruptures de fibre en permettant la propagation instantanée de fissure de proche en proche entre les fibres.

La microstructure introduit les sources de dispersion de la durée de vie et du comportement mécanique du composite. Ces sources de dispersion sont la proportion de fibres jointives, la proportion de fibres sujettes à la fissuration sous critique et la taille des paquets.

# Chapitre 4

## Modélisation micro-macro : un modèle mécanique-probabiliste pour la prévision

### Introduction

La mise en service de pièces en CMC soulève de nombreuses problématiques liées à la prévision de leur durée de vie. Au cours de la fatigue, le composite est sujet à la propagation de dommage aux échelles les plus fines. Ce dommage concerne particulièrement les renforts fibreux microscopiques et va commander la rupture différée du composite aux températures intermédiaires (500°C - 800°C). La cinétique d'endommagement est amorcée par la fissuration sous critique de fibres qui déclenche la rupture de fibres par paquets. La fissuration sous critique des fibres longitudinales est le mécanisme pilote. La base du modèle est établie sur la description de ce phénomène. L'approche multi-échelle transpose le phénomène de croissance lente de défauts de fibres à l'échelle du composite en intégrant les effets d'échelles qui introduisent deux mécanismes :

- les ruptures de fibres paquets dues aux jonctions ;
- le partage global de charge qui se caractérise par la recharge des fibres non rompues.

Une modélisation micro-macro est proposée pour décrire la cinétique d'endommagement du composite en fatigue statique en traction uniaxiale. Une description statistique de la microstructure est réalisée à partir des observations fractographiques. Les mécanismes d'endommagement sont décrits dans un modèle mécanique probabiliste qui calcule l'évolution de la population de défauts de fibres sous l'effet de la cinétique d'endommagement. 2 principaux résultats sont calculés : les diagrammes d'endurance SPT (Strength-Probability-Time) et l'évolution de la contrainte de rupture résiduelle. Ces derniers sont employés pour les prévisions de durée de vie du matériau en fatigue et sont en accord avec les durées de vie expérimentales. Les simulations confirment que la microstructure introduit des sources importantes de dispersion de la durée de vie. Elles démontrent également l'effet de champs de températures et de contraintes non uniformes.

## 1. Description statistique de la microstructure

### 1.1. Les défauts

L'entité fondamentale employée pour décrire la cinétique d'endommagement est le défaut. Dans le composite, deux types de défauts coexistent : les défauts de fibres et les défauts matriciels. Chacune des deux familles de défauts est représentée par la distribution des contraintes élémentaires des défauts. La contrainte élémentaire est la contrainte à appliquer sur un élément de volume contenant un défaut pour engendrer sa propagation et la rupture. Ce concept est développé dans [Lamon2007]. Plus la taille de défaut augmente, plus la contrainte élémentaire est faible. Sous l'effet de l'endommagement, les défauts croissent et provoquent des fissures, ce qui engendre une évolution de la distribution des contraintes élémentaires.

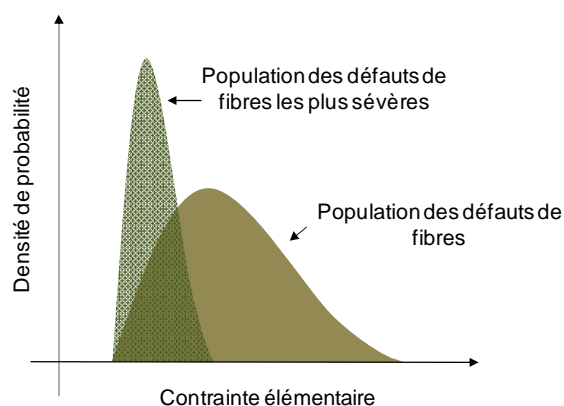
Lorsque la fibre est sollicitée en traction uniaxiale, le défaut le plus sévère est le défaut le plus gros. Le défaut le plus sévère fixe la contrainte de rupture de la fibre en traction uniaxiale. La population des défauts de fibres les plus sévères représente une partition de la population des défauts présents dans les fibres et *a fortiori* de la population des défauts présents dans le composite (**Figure IV – 1**). Elle correspond à la population des contraintes de rupture des fibres. Les contraintes de rupture des fibres sont les valeurs extrêmes inférieures des contraintes élémentaires des défauts de fibres. La population des défauts dans les fibres est supposée unimodale.

La rupture de fibres intervient lorsque la contrainte élémentaire du défaut critique est atteinte. Elle est commandée par le couple contrainte appliquée  $\sigma_j$  – contrainte de rupture  $\sigma_{f_j}$  dans la fibre  $j$  :

$$\sigma_j \geq \sigma_{f_j} : \text{rupture de la fibre } j$$

$$\sigma_j < \sigma_{f_j} : \text{pas de rupture de la fibre } j$$

La matrice participe à la reprise des efforts pour les faibles contraintes. Lorsque le chargement du composite augmente, les défauts matriciels sont éliminés successivement et la matrice subit une multifissuration. Pour une sollicitation imposée constante (fatigue statique) la matrice est dans un état de fissuration stable. Un certain nombre de défauts matriciels a été éliminé. La distribution des défauts matriciels est alors supposée figée. Seuls les défauts dans les fibres longitudinales évoluent dans le temps et dictent la durée de vie du matériau.



**Figure IV – 1 Représentation des populations de défauts de fibres par les distributions statistiques des contraintes élémentaires : importance des défauts les plus sévères qui fixent la distribution des contraintes de rupture des fibres.**

## 1.2. Distribution statistique des contraintes appliquées sur fibre : dispersion du chargement des fibres

Le chargement des fibres au sein du composite est dispersé et sa description constitue une difficulté majeure. Deux approches peuvent être distinguées pour aborder cette question. La première consiste à considérer chaque fibre et à étudier son chargement dans un réseau très complexe faisant intervenir des interactions interfibre quasi impossibles à déterminer. Cette approche fibre à fibre est peu réaliste car elle nécessite la détermination de grandeurs locales non identifiables, du réseau d'interactions et des conditions locales d'équilibre.

La deuxième approche se base sur les déformations afin de relier plus facilement les sollicitations entre le composite et les fils longitudinaux dans le régime composite. Pour cette raison un raisonnement en « force » est effectué à déformation constante : la déformation du fil longitudinal (assimilable à un minicomposite) est égale à la déformation du composite (**Figure IV – 2**). La force appliquée au composite  $F_c$  entraîne une déformation  $\varepsilon$  du matériau. Les fils longitudinaux, assimilables à des minicomposites, supportent une force  $F_f(\varepsilon)$  déterminée par les courbes de traction monotone sur minicomposite. La force appliquée au fil longitudinal est égale à la somme des forces supportées par les  $n$  fibres dans le fil. Cette méthode fait intervenir une seule condition d'équilibre global sur le fil (**Eq. IV – 1**).

La contrainte dans chaque fibre varie d'une fibre à une autre car les fibres ne sont pas toutes tendues de manière identique. De plus, les sections de fibres peuvent varier notablement d'une fibre à une autre. Au sein d'une même fibre, la contrainte varie car la section n'est pas constante le long de la fibre. Sur sa longueur, la fibre peut aussi subir des irrégularités de chargement qui génèrent des surcontraintes, notamment au niveau des décohésions fibre-matrice. Pour introduire ces effets, le chargement des fibres est décrit de manière statistique. La force  $F_i$  dans chaque fibre est une variable aléatoire qui suit une distribution statistique de moyenne  $F_{moy}|_{fibre}$  et d'écart type  $\chi_F$ . 3 hypothèses sont posées :

- la distribution des forces appliquées sur les fibres est supposée Gaussienne ;
- la fibre la moins chargée supporte une force nulle :  $F_{min}|_{fibre} = 0$  ;
- les forces sur fibre sont réparties équitablement de part et d'autre de la moyenne.

La moyenne des forces sur fibre est calculée à partir de la force sur le fil longitudinal et du nombre  $n$  de fibres dans le fil (**Eq. IV – 2**). La distribution étant Gaussienne, l'estimation de l'écart type par (**Eq. IV – 3**) est permise. En fonction de la contrainte efficace sur composite, il est désormais possible de déterminer la distribution statistique des forces sur fibre dans les fils longitudinaux (**Figure IV – 3**). Cette distribution alimentera le modèle mécanique probabiliste.

La dispersion de la contrainte dans les fibres est obtenue en combinant la variabilité de la section des fibres et la variabilité de la force appliquée sur les fibres. La contrainte dans une fibre  $i$  du fil longitudinal est donnée par (**Eq. IV – 4**). La section des fibres Hi-Nicalon est une variable aléatoire. Le diamètre des fibres suit une loi normale de moyenne  $15,8 \mu\text{m}$  et d'écart type  $2,8 \mu\text{m}$  <sup>[Farizy2002]</sup>. La contrainte moyenne dans les fibres est donnée par (**Eq. IV – 5**). L'écart type de la contrainte dans les fibres est donné par (**Eq. IV – 6**).

**Eq. IV – 1** 
$$F_f(\varepsilon) = \sum_{i=1}^{i=n} F_i$$

$F_f(\varepsilon)$  force appliquée au fil longitudinal pour une déformation macroscopique  $\varepsilon$  engendrée par une force  $F_c$  appliquée sur le composite,  $n$  nombre de fibres dans le fil longitudinal.

**Eq. IV – 2** 
$$F_{moy}|_{fibre} = \frac{F_f(\varepsilon)}{n}$$

$F_{moy}|_{fibre}$  moyenne des forces sur fibre dans le fil longitudinal,  $F_f(\varepsilon)$  force appliquée au fil longitudinal pour une déformation macroscopique  $\varepsilon$  engendrée par une force  $F_c$  appliquée sur le composite,  $n = 500$  nombre de fibres dans le fil longitudinal.

**Eq. IV – 3** 
$$\chi_F \simeq \frac{F_{moy}|_{fibre} - F_{min}|_{fibre}}{3}$$

$\chi_F$  écart type des forces appliquées sur fibre dans le fil longitudinal,  $F_{min}|_{fil}$  force minimale appliquée sur fibre ou force supportée par la fibre la moins chargée.

**Eq. IV – 4** 
$$\sigma_i = \frac{F_i}{S_i}$$

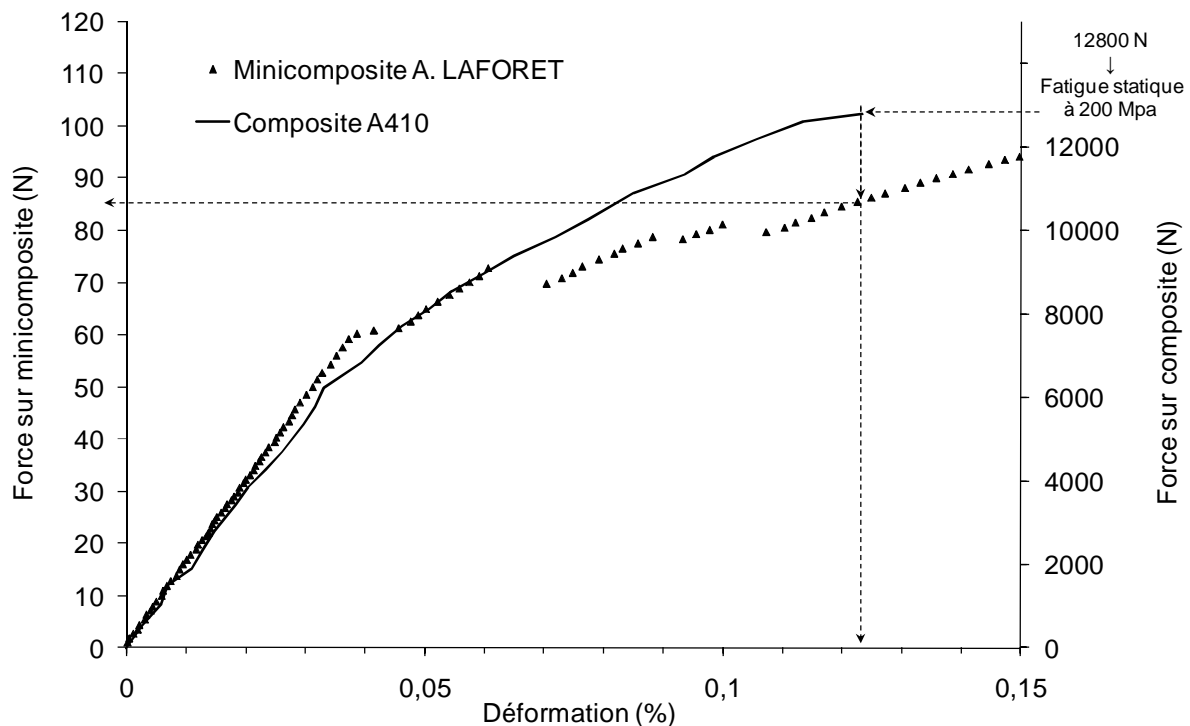
$\sigma_i$  contrainte dans la fibre  $i$ ,  $F_i$  force appliquée sur la fibre  $i$ ,  $S_i$  section de la fibre  $i$ .

**Eq. IV – 5** 
$$\sigma_{moy} = \frac{F_{moy}|_{fibre}}{S_{moy}}$$

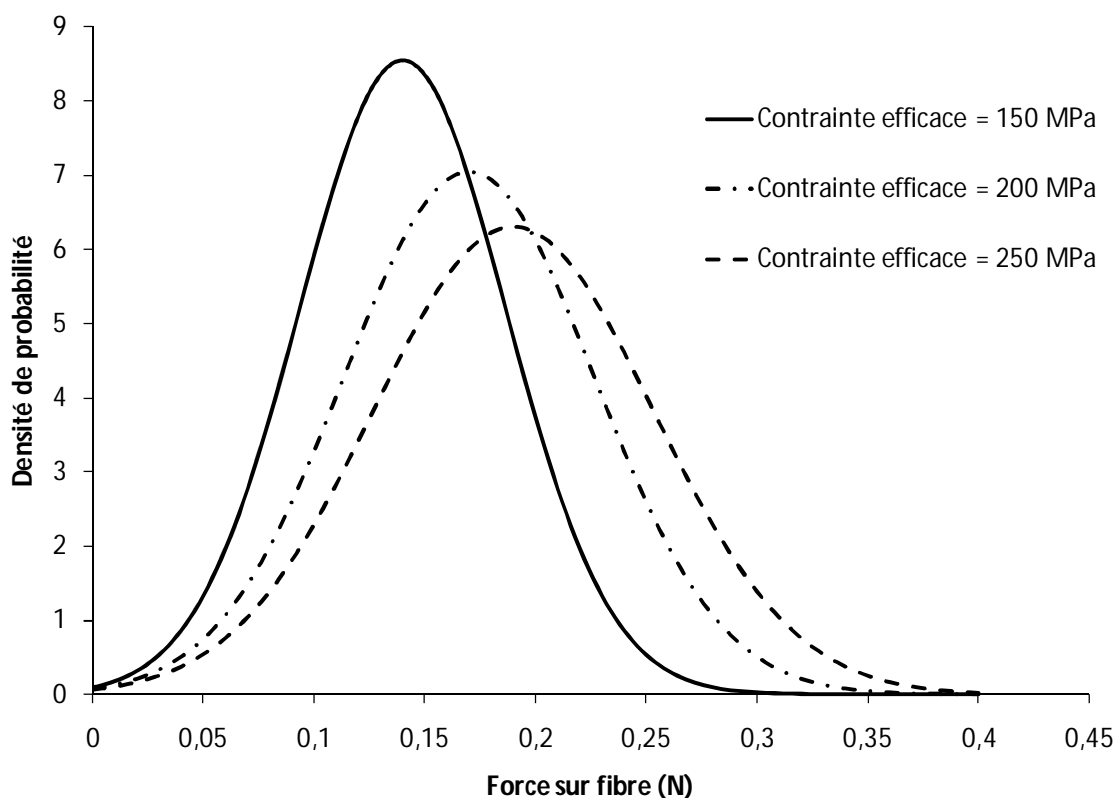
$\sigma_{moy}$  contrainte moyenne dans les fibres du fil longitudinal,  $F_{moy}|_{fibre}$  force moyenne appliquée sur les fibres,  $S_{moy}$  section moyenne des fibres.

**Eq. IV – 6** 
$$\chi_\sigma \simeq \frac{\sigma_{moy} - \sigma_{min}}{3}$$

$\chi_\sigma$  écart type de la contrainte appliquée sur fibre dans le fil longitudinal,  $\sigma_{min}|_{fil}$  contrainte minimale appliquée sur fibre ou contrainte supportée par la fibre la moins chargée.



**Figure IV – 2** Courbes de traction monotone sur composite et minicomposite à température ambiante. Illustration du raisonnement à déformation constante pour déduire la force sur fil longitudinal  $F_f(\varepsilon)$  à partir de la force appliquée au composite en fatigue à 200MPa (soit 12800N en traction uniaxiale).



**Figure IV – 3 Evolution de la distribution des forces appliquées sur fibre dans le fil longitudinal en fonction de la contrainte efficace. La distribution est une gaussienne de moyenne**

$$F_{moy}|_{fibre} = \frac{F_f(\varepsilon)}{n} \text{ (Eq. IV – 2) et d'écart type } \chi_F \simeq \frac{F_{moy}|_{fibre} - F_{min}|_{fibre}}{3} \text{ (Eq. IV – 3).}$$

### 1.3. Distribution statistique des contraintes de rupture initiales des fibres

La contrainte de rupture d'une fibre est déterminée par la présence de défauts. Ces défauts de fibres sont originels, ils peuvent apparaître lors d'un endommagement à l'issue des étapes de fabrication et d'élaboration (chocs, usinage,...). La distribution des contraintes de rupture initiales des fibres est intrinsèque au matériau et indique l'état d'endommagement initial des fibres et *a fortiori* du composite. La population des contraintes à rupture évolue au cours de la fatigue sous l'effet de la fissuration sous critique et des ruptures de fibres par paquets. A chaque instant, l'état d'endommagement du composite est donné par la population des contraintes de rupture sur fibre.

L'évolution de la population des contraintes de rupture est calculée par le modèle sous l'effet de la cinétique d'endommagement qui engendre la rupture de fibres et la croissance lente de défauts. Cette évolution n'est calculable que si la population initiale des contraintes de rupture est connue. Cette dernière est identifiée à partir de la taille des miroirs mesurée sur les fractographies et suit une loi de Weibull cohérente avec <sup>[Gauthier2007]</sup> (Eq. IV – 7). Cette loi correspond à la distribution des contraintes à rupture en traction uniaxiale des fibres non endommagées à température ambiante identifiée au chapitre 2.



**Eq. IV – 7**

$$p = 1 - e^{-\left[\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_{of}}\right)\right]^{m_f}}$$

$p$  probabilité de la contrainte de rupture sur fibre  $\sigma_f$ ,  $V = L_j \cdot S_{moy}$  volume de fibre considéré,  $L_j$  longueur de jauge,  $S_{moy}$  section moyenne de fibre,  $V_0$  volume de référence,  $\sigma_{of}$  et  $m_f$  paramètres de Weibull liés au matériau. Pour les fibres Hi-Nicalon à l'ambiante  $\sigma_{of} = 61MPa$  et  $m_f = 8$  [Gauthier2007].

## **2. Construction du modèle mécanique probabiliste**

### **2.1. Modélisation de la fissuration sous critique**

En raison de la protection matricielle, toutes les fibres ne sont pas exposées à l'oxygène dans les fils longitudinaux du composite. Cette effet de structure constitue la principale différence entre le fil seul et le fil longitudinal du composite. La probabilité qu'une fibre développe une croissance lente de défaut est donc plus faible dans le composite que dans le fil seul.

Dans le composite, la fissuration sous critique apparaît à chaque état d'équilibre dans une seule fibre tirée aléatoirement parmi l'ensemble des fibres exposées à l'oxygène. Elle est décrite par une loi de type loi de Paris (**Eq. IV – 8**). La relation d'Irwin (**Eq. IV – 9**) relie la taille de fissure au facteur d'intensité de contrainte et (**Eq. IV – 8**) devient (**Eq. IV – 10**). Le temps à rupture de la fibre subissant la fissuration sous critique correspond à une perte de contrainte de rupture. Chaque fibre  $i$  tirée aléatoirement dans le fil pour générer une fissuration sous critique, subit une diminution de contrainte de rupture sous l'effet de la croissance de défaut. Cette diminution de contrainte de rupture dans le temps est donnée par (**Eq. IV – 10**).

L'écriture du modèle de fissuration sous critique diffère du formalisme de [Gauthier2007] [Laforet2009] (**Eq. I – 13**) destiné au calcul d'un temps à rupture (durée de vie). Ce temps de rupture correspond au temps nécessaire pour vérifier le critère de rupture de fibre  $\sigma \geq \sigma_f$ . La contrainte de rupture de la fibre critique non endommagée  $\sigma_f(\alpha_c)$  est remplacée par la contrainte à rupture initiale  $\sigma_{fi}(t = 0)$  de la fibre  $i$  subissant la fissuration sous critique. La contrainte appliquée sur la fibre critique  $\sigma$  est remplacée par la contrainte  $\sigma_i$  supportée par la fibre subissant la fissuration sous critique.

Les données d'entrée du modèle sont différentes car elles doivent intégrer les effets de structure entre le fil seul et le fil dans le composite. Ce point est traité dans le paragraphe réservé à la description statistique de la microstructure.

**Eq. IV – 8**

$$v = \frac{da_i}{dt} = A_1 \cdot K_I^{n_f}$$

$v$  est vitesse de fissuration,  $a_i$  est la longueur de fissure de la fibre  $i$ ,  $t$  est le temps,  $A_1$  et  $n_f$  sont des constantes et  $K_I$  est le facteur d'intensité de contrainte.

**Eq. IV – 9**

$$K_I = \sigma_i \cdot Y \cdot \sqrt{a_i}$$

$\sigma_i$  est la contrainte au sein de la fibre  $i$  et  $Y$  est un facteur géométrique.

Eq. IV – 10

$$t_{ri} = \int_{a_i(t=0)}^{a_i(t)} \frac{da_i}{v} = \frac{2}{\sigma_i^{n_f} \cdot A_1 \cdot Y^{n_f} \cdot (n_f - 2)} \left( \frac{Y}{K_{IC}} \right)^{n_f - 2} \left[ \underbrace{\left( \sigma_{fi}(t=0) \right)^{n_f - 2} - \sigma_i^{n_f - 2}}_{\text{Perte de contrainte de rupture de la fibre } i} \right]$$

$Y = 2/\sqrt{\pi}$  un facteur géométrique pour des défauts lenticulaires,  $A_1$  et  $n_f$  constantes liées au matériau,  $K_{IC}$  est le facteur d'intensité de contrainte critique,  $t$  le temps,  $\sigma_{fi}(t=0)$  contrainte de rupture initiale de la fibre  $i$ ,  $\sigma_i$  contrainte dans la fibre  $i$ .

La fissuration sous critique est activée par l'environnement. Cet effet est introduit dans le modèle par le terme  $A_1$  (Eq. IV – 11) qui se base sur une loi d'Arrhenius <sup>[Gauthier2007] [Laforet2009]</sup>.

Eq. IV – 11

$$A_1 = A_{10} \cdot e^{-\left(\frac{E_a}{R \cdot T} + \pi\right)}$$

$E_a$  l'énergie d'activation de la réaction de l'oxygène sur le carbone,  $T$  la température,  $R$  et  $A_{10}$  des constantes.

## 2.2. Modélisation du report d'effort entre les fibres

Le report de charge se produit seulement à force imposée et n'existe pas sous déformation imposée. Ce point sera d'ailleurs discuté plus tard. Le modèle est construit pour un mode de chargement à force imposée.

Le processus de recharge concerne toutes les fibres non rompues du fil longitudinal (ensemble  $\Sigma$ ). Lorsqu'une ou des fibres cassent, la force qu'elle(s) supportait(ent) est redistribuée sur les fibres non rompues : c'est le partage global de charge. Cette charge redistribuée est notée  $R$  et correspond à la somme des forces supportées par les fibres avant leur rupture (Eq. IV – 12). La distribution statistique des recharges  $R$  est déduite de la distribution statistique des tailles de paquet de fibres jointives (Figure IV – 4). Dans un paquet de fibres jointives, la force appliquée sur chaque fibre n'est pas égale. Cependant, nous posons l'hypothèse que la moyenne  $F_{moy}|_{paquet}$  des forces supportées par les fibres du paquet est égale à la moyenne  $F_{moy}|_{fibre}$  des forces supportées par les fibres dans le fil longitudinal (Eq. IV – 13). Cette moyenne dépend de la contrainte efficace appliquée au composite. Lorsque la fatigue sera simulée à différents niveaux de contrainte efficace, il est nécessaire de déterminer  $F_{moy}|_{fibre}$  pour calculer la distribution statistique des recharges  $R$  (Figure IV – 5). A chaque rupture de fibre, le principe du modèle consiste à réaliser un tirage aléatoire sur la distribution statistique des recharges afin de déterminer une valeur de  $R$ . Si la valeur de  $R$  est grande, la rupture de la fibre a déclenché la rupture d'un gros paquet. Si la valeur de  $R$  est faible, la fibre à cassée seule ou dans un petit paquet.

Dès lors, doit être réalisée la redistribution de la recharge  $R$  sur les fibres non rompues afin de respecter les conditions d'équilibre. Pour respecter les conditions d'équilibre, la recharge globale  $R$  est égale à la somme des incréments de force  $\Delta F_i$  appliqués sur les fibres rechargées (Eq. IV – 14). Il vient alors (Eq. IV – 15). La redistribution des efforts fait appel à 2 séries de tirages aléatoires. Une série de  $m$  tirages, sur la distribution statistique des recharges  $R$ , détermine les incréments de force

appliquée sur les fibres rechargées ainsi que le nombre  $m$  de fibres rechargées. L'autre série de tirages définit les fibres du fil sur lesquelles sont appliqués ces incréments de force.

Certaines fibres non rompues vont supporter une recharge importante, certaines pourront ne pas être rechargées car ces dernières ne sont pas tendues et orientées de manière parfaitement identique dans le fil. La participation de chaque fibre non rompue n'est pas identique pour supporter le report d'effort. Le report d'effort supporté par une fibre  $i$ , occasionne une augmentation de la force  $F_i$  qu'elle supporte. Cette augmentation de force est notée  $\Delta F_i$ . En fatigue statique à force imposée, la force appliquée sur les fibres non rompues augmente au cours du temps.

La quantité de fibres non rompues rechargées  $m$  dépend de la quantité de fibres survivantes dans le fil longitudinal. Lorsque les fils longitudinaux du composite s'endommagent, le nombre de fibres rompues augmente et la recharge  $R$  est distribuée sur un nombre de fibres de plus en plus faible. Par conséquent,  $m$  est un paramètre lié à l'historique d'endommagement c'est-à-dire aux ruptures de fibres précédentes. Le nombre de fibres rompues  $k$  correspond à la taille des paquets de fibres jointives. Or, la taille des paquets est une variable aléatoire qui suit une distribution statistique identifiée par des comptages sur les fractographies. Le processus de recharge est donc un phénomène stochastique. La recharge  $R$  est étroitement liée à la taille des paquets donc à la microstructure des fils longitudinaux.  $R$  peut être vu comme un paramètre morphologique qui décrit certains effets d'échelle entre le fil seul (mèche) et le fil longitudinal.

Cette description du report de charge ne prend pas en compte les effets dynamiques de chocs induits par la rupture fragile des fibres. Ce phénomène peut engendrer des surcharges locales et des ruptures de fibres. Cet aspect ne sera pas considéré dans ce travail.

Considérer les jonctions interfibres rend la modélisation évolutive car les jonctions regroupent plusieurs types d'interactions de contact tels que les pontages de silice ou les frottements entre fibres. Cette particularité est intéressante pour appliquer le modèle sur fil où les jonctions interfibres sont des pontages de silice dépendant de la température.

**Eq. IV – 12**

$$R = \sum_1^k F_j$$

$R$  charge globale redistribuée sur les fibres non rompues après la rupture de  $k$  fibres,  $k$  le nombre de fibres rompues,  $F_j$  la force supportée par chaque fibre  $j$  avant leur rupture.

**Eq. IV – 13**

$$R = k \cdot F_{moy}|_{paquet} = k \cdot F_{moy}|_{fibre}$$

$k$  taille du paquet ou nombre de fibre dans le paque  $F_{moy}|_{paquet}$ , moyenne des forces appliquées sur les fibres du paquet correspondant à la moyenne des forces appliquée sur les fibres du fil  $F_{moy}|_{fibre}$ .

**Eq. IV – 14**

$$R = \sum_1^m \Delta F_i$$

$m$  le nombre de fibres sur lesquelles est répartie la recharge globale  $R$ ,  $m$  correspond au nombres de fibres rechargées dans le fil après la rupture de  $k$  fibres,  $\Delta F_i$  la recharge générée sur chaque fibre survivante  $i$  après rupture de  $k$  fibres, correspond à la participation de la fibre  $i$  pour la reprise de la recharge globale  $R$ .

**Eq. IV – 15**

$$\sum_1^k F_j = k \cdot F_{moy}|_{fibre} = \sum_1^m \Delta F_i$$

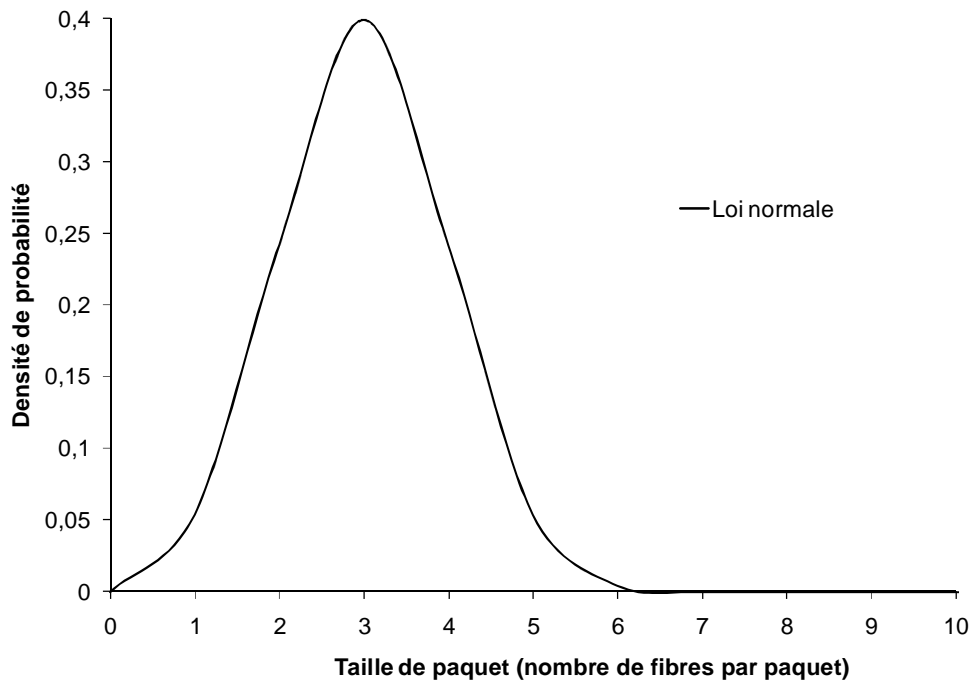


Figure IV – 4 Distribution statistique des tailles de paquets  $k$ , déterminée par comptage sur les fractographies. Loi normale de moyenne 3 et d'écart type 1.

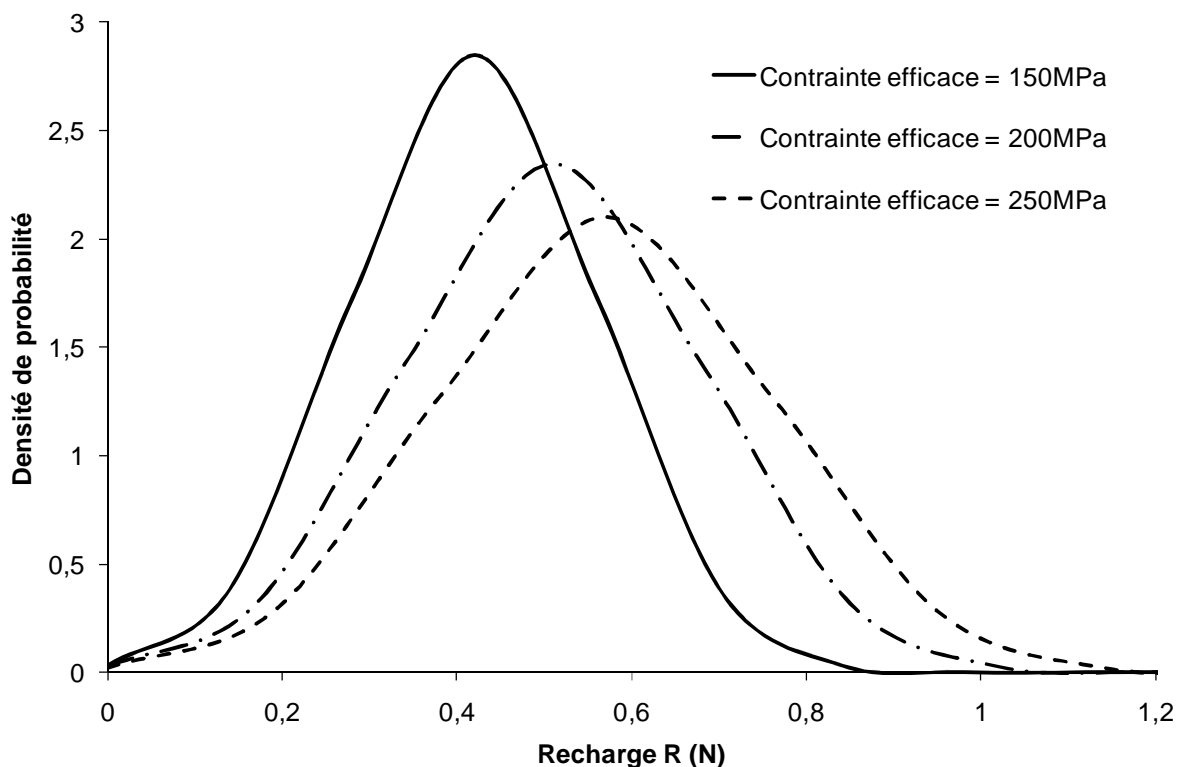


Figure IV – 5 Distribution statistique des recharges  $R$  pour différentes contraintes efficaces. Cette distribution est une gaussienne dont la moyenne est calculée par (Eq. IV – 14).

### 2.3. Formalismes du modèle mécanique probabiliste

Dans un paquet de fibres jointives, la rupture d'une seule fibre provoque la rupture instantanée du paquet (phase d'endommagement instable). La durée de vie de cette fibre détermine la durée de vie du paquet. Les autres fibres jointives ne jouent pas de rôle direct sur la rupture du paquet. Elles amplifient uniquement le report d'effort après la rupture du paquet.

Pour décrire la rupture des paquets, il suffit de se focaliser sur les fibres responsables de la rupture des paquets. Le nombre de fibres responsables de la rupture de paquets est égal au nombre de paquets. Ceci conduit à ne considérer qu'une partition de la population des fibres du fil longitudinal. L'effectif  $n^*$  de cette partition représente la quantité de paquets toute taille de paquet confondues.  $n^*$  est la somme de la quantité de fibres non jointives (paquets de 1 seule fibre) et de la quantité de paquets contenant au moins 2 fibres (**Eq. IV – 16**). Dans le cas de la microstructure étudiée, la quantité de paquets  $x$  est négligeable devant la quantité de fibres  $n$  et  $n^*$  dépend du taux de fibres jointives  $\eta$  (**Eq. IV – 17**).

Dans le modèle, le fil longitudinal réel de  $n$  fibres avec  $\eta$  fibres jointives se réduit à un fil virtuel contenant  $n^* \cong n \cdot (1 - \eta)$  fibres non jointives. Parmi les  $n^*$  fibres du fil longitudinal virtuel, certaines fibres correspondent à des fibres individuelles non jointives, d'autres à des fibres jointives responsables de la rupture par paquet. A chaque état d'équilibre au cours de la cinétique d'endommagement, les tirages aléatoires des fibres subissant la fissuration sous critique sont réalisés sur le fil virtuel. Le fil virtuel sert uniquement à sélectionner les fibres subissant la fissuration sous critique. Pour décrire les reports de charge entre les fibres non rompues, nous considérons le fil réel de  $n$  fibres. Le fil virtuel n'est pas employé pour simuler les recharges. Lorsque le taux de fibres jointives augmente,  $n^*$  diminue ainsi que le nombre de phases d'endommagement stable possibles (phases de fissuration sous critique). Plus la microstructure présente de jonctions interfibres, plus elle favorise les instabilités par ruptures de paquets de fibres jointives. En exemple, si le taux de fibres jointives tend vers 100% (1 seul paquet dans le fil longitudinal,  $n_{FNJ} = 0$  et  $x = 1$ ),  $n^*$  vers 1 ce qui signifie que la rupture d'une seule fibre suffit pour casser le fil longitudinal et *a fortiori* l'éprouvette.

**Eq. IV – 16**

$$n^* = n_{FNJ} + x = (n - n_{FJ}) + x$$

$n^*$  quantité de fibres responsables de la rupture par paquet,  $n_{FNJ}$  quantité de fibres non jointives,  $x$  quantité de fibres responsables de la rupture par paquet qui correspond au nombre de paquets de plus de 2 fibres,  $n_{FJ}$  nombre de fibres jointives,  $n$  nombre total de fibres dans le fil longitudinal.

**Eq. IV – 17**

$$n^* \cong (n - n_{FJ}) \cong n \cdot (1 - \eta) \text{ car } x \ll n_{FNJ}$$

$n^*$  quantité de fibres responsables de la rupture par paquet,  $x$  quantité de fibres responsables de la rupture par paquet qui correspond au nombre de paquets de plus de 2 fibres,  $\eta$  taux de fibres jointives,  $n$  nombre total de fibres dans le fil longitudinal.

L'écriture du modèle (**Eq. IV – 18**) donne le temps à rupture des fibres subissant la fissuration sous critique dans le fil. Les fibres surchargées ont une durée de vie nulle. L'évolution de la population des contraintes de rupture des fibres, sous l'effet de la cinétique d'endommagement (**Figure IV – 6**), est donnée par le vecteur  $\{\sigma_{fi}(t)\}$  de dimension  $n$  (**Eq. IV – 20**). La proportion de fibres rompues est calculée à partir des  $k$  composantes nulles induites par les ruptures de fibre (**Eq. IV – 21**). Ces  $k$

composantes nulles tiennent compte des ruptures par fissuration sous critique, par surcharge et par paquets. La durée de vie du fil longitudinal est le temps au terme duquel la proportion de fibres rompues dans le fil longitudinal réel atteint une valeur critique  $\alpha_c$  (**Eq. IV – 22**). La durée de vie du fil longitudinal est égale à la somme des durées de vie des fibres en fissuration sous critique. Elle correspond à la durée totale des phases stables successives amenant  $\alpha = \alpha_c$  (**Eq. IV – 23**). Pour chaque fibre dans le fil longitudinal réel, la contrainte de rupture, la contrainte appliquée et la recharge sont respectivement obtenues par tirages aléatoires sur les distributions statistiques présentées §2.2. Cette écriture est capable de donner la durée de vie d'une fibre seule et d'un fil seul.

Le modèle est également employé pour calculer la contrainte de rupture en traction monotone du fil longitudinal. La fissuration sous critique est remplacée par une augmentation de la contrainte appliquée sur les fibres du fil longitudinal. Cette augmentation de contrainte dans les fibres correspond à l'augmentation de la contrainte efficace au cours de l'essai de traction. La dégradation par l'environnement n'est plus prise en compte car elle n'intervient pas lors d'un essai de traction monotone (**Figure IV – 7**). Dès que la contrainte appliquée est supérieure ou égale à la contrainte de rupture, la fibre casse. L'augmentation de contrainte dans chaque fibre est incrémentale. L'incrément de contrainte est fixé à 1% de la contrainte appliquée.

$$\text{Eq. IV – 18} \quad t_{ri} = \frac{2}{(\sigma_i + \Delta\sigma_{ki})^{n_f} \cdot A_1 \cdot Y^{n_f} \cdot (n_f - 2)} \left( \frac{Y}{K_{IC}} \right)^{n_f - 2} \left[ (\sigma_{fi}(t = 0))^{n_f - 2} - (\sigma_i + \Delta\sigma_{ki})^{n_f - 2} \right]$$

**Eq. IV – 19**

$i$  la variable aléatoire qui décrit le rang de la fibre,  $\alpha_i$  la taille du défaut critique de la fibre  $i$ ,  $t$  le temps,  $A_1$  et  $n = 8,4$  constantes dépendant du matériau et de l'environnement,  $K_{IC} = 1,25 \cdot 10^6 \text{ Pa} \cdot \text{m}^{0,5}$  le facteur d'intensité de contrainte,  $\sigma_i$  la contrainte appliquée sur la fibre  $i$ ,  $\sigma_{fi}$  la contrainte de rupture de la fibre  $i$ ,  $\Delta\sigma_{ki}$  la recharge des fibres survivantes induite par la rupture d'autres fibres,  $Y = 2/\sqrt{\pi}$  facteur géométrique.

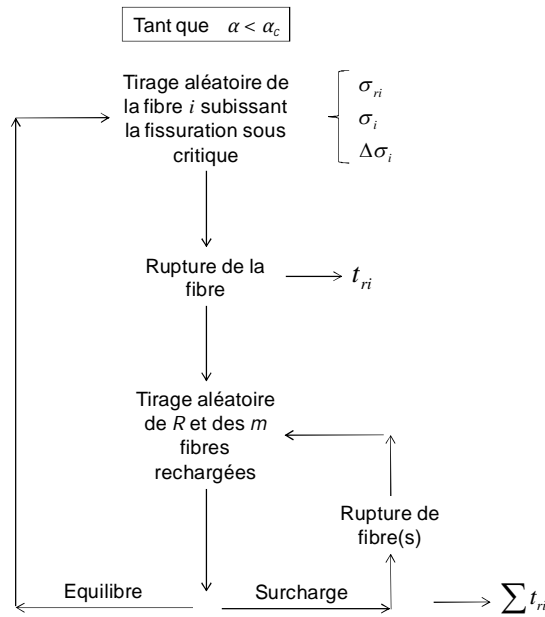
$$\text{Eq. IV – 20} \quad \{\sigma_{fi}(t)\} = \{\sigma_{f1}(t), \sigma_{f2}(t), \dots, \sigma_{fn}(t)\}$$

$$\text{Eq. IV – 21} \quad \alpha(t) = \frac{k(\sigma_f|_t=0)}{n}$$

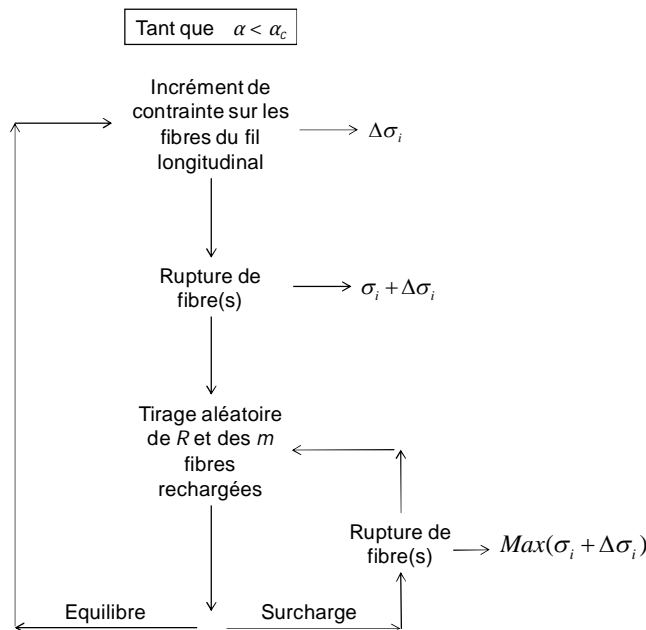
$$\text{Eq. IV – 22} \quad t|_{\alpha(t)=\alpha_c} = t|_{\frac{k(\sigma_f|_t=0)}{n}=\alpha_c}$$

$$\text{Eq. IV – 23} \quad t|_{\alpha(t)=\alpha_c} = \sum_1^{\varpi} t_{ri}$$

$n$  nombre de fibres contenues dans le fil longitudinal,  $\sigma_{fi}|_t$  contrainte à rupture de la fibre  $i$  au temps  $t$ ,  $x(\sigma_f|_t = 0)$  nombre de fibres rompues dans le fil longitudinal au temps  $t$ ,  $\alpha(t)$  fraction de fibres rompues dans le fil longitudinal au temps  $t$ ,  $\alpha_c$  fraction critique de fibres rompues dans le fil longitudinal réel,  $\varpi$  nombre de phases stables successives pendant la fatigue (nombre de phases de fissuration sous critique).



**Figure IV – 6 Description des phases d’endommagement dans le modèle lors de la fatigue statique. Mise en évidence des séquences de tirages aléatoires pour la recharge et la fissuration sous critique. Lorsque la fraction critique  $\alpha_c$  de fibres rompues dans le fil longitudinal réel est atteinte, la rupture se produit.**



**Figure IV – 7 Description des phases d’endommagement lors d’un essai de traction monotone uniaxiale. Mise en évidence des séquences de tirages aléatoires pour la recharge. Lorsque la fraction critique  $\alpha_c$  de fibres rompues dans le fil longitudinal réel est atteinte, la rupture se produit. La fissuration sous critique est remplacée par une augmentation de contrainte dans les fibres.**

### 3. Résultats : dispersion et prévision de la durée de vie

#### 3.1. Conditions de simulations

Les simulations numériques ont fourni 500 durées de vie de fil longitudinal en fatigue statique, à 500°C, pour neuf contraintes efficaces différentes. Toutes les simulations sont réalisées avec une microstructure identique. La rupture de l'éprouvette en composite étant commandée par un seul fil longitudinal, la durée de vie du fil longitudinal du fil le plus faible devrait correspondre à celle de l'éprouvette en composite. Les coupes biaisées menée par Snecma Propulsion Solide indiquent un taux de fibres jointives de 45% dans les fils longitudinaux du composite étudié. Le taux de fibres jointives est fixé à 45% dans le modèle mécanique probabiliste. La taille des paquets varie de 1 à 12 fibres. Ces valeurs définissent la microstructure la plus représentative du matériau observée sur les micrographies. Les valeurs numériques sont récapitulées dans (**Tableau IV – 1**). La contrainte sur fil longitudinal est reliée à la contrainte efficace par un raisonnement en force à déformation identique (**Figure IV – 2**).

Caractéristiques des monofilaments	$n_f$	8,4	$E_a$ [kJ/mol]	181,6
	$K_{IC}$ [Pa.m <sup>0.5</sup> ]	1,4.10 <sup>6</sup>	$R$	8,314
	$\gamma$	$\frac{2}{\sqrt{\pi}}$	$T$ [K]	773
	$\sigma_{of}$ [MPa]	61	$m_f$	8
	$A_0$ [s <sup>-1</sup> MPa <sup>-n</sup> ]	5,62.10 <sup>17</sup>	$\alpha$	0,99
	$V$ [m <sup>3</sup> ]	3,84 10 <sup>-12</sup>		
Caractéristiques des fils	$\alpha_c$ [%]	12	$\Delta\sigma_i$	Normale ( $\Delta\sigma_{moy}; \gamma$ )
	$\pi$	10	$\sigma_{ri}$	Weibull (6,8; 1660)
	Nombre de fibres $n$	500	$\sigma_i$	Normale ( $\sigma_{moy}; \chi\sigma$ )

**Tableau IV – 1 Valeurs des paramètres employés dans le modèle mécanique probabiliste lors des simulations numériques.**

#### 3.2. Diagrammes d'endurance

La forme décroissante de la courbe d'endurance (durée de vie en fonction de la contrainte efficace) est typique de l'effet de fatigue sous critique (**Figure IV – 8**). Le chargement des fibres augmente lorsque la contrainte efficace sur le composite augmente, ce qui amplifie le report d'effort et favorise les surcharges. Les phases d'endommagement instable deviennent plus significatives et la



durée de vie est réduite. A l'inverse, lorsque la contrainte efficace diminue, le report d'effort est moins important, ce qui limite les surcharges. Les phases d'endommagement stable sont favorisées et la durée de vie augmente. L'effet des surcharges pourrait influencer la constante et l'exposant de la loi puissance. Des calculs de durées de vie sur fil seul (absence de jonctions interfibrés) sont également comparés aux résultats des essais de fatigue statique sur fil à 500°C, sous air ambiant, à 1000MPa et 1500MPa <sup>[Laforet2009]</sup> (**Figure IV – 9**). Les prévisions issues de la simulation sont cohérentes avec les essais sur fil et composite. Les résultats sur fil et composite coïncident de manière satisfaisante ce qui confirme que la rupture du composite est dictée par les fils longitudinaux. Ceci supporte l'approche du fil longitudinal.

Les résultats numériques mettent en évidence une forte dispersion de la durée de vie sur fil seul (mèche) et sur fil longitudinal dans des conditions de fatigue identiques. Le rapport entre durée de vie maximale et minimale atteint 10000 dans la plupart des cas. La dispersion de la durée de vie explique la présence de nuages de points pour chaque contrainte. Sur fil longitudinal, cette dispersion est mise en évidence dans les diagrammes de dispersion (**Figure IV – 10**) et (**Figure IV – 11**). La distribution des durées de vie se décale vers les valeurs les plus faibles lorsque la contrainte augmente. Ce résultat est observé pour les 2 taux de fibres jointives étudiés (30% et 45%). Les lois de dispersion sont construites à partir de 50 durées de vie calculées pour chaque valeur de contrainte et pour une microstructure donnée. Pour chaque durée de vie, la probabilité  $p(t_r < t)$  est donnée par (**Eq. IV – 24**). Pour une microstructure définie par des tailles de paquets et un taux de fibres jointives, le modèle permet donc le calcul de la loi de dispersion des durées de vie du composite. Cette loi de dispersion présente une corrélation assez satisfaisante avec une loi normale (**Figure IV – 12**). L'écart entre ces 2 lois peut s'expliquer par le type d'estimateur (**Eq. IV – 24**) ainsi que par un nombre de durées de vie insuffisant (50 durées de vie).

**Eq. IV – 24**

$$p(t_r < t) = \frac{k-0,5}{m}$$

$k$  le rang de la durée de vie,  $m = 50$  le nombre de simulations dans les conditions identiques.

A partir des distributions de durée de vie (**Figure IV – 10**) (**Figure IV – 11**), un graphique Strength Probability Time est construit par régression, à isoprobabilité, des durées de vie du composite pour une probabilité de rupture de 0%, 25%, 50%, 75% et 90% (**Figure IV – 13**). La loi de durée de vie obtenue sur fil longitudinal en fonction de la contrainte efficace est donnée par (**Eq. IV – 25**). La valeur de l'exposant est identique entre le fil seul et le fil longitudinal. Pour différentes valeurs de probabilité  $p$ , le tracé des courbes de durée de vie en fonction de la contrainte permet d'établir tout le spectre des courbes d'endurance. Pour une valeur de contrainte efficace du composite, il est possible de prévoir la durée de vie et la probabilité de rupture.

Dans le régime fil, l'exposant vaut 8,5, ce qui est cohérent avec les résultats expérimentaux sur fil <sup>[Laforet2009]</sup> et fibre <sup>[Gauthier2007]</sup>. En régime composite, ce facteur reste identique d'après les simulations. Le modèle ne révèle aucune évolution de l'exposant en fonction de la contrainte efficace, ce qui n'est pas le cas pour l'opérateur de changement d'échelle  $\Psi$  (chapitre 2). Cette différence peut

s'expliquer par le calcul de la contrainte sur composite qui n'a qu'une valeur apparente (parce que macroscopique) par rapport à la contrainte sur fil qui a une valeur plus réelle (parce que locale).

**Eq. IV – 25**

$$t_r(p) \cdot \sigma_c^{8,5} = A(p)$$

$A(p)$  constante,  $t_r(p)$  la durée de vie du composite (h) de probabilité  $p$ ,  $\sigma_c$  la contrainte efficace sur composite (MPa).

Le modèle mécanique probabiliste permet le calcul du nombre de fibres rompues au cours de la fatigue. Les résultats numériques montrent que plusieurs scénarios d'endommagement sont possibles dans le composite. Selon que les fibres, subissant la fissuration sous critique ou les surcharges, appartiennent ou non à des paquets de fibres jointives, le taux de fibres rompues  $\alpha$  n'augmente pas à la même vitesse et la rupture du composite intervient plus ou moins rapidement. Ce phénomène se caractérise par un spectre de courbes d'évolution de  $\alpha$  (**Figure IV – 14**). Ce spectre de courbes est lié à la prépondérance des phases de fissuration sous critique et aux ruptures par paquets. Lorsque les phases d'endommagement instables sont prépondérantes (ruptures par paquets), le taux de fibres rompues augmente rapidement et brutalement (scénario 3). La rupture d'une seule fibre suffit pour dépasser la fraction critique de fibres rompues. A l'inverse, lorsque les phases d'endommagement stable sont prépondérantes (phases de fissuration lente), le taux de fibres rompues augmente plus progressivement (scénario 1). Dans certains cas, les phases instables et stables coexistent ce qui donne lieu au scénario 2. La prédominance des phases stables ou instables dépend de la microstructure (présence de paquets de fibres, de matrice qui ralentit la fissuration sous critique, de défauts,...). Chaque durée de vie est associée à un scénario d'endommagement. La distribution statistique des durées de vie représente donc la distribution des scénarios d'endommagement.

L'évolution du taux de fibres rompues dans le temps démontre que les sources de dispersion de la durée de vie sont introduites par ces différents scénarios d'endommagement. La microstructure des fils longitudinaux est donc responsable de la dispersion des durées de vie du composite en fatigue statique.

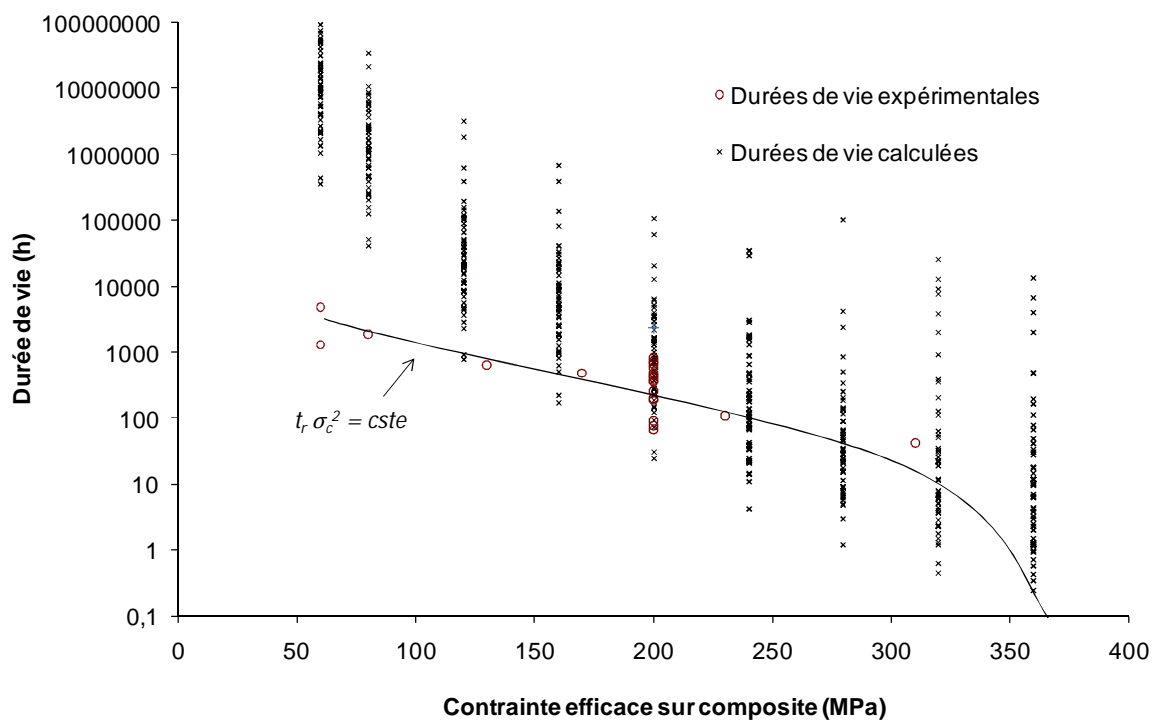
La (**Figure IV – 15**) présente l'évolution du scénario moyen d'endommagement pour une contrainte sur composite de 200MPa. Pour un taux critique de fibres rompues de 12%, la durée de vie moyenne en fatigue statique du fil longitudinal, calculée par le modèle, est de 460 heures. Ce résultat est cohérent avec les essais de fatigue sur éprouvette en composite. Parmi les 12% de fibres rompues (60 fibres rompues sur 500), 10 fibres ont subi de la fissuration sous critique. Les 50 autres ont rompu à la suite d'une instabilité (rupture par paquet et surcharges), induite par le phénomène de recharge.

La rupture du fil longitudinal (donc celle de l'éprouvette en composite) est commandée par la rupture de fibre soit par fissuration sous critique, soit par surcharge. La rupture d'une très faible portion de fibres par fissuration sous critique suffit pour atteindre la fraction critique  $\alpha_c$  de fibres rompues. La fissuration sous critique est le mécanisme pilote qui amorce la cinétique d'endommagement mais la rupture par paquet est le mécanisme le plus nocif car il est responsable d'une grande partie des ruptures instantanées de fibres. Si la fissuration sous critique ne s'amorce pas, la cinétique d'endommagement ne s'amorce pas et la durée de vie du composite tend vers l'infini.

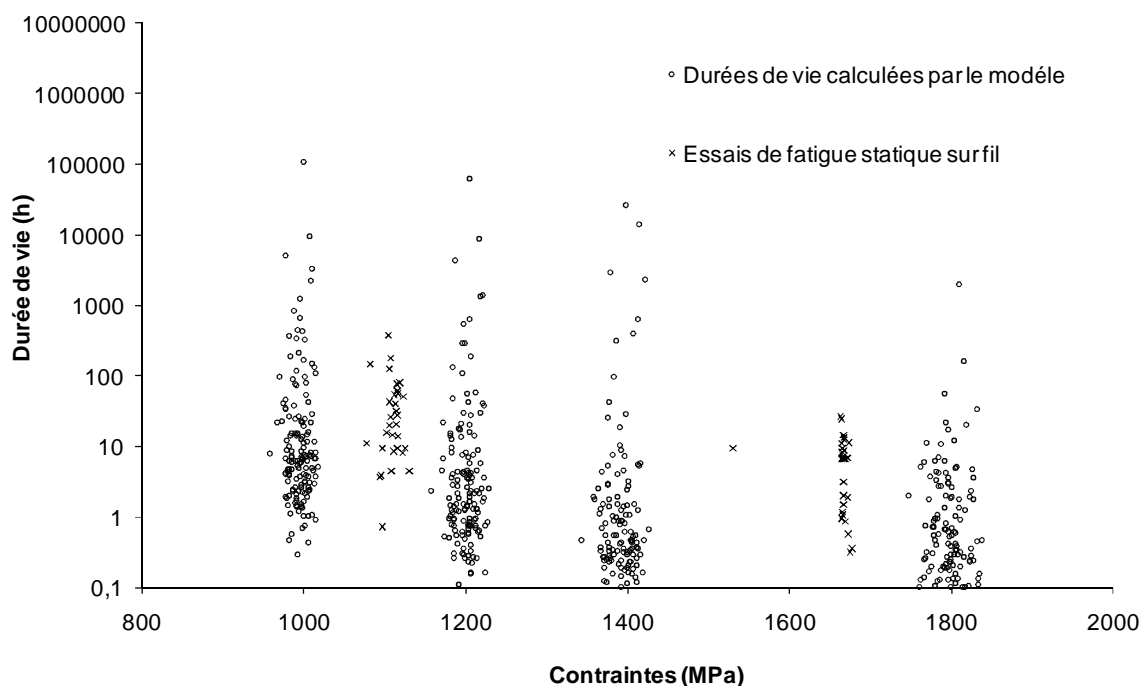
A ce titre, la fissuration sous critique est également une source de variabilité de la durée de vie. La propagation du défaut activée par l'environnement est directement liée à l'accès de l'oxygène. Or, l'accès de l'oxygène est très variable en fonction de la géométrie, de l'état de fissuration et de la position de la fibre. Ces aspects sont autant de sources de dispersion qui vont engendrer des phases d'endommagement stables plus ou moins longues. Protéger les fibres de la fissuration sous critique permet de retarder l'amorçage de la cinétique d'endommagement et l'activation des sources de dispersion. Empêcher la fissuration sous critique est également une des solutions pour réduire la dispersion des durées de vie du composite.

Les ruptures de fibre engendrent une modification de la distribution des contraintes à rupture des fibres. Les recharges  $\Delta\sigma_{ki}$  induites par les ruptures de paquets augmentent la contrainte appliquée  $\sigma_i$  sur les fibres non rompues. La contrainte de rupture des fibres soumises à la fissuration sous critique décroît. La distribution statistique des contraintes appliquées sur fibre et la distribution statistique des contraintes de rupture sont modifiées (**Figure IV – 16**) (**Figure IV – 17**). Les contraintes sont calculées par (**Eq. IV – 4**) et par (**Eq. IV – 21**). Les plus faibles contraintes  $\sigma_i$  augmentent et la queue inférieure de la distribution statistique est ramenée vers des valeurs plus élevées. Les contraintes les plus fortes  $\sigma_i$  diminuent car les fibres les plus chargées rompent par surcharge et la queue supérieure de la distribution est ramenée vers des valeurs plus faibles. La distribution statistique se resserre autour d'une valeur moyenne.

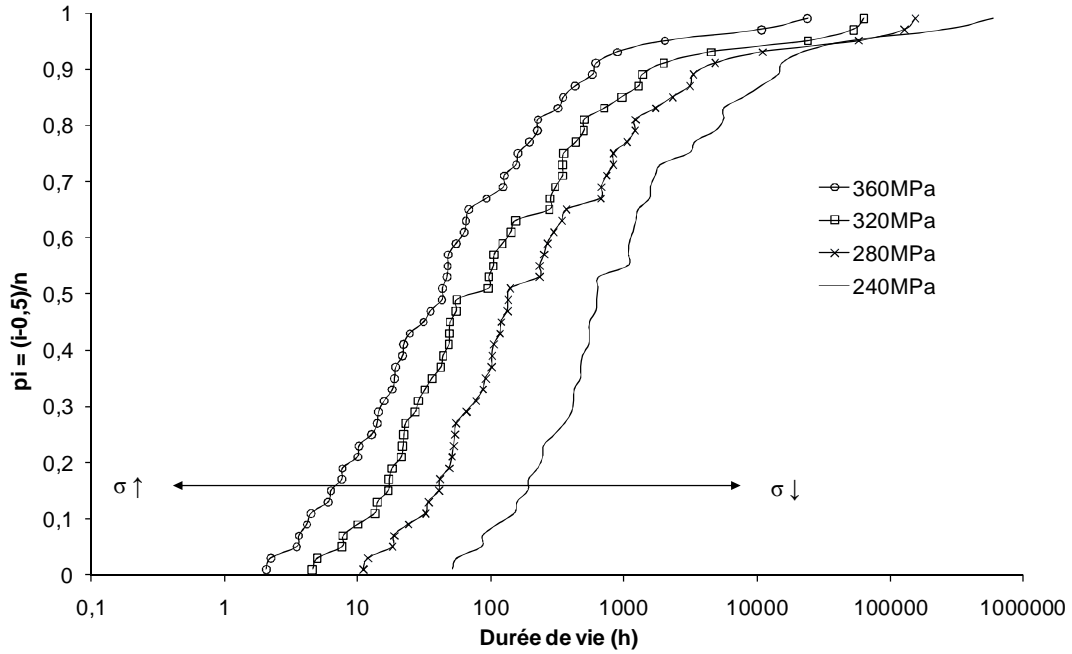
Pour comprendre l'effet de la taille de paquet sur la durée de vie, le taux de fibres jointives a été considéré constant pour le calcul des courbes d'endurance par le modèle mécanique probabiliste. Deux valeurs de taux de fibres jointives ont été traitées et une tendance identique a été observée dans les deux cas (**Figure IV – 18**) (**Figure IV – 19**) (**Figure IV – 20**). Lorsque la taille des paquets augmente, la durée de vie est plus faible quelle que soit la contrainte appliquée. Les recharges augmentent avec la taille de paquet ce qui favorise les surcharges et les instabilités. Les phases d'endommagement stable qui dictent la durée de vie sont moins nombreuses et plus courtes lorsque la taille des paquets augmente. Lorsque le taux de fibres jointives augmente, la durée de vie moyenne diminue (**Figure IV – 20**). Ce résultat est cohérent car l'augmentation du taux de fibres jointives implique une diminution du nombre de phases de fissuration sous critique (réduction de  $n^*$ ). Or les phases de fissuration sous critique fixent la durée de vie.



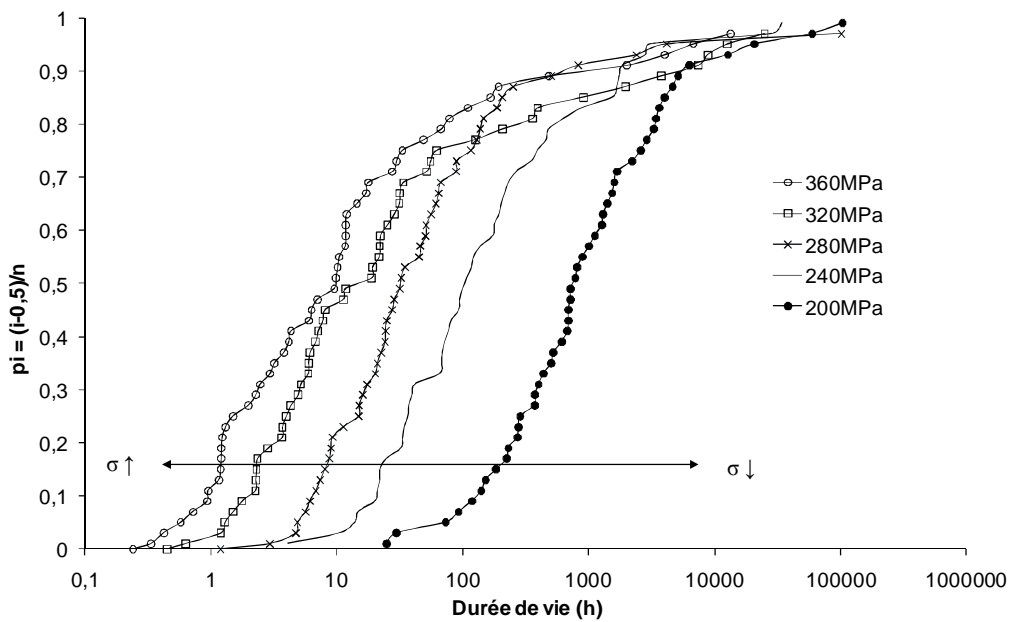
**Figure IV – 8** Diagramme d'endurance des fils longitudinaux calculé à partir du modèle mécanique probabiliste (50 simulations par contrainte avec une microstructure identique). Fatigue statique à 500°C sous air ambiant en traction uniaxiale. Une bonne corrélation est observée entre durée de vie sur éprouvette en composite et simulation. A faibles contraintes (régime composite) très peu de points expérimentaux existent ce qui empêche de réaliser une confrontation sérieuse entre simulation et expérience.



**Figure IV – 9** Comparaison des durées de vie expérimentales sur fil seul <sup>[Laforet2009]</sup> en fatigue statique à 500°C à 1000MPa et 1500MPa avec les durées de vie calculées par le modèle (150 simulations par contrainte). Dans le modèle, le taux de fibres jointives et l'effet retard de la matrice sont nuls. La microstructure est identique pour toutes les simulations. Bonne corrélation observée entre résultats numériques et expérimentaux.



**Figure IV – 10 Décalage de la distribution des durées de vie du fil longitudinal vers les faibles valeurs sous l’effet de l’augmentation de la contrainte efficace. Résultats obtenus par le modèle en fatigue statique en traction, à 500°C, 200MPa sous air ambiant. Taux de fibres jointives de 30%, la microstructure est identique pour toutes les simulations.**



**Figure IV – 11 Décalage de la distribution des durées de vie du fil longitudinal vers les faibles valeurs sous l’effet de l’augmentation de la contrainte efficace. Résultats obtenus par le modèle en fatigue statique en traction, à 500°C, 200MPa sous air ambiant. Taux de fibres jointives de 45%, la microstructure est identique pour toutes les simulations.**

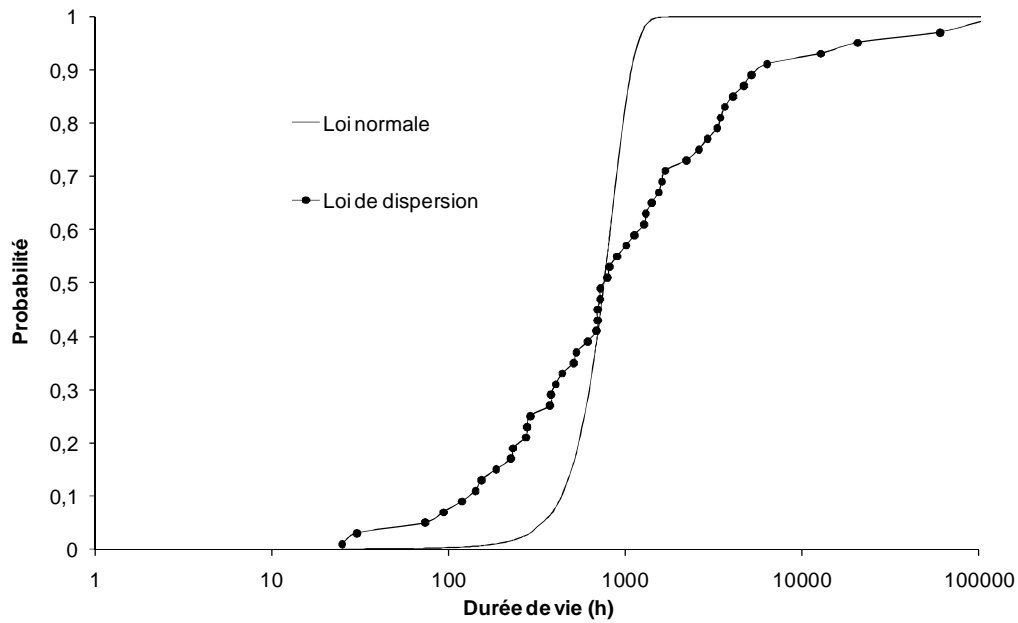


Figure IV – 12 Comparaison entre la loi de dispersion et une loi normale. La loi normale présente une corrélation assez satisfaisante avec les résultats numériques. Durée de vie du fil longitudinal en fatigue statique en traction, à 500°C, 200MPa sous air ambiant. Taux de fibres jointives de 45%

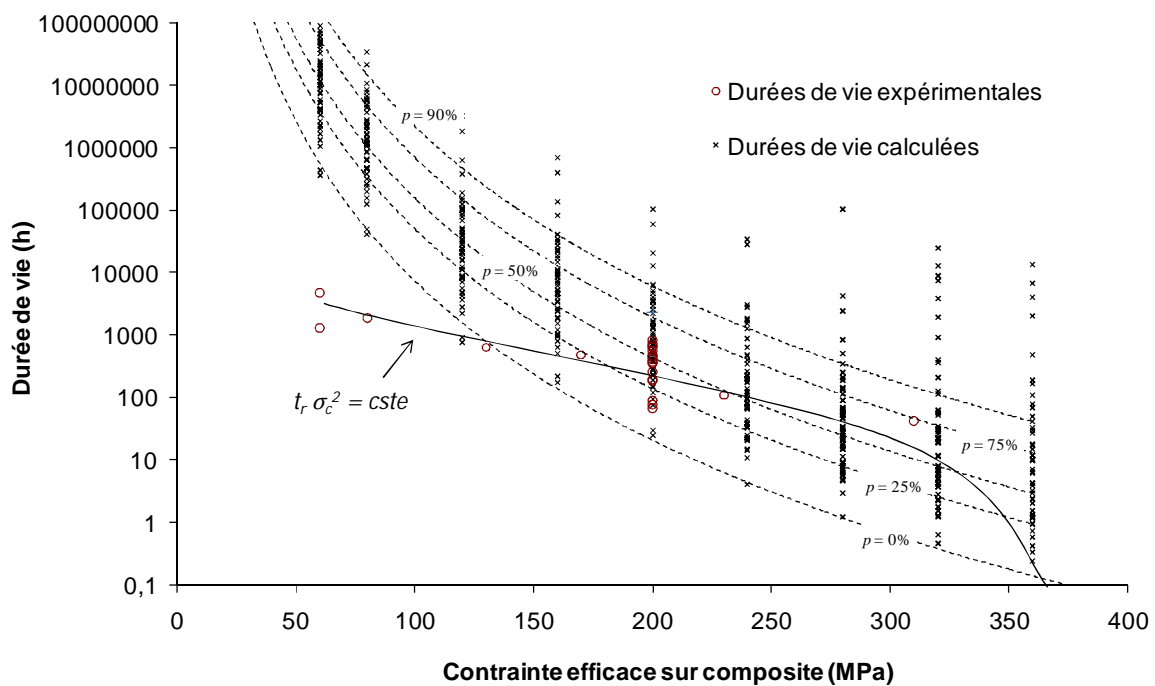


Figure IV – 13 Graphique Strength Probability Time sur fil longitudinal construit à partir du modèle mécanique probabiliste. Fatigue statique à 500°C sous air ambiant. En pointillés, les courbes d'endurance calculées par le modèle. En trait plein, la régression des durées de vie expérimentales sur composite en fatigue. Bonne corrélation entre prévisions et résultats expérimentaux.

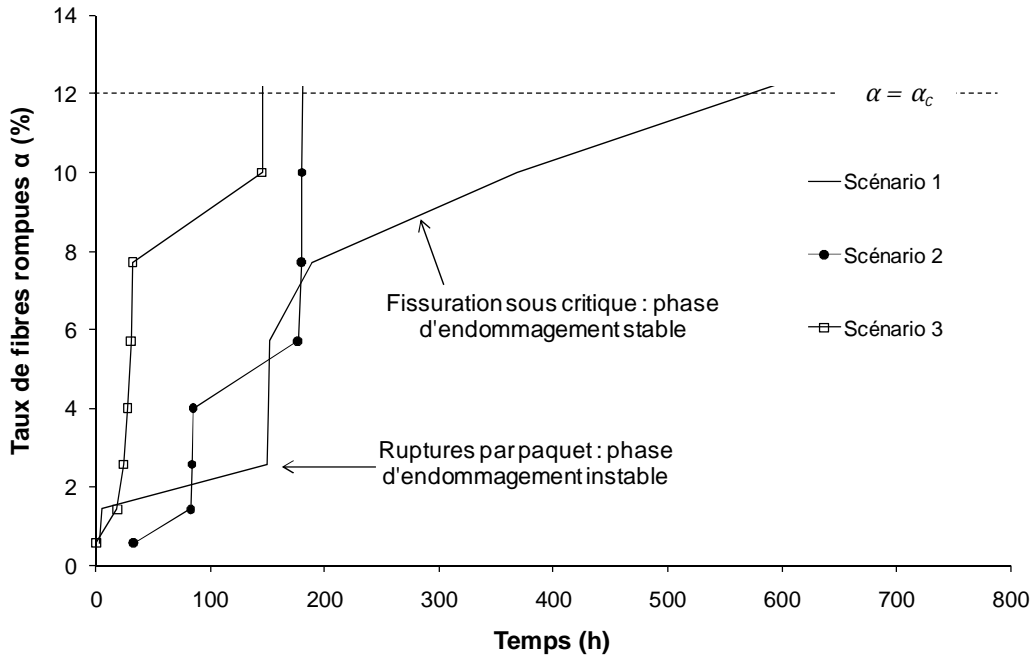


Figure IV – 14 Evolution du taux de fibres rompues calculée par le modèle de fatigue statique, à 500°C, 200MPa sous air ambiant. Mise en évidence de l'existence de plusieurs scénarios d'endommagement.

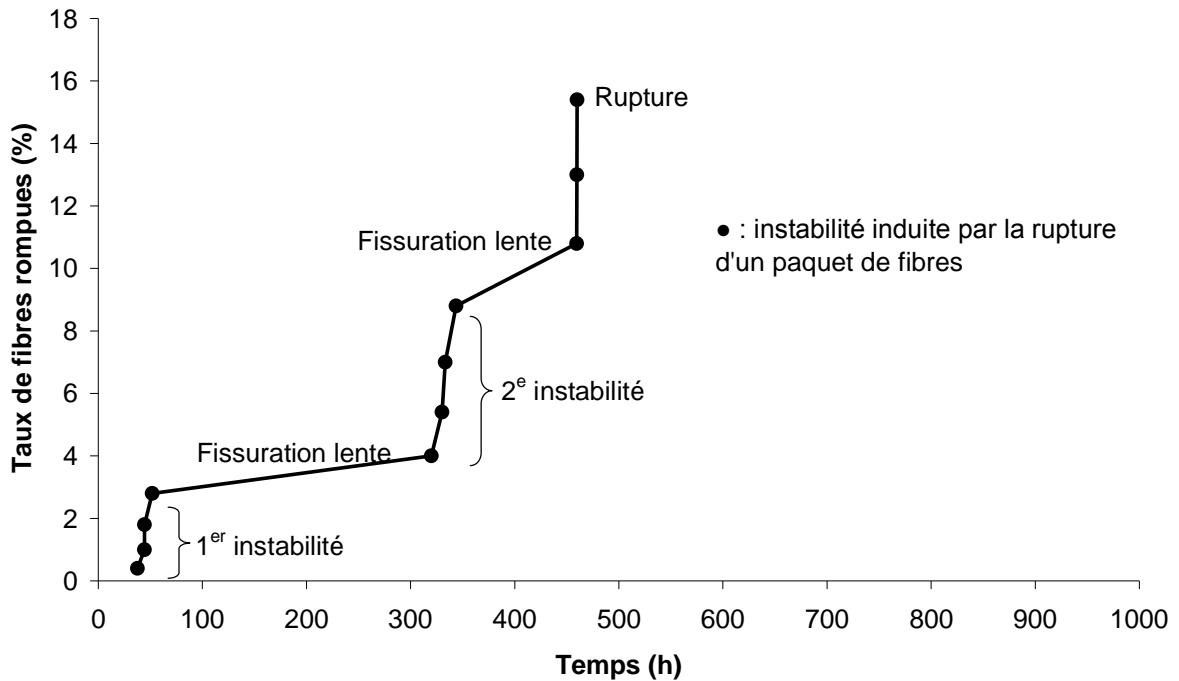
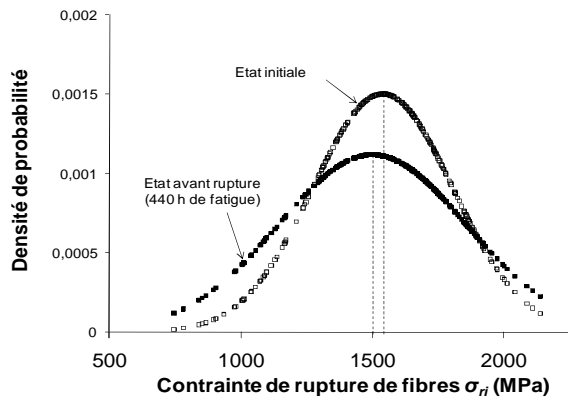
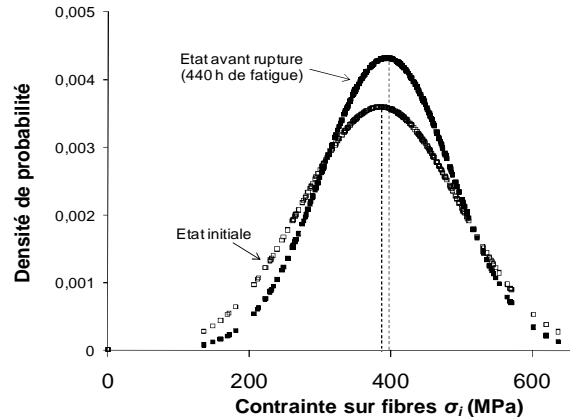


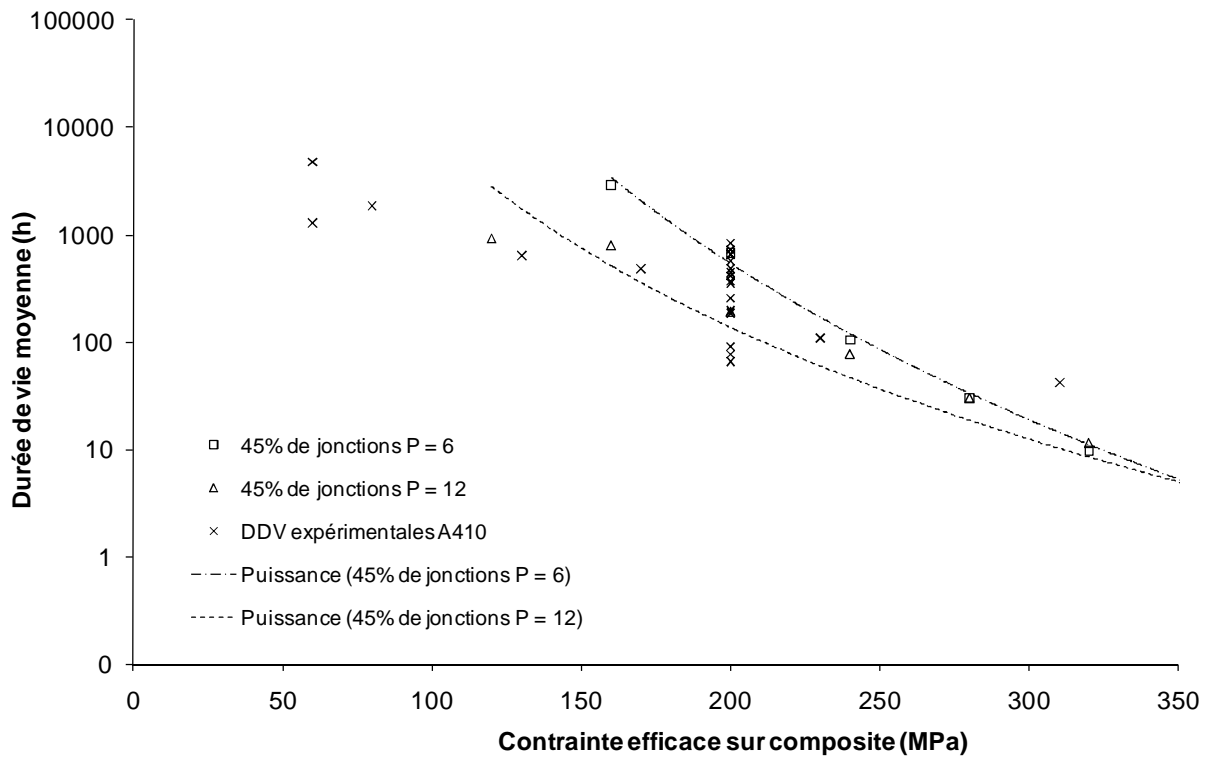
Figure IV – 15 Évolution du taux de fibres rompues pour le scénario d'endommagement moyen, calculée par le modèle mécanique probabiliste cours de la fatigue statique, à 500°C, 200MPa sous air ambiant.



**Figure IV – 16** Evolution de la contrainte de rupture des fibres longitudinales calculée par le modèle. Fatigue statique à 500°C – 200MPa pendant 440 heures.



**Figure IV – 17** Evolution de la contrainte appliquée sur les fibres longitudinales au cours de la fatigue statique à 500°C – 200MPa pendant 440 heures.



**Figure IV – 18** Effet de la taille des paquets de fibres sur la durée de vie du composite pour un taux de fibres jointives de 45%. Fatigue statique à 500°C sous air ambiant. P désigne la taille de paquet (6 et 12 fibres). La durée de vie diminue lorsque la taille de paquet augmente.



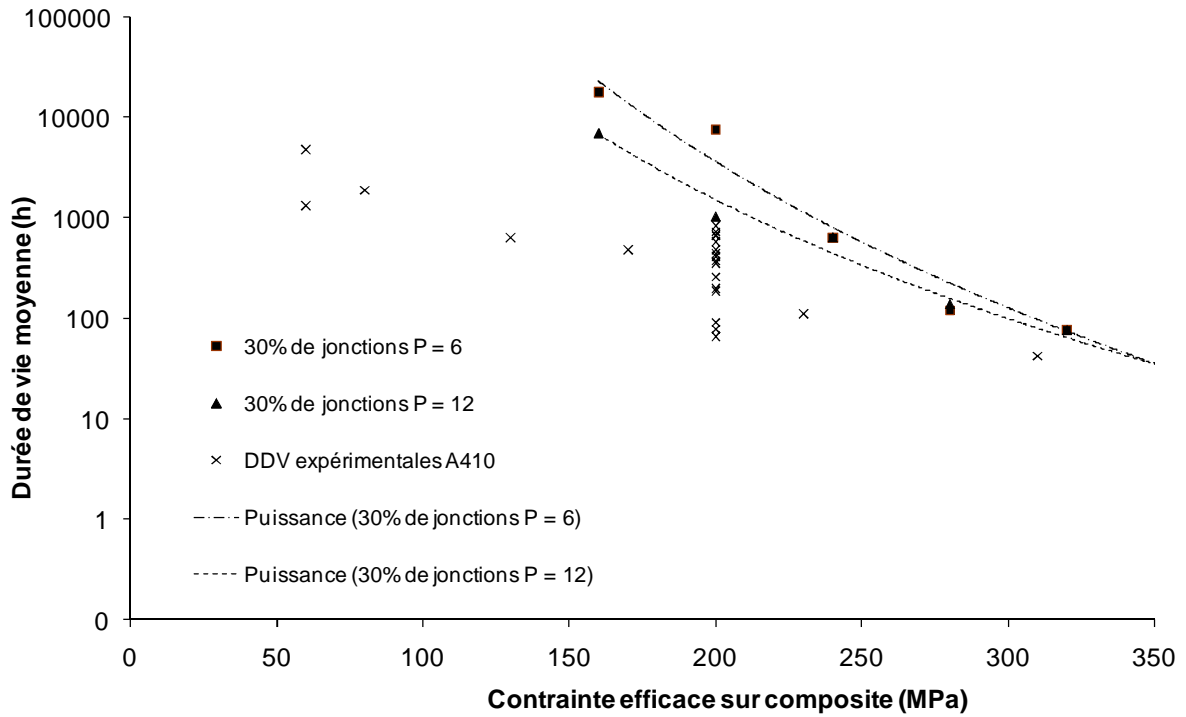


Figure IV – 19 Effet de la taille des paquets de fibres sur la durée de vie du composite pour un taux de fibres jointives de 30%. Fatigue statique à 500°C sous air ambiant. P désigne la taille de paquet (6 et 12 fibres). La durée de vie diminue lorsque la taille de paquet augmente.

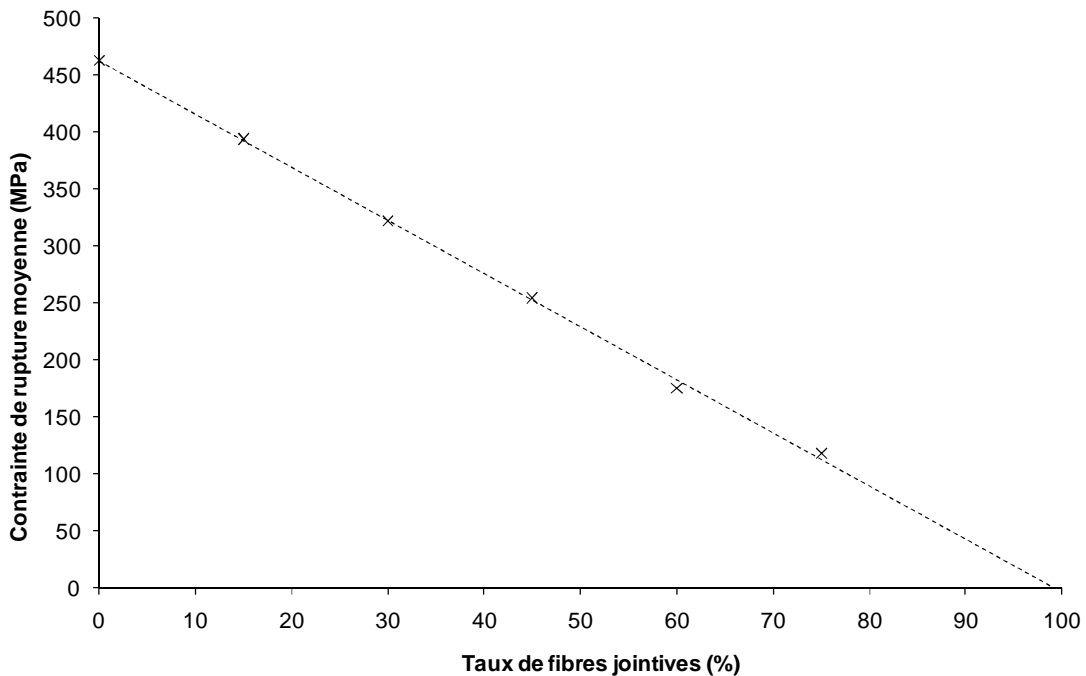


Figure IV – 20 Effet du taux de fibre jointives sur la durée de vie moyenne du composite calculée par le modèle mécanique probabiliste. Fatigue statique à 500°C et 200MPa. La durée de vie est la durée de vie de fil longitudinal.

### 3.3. Evolution de la contrainte résiduelle

La contrainte de rupture du fil longitudinal  $\sigma_r$ , donc celle de l'éprouvette en composite, représente la contrainte à appliquer pour une durée de vie nulle. L'objectif est d'établir le lien entre la contrainte de rupture et la durée de vie en fatigue statique afin de prévoir la durée de vie du composite à partir d'un essai de traction monotone.

Dans un premier temps, le modèle a été employé pour calculer la durée de vie en fatigue et la contrainte de rupture en traction uniaxiale. Ce travail est réalisé pour une microstructure figée avec 45% de fibres jointives et des paquets comprenant de 1 à 12 fibres. La durée de vie est calculée à 500°C et pour une contrainte appliquée de 200MPa. La contrainte de rupture correspond à la contrainte de rupture à l'ambiante. Elle est calculée selon la méthode décrite par (**Figure IV – 7**). Les valeurs des paramètres du modèle sont définies dans (**Tableau IV – 1**). Les résultats révèlent que lorsque le taux de fibres jointives diminue dans le fil longitudinal, la contrainte efficace moyenne de rupture augmente et la durée de vie moyenne augmente (**Figure IV – 21**). Ce résultat démontre qu'il existe une corrélation entre contrainte de rupture et durée de vie par l'intermédiaire de la microstructure. Cette corrélation est intéressante pour établir le lien entre la dispersion de la durée de vie et celle de la contrainte à rupture. En fonction de la valeur de la contrainte de rupture obtenue  $\sigma_r(p)$  de probabilité  $p$ , il est envisageable de prévoir la durée de vie au rang  $p$  pour une contrainte efficace fixée (**Figure IV – 22**). Cette approche répond en partie à une question centrale qui se posait au départ de ces travaux : est-il possible de prévoir la durée de vie à long terme à partir d'essais infiniment courts ?

Dans un second temps, le modèle est employé pour calculer l'évolution de la contrainte de rupture du fil longitudinal au cours de la fatigue. On parle alors de contrainte résiduelle. Pour déterminer cette évolution, la fatigue statique est arrêtée à une durée fixée et un calcul de la contrainte de rupture est effectué sur l'état endommagé. L'évolution de la contrainte résiduelle est obtenue par des essais résiduels réalisés après des essais de fatigue de durée différente. Ce calcul est réalisé pour une fatigue statique à 500°C à 200MPa. La contrainte résiduelle est calculée toutes les 100 heures. Une corrélation est observée entre l'évolution du taux de fibres rompues et l'évolution de la contrainte à rupture (**Figure IV – 23**). La durée de vie est le temps au terme duquel la contrainte résiduelle est égale à la contrainte appliquée. La durée de vie observée est cohérente avec la durée de vie moyenne des éprouvettes en composite en fatigue statique dans des conditions identiques. Le taux de fibres rompues à la rupture est également cohérent avec la fraction critique  $\alpha_c = 12\%$  de fibres rompues dans le fil.

L'effet de la taille de paquet sur la contrainte de rupture du fil longitudinal en traction monotone (**Figure IV – 24**) s'appuie sur les mêmes arguments que pour la durée de vie. Lorsque la taille de paquet augmente, les instabilités augmentent et la fraction critique de fibres rompues est plus rapidement atteinte. La contrainte de rupture s'affaiblit lorsque la taille de paquet augmente.

La sensibilité du composite à la taille de paquet est liée à la capacité de recharge des fibres. La capacité de recharge est donnée par la criticité des fibres (**Eq. IV – 26**). Lorsque la criticité tend vers 0, les fibres ont une grande tolérance à l'augmentation de leur contrainte appliquée avant leur rupture. Les fibres sont moins sensibles aux surcharges lors des reports d'efforts induits par les

ruptures de paquets. La durée de vie du composite et la contrainte de rupture sont peu sensibles à la taille des paquets. Lorsque la criticité tend vers 1, la capacité de recharge des fibres est faible et les surcharges sont favorisées. La durée de vie et la contrainte de rupture sont sensibles à la taille de paquets.

Lorsque la contrainte augmente, la capacité de recharge des fibres diminue quelle que soit la taille de paquet. La recharge ne peut plus être distribuée sans provoquer de surcharge de fibres ce qui explique la convergence des courbes de durées de vie aux environs de 350MPa (**Figure IV – 18**) (**Figure IV – 19**). L'endommagement du composite se compose de phases instables et la fissuration sous critique est très limitée. Ce phénomène se caractérise aussi sur les lois de dispersion de contrainte de rupture. Les courbes tendent à se superposer lorsque la taille de paquet augmente quelque soit le taux de fibres jointives. Ceci suggère que la taille de paquet est prédominante sur le taux de fibres jointives (**Figure IV – 24**).

**Eq. IV – 26**

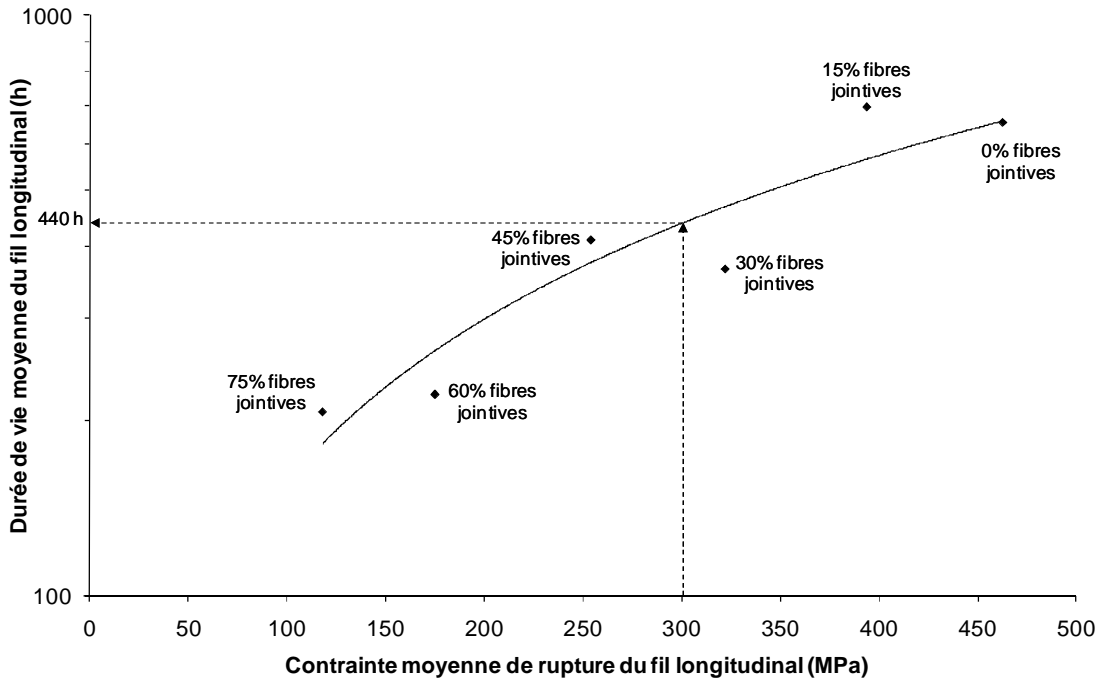
$$c_i = \frac{\sigma_i}{\sigma_{fi}} \quad \sigma_{fi} > 0$$

Lorsque la contrainte efficace sur composite est faible, sa durée de vie est sensible à la taille des paquets. Lorsque la contrainte sur composite s'approche de sa contrainte de rupture, la sensibilité de la durée de vie à la taille de paquet s'estompe car les fibres ont une très faible capacité de recharge. La rupture d'une seule fibre arrive à générer une instabilité.

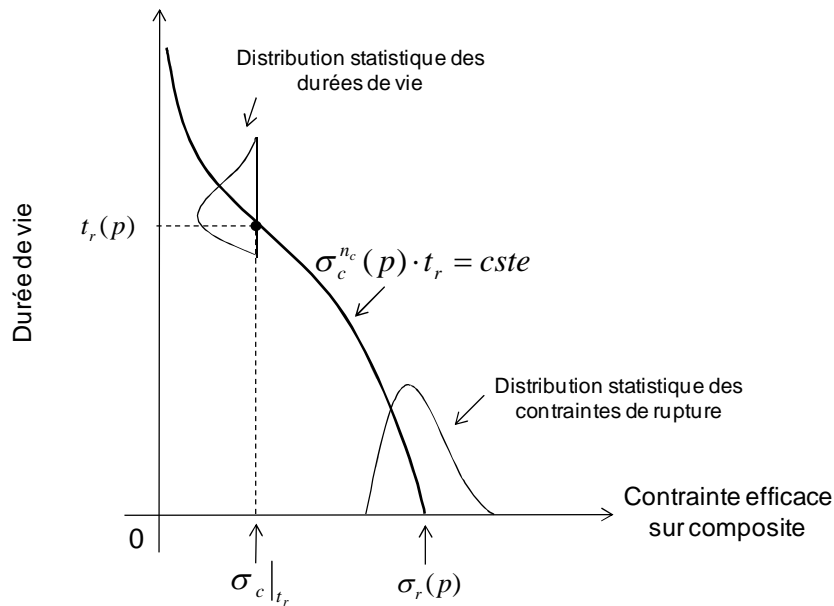
Les durées de vie expérimentales sur composite se situent au niveau des courbes correspondant à des tailles de paquets comprises entre 6 et 12 fibres. Ce résultat est pertinent car les fractographies ont révélé des tailles de paquets similaires.

La microstructure optimale est un compromis entre celle d'un fil sans interactions interfibres et celle d'un minicomposite avec une matrice protectrice des fibres. L'absence de jonctions élimine les ruptures par paquets et les instabilités ce qui minimise la variabilité et maximise la durée de vie. La présence de matrice assure la protection des fibres contre la fissuration sous critique ce qui participe fortement à l'allongement de la durée de vie en fatigue. Pour optimiser la dilution des recharges, les fibres doivent être des éléments en parallèle.

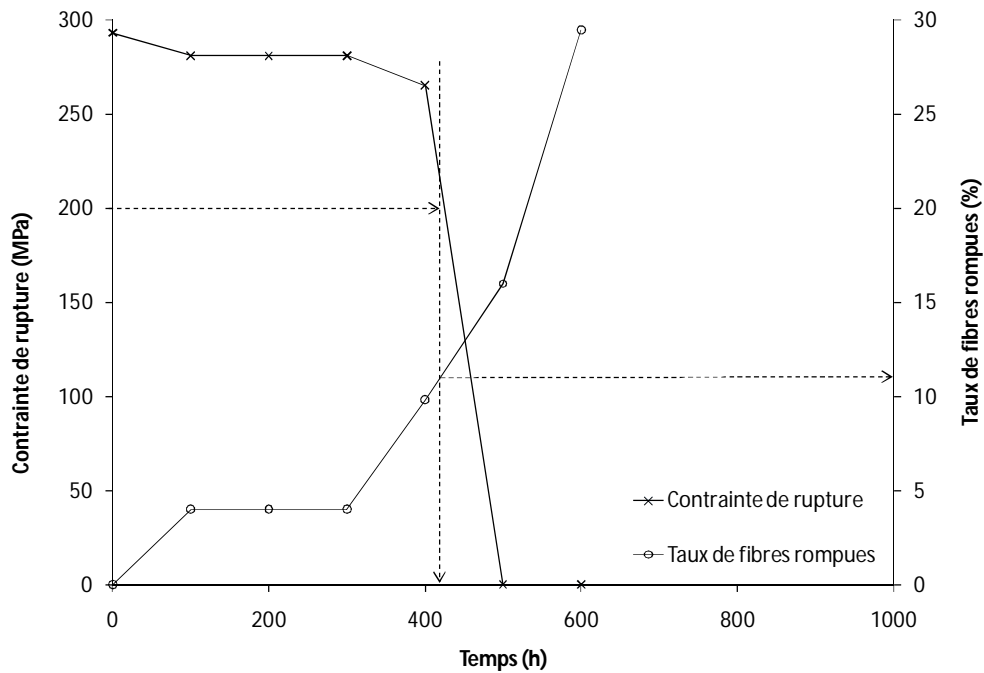
Cette conclusion conduit à proposer un matériau dont la microstructure comprend des interactions interfibres qui favorisent le partage global d'effort entre les fibres. Ces interactions doivent inhiber les instabilités afin d'allonger la durée de vie en fatigue. Ce type d'interaction interfibre ainsi défini est celui rencontré dans les fils seuls. L'absence de jonctions évite les instabilités induites par les ruptures de paquets. La participation de la majorité des fibres à la reprise des efforts favorise un partage global de charge. Pour améliorer la tenue du composite en fatigue et en traction, la microstructure des fils longitudinaux doit tendre vers celle des fils seuls. Les fils longitudinaux doivent être des assemblages de fibres en parallèle sans contacts afin d'éviter les ruptures de fibres par paquets. La matrice doit ensuite assurer la protection des fibres de l'oxygène.



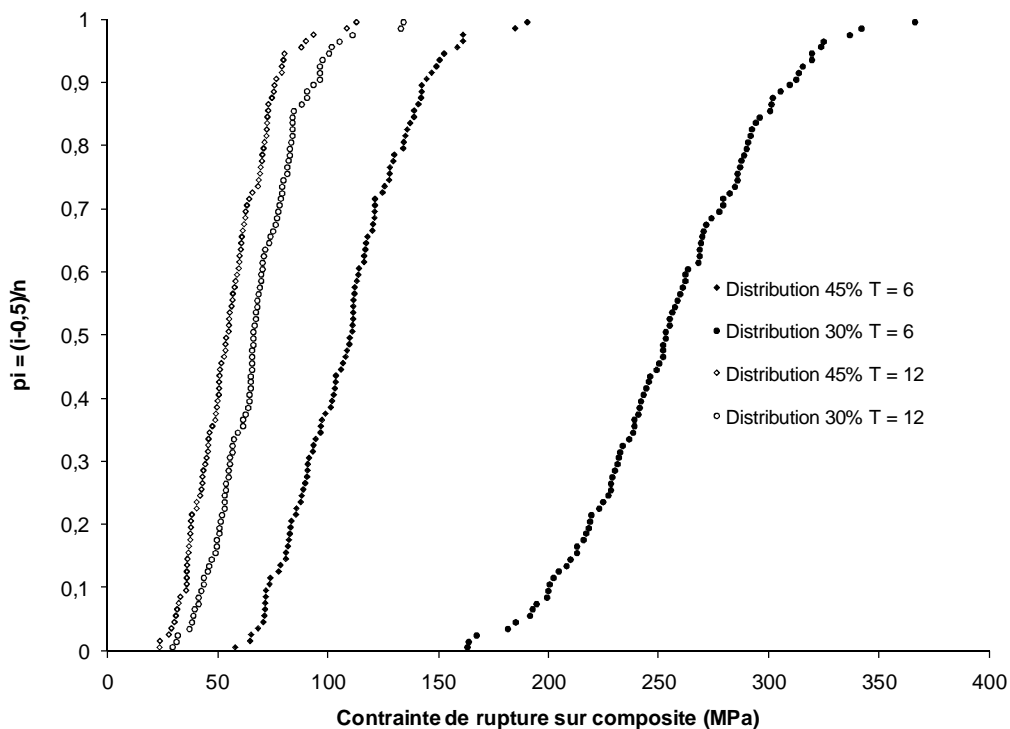
**Figure IV – 21 Evolution de la durée de vie moyenne du fil longitudinal et de sa contrainte de rupture en fonction du taux de fibres jointives. Lorsque le taux de fibres jointives augmente, la durée de vie et la contrainte de rupture diminuent. Mise en évidence d’une corrélation entre durée de vie et contrainte de rupture basée sur la microstructure.**



**Figure IV – 22 Principe de la prévision de la durée de vie en fatigue à partir d’un essai de traction monotone. Méthode de prévision basée sur la corrélation entre dispersion de la contrainte à rupture et dispersion de la durée de vie. La prévision est établie sur le modèle de durée de vie exprimé par une loi puissance.**



**Figure IV – 23 Comparaison entre l'évolution de la contrainte résiduelle et l'évolution du taux de fibres jointives. Fatigue statique à 200MPa à 500°C en traction uniaxiale. 45% de fibres jointives et paquets de 1 à 12 fibres. Lorsque la contrainte résiduelle est égale à la contrainte appliquée, la rupture du fil longitudinal se produit et le temps correspondant est la durée de vie. Bonne corrélation entre le taux de fibres rompues à la rupture et la fraction critique de fibres rompues dans le fil longitudinal.**



**Figure IV – 24 Effet de la taille de paquet sur la contrainte de rupture du composite en traction monotone à l'ambiante. 2 taux de fibres jointives (30% et 45%) et 2 tailles maximales de paquets sont étudiés (6 fibres et 12 fibres). Lorsque la taille de paquet augmente, les courbes de dispersion tendent à se superposer indépendamment du taux de fibres jointives. La taille de paquet semble prédominer sur le taux de fibres jointives.**

## **4. Fatigue statique sous un gradient de contrainte et de température**

### **4.1. Calcul de la distribution spatiale de durée de vie : prévision et localisation de la rupture**

Le modèle mécanique probabiliste est étendu au cas où les températures et les contraintes ne sont pas uniformes. L'aboutissement du modèle est double. D'une part, il conduit à l'établissement d'une distribution spatiale des durées de vie qui permet de localiser les zones critiques où la durée de vie est minimale. D'autre part, il permet de définir une géométrie en fonction d'une distribution spatiale fixée de durée de vie. Il permet d'exprimer la durée de vie en fonction des coordonnées, de la température locale et de la contrainte efficace locale. La variation spatiale de contrainte est induite par la variation de section de l'éprouvette. Le champ de température est imposée par le profil thermique du four (chapitre 2). Champs de contrainte et de température sont décrits à l'aide de la coordonnée ( $x_1$ ) (**Figure II – 6**) (**Figure II – 7**) (**Eq. IV – 27**) (**Eq. IV – 28**).

En présence d'un gradient de température, la cicatrisation matricielle se produit dans certaines zones de la pièce à une température  $\geq 600^\circ\text{C}$  (chapitre 2). Ce phénomène, qui limite l'effet de l'environnement sur la croissance des défauts dans les fibres, est considéré comme un mécanisme retardateur du dommage dans le modèle. Le modèle prend en compte les ruptures de fibres induites par surcharge après rupture par fissuration sous critique (essai à charge constante) et la cicatrisation des fissures matricielles par la formation de verre  $\text{B}_2\text{O}_3$  qui limite l'accès de l'oxygène.

Le modèle est écrit dans des éléments de volume suffisamment petits pour que le processus de fissuration sous critique se produise mais aussi pour conserver la continuité des champs de contraintes. Le défaut le plus gros n'est pas forcément situé au point d'abscisse ( $x_1$ ). La taille initiale du défaut au point de coordonnée ( $x_1$ ) ne correspond plus à la contrainte de rupture en traction de la fibre (cette dernière correspond au défaut le plus gros). Nous considérons donc que dans chaque section d'abscisse  $x_1$ , il se trouve un défaut donné par la distribution des contraintes de rupture de fibres. Cette approximation conduit à une sous estimation de la durée de vie car en réalité le défaut peut être plus petit. Pour cette raison, la contrainte de rupture de la fibre est donnée par la contrainte élémentaire  $S$ . Cette dernière est déterminée par tirage aléatoire à l'aide de la distribution des contraintes de rupture des fibres en traction qui représente la taille des défauts critiques présents dans un groupe de fibres (**Eq. IV – 29**).

**Eq. IV – 27**

$$\sigma(x_1) = \frac{\sigma_c(x_1)}{\Psi(x_1)} = \frac{F_c}{\Psi(x_1) \cdot S_c(x_1)} = \frac{F_c}{V_f \cdot S_c(x_1)}$$

$\sigma_c(x_1)$  contrainte efficace sur composite,  $V_f$  fraction de fibres longitudinales du composite,  $\sigma(x_1)$  contrainte sur fibre,  $F_c$  force appliquée au composite,  $S_c$  section de composite,  $\Psi(x_1)$  opérateur de changement d'échelle (chapitre 2).

**Eq. IV – 28**

$$T = T(x_1)$$

Eq. IV – 29

$$S(x_1) = \frac{\sigma_{0f}}{V} \cdot \left[ \ln \left( \frac{1}{1-p} \right) \right]^{\frac{1}{m_f}}$$

$S(x_1)$  contrainte élémentaire obtenue par tirage aléatoire,  $p$  probabilité déterminée par tirage aléatoire,  $\sigma_{0f}$  et  $m_f$  coefficients de Weibull sur monofilament,  $V = L_j \cdot S_{moy}$  volume de fibre considéré,  $L_j$  longueur de jauge,  $S_{moy}$  section moyenne de fibre.

La fissuration sous critique fait intervenir trois paramètres : l'énergie d'activation  $E_a$ , le terme retard  $\pi$  lié à la présence de matrice et le terme retard  $\pi^*$  lié à la cicatrisation matricielle. La fissuration sous critique est introduite par la variable  $A_1$ . Le terme  $A_1$  est construit avec une loi d'Arrhenius [Gauthier2007] pour introduire l'activation de la fissuration sous critique par l'environnement et la température (Eq. IV – 30). L'énergie d'activation est intrinsèque au phénomène donc constante. En revanche, les termes retard sont soumis à des gradients spatiaux car ils dépendent de  $x_1$  (chapitre 2).

La cicatrisation est en compétition avec la fissuration sous critique des fibres. Pour déterminer si la cicatrisation est effective, une comparaison est faite entre le temps de cicatrisation et la durée de vie des fibres en fissuration sous critique sans effet retard (calculée avec le modèle mécanique probabiliste). Le temps de cicatrisation  $t_{cic}$  est obtenu à partir du modèle de [Garritte2007] qui décrit la cinétique chimique du  $B_2O_3$  (Eq. IV – 31). Il correspond au temps de cicatrisation d'une fissure modèle dont l'ouverture est de  $5 \mu m$  [Garritte2007]. Lorsque le temps  $t_{cic}$  de cicatrisation de la fissure modèle par  $B_2O_3$ , est supérieur à la durée de vie des fibres subissant la fissuration sous critique, la cicatrisation n'est pas effective (Eq. IV – 32). Lorsque le temps  $t_{cic}$  de cicatrisation de la fissure par  $B_2O_3$ , est inférieur à la durée de vie des fibres subissant la fissuration sous critique, la cicatrisation est effective (Eq. IV – 33).

La distribution spatiale de la durée de vie du composite en fatigue est donnée par (Eq. IV – 34) qui se généralise sous la forme (Eq. IV – 35). La durée de vie du composite se définit comme un produit par un opérateur  $\theta$  de la température et de la contrainte, ce qui démontre que  $t_r(x_1)$  dépend du couple  $(\sigma(x_1), T(x_1))$ . Le modèle donne la durée de vie du composite en décrivant les mécanismes d'endommagement des fibres. Les valeurs numériques employées dans le modèle sont issues de [Gauthier2007] [Laforet2009] (Tableau IV – 2).

Eq. IV – 30

$$A_1(x_1) = A_{10} \cdot e^{-\left(\frac{E_a}{R \cdot T(x_1)} - \pi(x_1)\right)}$$

Eq. IV – 31

$$t_{cic} = \frac{k'_p}{2 \cdot k'_l} \cdot \left( -\frac{2 \cdot k'_l \cdot e}{k'_p} - \ln \left( 1 - \frac{2 \cdot k'_l \cdot e}{k'_p} \right) \right)$$

$t_{cic}$  temps nécessaire à la formation d'une couche d'épaisseur  $e$  de  $B_2O_3$  ( $e = 5 \mu m$ ),  $k'_l$  constante de volatilisation du  $B_2O_3$  ( $\mu m/h$ ),  $k'_p$  constante parabolique ( $\mu m^2/h$ ).

Eq. IV – 32

$$t_{fibre}(x_1, \sigma, T) \leq t_{cic}(x_1, \sigma, T) \rightarrow \pi(x_1) = 3$$

Eq. IV – 33

$$t_{fibre}(x_1, \sigma, T) \leq t_{cic}(x_1, \sigma, T) \rightarrow \pi(x_1) = e^{a \cdot x_1 + b}$$

Eq. IV – 34

$$t_r|_c(x_1) = \frac{2}{\sigma^{n_f(x_1)} \cdot A_1(x_1) \cdot (n_f - 2)} \left( \frac{Y}{K_{IC}} \right)^{n_f - 2} [(S(x_1))^{n_f - 2} - \sigma^{n_f - 2}(x_1)]$$

Eq. IV – 35

$$t_r|_c(x_1) = \sigma(x_1) \theta T(x_1)$$

$R (J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1})$	8,314	$\alpha$	0,002	$A_0$	539
$Y$	1,128	$n_f$	8,4	$E_a (J/mol)$	135000
$K_{IC} (MPa \cdot m^{0.5})$	1,25	$m_f$	8,47	$\sigma_{of} (Pa)$	$2,22 \cdot 10^8$
$a$	-0,035	$b$	-0,9	$V (m^3)$	$3,84 \cdot 10^{-12}$

**Tableau IV – 2 Valeurs numériques employées pour les différents paramètres du modèle mécanique probabiliste.**

## 4.2. Résultats et discussion

La (**Figure IV – 25**) met en évidence deux régimes distincts en raison de la compétition entre fissuration sous critique et cicatrisation : un régime cicatrisant et un régime non cicatrisant. Dans les zones où la température est supérieure à 600°C,  $t_{fibre} > t_{cic}$ . La cicatrisation prédomine : c'est le régime cicatrisant. La durée de vie du composite tend vers l'infini sauf si l'oxygène diffuse à travers le bouchon de  $B_2O_3$  qui colmate les fissures.

Dans les zones où la température est inférieure à 600°C,  $t_{fibre} < t_{cic}$  et la fissuration sous-critique prédomine et la durée de vie du composite est dictée par les fibres longitudinales qui subissent la fissuration lente : c'est le régime non cicatrisant. La position de la durée de vie minimale du composite se situe hors de la zone utile. Ce résultat est en accord avec les essais de fatigue statique à 800°C.

La position de la rupture est assez bien prévue. En revanche, la durée de vie obtenue par le calcul présente un écart parfois significatif avec les essais à 800°C (**Tableau IV – 3**). Cet effet peut résulter du calcul de  $S(x_1)$  par l'équation (**Eq. IV – 29**) qui peut introduire une certaine variabilité. Ceci suggère que le gradient de température et la cicatrisation dominant par rapport à la contrainte.

La distribution spatiale des durées de vie du composite en fonction de la position  $x_1$  (**Eq. IV – 35**) est présentée (**Figure IV – 26**). Le minimum de durée de vie calculé ( $x_1 = 54\text{mm}$  et  $x_1 = 140\text{mm}$ ) correspond aux résultats expérimentaux.



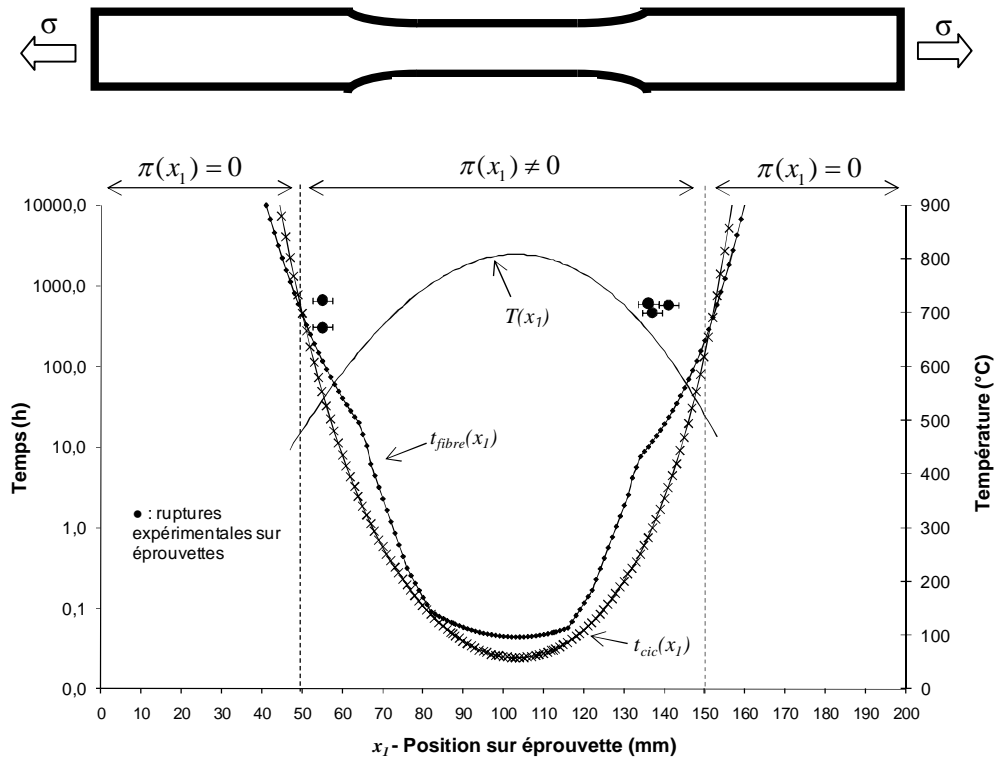


Figure IV – 25 Comparaison entre le temps de cicatrisation  $t_{cic}$  (Eq. IV – 31) et la durée de vie des fibres  $t_{fibre}$  sans effet retard.  $\forall x_1 \in [53 ; 147] \rightarrow T \geq 600^\circ\text{C} \rightarrow$  régime cicatrisant.  $\forall x_1 \in [0 ; 53 [ U ] 147 ; 200] \rightarrow T < 600^\circ\text{C} \rightarrow$  régime non cicatrisant

$\sigma_c(x_1)$ [MPa]	$x_1$ [mm] expérimental	Ecart relatif avec $x_1$ calculé [%]	Durée de vie expérimentale $t_r$ [h]	Ecart relatif avec $t_r$ calculé [%]
133	55 ± 2	2	305	-50
133	137 ± 2	3	460	20
133	141 ± 2	1	573	35
133	136 ± 2	3	601	38
133	55 ± 2	2	662	6

Tableau IV – 3 Comparaison entre les résultats expérimentaux obtenus après essais de fatigue statique sur composite à 800°C et les prévisions du modèle.

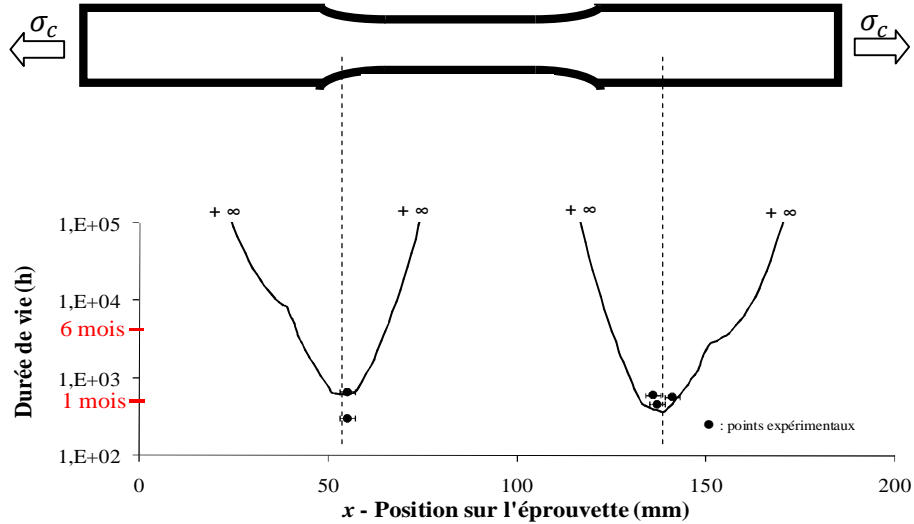


Figure IV – 26 Prédiction de l'évolution de la durée de vie le long de l'éprouvette en composite SiC/SiC par le modèle de durée de vie (Eq. IV – 35). Fatigue statique à 200MPa, 800°C sous air ambiant en traction uniaxiale.

### 4.3. Calcul d'une géométrie d'éprouvette

La géométrie initiale des éprouvettes conduit à une rupture systématique dans les talons, la zone utile ne contient pas le couple critique contrainte  $\theta$  température. Le modèle permet de calculer une nouvelle géométrie d'éprouvette pour laquelle la durée de vie est minimale au centre de la zone utile. Nous calculons cette géométrie à partir d'une distribution spatiale fixée de durée vie et d'un profil de température. Le modèle (Eq. IV – 34) est réécrit sous la forme (Eq. IV – 36). L'épaisseur  $e$  de l'éprouvette est constante ( $e = 4\text{mm}$ ), la géométrie est donc définie par la largeur  $l(x_1)$ . En toute position  $x_1$ ,  $l(x_1)$  est solution de (Eq. IV – 36).

**Eq. IV – 36** 
$$U(x_1) \cdot \sigma_c(x_1)^{n_f} + \sigma_c(x_1)^{n_f-2} - V(x_1) = 0$$

Avec

$$U(x_1) = \frac{t_r(x_1) \cdot Y^2 \cdot A_1(x_1) \cdot (n_f - 2)}{2 \cdot K_I C^{-2}}$$

$$V(x_1) = (S(x_1))^{n_f - 2}$$

$$\sigma_c(x_1) = \frac{P}{e \cdot l(x_1)}$$

$\sigma_c(x_1)$  contrainte dans l'éprouvette,  $P$  force appliquée à l'éprouvette,  $e$  épaisseur de l'éprouvette,  $l(x_1)$  largeur de l'éprouvette.

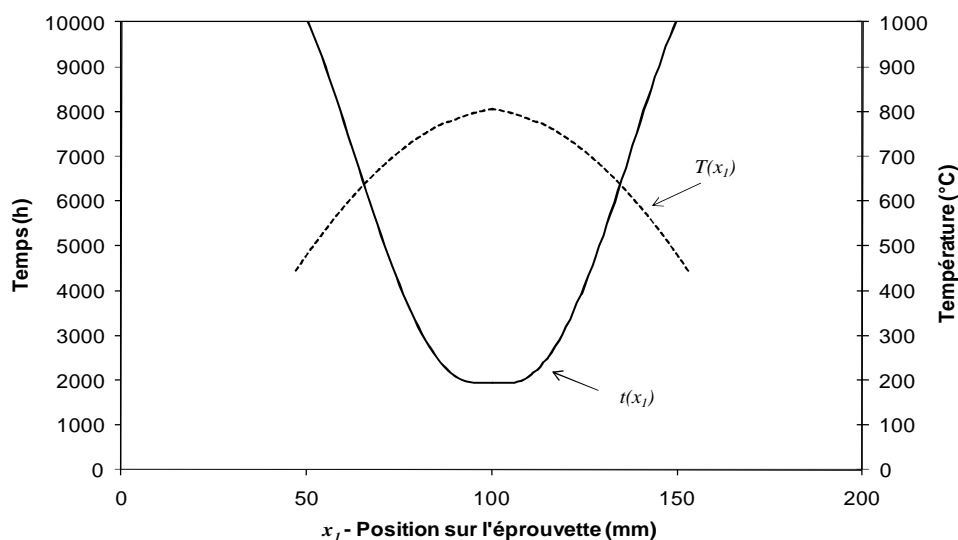
Les calculs de  $l(x_1)$  ont été réalisés pour le cas particulier suivant :

- le profil de température le long de l'éprouvette  $T(x_1)$ , obtenu par interpolation entre les valeurs mesurées lors de l'étalonnage du four (Figure IV – 27) ;
- la force appliquée sur l'éprouvette  $P = 12800 \text{ N}$  ;
- la distribution spatiale des durées de vie  $t_r(x_1)$  le long de l'éprouvette (Figure IV – 27).

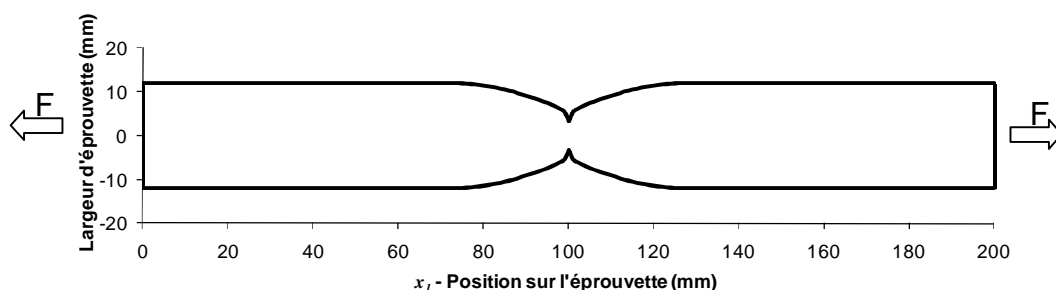
La (**Figure IV – 28**) montre la forme d'éprouvette déduite par les valeurs  $l(x_1)$  obtenues pour que la durée de vie soit minimale au centre de la zone extensométrée (soumise à une température de 800°C). La variation de section est de 73% entre les talons ( $x_1 = 0\text{mm}, x_1 = 200\text{mm}$ ) et le centre de la zone utile ( $x_1 = 100\text{mm}$ ). Cette variation est nettement plus importante que pour la géométrie de 1<sup>ère</sup> génération qui présente une variation de 50%.

Le respect du profil de durées de vie fixé *a priori* conduit à proposer une variation de section du composite en vue de faire varier la contrainte. La variation de section s'accompagne d'une variation de la quantité de fibres longitudinales qui reprennent la charge, ce qui peut modifier la cinétique d'endommagement. La réduction du nombre de fibres peut favoriser les ruptures par surcharges et les phases instables.

Bien que les composites SiC/SiC soient peu sensibles à l'effet d'entaille, on peut s'interroger sur l'effet d'une variation aussi importante de section sur le champ de contrainte dans les fils longitudinaux. La présence de seal coat peut, par exemple, avoir une importance significative au niveau de la section la plus petite. Un autre point intéressant serait d'étudier l'effet de la durée de vie minimale sur le profil de l'éprouvette défini par  $l(x_1)$ .



**Figure IV – 27 Profil de température et distribution spatiale de durée de vie choisie le long de l'éprouvette en fatigue statique.**



**Figure IV – 28 Prédiction par le modèle, d'un format d'éprouvette permettant une rupture au centre de l'éprouvette. Fatigue statique à 800°C sous air ambiant en traction uniaxiale.**

## 5. Conclusions

Les résultats expérimentaux, les observations micrographiques et le modèle mécanique probabiliste aboutissent à des conclusions identiques. Aux températures intermédiaires (500°C – 800°C), le composite est sujet à la rupture différée. Ce phénomène, déjà observé sur fibre et fils, fait intervenir la fissuration sous critique couplée à un mécanisme de rupture de fibres par paquet induit par la présence de fibres en contact.

Il paraît pertinent et logique que la tenue du composite soit fixée par le renfort. Ceci nous amène à la déduction que la rupture du composite est déclenchée par la rupture des fibres longitudinales. Ce mode de rupture est d'ailleurs constaté expérimentalement et dans la bibliographie [Lamon2005]. Ce raisonnement nous a poussé à étudier particulièrement les fibres longitudinales qui jouent un rôle prépondérant dans la cinétique d'endommagement du composite.

La cinétique d'endommagement dans les fils longitudinaux est simulée par un modèle mécanique probabiliste basé sur une description statistique de la microstructure. Les données d'entrée sont des distributions statistiques de grandeurs microscopiques qui introduisent les sources de dispersion et l'incertitude qui porte sur ces quantités d'intérêt. En prenant en compte les sources de variabilités introduites par la microstructure, ce modèle sert à la recherche d'une microstructure qui maximise les durées de vie et minimise leur dispersion. D'après le modèle, cette microstructure idéale contient des fibres en parallèle sans jonction, protégées par une matrice qui empêche la pénétration d'oxygène. Ce concept de microstructure, qui consiste à éliminer les interactions interfibres, concorde assez bien avec les précédents travaux [Calard1998].

La fissuration sous critique est un mécanisme pilote qui diminue la contrainte à rupture de fibre et qui amorce les recharges et la rupture par paquet. La taille de paquets et le taux de fibres jointives figurent comme des sources importantes de variabilité de la durée de vie du composite dont l'influence est caractérisée par une étude paramétrique (**Tableau IV – 4**). Pour des conditions expérimentales identiques, plusieurs scénarii d'endommagement existent, ce qui engendre une grande variabilité des durées de vie du composite. L'emploi d'un critère de rupture basé sur la fraction critique de fibres rompues a permis la construction de graphiques Strength Probability Time. Ces graphiques fournissent une prévision de la durée de vie du fil longitudinal en fonction de la contrainte et de la probabilité de rupture. Les résultats numériques convergent de manière satisfaisante avec l'expérience. Ils sont employés pour compléter les bases de données. La loi de durée de vie sur composite est une loi puissance (**Eq. IV – 37**).

**Eq. IV – 37**

$$t_r \cdot \sigma_c^{n_c} = cste$$

$t_r$  durée de vie du composite en fatigue statique,  $\sigma_c$  contrainte efficace.

Le modèle démontre également que la durée de vie du composite dépend du couple critique température – contrainte qui pilote la cinétique d'endommagement. Il aboutit à deux types de résultats. D'une part, il calcule la distribution spatiale des durées de vie d'un composite soumis à un

gradient de température et de contrainte. D'autre part, il calcule une géométrie en fonction de la distribution spatiale de durée de vie et des champs de température et de contraintes.

Les intérêts de ce modèle sont multiples. D'une part, il est en accord avec les sites de rupture systématique d'éprouvettes de 1<sup>ère</sup> génération, en dehors de la zone la plus chaude (zone utile). D'autre part, il est utilisé comme un outil pour déterminer une 2<sup>nde</sup> génération d'éprouvette dont la rupture se situe au milieu de la longueur de jauge. La nouvelle géométrie obtenue par le calcul est un format entaillé au milieu de la zone chaude, ce qui ramène la durée de vie minimale au centre de l'éprouvette. Les résultats issus du calcul concordent avec l'expérience, ce qui confirme que le modèle décrit convenablement les phénomènes qui s'opèrent dans le composite au cours de la fatigue.

	DDV	Dispersion DDV	Contrainte de rupture
Taux de fibres jointives ↗	↘	↘	↘
Taille des paquets de fibres jointives ↗	↘	↘	↘

**Tableau IV – 4 Récapitulatif de l'effet des paramètres microstructuraux sur la tenue du composite.**

# Chapitre 5

## Approche fiabiliste : prévision de la variabilité de la durée de vie

### Introduction

En raison de contraintes techniques et budgétaires, les essais de fatigue sont limités en nombre et en durée. Les durées de vie mesurées dans les campagnes d'essais ne fournissent donc que des bases de données pauvres sur lesquelles les méthodes statistiques standards ne donnent que des lois de fiabilité réduites. Ces bases de données sont alors nommées échantillons à information faible. Ce chapitre tente d'apporter une réponse aux problématiques liées au dimensionnement en fatigue. Il se situe en aval des approches « matériaux » fondées sur les relations microstructure-propriétés développées précédemment. Il fournit un outil pour l'Ingénieur qui requiert peu de connaissance sur le matériau. Cet outil repose sur une méthode bayésienne pour le traitement d'échantillon de données à information faible. La méthode consiste à ajuster la loi de fiabilité réduite pour prévoir la distribution statistique complète des durées de vie du composite. Cette distribution décrit la dispersion des durées de vie et constitue la loi de fiabilité ajustée du matériau. Elle est indispensable pour établir des prévisions de la durée de vie du composite en fatigue statique en fonction de la probabilité de rupture.

## **1. Objectifs**

La loi de fiabilité du composite est indispensable pour le dimensionnement des structures ou la mise en place d'essais accélérés qui requièrent de connaître la loi de variabilité de la durée de vie du composite. Elle est aussi un outil intéressant pour accéder à diverses grandeurs telles que la probabilité de rupture ou le nombre d'essais minimal à réaliser pour obtenir un résultat crédible.

Pour connaître la loi de fiabilité, la méthode usuelle consiste à réaliser un grand nombre d'essais et d'en déduire des caractéristiques statistiques telles que l'espérance ou l'écart type. Ces grandeurs vont servir pour décrire la dispersion de la quantité d'intérêt qui est ici la durée de vie du composite. En raison d'un coût important et de nombreuses difficultés techniques associées aux essais de longue durée à haute température, les essais de fatigue sur composite sont limités en nombre et en durée. La problématique est donc de prévoir et de connaître la reproductibilité des durées de vie du composite en utilisant le moins d'essais possible et en réduisant la durée des essais.

Ce contexte nous a poussés à mettre en place des méthodes permettant de prédire et de déduire des informations à partir d'échantillons de très faible taille. Un des outils pour établir la loi de fiabilité à partir d'un nombre très faible d'essais est une procédure bayésienne. Cet outil consiste à introduire des informations *a priori* sur la durée de vie, afin de compenser le déficit d'informations statistiques de l'échantillon. Parmi les informations *a priori* nous distinguons, l'« avis d'expert » qui fournit des valeurs de durée de vie maximale et la nature des distributions statistiques (loi de Weibull, loi Normale,...).

L'approche fiabiliste qui fait l'objet de ce chapitre consiste à présenter une méthode pour déterminer la loi de fiabilité du composite en fatigue statique. Cette loi de fiabilité est la distribution statistique des durées de vie du matériau pour un chargement et des conditions expérimentales fixés. Cette approche propose une description de la variabilité de la durée de vie mais ne s'intéresse pas aux sources de dispersion. La durée de vie constitue l'unique grandeur d'intérêt issue de l'expérience.

## **2. Echantillons à information faible**

Un échantillon est une série de valeurs d'une variable aléatoire avec lesquelles les caractéristiques statistiques sont calculées pour décrire le comportement statistique de cette variable aléatoire. Dans ce travail, la variable aléatoire est la durée de vie du composite en fatigue statique pour des conditions expérimentales fixées.

Un échantillon à information faible comporte des durées de vie censurées et une faible quantité de durées de vie. Dans ce contexte, plusieurs solutions peuvent être adoptées pour établir des conclusions prudentes et pertinentes :

- renoncer à l'établissement de conclusions ;
- traiter les phénomènes physiques. Ce travail fait l'objet des précédents chapitres ;
- apporter de l'information statistique extérieure *a priori* par une procédure bayésienne. Cet apport vise à combler le déficit d'information induit par l'échantillon à information faible.

## 2.1. Essais censurés et limités en nombre

Pour des conditions expérimentales fixées, la durée de vie du composite en fatigue est sujette à une grande dispersion. Cette dispersion conduit couramment à un rapport de 15 entre les durées de vie minimale et maximale obtenues sur un échantillon à information faible. On peut penser que ce rapport pourrait être plus grand sur un échantillon représentatif de la population des durées de vie. Les approches mécaniques multi échelles ont d'ailleurs montré que la dispersion des durées de vie est suffisamment grande pour que les durées de vie extrêmes ne soient pas dans le même ordre de grandeur.

Il est fréquent que les essais de fatigue statique à haute température sur des éprouvettes en composite tissé durent plusieurs mois, particulièrement à faible contrainte. Pour des raisons techniques, les essais de longue durée ne peuvent être menés en grand nombre. Les campagnes d'essais fournissent essentiellement des durées de vie courtes. L'absence des plus grandes durées de vie tronque la représentativité statistique de l'échantillon. Par conséquent, l'emploi des méthodes standards de traitement statistique pour l'établissement des lois de fiabilité est impossible.

Le nombre de durées de vie expérimentales efficaces est également faible, ce qui nécessite des outils spécifiques pour un traitement statistique acceptable des données. Une définition formelle d'un échantillon trop petit est que sa taille  $\varrho$  est du même ordre de grandeur que le nombre  $\Gamma$  de paramètres à déterminer pour établir une prévision (**Eq. V – 1**)<sup>[Celeux2008]</sup>. En pratique, nous disposons d'environ 15 durées de vie ( $\varrho = 15$ ). Le nombre de paramètres statistiques nécessaires pour la prévision vaut au moins 2 ( $\Gamma = 2$ ) car il est généralement nécessaire de connaître l'écart type et la moyenne des durées de vie.

$$\text{Eq. V – 1} \quad \varrho \sim \Gamma$$

L'analyse d'échantillons à information faible s'avère relativement complexe et dangereuse pour plusieurs raisons. Leur forte sensibilité aux valeurs aberrantes et aux valeurs extrêmes biaise leur représentativité statistique. Leur faible taille rend caduque les hypothèses des grands nombres sur lesquelles reposent les méthodes usuelles.

## 2.2. Fonction de fiabilité réduite

L'application des méthodes statistiques usuelles sur un échantillon à information faible ne permet d'accéder qu'à des fonctions de fiabilité réduites et aléatoires du matériau (**Figure V – 1**). La qualification réduite se justifie par le fait que ces lois soient construites sur un échantillon réduit non représentatif de la population des durées de vie.

La réalisation d'un échantillon est un événement aléatoire. La loi réduite dépend de l'échantillon puisque sa construction fait uniquement appel aux caractéristiques de l'échantillon. La loi



réduite est donc aléatoire. Pour chaque échantillon réalisé, il existe une loi réduite. Bien que totalement erronées, ces fonctions réduites sont utilisées pour alimenter le modèle bayésien qui va les ajuster. La transformée d'une loi réduite  $h(t)$  par l'ajustement bayésien est la loi complète  $f(t)$  (Figure V – 2). L'ajustement bayésien fait appel à un jeu d'informations *a priori* : avis d'expert, nature des lois et la valeur de paramètres d'ajustement. Les étapes de cet ajustement sont détaillées dans la suite de ce chapitre.

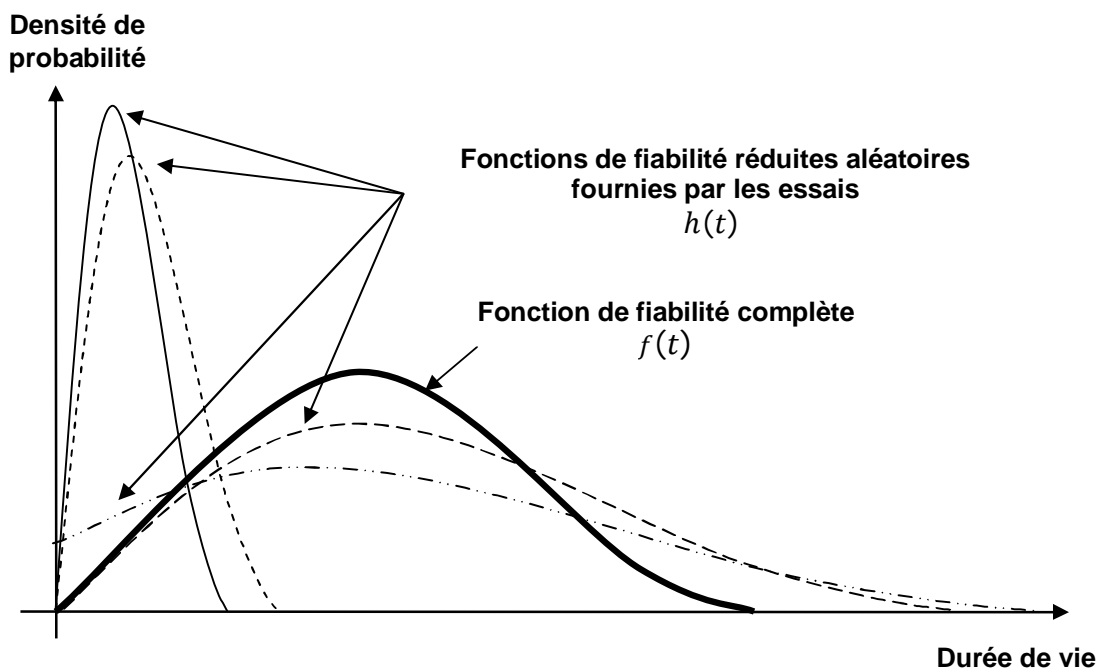


Figure V – 1 Représentation de fonctions de fiabilité réduites et aléatoires fournies par plusieurs échantillons à informations faibles : mise en évidence de leur forte distorsion par rapport à la loi complète.

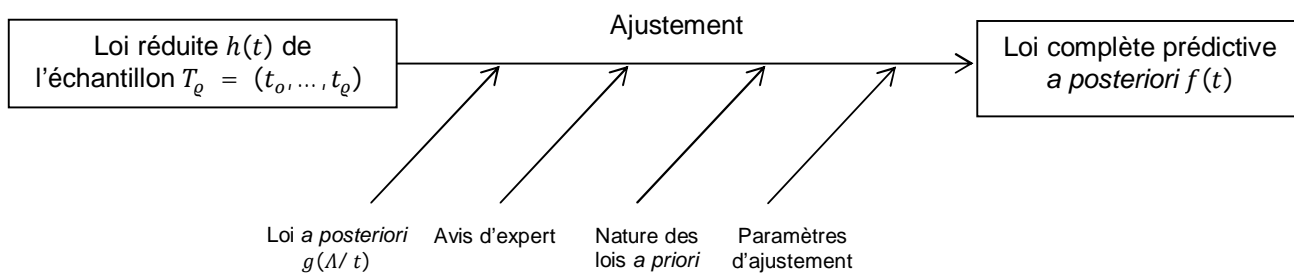


Figure V – 2 Schématisation de la procédure bayésienne : mise en évidence des étapes principales de l'ajustement bayésien.

## **2.3. Notion de fiabilité du matériau et de fiabilité du protocole**

### **2.3.1. Fiabilité du matériau**

La fiabilité du matériau est la probabilité que sa durée de vie ne dépasse pas une valeur particulière  $t^*$  définie sur  $] - \infty, +\infty[$  (Eq. V – 2). Cette probabilité est calculée à partir de la distribution statistique des durées de vie qui porte également le nom de loi de fiabilité. La fiabilité prend aussi le nom de probabilité de survie qui s'exprime en fonction de la probabilité de rupture. Cette distribution statistique des durées de vie correspond à la densité de probabilité de survie du matériau.

La construction de la loi de fiabilité nécessite la réalisation d'essais de fatigue afin d'établir un échantillon de durées de vie. Pour que l'échantillon soit représentatif, les essais doivent être réalisés dans des conditions expérimentales identiques. La loi de fiabilité du matériau dépend donc de l'échantillon de durées de vie obtenu par les essais. L'échantillon des durées de vie est la fondation principale pour caractériser le matériau sur un plan fiabiliste.

### **2.3.2. Fiabilité du protocole**

Le protocole est le nom donné à la méthodologie expérimentale employée pour réaliser les essais de fatigue. Il comprend l'ensemble des procédures décrivant la préparation des éprouvettes, le lancement des essais et l'arrêt des essais. Cette appellation recouvre également les procédures à suivre lors des arrêts accidentels de machine. Le protocole a donc une influence indéniable sur l'échantillon des durées de vie obtenu par les essais.

Pour des conditions expérimentales identiques, les résultats d'essais sont affectés par le protocole. En d'autres termes, un matériau identique soumis à un protocole différent ne donnera pas systématiquement le même échantillon de durées de vie, et par voie de conséquence la même loi de fiabilité. Cet effet est difficilement quantifiable car il dépend de phénomènes non maîtrisés : pannes machine, incertitudes de mesures, préparation des éprouvettes, géométrie des éprouvettes, étapes de lancement des essais, volume des éprouvettes....

### **2.3.3. Fiabilité par les essais de fatigue sur composite**

La loi de fiabilité ainsi calculée caractérise le matériau mais elle est soumise à un biais induit par le protocole. Pour cette raison, on parle de fiabilité du matériau pour des conditions expérimentales et un protocole d'essais fixés. Les conditions expérimentales sont données par une liste non exhaustive de paramètres qui influencent plus ou moins fortement la fiabilité du matériau (température, environnement, effort de traction, géométrie de l'éprouvette, volume de l'éprouvette...). Le protocole d'essais introduit des paramètres tels que le taux de pannes machine, les incertitudes de mesure, les effets géométriques... Ces paramètres liés au protocole démontrent la dépendance de la fiabilité du matériau au protocole. Cette notion ne doit pas être perdue de vue dans l'établissement des diagrammes d'endurance du matériau qui sont employés pour le dimensionnement de pièces plus ou moins complexes soumises à des conditions expérimentales et à des préparations différentes des

éprouvettes. Cette remarque amène à s'interroger sur la représentativité des essais sur éprouvette vis à vis des conditions de service des pièces réelles.

La rupture d'une éprouvette en composite est donc liée à une série d'événements aléatoires activés plus ou moins rapidement par le protocole. Vu sous cet angle, la rupture est donc un événement conditionnel et la fiabilité est donnée par (**Eq. V – 3**). L'effet du protocole peut être décrit de manière globale par le vecteur  $\varepsilon$  à  $z$  composantes.

L'effet de volume et l'effet géométrique sur la fiabilité induits par la forme de l'éprouvette restent des axes de travail à développer au terme de cette thèse. Ces aspects sont importants car ils permettront d'explicitier le lien entre la fiabilité obtenue par les essais sur éprouvettes et la fiabilité des pièces. Le passage de l'éprouvette à la pièce n'étant pas quantifié, les résultats et les graphiques présentés dans la suite de l'étude décrivent la fiabilité sur éprouvette.

**Eq. V – 2**

$$p(t \leq t^*) \rightarrow \text{fiabilité}$$

**Eq. V – 3**

$$p(t \leq t^*) = p(t/\varepsilon) = \frac{p(t \cap \varepsilon)}{p(\varepsilon)}$$

$\varepsilon$  vecteur de taille  $z$  décrivant le protocole,  $t$  durée de vie,  $t^*$  durée de vie escomptée.

### 3. Approche bayésienne

L'approche bayésienne est une méthode globale qui ne s'intéresse qu'à une seule quantité d'intérêt : la durée de vie d'éprouvettes en composite en fatigue statique en traction uniaxiale. Sa vocation est de décrire la dispersion de la durée de vie à partir d'observations macroscopiques. Cette approche ne s'intéresse pas aux mécanismes d'endommagement et aux origines de la dispersion de la durée de vie.

Comme son nom l'indique, cette approche est basée sur le théorème de Bayes. La probabilité de rupture du matériau est une probabilité conditionnelle en fonction d'un paramètre global  $Z$  qui est lui-même une variable aléatoire (**Eq. V – 4**). Le paramètre  $Z$  est lié à la cinétique d'endommagement, au chargement, à la microstructure,.... Ce concept de rupture conditionnelle est d'ailleurs pertinent puisque la cinétique endommagement d'un composite se compose d'étapes chronologiques, successives et séquentielles. La rupture au temps  $t$  dépend de l'historique du matériau donc des événements précédents. En ce sens, il est pertinent de considérer l'endommagement du composite comme un processus bayésien.

Si cet aspect est relativement peu regardé dans la bibliographie, certains auteurs se sont penchés sur l'utilisation du concept bayésien pour décrire l'endommagement de composite. <sup>[Calard1998]</sup> a employé cette notion pour la construction d'un modèle ergodique : la probabilité de rupture du composite est donnée par une relation de Bayes.

**Eq. V – 4**

$$p(t \leq A) = p(t/Z) \cdot p(Z)$$

$Z$  vecteur décrivant les événements aléatoires de la cinétique d'endommagement,  $t$  durée de vie,  $A$  variable aléatoire.

### 3.1. Paradigme bayésien

L'établissement de la fonction de fiabilité complète  $f(t)$  du matériau (**Eq. V – 5**) consiste à ajuster la loi de fiabilité réduite  $h(t)$  calculée par les méthodes usuelles sur un échantillon à information faible  $T_q$  réalisé pour des conditions expérimentales et un protocole fixés. Cette relation est le point de départ car elle exprime la probabilité de rupture à partir de la fonction complète.

$$\text{Eq. V – 5} \quad p(t \leq X) = \int_{-\infty}^X f(a) \cdot da \quad \forall X \in ] - \infty; +\infty[$$

$t$  durée de vie,  $X$  variable aléatoire,  $f$  fonction de fiabilité complète,  $a$  variable d'intégration.

La loi réduite  $h(t)$  dépend d'un jeu de variables aléatoires  $\Lambda = (w, \theta)$ .  $w$  et  $\theta$  sont respectivement l'espérance et l'écart type des durées de vie sur  $T_q$ .  $\Lambda$  est intrinsèque à l'échantillon  $T_q$ . La loi complète des durées de vie, nommée loi *a posteriori*  $f(t)$ , est calculée grâce à (**Eq. V – 6**). Intégrer sur  $\Lambda$  revient à prendre en compte l'ensemble des échantillons qui peuvent se réaliser.

La relation de Bayes est employée pour exprimer  $\xi$  et  $p$  en fonction des lois connues  $g$  et  $h$  (**Eq. V – 7**) et réécrire (**Eq. V – 6**) sous la forme (**Eq. V – 8**). Cette étape est importante car elle permet d'introduire les lois connues  $g(\Lambda/t)$  et  $h(t)$  et de se dégager des lois quasiment impossibles à identifier  $p(\Lambda)$  et  $\xi(t/\Lambda)$ . D'après l'inférence bayésienne, la loi complète des durées de vie se ramène alors à un produit entre la loi *a priori*  $h(t)$  et la loi *a posteriori* de  $\Lambda$ ,  $g(\Lambda/t)$ . Ces lois sont connues à partir de  $T_q$ . La procédure bayésienne est alors un opérateur  $\Pi$  injectif donné par (**Eq. V – 9**).

$$\text{Eq. V – 6} \quad f(t) = \int f(t, \Lambda) \cdot d\Lambda = \int \xi(t/\Lambda) \cdot p(\Lambda) \cdot d\Lambda$$

$$\text{Eq. V – 7} \quad \xi(t/\Lambda) \cdot p(\Lambda) = g(\Lambda/t) \cdot h(t)$$

$g(\Lambda/t)$  terme de vraisemblance ou densité *a posteriori* de  $\Lambda$  sur  $T_q$ ,  $h(t)$  loi *a priori* des durées de vie sur  $T_q$  (loi réduite),  $p(\Lambda)$  terme d'évidence ou loi *a priori* sur  $\Lambda$ ,  $f(t)$  densité de la loi prédictive *a posteriori*,  $\xi(t/\Lambda)$  densité *a posteriori* des durées de vie.

$$\text{Eq. V – 8} \quad f(t) = \int g(\Lambda/t) \cdot h(t) \cdot d\Lambda$$

Terme de vraisemblance \* loi réduite *a priori*  $\rightarrow$  loi complète *a posteriori*

$$\text{Eq. V – 9} \quad \Pi : h(t) \in ] - \infty; +\infty[ \rightarrow f(t) \in ] - \infty; +\infty[$$

$t$  durée de vie prédite,  $T_q = (t_1, \dots, t_q)$  échantillon de taille  $q$  des durées de vie expérimentales  $t_i$ ,  $h(t)$  loi réduite des durées de vie *a priori* sur  $T_q$ ,  $g(\Lambda/t)$  loi *a posteriori* de  $\Lambda$  sur  $T_q$ ,  $p(\Lambda)$  loi *a priori* de  $\Lambda$ ,  $\xi(t/\Lambda)$  loi conditionnelle sur  $t$ .

### 3.2. Informations a priori et hypothèses

L'ajustement des lois réduites fait appel à des informations *a priori* qui sont de deux types différents :

- la nature des lois  $h(t)$  et  $g(\Lambda/t)$  ;
- les « avis d'expert » qui sont une estimation conservative des durées de vie maximale et de leur probabilité. Ils permettent la détermination de la loi *a posteriori*  $g(\Lambda/t)$  qui constitue le terme de vraisemblance.

#### Hypothèse 1 : durée de vie minimale

Le minimum de durée de vie est supposé égal à 0 pour être cohérent avec les données physiques que sont les durées de vie.

#### Hypothèse 2 : découplage des composantes de $\Lambda$

Pour chaque calcul, une des deux composantes de  $\Lambda$  est considérée constante ce qui rend possible le calcul explicite de l'intégrale de (Eq. V – 8). Cette stratégie permet de réaliser une étude découplée de l'effet généré par  $w$  et  $\theta$  sur la prévision. Considérer un des paramètres constant ne constitue pas une approximation très pénalisante car les résultats démontrent que seul le paramètre  $\theta$  est influent sur la prévision.

Pour un échantillon, deux cas sont alors étudiés (Tableau V – 1). La valeur du paramètre constant est calculée sur l'échantillon par les méthodes usuelles. Ces valeurs sont d'ailleurs celles utilisées pour construire la loi réduite  $h(t)$ .

	$w$	$\theta$
1 <sup>er</sup> cas	Loi connue <i>a priori</i> $L_1$	Constante
2 <sup>e</sup> cas	Constante	Loi connue <i>a priori</i> $L_2$

**Tableau V – 1 Définition du couple  $\Lambda$  pour les 2 cas de calculs bayésien.**

Les lois  $L_1$  et  $L_2$  sont fixées *a priori*. Elles sont indépendantes de l'échantillon  $T_q$  des durées de vie obtenues par les essais de fatigue statique. Les paramètres des lois  $L_1$  et  $L_2$  sont appelés les hyperparamètres.

#### Hypothèse 3 : nature des lois a priori

Au cours de la fatigue, le composite est sollicité en traction. Le niveau de contrainte au sein du composite induit une multifissuration de la matrice. Le chargement est reporté majoritairement sur les fils longitudinaux qui dictent la durée de vie du composite en fatigue <sup>[Lamon2005]</sup>. Les travaux de <sup>[Coleman1987]</sup> montrent que la durée de vie sur fil et fibre, en fatigue statique, est décrite par une loi

Normale. Pour correspondre au mieux à la physique, le modèle bayésien est établi pour une loi réduite *a priori*  $h(t)$  normale  $N(w, \theta)$ . Pour limiter les difficultés de calcul de l'intégrale donnée par **(Eq. V – 8)** et permettre une écriture analytique de la loi complète, nous employons une loi  $g(\Lambda/t)$  conjuguée avec  $h(t)$  <sup>[Garrido2002] [Trottier2002]</sup>. Pour connaître la densité prédictive  $f(t)$ , il suffira de simuler la densité du modèle  $h(t)$  et la densité *a posteriori* sur  $\Lambda$ ,  $g(\Lambda/t)$ . Pour le 1<sup>er</sup> cas,  $g(\Lambda/t)$  est une loi gamma à deux paramètres notée  $G(u, v)$ . Pour le 2<sup>e</sup> cas,  $g(\Lambda/t)$  est une loi normale  $N(\mu, \beta)$  **(Tableau V – 2)**.

	$h(t)$	$g(\Lambda/t)$
1 <sup>er</sup> cas	Loi Normale $N(w, \theta)$	Loi Normale $N(\mu, \beta)$
2 <sup>e</sup> cas	Loi Normale $N(w, \theta)$	Loi Gamma $G(u, v)$

**Tableau V – 2 Nature des lois  $h(t)$  et  $g(\Lambda/t)$  pour les deux cas de calcul.**

### 3.3. Estimateurs bayésiens

L'objectif principal de la construction d'estimateurs est d'identifier la composante de  $\Lambda$  la plus dispersée. Ces composantes sont  $w$  (l'espérance) et  $\theta$  (l'écart type). Cette dispersion est l'écart constaté entre l'estimateur et la valeur réduite de la composante calculée sur l'échantillon. La composante la plus dispersée est considérée comme le paramètre responsable de l'erreur entre la loi réduite  $h(t)$  et la loi complète  $f(t)$ . Elle est alors considérée comme le paramètre d'ajustement pour la construction de la loi complète. En définitive, les estimateurs vont nous aider à choisir le cas le plus judicieux parmi le 1<sup>er</sup> et le 2<sup>e</sup> cas présentés dans **(Tableau V – 1)** et **(Tableau V – 2)**. Un estimateur est défini comme un vecteur  $Y_p$  à 2 composantes  $(p, q)$ .

#### 3.3.1. Construction d'un estimateur bayésien de l'espérance $w$ des durées de vie

La moyenne des durées de vie est dispersée à cause de l'échantillon à information faible. Cette dispersion se caractérise par une moyenne  $w^*$  et un écart type  $\vartheta$ .  $Y_w$  est employé pour estimer la dispersion de la moyenne des durées de vie et ses composantes sont  $(w^*, \vartheta)$ .

La construction de cet estimateur appelle à se placer dans le 1<sup>er</sup> cas défini par **(Tableau V – 1)** et **(Tableau V – 2)**. **(Eq. V – 8)** devient **(Eq. V – 10)**. D'après <sup>[Celeux2008] [Robert1992]</sup>, l'estimateur  $w^*$  de l'espérance de  $w$  est donné par **(Eq. V – 11)** et l'estimateur  $\vartheta$  de l'écart type de  $w$  est donné par **(Eq. V – 12)**. Les composantes de l'estimateur bayésien sont dépendantes de la taille  $\rho$  de l'échantillon à information faible. Les hyperparamètres  $\mu$  et  $\beta$  sont définis *a priori*. Ils peuvent être déterminés par avis d'expert ou par d'autres méthodes. Notre étude se place dans le cas où les lois sont gaussiennes,  $\mu$  est égale à la médiane des durées de vie de l'échantillon et  $\beta$  est approximée par **(Eq. V – 13)**. Les informations expérimentales sont prépondérantes vis-à-vis des informations *a priori*. Ce propos est illustré par **(Eq. V – 14)** et **(Eq. V – 15)** qui montrent que l'estimateur tend vers les caractéristiques statistiques de la population lorsque la taille  $\rho$  de l'échantillon augmente.

$$\text{Eq. V - 10} \quad f(t) = \int \underbrace{\frac{1}{\sqrt{2\pi\vartheta^2}} \cdot e^{\left(\frac{w-w^*}{\vartheta}\right)^2}}_{g(\Lambda/t)} \cdot \underbrace{\frac{1}{\sqrt{2\pi\theta^2}} \cdot e^{\left(\frac{t-w}{\theta}\right)^2}}_{h(t)} \cdot dw$$

$$\text{Eq. V - 11} \quad w^* = \frac{\theta \cdot \mu + \varrho \cdot \beta \cdot w}{\theta + \varrho \cdot \beta}$$

$$\text{Eq. V - 12} \quad \vartheta = \frac{\theta \cdot \beta}{\theta + \varrho \cdot \beta}$$

$$\text{Eq. V - 13} \quad \beta \cong \frac{\mu}{3}$$

$$\text{Eq. V - 14} \quad \lim_{\varrho \rightarrow \infty} w^* = w$$

$$\text{Eq. V - 15} \quad \lim_{\varrho \rightarrow \infty} \vartheta = 0$$

$\theta$  L'écart type sur l'échantillon,  $\mu$  et  $\beta$  les hyperparamètres à définir *a priori* ou par avis d'expert,  $\mu$  est la médiane des durées de vies sur l'échantillon,  $\varrho$  taille de l'échantillon,  $w$  moyenne sur l'échantillon.

### 3.3.2. Construction d'un estimateur bayésien de l'écart type $\theta$ des durées de vie

#### Dispersion de l'écart type

L'estimateur de l'écart type  $Y_\theta$  est utilisé pour calculer la dispersion de l'écart type  $\theta$  des durées de vie. Les composantes de  $Y_\theta$  sont données par  $(\theta^*, \tau)$ .  $\theta^*$  est l'écart type moyen et  $\tau$  est l'écart type de l'écart type. Cette distribution décrit la dispersion de l'écart type des durées de vie induite par l'échantillon à informations faibles.

Pour construire  $Y_\theta$ , le calcul est placé dans le cas n° 2 défini par (**Tableau V – 1**) et (**Tableau V – 2**).  $\theta$  suit une loi Gamma  $G(u, v)$ . Les propriétés de la loi Gamma nous permettent d'écrire les (**Eq. V – 16**) et (**Eq. V – 17**) qui donnent la définition de  $\theta^*$  et de  $\tau$ .

$$\text{Eq. V - 16} \quad \theta^* = \frac{u}{v}$$

$$\text{Eq. V - 17} \quad \tau = \sqrt{\frac{u}{v^2}}$$

$\theta^*$  écart type moyen estimé,  $\tau$  écart type de l'écart type  $\theta^*$ ,  $u, v$  paramètres de la loi Gamma

#### Calcul des hyperparamètres $u$ et $v$

La construction de  $Y_\theta$  repose finalement sur la détermination de la loi Gamma  $G(u, v)$  qui fait appel à l'inférence bayésienne et à l'avis d'expert. L'avis d'expert consiste à définir la durée de vie maximale  $t_m$  comme un quantile d'ordre  $1 - p_1$  et  $1 - p_2$  dans la distribution complète des durées de vie  $f(t)$  (**Eq. V – 18**).  $p_{1,2}$  est la rareté associée à ces valeurs extrêmes de durées de vie. La rareté est la probabilité d'obtenir des durées de vie supérieures à  $t_m$ . Il vient alors les relations (**Eq. V – 19**) et (**Eq. V – 20**).  $\theta$  est estimé, à l'aide de l'avis d'expert  $t_m$ , dans un intervalle  $[\theta_1; \theta_2]$  auquel est associé le degré de confiance  $1 - \chi$  avec  $\chi > 0$  très faible (**Eq. V – 21**). Sur l'intervalle  $[\theta_1; \theta_2]$ , la loi *a priori* Gamma  $G(u, v)$  est approximée par une loi normale centrée sur  $\frac{\theta_1 + \theta_2}{2}$ , d'espérance  $a$  et d'écart type  $b$ . Cette approximation permet d'écrire (**Eq. V – 22**) et (**Eq. V – 23**). La loi normale centrée en  $\frac{\theta_1 + \theta_2}{2}$  accorde un poids  $\frac{\chi}{2}$  aux intervalles  $]-\infty, \theta_1[$  et  $]\theta_2, +\infty[$  et il vient (**Eq. V – 24**) et (**Eq. V – 25**). Cette

propriété de la loi normale permet d'établir les relations entre les paramètres  $a$  et  $b$  et les bornes  $\theta_1$  et  $\theta_2$ . Ces deux dernières relations introduisent l'effet de l'avis d'expert sur la prévision et l'ajustement la loi de fiabilité. L'emploi d'une loi normale permet le calcul analytique des hyperparamètres  $u$  (**Eq. V – 26**) et  $v$  (**Eq. V – 27**) à l'aide de l'avis d'expert. Cette démonstration présente le cheminement suivi pour établir le lien entre les hyperparamètres  $u$  et  $v$  et l'avis d'expert. En revanche, la détermination de  $[\theta_1; \theta_2]$  n'est pas évoquée. Pourtant, cette étape joue également un rôle majeur dans la procédure.

$$\text{Eq. V – 18} \quad F_{\theta_i}^{-1}(t_m) = 1 - p_i \quad i = 1, 2 \rightarrow \text{avis d'expert} = t_r(p \rightarrow 1)|_f$$

$$\text{Eq. V – 19} \quad \int_0^{t_m} f_{\theta_1}(t) \cdot dt = 1 - p_1$$

$$\text{Eq. V – 20} \quad \int_0^{t_m} f_{\theta_2}(t) \cdot dt = 1 - p_2$$

$$\text{Eq. V – 21} \quad 1 - \chi = p(\theta \in [\theta_1; \theta_2])$$

$$\text{Eq. V – 22} \quad a = \frac{u}{v}$$

$$\text{Eq. V – 23} \quad b = \sqrt{\frac{u}{v^2}}$$

$$\text{Eq. V – 24} \quad a = \frac{\theta_1 + \theta_2}{2}$$

$$\text{Eq. V – 25} \quad b = \frac{\theta_1 - \theta_2}{2 \cdot N^{-1}(1 - \frac{\chi}{2})}$$

$$\text{Eq. V – 26} \quad u = \left( \frac{\theta_1 + \theta_2}{\theta_1 - \theta_2} \right)^2 \cdot \left[ N^{-1}(1 - \frac{\chi}{2}) \right]^2$$

$$\text{Eq. V – 27} \quad v = 2 \frac{\theta_1 + \theta_2}{(\theta_1 - \theta_2)^2} \cdot \left[ N^{-1}(1 - \frac{\chi}{2}) \right]^2$$

$\chi$  degré de confiance associé à l'intervalle  $[\theta_1; \theta_2]$ ,  $F$  est la fonction de répartition de la loi de fiabilité complète  $f$ ,  $\theta$  écart type considéré comme le paramètre d'ajustement,  $p_i$  rareté,  $t_m$  durée de vie maximale fixée par avis d'expert,  $N^{-1}$  loi normale centrée réduite inverse,  $a$  et  $b$  moyenne et écart type de la loi normale approchée de la loi Gamme  $G(u, v)$ ,  $t_r$  durée de vie,  $p$  probabilité d'occurrence de la durée de vie  $t_r$ ,  $f$  loi de fiabilité complète.

### 3.3.3. L'« avis d'expert » et conservatisme de l'« avis d'expert »

La procédure bayésienne consiste à ajuster la loi réduite  $h(t)$  selon une transformation donnée par (**Eq. V – 8**). Finalement, la loi complète  $f(t)$  est la transformée de la loi réduite  $h(t)$ . Cette transformation est réalisée par la loi  $g(\Lambda/t)$ . La détermination de loi  $g(\Lambda/t)$  figure comme une étape incontournable.

Dans le 2<sup>e</sup> cas d'étude seulement, pour déterminer  $g(\Lambda/t)$  l'inférence bayésienne doit faire appel à une information *a priori* supplémentaire qui est fournie par avis d'expert. L'avis d'expert introduit une information physique *a priori* qui rend la procédure bayésienne plus riche que les approches statistiques usuelles, faussées par un échantillon de trop faible taille. Sa valeur n'est pas pondérée mais fixée de manière cohérente avec l'expérience et les modélisations qui décrivent les phénomènes d'endommagement au cours de la fatigue <sup>[Lamon2005] [Gauthier2007] [Laforet2009] [Loseille2009]</sup>.

Si on s'intéresse à la distribution des durées de vie maximales  $\zeta(t_m)$ , l'avis d'expert est égal à la durée de vie maximale au rang  $\zeta$  (**Eq. V – 28**). Plus  $\zeta$  diminue, plus l'avis d'expert diminue et plus l'ajustement est conservatif (**Figure V – 3**). Cet effet est intéressant car il va nous aider à adopter une stratégie pour déterminer les avis d'expert en veillant à ce que la prévision ajustée reste conservative.



Pour expliciter la relation entre  $\zeta$  et la qualité de la prévision, une étude sur l'indice de confiance s'impose.

#### L'indice de confiance $\Delta$

L'indice de confiance  $\Delta$  définit le risque que la prévision donnée par  $f(t)$  ne soit pas conservative (**Eq. V – 29**). Lorsque  $\Delta$  augmente, la probabilité que la prévision ne soit pas conservative diminue et réciproquement.

L'écriture de (**Eq. V – 30**) pour le rang donné par (**Eq. V – 31**) introduit la durée de vie maximale dans le modèle (**Eq. V – 32**). La durée de vie maximale est une grandeur physique calculable par plusieurs modèles mécaniques ce qui rend l'exploitation de (**Eq. V – 33**) plus aisée.

Travailler avec la durée de vie maximale soulève une difficulté concernant l'estimation de sa valeur et de son rang  $\zeta$  dans la distribution des durées de vie maximales  $\zeta$ . La construction de la distribution  $\zeta(t_m)$  nécessite la réalisation d'un grand nombre de campagnes d'essais, ce qui est irréalisable. Puisque nous ne disposons que d'un unique échantillon de durées de vie, nous utilisons la définition de l'avis d'expert sur la distribution  $f(t)$ .  $\zeta(t_m)$  présente une utilité relativement limitée. Pour autant, la définition donnée par (**Eq. V – 34**) est intéressante car elle démontre que par définition, l'avis d'expert joue un rôle prépondérant sur le conservatisme de la loi complète (**Eq. V – 35**). Pour la loi n°1, établie avec une valeur d'avis d'expert 1 plus faible que l'avis d'expert 2, la probabilité  $p_1$  est supérieure à  $p_2$  (**Figure V – 4**). La loi n°1 est conservative puisqu'elle surestime la probabilité d'occurrence de la durée de vie  $t_k$  par rapport à la loi n°2. Ceci montre que fixer l'avis d'expert égal à la durée de vie maximale, minimale sur  $\zeta(t_m)$ , rend le modèle complet conservatif.

$t_m$  est donnée par (**Eq. V – 36**) et (**Eq. V – 30**) devient (**Eq. V – 37**). (**Eq. V – 37**) donne une relation explicite entre le rang de la durée de vie maximale  $\zeta$  et l'indice  $\Delta$  qui est donc étroitement lié avec l'avis d'expert.  $\Delta$  est maximal lorsque le rang  $\zeta$  de  $t_m$  est minimal. En d'autres termes, le niveau de marge est maximal lorsque l'avis d'expert fournit une durée de vie maximale qui est minimale dans la distribution  $\zeta$ , et réciproquement.

#### Pourquoi la durée de vie maximale ?

Deux arguments principaux viennent répondre à cette question.

Fixer la probabilité d'occurrence *a priori* d'une durée de vie qui n'appartient pas aux valeurs extrêmes est extrêmement difficile car cette probabilité est inconnue par définition. Il est donc judicieux de ne s'intéresser qu'aux valeurs rares qui se trouvent en queue de distribution.

Parmi les valeurs extrêmes de durées de vie, se pose le choix entre les durées de vie les plus faibles (queue antérieure de la distribution) et les durées de vie les plus grandes (queue postérieure de la distribution). L'avis d'expert porte sur les durées de vie les plus grandes car elles sont les plus accessibles par les modèles mécaniques et les différentes modélisations. Elles correspondent aux scénarii d'endommagement les plus favorables qu'il est possible de modéliser du fait que les mécanismes d'endommagement soient bien identifiés. En utilisant les durées de vie les plus grandes, les avis d'expert introduisent une information mécanique maîtrisée, ce qui permet de rendre la prévision plus robuste et plus fiable.

Les scénarii d'endommagement les plus défavorables sont encore mal connus même si l'approche mécanique de ce mémoire fournit d'importantes indications. Pour cette raison, les durées de vie les plus faibles ne peuvent être employées pour réaliser l'ajustement bayésien.

En résumé, l'avis d'expert s'intéresse aux valeurs extrêmes supérieures de durées de vie car elles sont les plus astucieuses parmi toutes celles que l'on peut employer. S'intéresser à la durée de vie maximale garantit un ajustement global correct de la loi entre la durée de vie minimale (0) et maximale ( $t_m$ ) (**Figure V – 5**). L'ajustement est incomplet si on s'intéresse à des durées de vie intermédiaires au rang  $0 \leq p \leq 1$ . Les valeurs intermédiaires ne sont pas maîtrisées car les modèles mécaniques n'ont pas cette vocation. Leur emploi altère la qualité de l'ajustement et rend la loi de fiabilité complète non conservative. Au terme de cette thèse, une des perspectives de cette étude fiabiliste est d'introduire plusieurs avis expert pour améliorer la qualité de l'ajustement. Cette perspective s'oriente vers la mise en place d'un avis d'expert sur la durée de vie minimale. D'ailleurs, ce travail est déjà amorcé puisqu'une hypothèse fixe la durée de vie minimale à zéro. Un avis d'expert sur la durée de vie minimale permettra de borner plus précisément la dispersion des durées de vie et d'obtenir une loi complète plus représentative.

Les avis expert apparaissent comme la clé de voute de ce type d'approche en éradiquant la problématique liée aux échantillons à information faible. Comme toute approche qui fait intervenir des paramètres centraux, certains inconvénients de poids existent et particulièrement sur l'effet de l'incertitude sur les avis d'expert.

<b>Eq. V – 28</b>	$Avis\ d'expert = t_m(\zeta \rightarrow 0) _\zeta$
<b>Eq. V – 29</b>	$\Delta = 1 - p[t(p) _{prévision} \leq t(p) _{réel}] = 1 - p[f^{-1}(p) \leq t(p) _{réel}]$
<b>Eq. V – 30</b>	$\lim_{p \rightarrow 1} t(p) _{réel} = t_m$
<b>Eq. V – 31</b>	$\Delta = 1 - p[f^{-1}(p \rightarrow 1) \leq t_m]$
<b>Eq. V – 32</b>	$p_1(ddv \leq t_k) > p_2(ddv \leq t_k)$
<b>Eq. V – 33</b>	$t_m = \zeta^{-1}(\zeta)$
<b>Eq. V – 34</b>	$\Delta = 1 - p[f^{-1} _{\zeta^{-1}(\zeta)}(p \rightarrow 1) \leq t_m]$
<b>Eq. V – 35</b>	$\lim_{p \rightarrow 1} f^{-1}(p) = \zeta^{-1}(\zeta) = t_m(\zeta)$
<b>Eq. V – 36</b>	$\Delta = 1 - p[t_m(\zeta) \leq t_m]$
<b>Eq. V – 37</b>	si $\zeta \searrow \Rightarrow \Delta \nearrow$

#### Niveau de confiance $\delta$

Le niveau de confiance  $\delta$  est la probabilité que la durée de vie prédite  $t$  appartienne à un intervalle de confiance  $[t_1 ; t_2]$  (**Eq. V – 38**). Il donne la justesse de la durée de vie prédite  $t$ . Pour introduire les avis d'expert, nous travaillons dans le cas où  $p$  tend vers 1, il vient (**Eq. V – 39**).

La distribution  $\zeta$  est supposée centrée en  $\frac{t_{m1} + t_{m2}}{2}$  sur l'intervalle  $[t_{m1} ; t_{m2}]$  de masse  $\kappa$ , ce qui permet d'écrire (**Eq. V – 40**). Finalement, le niveau de confiance s'écrit en fonction du niveau de marge, de  $t_{m1}$  et de  $t_{m2}$  (**Eq. V – 41**). Lorsque l'intervalle de confiance augmente, le niveau de confiance augmente.

Le niveau de confiance dépend de l'indice de confiance mais aussi des avis d'expert qui jouent un rôle prépondérant. Cette relation démontre explicitement que les avis d'expert occupent une fonction principale sur la qualité de l'ajustement bayésien.

Eq. V – 38

$$\delta = p[t_1(p) \leq t(p) |_{prévision} \leq t_2(p)]$$

Eq. V – 39

$$\delta = p[t_{m1} \leq t_m \leq t_{m2}] = p[t_m \leq t_{m2}] \cdot (1 - p[t_m \leq t_{m1}])$$

Eq. V – 40

$$\delta = p[t_m \leq \zeta^{-1}(1 + \kappa/2)] \cdot (1 - p[t_m \leq \zeta^{-1}(1 - \kappa/2)])$$

Eq. V – 41

$$\delta = \Delta_2 - \Delta_2 \Delta_1$$

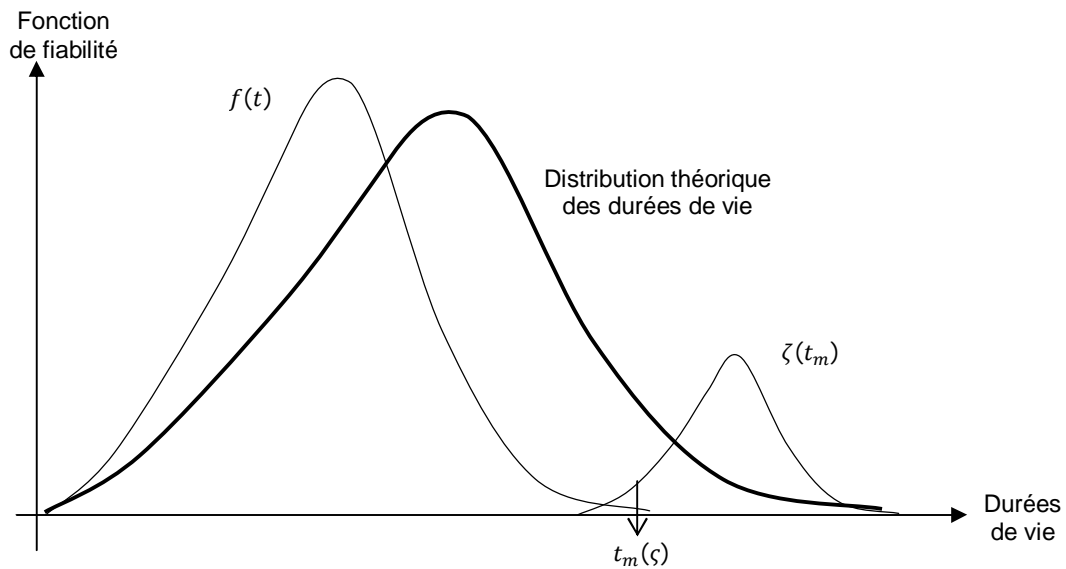


Figure V – 3 Effet de l'avis d'expert sur le niveau de confiance de la prévision.

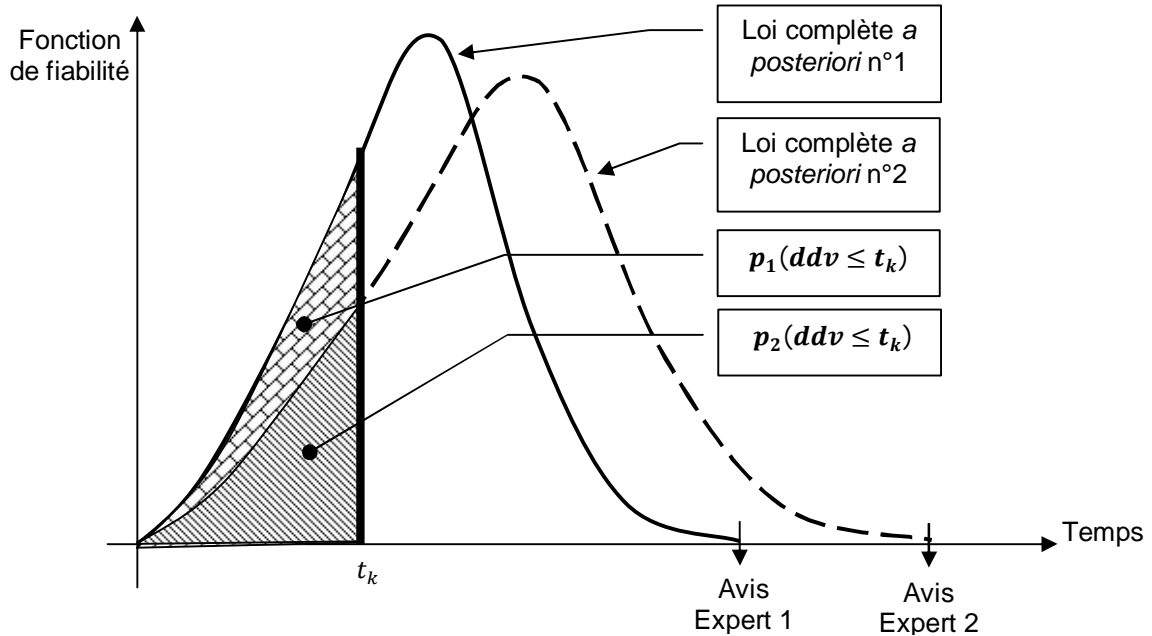


Figure V – 4 Effet de l'avis d'expert sur l'estimation de la probabilité d'une durée de vie. L'avis d'expert 1 rend de la complète plus conservatrice que le n°2.

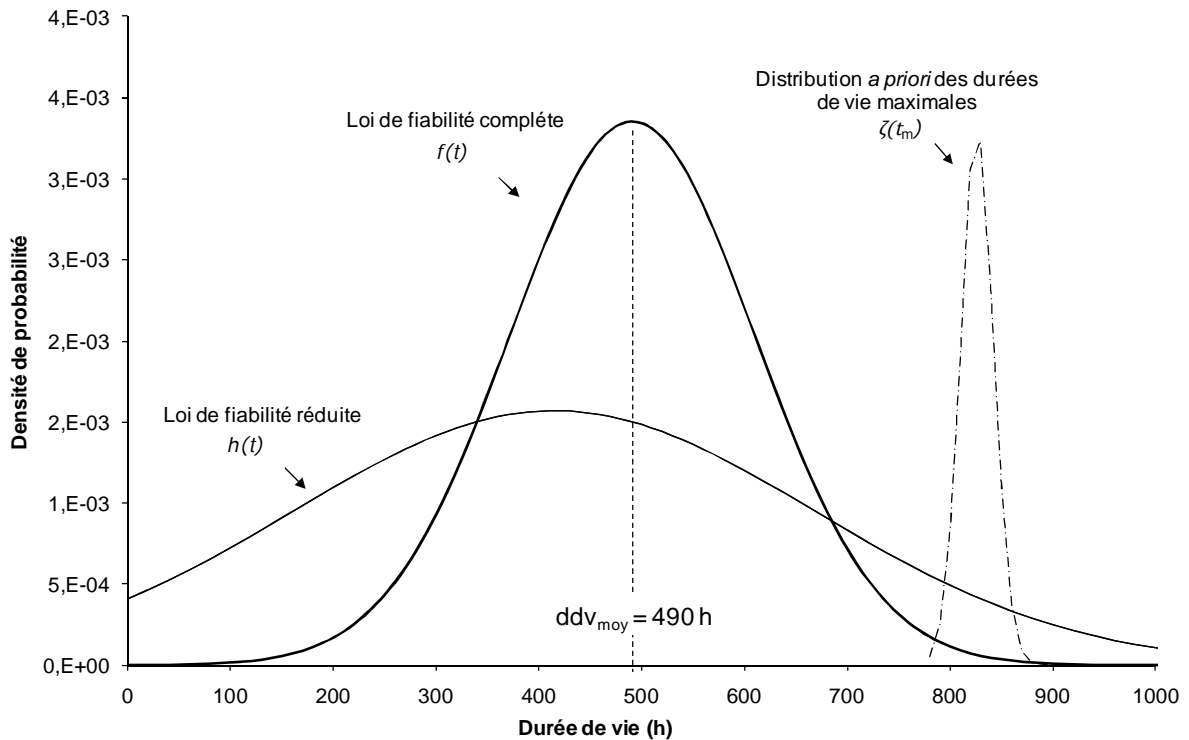


Figure V – 5 Représentation des lois des durées de vie et des durées de vie maximales pour un composite en fatigue statique à 500°C – 200MPa sous air ambiant en traction uniaxiale.

#### 4. Validation du modèle bayésien : application aux renforts fibreux

##### 4.1. Cas des monofilaments et des fils Hi-Nicalon en fatigue statique

Les essais de fatigue statique de <sup>[Gauthier2007]</sup> sur fibre Hi – Nicalon à 500°C sous une contrainte de 1500MPa ont abouti à un échantillon de durées de vie de 35 valeurs. Les essais de fatigue statique de <sup>[Laforet2009]</sup> sur fil Hi – Nicalon à 500°C sous une contrainte de 1000MPa ont abouti à un échantillon de durées de vie de 31 valeurs (**Tableau V – 3**).

Ces résultats nous ont permis d'appliquer la procédure pour 2 avis d'experts différents. Le but est de comparer au modèle bayésien à la loi réduite (loi normale) pour chaque avis d'expert.

	Monofilaments à 500°C – 1100MPa	Fils à 500°C – 1000MPa
Taille de l'échantillon $q$	35	31
Durée de vie moyenne $w$	8,4 h	49,5 h
Ecart type $\theta$	7,4 h	74,5 h
Médiane des durées de vie $\mu$	7,1 h	20,6 h
Ecart type $\beta \approx \mu/3$	2,4 h	6,9 h
Durée de vie minimale	0,15 h	0,72 h
Durée de vie maximale	38 h	373,7 h
<u>Durée de vie maximale</u> <u>Durée de vie minimale</u>	250	515,5

**Tableau V – 3 Paramètres statistiques des durées de vie. Monofilament Hi-Nicalon en fatigue statique, sous air ambiant, à 500°C, pour une contrainte de 1500MPa** <sup>[Gauthier2007]</sup>.  
**Fil Hi-Nicalon en fatigue statique, sous air ambiant, à 500°C, pour une contrainte de 1000MPa** <sup>[Laforet2009]</sup>.

## 4.2. Détermination de l'avis d'expert

### 4.2.1. Avis d'expert pour les monofilaments

Pour rendre cette étude illustrative, 2 valeurs d'avis d'expert sont retenues pour la durée de vie maximale (100% des durées de vie sont inférieures à l'avis d'expert).

Le premier avis d'expert est fixé à 100000 s (27,8 h), c'est-à-dire à une valeur faible, inférieure à la durée de vie maximale de l'échantillon. Cette valeur servira à illustrer l'importance de l'avis d'expert sur l'ajustement de la loi réduite et la prévision. Le second avis d'expert est fixé à 150000 s (41,7 h), cette valeur est déterminée à l'aide du modèle de durée de vie sur monofilament <sup>[Gauthier2007]</sup> (**Eq. V – 42**). La détermination de l'avis d'expert est réalisée pour le scénario le plus favorable qui correspond à la rupture de la fibre la moins faible. La fibre la moins critique est donnée par son rang  $\alpha$  qui tend vers 1. Lorsque la fibre au rang  $\alpha = 99\%$  rompt, cela signifie que 99% des fibres ont rompu. Les paramètres et valeurs numériques sont définis dans (**Tableau V – 4**).

$$\text{Eq. V – 42} \quad t_r = \frac{2 \cdot K_{IC}^{2-n_f}}{\sigma^{n_f} \cdot A_1 \cdot (n_f - 2)} \left[ \frac{\sigma_{of}^{n_f-2}}{V \frac{n_f-2}{m_f}} \left[ \ln \left( \frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n_f-2}{m_f}} - \sigma^{n_f-2} \right]$$

$\alpha$  le rang de la fibre dans la distribution statistique des contraintes à rupture des monofilaments,  $m_f$  le module de Weibull,  $\sigma_{of}$  la constante de Weibull,  $\sigma$  contrainte appliquée sur fibre,  $V$  le volume de l'éprouvette,  $V_0$  volume de référence (1 m<sup>3</sup>),  $t_r$  durée de vie du monofilament,  $K_{IC}$  facteur d'intensité de contrainte,  $A_1, n_f, Y$  constantes.

Caractéristiques des monofilaments	$n_f$	8,4	$E_a[\text{kJ/mol}]$	181,6
	$A_1 [s^{-1} \text{MPa}^{-n}]$	$4,88 \cdot 10^{-11}$	$R$	8,314
	$K_{IC} [\text{Pa} \cdot \text{m}^{0,5}]$	$1,4 \cdot 10^6$	$T[\text{K}]$	773
	$Y$	$\frac{2}{\sqrt{\pi}}$	$m_f$	8
	$\sigma_{of}[\text{MPa}]$	61	$\alpha$	0,99
Variables			$V[\text{m}^3]$	$4,42 \cdot 10^{-12}$
	$\sigma[\text{MPa}]$	1500	$t_r[\text{s}]$	$\approx 150000$
			$t_r[\text{h}]$	$\approx 41,7$

**Tableau V – 4 Paramètres et valeurs numériques employés dans le modèle de durée de vie sur monofilament servant au calcul de l'avis d'expert sur monofilament en fatigue statique à 1500MPa à 500°C.**

#### 4.2.2. Avis d'expert pour les fils

Une seule valeur d'avis d'expert est considérée sur les fils. Comme sur les monofilaments cette valeur est déterminée par le modèle de durée de vie (**Eq. V – 42**). Les valeurs numériques des paramètres sont présentées dans (**Tableau V – 5**). L'avis d'expert est donné lorsque 99% des fils ont rompus, d'où  $\alpha = 99\%$ . La fraction critique de fibres rompues dans le fil est constante, d'où  $\alpha_c = 12\%$ . Dans cette configuration, le modèle donne une durée de vie de 540 heures. L'avis d'expert est donc fixé à  $t_r = 540$  h.

Caractéristiques des monofilaments	$n_f$	8,4	$E_a[\text{kJ/mol}]$	181,6
	$A_1 [s^{-1} \text{MPa}^{-n}]$	$4,88 \cdot 10^{-11}$	$R$	8,314
	$K_{IC} [\text{Pa} \cdot \text{m}^{0,5}]$	$1,4 \cdot 10^6$	$T[\text{K}]$	773
	$Y$	$\frac{2}{\sqrt{\pi}}$	$m_f$	8
	$\sigma_{of}[\text{MPa}]$	61	$\alpha$	0,99
Variables	$\alpha_c$	0,12	$V[\text{m}^3]$	$4,42 \cdot 10^{-12}$
	$\sigma[\text{MPa}]$	1000	$t_r[\text{h}]$	$\approx 540$

**Tableau V – 5 Paramètres et valeurs numériques employés dans le modèle de durée de vie sur fil servant au calcul de l'avis d'expert sur fil en fatigue statique à 1000MPa et à 500°C.**

**4.3. Fonctions de fiabilité complètes**

**4.3.1. Cas des monofilaments**

Cette étape consiste à calculer les 2 estimateurs  $Y_w$  et  $Y_\theta$  présentés au § 3.3 (**Tableau V – 6**).

Pour l'estimateur  $Y_w$ , nous observons un faible écart entre la composante  $w^*$  et la durée de vie moyenne. De plus, la moyenne estimée des durées de vie est peu dispersée car son écart type  $\vartheta$  est faible. Concernant  $Y_\theta$ , un écart significatif est observé entre l'écart type estimé  $\theta^*$  et l'écart type sur l'échantillon  $\theta$ , notamment pour l'avis d'expert à 150000 s (41,7 h). Cet écart est faible pour l'avis d'expert à 100000 s (27,8 h) ce qui est logique car ce dernier n'engendre pas d'ajustement efficace de la loi réduite (**Tableau V – 7**). La loi réduite et la loi complète sont alors superposées.

L'estimateur le plus biaisé est  $Y_\theta$ , le paramètre d'ajustement est donc l'écart type. Nous nous placerons dans le cas n°2 pour la suite de l'étude.

	$t_m = 100000 \text{ s} = 27,8 \text{ h}$		$t_m = 150000 \text{ s} = 41,7 \text{ h}$	
$p_1$	0,01		0,01	
$p_2$	0,001		0,001	
$\frac{X}{2}$	0,01		0,01	
$N^{-1}(1 - \frac{X}{2})$	2,5		2,5	
$\theta_1$	29973	$Y_\theta (\theta^* = 26268, \tau = 1397)$	51466	$Y_\theta (\theta^* = 45105, \tau = 2900)$
$\theta_2$	22564		38744	
$a$	26268,5		45105	
$b$	1397		2891	
$u$	353		243	
$v$	0,01344		0,00539	
Taille de l'échantillon $n$	35			
Durée de vie moyenne $w$	30274 s			$Y_w (w^* = 29960, \vartheta = 709)$
Ecart type $\theta$	26689 s			
Ecart type $\beta$	8597 s			

**Tableau V – 6 Valeurs numériques employées pour le calcul des estimateurs bayésiens  $Y_w$  et  $Y_\theta$ . Les durées de vie sont obtenues sur monofilaments en fatigue statique à 500°C sous air ambiant à 1500MPa.**

	$w^*$	$\theta^*$	
		$t_m = 100000 \text{ s}$	$t_m = 150000 \text{ s}$
Durée de vie moyenne $w$	1%	-	-
Ecart type $\theta$	-	2%	70%

**Tableau V – 7** *Ecart relatif entre les composantes des estimateurs et les valeurs calculées sur l'échantillon de la moyenne et de l'écart type des durées de vie pour les monofilaments en fatigue statique à 500°C et 1500MPa. Mise en évidence du cas d'étude n°2. Le paramètre d'ajustement est l'écart type.*

4.3.2. Cas des fils

La méthode est identique aux monofilaments. Les estimateurs sont calculés avec les valeurs numériques présentées dans (**Tableau V – 8**). Un écart relatif important est observé entre l'écart type estimé  $\theta^*$  et l'écart type sur l'échantillon  $\theta$  (**Tableau V – 9**).

Paramètres		Estimateurs	
$t_m$	540 h	$\gamma_\theta (\theta^* = 190 \text{ h})$ $\tau = 5,3 \text{ h}$	
$p_1$	0,01		
$p_2$	0,001		
$\frac{\chi}{2}$	0,01		
$N^{-1}(1 - \frac{\chi}{2})$	3		
$\theta_1$	216 h		
$\theta_2$	163 h		
$a$	190 h		
$b$	5,3 h		
$u$	1278		
$v$	6,7		
Taille de l'échantillon $n$	31		$\gamma_w (w^* = 42 \text{ h})$ $\vartheta = 1,8 \text{ h}$
Durée de vie moyenne $w$	49 h		
Ecart type $\theta$	74 h		
Ecart type $\beta$	7 h		

**Tableau V – 8** *Valeurs numériques employées pour le calcul des estimateurs bayésiens  $\gamma_w$  et  $\gamma_\theta$ . Les durées de vie sont obtenues sur fil en fatigue statique à 500°C sous air ambiant à 1000MPa.*



	$w^*$	$\theta^*$
	$t_m = 540 \text{ h}$	
Durée de vie moyenne $w$	15%	-
Ecart type $\theta$	-	56%

**Tableau V – 9** *Ecart relatif entre les composantes des estimateurs et les valeurs réduites de moyenne et d'écart type des durées de vie calculées sur l'échantillon pour les fils Hi-Nicalon en fatigue statique à 500°C. Le cas d'étude adopté est le cas n°2. L'écart type est le paramètre d'ajustement.*

#### 4.4. La loi réduite et la loi complète

Pour les fils et les monofilaments, la loi réduite est une loi normale de moyenne  $w$  et d'écart type  $\theta$ .  $w$  est constante et égale à la valeur obtenue sur l'échantillon.  $\theta$  est une variable aléatoire qui suit une loi Gamma  $G(u, v)$  approximée par une loi normale de paramètres  $(a, b)$  établie avec l'estimateur  $Y_\theta$ .

Pour les monofilaments, la loi complète (avis d'expert à 150000s) indique une probabilité de rupture instantanée (durée de vie nulle) de 25% pour une contrainte de 1500MPa sur fibre (**Figure V – 6**). Cette tendance est corroborée par l'étude des contraintes de rupture des fibres. La contrainte de rupture des fibres est une variable aléatoire qui suit une loi de Weibull connue et définie au chapitre 2. Cette loi nous permet de calculer la probabilité de rupture à  $t = 0$  lorsque les fibres ne sont pas endommagées par la fatigue. Cette probabilité de rupture est la probabilité que la contrainte appliquée de 1500MPa soit supérieure à la contrainte de rupture de la fibre. Elle est calculée par (**Eq. V – 43**) et donne une probabilité de rupture de 23% pour une contrainte appliquée de 1500MPa (durée de vie nulle). Cela signifie que pour une contrainte appliquée de 1500MPa, 23% des fibres présentent une contrainte de rupture inférieure à 1500MPa. Pour ces 23% de fibres, la rupture est immédiate et la fatigue statique ne peut pas débiter (durée de vie nulle). La loi complète semble décrire convenablement les plus faibles durées de vie.

$$\text{Eq. V – 43} \quad p_r = p(\sigma_r < \sigma_f) = p(\sigma_r < 1500) = 23\%$$

La loi complète est calculée par l'intégrale (**Eq. V – 8**) réécrite sous la forme (**Eq. V – 44**) entre 0 et  $\theta^*$ . Une réécriture de (**Eq. V – 44**) est proposée par <sup>[Garrido2002]</sup> afin de se dégager des difficultés d'intégration (**Eq. V – 45**). Dans notre étude, les calculs sont réalisés avec la relation (**Eq. V – 45**). La loi complète est calculée pour les 2 valeurs d'avis d'expert (**Figure V – 6**) (**Figure V – 7**). La valeur de la probabilité de rupture varie fortement lorsque l'avis d'expert évolue. Cette observation démontre l'effet important des informations *a priori* sur l'ajustement de la loi de fiabilité réduite.

Pour les fils, la loi de fiabilité complète est construite par une méthode identique à celle employée pour les monofilaments. Les résultats sont présentés (**Figure V – 8**) (**Figure V – 9**).

Cet ajustement est très intéressant en vue d'application et demeure un objectif atteint de ces travaux. Cependant, certaines interrogations se posent quant à l'emploi d'informations *a priori*. Si l'avis d'expert est un axe central de l'ajustement, cela signifie que l'incertitude est quasi-intégralement reportée sur ce dernier. Par conséquent, une erreur sur l'avis d'expert engendre de lourdes incertitudes sur la prévision. Il est donc légitime de s'interroger sur les limites de cette méthode. La qualité de la prévision dépend des précautions qu'il est convenable de prendre pour fixer l'avis d'expert. A ce titre, une méthodologie particulière est certainement à formuler afin d'optimiser cette procédure bayésienne dans la détermination des informations *a priori*. Bien que l'avis d'expert soit une information *a priori*, il reste un paramètre central nécessitant la prise en compte de la mécanique. Cet aspect est important car il signifie que la prévision n'est pas basée sur un *a priori* pondéré mais sur un *a priori* issu de la physique. En étant élaborée à partir d'*a priori* prenant en compte les mécanismes physiques, la loi de fiabilité prévisionnelle acquiert une crédibilité supplémentaire.

Ce type d'approche n'a pas vocation à décrire les phénomènes d'endommagement. Cependant, il est primordial de bénéficier d'informations *a priori* objectives et légitimes. En cela, cette approche bayésienne est unique. Une des premières limites de cette méthode est de décrire la population des durées de vie sans prendre en compte les phénomènes d'endommagement. La principale conséquence de ce constat est la non prise en compte des différents régimes du comportement du composite. Ceci engendre l'impossibilité d'extrapoler les courbes d'endurance à des valeurs de contraintes appartenant à un autre régime. Cet aspect constitue un danger important qui peut conduire à de très lourdes approximations. Pour balayer l'ensemble des contraintes, il est nécessaire d'adapter l'ajustement bayésien pour chaque régime. Sans cette étape, l'extrapolation n'est pas permise.

**Eq. V – 44**

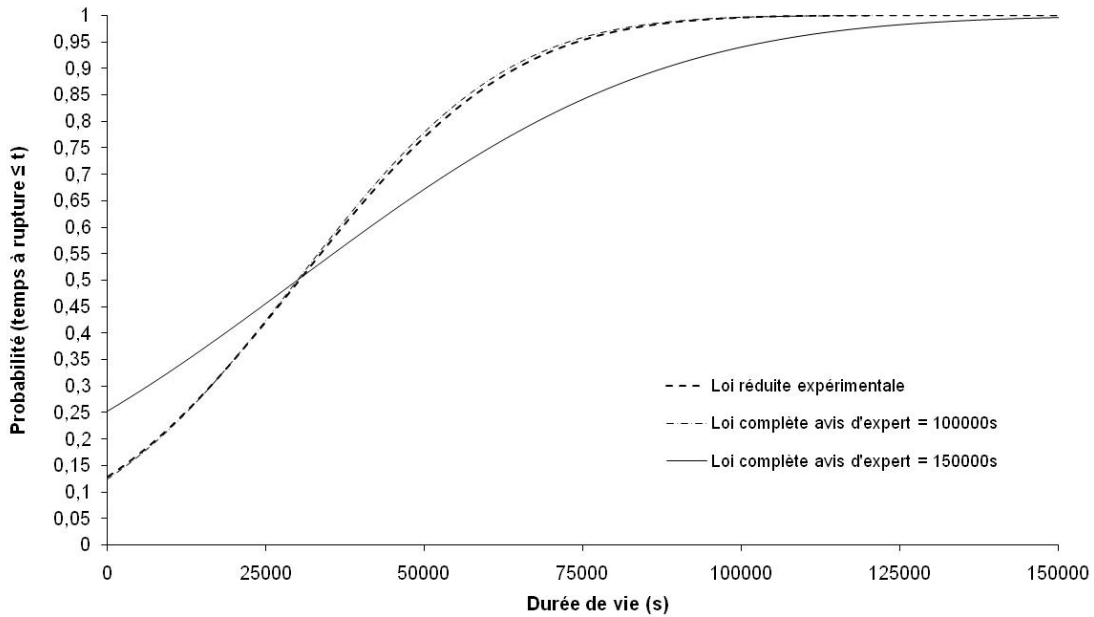
$$f(t) = \int_0^{\theta^*} \frac{1}{\sqrt{2\pi b^2}} e^{-\frac{(\theta-a)^2}{2b^2}} \frac{1}{\sqrt{2\pi \theta^2}} \cdot e^{-\frac{(t-w)^2}{\theta^2}} d\theta$$

**Eq. V – 45**

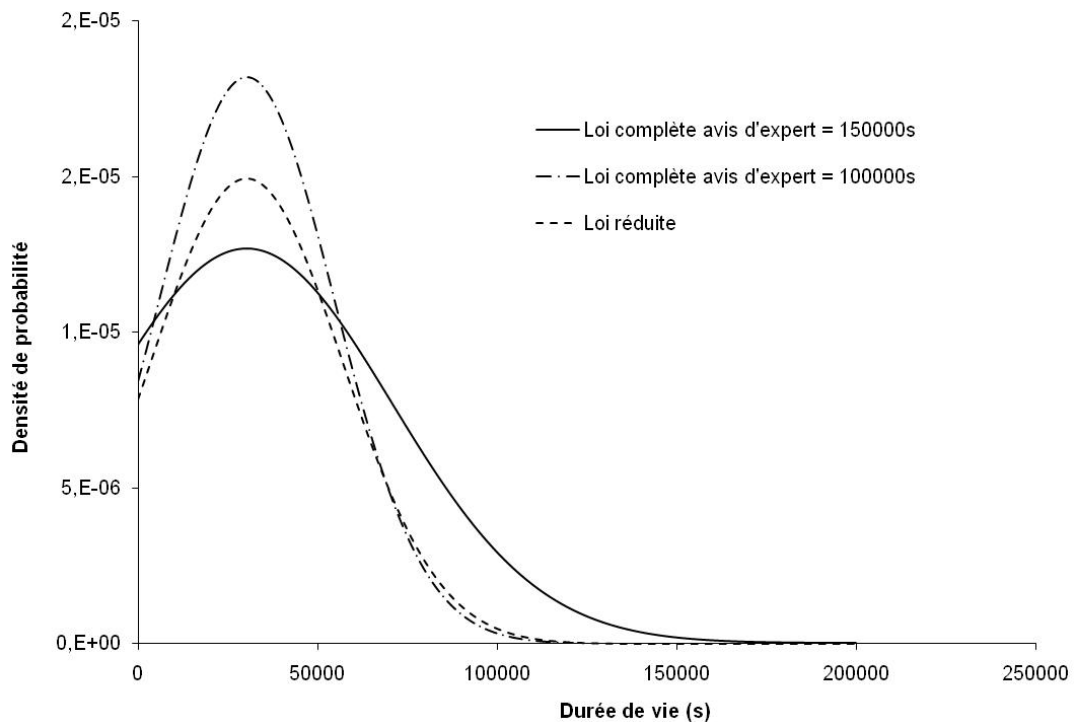
$$f(t) = \frac{\Gamma(C+0,5)}{\sqrt{2\pi D} \cdot \Gamma(C)} \cdot \left(1 + \frac{(t-\mu)^2}{2D}\right)^{-C-0,5}$$

$$\text{Avec } C = u + \frac{q}{2} \text{ et } D = v + 0,5 \sum_{i=1}^q (t_i - \mu)^2$$

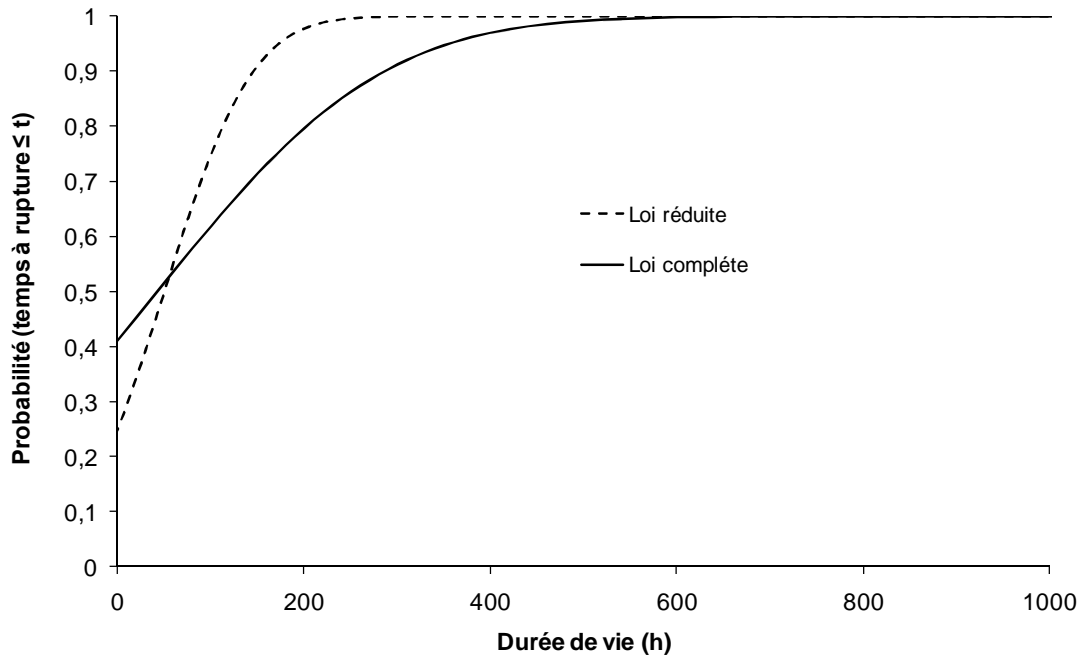
$u$  et  $v$  définis par avis d'expert,  $q$  taille de l'échantillon,  $t_i$  durée de vie au rang  $i$ ,  $\mu$  médiane des durées de vie sur l'échantillon,  $\theta$  écart type qui le paramètre d'ajustement,  $w$  durée de vie moyenne sur l'échantillon,  $\Gamma$  loi gamma.



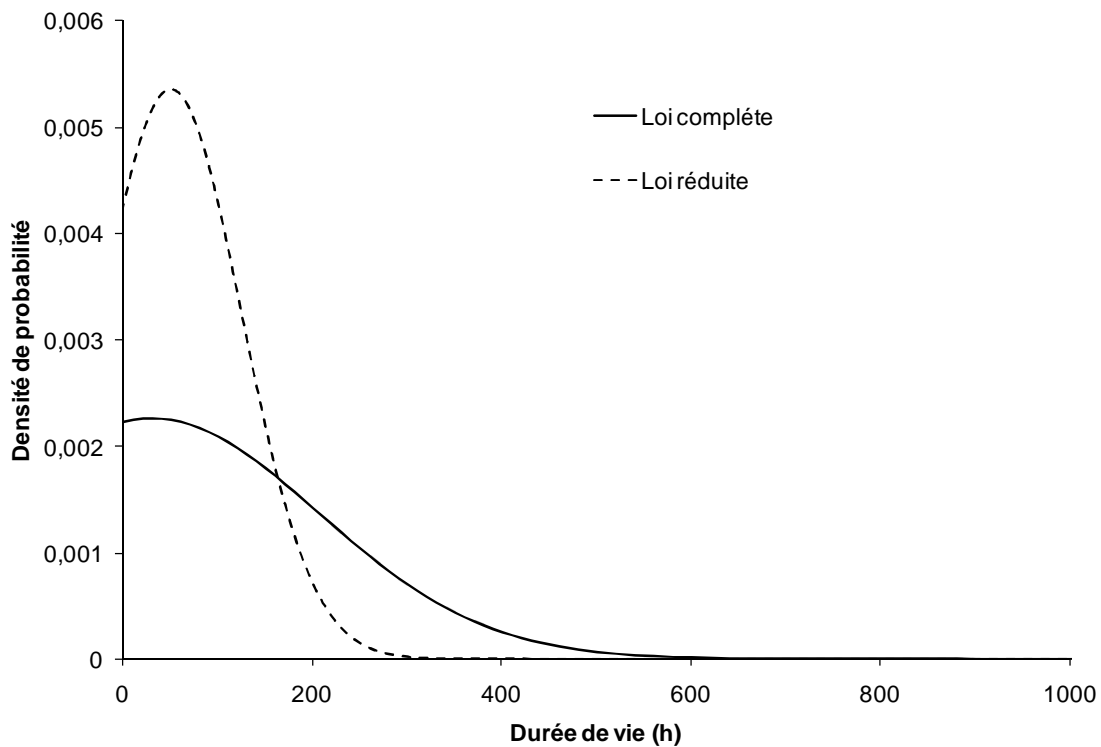
**Figure V – 6** Comparaison des lois de fiabilité réduite et complètes intégrées sur monofilaments Hi – Nicalon en fatigue statique à 1500MPa - 500°C sous air ambiant. Mise en évidence de l'effet important de l'avis d'expert sur la transformation de la loi réduite avec l'avis d'expert à 150000s (47,1 h). La loi réduite et la loi complète sont superposées avec l'avis d'expert à 100000s (27,8 h).



**Figure V – 7** Comparaison des lois de fiabilité réduite et complètes sur monofilaments Hi – Nicalon en fatigue statique à 1500MPa - 500°C sous air ambiant. Mise en évidence de l'effet important de l'avis d'expert sur la transformation de la loi réduite avec l'avis d'expert à 150000s (47,1 h). La loi réduite et la loi complète sont superposées avec l'avis d'expert à 100000s (27,8 h).



**Figure V – 8 Comparaison des lois de fiabilité réduite et complète intégrée sur fil Hi – Nicalon en fatigue statique à 1000MPa - 500°C sous air ambiant. Mise en évidence de l'effet important de l'avis d'expert sur la transformation de la loi réduite. La loi réduite sous-estime la probabilité de rupture pour les faibles durées de vie (inférieures à 50heures). Au delà de 50 heures, l'ajustement bayésien permet de lever du conservatisme par rapport à la loi réduite.**



**Figure V – 9 Comparaison des lois de fiabilité réduite et complète sur fil Hi – Nicalon en fatigue statique à 1000MPa - 500°C sous air ambiant. Mise en évidence de l'effet important de l'avis d'expert sur la transformation de la loi réduite.**

## **5. Détermination de la loi de fiabilité complète du composite**

### **5.1. Résultats expérimentaux de fatigue statique à 500°C sous air ambiant**

Les essais de fatigue statique sur composite SiC/SiC A410 à 500°C, sous air ambiant, pour une contrainte efficace de 200MPa en traction uniaxiale, ont abouti à un échantillon de durées de vie de 14 valeurs (**Tableau V – 10**).

La durée de vie du composite en fatigue statique est dictée par les fibres longitudinales [Lamon2005]. Or, la durée de vie des fibres en fatigue suit une loi normale d'après [Coleman1957].

La loi réduite est construite de manière conventionnelle avec l'échantillon  $T_0$  de 14 durées de vie obtenues par les essais dans des conditions expérimentales identiques. Par définition, cette loi est fautive mais elle est indispensable pour alimenter le modèle bayésien.

	Composite à 500°C
Taille de l'échantillon $q$	14
Durée de vie moyenne $w$	415 h
Ecart type $\theta$	254 h
Médiane des durées de vie $\mu$	426 h
Ecart type $\beta \approx \mu/3$	142 h
Durée de vie minimale	66 h
Durée de vie maximale	833 h
$\frac{\text{Durée de vie maximale}}{\text{Durée de vie minimale}}$	13

**Tableau V – 10 Valeurs numériques des paramètres statistiques employés pour l'approche bayésienne sur les durées de vie de composite en fatigue statique à 500°C. Valeurs issues des essais de fatigue sur éprouvette en composite à 200MPa.**

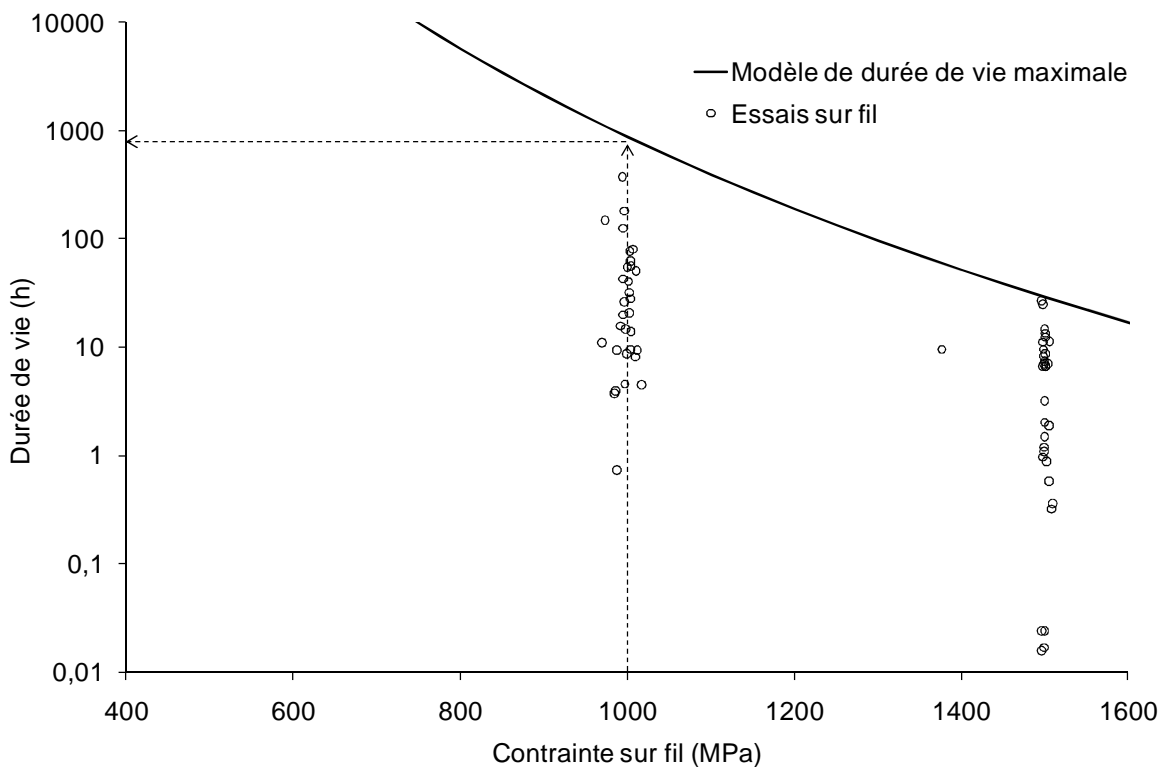
### **5.2. Détermination de l'avis d'expert**

Sur composite, l'avis d'expert est déterminé à partir de la durée de vie maximale sur fil, calculée par l'opérateur de changement d'échelle. La durée de vie maximale du composite sous une contrainte efficace  $\sigma_c$  est égale à la durée de vie maximale du fil sous une contrainte  $\sigma = \frac{\sigma_c}{\psi}$ .

Pour une contrainte efficace de 200MPa sur composite, l'opérateur  $\psi$  de changement d'échelle vaut 0,2 (chapitre 2). L'avis d'expert est donc donné par la durée de vie maximale du fil sous une contrainte  $\sigma = 1000\text{MPa}$  (**Figure V – 10**). Pour cette contrainte, le modèle de durée de vie sur fil (**Eq. V – 42**) [Laforet2009] nous indique une durée de vie de 800 heures (**Tableau V – 11**).

Caractéristiques des monofilaments	$n_f$	8,4	$E_a$ [kJ/mol]	181,6
	$A_1$ [ $s^{-1} MPa^{-n}$ ]	$4,88 \cdot 10^{-11}$	$R$	8,314
	$K_{IC}$ [ $Pa \cdot m^{0,5}$ ]	$1,4 \cdot 10^6$	$T$ [K]	773
	$Y$	$\frac{2}{\sqrt{\pi}}$	$m_f$	8
	$\sigma_{of}$ [MPa]	61	$\alpha$	0,99
Variables	$\psi$	0,2	$V$ [m <sup>3</sup> ]	$4,42 \cdot 10^{-12}$
	$\sigma$ [MPa]	1000	$t_r$ [h]	$\approx 800$

**Tableau V – 11 Valeurs numériques des paramètres du modèle de durée de vie sur fil longitudinal utilisé pour calculer l’avis d’expert sur composite en fatigue statique à 500°C. Les paramètres du modèle sont déterminés par des essais de fatigue statique sur fil Hi-Nicalon à 500°C [Laforet2009].**



**Figure V – 10 Détermination de l’avis d’expert à partir du modèle de durée de vie sur fil longitudinal. Pour une contrainte sur fil de 1000MPa, la durée de vie maximale correspond à l’avis d’expert. L’avis d’expert est de 800 heures d’après le modèle (Eq. V – 42) [Laforet2009].**

### 5.3. Loi de fiabilité complète

Le (Tableau V – 12) présente les résultats issus des calculs des estimateurs bayésiens dans les 2 cas d’études.

D’après les estimateurs bayésiens, l’espérance réduite estimée sur l’échantillon est proche de celle calculée par l’estimateur. L’écart type est sujet à une dispersion importante (Tableau V – 13). Cela signifie qu’il est le paramètre qui rend compte du biais introduit par l’échantillon. Il est le

paramètre d'ajustement (2<sup>e</sup> cas d'étude). Nous rappelons qu'en pratique, la loi réduite est supposée Gaussienne de paramètres  $(w, \theta)$ . L'espérance  $w$  est calculée sur l'échantillon par la relation (Eq. V – 46). L'espérance des durées de vie obtenue sur l'échantillon est considérée représentative. L'écart type  $\theta$  est une variable aléatoire qui suit une loi Gamma( $u, v$ ). L'ajustement est réalisé par la relation (Eq. V – 45). La loi complète est présentée dans (Figure V – 11) et dans (Figure V – 12). Pour une probabilité de rupture inférieure à 70%, la loi réduite sous estime la durée de vie par rapport à la loi complète. La loi complète lève du conservatisme. Pour une probabilité de rupture au-delà de 70%, la loi réduite surestime les durées de vie. La loi complète conserve le conservatisme de la prévision.

Eq. V – 46

$$w = \frac{1}{\varrho} \sum_{i=1}^{\varrho} t_i$$

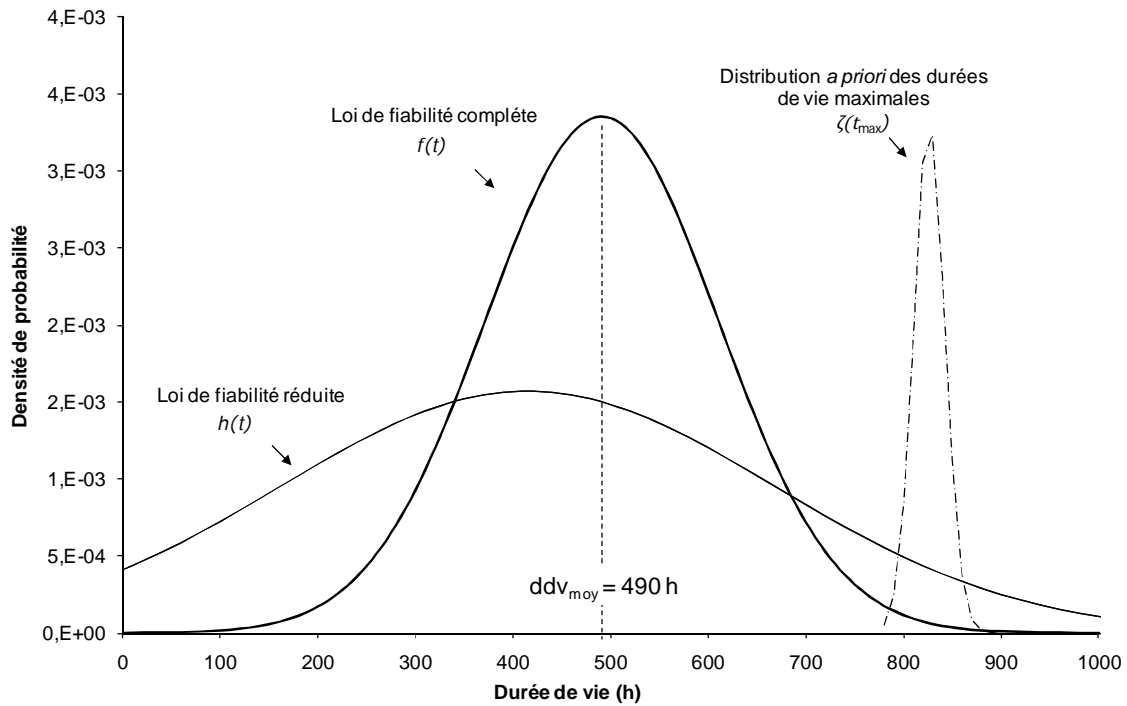
$\varrho$  taille de l'échantillon  $T_{\varrho}$ ,  $t_i$  durée de vie obtenue par les essais au rang  $i$ ,  $w$  moyenne des durées de vie sur l'échantillon.

Paramètres		Estimateurs
$t_m$	800 h	$\Upsilon_{\theta} \left( \begin{matrix} \theta^* = 115,5 \\ \tau = 3,3 \end{matrix} \right)$
$p_1$	0,01	
$p_2$	0,001	
$\frac{\chi}{2}$	0,01	
$N^{-1} \left( 1 - \frac{\chi}{2} \right)$	5	
$\theta_1$	132 h	
$\theta_2$	99 h	
$a$	115,5 h	
$b$	3,3 h	
$u$	1225	
$v$	10,6	$\Upsilon_w \left( \begin{matrix} w^* = 416 \text{ h} \\ \vartheta = 16 \text{ h} \end{matrix} \right)$
Taille de l'échantillon $n$	14	
Durée de vie moyenne $w$	415 h	
Ecart type $\theta$	253 h	
Ecart type $\beta$	142 h	

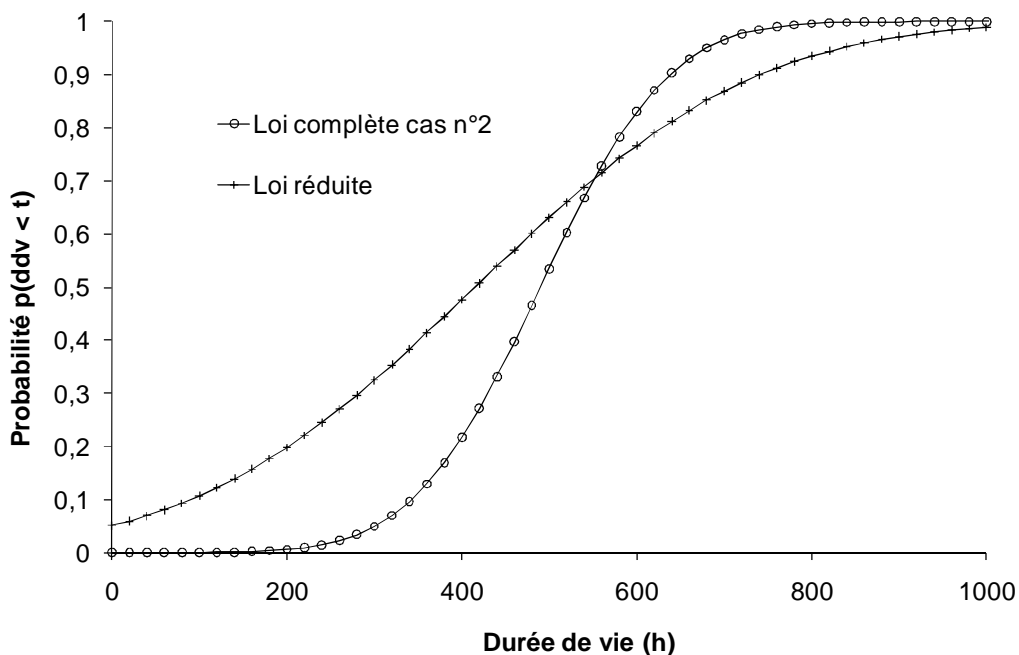
Tableau V – 12 Calcul des estimateurs bayésiens sur la moyenne et l'écart type des durées de vie du composite en fatigue statique à 200MPa et 500°C.  $\Upsilon_w$  est l'estimateur de la durée de vie moyenne.  $\Upsilon_{\theta}$  est l'estimateur de l'écart type des durées de vie.

	$w^*$	$\theta^*$
	$t_m = 800 \text{ h}$	
Durée de vie moyenne $w$	0,2%	-
Ecart type $\theta$	-	54%

Tableau V – 13 Ecart relatif entre les estimateurs bayésiens et les valeurs réduites de la moyenne et de l'écart type des durées de vie du composite en fatigue statique à 200MPa et 500°C. La moyenne sur l'échantillon et l'estimateur présentent un très faible écart. En revanche, l'écart type sur l'échantillon présente un écart très significatif avec l'estimateur bayésien. Le cas d'étude retenu est le cas n°2.



**Figure V – 11 Comparaison de la loi de fiabilité complète et de la loi réduite pour un composite A410 en fatigue statique à 500°C sous air ambiant pour une contrainte efficace de 200MPa en traction uniaxiale. L’avis d’expert est de 800 h pour une probabilité de 99% à 99,9%. Dans la suite, la loi de fiabilité complète sera utilisée pour établir des diagrammes d’endurance sur composite en fatigue à 500°C.**



**Figure V – 12 Loi de fiabilité cumulée (intégrée) indiquant la probabilité de rupture en fonction de la durée de vie. Comparaison de la loi de fiabilité complète et de la loi réduite pour un composite A410 en fatigue statique à 500°C sous air ambiant pour une contrainte efficace de 200MPa en traction uniaxiale. L’avis d’expert est de 800 h pour une probabilité de 99% à 99,9%. Pour les durées de vie inférieures à 590 heures, la loi réduite surestime la probabilité de rupture par rapport à la loi complète. La loi complète lève du conservatisme. Pour les durées de vie supérieures à 590 heures, la loi réduit sous-estime la probabilité de rupture.**



## **6. Applications de la loi de fiabilité complète**

### **6.1. Diagrammes d'endurance du composite en fatigue statique**

La prévision d'une durée de vie est réalisée pour une probabilité de rupture fixée  $p$  et des conditions expérimentales constantes dans le temps (régime permanent de température et contrainte constante). Pour une probabilité de rupture  $p$ , la durée de vie  $t_r(p)$  est calculée à partir de la loi de fiabilité complète déterminée précédemment (**Eq. V – 47**) (**Figure V – 11**) (**Figure V – 12**). Cette définition dépend de la loi de fiabilité complète, donc du niveau de confiance  $\delta$  qui porte sur l'avis d'expert. Cette dépendance est introduite par le rang  $\zeta$  de la durée de vie maximale  $t_m$  sous la distribution  $\zeta$ .

Une courbe d'endurance est obtenue par une loi puissance issue du diagramme d'endurance obtenue par les essais de fatigue sur composite à 500°C (chapitre 2) (**Eq. V – 48**) (**Figure V – 13**). L'exposant est constant et égal à 2. Pour chaque valeur de probabilité de rupture  $p$ , le terme  $A_c(p)$  est calculé à partir de la durée de vie  $t_r(p)$  donnée par la loi de fiabilité complète dans des conditions de température et de contrainte efficace fixées (**Figure V – 12**). En l'occurrence, ces conditions sont : fatigue statique en traction uniaxiale pour une contrainte efficace de 200MPa, à 500°C, sous air ambiant. La détermination de  $A_c(p)$  permet de tracer une courbe d'endurance pour chaque valeur de  $p$ . On obtient alors tout le spectre des courbes d'endurance (**Figure V – 14**). Ici,  $A_c(p)$  est calculé pour une loi de fiabilité complète à 200MPa. Or, le tracé des courbes d'endurance balaye toute la plage des contraintes efficaces sur l'intervalle  $[0 ; \sigma_r]$ . Le tracé d'une courbe d'endurance à partir d'un  $A_c(p)$  identifié pour une seule valeur de contrainte suppose que les paramètres de la loi de fiabilité sont inchangés lorsque la contrainte efficace varie. La loi de fiabilité est extrapolable au régime fil et au régime composite. Cette hypothèse signifie que l'avis d'expert suit une loi puissance en fonction de la contrainte dans les 2 régimes de comportement du composite.

Dans le cadre de cette étude,  $A_c(p)$  est déterminé à partir de la loi de fiabilité complète sur composite (**Figure V – 12**). Le spectre des courbes d'endurance est cohérent avec les résultats expérimentaux car les durées de vie issues des essais de fatigue sur composite sont encadrées de manière satisfaisante (**Figure V – 14**).

L'hypothèse d'indépendance de la loi de fiabilité à la contrainte efficace semble pertinente. Cependant, le nombre limité de points empêche de réaliser une confrontation efficace entre les résultats expérimentaux et les prévisions dans le régime composite. Pour s'affranchir de cette hypothèse, l'utilisation du modèle sur fil et de la loi de fiabilité sur fil peut être une solution car les essais sur fil sont moins complexes et moins onéreux que les essais sur composite. En explorant plusieurs contraintes sur fil, il serait intéressant d'observer l'évolution de la loi de fiabilité des fils en fonction de la contrainte, notamment à faible contrainte. L'établissement du diagramme d'endurance sur composite à partir de l'opérateur  $\Psi$  serait basé sur un ensemble de résultats plus riche ce qui rendrait les prévisions plus précises et plus fiables. De plus, l'emploi de l'opérateur  $\Psi$  permet de considérer l'évolution de l'exposant  $n_c$  en fonction de la contrainte efficace qui n'est pas prise en compte jusque là. D'ailleurs, cette approximation explique les valeurs de durées de vie non nulles

lorsque la contrainte efficace atteint 400MPa. Ces premiers résultats semblent prometteurs pour la prévision de durée de vie et ils démontrent qu'il faut se focaliser sur les essais sur fil pour prévoir la durée de vie du composite.

Eq. V – 47

$$t_r = t_r(p) = \int_0^p f^{-1}(x) dx$$

Eq. V – 48

$$\sigma_c^2 \cdot t_r(p) = A_c(p)$$

$t_r$  durée de vie,  $p$  probabilité de rupture,  $f$  fonction de fiabilité complète déterminée par la méthode bayésienne.

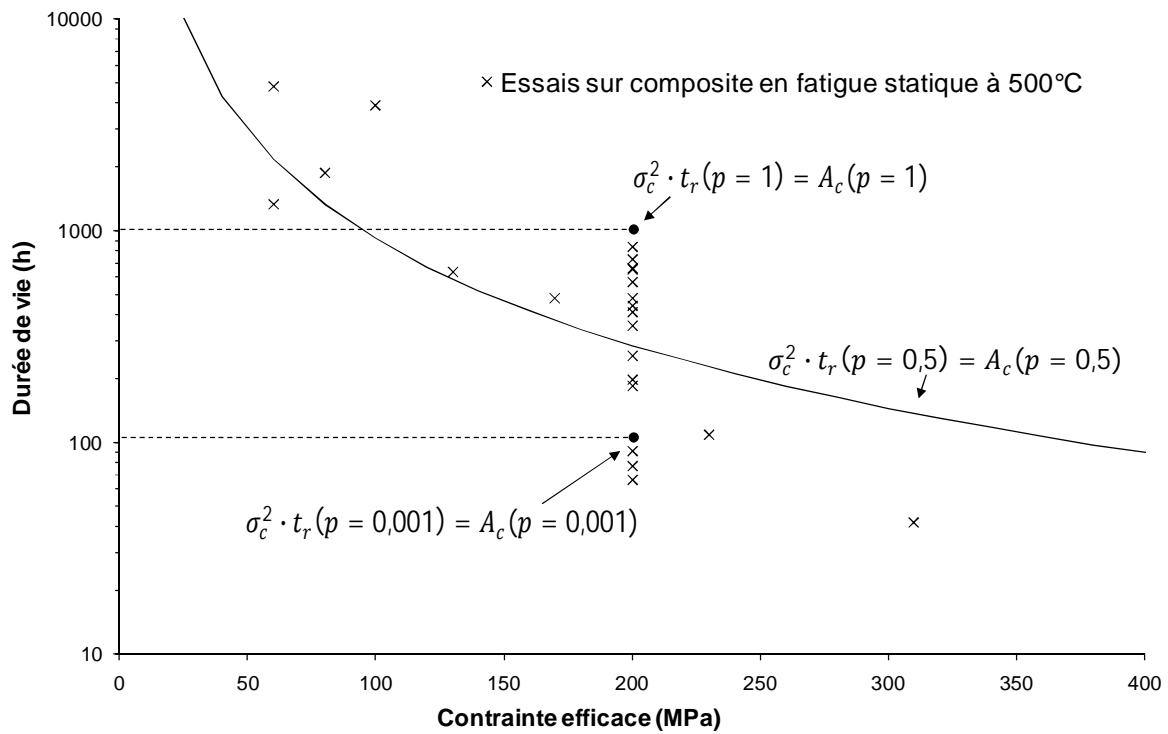
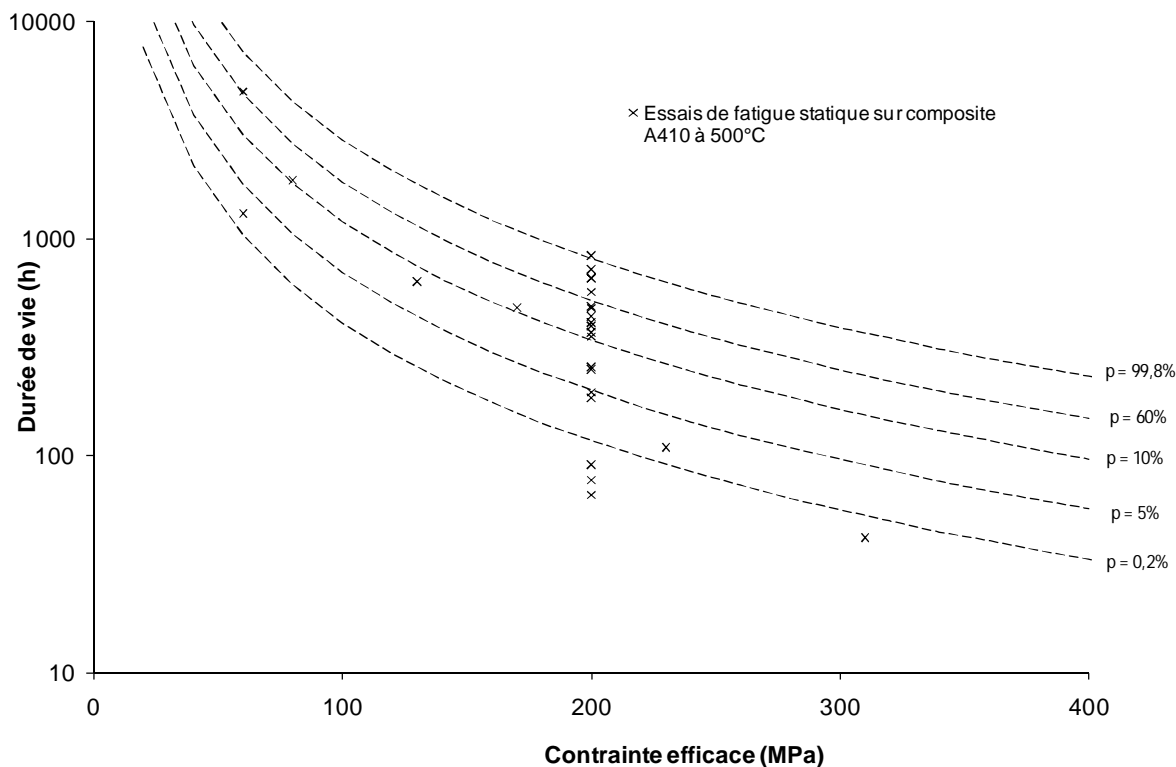


Figure V – 13 Diagramme d'endurance d'un composite SiC/SiC A410 en fatigue statique en traction uniaxiale sous air ambiant à 500°C. Représentation de la courbe d'endurance moyenne pour  $p = 0,5$ .



**Figure V – 14 Spectre des courbes d'endurance pour un composite en fatigue statique en traction uniaxiale à 500°C sous air ambiant. Prédiction de la durée de vie en fonction de la contrainte efficace et de la probabilité de rupture. Encadrement satisfaisant des durées de vie expérimentales par les prévisions.**

## 6.2. Essais de fatigue sur fil pour des prévisions sur composite

Pour obtenir le spectre des courbes d'endurance sur composite, il est également possible d'employer l'opérateur de changement d'échelle  $\Psi$  et de s'appuyer sur le modèle de durée de vie sur fil. La détermination de la loi de fiabilité complète pour les fils est employée pour tracer le diagramme d'endurance sur composite.

Pour une contrainte sur fil fixée (ici 1000MPa), la constante  $A_f(p)$  est calculée par le modèle de durée de vie sur fil pour chaque durée de vie  $t_r(p)$  (**Eq. V – 49**). La loi de fiabilité complète sur fil (**Figure V – 8**) (**Figure V – 9**) permet de connaître la probabilité  $p$  de la durée de vie  $t_r(p)$ , ce qui permet le calcul de la dispersion de la constante  $A_f(p)$ . L'opérateur de changement d'échelle  $\Psi$  est employé pour introduire  $\sigma_c$  et obtenir la loi de durée de vie sur composite (**Eq. V – 50**). Les valeurs numériques sont rappelées dans (**0**). L'utilisation du terme  $A_f(p)$  offre l'avantage de pouvoir introduire le modèle de durée de vie qui décrit la prédominance de la contrainte ou de la fissuration sous critique en fonction de la contrainte appliquée sur fil.

Cette relation est intéressante car elle prouve qu'il est possible de tracer tout le spectre des courbes d'endurance sur composite à partir d'essais de fatigue sur fil (**Figure V – 15**). Que ce soit sur fil ou composite, le tracé des courbes d'endurance porte sur l'hypothèse que la loi de fiabilité est

extrapolable à toutes les valeurs de contraintes. Il est donc primordial que la loi de fiabilité complète (**Figure V – 8**) (**Figure V – 9**) soit la plus précise possible pour ce type d'exercice. Ce raisonnement nous amène à la conclusion qu'il est plus intéressant d'avoir des durées de vie dans des conditions fixées que des durées de vie obtenues dans des conditions différentes.

L'extrapolation au régime composite, des lois de fiabilité établies en régime fil, ne prend en compte l'augmentation de l'effet retard lorsque la contrainte efficace diminue. Ceci suggère que les prévisions des durées de vie sur composite sont conservatives à faibles contraintes. Ce propos est illustré par (**Figure V – 16**).

**Eq. V – 49** 
$$\sigma_f^{n_f} \cdot t_r(p) = A_f(p) = \frac{2 \cdot K_{IC}^{2-n_f}}{\sigma^{n_f} \cdot A_1(p) \cdot (n_f-2)} \left[ \frac{\sigma_{of}^{n_f-2}}{V^{\frac{n_f-2}{m_f}}} \left[ \ln \left( \frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n_f-2}{m_f}} - \sigma^{n_f-2} \right]$$

**Eq. V – 50** 
$$\sigma_c^{n_f} \cdot t_r(p) = \Psi^{n_f} \cdot A_f(p)$$

Caractéristiques des monofilaments	$n_f$	8,4	$E_a$ [kJ/mol]	181,6
	$A_1$ [ $s^{-1} MPa^{-n}$ ]	$9,86 \cdot 10^{-11}$	$R$	8,314
	$K_{IC}$ [ $Pa \cdot m^{0.5}$ ]	$1,4 \cdot 10^6$	$T$ [K]	773
	$Y$	$\frac{2}{\sqrt{\pi}}$	$m_f$	8
	$\sigma_{of}$ [MPa]	61	$\alpha$	0,08
	$\Psi = V_f$	0,17	$V$ [m <sup>3</sup> ]	$3,84 \cdot 10^{-12}$
Variables	$\sigma$ [MPa]	1000	$t_r$ [h]	

**Tableau V – 14** Valeurs numériques des paramètres du modèle de durée de vie sur fil longitudinal à 500°C en fatigue statique. Les paramètres du modèle sont déterminés par des essais de fatigue statique sur fil Hi-Nicalon à 500°C [Laforet2009].

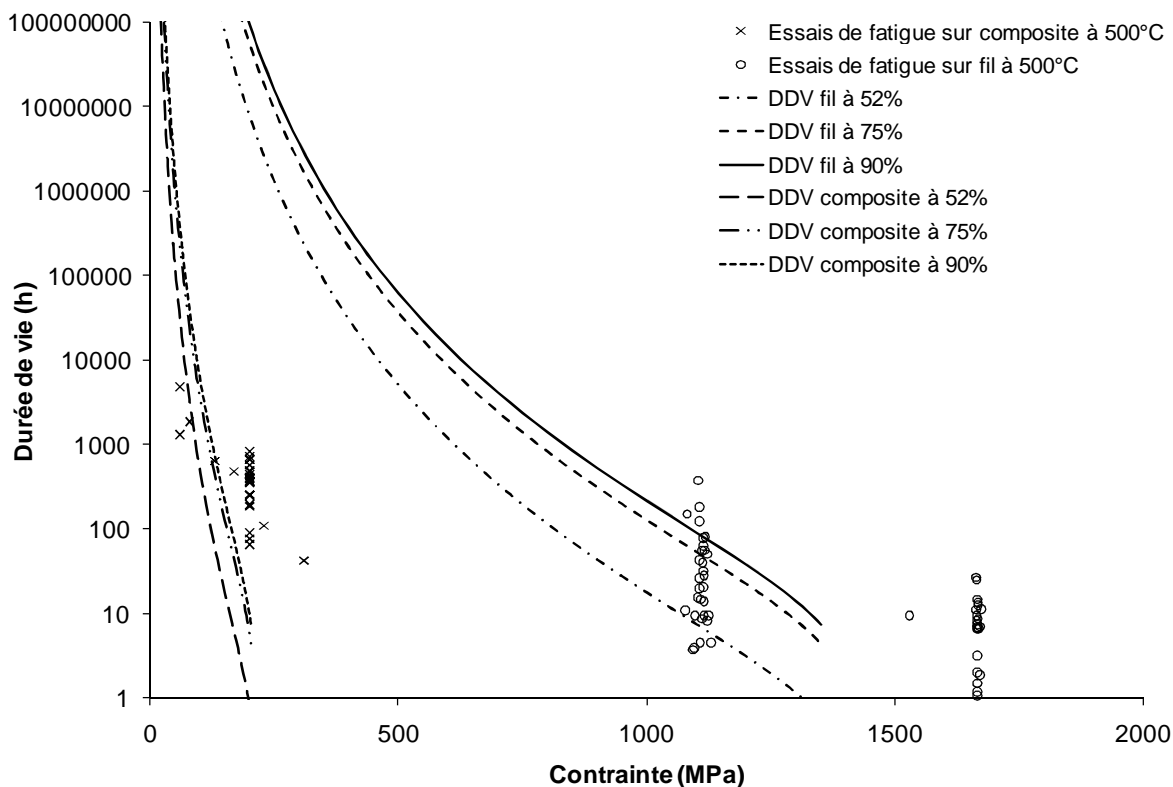


Figure V – 15 Diagramme SPT établi à partir de la loi de fiabilité complète sur fil en fatigue statique à 500°C sous air ambiant. Le passage du fil au composite est réalisé avec l'opérateur de changement d'échelle  $\Psi = Vf$ . Une bonne corrélation est observée entre prévision du modèle et durées de vie expérimentales. Pour le composite, la contrainte est la contrainte efficace. Seulement 3 cas de probabilité de rupture sont présentés mais tout le spectre des courbes d'endurance peut être tracé.

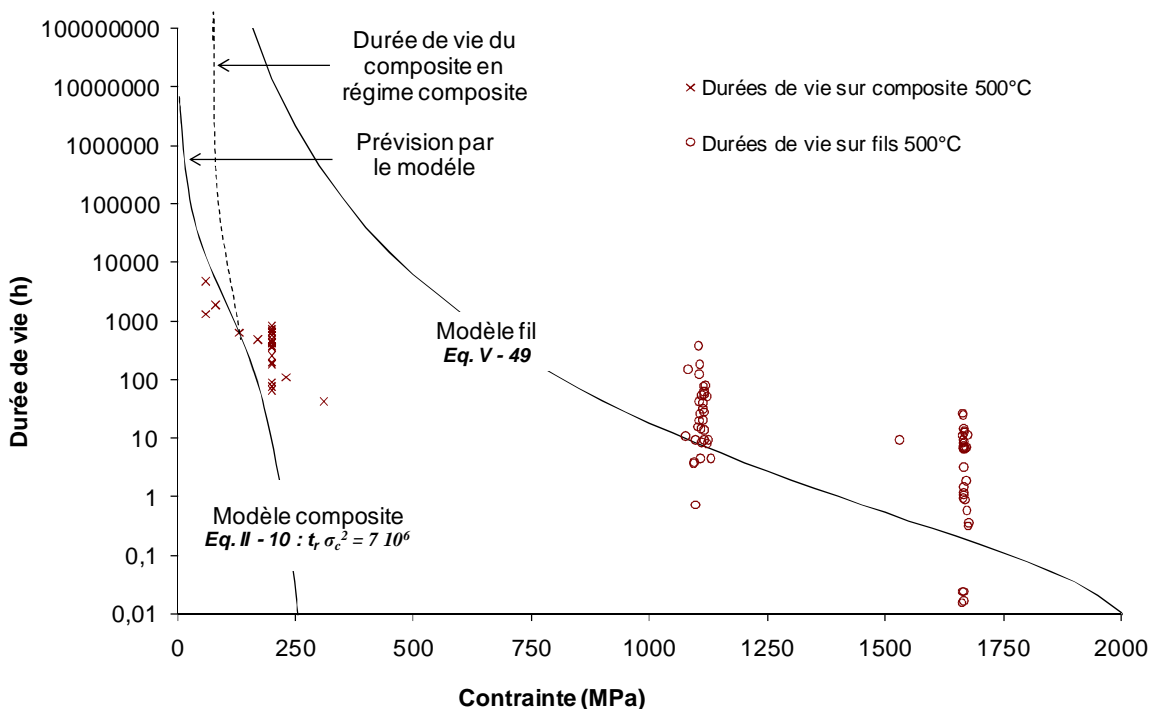


Figure V – 16 Illustration de la sous estimation des durées de vie du composite en régime composite par le modèle. Fatigue statique à 500°C sous air ambiant.

### 6.3. Prévision de la taille d'échantillon

La détermination d'une loi de durée de vie en fonction de la contrainte nécessite de faire des campagnes d'essais de fatigue pour différentes valeurs de contrainte. Pour chaque valeur de contrainte explorée, un échantillon de durée de vie est réalisé. Lorsque la contrainte diminue, la durée de vie du composite augmente, ce qui rend les essais de plus en plus complexes à mettre en œuvre. Un échantillon de durée de vie à faible contrainte est donc plus difficile à obtenir qu'à contrainte élevée.

Le choix des conditions expérimentales et tout particulièrement la valeur de la contrainte est un point important pour aborder une stratégie expérimentale viable et représentative.

Pour obtenir  $y$  durées de vie escomptées  $\tilde{t}$  du matériau soumis à des conditions expérimentales fixées, cette approche permet de dire s'il est raisonnable de mener une campagne d'essais. Cette conclusion est établie en calculant le nombre minimal d'essais à réaliser  $q$  (Eq. V – 53) obtenue en combinant (Eq. V – 51) et (Eq. V – 52). (Eq. V – 51) établit la relation entre le nombre  $y$  de durée de vie escomptées et le nombre d'essais à réaliser  $q$  à l'aide d'un estimateur sans biais  $\frac{y}{q}$ . La nature de l'estimateur peut évoluer et ce point constitue une perspective pour la suite. (Eq. V – 52) rappelle la définition de la probabilité de rupture qui est calculée à partir de la loi de fiabilité complète sur composite  $f$  (Figure V – 11) (Figure V – 12).

Lorsque  $\tilde{t}$  augmente,  $q$  augmente très rapidement vers de grandes valeurs (Figure V – 17), ce qui démontre l'importante sensibilité de la taille d'échantillon vis-à-vis de la durée de vie escomptée. Il paraît raisonnable de ne caractériser la variabilité que pour les faibles durées de vie, c'est-à-dire pour les fortes contraintes. Cette conclusion est d'ailleurs cohérente avec le constat initial concernant les difficultés de mener les essais jusqu'à la rupture en raison de leur durée trop importante. Ce résultat met clairement en évidence la censure des essais sur composite à 200MPa.

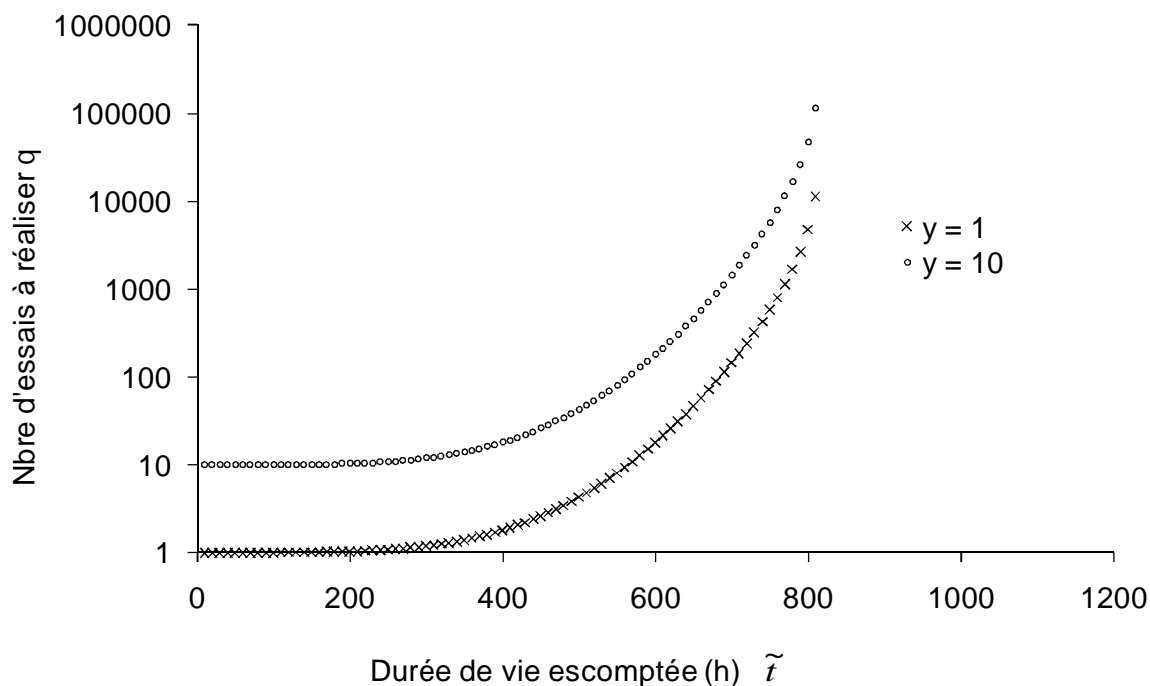
Ce type de prévision est d'un intérêt majeur pour l'établissement d'une stratégie d'essais car le choix des conditions expérimentales tient compte de la durée des essais. Cette méthode permet à l'Ingénieur d'éviter certains écueils des essais trop longs.

$$\text{Eq. V – 51} \quad \frac{y}{q} = p(\tilde{t} \leq t) = 1 - p(t \leq \tilde{t})$$

$$\text{Eq. V – 52} \quad p(t \leq \tilde{t}) = \int_0^{\tilde{t}} f(t) dt$$

$$\text{Eq. V – 53} \quad q = \frac{y}{1 - \int_0^{\tilde{t}} f(t) dt}$$

$\tilde{t}$  durée de vie escomptée en fatigue pour des conditions expérimentales fixées,  $y$  nombre de durée de vie escomptées  $\tilde{t}$  dans l'échantillon de durée de vie réalisé,  $q$  nombre minimal d'essais à réaliser pour obtenir  $y$  durées de vie  $\tilde{t}$ ,  $f$  loi de fiabilité complète sur composite en fatigue.



**Figure V – 17 Evolution du nombre d'essais à réaliser  $q$  en fonction de  $\tilde{t}$  pour 2 valeurs de  $y$ . Composite SiC/SiC A410 en fatigue statique à 500°C sous air ambiant à 200MPa. Pour obtenir 10 durées de vie d'au moins 600 heures, il faut réaliser au moins 150 essais.**

## **7. Conclusions**

La méthode bayésienne constitue un outil de l'Ingénieur peu coûteux et efficace pour déterminer la loi de fiabilité du composite à partir d'un échantillon de durées de vie statistiquement très pauvre. Cette méthode est descriptive et non phénoménologique. Elle décrit la variabilité des durées de vie de manière globale sans introduire explicitement les processus physiques à l'origine de la dispersion.

La difficulté essentielle de cette procédure bayésienne est de fixer des lois *a priori* justes afin d'obtenir de bonnes prévisions sur la loi de fiabilité. Les avis d'expert ont un impact très important sur la qualité de la prévision de la fiabilité. Une bonne prévision n'est envisageable uniquement si on choisit les bonnes lois *a priori* et si on fixe de bons avis d'expert. En cela, cette méthode présente une première limite mais aussi une particularité remarquable car les *a priori* ne sont pas pondérés. En effet, les avis d'expert et la nature des lois réduites sont fixés en prenant en compte implicitement les phénomènes physiques qui se produisent dans le matériau via les diverses modélisations actuelles. Dans le cas d'un composite SiC/SiC en fatigue statique en traction uniaxiale à température non cicatrisante, une bonne corrélation est observée entre les prévisions et les essais pour une loi réduite *a priori* normale dans le 2<sup>e</sup> cas d'étude (ajustement sur l'écart type).

Si les résultats issus d'une telle approche sont par définition très difficiles à vérifier, ceux obtenus dans le cadre de l'étude du composite sont pertinents et cohérents avec les approches thermomécaniques. 2 types de diagrammes SPT ont été établis. Bien que peu présentes, les informations expérimentales sont prépondérantes par rapport aux informations *a priori*. Si la taille de l'échantillon tend vers l'infini, la loi complète tendra vers la loi de la population, sous réserve que les lois *a priori* soient justes.

Le traitement global des durées de vie positionne la partie fiabiliste en aval de la partie thermomécanique. Cette hiérarchie permet d'allouer d'avantage de crédibilité à la partie fiabiliste grâce aux informations physiques significatives fournies par l'approche thermomécanique. Les connaissances issues de la caractérisation aideront à fixer des *a priori* adéquats.



## **Conclusion générale**

Ces travaux de thèse, s'inscrivent dans un contexte plus large de prévision de la durée de vie des CMCs et des approches multi-échelles de leur comportement thermomécanique. Les objectifs étaient de proposer des méthodes de prévision de la durée de vie en fatigue statique en traction uniaxiale, aux températures intermédiaires (500°C- 800°C), de composites tissés 2D à fibres SiC et matrice SiC auto cicatrisante. Ces méthodes ont nécessité la compréhension et la modélisation des phénomènes entraînant la rupture différée du composite.

A l'aide de moyens d'essais spécifiques développés au laboratoire, des essais de fatigue statique ont été réalisés à différentes températures sur des éprouvettes en composite. La collaboration avec plusieurs laboratoires a complété ces bases de données expérimentales en apportant des durées de vie supplémentaires et des courbes de comportement mécanique du composite. Les analyses *post mortem* ont également apporté d'importantes informations sur l'endommagement du composite et les relations fibre-composite. Ces relations microstructure-propriétés ont servi à intégrer les résultats sur fibre et fil aux approches menées sur composite en démontrant que la rupture du composite est contrôlée par les fibres longitudinales. La durée de vie du composite en fatigue est dictée par les fibres qui subissent la fissuration sous critique et des ruptures par paquets induites par les contacts.

L'ensemble de ces résultats expérimentaux a permis d'identifier la cinétique d'endommagement du composite en fatigue et les origines de la rupture. Un modèle mécanique probabiliste, phénoménologique, multi échelle est proposé pour décrire la cinétique d'endommagement, prévoir la durée de vie et sa dispersion. Sa construction se base sur une description statistique de la microstructure des fils longitudinaux et s'appuie sur un grand nombre de données expérimentales et physiques. L'implémentation de ce modèle et la réalisation de simulations numériques ont permis sa validation au regard des résultats expérimentaux et des précédents travaux. Les simulations montrent que la durée de vie du fil longitudinal (donc celle de l'éprouvette en composite)  $t_r(p)$  de probabilité  $p$  s'exprime en fonction de la contrainte efficace  $\sigma_c$  par une loi puissance. Les diagrammes d'endurance SPT (Strength-Probability-Time) du composite sont alors calculés.

$$t_r(p) \cdot \sigma_c^{n_c} = \text{constante}$$

Dans le cadre de cette approche, les travaux se sont également portés sur la prévision du potentiel restant du composite. Le potentiel restant correspond à la chute de contrainte à rupture admissible avant la rupture sous l'effet du dommage. Les simulations du modèle mécanique probabiliste ont permis de construire les diagrammes d'évolution de la contrainte résiduelle au cours de la fatigue. Cette grandeur s'avère primordiale pour la certification aéronautique et le dimensionnement.

Dans un deuxième temps, l'influence sur la durée de vie de la variation de température et de contrainte a été étudiée pour un composite à matrice auto cicatrisante. La notion de champs spatiaux non uniformes de contrainte et de température a été introduite. Le modèle mécanique probabiliste est explicité en fonction des variables spatiales et prévoit la distribution spatiale de la durée de vie du composite au sein d'une éprouvette. Il révèle que la durée de vie du composite dépend d'un couple critique contrainte-température. La rupture n'intervient pas où la température et la contrainte atteignent des maxima. En localisant les zones les plus critiques, le modèle figure comme un outil de l'Ingénieur destiné à l'optimisation géométrique de pièces en composite soumises à la fatigue.

Pour décrire la dispersion de la durée de vie et prévoir la durée de vie en fonction de la probabilité de rupture, une approche globale fiabiliste peut également être employée. Cette approche n'a pas vocation de s'intéresser aux mécanismes physiques responsables de la variabilité de la durée de vie. Elle soulève le problème des bases de données expérimentales qui sont très pauvres statistiquement. Ce déficit d'informations statistiques empêche l'application des méthodes fiabilistes usuelles. Un modèle bayésien est proposé pour traiter les résultats expérimentaux et calculer la loi de fiabilité ajustée du composite. Cette loi donne une prévision de la durée de vie en fonction de la probabilité de rupture. Malgré des résultats cohérents avec l'expérience, ce type d'approche révèle les limites d'une méthodologie non phénoménologique qui aboutit à des outils peu évolutifs. Cependant les approches fiabilistes demeurent incontournables pour la garantie des durées de vie de pièces. Pour un composite SiC en fatigue statique à 200MPa et 500°C, une loi de fiabilité normale semble être appropriée. 2 types de diagrammes d'endurance SPT sont établis et les prévisions sont en accord avec l'expérience.

Les relations multi échelles entre le fil et le composite, qui ont été établies par l'intermédiaire de la microstructure des fils, permettent d'approcher l'avis d'expert ou de prévoir la durée de vie. L'approche fondée sur la durée de vie des fils s'est révélée fructueuse. Les fils peuvent être considérés comme un moyen pour traiter les problèmes posés par l'insuffisance des données de durée de vie à l'échelle du composite.

Enfin, ce travail laisse envisager certaines tâches à accomplir. Des essais de fatigue statique devront être réalisés à des températures inférieures à 400°C, afin de déterminer l'influence de chaque mécanisme de propagation de fissure proposé sur le processus global de fissuration sous-critique.

Une campagne d'essais est à mener sur une microstructure optimale du composite qui limite les sources de dispersion de la durée de vie.

La validité des études paramétriques sur les sources de variabilité et les mécanismes d'endommagement devra être étudiée sur une gamme de température plus large que 500°-800°C afin de vérifier si la température n'active pas d'autres sources de dispersion.

Une corrélation devra être réalisée avec la thermographie infrarouge. Cette méthode apporte des indications importantes sur le dommage microstructural ce qui est intéressant pour approfondir l'étude de la cinétique d'endommagement.

Etablir des procédures de prévision de la durée de vie fondées sur l'approche fiabiliste.

Le modèle mécanique probabiliste devra être implémenté dans un logiciel de calcul par éléments finis en vue de réaliser des prévisions en 3D.

## Références Bibliographiques

[Avril2005] : Avril L., Rebillat F., Legallet S., Louchet C., Guette A., "Quantitative approach to oxidation of Hi-Nicalon SiC fibers", presented during "Journées du Groupe Français des Céramiques", 2005, Paris.

[Baskaran1987] : S. Baskaran, H. L. Lee, D. P. H. Hasselman, "Role of crack size in the bimodal static fatigue failure of a cordierite glass and glass-ceramic", J. Mat. Sci., 22, pp. 871-876, 1987.

[Berger1999]: M. Berger, N. Hochet, and R. Bunsell, "Small-Diameter SiC-Based fibers"; p.265 in Fine Ceramics fibers. Edited by A. R. Bunsell and M. H. Berger. Marcel Dekker, New York, 1999.

[Bertrand1998] : S. Bertrand, "Amélioration de la durée de vie de composites SiC/SiC à interphases nanoséquencées (PyC/SiC)<sub>n</sub> et (BN/SiC)<sub>n</sub>", Thèse de doctorat, n° 98, 1998.

[Bertrand2000]: S. Bertrand, R. Pailler, J. Lamon, "SiC/SiC minicomposites with nanoscale multilayered fibre coatings", Composites science and Technology 61 (2001), 363, 367.

[Bodet1995]: R. Bodet, X. Bourrat, J. Lamon, R. Naslain, Tensile creep behaviour of a silicon carbidebased fibre with a low oxygen content, vol. 30, number 3, 1995, p 661-677.

[Bouillon1991] : E. Bouillon, F. Langlais, R. Pailler, R. Naslain, F. Cruege, P.V. Huong, J.C. Sarthou, A. Delpuech, C. Laffon, P. Lagarde, M. Monthieux, A. Oberlin, "Conversion mechanisms of a polycarbosilane precursor into an SiC-based ceramic material", J. Mat. Sci., 26, pp. 1333-45, 1991.

[Boyer2005] : M. Boyer, « Oxydation/corrosion de composites à matrice céramique dans des atmosphères de type aéronautique », rapport interne, 2005.

[Bunsal1998]: N.P. Bunsal, Y.L. Chen, "Microstructural, Chemical and Mechanical Characterization of polymer-derived Hi-Nicalon fibers with surfaces coatings, Nasa/TM-1998-208502.

[Bunsell2000] : A.R Bunsell, M.H. Berger, "Fine diameter ceramic fibres", J. Eur. Ceram. Soc., vol. 20, pp. 2249-2260, 2000.

[Calard2002] V. Calard, J. Lamon, "A probabilistic-statistical Approach to the ultimate failure of ceramic matrix composites- Part 1 -: experimental investigation of 2D woven SiC-SiC composites, Composites Science and Technology 62 (2002) 385-393.

[Calard2002]: V. Calard, "A probabilistic-statistical approach to the ultimate failure of ceramic matrix composites – Part 2- : macroscopic model", Composites Science and Technology 62 (3) (2002) 395-399.

[Calard2004] V. Calard, J. Lamon, « Failure of fibre bundles », Composites Science and technology 64 (2004) 701-710.

[Carrère1996] : P. Carrère, "Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC", Thèse de Doctorat, n°1592, Université Bordeaux I, 1996.

[Carrere2003]: P. Carrere, J. Lamon, "Creep Behaviour of a SiC/Si-B-C composite with a selfhealing multilayered matrix", Journal of the European Ceramic Society 23 (2003) 1105 1114.

[Celeux2008]: G. Celeux, "Statistique avec des petits échantillons", Journées fiabilités des matériaux et des structures, Nantes, 2008.

- [Charles1962] : R.J Charles, W.B. Hillig, "The kinetics of glass failure by stress corrosion", Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of Improving It, Florence, Italy, pp. 511-527, 1991. Union Scientifique Continentale du Verre, Charleroi, Belgium, 1962.
- [Chollon1995] : G. Chollon, "Fibres céramiques à base de carbure de silicium et à faible taux d'oxygène", Thèse de Doctorat, n°1280, Université Bordeaux I, 1995.
- [Chollon1997]: G. Chollon, R. Pailler, R. Naslain, « Correlation between microstructure and mechanical behaviour at high temperatures of a SiC fibre with a low oxygen content (Hi-Nicalon), Journal of Materials Science 32 (1997) 1133-1147.
- [Choury1989]: "Thermostructural composite materials in aeronautics and space applications, Proceedings Of GIFAS Aeronautical and Space conference, Bangalore, Delhi, India, 1-18, February 1989.
- [Christin1977] : F. Christin, R. Naslain, P. Hagenmuller, J.J. Choury, "Pièce poreuse carbonée densifiée in-situ par dépôt chimique en phase vapeur de matériaux réfractaires autres que le carbone et procédé de fabrication", brevet français, 77/26979, septembre 1977.
- [Christin2005] : F. Christin, "A Global Approach to Fiber nD Architectures and Self-Sealing Matrices : From Research to Production", Int. J. Appl. Ceram.Technol., 2, 2, pp. 97-104, 2005.
- [Davidge1973] : R.W. Davidge, J.R. McLaren, G. Tappin, "Strength-probability-time (SPT) relationships in ceramics", J. Mat. Sci., 8, pp. 1699-1705, 1973.
- [Deal1965] : B.E. Deal and A.S. Grove, "General relationship for the thermal oxidation of silicon, J. of Applied Physics 36 [12] (1965) 3770-3778.
- [Dicarlo2004] : J.A. Dicarlo, H.M. Yun, J.B. Hurst "Fracture mechanisms for SiC fibers and SiC/SiC composites under stress-rupture conditions at high temperatures", Applied Mathematics and Computation 152 (2004) 473-481.
- [Dong2001] : S. M. Dong, G. Chollon, C. Labrugère, M. Lahaye, A. Guette, J. L. Bruneel, M. Couzi, R. Naslain, D. L. Jiang, "Characterization of nearly stoichiometric SiC ceramic fibres", J. Mat. Sci., 36, pp. 2371-81, 2001.
- [Dorn1954]: J.E. Dorn, O.D. Sherby, R.L. Orr, Sympo. N.P.L. Trans. A.S.M., vol. 46 (1954).
- [Dorn1956]: J.E. Dorn, Symp. on Creep and Fracture of Metals at High temperatures, Londres (1956).
- [Droillard 1996] : C. Droillard, J. Lamon, "Fracture toughness of 2D woven SiC/SiC CVC/composites with multilayered interphases", Journal of the American Ceramic Society, vol. 79, n° 4, pp. 849-858, 1996.
- [Evans1997]: A.G. Evans, "Design and life-prediction issues for high-temperature engineering ceramics and their composites". Acta Mater 45 (1) (1997) 23-40.
- [Farizy2005]: G. Farizy, J.L. Chermant, J. Vicens, J.C. Sangleboeuf, "Understanding of the behavior and the influence of oxidation during creep of SiCf-SiBC Composites in air", Advanced Engineering Materials 2005, 7, No. 6.
- [Forio1997] : P. Forio, "Influence de l'endommagement sur le comportement thermomécanique d'un composite C/SiC", Rapport interne au L.C.T.S., ref. 97-PF/2, juin 1997.

[Forio2000] : P. Forio, F. Lavaire, J. Lamon, "Durée de vie en fatigue statique à hautes températures de fibres SiC Nicalon", Comptes rendus des 12ème Journées Nationales sur les Composites (JNC 12), AMAC, vol. II, pp. 941-950, 2000.

[Forio2004] : P. Forio, F. Lavaire, J. Lamon, "Delayed failure at intermediate temperatures (600°C – 700°C) in air in silicon carbide multifilament tows", Journal of American Ceramique Society, 87 [5] 888-893 (2004).

[Garitte2007] : E. Garitte, "Etude de l'oxydation/corrosion des composites céramiques", Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, n° 3484, 2007.

[Gauthier2007] : Gauthier W., "Rupture différée en fatigue statique, aux températures intermédiaires (<800°C), de fils et de fibres à base de carbure de silicium", Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, n° 3303, 2007.

[Gauthier2008] : Gauthier W., Lamon J., "Delayed failure of silicon carbide fibers in static fatigue at intermediate temperatures (500-800°C) in air", *Ceram. Engineering and Science Proceedings*, Volume 28, Issue 2, edited by Edgar Lara-Curzio, John Wiley & Sons, Inc., USA, 423-431, 2008.

[Gauthier2009] : Gauthier W., Lamon J., "Delayed failure of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows and single filaments at intermediate temperatures (500-800°C)", Journal of American Ceramique Society, 92 [3] 702-709 (2009).

[Gauthier2009] : Gauthier W., Pailler F., Lamon J., Pailler R., "Oxydation of silicon carbide fibres during static fatigue in air at intermediate temperatures", Journal of American Ceramique Society, 92 [9] 2067-2073 (2009).

[Gogotsi1994] : Y.G. Gogotsi, M. Yoshimura, Oxidation and Properties Degradation of SiC Fibres Below 850°C, *J. Mater. Sci. Lett.* 13, 680-683 (1994).

[Guillaumat1993]: L. Guillaumat, J. Lamon, Multifissuration de composites SiC-SiC, dans "Microstructure, comportements thermomécaniques et modélisation de composites céramique-céramique à fibres, édité par J.L. Chermant et G. Fantozzi, *Rev. Comp. Mat. Avancés* (1993) pp. 6631-6643.

[Hasegawa2000] : A. Hasegawa, A. Kohyama, R.H Jones, L.L Snead, B. Riccardi, P. Fenici, "Critical issues and current status of SiC / SiC composites for fusion", Journal of Nuclear Materials, vol. 283-287, pp. 128-137, 2000.

[Henager1998] : C.H. Henager, G.E. Youngblood, D.J. Senor, G.A. Newsome, J.J. Woods, "Dimensional stability and tensile strength of irradiated Nicalon-CG and Hi-Nicalon fibers", Journal of Nuclear Materials, vol. 253, pp. 60-66, 1998.

[Héraud1981] : L. Héraud, F. Christin, R. Naslain, P. Hagenmuller, "Properties and applications of oxidation resistant composite materials obtained by SiC-infiltration", Proc. 8th Int. Conf. CVD, J.M. Blocher et al., eds., The Electrochem. Soc., Pennington, p. 782, 1981.

[Hirai 1988] : T. Hirai, M. Sasaki, "Silicon carbide prepared by chemical vapor deposition", Silicon Carbide ceramics – I : fundamental and solid reaction (Elsevier Applied Science), p.77-98, 1988.

[Ichikawa2000] : T. Ishikawa, S. Kajii, T. Hisayuki, "High heat-resistant SiC-Polycrystalline fiber and its fiber-bonded ceramic", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, vol. 21, n°4, pp. 323-331, 2000.

- [Jones2000] : R.E. Jones, D. Petrak, J. Rabe, A. Szweda, "SYLRAMIC SiC fibers for CMC reinforcement", Journal of Nuclear Materials, vol. 283-287, pp. 556-559, 2000.
- [Jones2003] : R.H. Jones, SiC/SiC composite for advanced nuclear applications, paper ECD-S1-18-2003, *ibid.* ref. 6.
- [Jones2005] : R.H. Jones, C.H. Henager Jr., "Subcritical crack growth processes in SiC/SiC ceramic matrix composites", Journal of the European Ceramic Society 25 (2005) 1717-1722.
- [Kakawa1997]: Y. Kagawa, K. Goto, "Notch sensitivity of two-dimensional woven SiC fiber reinforced SiC matrix composite fabricated by the polymer conversion process. Journal of Materials Science Letters 16 (1997) 850-854.
- [Kern1968] : E.L. Kern, D.W. Hamill, K.A. Jacobson, "Fabricating SiC parts by chemical vapor deposition", Advanced Technique for Material Investigation and Fabrication", vol. 14, II-2B-3, 1968.
- [Kirchner1974] : H.P. Kirchner, R.M. Gruver, Fracture mirrors in polycrystalline ceramics and glasses "Fracture mechanics of ceramics", vol. 1, 309-321, 1974. Edited by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange. Published by Plenum, New York.
- [Laffon1989] : C. Laffon, A.M. Flank, P. Lagarde, "Study of Nicalon based ceramic fibres and powders by EXAFS spectrometry X-ray diffractometry and some additional methods", J. Mater. Sci., vol. 24, n°4, pp. 1503-1512, 1989.
- [Laforet2009] : A. Laforet, "Rupture différée en fatigue statique, aux très températures (800°C-1300°C) des fils Hi-Nicalon, des composites Hi-Nicalon PyC/SiC et des composites Hi-Nicalon PyC/B<sub>4</sub>C", Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, n° 3783, 2009.
- [Lamon2001]: J. Lamon, "A micromechanics-based approach to the mechanical behavior of brittle-matrix composites", Composites Science and Technology 61(2001) 2259-2272.
- [Lamon2005] : J. Lamon, "Les Composites à Matrice Céramique", Ann. Chim. Sci. Mat., vol. 30, n°6, pp. 541-546, 2005.
- [Lamon2005]: J. Lamon, "Chemical Vapor Infiltrated SiC/SiC Composites (CVI SiC/SiC), Handbook of ceramic Composites", Edited by Narottam P. Bansal, Kluwer Academic Publishers, Boston/Dordrecht/London, pp. 55-76, 2005.
- [Lamon2007]: J. Lamon, "Mécanique de la rupture fragile et de l'endommagement", Lavoisier, ISBN 978-2-7462-1707-2.
- [Lamouroux1999] : F. Lamouroux, S. Bertrand, R. Pailler, R. Naslain, M. Cataldi, "Oxidation resistant carbon-fiber-reinforced ceramic matrix composites", Composites Sciences and Technology, vol. 59, pp. 1073-1085, 1999.
- [Lara-Curzio1998]: E. Lara-Curzio, "Oxidation induced stress-rupture of fiber bundles", Journal of engineering materials and technology, April 1998, Vol. 120/ 105.
- [Lavaire1999] : F. Lavaire, "Etude de la durée de vie de minicomposites SiC/PyC/SiC à haute température", rapport de stage de DEA, ISMRA Caen, LCTS, 1999.
- [Lecoustumer1993] : P. Lecoustumer, M. Monthieux, A. Oberlin, "Understanding Nicalon Fibre", J. Eur. Ceram. Soc., vol. 11, pp. 95-103, 1993.

[Lepoche 2003] : H. Lepoche, « Mécanismes chimiques de CVD/CVI de pyrocarbones laminaires issues du propane : cinétique, texture et composition gazeuse, Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, n°2657, 2003.

[Lewinsohn1998]: C.A. Lewinsohn, R.H. Jones, G.E. Youngblood, C.H. Henager Jr, "Fiber creep rate and high-temperature properties of SiC/SiC composites" Journal of Nuclear Materials, Volumes 258-263, Part 2, October 1998, Pages 1557-1561.

[Lewinsohn1999]: C. Lewinsohn, L. A. Gianuzzi, C.E. Bakis, R. E. Tressler, "High-temperature creep and microstructural evolution of chemically vapor-deposited silicon carbide fibers", Journal of American Ceramic Society, 82 [2] 407 – 13 (1999).

[Li 1986] : Z. Li, R.C. Bradt, "Thermal expansion of the cubic (3C) polytype of SiC", J. Mater. Sci., vol. 21., p. 4366-4368, 1986.

[Lissart1997]: N. Lissart, "Damage and failure in ceramic matrix composite: experimental study and model, Acta Metall. 45 (1997) 1025.

[Martinez-Fernandez2000]: J. Martinez-Fernandez, G.N. Morscher, "Room and elevated temperature tensile properties of single tow Hi-Nicalon, carbon interphase, CVI SiC matrix minicomposites", Journal of the European Society 20 (2000) 2627 2636.

[McHenry1977] : K.D. McHenry, R.E. Tressler, "Subcritical crack growth in silicon carbide", J. Am. Ceram. Soc., vol. 12, n°7-8, pp. 567-575, 1977.

[MCIC1979] : MCIC Report / August, In Engineering Property Data on selected Ceramics, vol . 2 – Carbides (Reprinted 1987), 1979.

[Morscher1995] : G.N. Morscher, H. M. Yun, J. C. Goldsby, "Bend stress relaxation and tensile primary creep of a polycrystalline  $\alpha$ -SiC fiber", rapport NASA-TM-111683, 1995.

[Narisawa2001]: M. Narisawa, K. Sano, Y. Katase, K. Okamura, "temperature-atmosphere dependence of creep behaviour of advanced SiC-based fibers", Proceedings of the 7<sup>th</sup> Intl Conference on Creep and Fatigue at Elevated Temperatures, CREEP 7, Japan Society of Mechanical Engineers, Tsukuba, Japan, June 3-8, 2001, pp 281-285.

[Naslain 1995] : R. Naslain, " The concept of layered interphase in SiC/SiC", High-Temperature Ceramic-Matrix Composites II: Manufacturing and Materials Development, eds. A.G. Evans and R. Naslain, Ceramic Transaction, p 23-39, 1995.

[Naslain2003] : R. Naslain, "Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview", Composite Science and Technology, 2003.

[Naslain2004]: R. Naslain, A. Guette, F. Rebillat, S. Le Gallet, F. Lamouroux, L. Filipuzzi, C. Louchet, « Oxidation mechanisms and kinetics of SiC-matrix composites and their constituents », Journal of Materials Science 39 (2004) 7303-7316.

[Newsome1997] : G.A. Newsome, "The effect of neutron irradiation on silicon carbide fibres", Ceram. Eng. Sci. Proc., vol. 18, n°3, 1997.

[Osborne1998] : M.C. Osborne, C.R. Hubbard, L.L. Snead, D. Steiner, "Neutron irradiation effects on the density, tensile properties and microstructural changes in Hi-Nicalon and Sylramic SiC fibers", Journal of Nuclear Materials, vol. 253, pp. 67-77, 1998.

- [Pailler2005] : R. Pailler, J. Lamon, A. Guette, C. Sauder, I. Martin-Litas, "Les fibres céramiques non oxydes. Relations entre nanostructure ou composition et propriétés", *Ann. Chim. Sci. Mat.*, vol. 30, n°6, pp. 565-578, 2005.
- [Pasquier1997] : S. Pasquier, "Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC à interphase séquencée, effet de l'environnement" Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, no 1727, 1997.
- [Ramana1985] : S. Ramana Murthy, "Elastic properties of boron carbide", *J. Mat. Sci. Letters*, vol. 4, pp. 603-605, 1985.
- [Rebillat2000]: F. Rebillat, J. Lamon, A. Guette, "The concept of a strong interface applied to SiC/SiC composites with a BN interphase, *Acta Mater.* 48 (2000) 4609-4618.
- [Rugg1999]: K.L. Rugg, R. E. Tressler, C. E. Bakis, J. Lamon, "Creep of SiC-SiC Microcomposites", *Journal of the European Ceramic Society* (1999) 2285-2296.
- [Sacks1999]: M.D. Sacks, "Effect of composition and heat treatment conditions on the tensile strength and creep resistance of SiC-based fibers", *Journal of the European Ceramic Society* 19(1999) 2305-2315.
- [Sauder2004] : C. Sauder, "Effet de l'irradiation sur le comportement des fibres de carbure de silicium", rapport interne au LCTS, SEMEC-050001, 2004.
- [Sauder2007]: C. Sauder, J. Lamon, "Tensile creep behavior of SiC-based fibers with low oxygen content", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 90, Number 4, p 1146-1156, (2007).
- [Sezer2001] : A.O. Sezer, J.I. Brand, "Chemical vapor deposition of boron carbide", *Mater.Sci. Eng.*, vol. B79, p. 191-202, 2001.
- [Sha2004]: J.J. Sha, T. Nozawa, J.S. Park, Y. Katoh, A. Kohyawa, "Effect of heat treatment on the tensile strength and creep resistance of advanced SiC fibers", *Journal of Nuclear Materials* 329-333 (2004) 592-596.
- [Sha2006]: J.J. Sha, J.S. Park, T. Hinoki, I. Kohyama, "Heat treatment effects on creep behavior of polycrystalline SiC fibers", *Materials Characterization* 57 (2006) 6-11.
- [Sherby1956]: O.D. Sherby, T.A. Trozera, J.E. Dorn *Trans. ASTM*, 56 (1956).
- [Shimoo2000]: T. Shimoo, F. Toyoda, K. Okamura, "Oxidation kinetics of low-oxygen silicon carbide fiber", *Journal of Materials Science* 35 (2000) 3301-3306.
- [Shimoo2003] : T. Shimoo, K. Okamura, « Oxidation behavior and mechanical properties of low-oxygen SiC fibers prepared by vacuum heat-treatment of electron-beam-cured poly(carbosilane) precursor", *Journal of Materials Science* 38 (2003) 1653-1660.
- [Shimoo2004] T. Shimoo, K. Okamura, "Suppression of active-oxidation of Si-C fibers (Hi-Nicalon) under reduced pressure by carbon or silica coating", *Journal of Materials Science* 39 (2004) 1547-1555.
- [Siron1996] : O. Siron, "Approche micro-macro du comportement micro-macro du comportement mécanique et de la rupture d'un composite carbone-carbone à architecture fibreuse multidirectionnelle", Thèse de doctorat n°1498, Université de Bordeaux I, 1996.



- [Smith1977]: I. W. Smith, "The intrinsic reactivity of carbons to oxygen", FUEL, 1978, Vol 57, July.
- [Snead2000] : L.L. Snead, Y. Katoh, A. Kohyama, J.L. Bailey, N.L. Vaughn, R.A. Lowden, "Evaluation of neutron irradiated near-stoichiometric silicon carbide fiber composites", Journal of Nuclear Materials, vol. 283-287, pp. 551-555, 2000.
- [Takeda1999]: M. Takeda, Y. Yoshikazu Imai, H. Ichikawa, N. Kasai, T. Seguchi, K. Okamura, "Thermal stability of SiC fiber prepared by an irradiation-curing process, Composites science and Technology 59 (1999) 793-799.
- [Viricelle1997] : J.P. Viricelle, « Study of the oxidation behaviour », Brite-Euram Contract, Université de Limoges, 1997.
- [Wiederhorn1967]: S.M. Wiederhorn, "Influence of water vapor on crack propagation in Soda-lime glass", *Journal of the American Ceramic Society*, 1967, 50:407–414.
- [Wiederhorn1970] : S.M. Wiederhorn, L.H. Boltz, "Stress Corrosion and Static Fatigue of Glass", J. Am. Ceram. Soc., vol. 53, pp. 543-548, 1970.
- [Wiederhorn1974] : S.M. Wiederhorn, "Subcritical Crack Growth in Ceramics", Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 2, Edited by R.C. Bradt, D.P. Hasselman, F.F. Lange, Plenum Press, New York, 1974.
- [Yajima1976] : S. Yajima, J. Hayashi, M. Omori, K. Okamura, "Development of a silicon carbide fibre with high tensile strength", Nature, vol. 261, pp. 683-685, 1976.
- [Youngblood2001] : G.E. Youngblood, C. Lewinsohn, R.H. Jones, A. Kohyama, Jones R.H. and Kohyama A., "Tensile Strength and fracture surface characterization of Hi-Nicalon SiC fibers", Journal of Nuclear Materials, vol. 289, pp. 1-9, 2001.
- [Yun1996]: H.M. Yun, J. Di Carlo, « Thermomechanical behavior of advanced SiC fiber Multifilament tows », Nasa Technical Memorandum 107366.
- [Zhu1997]: S. Zhu, M. Mizuno, Y. Nagano, Y. Kagawa, "Tensile creep behavior of a SiC fiber/SiC composite at elevated temperatures" Composites Science and Technology 57 (1997) 1629-1637.
- [Zhu1999] : S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, Y. Mutoh "Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composites: a review", composites Science and Technology 59 (1999) 833-851.