Modélisation thermomécanique d'un composite carbone/carbone à texture complexe

Amandine Raude

▶ **To cite this version:**

Amandine Raude. Modélisation thermomécanique d'un composite carbone/carbone à texture complexe. Autre. Université de Bordeaux, 2018. Français. NNT : 2018BORD0260 . tel-02044467

HAL Id: tel-02044467
https://theses.hal.science/tel-02044467

Submitted on 21 Feb 2019

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

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

université de BORDEAUX

THÈSE PRÉSENTÉE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES

SPÉCIALITÉ PHYSICO-CHIMIE DE LA MATIÈRE CONDENSÉE

par Amandine RAUDE

Ingénieur de l'Institut Catholique d'Arts et Métiers de Nantes

MODÉLISATION THERMOMÉCANIQUE D'UN COMPOSITE CARBONE/CARBONE À TEXTURE COMPLEXE

Sous la direction de Gérard Vignoles

Soutenue le 28 novembre 2018

Membres du jury :

M.	J. LAMON	Directeur de recherche émérite, LMT, Cachan	Président
M.	Y. MONERIE	Professeur, Université de Montpellier	Rapporteur
M.	P. REYNAUD	Chargé de recherche, HDR, MATEIS, Lyon	Rapporteur
M.	O. CATY	Maître de conférence, INP Bordeaux	Examinateur
M.	G. COUÉGNAT	Ingénieur de recherche, LCTS, Pessac	Examinateur
M.	G. VIGNOLES	Professeur, Université de Bordeaux	Directeur de thèse
Mme.	A. BESSETTE	Ingénieur, Safran Landing Systems, Villeurbanne	Invitée

Titre : Modélisation thermomécanique d'un composite carbone/carbone à texture complexe

Résumé : Les composites C/C sont utilisés dans les domaines du spatial et de l'aéronautique pour leurs excellentes propriétés thermomécaniques depuis la température ambiante jusqu'aux très hautes températures ($> 3000°C$). Ces matériaux ont une architecture complexe constituée de nappes de fibres stratifiées et aiguilletées. Leur utilisation en zones fortement sollicitées et à haute température nécessite une maîtrise des propriétés thermiques et mécaniques. Actuellement, la conception du matériau se fait de manière empirique et itérative. Pour l'accélérer, le développement d'un modèle numérique multi-échelle prédictif du comportement du composite C/C est proposé. Ce matériau a tout d'abord été caractérisé morphologiquement à ses différentes échelles caractéristiques, les propriétés thermomécaniques de ses constituants élémentaires ont également été identifiées. A l'échelle microscopique, les fils sont représentés de façon homogène et thermoélastique à partir des taux de constituants qui leurs sont associés. A l'échelle mésoscopique, deux aspects morphologiques semblent prédominants : son architecture ainsi que ses porosités et endommagements. Leur effet sur le comportement effectif du composite C/C est étudié dans le but d'évaluer leur influence relative et d'aboutir à une description suffisamment fine de leurs morphologies dans la modélisation effectuée. Un modèle de matériau idéalisé ainsi qu'un modèle basé images ont été développés. La simulation d'essais macroscopiques a révélé que ces deux aspects avaient un effet non-négligeable sur le comportement effectif du composite C/C et ont permis le développement et la validation d'un modèle prédictif multi-échelle de ce matériau, prenant en compte les caractéristiques précédentes, et permettant le lien entre l'échelle de ses constituants élémentaires et celle macroscopique.

Mots-clés : Carbone/Carbone ; Modélisation multi-échelle ; Thermomécanique ; Endommagement ; Caractérisation ; Pyrocarbone ; Traitement d'images

---

Title : Thermomechanical modeling of a carbon/carbon composite with complex texture

Abstract : C/C composites are used in space and aeronautics for their excellent thermomechanical properties from room temperature to very high temperatures ($> 3000°C$). These materials have a complex architecture consisting of layers of laminated and needled fibers. Its use in highly stressed areas and at high temperature requires control of thermal and mechanical properties. Currently, the design of the material is done empirically and iteratively. To accelerate it, the development of a multi-scale digital model of the C/C composite is proposed. This material was first morphologically characterized at its different characteristic scales, the thermomechanical properties of its elementary constituents were also identified. At the microscopic scale, the wires are represented homogeneously and thermoelastically from the constituent levels associated with them. At the mesoscopic scale, two morphological aspects seem to predominate : its architecture as well as its porosities and damages. Their effect on the effective behavior of the C/C composite is studied in order to evaluate their relative influence and to arrive at a sufficiently fine description of their morphologies in the modeling carried out. An idealized material model as well as an image based model have been developed. The simulation of macroscopic tests revealed that both aspects had a non-negligible effect on the effective behavior of the C/C composite and allowed the development and validation of a multi-scale predictive model of this material, taking into account the preceding characteristics, and allowing the link between the scale of its elementary constituents and the macroscopic one.

Keywords : Carbon/Carbon ; Multi-scale modeling ; Thermomechanical ; Damage ; Characterization ; Pyrocarbon ; Image processing

---

Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (LCTS)
UMR 5801 CNRS - Université de Bordeaux - Safran - CEA
3 allée de la Boétie, 33600 Pessac

Ce qui importe ce n'est pas d'arriver, mais d'aller vers.
Antoine de Saint-Exupéry

La vie est trop courte pour la passer à regretter tout ce que l'on a pas eu le courage de tenter.
Marie-Claude Bussières-Tremblay

Remerciements

Les travaux présentés ont été menés au sein du Laboratoire des Composites Thermo-Structuraux (LCTS) de l'Université de Bordeaux dans le cadre d'un contrat CIFRE avec Safran Landing Systems.

Je remercie tout d'abord **Gérard Vignoles**, directeur du laboratoire ainsi que de cette thèse, de même que **Roger Fischer**, administrateur, pour leur accueil au sein du laboratoire et pour m'avoir permis de réaliser mes travaux dans les meilleures conditions.

Mes profonds remerciements vont encore une fois à **Gérard Vignoles**, ainsi qu'à **Guillaume Couégnat** et **Olivier Caty** pour m'avoir proposé ce travail de thèse, m'avoir encadrée et avoir eu confiance en moi pendant ces trois années. Guillaume je t'adresse une mention spéciale pour ta grande implication ainsi que ta sympathie au quotidien !

Je suis vivement reconnaissante aux membres du jury d'avoir accepté d'évaluer mes travaux. **Yann Monerie** et **Pascal Reynaud** pour en avoir été les rapporteurs, **Jacques Lamon** pour avoir accepté d'être le président de mon jury de soutenance. Merci d'avoir pris le temps de les analyser ainsi que pour les nombreux échanges constructifs que nous avons eu.

Je remercie Safran Landing Systems d'avoir financé cette thèse. Je tiens à remercier **Anne Bessette** en tant qu'ingénieur de suivi, ainsi que **Sandra Dubois** et **Pascale Jacquemard** pour avoir su donner leur avis dans le cadre industriel. Je tiens également à remercier chez Safran Tech **Véronique Brion**, **Estelle Parra**, **Nicolas Feld** ainsi qu'**Arjen Roos** pour leur accueil et leur contribution à ces travaux.

Merci également à l'ensemble des thésards, stagiaires et permanents du laboratoire. **Morgan Charron** et **Adrien Gillard** qui finalisaient leurs thèses respectives lorsque je débutais la mienne, travaux sur lesquels je me suis beaucoup basée dans ma propre thèse. **Jean Benezech** et **Charles Boury**, mes deux stagiaires, pour leur grande contribution notamment d'un point de vue caractérisations. **Vincent Mazars**, **Nicolas Guel**, **Léonard Turpin**, **Xavier Lamboley** et **Thomas-David Jayet** : l'équipe de la salle calculs, ainsi que **Floriane Demeyer**, **Carole Charles**, **Arthur Ferri**, **Coraline Simon**, **Caroline Liégaut**, **Anthony Baux**, **Anthony Desenfant** et **Felana Rakotovao** pour leur amitié et leur gentillesse.

Je tiens également à remercier ma famille : **mes parents Sylvie et Jean-Philippe**, **mon frère Thibaut** et **ma grand-mère Monique**, pour m'avoir suivie et accompagnée au cours de toutes ces années, et pour s'être déplacée lors de ma soutenance.

Je remercie enfin **Julien** pour m'avoir soutenue au quotidien durant ces trois années dans les bons comme dans les mauvais moments, ainsi que pour tous les instants que nous avons partagés. Ces travaux achevés, une nouvelle étape de notre vie commence ...

Table des matières

Introduction générale **1**

0 Cadre de l'étude **7**
0.1 Les composites carbone/carbone . . . 9
0.1.1 Les matériaux composites . . . 9
0.1.2 Les composites carbone/carbone . . . 9
0.2 Composite C/C étudié . . . 19
0.2.1 Présentation du matériau analysé . . . 19
0.2.2 Contexte et problématique industrielle . . . 22
0.3 Comportement thermomécanique du composite C/C étudié . . . 23
0.3.1 Comportement mécanique dans le plan des plis (XY) . . . 23
0.3.2 Comportement mécanique selon la direction d'aiguilletage (Z) . . . 30
0.3.3 Bilan sur le comportement du matériau étudié . . . 37
0.4 Méthodes de modélisation . . . 38
0.4.1 Comparaison des approches phénoménologiques et multi-échelle . . . 38
0.4.2 Méthode de modélisation de l'architecture . . . 39
0.5 Objectifs, problématiques et démarche de l'étude . . . 44
0.5.1 Objectifs et problématiques . . . 44
0.5.2 Démarche de l'étude . . . 44

1 Caractérisation du composite C/C **47**
1.1 Caractérisation morphologique du composite C/C . . . 49
1.1.1 Echelle macroscopique : le composite C/C . . . 49
1.1.2 Echelle mésoscopique : les fils et leur agencement . . . 52
1.1.3 Echelle microscopique : les constituants élémentaires . . . 60
1.2 Caractérisation thermomécanique du composite C/C . . . 63
1.2.1 Propriétés thermomécaniques du composite C/C . . . 63
1.2.2 Propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires . . . 66
1.3 Conclusion . . . 79

2 Effet de l'endommagement initial sur le comportement **83**
2.1 Modélisation idéalisée de l'architecture . . . 85
2.1.1 Echelle microscopique : modélisation des fils . . . 85
2.1.2 Echelle mésoscopique : modélisation de la texture . . . 89
2.2 Modélisation des endommagements mésoscopiques . . . 95
2.2.1 Nécessité de distinction des porosités et fissures . . . 95
2.2.2 Modélisation des endommagements initiaux par des interfaces élastiques . 98
2.2.3 Modélisation par des éléments d'interfaces à comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement . . . 101
2.3 Simulation d'essais macroscopiques . . . 114

2.3.1 Essais macroscopiques à température ambiante . . . 114
2.3.2 Simulation de la montée en température du matériau . . . 120
2.3.3 Synthèse de la simulation d'essais macroscopiques . . . 122
2.4 Conclusion . . . 124

3 Effet de la morphologie de l'architecture sur le comportement 129
3.1 Modélisation basée images de l'architecture . . . 131
3.1.1 Modélisation de l'architecture mésoscopique . . . 131
3.1.2 Modélisation de l'endommagement mésoscopique . . . 135
3.1.3 Génération des modèles idéaux associés aux cas de références basés images 137
3.2 Simulation d'essais macroscopiques . . . 141
3.2.1 Essais macroscopiques à température ambiante . . . 141
3.2.2 Simulation de la montée en température du matériau . . . 149
3.2.3 Bilan sur la comparaison des réponses obtenues entre les descriptions idéalisés et basées images de l'architecture du composite C/C . . . 153
3.3 Enrichissement et idéalisation morphologique des modèles . . . 154
3.3.1 Orientation des plis . . . 154
3.3.2 Morphologie des fils d'aiguilletages . . . 162
3.3.3 Morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli . . . 169
3.3.4 Méthode de modélisation des porosités . . . 175
3.3.5 Caractéristiques morphologiques ayant un effet prépondérant sur le comportement du matériau . . . 180
3.3.6 Effet des morphologies locales sur le comportement du composite C/C . . . 181
3.4 Conclusion . . . 185

4 Application de la modélisation à de grandes zones de matériau 189
4.1 Automatisation de la labélisation des images de tomographie X . . . 191
4.1.1 Cahier des charges . . . 191
4.1.2 Méthode de labélisation de l'architecture . . . 195
4.1.3 Méthode de labélisation des porosités mésoscopiques . . . 198
4.1.4 Assemblage des masques . . . 199
4.1.5 Validation de la démarche développée . . . 201
4.2 Application à de grandes zones de matériau . . . 217
4.2.1 Détermination des cas d'études . . . 217
4.2.2 Mise en place des modèles . . . 219
4.3 Simulation d'essais macroscopiques . . . 223
4.3.1 Simulation des montées en température sur les modèles représentant le plan XY . . . 223
4.3.2 Simulation de montées en température sur les modèles représentant l'axe Z 225
4.3.3 Synthèse des simulations effectuées et pertinence de la méthode de modélisation développée . . . 227
4.4 Conclusion . . . 229
4.4.1 Perspectives . . . 230

Conclusion générale 233

A Caractérisation thermomécanique des constituants élémentaires 237
Banc de mesure thermomécanique sur monofilament . . . 239
Caractérisation thermomécanique de la matrice - Cage de diffusion . . . 244

B Techniques de traitement d'images **251**
Méthode du tenseur de structure 253
Masque des plis 254
Masque des fils d'aiguilletage 256
Masque des porosités 258
Assemblage des masques 260

Bibliographie **262**

Introduction générale

Le trafic aérien aura presque doublé entre 2000 et 2020. Il devrait à nouveau augmenter d'ici 2035 pour atteindre 7.2 milliards de voyageurs. Ce mode de transport présente de nombreux avantages : rapidité, sureté, confort ... En contrepartie, il entraîne des effets néfastes : rejets de gaz à effet de serre tels que le dioxyde de carbone ou l'azote, pollution sonore, ... Afin de les limiter, des normes entrent en vigueur dans le domaine de l'aéronautique civile depuis plusieurs années. L'ACARE (Advisory Council for Aviation Research and Innovation in Europe) a annoncé plusieurs objectifs pour l'année 2050 : réduction de 75% des rejets de CO_2, baisse de 90% des oxydes d'azote, diminution de 6% du bruit (par rapport à un avion de 2000) [Acare, 2018]. Afin d'y répondre, plusieurs solutions sont possibles. Parmi celles-ci, l'utilisation de matériaux composites en alternative aux alliages métalliques constitue une solution de choix, notamment par le fait de leur faible densité. De nombreuses pièces ont ainsi été re-designées avec ces matériaux. Les dernières générations d'avions, comme par exemple l'A350-900 XWB, contiennent plus de 50% de leur masse en composites contre environ 5% dans les années 1970 (figure 1).

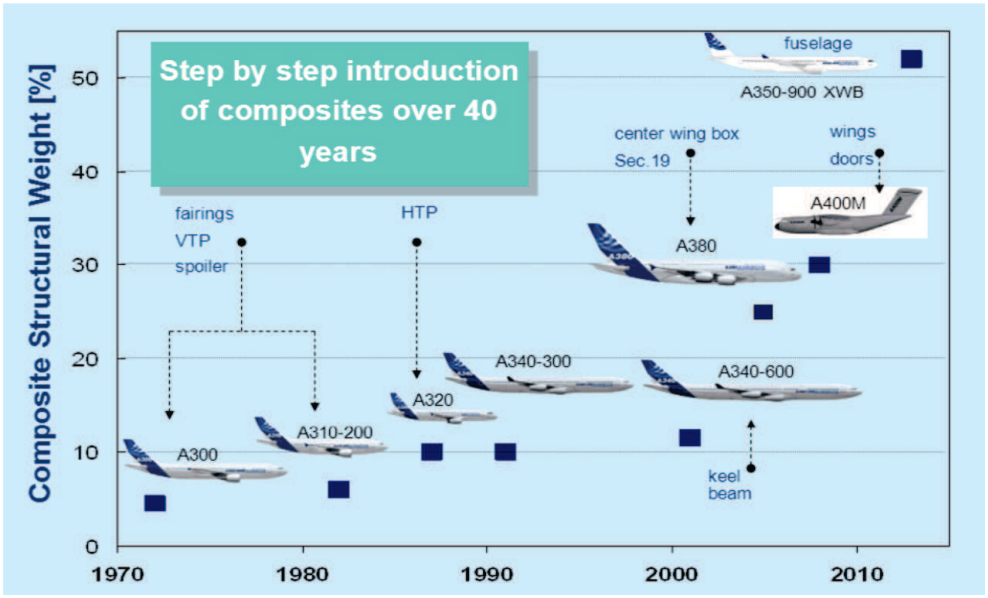

FIGURE 1 – Evolution chronologique de la part de matériaux composites dans la masse structurelle des avions civils (source : Airbus Group).

Diverses familles de composites sont notables. Parmi elles, celles des composites à matrice céramique (CMC). Ces matériaux, en plus d'être légers, sont dits de haute performance. Ils sont développés pour être résistants à des conditions extrêmes : hautes températures, fortes sollicitations mécaniques, milieu oxydant, ... Ils sont qualifiés de thermostructuraux, ce qui signifie qu'ils possèdent des caractéristiques mécaniques performantes jusqu'à de très hautes températures, et peuvent ainsi être utilisés comme matériaux de structure. Pour cela, ils sont

très employés dans les domaines de l'aéronautique mais également du spatial.

Les composites carbone/carbone (C/C) font partie de cette catégorie de composites. Ils sont caractérisés par leurs excellentes propriétés thermomécaniques depuis la température ambiante et jusqu'à de très hautes températures allant jusqu'à plus de 3000°C. Ils sont notamment utilisés dans la réalisation de cols de tuyères de fusées ou encore de disques de frein d'avions (figure 2). Pour cette seconde application, Safran Landing Systems est l'entreprise leader sur le marché. Le composite C/C produit possède une architecture constituée de nappes de fibres de carbone stratifiées et aiguilletées, puis densifiée par une matrice de pyrocarbone. Une des propriétés dimensionnantes de ce composite est sa dilatation thermique qu'il est indispensable de pouvoir contrôler. En effet, sa mauvaise maîtrise peut avoir des conséquences négatives sur le comportement des disques de frein, comme par exemple, l'apparition de surcontraintes locales pouvant entraîner une modification de leur comportement et par conséquent nuire à leurs performances.

FIGURE 2 – Freins d'avions en composite carbone/carbone (source : Safran Landing Systems).

Ainsi, afin de comprendre le comportement de ce composite C/C et de l'optimiser pour aboutir à la conception de matériaux plus performants, il est nécessaire de maîtriser ses propriétés thermomécaniques, de la température ambiante et jusqu'à de très hautes températures. Actuellement, la relation entre structure et propriétés n'est pas correctement expliquée. La conception de ce matériau se fait de manière empirique et itérative. Les propriétés macroscopiques des disques sont obtenues par des campagnes d'essais à température ambiante sur les disques produits, les mesures à haute température étant très coûteuses.

L'objectif de ce travail de thèse est d'**accélérer la méthode de conception actuelle de ce composite C/C par le développement d'un modèle numérique représentant son comportement thermomécanique depuis la température ambiante et jusqu'à de très hautes températures**. La démarche proposée pour y répondre allie des parties expérimentales et de modélisation. Elle est articulée autour de cinq chapitres :

- Chapitre 0 : Cadre de l'étude

Le but est de poser le cadre du sujet, d'identifier la stratégie pour l'étudier et de déterminer les points déjà traités dans des travaux antérieurs ainsi que les innovations nécessaires. Pour cela, une présentation du matériau étudié ainsi que d'une bibliographie des travaux précédemment réalisés en lien avec le sujet sont effectués. La démarche retenue est annoncée.

- Chapitre 1 : Caractérisation du composite C/C

La caractérisation de la morphologie du matériau se fait à ses différentes échelles : macroscopique, mésoscopique et microscopique. Pour chacune d'entre-elles, l'agencement et la morphologie des différents constituants du composite C/C sont présentés tant du point de vue de son architecture que de celui de ses endommagements initiaux. De plus, les propriétés thermomécaniques du composite C/C ainsi que celles de ses constituants élémentaires fibres et matrices sont présentées. Les données morphologiques identifiées serviront de base de données à la construction, alimentation et validation des différents modèles de matériau réalisés dans les chapitres suivants.

- Chapitre 2 : Effet de l'endommagement initial sur le comportement

Pour quantifier cet effet, un modèle de matériau idéalisé sera mis en place à partir des données morphologiques relevées dans le chapitre 1. Les endommagements initiaux y seront pris en compte de façon moyennée par des éléments d'interfaces. Le premier objectif sera d'identifier l'influence de la présence d'endommagement sur le comportement effectif du composite C/C. Cette étape permettra ainsi d'évaluer si la présence d'endommagements initiaux dans le matériau induit une diminution de ses propriétés et si leur effet est négligeable ou non sur le comportement du matériau étudié. Ensuite, le second objectif sera d'implémenter une loi de comportement plus physique dans les éléments d'interfaces. Elle sera basée sur l'analyse morphologique des endommagements. La simulation d'essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température du matériau permettra d'identifier si les mécanismes physiques induits par la présence de ces endommagements initiaux sont bien reproduits, et ainsi, de valider la modélisation réalisée de ces entités.

- Chapitre 3 : Effet de la morphologie de l'architecture sur le comportement

Pour analyser cet effet, un modèle basé images du composite C/C étudié sera mis en place à partir de micro-tomographies X. Il permettra une représentation fidèle de l'architecture. Afin de quantifier l'effet de l'architecture, le modèle idéalisé associé sera mis en place. Les endommagements initiaux seront pris en compte avec les mêmes taux dans chacun des deux modèles. Ceci permettra de n'avoir que pour seule différence le niveau de description de l'architecture entre les deux modélisations mises en place. La simulation d'essais mécaniques macroscopiques à température ambiante et de montées en température, ainsi que la comparaison des réponses obtenues avec ces deux types de modèles, permettra de connaître dans quelle mesure la description de l'architecture joue un rôle sur le comportement du matériau. Un second objectif sera alors d'identifier précisément quelle(s) partie(s) de cette architecture y contribuent de façon principale. Le but est ici d'aboutir à l'identification des caractéristiques morphologiques ayant un effet prépondérant sur le comportement du composite C/C étudié et de proposer un niveau de description suffisant.

- Chapitre 4 : Application de la modélisation à de grandes zones de matériau

Les niveaux de description nécessaires du matériau ayant été identifiés, tant des points de vues de l'architecture que des endommagements initiaux, le but est maintenant d'appliquer la méthode mise en place sur des volumes de matériau proches du VER. Pour cela, une technique de labélisation automatique des images de tomographies X sera mise en place. Elle sera ensuite appliquée à de grandes zones de matériau. Les modèles éléments finis associés seront générés. Des simulations de montées en température du composite C/C seront réalisées. Les propriétés thermomécaniques associées aux modèles mis en place seront calculées. La pertinence de la modélisation réalisée sera alors évaluée par la comparaison des résultats obtenus aux données expérimentales. Cette étape permettra la validation de la méthode développée.

Chapitre 0

Cadre de l'étude

Sommaire

0.1 Les composites carbone/carbone 9
0.1.1 Les matériaux composites 9
0.1.2 Les composites carbone/carbone 9
0.2 Composite C/C étudié 19
0.2.1 Présentation du matériau analysé 19
0.2.2 Contexte et problématique industrielle 22
0.3 Comportement thermomécanique du composite C/C étudié 23
0.3.1 Comportement mécanique dans le plan des plis (XY) 23
0.3.2 Comportement mécanique selon la direction d'aiguilletage (Z) 30
0.3.3 Bilan sur le comportement du matériau étudié 37
0.4 Méthodes de modélisation 38
0.4.1 Comparaison des approches phénoménologiques et multi-échelle 38
0.4.2 Méthode de modélisation de l'architecture 39
0.5 Objectifs, problématiques et démarche de l'étude 44
0.5.1 Objectifs et problématiques 44
0.5.2 Démarche de l'étude 44

Le but de ce chapitre est de poser le cadre de l'étude réalisée. *Une analyse bibliographique présentant le sujet et permettant de le positionner par rapport aux travaux disponibles dans la littérature est tout d'abord effectuée. Elle permet d'aboutir ensuite à la problématique de la thèse et ainsi qu'à la démarche identifiée.*

0.1 Les composites carbone/carbone

0.1.1 Les matériaux composites

Face à un contexte de plus en plus compétitif, les industries doivent de nos jours produire des matériaux de plus en plus performants, tout en réduisant leurs coûts de production. Dans le cas d'éléments structuraux, les concepteurs peuvent faire le choix entre deux types de matériaux : les alliages métalliques ou les matériaux composites. Cette seconde solution consiste à associer deux composants non-miscibles dont les qualités complémentaires permettent d'obtenir de meilleures propriétés effectives que celles des composants pris séparément. Cela peut se traduire par des avantages en termes de légèreté, tenue mécanique, capacité en température, résistance à l'environnement, possibilités de maniement (formes, épaisseurs, ...), mais également par des inconvénients : grande sensibilité aux impacts, peu de possibilités de recyclage ... Ces matériaux sont formés de renforts qui constituent leur ossature et qui supportent l'essentiel des contraintes étant ainsi à l'origine de leur tenue mécanique, mais également de matrice qui assure leur cohésion et la transmission des efforts vers les renforts. Ces renforts peuvent être formés de différentes natures de fibres (carbone, verre, lin, ...) choisies selon l'application visée. Ils sont ensuite agencés selon l'architecture voulue formant une préforme [Chatain, 2001]. La matrice est alors infiltrée selon le procédé adéquat permettant la rigidification de l'ensemble : RTM (Resin Transfert Molding) [Francois et Gurliat, 1991], CVI (Chemical Vapor Infiltration) [Dietrich *et al.*, 2012], ... Différentes natures de matrices sont possibles : matrice organique (thermoplastique, thermodurcissable) aboutissant à des composites à matrice organique (CMO), métallique (alliages d'aluminium, titane, ...) donnant des composites CMM, ou encore céramique (carbone, carbure de silicium, ...) formant des composites CMC. Des charges et additifs peuvent également être ajoutés, par exemple, pour améliorer les propriétés du matériau, accélérer la polymérisation ou encore faciliter le démoulage des pièces produites. Grâce à leurs propriétés intéressantes, les composites sont utilisés dans de nombreuses applications : l'aéronautique et l'aérospatial, le transport maritime, les sports et loisirs ou encore le bâtiment. Des exemples sont présentés en figure 1.

0.1.2 Les composites carbone/carbone

Les composites carbone/carbone (C/C) font partie de la catégorie des composites à matrice céramique (CMC). Ils sont formés d'une préforme constituée de fibres de carbone, ainsi que d'une matrice de pyrocarbone. Les composites C/C sont des matériaux haute performance, développés pour être résistants à des conditions extrêmes : hautes températures, fortes sollicitations mécaniques, milieux oxydants, ... tout en ayant une faible densité [Fitzer et Manocha, 1998, Savage, 1993]. Ils sont qualifiés de thermostructuraux ce qui signifie qu'ils possèdent des caractéristiques mécaniques performantes jusqu'à de très hautes températures (supérieures à 3000°C). Historiquement, ces matériaux ont été développés dans les années 1960-1970 dans le but d'équiper des missiles (boucliers thermiques, tuyères, ...). Encore aujourd'hui, leurs excellentes propriétés thermomécaniques leurs permettent d'être utilisés comme matériaux de structure dans

FIGURE 1 – Différentes applications des matériaux composites. A : Partie de fuselage d'avion (CMO) (source : Boeing). B : Corps creux en alliage d'aluminium renforcé de fibres continues SiC pour application automobile (CMM) [Dermarkar, 1990]. C : Volets du Rafale (CMC) (source : Dassault Aviation).

de nombreuses applications dans le domaine aérospatial, avec les tuyères de moteurs de fusées (figure 2-A), ou encore dans les protections de corps de rentrée dans l'atmosphère. De plus, grâce à leur forte capacité thermique (2,5 fois plus forte que celle de l'acier) et à leur faible densité (environ 1/3 de celle de l'acier), les composites C/C ont été utilisés dans des applications de freinage haute performance, notamment dans le domaine aéronautique (figure 2-B). Le Concorde était le premier avion civil à être équipé de disques de freins en composite C/C avant que leur utilisation se généralise à la majorité des gros porteurs, avions de combats, hélicoptères, voitures de compétition, ..., en remplacement des disques acier [Gouider, 2004]. D'autres applications utilisent également ces composites. Le secteur de la motorisation aéronautique les intègre (figure 2-D). Ils sont également présents dans le domaine nucléaire comme éléments de réacteurs (figure 2-C), dans la réalisation de visseries (figure 2-F) ou encore dans des applications biomédicales, telles que des prothèses de hanches (figure 2-E), grâce à leur biocompatibilité.

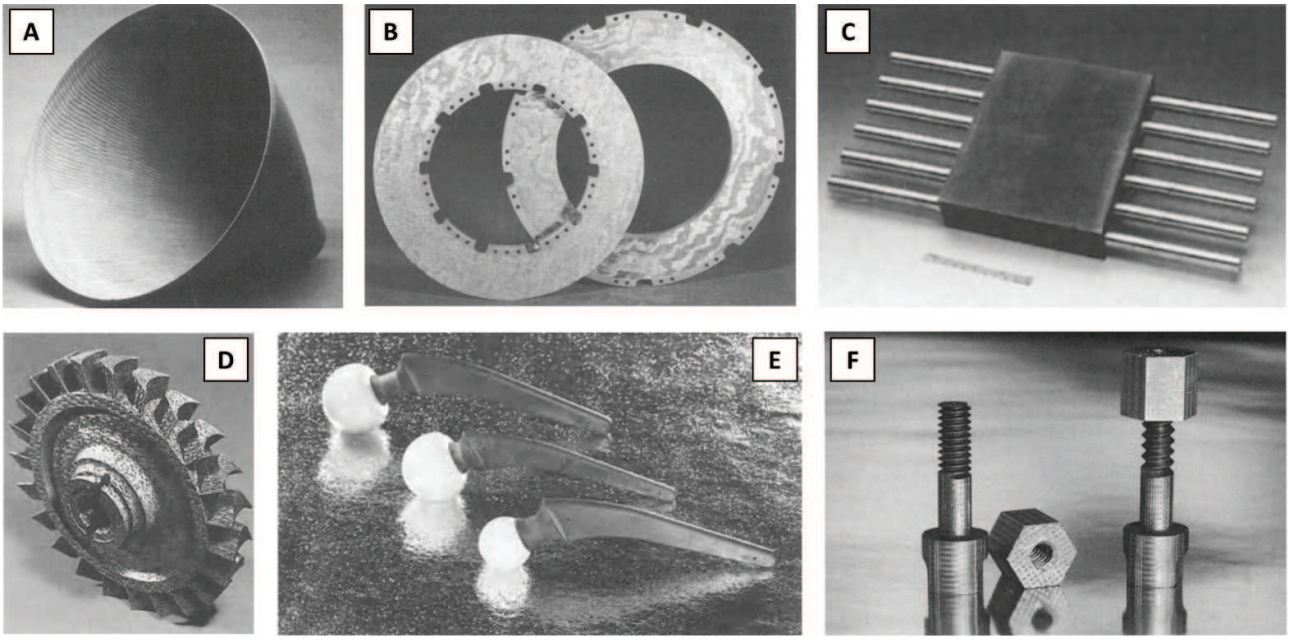

FIGURE 2 – Applications des composites carbone/carbone [Fitzer et Manocha, 1998]. A : Cône de sortie de tuyère. B : Disques de freins. C : Système pour réacteur de fusion nucléaire. D : Rotor de turbine. E : Prothèses de hanche. F : Visserie [Savage, 1993].

La limitation principale des composites C/C est l'oxydation. A partir de 500°C, l'oxygène consomme le composite le limitant à des applications à faible durée de vie. Dans le domaine du freinage, le recours à des revêtements anti-oxydation permet de pallier cette limite en augmentant la durée de vie avant oxydation du composite [Gatoux, 2013].

Fibres de carbone : L'architecture des composites C/C est formée de fibres de carbone. Elles ont pour objectif de renforcer le matériau produit. Dans ce cadre, deux types de fibres sont préférentiellement utilisées : les fibres ex-PAN, représentant 96% de la production mondiale, et les fibres ex-brai, en formant environ 4%. Elles sont extraites de la carbonisation de précurseurs pouvant être de natures diverses : du polyacronitrile (PAN), polymère faisant partie de la famille des acryliques, ou encore du brai, mélange d'hydrocarbures aromatiques issus de résidus de houille ou de pétrole [Savage, 1993, Morgan, 2005]. La fabrication des fibres ex-PAN est réalisée en plusieurs étapes. Tout d'abord, le polymère PAN est étiré et filé. La deuxième phase est l'oxydation. Réalisée autour de 200°C-300°C pendant une durée de trente minutes à trois heures, son but est de le stabiliser et de rendre possible par la suite sa réticulation. Puis, la troisième étape correspond à la carbonisation. Les fibres sont alors placées sous atmosphère inerte entre 1000°C et 1500°C permettant l'élimination d'une grande partie des composants différents du carbone (hydrogène, azote, oxygène). Lors de cette étape, les modifications progressives de composition des fibres entraînent leur retrait et nécessitent de les maintenir sous tension. L'étape suivante est optionnelle : elle consiste à réaliser un traitement thermique. Les fibres sont alors soumises à des températures supérieures à 2000°C. Cette phase permet d'augmenter leur pureté en carbone et ainsi d'augmenter leurs propriétés mécaniques. Des étapes de traitement de surface ainsi que d'ensimage peuvent par la suite être effectuées. Elles servent à augmenter les affinités des fibres avec le futur dépôt de matrice et à faciliter leur tissage notamment lors de la fabrication de préformes. La réalisation de ces étapes directement après la phase de carbonisation aboutit à des fibres dites de "haute résistance". Dans le cas où une étape de traitement thermique est ajoutée après celle-ci, les fibres produites sont qualifiées de "haut-module" (figure 3).

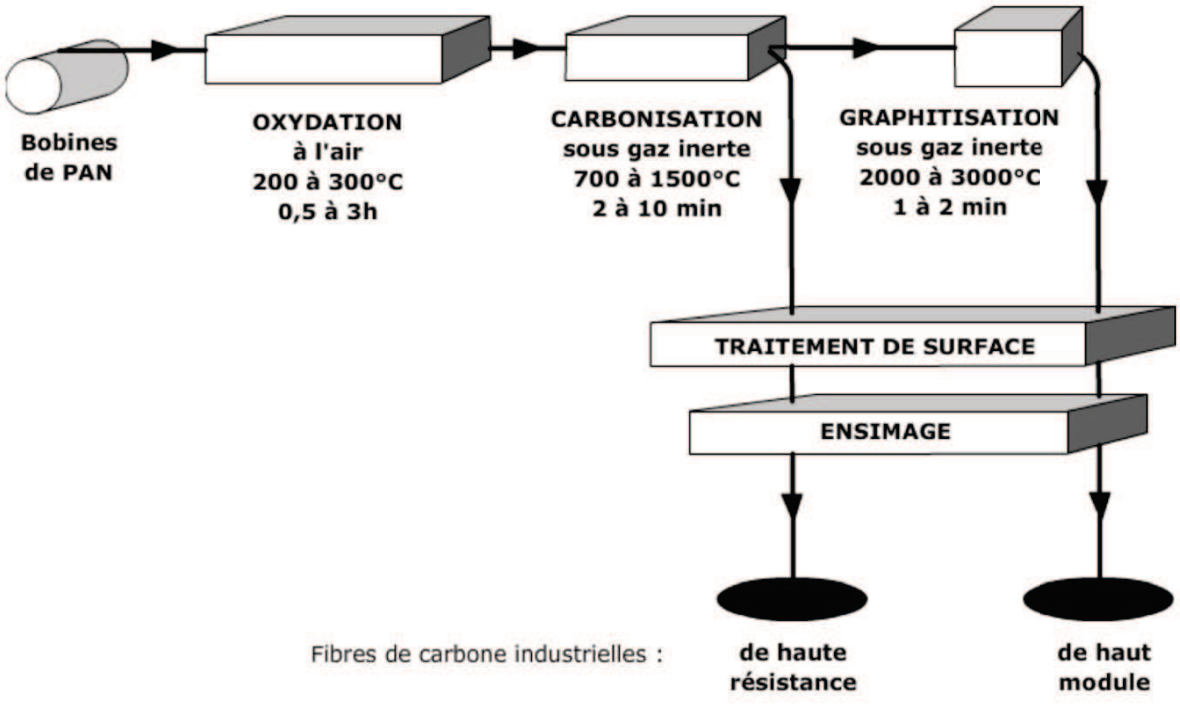

FIGURE 3 – Procédé de fabrication des fibres ex-PAN [Giraud, 2011].

La production des fibres ex-brai est quasi-similaire à celle des fibres ex-PAN. Une différence est que l'étape d'oxydation sert pour ces fibres à rendre infusible le brai en prévision de la carbonisation, et non à le stabiliser comme précédemment. Le brai ayant une teneur en carbone plus forte que le PAN, il n'est pas nécessaire de le maintenir sous tension lors de cette étape [Giraud, 2011]. Les fibres obtenues par cette méthode sont difficiles à produire tant il est ardu de trouver des précurseurs de qualité constante et de maîtriser leur filage. Elles possèdent de hauts modules mais leur résistance en traction est limitée. Au contraire, les fibres issues de PAN bénéficient de procédés industrialisés pour leur fabrication, ce qui augmente leur reproductibilité et par conséquent leur fiabilité. De plus, en possédant des propriétés structurelles intéressantes : haute ténacité, grande rigidité en traction (4000-5000 MPa), modules intermédiaires (230-300 GPa) et faible densité (1.5-2.0), elles constituent les fibres les plus répandues pour la réalisation de renforts dans le domaine industriel [Dupupet, 2008].

Types de préformes : La préforme constitue le renfort du composite. Lors de sa réalisation, les fibres de carbone sont rassemblées en fils. Ceux-ci sont alors agencés selon une architecture particulière. Le choix de sa morphologie est guidé par les sollicitations mécaniques provoquées par l'application finale du matériau produit. La figure 4 présente quelques types d'architectures observables.

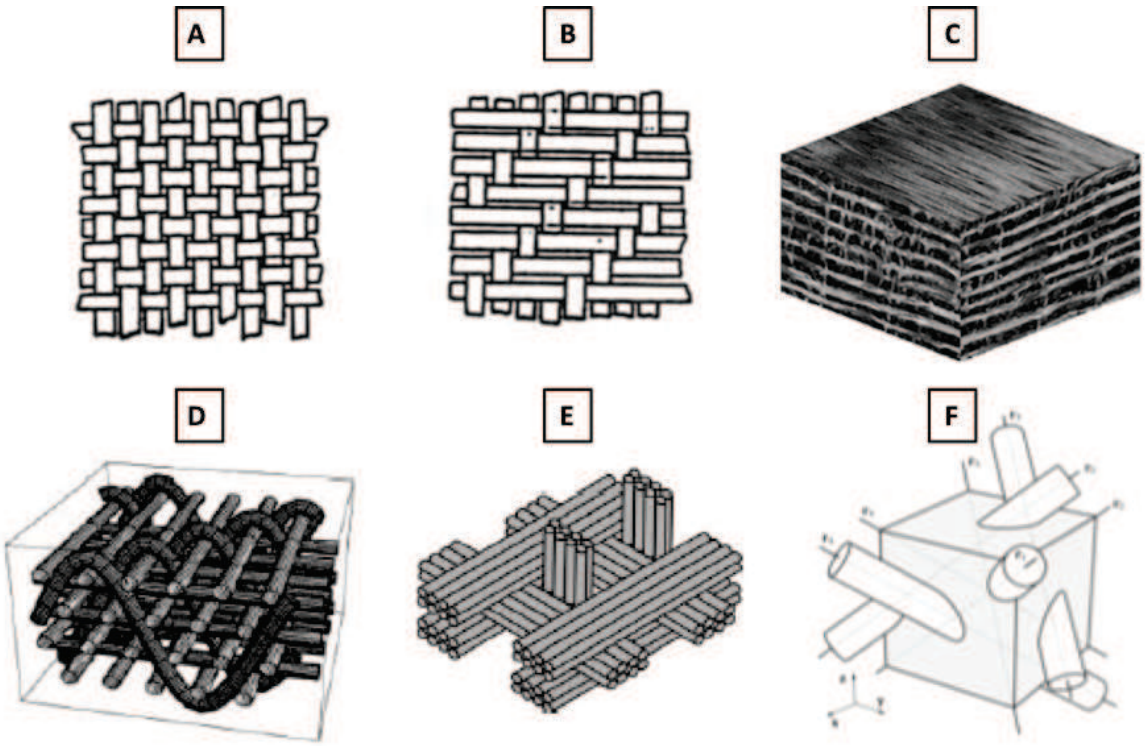

FIGURE 4 – Différents types de préformes pour les composites C/C. A : Tissé 2D motif uni [Fitzer et Manocha, 1998]. B : Tissé 2D motif sergé [Fitzer et Manocha, 1998]. C : Texture 2.5D non-tissée [Fan *et al.*, 2007]. D : Texture 3D interlock [Grail, 2013]. E : Texture 3D baguettes [Leuchs, 2008]. F : Texture 4D cubique [Aubard *et al.*, 1998].

La structure de la préforme peut être bidimensionnelle (2D). Les fils peuvent alors être positionnés sous forme d'unidirectionnels ou encore être tissés selon différents motifs (figures 4-A et 4-B). Le matériau possède une bonne résistance mécanique dans le plan des strates, cependant, celle-ci est très faible dans la direction hors-plan. L'architecture peut également

être tridimensionnelle (3D). Une possibilité est alors d'agencer les fils sous forme de baguettes orientées selon les axes X, Y et Z (figure 4-E), mais également de tissus comme par exemple les architectures interlocks (figure 4-D). La préforme peut alors supporter des efforts mécaniques dans les trois directions de l'espace. Un hybride de ces deux types de structures est la réalisation de structures 2.5D (figure 4-C), comme dans le cas du Novoltex [Xu *et al.*, 2015]. Dans ce cas des structures 2D, tissées ou non-tissées, sont empilées. Elles sont ensuite assemblées selon un procédé comme par exemple celui nommé "aiguilletage" consistant à arracher des parties de fils formant la structure 2D pour les transférer selon la direction hors-plan. Des architectures plus complexes sont également disponibles avec de nombreuses directions de renforts comme par exemple la structure 4D cubique (figure 4-F).

Procédés de densification : L'étape de densification a pour objectif de rigidifier le matériau en réalisant un dépôt de matrice de pyrocarbone autour de la préforme. Elle offre une protection au renfort fibreux et lui permet ainsi d'augmenter sa durée de vie. Différents procédés ont été mis au point dans le but de réaliser l'étape de densification par une matrice de carbone. Trois voies sont utilisées : la voie gazeuse, la voie liquide avec utilisation de résine, et la voie liquide par utilisation de brai [Cavalier, 1992, Thebault, 2006]. La figure 5 présente les différentes étapes formant les procédés associés à ces voies. Il est à noter que la texture ainsi les propriétés thermomécaniques de la matrice de carbone déposée sont très dépendantes du procédé utilisé.

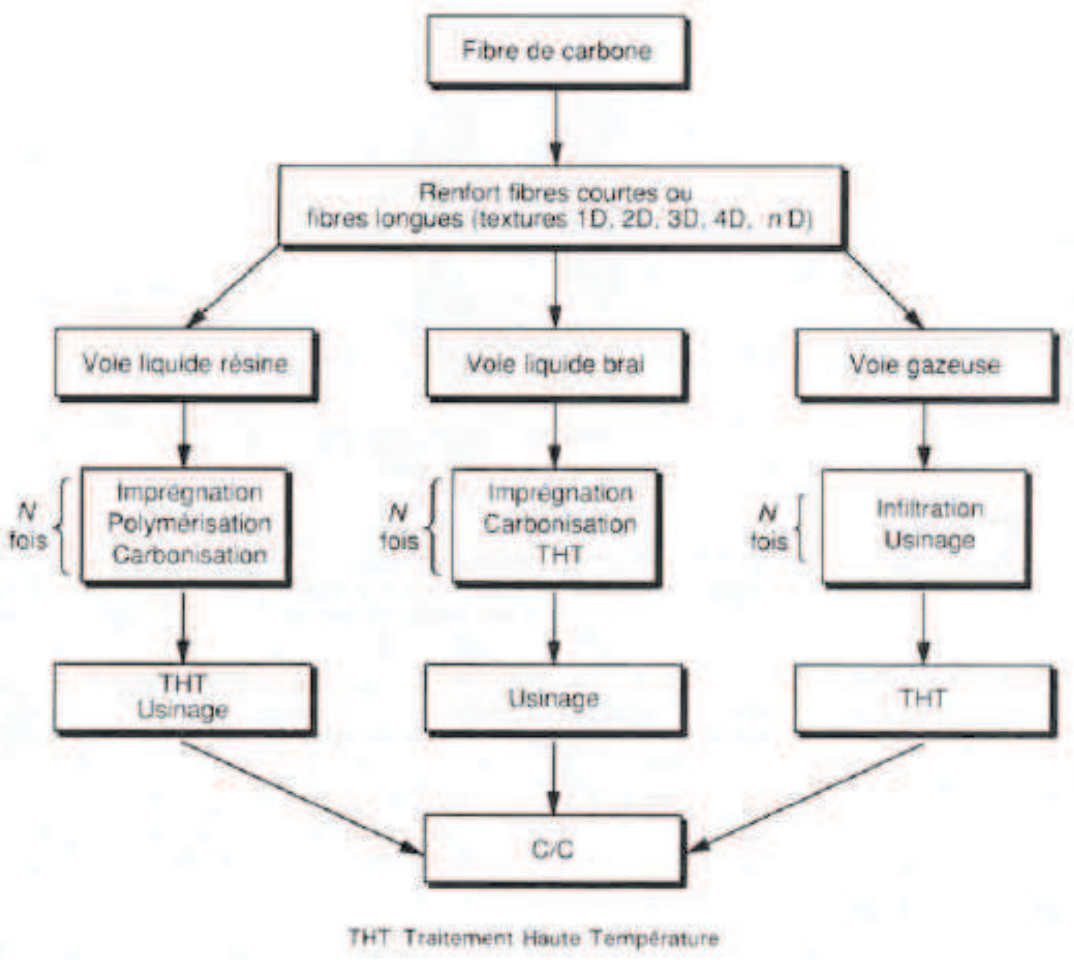

FIGURE 5 – Schéma récapitulatif des différents procédés d'élaboration des composites C/C [Cavalier, 1992].

La densification par voie gazeuse utilise l'infiltration chimique en phase vapeur ou CVI (Chemical Vapor Infiltration) [Dietrich *et al.*, 2012]. Cette méthode consiste à diffuser un gaz réactif, comme par exemple du méthane ou du propane, au sein d'une préforme fibreuse. Celui-ci se décompose et réagit au contact des fibres en y faisant croître un dépôt solide de carbone à leur surface [Choy, 2003]. Ce dépôt est nommé "pyrocarbone". La principale difficulté consiste à conserver l'accessibilité des espèces gazeuses à l'ensemble de la préforme, et notamment à son coeur tout au long de la densification du matériau. En effet, une fois le chemin de diffusion des espèces obstrué par les dépôts solides, la densification s'arrête. Afin de la maximiser, des étapes d'"écroûtage", consistant à retirer la croûte de pyrocarbone présente en surface du matériau, peuvent être réalisées afin de rendre à nouveau accessible le coeur du matériau. Le procédé CVI permet le dépôt de matrice de pyrocarbone d'une très grande pureté. Cependant, elle engendre des taux de porosité résiduelle élevés, 10%-15%, ainsi que de conséquentes contraintes résiduelles lors du refroidissement aboutissant à une grande quantité d'endommagements initiaux. De plus, les temps de densification ainsi que les coûts engendrés sont très élevés. Plusieurs variantes de ce procédé existent : la CVI isotherme-isobare ou I-CVI correspondant à la forme la plus répandue [Choy, 2003], la CVI à flux forcé [Bertrand *et al.*, 1998], la CVI pulsée [Bertrand *et al.*, 1999, Naslain *et al.*, 2001], ou encore la CVI à gradient thermique ou de température. La figure 6 présente le schéma d'un dispositif CVI isotherme-isobare. D'autres procédés sont également en cours de développement comme par exemple la caléfaction, et notamment le procédé Kalamazoo développé par le CEA [Houdayer, 1981]. Ce procédé consiste à placer la préforme fibreuse dans le précurseur maintenu à sa température d'ébullition. La densification par voie gazeuse permet d'avoir un bon équilibre des caractéristiques thermomécaniques dans le composite C/C produit [Thebault, 2006]. Il s'agit du procédé le plus utilisé dans le domaine industriel.

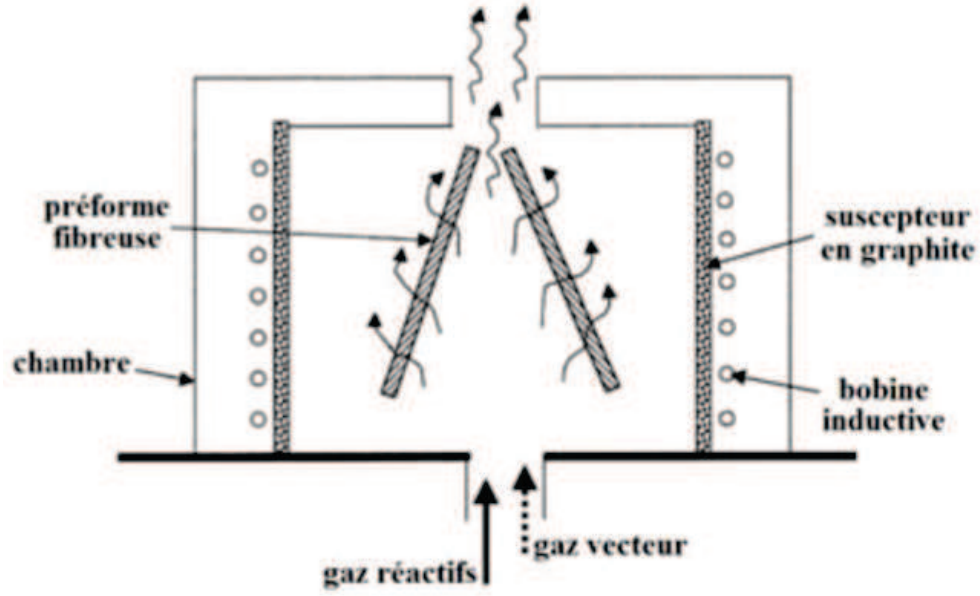

FIGURE 6 – Dispositifs de densification des composites C/C. Dispositif CVI isotherme-isobare [Choy, 2003].

La densification par voie liquide avec utilisation de résine désigne l'imprégnation d'un polymère suivie d'une pyrolyse : le procédé PIP (Polymer Infiltration and Pyrolysis) [Dong *et al.*, 2002, Masaki *et al.*, 2008]. Des procédés mêlant cette méthode à la voie CVI ont également été étudiés [Dekeyrel, 2010]. Le procédé PIP consiste à infiltrer un précurseur polymère liquide dans la préforme fibreuse puis à le transformer en carbone par pyrolyse. Il se décompose en trois étapes. Tout d'abord, le précurseur est imprégné dans la préforme. Ensuite, il réticule au sein

de celle-ci. Enfin, il subit une opération de pyrolyse conduisant à l'obtention d'un dépôt de matrice de pyrocarbone sur les fibres de carbone. Ce cycle peut être répété de façon à obtenir la densité désirée. Cette voie permet un bon contrôle de la microstructure de la matrice. Cependant, la répétition des cycles engendre des temps de densification très longs. De même, les coûts associés sont très élevés. La figure 7 illustre l'installation nécessaire pour réaliser ce procédé. La matrice de carbone obtenue est appelée "coke de résine". Elle est caractérisée par de faibles propriétés : densité, conductivité thermique et une faible évolution structurale à haute température. Cette méthode permet de produire des composites C/C destiné à des applications d'isolation thermique et/ou à coûts réduits [Thebault, 2006].

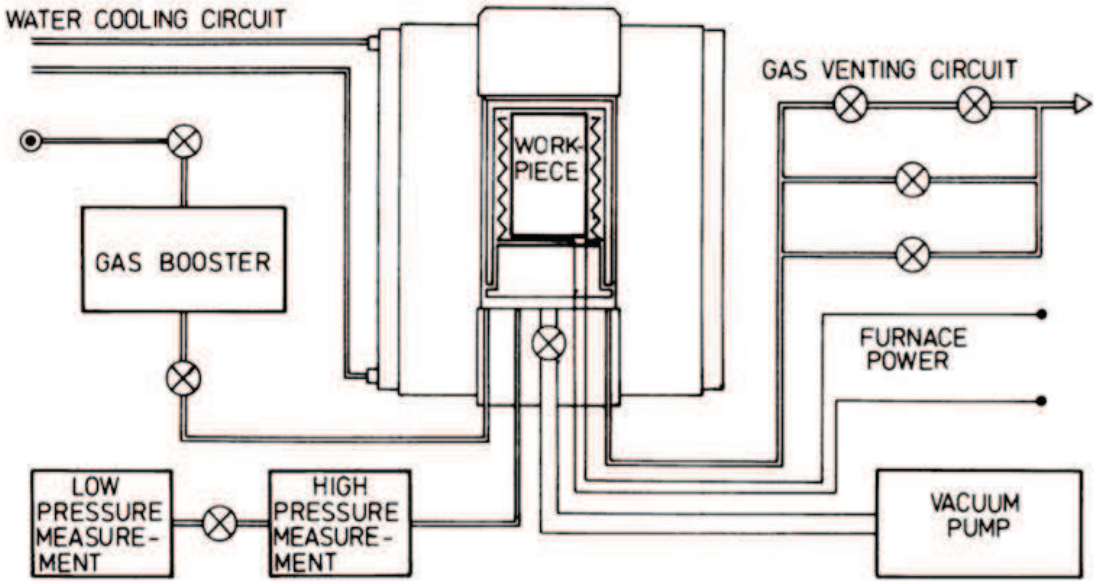

FIGURE 7 – Dispositifs de densification des composites C/C. Dispositif PIP [Savage, 1993].

La densification par voie liquide avec utilisation de brai correspond au procédé HIP (Hot Isostratic Pressing). Elle se compose de trois étapes. Tout d'abord, du brai est imprégné dans la préforme fibreuse. Ensuite, il est carbonisé pour former du carbone dans un four haute pression (figure 8). Après chaque traitement de carbonisation, un traitement thermique est réalisé à plus de 2000°C afin de le graphiter et d'augmenter sa densité. Afin d'atteindre la densité voulue et de réduire le taux de porosité résiduelle, plusieurs occurrences de ce cycle peuvent être réalisées [Cavalier, 1992]. Cette voie aboutit à des temps de densification conséquents et à des coûts élevés. La matrice de carbone obtenue est appelée "coke de brai". Ce procédé est souvent utilisé pour obtenir des matériaux ayant une bonne conductivité thermique et un faible taux de porosité résiduelle.

Matrice de pyrocarbone : Le pyrocarbone est constitué majoritairement de carbone hybridé sp_2. Il est déposé sous forme de couches sur un substrat donné, comme par exemple des fibres de carbone. Son organisation spatiale est proche de celle du graphite cristallin à la différence qu'elle présente de nombreux défauts. Des couches graphéniques sont empilées de façon turbostratique, c'est-à-dire sans cohérence tridimensionnelle. Elles sont liées entre-elles par des défauts, comme par exemple des dislocations. Il existe deux familles de pyrocarbones : les pyrocarbones dits "basse température" (BT), obtenus par des procédés nécessitant des températures d'élaboration inférieures à 1400°C, et les pyrocarbones "haute température" (HT) également nommés pyrographites obtenus entre 1400°C et 2000°C [Vallerot, 2004]. Pour les

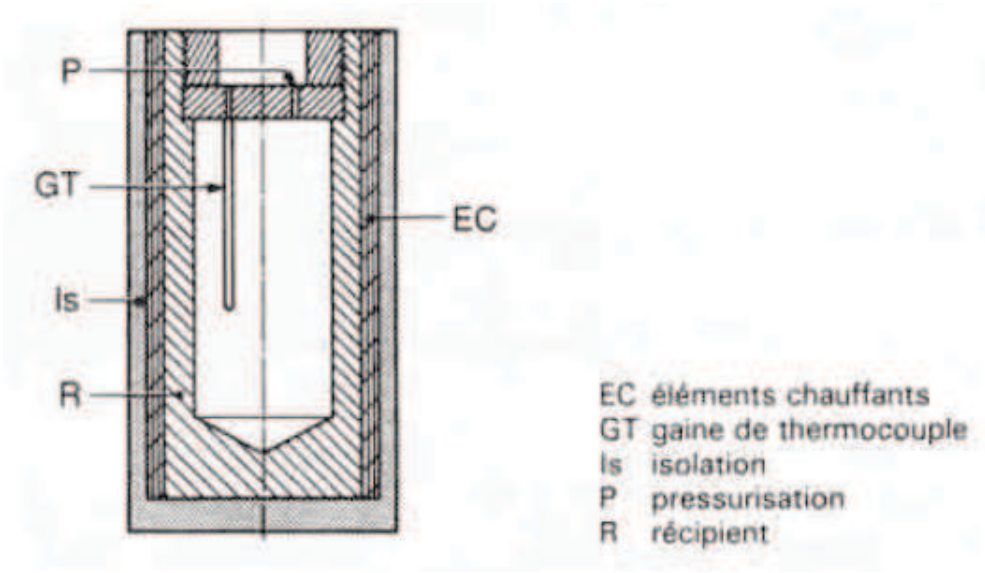

FIGURE 8 – Dispositifs de densification des composites C/C. Dispositif HIP [Cavalier, 1992].

pyrocarbones "basse température", plusieurs types de pyrocarbones peuvent être distingués à partir de deux critères : leur structure et leur texture (figure 9). Les défauts et le turbostratisme présents dans l'empilement de couches graphéniques caractérisent la structure. Ces données décrivent également leur texture, correspondant à l'arrangement de ces empilement. Cette caractéristique confère au pyrocarbone son degré d'anisotropie ainsi que des longueurs de cohérence spatiale particulières, c'est-à-dire des tailles de domaines ayant une orientation locale similaire [Vignoles *et al.*, 2015]. L'identification simultanée de ces deux critères pour un pyrocarbone donné est nécessaire pour en déduire sa classe.

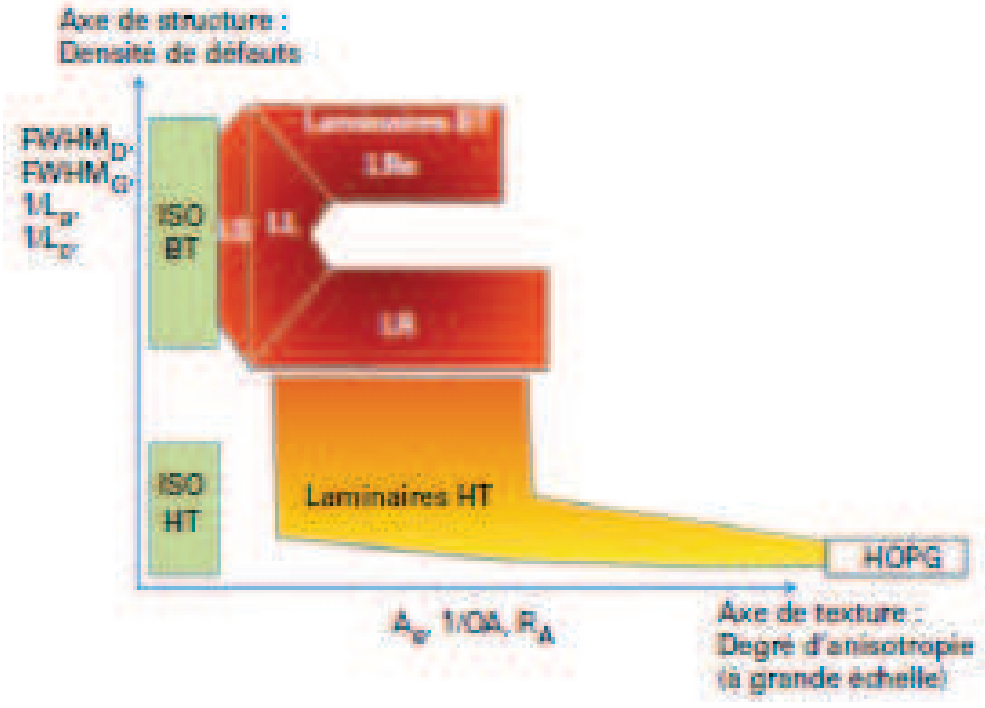

FIGURE 9 – Répartition des divers types de pyrocarbone suivant la structure et la texture (HOPG : Highly Oriented Pyrolytic Graphite) [Vignoles *et al.*, 2015].

Diverses techniques permettent d'identifier la structure et la texture des pyrocarbones : diffraction X, MOLP (Microscopie Optique en Lumière Polarisée), Raman, MET (Microscopie Electronique en Transmission) [Bourrat *et al.*, 2000]. Une méthode associée à la MOLP a été développée par [Gillard *et al.*, 2015]. Elle permet d'obtenir le type de pyrocarbone étudié à partir de l'analyse de son angle d'extinction A_e, correspondant à son anisotropie, donnée caractéristique de la texture du pyrocarbone étudié. Plus il est élevé, plus l'anisotropie des plans de pyrocarbone est forte. Il est obtenu en faisant tourner l'analyseur du microscope optique à partir de la position croisée jusqu'à que seulement deux zones d'extinctions soient observables. La valeur de rotation de l'analyseur, utilisée pour atteindre cette zone, correspond à l'angle d'extinction du pyrocarbone étudié. Le tableau 1 ainsi que la figure 10, présentent la relation entre l'angle d'extinction mesuré et la texture de pyrocarbone associée. Dans les applications industrielles, ce sont les formes les plus graphitisables, c'est-à-dire ayant une anisotropie élevée, qui sont les plus recherchées [Vignoles *et al.*, 2015]. En effet, elles permettent de conférer au matériau produit des propriétés intéressantes telles qu'une bonne conductivité thermique ou encore une anisotropie mécanique.

Type	I (Isotrope)	LS (Laminaire Sombre)	LL (Laminaire Lisse)	LR - LRe (Laminaire Rugueux - Laminaire Régénéré)
A_e (°)	0 - 4	4 - 12	12 - 18	18 - 25

TABLE 1 – Angles d'extinctions (MOLP) pour les différentes classes de pyrocarbones [Diefendorf et Tokarsky, 1971, Bourrat *et al.*, 2002].

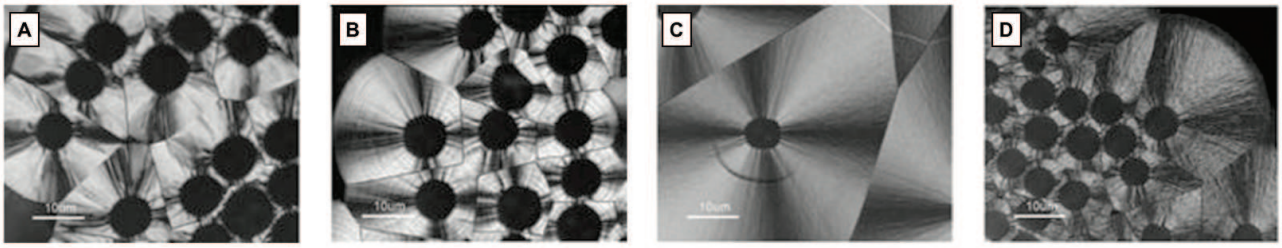

FIGURE 10 – Types de textures de pyrocarbones obtenus par MOLP polariseur et analyseur croisés [Vignoles *et al.*, 2015]. A : Laminaire Rugueux (LR). B : Laminaire Régénéré (LRe). C : Laminaire Lisse (LL). D : Laminaire Sombre (LS).

Traitements thermiques : Suite à la phase de densification, des traitements thermiques (THT) peuvent être réalisés sur le matériau densifié afin d'améliorer ses propriétés mécaniques et d'augmenter sa densité. Nommée "graphitisation" [Oberlin, 1984], cette étape est réalisable lorsque la matrice déposée est un pyrocarbone de type laminaire rugueux ou régénéré [Vignoles *et al.*, 2015]. Elle consiste à placer le composite C/C produit dans un four à très haute température (1300°C-2700°C) et sous atmosphère inerte. L'hydrogène résiduel ainsi que les défauts de structures disparaissent progressivement. Les plans graphéniques s'alignent au fur et à mesure de l'augmentation de la température (figure 11). Le pyrocarbone tend vers du graphite. Il est alors appelé "pyrographite".

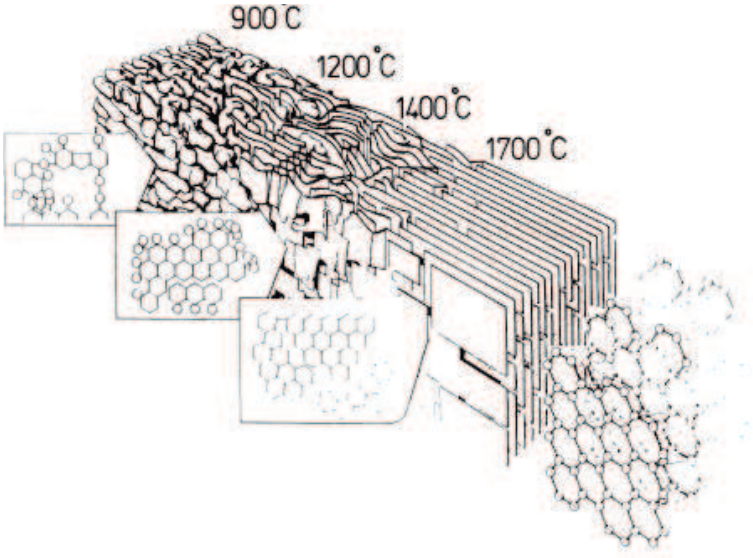

FIGURE 11 – Effet du traitement thermique sur la structure des carbones graphitiques [Savage, 1993].

Cette section a présenté les matériaux composites et plus particulièrement les composites carbone/carbone. Dans la majorité des cas, ces matériaux sont destinés à des applications haute température. Il est par conséquent nécessaire de maîtriser leur comportement thermomécanique et notamment, leur dilatation thermique, souvent dimensionnante pour les applications qui leurs sont associées. Les choix du type de fibres de carbone, de l'architecture de la préforme fibreuse, de la matrice de pyrocarbone, du procédé de densification correspondant, et de la présence d'un traitement thermique jouent un rôle direct sur les propriétés finales du composite C/C produit. Un choix optimal des constituants et des paramètres procédé est par conséquent primordial en vue de l'obtention d'un matériau possédant les propriétés souhaitées. Une bonne connaissance des relations entre structure, constituants et propriétés est donc nécessaire en vue de l'optimisation de ces matériaux.

0.2 Composite C/C étudié

0.2.1 Présentation du matériau analysé

Le composite C/C étudié est produit par la société Safran Landing Systems en vue d'applications de freinage aéronautique durant lesquelles il est utilisé pour composer des disques de frein.

Architecture et composition

- Fibres de carbone : Le renfort fibreux est composé de fibres longues de carbone de type ex-PAN. Ces fibres possèdent une section quasi-circulaire d'un diamètre d'environ 10 μm. Leur teneur en carbone est de l'ordre de 95%. Elles sont conçues pour pouvoir résister à de très hautes températures sans s'oxyder. Elles possèdent également de très bonnes caractéristiques mécaniques avec un module de Young de l'ordre de 240 GPa et une résistance à la traction de 4 GPa [Dupupet, 2008]. Ces fibres, de par leurs diverses propriétés, confèrent une bonne tenue et résistance au composite C/C produit.

- Architecture de la préforme fibreuse : Lors de la réalisation de la préforme fibreuse, les fibres de PAN sont rassemblées en fils par paquets de fibres. Ces fils sont ensuite assemblés par foisonnement sous formes de plis stratifiés unidirectionnels, un pli étant composé de fils orientés dans une direction donnée. Ces plis sont alors empilés les uns sur les autres en étant orientés successivement à 0°, +60° et -60°. Un ensemble [0°/+60°/-60°] forme une couche. Leur plan d'empilement correspond aux futures surfaces de frottement des disques de frein. Afin que l'ensemble soit résistant à des sollicitations telles que le cisaillement, une faible proportion de fibres sont arrachées puis transférées dans la troisième direction selon un procédé nommé "aiguilletage" [Champagne, 2013] (figure 12). La préforme réalisée présente une architecture de type 2.5D [Douarche *et al.*, 2001]. Une fois obtenue, elle est carbonisée, les fibres de PAN se transforment alors en fibres de carbone par pyrolyse [Gouider, 2004]. Pour la suite de ces travaux, la convention suivante sera adoptée. Dans le plan des plis, la direction des fils de plis orientés à 0° correspondra à l'axe X, celle perpendiculaire à cet axe dans ce même plan représentera l'axe Y. La direction normale au plan des plis XY et correspondant à celle de l'aiguilletage coïncidera avec l'axe Z.

- Densification et traitement thermique : La préforme est densifiée par une matrice de pyrocarbone selon un procédé CVI de type isotherme-isobare (I-CVI). Durant cette étape, un dépôt de matrice de pyrocarbone est réalisé à haute température sur les fibres de carbone (environ 1000°C). Elle est effectuée à partir du craquage d'hydrocarbures avec l'utilisation de gaz tels que le méthane ou le propane. Cette densification permet d'atteindre un taux de porosité résiduelle de l'ordre de 15% au sein du matériau. Suite à cette phase, une étape de traitement thermique est réalisée. Le matériau est alors porté à une température d'environ 1500°C. Le refroidissement du matériau, suite à son infiltration, entraîne le développement de contraintes résiduelles conséquentes qui sont à l'origine de nombreuses fissures dans le composite C/C produit (figure 13-A et 13-B).

Morphologie du matériau étudié

Le composite C/C étudié présente une architecture multi-échelle. Ses échelles caractéristiques sont présentées en figure 14. L'échelle macroscopique correspondant à celle du composite,

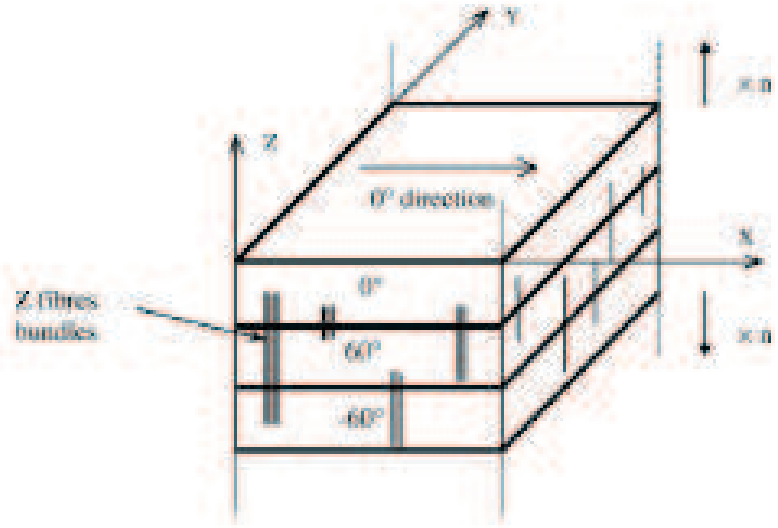

FIGURE 12 – Architecture 2.5D de la préforme fibreuse du matériau étudié [Douarche *et al.*, 2001].

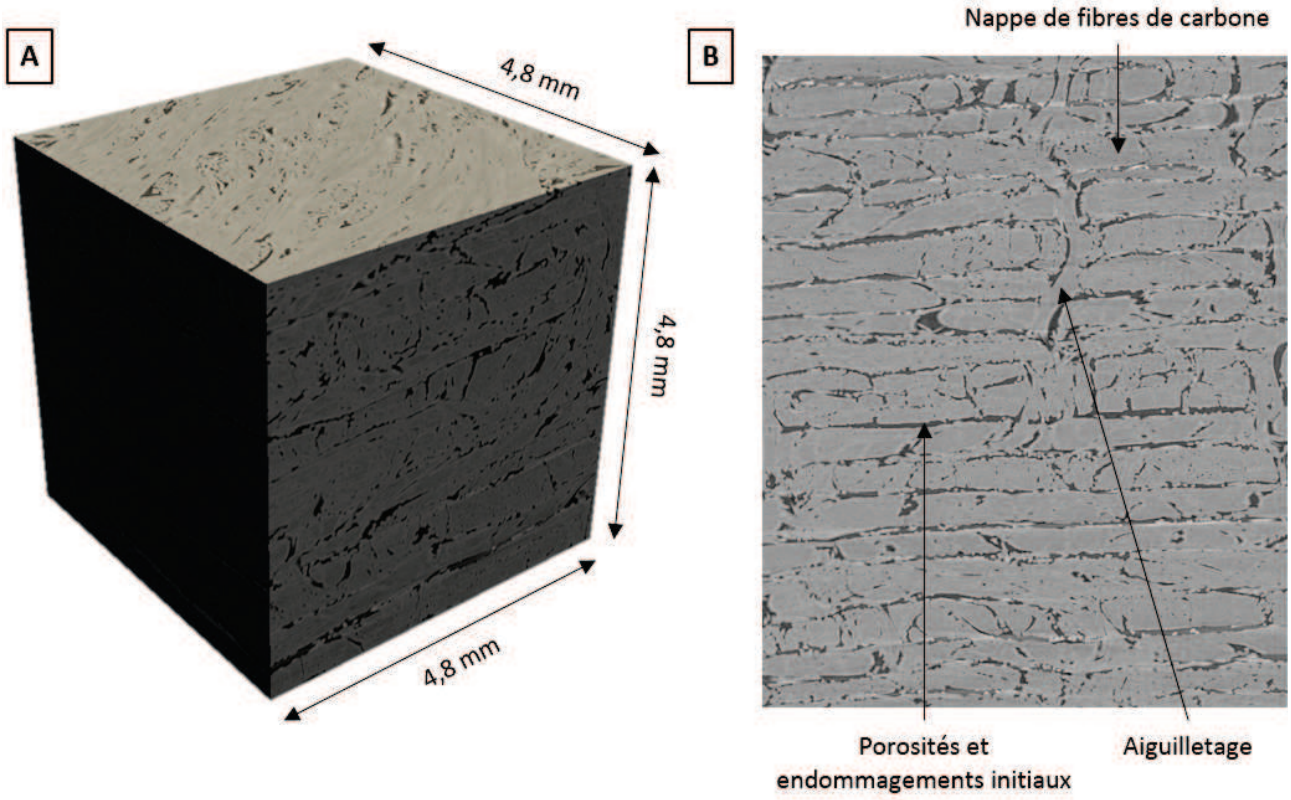

FIGURE 13 – A : Tomographie X du composite C/C étudié (résolution : 12 μm/pixel). B : Vue en coupe du matériau étudié (tomographie X - résolution : 12 μm/pixel).

l'échelle mésoscopique prenant en compte les motifs élémentaires d'assemblage des fils formant son architecture, l'échelle microscopique représentant les fils de façon unitaire. Sa morphologie est complexe du fait de la variabilité induite par la réalisation de la préforme fibreuse et de la

densification. Malgré la présence d'un motif d'empilement théorique des plis, l'aiguilletage et les morphologies locales restent eux aléatoires. Ce matériau présente également de nombreux endommagements initiaux : porosités et fissures, provoqués par le procédé de densification CVI. Les porosités sont dues à une infiltration incomplète de la préforme fibreuse. Les fissures apparaissent lors du refroidissement du composite C/C après densification suite à la relaxation des contraintes résiduelles apparaissant lors de son refroidissement. Une étude plus approfondie de la morphologie du matériau étudié est proposée dans le chapitre 1 de ce manuscrit. Trois aspects morphologiques semblent néanmoins caractéristiques de ce matériau : son caractère multi-échelle, son architecture complexe, la présence d'un nombre conséquent d'endommagements initiaux.

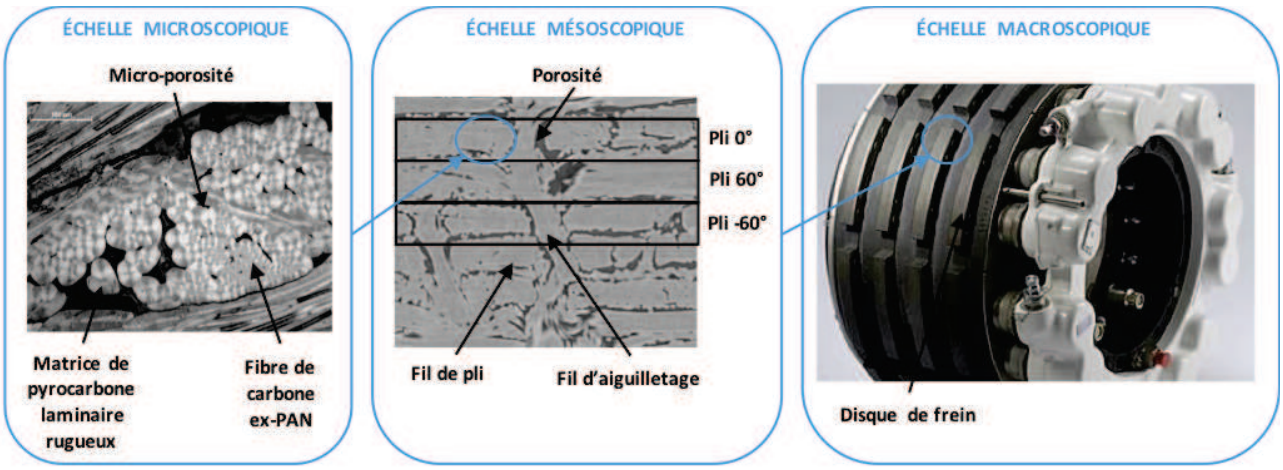

FIGURE 14 – Echelles caractéristiques du composite C/C étudié.

Utilisation pour le freinage aéronautique

Le matériau étudié est destiné à des applications de freinage aéronautique. Il est alors utilisé sous forme de disques de freins. Le système de freinage a pour but de dissiper l'énergie cinétique d'un véhicule, dans le cas présent, d'un avion, pour le ralentir ou l'immobiliser. Son principe de fonctionnement est la transformation de l'énergie cinétique, liée à la vitesse de l'avion, en énergie thermique, c'est-à-dire en chaleur, qu'il faut ensuite dissiper. Ceci est réalisé par frottement de disques de frein les uns sur les autres [Dagli, 1999]. Le système de freinage est constitué d'un ensemble de disques de frein divisés en deux catégories : les stators liés au châssis du système de freinage et les rotors montés sur le mécanisme de la roue d'avion. Dans un frein, les disques sont empilés les uns sur les autres avec une alternance stator/rotor, un stator étant présent à chaque extrémité du frein. Lors du freinage, des pistons viennent appuyer sur le premier stator des disques de frein ce qui permet aux différents stators de frotter sur les rotors. Ainsi, au cours du freinage, l'ensemble des disques de frein vient fournir un couple de frottement pour ralentir ou arrêter l'avion. Il doit alors en contrepartie absorber la chaleur générée par ce frottement : il est pour cette raison également nommé "puits de chaleur" [Champagne, 2013] (figure 15-A). Afin de limiter les effets liés à l'oxydation, les disques de frein sont recouverts d'un revêtement anti-oxydation sur les faces exposées à l'oxygène et ne participant pas au freinage (bords extérieurs des disques) [Gatoux, 2013]. Lors du taxi-out, phase de taxiage avant décollage lors de laquelle l'avion se déplace de la porte d'embarquement vers la piste, le frein a une température allant de 50°C à 200°C. Lors d'un atterrissage normal, le frein monte à une température d'environ 900°C. Lors du taxi-in, phase de taxiage suite à l'atterrissage lors de laquelle l'avion se déplace de la piste vers la porte d'embarquement, le frein a une température allant de 200°C à

900°C. En cas extrême de décollage interrompu (RTO : Rejected Take Off), il peut atteindre des températures allant jusqu'à 2000°C [Francois, 2003] (figure 15-B).

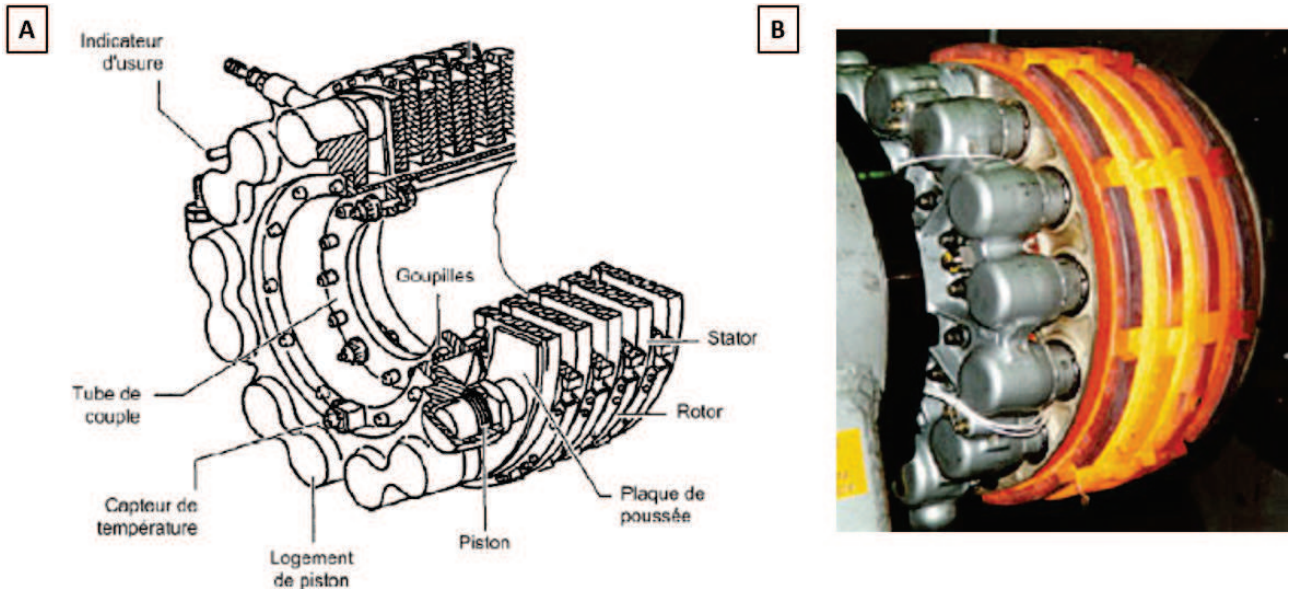

FIGURE 15 – Puits de chaleur. A : Schéma de principe [Mengawaku, 2010]. B : Puits de chaleur après un RTO (source : Safran Landing Systems).

0.2.2 Contexte et problématique industrielle

Il est aisé de comprendre que le composite C/C formant les disques de frein est soumis à deux types de sollicitations : des fortes contraintes mécaniques (compression, cisaillement, dilatation thermique) et des hautes températures dues notamment au frottement entre disques. Par conséquent, afin de comprendre le comportement de ce composite et de concevoir des matériaux plus performants, il est nécessaire de maîtriser la relation entre sa structure et ses propriétés thermomécaniques et tribologiques. Cette thèse se propose d'étudier le lien entre les constituants et leur architecture au sein du composite C/C étudié, et son comportement thermomécanique. Actuellement, celui-ci n'est pas correctement établi. La conception de ce matériau est réalisée de manière empirique et itérative. Ses propriétés macroscopiques sont obtenues par des campagnes d'essais sur des disques de frein réels à température ambiante, les essais à haute température étant trop coûteux. Ceci conduit à des pertes en termes de temps de développement et de coûts pour Safran Landing Systems. En effet, pour chaque essai il est nécessaire d'attendre plusieurs mois que le disque de frein soit produit et ensuite le détruire pour le tester. Par conséquent, la problématique industrielle de cette étude est d'accélérer la méthode de conception de matériaux et de réduire les coûts associés par le développement d'un modèle prédictif permettant de comprendre et de simuler le comportement du matériau de la température ambiante et jusqu'à de très hautes températures (2000°C).

0.3 Comportement thermomécanique du composite C/C étudié

Afin de mettre en place un modèle représentatif du comportement du matériau étudié, il est nécessaire d'en identifier les principales caractéristiques. Le manque de travaux traitant précisément du comportement thermomécanique de ce matériau est notable. Nous ferons donc également référence à des travaux sur des C/C aiguilletés proches, aussi bien en terme de morphologie que de constituants.

0.3.1 Comportement mécanique dans le plan des plis (XY)

- Comportement en traction X :

La figure 16 représente un essai de traction cyclée réalisé à température ambiante selon l'axe X [Tallaron, 1996]. La figure 17 correspond à la courbe d'émission acoustique associée. Le comportement en traction est élastique endommageable avec la présence de déformations résiduelles. Le module de Young estimé est de 32 GPa. La contrainte à rupture est d'environ 95 MPa pour une déformation de 0.56%.

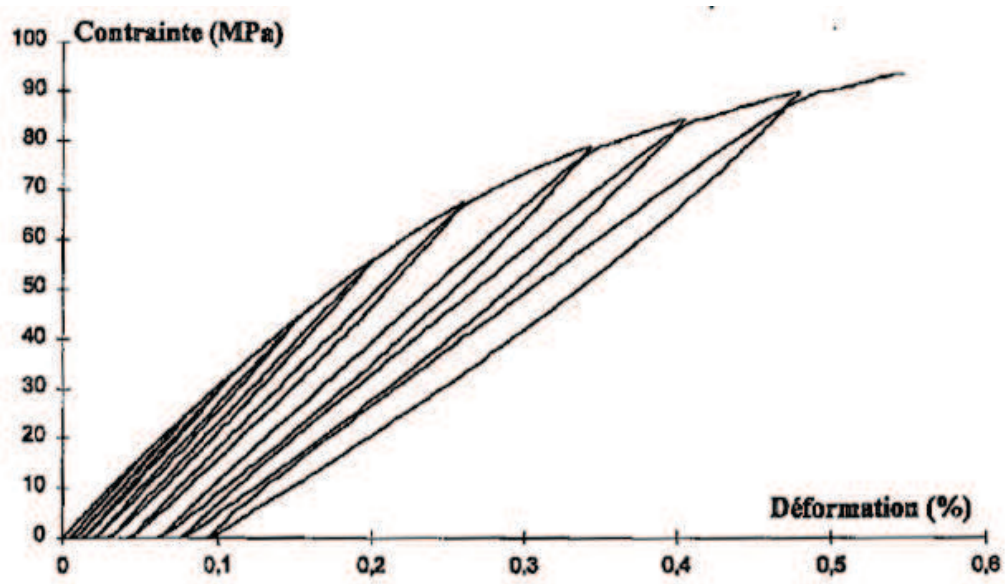

FIGURE 16 – Essai expérimental de traction X cyclée sur le composite C/C à 25°C par [Tallaron, 1996].

Une baisse du module de Young est visible au cours des cycles de charge-décharge. Elle apparait notamment à partir de contraintes supérieures à 30 MPa. Cette observation est en accord avec l'analyse de l'évolution de l'émission acoustique. En effet, celle-ci augmente également significativement à partir de contraintes s'élevant à environ 30 MPa. Une diminution d'environ un tiers de la rigidité du composite C/C est observable en fin de chargement. Ce constat atteste de l'apparition d'endommagement des constituants (fibres, matrice, plis, ...), premier mécanisme régissant le comportement du composite C/C, tout au long du chargement selon l'axe X. Afin de mieux comprendre l'origine de ce phénomène, [Tallaron, 1996] a analysé les différents types de fissures apparaissant dans le matériau au cours du cyclage dans le but de comprendre leur influence sur son comportement macroscopique. Pour cela, il a observé des éprouvettes post-mortem. Deux familles de fissures sont notables : les fissures "intra-méso"

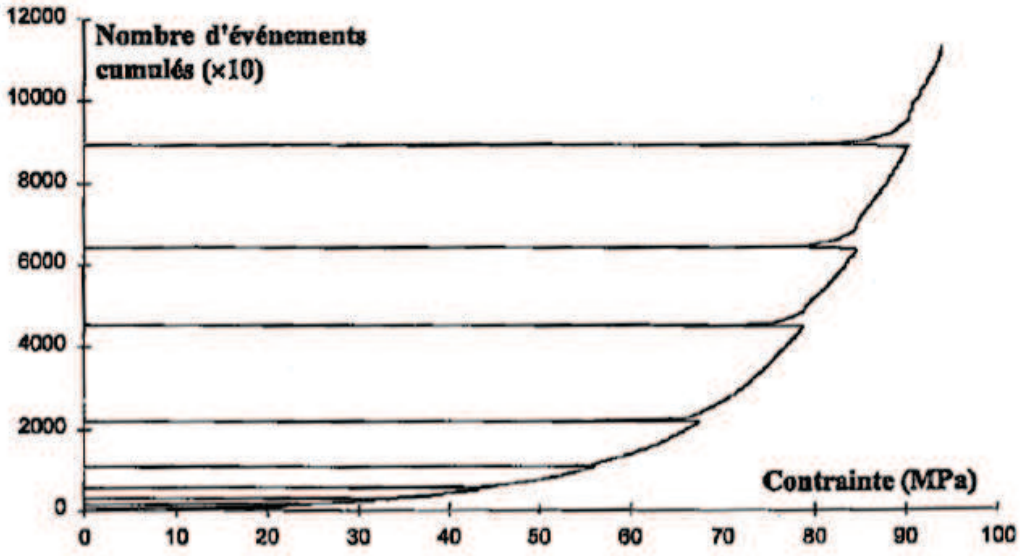

FIGURE 17 – Evolution de l'émission acoustique associée à l'essai expérimental de traction X cyclée [Tallaron, 1996].

présentes à l'échelle microscopique au sein des fils à l'interface fibre/matrice ; les fissures "inter-méso" visibles à l'interface entre deux entités de l'échelle mésoscopique (plis, fils de plis, fils d'aiguilletage). L'apparition de ces familles dépend de la contrainte appliquée au matériau. Lorsqu'il est effectué à faible charge (inférieure à 50% de $\sigma_{rupture}$), les fissures observées sont essentiellement de type "intra-méso". Au contraire, lorsqu'il est réalisé à forte charge (supérieure à 50% de $\sigma_{rupture}$), ce sont les fissures "inter-méso" qui prédominent. Ce seuil à 50% de $\sigma_{rupture}$ n'est pas une limite stricte d'apparition d'une famille donnée de fissures. En effet, chacun des constituants du composite C/C possède sa propre valeur de seuil. Néanmoins, cette observation atteste d'une évolution générale de l'endommagement en fonction de la contrainte appliquée. Cette étude peut être comparée à celle réalisée par [Siron, 1996] sur les modes de fissuration observables sur un composite C/C satin aiguilleté [0°/90°]. Ce matériau étant proche de celui étudié, il possède les mêmes classes et localisations de fissures que ce dernier. [Siron, 1996] propose un scénario d'endommagement en trois phases (figure 18). Le mode (a) correspondant aux fissures entre les fibres et la matrice : mode intra-fil, le mode (b) représentant la fissuration matricielle : mode inter-fils, le mode (c) est divisé en deux sous-modes : le mode (c1) correspondant à la macro-fissuration matricielle de faible longueur dont la continuité est le mode (c2) portant sur des zones plus étendues de la structure. Ces endommagements apparaissent à des niveaux de contraintes et de déformations présentés dans le tableau 2. [Siron, 1996] a démontré la corrélation entre la chute du module de traction et l'apparition des endommagements (figure 19). Cette étude permet de valider que la baisse du module apparent au cours des cyclages réalisés sur le composite C/C de [Tallaron, 1996] est en lien direct avec l'apparition d'endommagement au sein de celui-ci.

Paramètres	mode a	mode b	mode c1	mode c2
$\epsilon(\%)$	0,05-0,1	0,1-0,2	0,2-0,3	0,3-0,35
$\sigma(MPa)$	16-30	30-60	60-90	90-100

TABLE 2 – Niveaux de contraintes et de déformation, d'apparition des différents modes d'endommagement dans un composite C/C 2.5D [Siron, 1996].

L'analyse de la courbe présentée en figure 16 permet également d'observer des déformations résiduelles au cours des cycles de charge-décharge. Une étude menée par [Siron et Lamon, 1998]

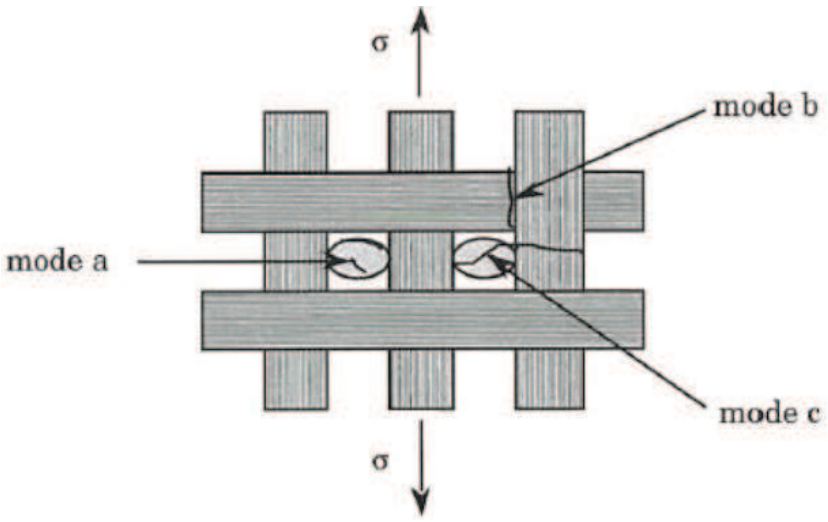

FIGURE 18 – Modes d'endommagement identifiés sous sollicitation de traction uniaxiale [Siron, 1996].

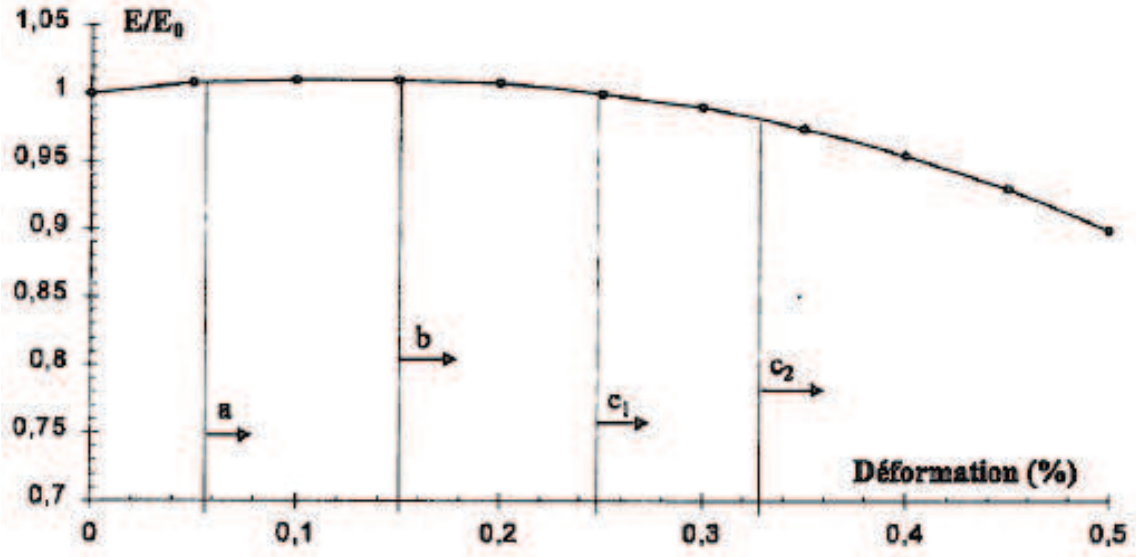

FIGURE 19 – Evolution du module d'un composite C/C 2.5D (satin 0°/90°) couplé au seuil d'apparition des différents types d'endommagement [Siron, 1996].

attribue ces observations à la refermeture incomplète des fissures du matériau lors des décharges. Ces boucles d'hystérésis sont caractéristiques du frottement des interfaces présentes au sein du composite C/C : deuxième mécanisme gouvernant son comportement. Les déformations résiduelles atteignent une valeur maximale de 0.1%. L'augmentation de l'aire des boucles d'hystérésis au cours du chargement est liée au couplage avec l'augmentation de l'endommagement des constituants. En effet, celui-ci leur autorisant plus de mobilité, les zones d'interfaces sont plus importantes et par conséquent le frottement est plus marqué.

Les figures 20, 21 et 22 correspondent à des essais de traction X réalisé par [Tallaron, 1996] à haute température (respectivement 500°C, 1000°C et 1500°C). L'analyse de ces courbes permet d'observer des évolutions par rapport à celle obtenue à température ambiante. Le module de Young initial varie très peu avec la température. Cependant, la contrainte à rupture augmente avec la température : d'environ 20% à 1000°C et 25% à 1500°C. La déformation à rupture est quant à elle dispersée. Le changement essentiel noté à haute température est le niveau de

contrainte correspondant au début des non-linéarités. En effet, à température ambiante, il est de 10 MPa. A 500°C, il augmente à 30 MPa, puis à 60 MPa à 1000°C et enfin à 90 MPa à 1500°C. La valeur des déformations résiduelles quant à elle est diminuée de moitié par rapport à la température ambiante. Ces constats peuvent être expliqués par le caractère unilatéral des dommages. En effet, la montée en température du matériau engendre sa dilatation qui a pour impact la refermeture des fissures existantes. Cette refermeture a pour conséquence de retarder les effets dus à l'endommagement sur le comportement du composite C/C et notamment ses non-linéarités. Cette observation permet de conclure qu'à haute température, les interfaces jouent un rôle prépondérant sur le comportement du matériau étudié. Ainsi, la prise en compte des phénomènes de frottement semble indispensable en vue de la modélisation de leur comportement en dilatation.

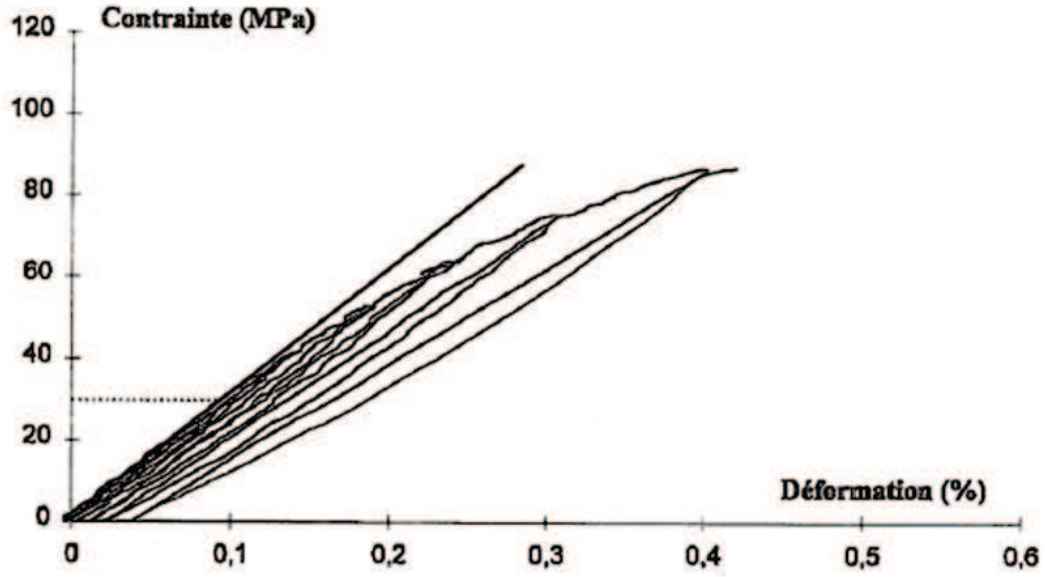

FIGURE 20 – Essai expérimental de traction X cyclée sur le composite C/C à 500°C par [Tallaron, 1996].

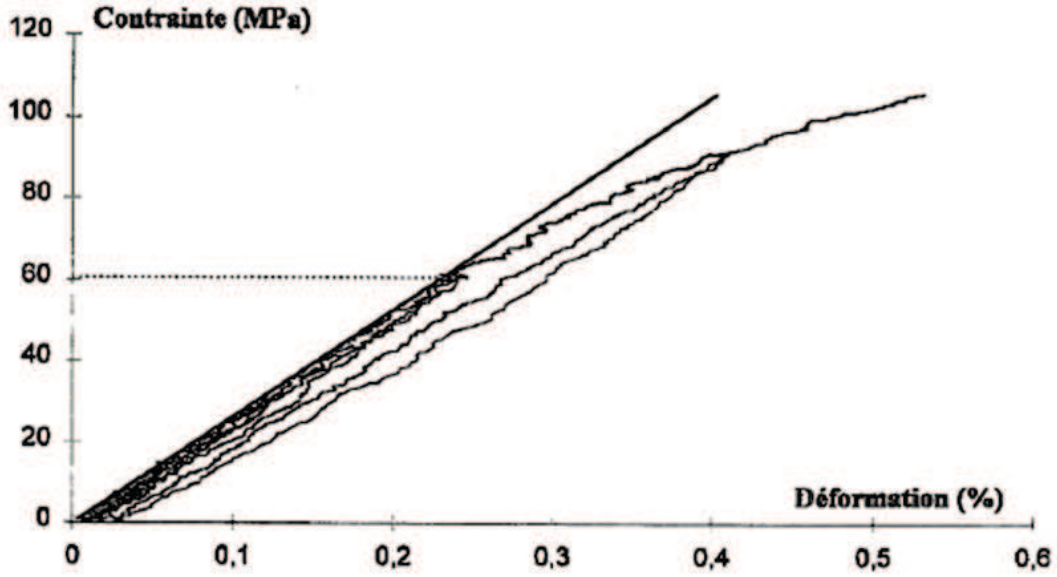

FIGURE 21 – Essai expérimental de traction X cyclée sur le composite C/C à 1000°C par [Tallaron, 1996].

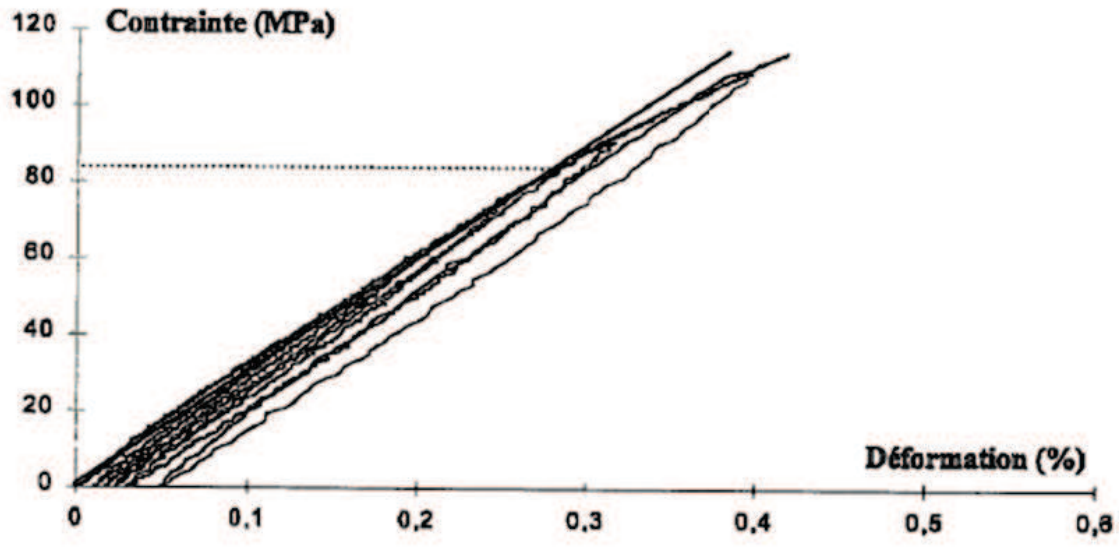

FIGURE 22 – Essai expérimental de traction X cyclée sur le composite C/C à 1500°C par [Tallaron, 1996].

Les observations associées à ces essais permettent de conclure que le comportement dans le sens X du composite C/C à température ambiante semble essentiellement gouverné par l'endommagement intrinsèque de ses constituants au profit d'un comportement en frottement des interfaces qui y sont présentes. Cependant, le passage à de hautes températures rend indispensable la prise en compte des phénomènes de frottements présents aux interfaces.

La figure 23 présente un essai de traction réalisé à température ambiante selon le sens X du composite. Dans ses travaux, [Douarche, 2000] a caractérisé le comportement macroscopique à température ambiante d'un composite C/C similaire à celui étudié. Le but de ses travaux était la compréhension des mécanismes de dégradation des composites C/C par oxydation sous air à basse température (550°C) et de leur influence sur les propriétés mécaniques du composite. Pour cela, elle a effectué des essais de caractérisations mécaniques en utilisant deux nuances distinctes de matériau : une brute, correspondant à sa structure en sortie de production, et une analogue à la précédente mais dégradée par oxydation. Les essais réalisés sur la nuance brute permettent de confirmer les résultats obtenus par [Tallaron, 1996].

- Comportement en compression X :

La figure 24 présente un essai de compression à température ambiante selon l'axe X réalisé sur une variante du matériau étudié [Dagli, 1999]. Comme en traction, le comportement du matériau est élastique endommageable avec déformations résiduelles. Le module de Young mesuré est de 24 GPa. L'analyse de la courbe associée à l'essai permet d'observer un comportement fortement non-linéaire, mains moins prononcé que lors d'un essai de traction. Une baisse du module apparent est notable au fur et à mesure de la réalisation des cycles de charge-décharge. Elle s'élève à 25% entre le début et la fin du chargement, valeur inférieure aux 33% observés sous sollicitation de traction pour des contraintes et déformations à rupture du même ordre de grandeur. La corrélation avec la courbe présentée en figure 25 permet de relier la baisse de module avec l'apparition d'endommagements à partir d'une contrainte de 26 MPa. Des essais similaires ont été réalisés par [Pailhes, 1999] sur un composite C/C aiguilleté de type satin [0°/90°]. Les courbes obtenues ont alors été corrélées aux endommagements observables dans ce matériau suite aux sollicitations appliquées. Des fissures intra-fils (mode (a) de [Siron, 1996])

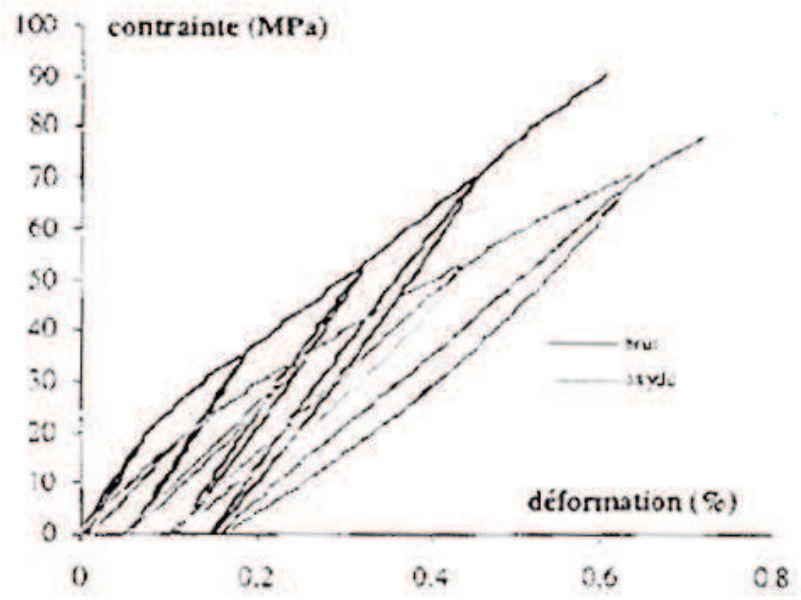

FIGURE 23 – Essai de traction cyclée selon l'axe X du composite C/C [Douarche, 2000].

ont été observées, les fissures inter-fils (modes (b) et (c)) sont quant à elles inexistantes contrairement à un essai de traction. De plus, l'apparition de décohésions fibres / matrice, causées par des micro-flambages au niveau de cette interface, a été observée. L'analyse de la courbe de la figure 24 met également en exergue la présence de déformations résiduelles s'élevant à environ 0.1% ainsi que de boucles d'hystérésis. Ainsi, le comportement en compression X du composite C/C semble, comme constaté précédemment en traction X, principalement gouverné par le caractère endommageable de ses constituants.

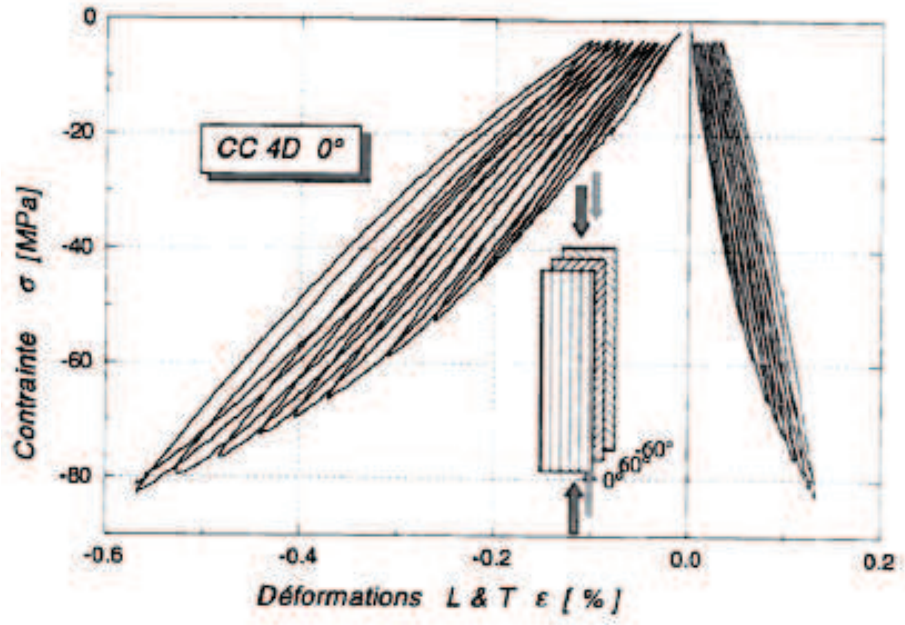

FIGURE 24 – Essai de compression cyclée selon l'axe X du composite C/C [Dagli, 1999].

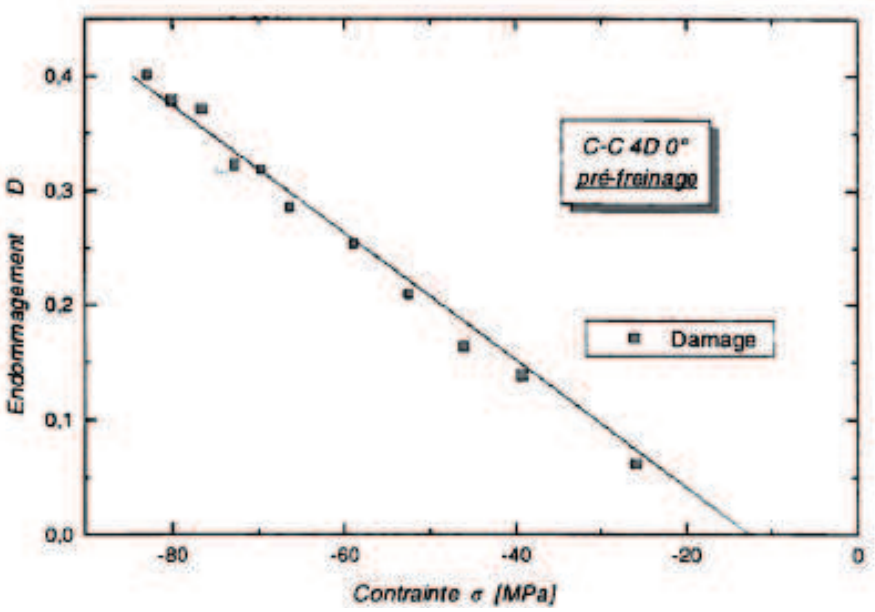

FIGURE 25 – Evolution de la densité de fissure en fonction de la contrainte de compression X appliquée [Dagli, 1999].

- Comportement en cisaillement XY :

La figure 26 présente un essai de cisaillement de type Iosipescu dans le plan XY des plis d'une variante proche du composite C/C étudié [Douarche, 2000]. Le comportement observé est comme dans les essais précédents de type élastique endommageable avec déformations résiduelles. Le module initial est d'environ 9 GPa, valeur plus faible que celles obtenues dans les axes du matériau du fait du désalignement par rapport à des directions privilégiées de renforts. La rupture est observée pour une contrainte de 65 MPa et une déformation de 1.1%. Un comportement fortement non-linéaire, plus prononcé que celui selon les axes X et Y, est notable. Une baisse du module apparent est engendrée par l'endommagement intrinsèque des constituants du composite. Sa valeur est d'environ 23%, cependant celle-ci est potentiellement sous-estimée du fait que seulement deux cycles ont été réalisés au cours de l'essai, et aucun juste avant la rupture du matériau. De faibles déformations résiduelles de l'ordre de 0.1% sont également notable, de même que l'apparition de boucles d'hystérésis au fur et à mesure de la réalisation des cycles de chargement. Ces observations sont liées à la présence de frottement des interfaces au sein du matériau. Cependant, de même que dans les essais précédents, ce phénomène semble être secondaire face à l'endommagement intrinsèque des constituants.

Bilan sur le comportement du composite C/C dans le plan XY

L'analyse de divers essais réalisés sur des variantes du matériau étudié dans le plan XY des plis, à température ambiante, a permis de conclure sur son comportement. Il est élastique endommageable avec déformations résiduelles, quelle que soit la direction de sollicitation. Ceci est lié aux orientations décadrées de 60° des plis entraînant la présence d'une composante hors-axe dans tous les cas. La non-linéarité semble essentiellement gouvernée par l'endommagement intrisèque des constituants (fibre, matrice, plis, ...) au cours du chargement. Du frottement aux interfaces est également notable, cependant ce phénomène paraît avoir une influence secondaire en regard du premier sur le comportement du composite C/C dans le plan XY. Cependant, à haute température la dilatation du matériau entraîne la refermeture partielle de ses endom-

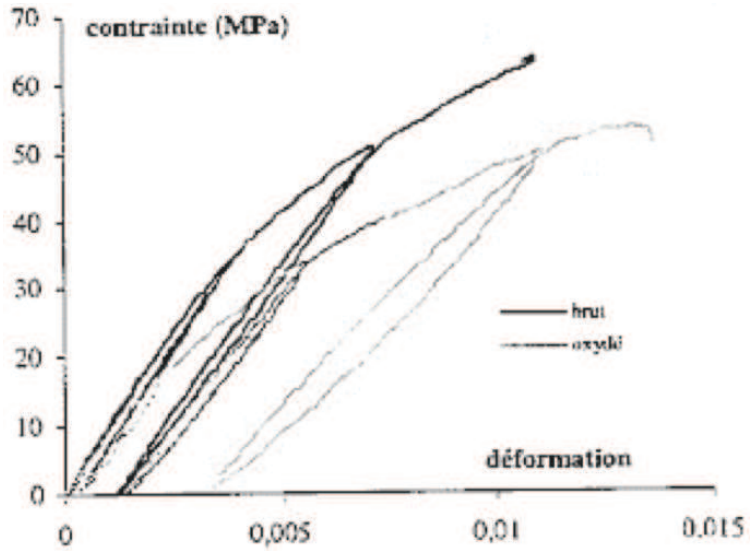

FIGURE 26 – Essai de cisaillement XY Iosipescu cyclé sur composite C/C [Douarche, 2000].

magements exacerbant l'importance des interfaces et des phénomènes de frottement sur son comportement.

0.3.2 Comportement mécanique selon la direction d'aiguilletage (Z)

- Comportement en traction Z :

La figure 27 présente un essai de traction cyclée réalisé par [Douarche, 2000], à température ambiante, selon l'axe Z sur un composite C/C proche du matériau étudié. Le comportement du matériau selon cet axe est de type élastique endommageable avec déformations résiduelles. Le module de Young mesuré est de 2.1 GPa : cette valeur est beaucoup plus faible que celle observée dans le plan XY. Elle peut s'expliquer par une faible proportion de fils orientés selon cette direction lors de la réalisation du procédé d'aiguilletage. La rupture intervient pour une contrainte d'environ 3.7 MPa et pour une déformation de 0.42%. Des non-linéarités significatives sont observables dans le comportement. Une légère baisse de module d'environ 5% est quantifiée entre le début et la fin du chargement, attestant d'une faible génération d'endommagement des constituants. Au contraire, de fortes déformations résiduelles sont présentes. Elles atteignent une valeur de 0,2% en fin de chargement, soit la moitié de la déformation à rupture. Des boucles d'hystérésis dont l'aire augmente au fur et à mesure du chargement sont également remarquables tout comme une fin de courbe en "plateau". Par conséquent, le comportement en traction Z paraît différent de celui observé dans le plan XY. Il semble essentiellement piloté par les interfaces du matériau et notamment par leur frottement, au profit de l'endommagement des constituants. Dans la littérature, cette caractéristique a été peu développée dans les travaux réalisés sur des composites C/C ayant une architecture proche de celui étudié. Ils s'attachent en effet plutôt à l'étude de l'endommagement des constituants et de la rupture dans le plan XY. L'analyse du comportement de frottement des interfaces a toutefois été menée sur d'autres types de composites C/C : les 3D orthogonaux.

Ces composites C/C possèdent une architecture 3D tri-orthogonale. Ils sont formé de fibres de carbone assemblées sous forme de fils présentant des sections carrées ou rectangulaires. Les

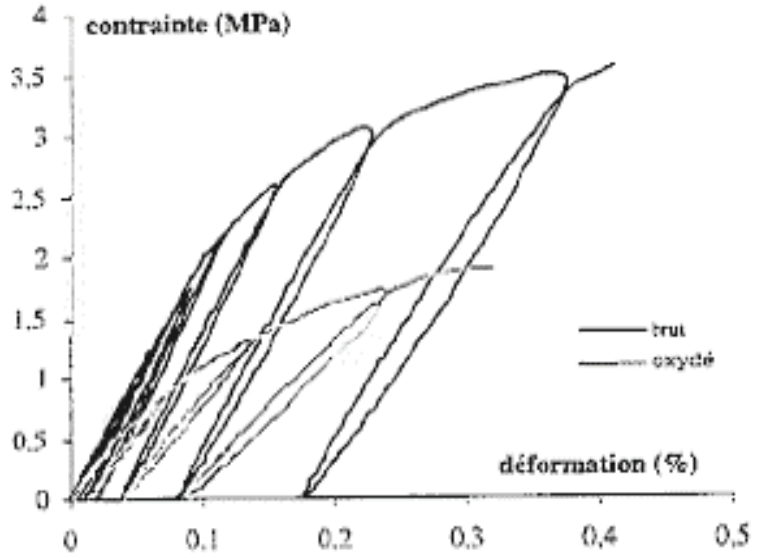

FIGURE 27 – Essai de traction cyclée selon l'axe Z du composite C/C [Douarche, 2000].

fils sont ensuite réunis afin de former une préforme fibreuse dont un exemple est donné en figure 28-A. Celle-ci est ensuite densifiée dans le but de déposer de la matrice de carbone autour des fibres, par exemple par voie PIP (figure 28-B). Une phase finale de graphitisation peut alors venir finaliser la réalisation du matériau. Ces matériaux sont souvent utilisés dans des applications aérospatiales telles que les boucliers thermiques. Les étapes successives de refroidissement après densification et graphitisation engendrent l'apparition de nombreuses fissures (figure 28-C) et par conséquent la présence d'un grand nombre d'interfaces décohérées initialement. Cette famille de composites se distingue du matériau étudié uniquement par la morphologie de son architecture fibreuse et, par conséquent, par la localisation des familles d'endommagements qu'elle présente.

Le comportement mécanique de ces composites 3D C/C a été largement étudié au cours des précédentes années. [Poss, 1982] a caractérisé le comportement suivant les axes de tissage et hors-axes de tissage. La figure 29 présente un essai de traction-compression cyclée à température ambiante réalisé selon les axes de tissage. Le comportement en traction est linéaire élastique fragile. La rupture intervient pour un chargement de 240 MPa. Le comportement en compression est quant à lui plus complexe. De faibles non-linéarités sont observables. Une baisse de module de l'ordre de 20% est notable entre le début du chargement et la rupture du matériau autour de 80 MPa. Elle serait causée par le micro-flambage des fibres. De faibles déformations résiduelles ainsi que des boucles d'hystérésis sont notables. Elles traduisent un léger comportement de frottement des interfaces du matériau. La figure 30 représente quant à elle un essai de traction-compression cyclée effectué hors-axes de tissage à température ambiante. Le comportement observé est très différent de celui suivant les axes de renfort. En traction, la rupture apparait en-dessous de 10 MPa, valeur très inférieure aux 240 MPa constatés selon les axes de tissage. Elle l'est également en compression avec une contrainte à rupture d'environ 40 MPa contre 80 MPa précédemment. Les courbes sont très non-linéaires, les zones élastiques se transforment rapidement en plateaux. Une forte déformation résiduelle est notable, de l'ordre de 0,9% en fin de chargement. L'ouverture des boucles d'hystérésis témoigne d'importants glissements avec frottement au sein du matériau.

[Remond, 1984] a également caractérisé le comportement hors-axes d'un composite C/C 3D baguettes à partir de la réalisation d'un essai de torsion suivant l'axe Z (figure 31). Cet essai

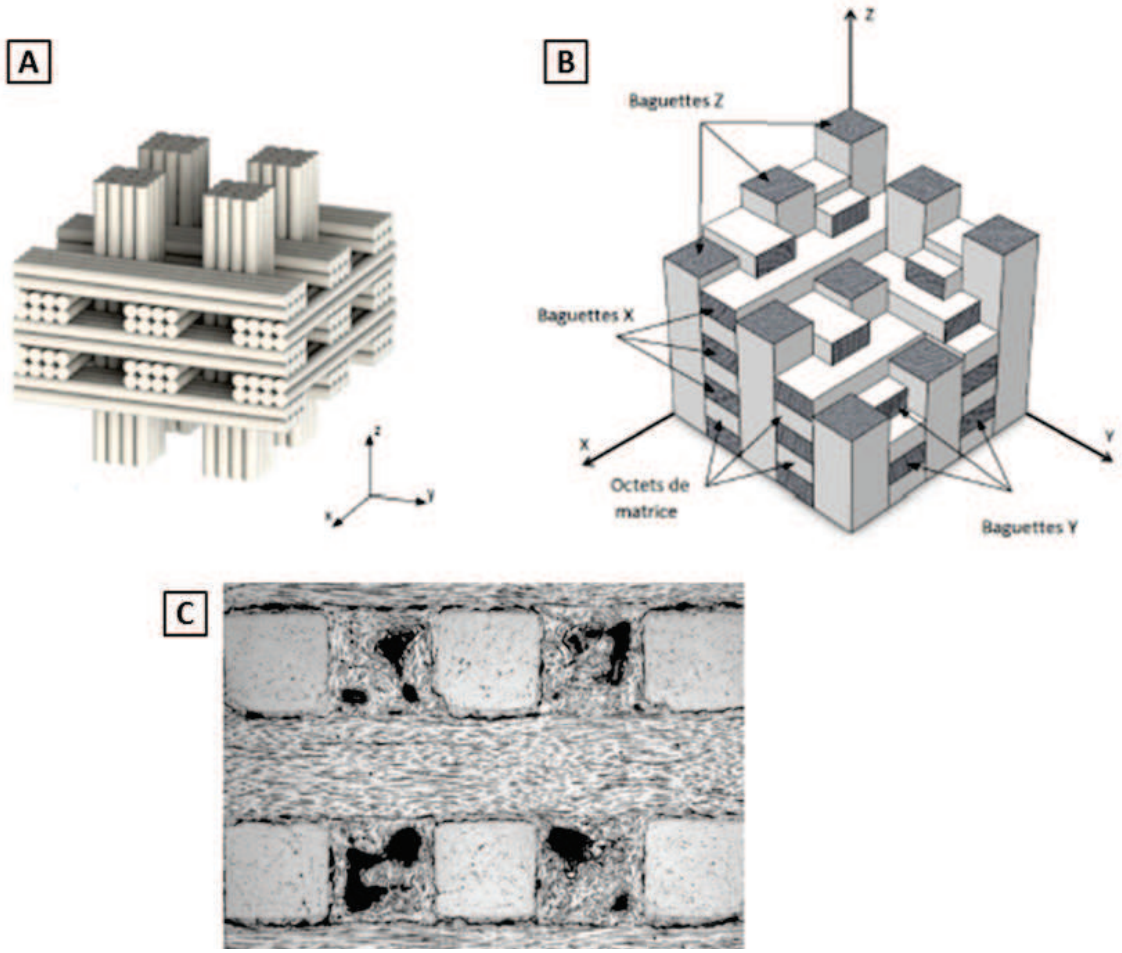

FIGURE 28 – Structure et composition d'un composite 3D baguettes [Gillard, 2017]. A : Préforme avant densification. B : Structure et constituants du composite à l'échelle mésoscopique. C : Micrographie représentant une coupe normale aux baguettes Z, passant par le milieu des baguettes X.

permet d'identifier le comportement en cisaillement interlaminaire XZ ou YZ. Le comportement observé est comme l'avait montré [Poss, 1982] fortement non-linéaire. Des déformations résiduelles très importantes sont notables. L'aire considérable des boucles d'hystérésis est caractéristique d'importants glissements avec frottement au sein de la structure.

[Hatta *et al.*, 2005a] a également étudié le comportement des composites 3D baguettes. De même que dans les travaux précédents, des différences de comportement entre les directions de tissages et hors-axes ont été constatés. La figure 32-A présente une coupe d'éprouvette observée suite à un essai de compression hors-axes XZ. Le comportement non-linéaire observé suite à des sollicitations hors-axes est expliqué par d'importants glissements aux interfaces du matériau (figure 32-B). Le frottement résultant provoque l'apparition de déformations résiduelles et de boucles d'hystérésis ainsi qu'un comportement tendant vers un plateau.

A haute température, peu de données sont disponibles dans la littérature. [Hatta *et al.*, 2005a] a étudié le comportement en traction axial ainsi qu'en compression hors-axes d'un composite 3D baguettes à différentes température. Le comportement axial reste inchangé quelle que soit la température. Cependant, dans la direction hors-axes, un renforcement des propriétés du composite est constaté, proportionnellement à l'augmentation de température (figure 33).

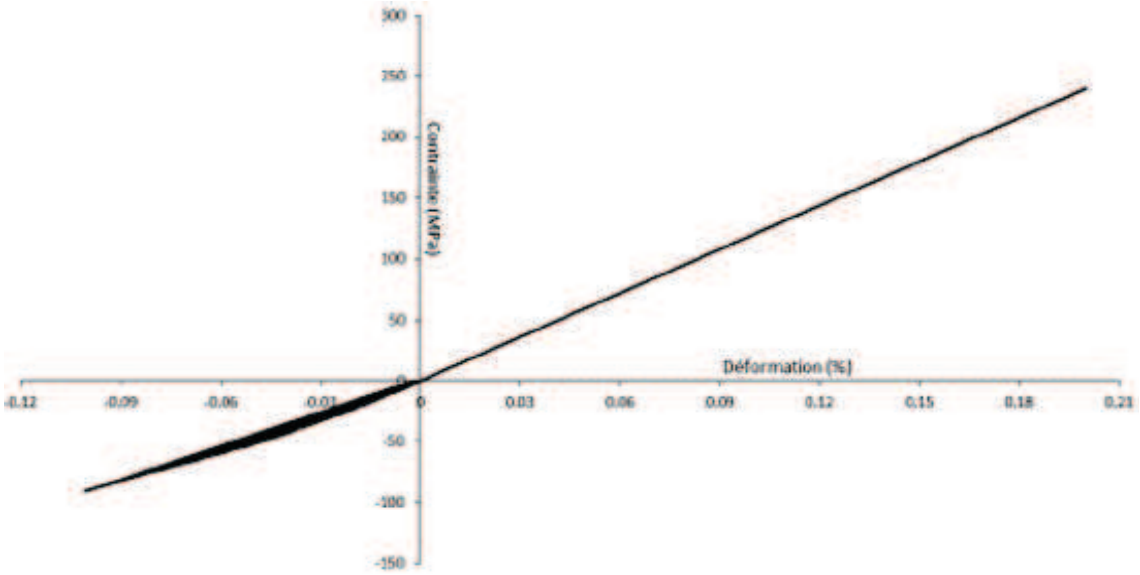

FIGURE 29 – Essais de traction-compression cyclés réalisés sur 3D baguettes à température ambiante suivant les axes de tissage [[Gillard, 2017] d'après [Poss, 1982]].

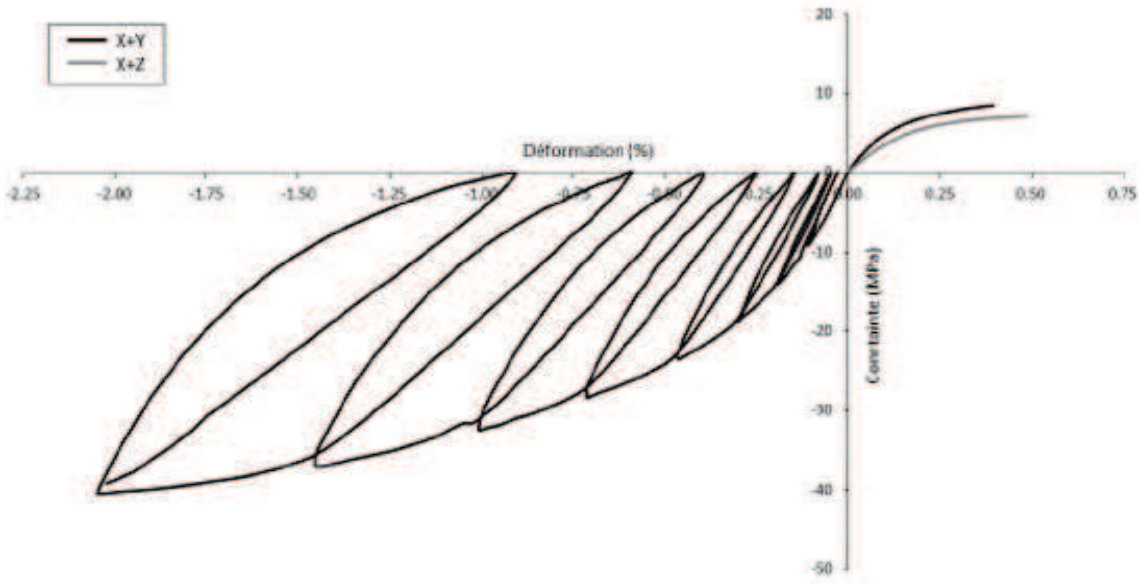

FIGURE 30 – Essais de traction-compression cyclés réalisés sur 3D baguettes à température ambiante en dehors des axes de tissage [[Gillard, 2017] d'après [Poss, 1982]].

[Aoki *et al.*, 2007] associe cette augmentation de résistance à la refermeture des interfaces du composite suite à la dilatation de ses constituants. Des essais de traction suivant l'axe Z ont également été réalisés au CEA [CEA, 2004] à température ambiante et haute température. La comparaison des faciès de rupture (figure 34) montre le renforcement des interfaces à haute température avec une réduction des longueurs de déchaussement des fils. De plus, des essais de dilatation réalisés par [Gillard, 2017] ont mis en évidence une forte expansion thermique des renforts des composites 3D baguettes provoquant une refermeture progressive des interfaces jusqu'à la température maximale d'élaboration.

Des méthodes de caractérisation des propriétés interfaciales ont été développées. Divers travaux menés par [Hatta *et al.*, 2005b], [Aoki *et al.*, 2007] ou encore [Gillard, 2017] ont exploité

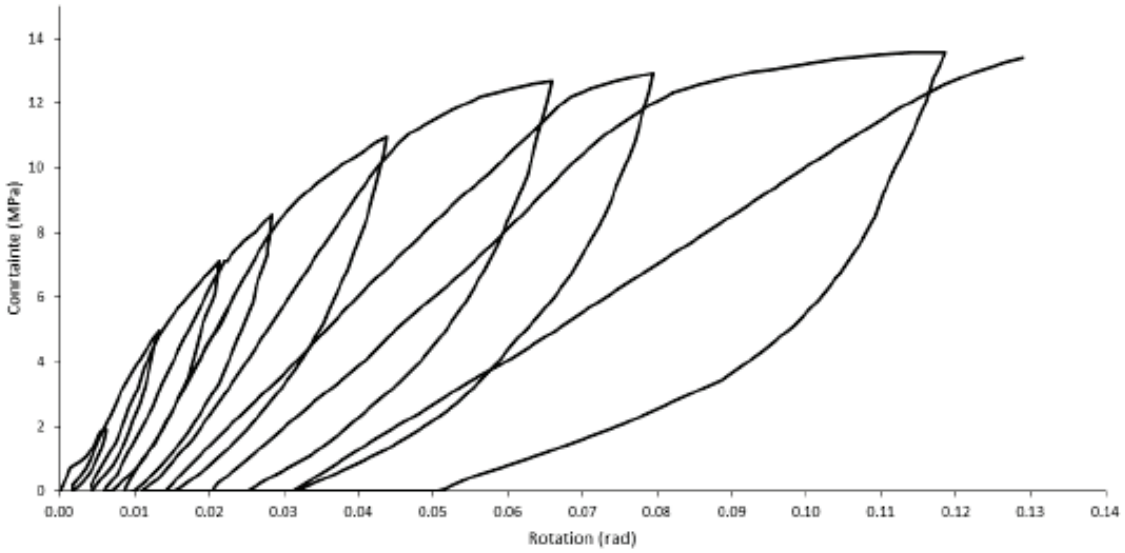

FIGURE 31 – Essais de torsion suivant l'axe Z d'un composite 3D baguettes [Remond, 1984].

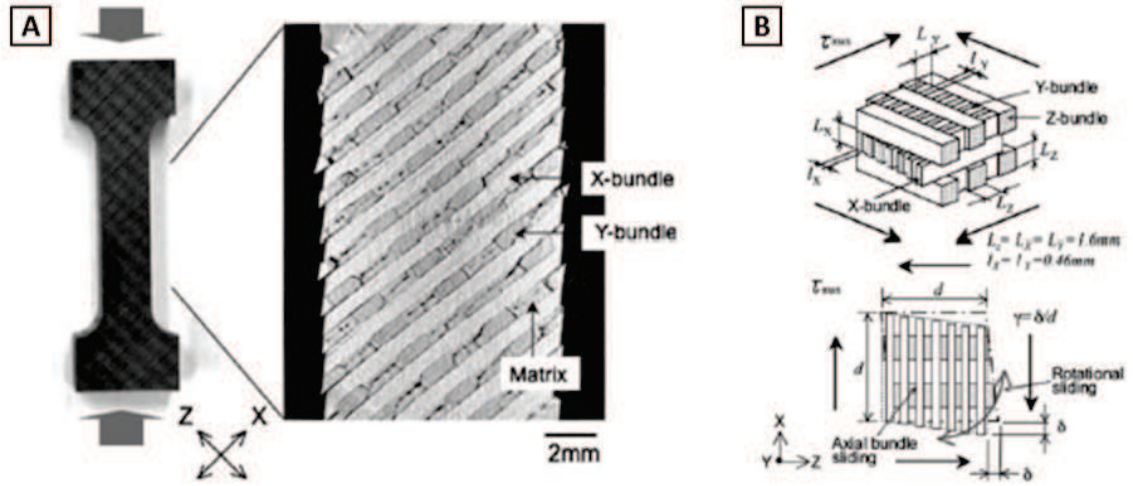

FIGURE 32 – Caractérisation macroscopique d'un composite 3D baguettes [Hatta *et al.*, 2005a]. A : Eprouvette après essai de compression hors-axes XZ. B : Schématisation des mécanismes de déformation du composite lors du glissement des constituants.

la méthode des essais de push-out ou pull-out pour caractériser les propriétés interfaciales aux échelles microscopiques (fibre/matrice) et mésoscopiques (interfils) à température ambiante comme à haute température. Sur un composite C/C proche du matériau étudié, [Tallaron, 1996] a également utilisé une méthode de pull-out pour caractériser les propriétés interfaciales de ce matériau. [Gillard, 2017] dans ses travaux sur un composite C/C 3D baguettes a confirmé les observations précédentes. Pour cela, il a caractérisé les propriétés interfaciales mésoscopiques à température ambiante et haute température. A température ambiante, des phénomènes de blocage et de frottement ont été constatés. Une étude plus fine de la morphologie des interfaces a associé ce phénomène à une forte rugosité des lèvres de fissures. A haute température, la dilatation des fils referme partiellement les fissures provoquant un effet de renforcement de celles-ci. Un modèle numérique représentant le comportement interfacial des fissures présentes a été développé au cours de ces travaux, il sera réutilisé dans le chapitre 2 de ce manuscrit.

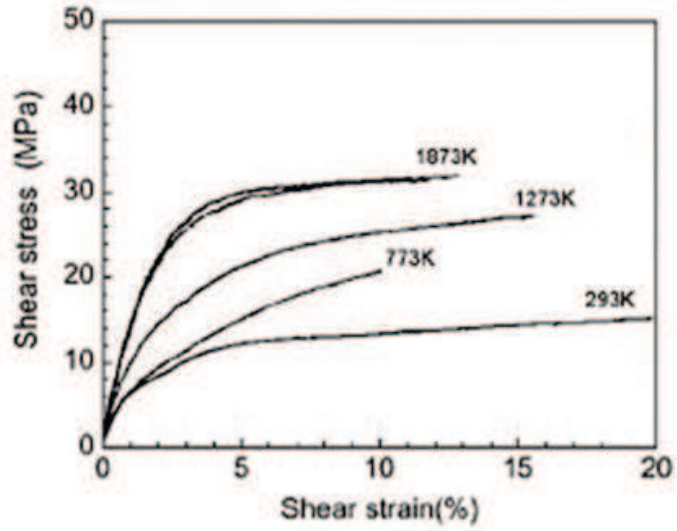

FIGURE 33 – Essais macroscopiques à haute température de compression à 45° sur un composite C/C de type 3D baguettes [Hatta *et al.*, 2005a].

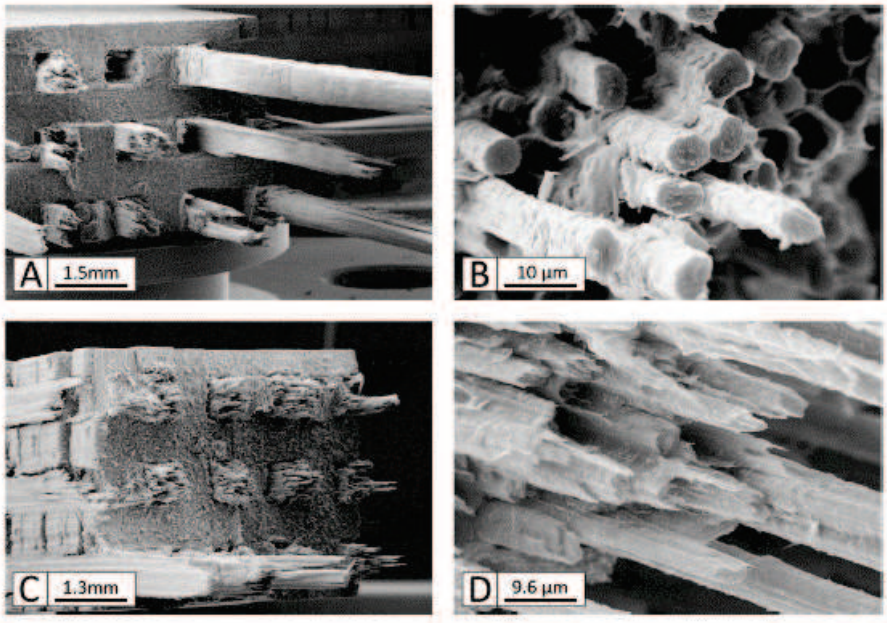

FIGURE 34 – Micrographies MEB post-mortem sur éprouvettes de traction selon l'axe Z extraite d'un composite 3D baguettes [CEA, 2004]. A,B : Eprouvettes suite à un essai à température ambiante. C,D : Eprouvettes suite à un essai à haute température (3000°C).

Ces différentes études aboutissent à la conclusion que le comportement des 3D baguettes est linéaire élastique fragile dans les axes. Hors-axes, il est fortement non-linéaire en étant essentiellement régit par le frottement des interfaces du matériau. Ce comportement est comparable à celui observé avec le composite C/C étudié suite à une sollicitation de traction selon l'axe Z. En effet, la proximité de morphologie entre ces deux matériaux permet de transférer les observations réalisées sur le 3D baguettes vers celui-ci. Le matériau étudié possède une architecture complexe. Bien qu'en théorie ses plis soient orientés selon les directions [0°/+60°/-60°] et son aiguilletage selon l'axe Z, l'observation d'images de tomographie X (figure 13) montre que la réalité est moins idéale. En effet, dans les plis des déviations d'orientations ainsi que des ondulations sont observables dans les plan XY et XZ. Concernant les aiguilletages, ceux-ci

présentent souvent des formes de "S". Par conséquent, lors de la réalisation de l'essai de traction selon l'axe Z celui-ci, bien qu'étant en théorie effectué selon les axes de tissage, était en réalité hors-axes. Ce constat explique le comportement gouverné par le frottement des interfaces selon cet axe.

- Comportement en compression Z :

La figure 35 présente un essai de compression selon l'axe Z d'une variante du matériau étudié [Douarche, 2000]. Encore une fois, le comportement est de type élastique endommageable avec déformations résiduelles. Le module initial est d'environ 3 GPa. De fortes non-linéarités sont observables. Des déformations résiduelles atteignant 3% ainsi que de grandes boucles d'hystérésis montrent la présence de frottement avec glissement au sein des interfaces du matériau. Un plateau est visible autour de 1% de déformation, attestant de la refermeture des interfaces sous l'effet de la compression. Une légère baisse de module est notable entre le début et la fin du chargement attestant du faible endommagement du matériau. Ainsi, comme dans l'essai précédent de traction Z, le comportement du composite C/C est principalement gouverné par le frottement de ses interfaces.

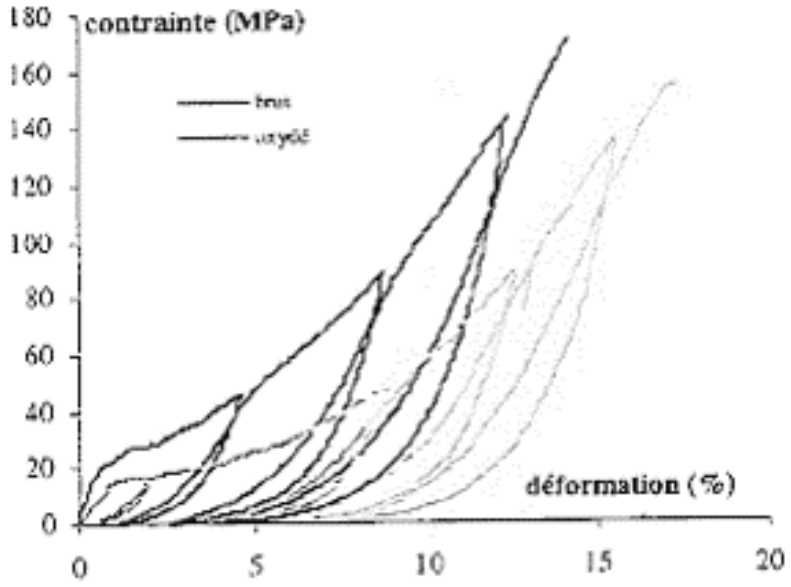

FIGURE 35 – Essai de compression cyclée selon l'axe Z du composite C/C [Douarche, 2000].

Bilan sur le comportement du composite C/C selon l'axe Z

L'étude de différents essais réalisés sur des composites C/C proches du matériau étudié selon l'axe Z d'aiguilletage a permis de conclure quant à son comportement dans cette direction. Le comportement est élastique endommageable avec déformations résiduelles comme cela avait été observé dans le plan XY. Deux types de non-linéarités sont notables : une baisse de module liée à des endommagements intrinsèques ainsi que des déformations résiduelles accompagnées de boucles d'hystérésis liées au frottement des interfaces entre constituants. Cependant, contrairement au plan XY, le frottement des interfaces a un rôle prédominant sur le comportement du matériau analysé aussi bien à température ambiante qu'à haute température. Les interfaces et les phénomènes de frottement qui leurs sont associés tiennent par conséquent une place majeure selon l'axe Z.

0.3.3 Bilan sur le comportement du matériau étudié

Le composite C/C étudié possède une architecture complexe formée de plusieurs échelles caractéristiques : l'échelle microscopique correspondant à celle du fil formée par les fibres et la matrice, l'échelle mésoscopique qui représente le motif élémentaire d'assemblage des fils densifiés, et l'échelle macroscopique constituée par le composite en lui-même. De nombreux endommagements, fissures et porosités, sont initialement présents dans le matériau. Son comportement est de type élastique endommageable avec déformations résiduelles. L'analyse des courbes de comportement de C/C similaires a montré de fortes non-linéarités. Dans le plan XY, l'endommagement intrinsèque des constituants prédomine sur le comportement. Selon l'axe Z, le frottement des interfaces le gouverne. A haute température, la dilatation des constituants augmente d'autant la contribution des interfaces dans l'ensemble des directions. Le matériau étudié est destiné à des applications freinage entraînant son utilisation à de très hautes températures dans lesquelles sa dilatation est utilisée comme grandeur dimensionnante. Afin de prendre en compte ce paramètre, il sera par conséquent choisi de réaliser la modélisation de ce matériau en ne tenant compte que des phénomènes de frottement des interfaces, indispensables à une bonne représentation du comportement à haute température, au profit de l'endommagement intrinsèque des constituants.

0.4 Méthodes de modélisation

Les analyses de la morphologie et du comportement thermomécanique du composite C/C étudié ont été réalisées aux sections précédentes. Elles ont révélés le caractère multi-échelle et ainsi l'architecture complexe de ce matériau. De plus, le rôle essentiel de ses interfaces se traduisant par des phénomènes de frottement a été montré. Leur contribution devient d'autant plus significative à haute température. Par conséquent, afin de répondre à la problématique qui est de mettre en place un modèle représentant le comportement de ce matériau, il est indispensable de prendre en compte ces caractéristiques. Diverses méthodes sont à disposition. Une discussion permettant leur comparaison est effectuée dans cette section.

0.4.1 Comparaison des approches phénoménologiques et multi-échelle

Dans le but de modéliser le matériau analysé, deux approches de modélisation sont disponibles : les méthodes phénoménologiques et les méthodes multi-échelle.

Approches phénoménologiques

Les approches phénoménologiques sont basées sur une description du matériau étudié en tant que matériau homogène équivalent. Dans cette représentation, la description physique des hétérogénéités de la microstructure est omise. Ainsi, bien que le matériau présente des discontinuités physiques, celles-ci ne sont pas modélisées explicitement mais décrites uniquement de façon globale au niveau homogénéisé d'un élément de volume de matériau. Pour ce faire, ces approches ont recours à l'introduction de variables internes fournissant des lois de comportement spécifiques, comme par exemple des variables d'endommagement, afin de représenter les phénomènes physiques observés. Leur identification nécessite la réalisation d'essais expérimentaux correspondants. Ces approches ont fait leurs preuves dans de nombreux travaux, comme par exemple ceux de [Rakotoarisoa, 2014] ayant pour objectif de décrire le comportement mécanique macroscopique d'un composite à matrice organique, ou encore de [Baranger *et al.*, 2009] visant à modéliser celui d'un composite à matrice céramique. Cependant, bien qu'elles permettent une bonne représentation du comportement du matériau étudié, elles manquent souvent de caractère physique. En effet, en n'intégrant ni les spécificités du composite étudié (hétérogénéité de la structure, influence du procédé d'élaboration), ni une description suffisamment fine des mécanismes régissant le comportement, elles en permettent uniquement une analyse descriptive mais pas explicative. Par exemple, [Siron, 1996], [Pailhes, 1999] ou encore [Siron *et al.*, 1999], dans leurs travaux avaient pour visée la modélisation du comportement d'un composite satin aiguilleté [0°/90°]. L'étude des courbes de comportement de ce matériau, présentée précédemment dans ce chapitre, a révélé son caractère élastique endommageable avec déformations résiduelles. Les déformations résiduelles, liées à la présence de frottement dans les endommagements du matériau, ont été traduites par une loi de plasticité dans le modèle phénoménologique développé. Cette méthode, bien que permettant une bonne description du comportement observé, était une traduction éloignée du caractère physique réel de ce phénomène et ne permettait pas de l'expliquer. Les endommagements quant à eux ont été pris en compte par le biais de variables d'endommagements définies à partir d'observations de la microstructure. De plus, les méthodes phénoménologiques, en faisant abstraction de la description de la microstructure du matériau, sont peu robustes vis à vis de changements de constituants ou de procédé d'élaboration.

Approches multi-échelle

Les approches multi-échelle sont basées sur une description explicite du matériau étudié à ses différentes échelles caractéristiques. Ces méthodes sont particulièrement adaptées aux matériaux composites de par leur caractère également multi-échelle en permettant la distinction des échelles du Volume Elémentaire Représentatif (VER), de l'architecture textile, des fils et des constituants élémentaires. Elles permettent de faire le lien entre le comportement des constituants élémentaires et celui du matériau composite. Des lois de comportement adaptées aux différentes échelles et décrivant au mieux les observations expérimentales et les mécanismes physiques mis en jeu y sont implémentées. Ces approches sont plus lourdes à mettre en place que les précédentes car elles doivent traiter chacune des échelles du matériau de manière indépendante. Cependant, elles permettent la compréhension des phénomènes physiques régissant son comportement en effectuant un dialogue entre ses différentes échelles caractéristiques. Des études telles que l'anticipation de l'impact d'un changement de constituants élémentaires, d'architecture ou de procédé sur le comportement effectif du matériau peuvent ainsi être menées. Afin d'alimenter ces approches, des caractérisations doivent être menées aux différentes échelles du matériau étudié. Les données obtenues servent alors soit de données d'entrée des modèles développés, soit à l'établissement de lois de comportements caractéristiques d'une échelle donnée. Ces approches ont été appliquées dans de nombreux travaux. Par exemple, [Couégnat, 2008] durant ses travaux de thèse a développé une approche multi-échelle du comportement thermomécanique de matériaux composites à renforts tissés applicable autant aux composites à matrice organique que céramique. [Dupin, 2013] et [Grippon, 2013] ont également appliqué ce type d'approche à la modélisation de composites CMC de type SiC/SiC permettant de valider leur robustesse.

Méthode retenue

Le matériau étudié présente une architecture multi-échelle complexe. De précédentes études menées sur un composite qui lui est proche ont été réalisées au Laboratoire des Composites Thermo Structuraux. Elles avaient pour but de modéliser son comportement effectif à partir de l'utilisation de lois des mélanges. Cependant, la complexité de l'architecture de ce matériau n'a pas permis d'aboutir à des résultats probants. Ces travaux indiquent bien l'importance d'une bonne description de la morphologie du composite étudié. Ainsi, afin de le modéliser, il parait indispensable de tenir compte de la contribution de l'ensemble de ses échelles caractéristiques dans son comportement ainsi que des mécanismes qui y sont associés. Par conséquent, l'utilisation d'une approche multi-échelle est jugée comme étant la plus pertinente pour modéliser le matériau étudié. De plus, en utilisant cette méthode, le modèle développé pourra également à terme anticiper l'impact par exemple d'une modification de la nature des constituants élémentaires ou de la morphologie de l'architecture de ce matériau, perspective intéressante du côté académique comme industriel.

0.4.2 Méthode de modélisation de l'architecture

L'architecture du composite C/C analysé est complexe. Il a été choisi au paragraphe précédent de la modéliser par une approche multi-échelle afin de prendre en compte l'ensemble de ses échelles caractéristiques. Cependant, une seconde problématique se pose : quel niveau de description est-il nécessaire de lui appliquer dans la modélisation afin qu'elle en soit suffisamment

représentative du composite C/C étudié et qu'elle représente correctement le comportement de ce matériau ? Deux méthodes peuvent être utilisées pour représenter la morphologie de cette architecture : une modélisation idéalisée, basée sur des données morphologiques caractérisées à partir d'images du matériau ; une modélisation basée images prenant en compte l'ensemble de sa texture réelle à partir de ces images. En regard des conclusions issues de la caractérisation du comportement du composite C/C, ces méthodes devront également pouvoir autoriser la prise en compte de l'endommagement de ce matériau, essentiel à une bonne représentation de son comportement et ainsi permettre un lien architecture/endommagement.

Modélisation idéalisée

Afin de réaliser une modélisation idéalisée de l'architecture, une étude morphologique du matériau étudié est nécessaire dans le but d'identifier des caractéristiques moyennes représentatives de chacune de ses échelles. Ces données sont ensuite utilisées afin de générer les modèles éléments finis correspondants. [Gillard, 2017] dans ses travaux de thèse a développé un modèle multi-échelle permettant de représenter le comportement d'un composite 3D baguettes (figure 38-A). Suite à une caractérisation morphologique du matériau à ses différentes échelles caractéristiques, il a mis en place un modèle d'architecture mésoscopique idéalisée lui correspondant (figure 38-B). Les constituants à l'échelle mésoscopique y sont représentés de manière explicite suivant l'arrangement identifié. Le maillage réalisé est de type tétraédrique permettant l'obtention de modèles avec un nombre de degrés de libertés raisonnable. Ce matériau est également composé d'un grand nombre d'endommagements gouvernant son comportement hors-axes. Ceux-ci ont été représentés de manière explicite par le biais de l'utilisation d'éléments d'interfaces positionnés entre les différents constituants mésoscopiques du composite C/C (figure 38-C). Les paramètres interfaciaux leurs correspondants ont été caractérisés à partir d'essais de push-out. La réalisation de simulations d'essais et leur comparaison aux données morphologiques disponibles sur ce matériau a permis de valider la modélisation réalisée. Cette approche pourrait être appliquée au cas du matériau étudié. Elle présente en effet l'avantage d'être multi-échelle ainsi que la possibilité de modéliser les endommagements du matériau étudié. Cependant, une interrogation se pose quant à la représentativité de l'architecture idéalisée. En effet, au regard de la morphologie du composite C/C étudié par [Gillard, 2017], celle-ci était très structurée et présentait finalement peu de complexité. Ainsi, ce modèle bien qu'idéalisé était finalement proche de la réalité. Dans le cas du composite C/C analysé, l'architecture du matériau présente beaucoup plus d'hétérogénéité et de morphologies locales. Un modèle d'architecture idéalisée ne serait-il finalement pas trop simpliste pour permettre une bonne représentation du comportement de ce matériau ?

Modélisation basée images

A l'opposé de la méthode précédente, l'approche basée images permet de réaliser une modélisation complète de l'architecture du matériau. Celle-ci se rapproche au maximum du cas réel en ayant pour limitation la résolution de l'image étudiée. Cette approche a été beaucoup utilisée dans le cadre de la modélisation du procédé CVI [Coindreau, 2003] [Mulat, 2008] [Ros, 2011]. Dans sa thèse, [Charron, 2017] l'a également utilisée. Il a mis en place une méthode de modélisation multi-échelle d'un composite C/C ayant une architecture de type satin aiguilleté [0°/90°] (figure 39-A), proche de celle du matériau étudié. L'architecture du composite C/C y était décrite à partir d'une approche basée images (figure 39-B) selon une méthode nommée CEPI (Computing Effective Properties using Images). Cette méthode se basait sur des tomographies X réalisées sur le matériau d'étude. Pour ce faire, un maillage voxel était généré à partir de ces

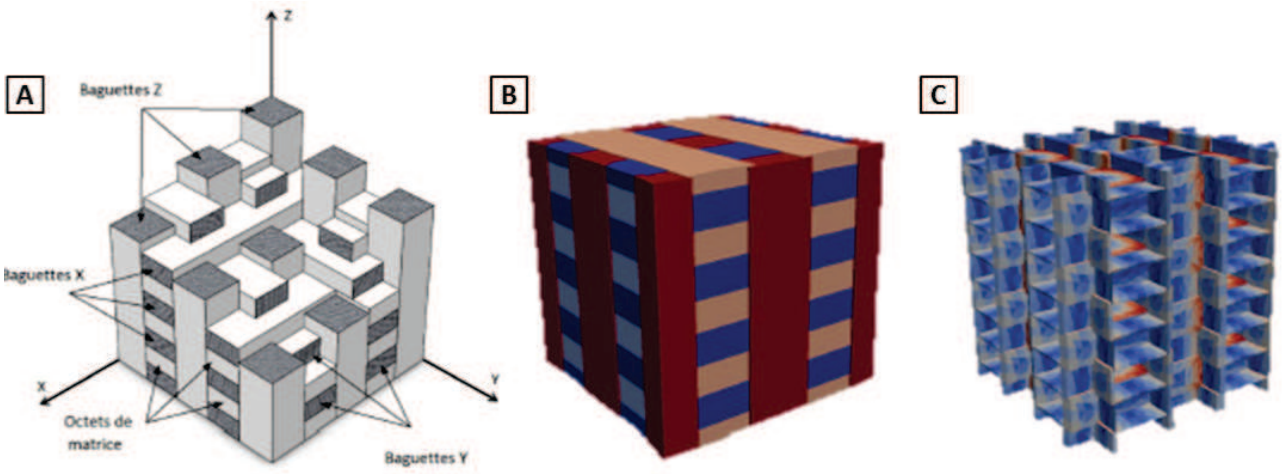

FIGURE 36 – Modélisation d'un composite 3D baguettes [Gillard, 2017]. A : Architecture du 3D baguettes. B : Modèle d'architecture idéalisée. C : Eléments d'interfaces.

images, un voxel correspondant à un pixel de l'image utilisée. Ceci avait pour inconvénient de devoir traiter des maillages très volumineux dans le but de pouvoir réaliser les calculs souhaités. Néanmoins, afin de permettre la simulation du comportement sur des tailles équivalentes au VER de matériau, une décomposition en sous-domaines a été utilisée. L'avantage de cette approche est la possibilité de prendre en compte toute la complexité morphologique du matériau étudié. Cependant, sa limitation était qu'elle permettait uniquement la modélisation de leur comportement thermoélastique. Les endommagements initiaux caractéristiques de ce composite y étaient négligés. Afin de pouvoir l'appliquer au matériau étudié, il est indispensable de pouvoir modéliser les fissures et porosités qui y sont pré-existantes. Ceci amène une question de méthodologie : comment intégrer des interfaces dans une structure basée images ? Celle-ci ne s'y prête pas directement. L'utilisation d'un maillage voxel pose plusieurs difficultés. En effet, ses arêtes parfaitement cubiques ne sont par définition pas directement placées au niveau des endommagements du composite C/C analysé dont le positionnement est aléatoire. Ceci induit l'impossibilité d'une modélisation explicite des interfaces. Seule une représentation de manière implicite reste possible. De plus, ce type de maillage engendre un grand nombre d'éléments. Dans le cas de calculs linéaires, cette limitation était traitée par le recours à une décomposition en sous-domaines permettant de limiter les coûts de calculs. Cependant, le passage à des simulations non-linéaires, prenant en compte l'endommagement de ce matériau, en conservant cette méthode semble plus ardu. Une solution identifiée serait la réalisation d'un maillage explicite de l'architecture du matériau à la façon de celle réalisée dans les modèles idéalisés tout en conservant une base images. Cette représentation aurait pour avantage de limiter le nombre d'éléments du maillage et par conséquent de permettre la simulation directe d'essai sans nécessiter le recours à des décompositions en sous-domaines. De plus, elle permettrait de modéliser les endommagements du matériau de manière explicite en utilisant la méthode développée par [Gillard, 2017], transposable au matériau étudié à la vue de la semblabilité des comportements observés entre ces matériaux. [Mazars *et al.*, 2017] a dans ses travaux sur un composite SiC/SiC, développé une méthode de modélisation basée images décrivant les constituants du matériau étudié de manière explicite. Son principe est fondé sur la production d'un maillage éléments finis représentant l'échelle mésoscopique de ce matériau à partir d'une image de tomographie X labélisée, c'est-à-dire discrétisée par entité. Elle repose sur l'utilisation du logiciel de traitement d'images Avizo et de la bibliothèque CGAL de l'Inria [Alliez *et al.*, 2011]. Quatre étapes permettent l'obtention du modèle basé images. Tout d'abord, une tomographie X de l'échantillon étudié est réalisée (figure 40-A). Les étapes suivantes consistent à obtenir

l'image labélisée correspondante. Pour ce faire, [Mazars *et al.*, 2017] a mis en place une méthode de segmentation adaptée à son matériau. Le logiciel Avizo est utilisé. La première est réalisée manuellement. Elle consiste à repérer le contour des fils du matériau (figure 40-B). La seconde propage ces contours suivant les frontières des fils étudiés (figure 40-C). Pour ce faire, des masques se basant sur la méthode du tenseur de structure (Annexe B) sont utilisés. Chacun des fils est labélisé dans son entièreté. Un label unique est alors conféré à chacun d'entre-eux. La dernière étape a pour but de générer le maillage éléments finis associé à l'image labélisée précédemment obtenue. Pour cela, [Mazars *et al.*, 2017] a développé des outils se basant sur la bibliothèque CGAL. Ils permettent d'obtenir le maillage tétraédrique conforme correspondant à la tomographie X étudiée. Cette méthode répond aux attentes précédemment formulées. Elle sera par conséquent utilisée dans les présents travaux de thèse. Une limite sera la méthode de labélisation utilisée. En effet, celle-ci a été développée pour les composites SiC/SiC. Cependant, elle n'est pas adaptée au composite C/C étudié du fait des différences de morphologies et de constituants entre ces deux types de matériaux.

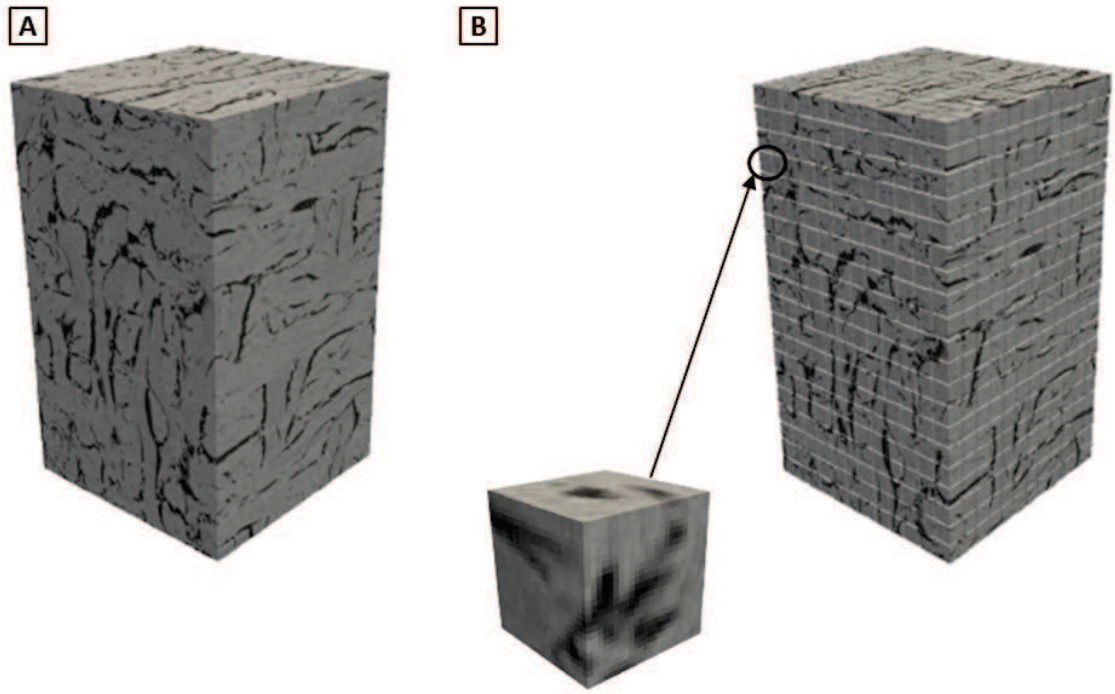

FIGURE 37 – Modélisation d'un composite satin aiguilleté [0°/90°] [Charron, 2017]. A : Tomographie X (résolution : 10 μm/pixel). B : Modèle d'architecture basé images avec décomposition en sous-domaines.

Méthode retenue

Le niveau description nécessaire de l'architecture du matériau étudié est à ce niveau de l'étude inconnu. Il est proposé d'utiliser les deux méthodes à disposition. Les modèles développés seront multi-échelle. Dans un premier cas, l'architecture du matériau sera idéalisée. Cette représentation nécessitera une caractérisation morphologique préalable afin d'identifier les données nécessaires à son élaboration. Des éléments d'interfaces seront positionnés entre ses différents constituants à la manière dont l'avait réalisé [Gillard, 2017] dans sa thèse, tant des points de vues de la méthode que des modèles d'interfaces. De façon analogue à ses travaux, une hypothèse sera de placer ces éléments uniquement entre les constituants de l'échelle mésoscopique. En effet, les modélisations réalisées seront effectuées en hypothèse de petites

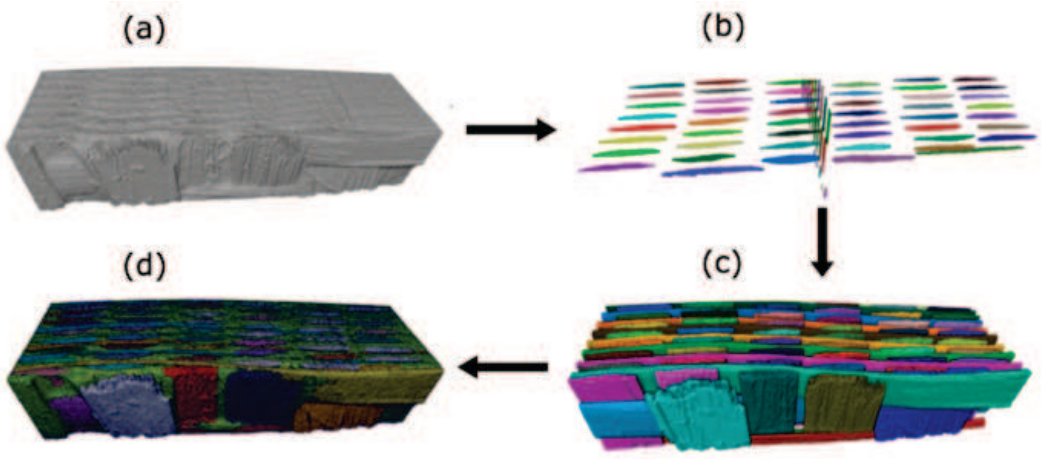

FIGURE 38 – Méthode d'obtention d'un maillage éléments finis avec une description explicite des constituants à partir d'une image de tomographie X [Mazars *et al.*, 2017]. A : Tomographie X. B : Contour manuel des torons. C : Propagation des contours de torons. D : Maillage éléments finis associé à la tomographie X.

déformations (inférieures à 5%). Or, l'étude des scénarii d'endommagements des composites à matrice céramique, comme par exemple dans les travaux de [Dupin, 2013], montre que pour de tels niveaux de déformations, les endommagements à cette échelle sont majoritairement sollicités par rapport à ceux de l'échelle microscopique. De plus, l'échelle mésoscopique étant d'un ordre supérieur à cette seconde échelle, elle semble par conséquent avoir un effet prépondérant sur le comportement du matériau étudié. Dans un second modèle, l'architecture sera décrite dans toute sa complexité par le recours à une approche basée images. Celle-ci devra pouvoir intégrer des éléments d'interfaces entre les constituants mésoscopiques afin de représenter les endommagements initiaux du matériau. Pour ce faire, une modélisation intégrant une description explicite des constituants à l'échelle mésoscopique sera générée. Elle se basera sur les outils développés par [Mazars *et al.*, 2017] sur des composites SiC/SiC au cours de sa thèse. A terme, la comparaison des résultats obtenus par les deux approches et leur comparaison aux données expérimentales permettra de déduire le niveau de détail nécessaire à une bonne modélisation du composite C/C analysé.

0.5 Objectifs, problématiques et démarche de l'étude

0.5.1 Objectifs et problématiques

L'objectif de la thèse est de mettre en place une méthode permettant de modéliser le comportement du composite C/C étudié. Tout d'abord, l'étude de sa morphologie a montré qu'il présentait une architecture complexe multi-échelle, formée de trois échelles caractéristiques, ainsi que de nombreuses porosités et fissures provoquées par le procédé d'élaboration. Ensuite, l'analyse de matériaux qui lui sont semblables a révélé l'importance des endommagements sur le comportement thermomécanique de ce type de composites, notamment lorsqu'ils sont soumis à de hautes températures. Ainsi, afin de mettre en place une modélisation représentant le comportement du matériau étudié, la prise en compte de ces données est indispensable. Deux aspects sont à étudier. Le premier concerne la modélisation de son architecture. Celle-ci doit être en effet suffisamment représentative pour pouvoir reproduir son comportement réel. Le second traite de la représentation des endommagements, induits par le procédé CVI dans cette architecture. La problématique de la thèse sera alors d'évaluer l'influence relative de ces deux aspects morphologiques du matériau étudié son sur comportement effectif. La finalité sera d'aboutir à leur description suffisamment fine pour en être représentative, et de les traduire dans une modélisation permettant de représenter son comportement thermomécanique réel.

0.5.2 Démarche de l'étude

La démarche adoptée pour répondre à la problématique annoncée est présentée en figure 41, les chapitres correspondants de ce manuscrit sont alors indiqués. Elle se compose de quatre étapes :

- La première étape consiste à analyser le composite C/C étudié dans le but d'obtenir des données d'entrée ainsi que de validation pour les modélisations réalisées. La méthode retenue pour cette étude est la mise en place de modèles multi-échelle. Par conséquent, le matériau est caractérisé thermomécaniquement ainsi que morphologiquement à ses différentes échelles caractéristiques. Les données morphologiques sont obtenues à partir d'images de tomographies X et de micrographies. Elles servent à l'établissement des modèles d'architectures représentatifs des différentes échelles du matériau étudié. Les propriétés thermomécaniques des constituants constituent les données d'entrées de ces modèles. Celles correspondant aux propriétés thermomécaniques du matériau analysé servent de données de validation.

- Le but de la deuxième étape est d'estimer l'impact des endommagements initiaux sur le comportement effectif du matériau. L'enjeu est de réussir à modéliser leur comportement et à les intégrer au sein d'un modèle représentant son architecture, tout en négligeant l'impact de ce second aspect. Pour cela, une méthode semblable à celle utilisée par [Gillard, 2017] dans sa thèse est appliquée. Une description idéalisée mais réaliste de l'architecture du matériau étudié à ses différentes échelles est réalisée à partir des caractérisations morphologiques précédemment effectuées. Des éléments d'interfaces représentant les endommagements sont insérés entre les différentes entités à l'échelle mésoscopique. Une loi de comportement traduisant leur comportement de frottement leur est conférée par le biais de modèles d'interfaces. Ces modèles sont alimentés par des essais de push-out et de pull-out réalisés sur des variantes proches de ce matériau. La comparaison des réponses obtenues suite à des sollicitations macroscopiques et des simulations de montées en température du matériau avec et sans la présence de ces interfaces

permet de conclure quant à leur importance sur son comportement effectif.

- L'objectif de la troisième étape consiste à quantifier l'influence de la morphologie de l'architecture du matériau sur son comportement effectif. Un modèle basé images est alors réalisé à partir de tomographies X permettant l'obtention d'un niveau de représentation proche du cas réel. Pour ce faire, les outils développés par [Mazars *et al.*, 2017] sont utilisés. Dans le but de quantifier l'effet de ce second aspect sur le comportement effectif du composite C/C étudié, le modèle de matériau idéalisé correspondant est également mis en place. Des interfaces sont introduites entre les entités mésoscopiques dans les deux types de modèles. Un enjeu est notamment de réussir à les modéliser au sein d'une architecture basée images. Il s'agira alors d'évaluer à iso-endommagement l'influence de la morphologie de l'architecture sur le comportement du matériau et ainsi d'évaluer le niveau de description nécessaire de celle-ci dans les modèles afin qu'ils représentent fidèlement son comportement.

- Les niveaux de descriptions nécessaires de l'architecture du matériau et de ses interfaces ayant été identifiés, le but de la dernière étape est de les prendre en compte dans des modèles dont la taille se rapproche de celle du Volume Elémentaire Représentatif. La simulation d'essais mécaniques et thermomécaniques macroscopiques, et la comparaison des réponses obtenues aux données expérimentales permet alors d'évaluer la pertinence de la modélisation du composite C/C réalisée.

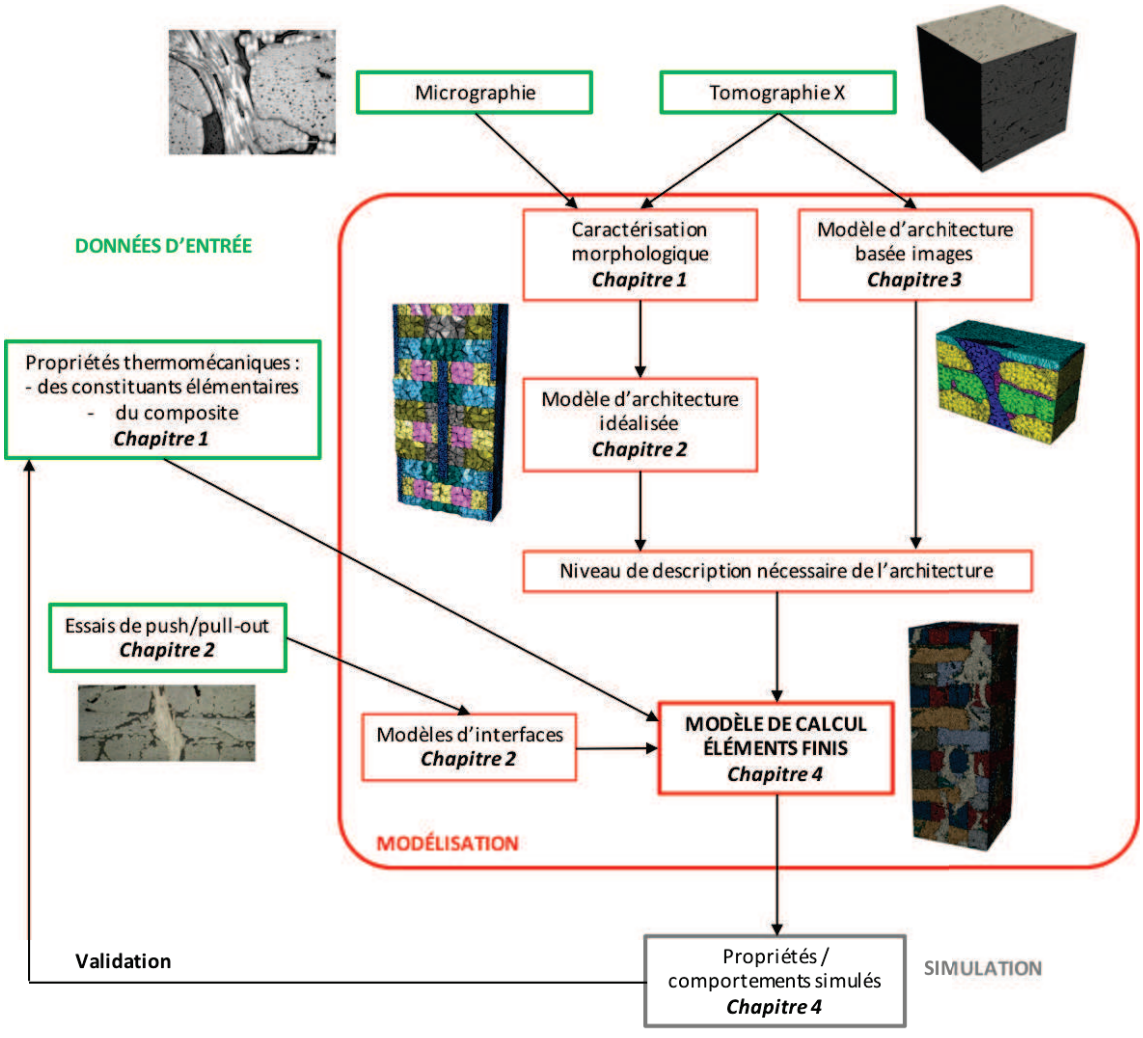

FIGURE 39 – Démarche de l'étude.

Chapitre 1

Caractérisation du composite C/C

Sommaire

1.1 Caractérisation morphologique du composite C/C 49
1.1.1 Echelle macroscopique : le composite C/C 49
1.1.2 Echelle mésoscopique : les fils et leur agencement 52
1.1.3 Echelle microscopique : les constituants élémentaires 60
1.2 Caractérisation thermomécanique du composite C/C 63
1.2.1 Propriétés thermomécaniques du composite C/C 63
1.2.2 Propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires 66
1.3 Conclusion 79

L'objectif de ce chapitre est d'analyser le matériau étudié des points de vues morphologique et thermomécanique*. Tout d'abord, les caractéristiques morphologiques du matériau seront quantifiées à ses différentes échelles. Cette analyse servira de socle à la compréhension des mécanismes qui régissent le comportement du matériau, et à leur modélisation. Les propriétés thermomécaniques du composite C/C et de ses constituants élémentaires sont ensuite caractérisées. Elles constitueront une base de données pour l'alimentation et la validation des modèles développés dans la suite de cette étude.*

1.1 Caractérisation morphologique du composite C/C

1.1.1 Echelle macroscopique : le composite C/C

Cette échelle constitue celle du matériau composite en lui-même. Son volume caractéristique est tel qu'il contient suffisamment de motifs élémentaires variés pour que ses propriétés soient statistiquement identiques quelle que soit la position de l'échantillon prélevé. La taille caractéristique de cette échelle est de l'ordre du centimètre.

Structure

A cette échelle, le composite C/C est un stratifié, c'est-à-dire un empilement de couches orientées dans le plan XY. Ces couches sont formées de trois plis unidirectionnels, eux-mêmes composés de fils de plis orientés préférentiellement à 0°, +60° ou -60°. Afin de résister à des sollicitations de cisaillement interlaminaire, des fils de plis sont arrachés aléatoirement de façon partielle ou totale selon un procédé nommé aiguilletage qui les transfèrent selon la direction Z. L'ensemble des fils de plis et d'aiguilletage compose l'architecture fibreuse du composite C/C. De nombreux endommagements : porosités et fissures sont également notables dans ce matériau à l'état initial. Celles-ci sont induites par le procédé de densification CVI. Réalisé à haute température (environ 1500°C), il permet d'obtenir un dépôt de pyrocarbone sur les constituants fibreux. Parfois incomplet, il est à l'origine de la présence de porosités aux différentes échelles du matériau. L'abaissement de la température du composite C/C lors de son refroidissement après infiltration engendre l'émergence de contraintes résiduelles conséquentes qui entraînent l'apparition de nombreuses fissures, présentes avant l'utilisation même du matériau pour application freinage (figure 1.1). Le composite C/C possède une densité globale de 1.72.

Gradients de densification

Avant densification, les fils de plis et d'aiguilletage forment une architecture nommée préforme fibreuse. Cet ensemble est composé uniquement de fibres de carbone. Au cours du procédé CVI, des gaz s'y infiltrent. Ils provoquent au fur et à mesure de leur avancée des réactions chimiques qui entraînent un dépôt de matrice de pyrocarbone sur les fibres. Le niveau maximal de densification est conditionné par l'atteinte d'un seuil de percolation. Il correspond à l'instant où la préforme ne présente plus de zone accessible aux gaz. Le procédé CVI engendre par conséquent des dépôts hétérogènes en termes de localisations et d'épaisseurs. Des gradients de densification sont notables. Le coeur du matériau est moins densifié que la surface car moins

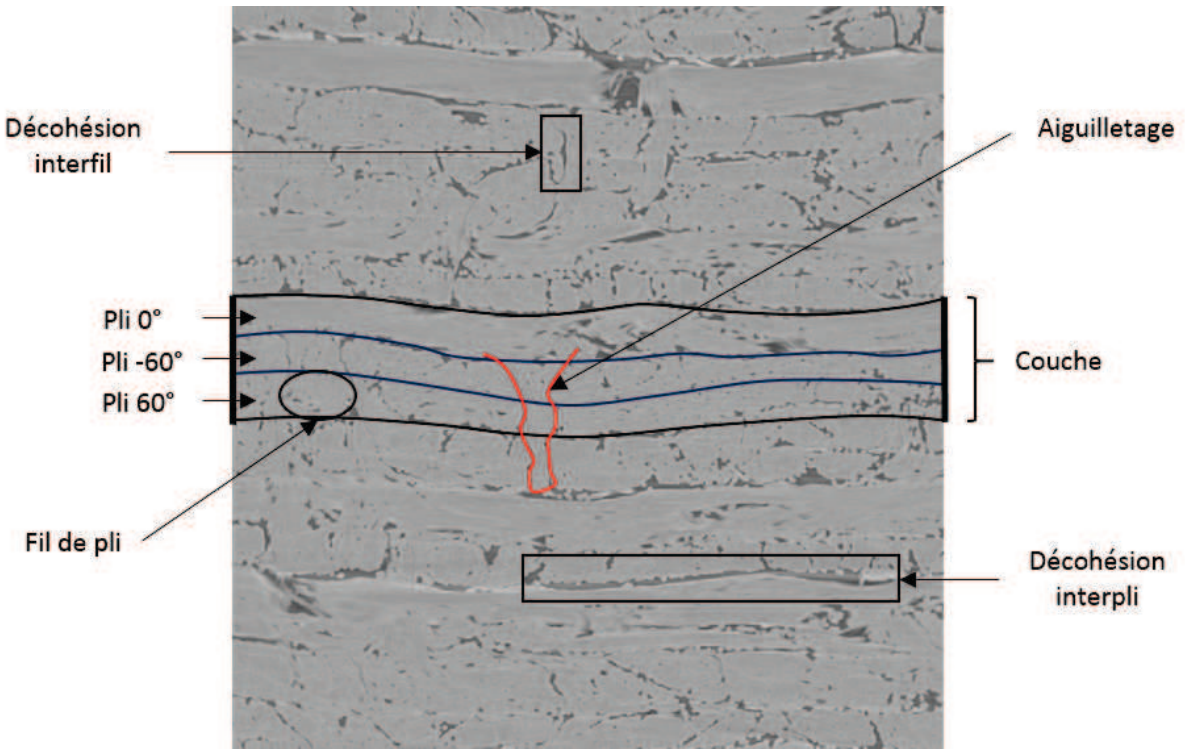

FIGURE 1.1 – Vue en coupe du composite C/C étudié et de ses constituants sur image de tomographie X (résolution : 12 μm/pixel).

accessible aux gaz du fait des percolations antérieures. L'établissement de profils de densités du composite C/C permet de se rendre compte de l'importance relative de ces zones de gradients. Des cartographies réalisées sur des coupes du composite étudié sont présentées en figure 1.2. Une section du matériau selon sa hauteur ainsi que des coupes de disques de frein complets sont disponibles. Le constat est la présence d'une faible zone de gradient. Sa dimension est d'environ 0.2 cm. Elle s'étend sur toute la surface des disques sous forme d'une couche limite. Ces disques ayant une épaisseur de 2.5 cm, un diamètre intérieur de 27 cm et une largeur de 10 cm, cette couche limite représente un taux volumique d'environ 8% sur leur ensemble. La mesure des taux de porosités permet d'obtenir un taux de 12% en surface de matériau et de 15% en coeur attestant bien d'une densification moins importante dans ce second cas.

Caractère multi-échelle des endommagements initiaux

Une étude plus fine des endommagements initiaux du composite C/C permet d'en identifier plusieurs familles représentatives des différentes échelles caractéristiques. Cette analyse a pour support la porosimétrie mercure dont le principe est d'infiltrer du mercure à différentes pressions dans le matériau afin de déterminer ses tailles de pores caractéristiques. Menée à la fois sur des échantillons prélevés en coeur et en surface de matériau, elle permet la comparaison des familles d'endommagements présentes dans ces différentes zones. Les résultats obtenus sont disponibles en figure 1.3. Trois catégories sont distinguables en fonction de leur taille caractéristique. La première, de plus grande taille, correspond aux macropores horizontales observables entre les couches et les plis (figure 1.1). La deuxième constitue les mésopores verticales présentes entre les fils. La troisième se rapporte aux micropores distinguables à l'intérieur des fils. Ces différentes entités seront étudiées plus en détail dans la suite de cette section. La variabilité des volumes de pores observés est liée à la zone de prélèvement (coeur/surface), mais également à la faible taille des échantillons analysés (cubes de 5 mm de côté). Cette étude permet de constater que la

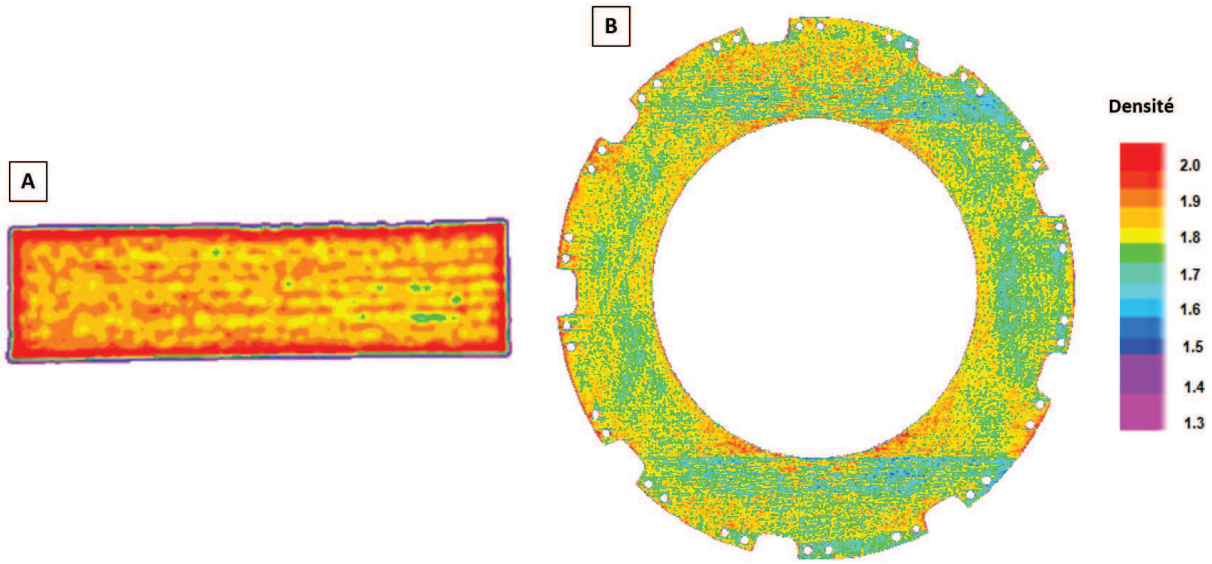

FIGURE 1.2 – Profils de densités réalisés sur matériau étudié. A : Section de disque de frein selon la hauteur. B : Coupe de disque de frein selon le plan des plis. (source : Safran Landing Systems).

nature des endommagements est identique en coeur et en surface de matériau. Par conséquent, dans la suite de ces travaux, cette seconde zone étant de volume très faible par rapport à celle de coeur, elle sera négligée. Le coeur sera alors utilisé comme base pour les caractérisations morphologiques et les modélisations effectuées.

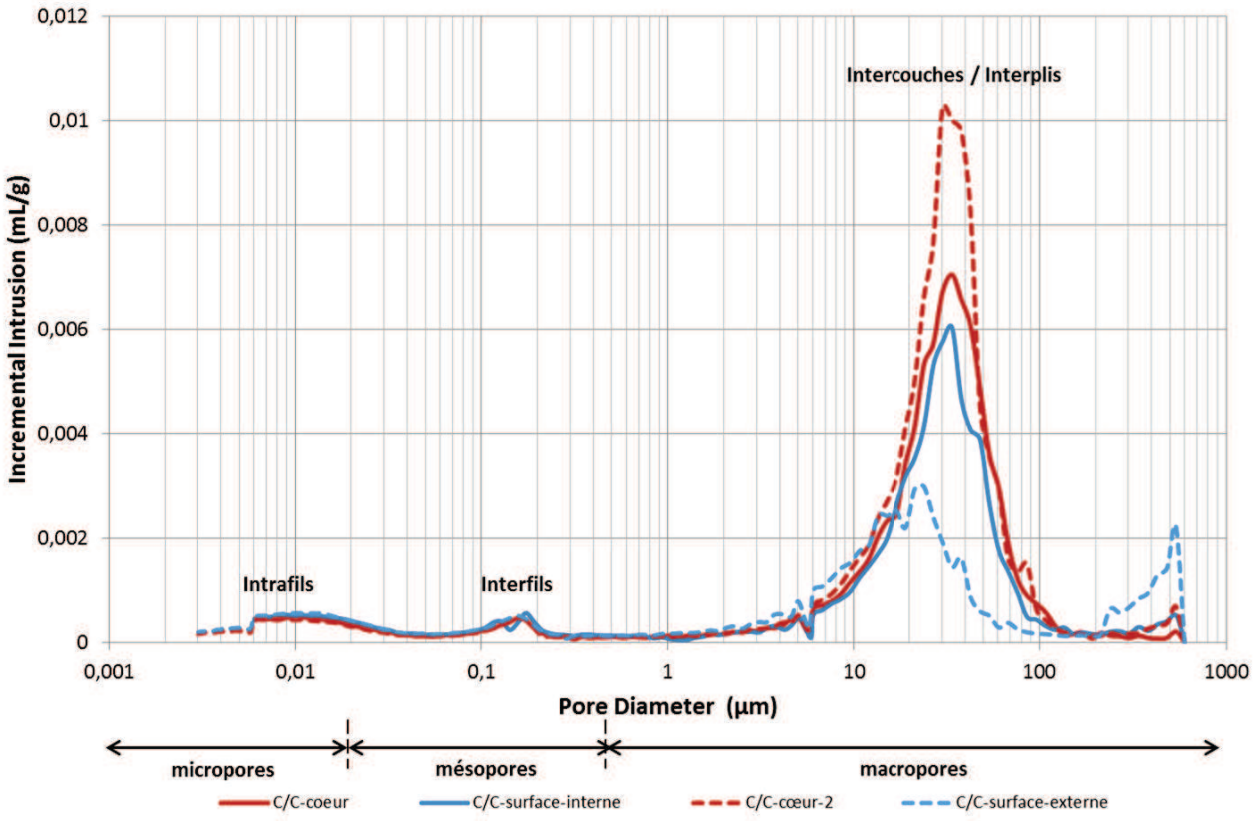

FIGURE 1.3 – Etude par porosimétrie mercure des familles de porosités présentes dans le matériau en fonction de la zone d'étude.

1.1.2 Echelle mésoscopique : les fils et leur agencement

Cette échelle est formée par les fils, elle correspond à l'architecture du matériau. Les couches, plis, fils de plis et fils d'aiguilletage peuvent y être distingués. La taille caractéristique est de 100 μm, ordre de grandeur du diamètre d'un fil.

Les couches et les plis

- Structure et constituants : Le composite C/C est formé d'un empilement de couches. Ces couches sont constituées de trois plis unidirectionnels, eux-mêmes composés de fils de plis orientés préférentiellement à 0°, +60° ou -60°. Les dimensions de ces constituants ont été caractérisées pour chacun d'entre-eux par la réalisation de 50 mesures effectuées sur des images de tomographies X. L'épaisseur moyenne d'une couche est de 1300 μm ($\pm$100 μm), celle d'un pli est de 400 μm ($\pm$ 40 μm). Le diamètre moyen d'un fil de pli est de 400 μm ($\pm$ 35 μm). Cette dernière valeur est cohérente avec le fait que les fils de plis forment les plis et ont, par conséquent, des épaisseurs équivalentes. Il est à noter que l'épaisseur moyenne d'une couche est plus élevée que celle de trois plis. Ceci peut être expliqué par la présence des porosités entre les plis.

- Empilement des plis : L'empilement des plis est réalisé de manière à les positionner dans les mêmes proportions selon trois orientations caractéristiques (0°, +60° ou -60°). Pour cela, ces directions sont alternées selon le motif d'empilement présenté en figure 1.4. Un pli orienté à 0° est positionné régulièrement entre deux plis à +60° ou -60°. Ces plis sont quant à eux placés de manière successive selon les séquences [+60°/-60°] et [-60°/+60°].

- Orientations réelles des plis : La réalisation des préformes fibreuses implique l'empilement de plis unidirectionnels orientés à 0°, +60° et -60°. Lors de leur fabrication, ces orientations peuvent s'éloigner de leurs valeurs théoriques. Plusieurs causes peuvent en être à l'origine : précision des machines, effet de la densification, impact du procédé d'aiguilletage, ... Dans le plan XY, l'étude d'images de tomographies du matériau permet de mettre en exergue l'ondulation des fils de plis autour des fils d'aiguilletage. En effet, l'arrachement des fils d'aiguilletage à partir des plis, puis leur transfert selon la direction Z, provoque un contournement nécessaire de ces fils par les fils de plis (figure 1.5-A). Dans le plan XZ, un phénomène d'embuvage, c'est-à-dire d'ondulation des plis dans leur plan d'empilement, est perceptible. Il est dû à la souplesse de la préforme qui peut se mouvoir lors de la densification avant de se figer lorsqu'elle atteint un niveau seuil de dépôt (figure 1.5-B). Ces phénomènes ont pour conséquence un agencement des plis selon une distribution d'orientations et non pas selon une orientation uniforme théorique. La figure 1.6 présente le cas d'un empilement de trois plis orientés successivement selon la séquence : +60°/-60°/0°. Leurs orientations réelles ont été calculées sur chacune des slices des plans XY et XZ de la tomographie correspondante. Ceci a été effectué en ayant recours à la méthode du tenseur de structure dont le principe est présenté en Annexe B. Des écarts moyens entre 5° à 10° avec les orientations théoriques des plis sont observables avec des écarts-types conséquents sur les orientations réelles allant jusqu'à 70°.

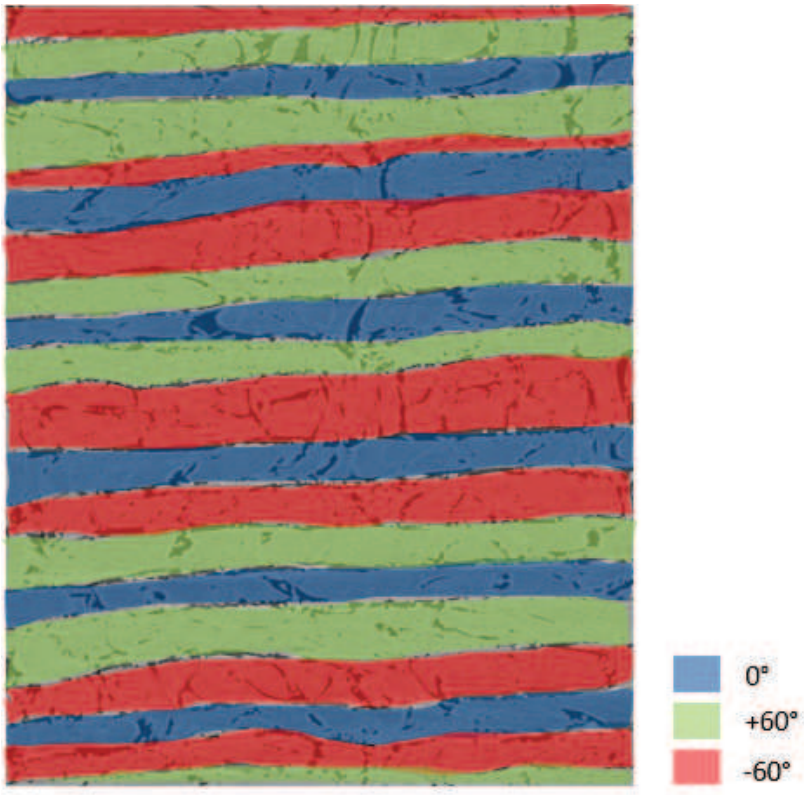

FIGURE 1.4 – Motif d'empilement des plis formant le composite C/C.

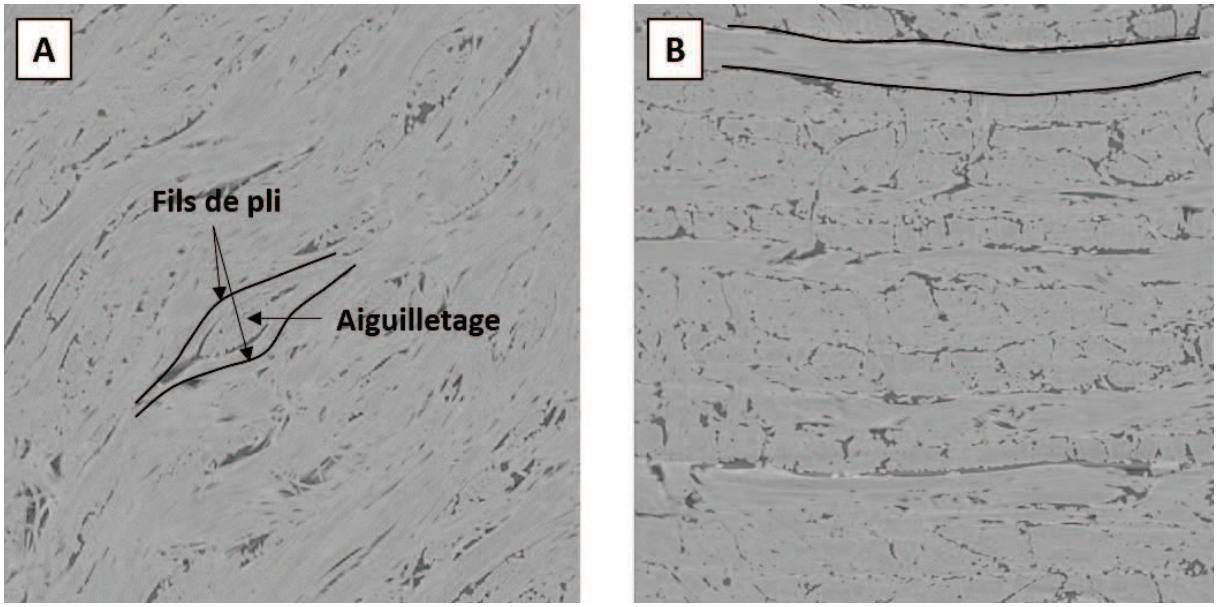

FIGURE 1.5 – Images de tomographie X du composite d'étude (résolution : 12 μm/pixel). A : Plan XY : ondulation des fils de plis autour des fils d'aiguilletage. B : Embuvage des plis.

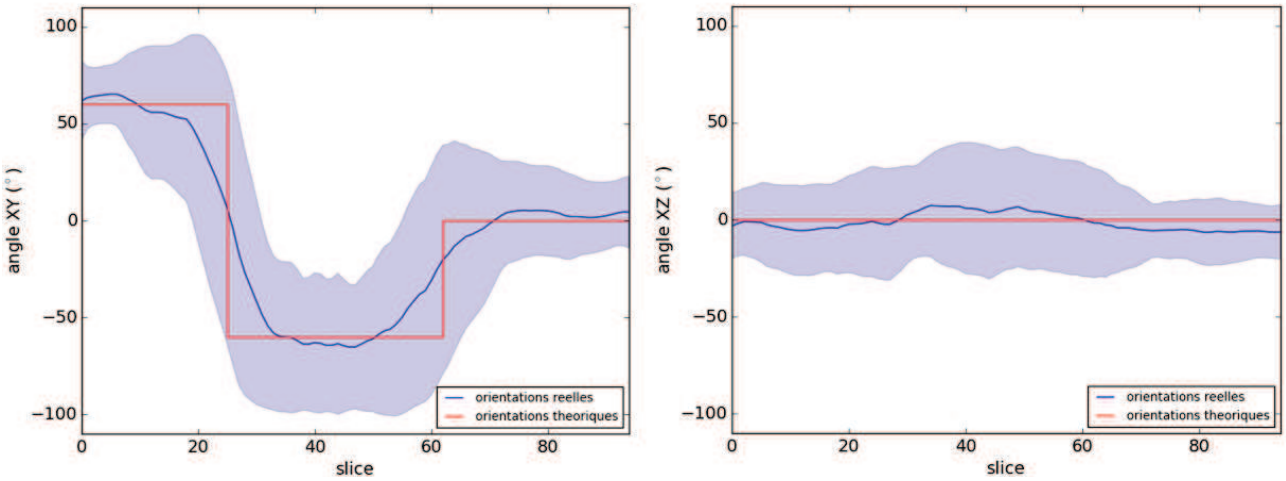

FIGURE 1.6 – Séquence d'empilement de trois plis du composite C/C. Comparaison des orientations réelles et théoriques des plis dans les plans XY et XZ.

Le réseau d'aiguilletage

- Fonction et méthode d'élaboration : Les aiguilletages sont un ensemble de fils de plis transférés selon la direction Z de façon partielle ou totale. Leur fonction est le maintien des couches entre elles afin qu'elles résistent à des sollicitations de cisaillement interlaminaire. Ils jouent notamment un rôle primordial lors du freinage notamment d'un point de vue tribologique [Champagne, 2013]. Ces fils représentent un faible taux volumique dans le matériau. Ils sont obtenus en plusieurs étapes lors de la réalisation de la préforme fibreuse. Tout d'abord, deux couches sont superposées puis aiguilletées afin qu'elles soient solidaires l'une de l'autre. Ensuite, les couches suivantes sont superposées à cet assemblage puis aiguilletées à leur tour (figure 1.7). L'ensemble de ces étapes aboutit à la formation d'un réseau de fils d'aiguilletage.

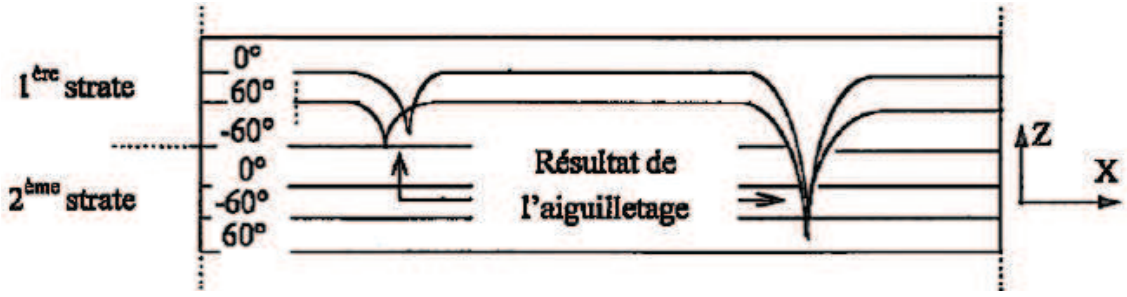

FIGURE 1.7 – Principe du procédé d'aiguilletage [Tallaron, 1996].

- Morphologie : Lors du procédé d'aiguilletage, des parties de fils de plis sont arrachées afin de les orienter selon l'axe Z du matériau sur des longueurs variables. Ces fils d'aiguilletage initialement rigides dans les plis deviennent souples suite à leur arrachement. De ce fait, leur morphologie est gouvernée par la présence de fils tendus dans les plis qu'ils traversent. Ceci a pour conséquence une adéquation entre l'orientation préférentielle du pli traversé et l'orientation de la section de l'aiguilletage correspondante. En coeur de pli, l'aiguilletage a une section

ellipsoïdale, son grand axe est orienté selon l'orientation du pli correspondant. Cette orientation étant quasi-constante, ces parties d'aiguilletage sont nommées zones droites. Entre deux plis distincts, le changement d'orientation d'un angle de 60° a pour effet la présence d'une étape de transition, nommée zone "twistée". Durant cette étape, l'ellipse tend vers une forme circulaire avant que celle-ci ne reprenne sa forme initiale dans le pli suivant avec une orientation décalée d'un angle de 60° (figure 1.8-A). En cas de présence de porosité, cette zone peut être accentuée. L'ensemble de ces changements de sections aboutit à une morphologie d'aiguilletage de type ellipsoïdale twistée (figure 1.8-B). La figure 1.9 présente l'orientation et la circularité moyennes des fils d'aiguilletage par slice XY d'une tomographie X réalisée sur le composite C/C. Le caractère aléatoire des zones droites et twistées fait qu'elles sont difficilement repérables de façon précise sur ce graphe. Il est cependant possible de conjecturer qu'un critère pour les repérer serait que les zones droites auraient pour caractéristiques une orientation plus constante et une circularité plus faible que les zones twistées. L'application de ce critère donne une indication de leur position, néanmoins celle-ci reste trop imprécise pour pouvoir localiser nettement ces zones.

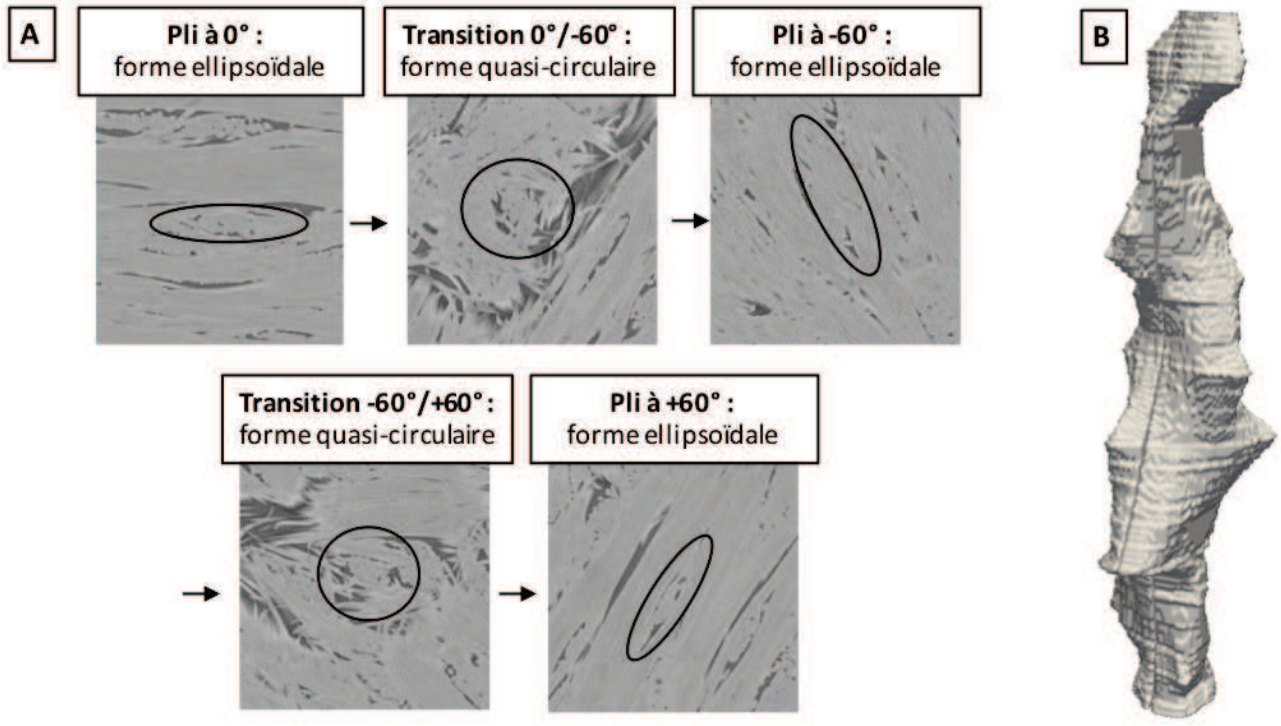

FIGURE 1.8 – Morphologie d'un fil d'aiguilletage. A : Evolution de la section au cours du transfert entre les plis. B : Morphologie obtenue par labélisation manuelle d'un aiguilletage issu de tomographie X à 12 μm/pixel sous Avizo.

La verticalité des fils d'aiguilletage est conditionnée par l'historique des orientations de plis traversées, mais également par l'assemblage des couches lors de la réalisation de la préforme fibreuse. Par exemple, un léger glissement des couches entre-elles lors de l'aiguilletage peut aboutir à un fil en forme de S (figure 1.10-A). Diverses caractérisations sur tomographies X et micrographies ont permis l'obtention de données morphologiques moyennes de ces entités. La hauteur moyenne d'un fil d'aiguilletage est de six plis. Sa section ellipsoïdale présente un grand axe d'une taille de 400 μm et un petit axe de 100 μm, ce qui équivaut en terme d'aire à un disque de diamètre de 200 μm. Lors du transfert d'un fil de pli selon la direction Z, une zone intermédiaire courbée est présente entre l'orientation horizontale du fil de pli et celle verticale

du fil d'aiguilletage. Cette zone nommée pied d'aiguilletage s'étend en moyenne sur 300 μm (figure 1.10-B).

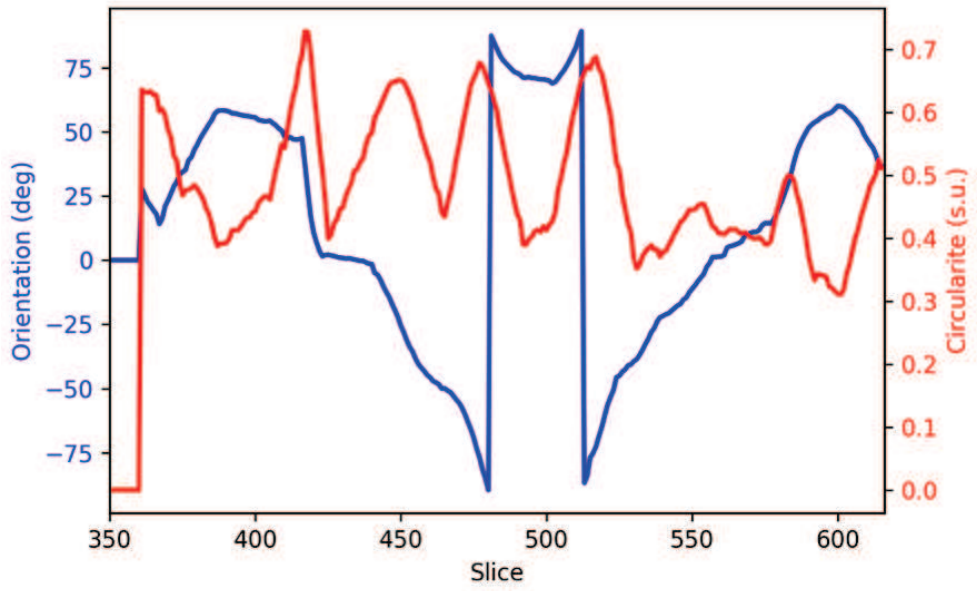

FIGURE 1.9 – Orientation et circularité par slice XY de tomographie d'une section de fil d'aiguilletage (1 slice = 12 μm d'épaisseur).

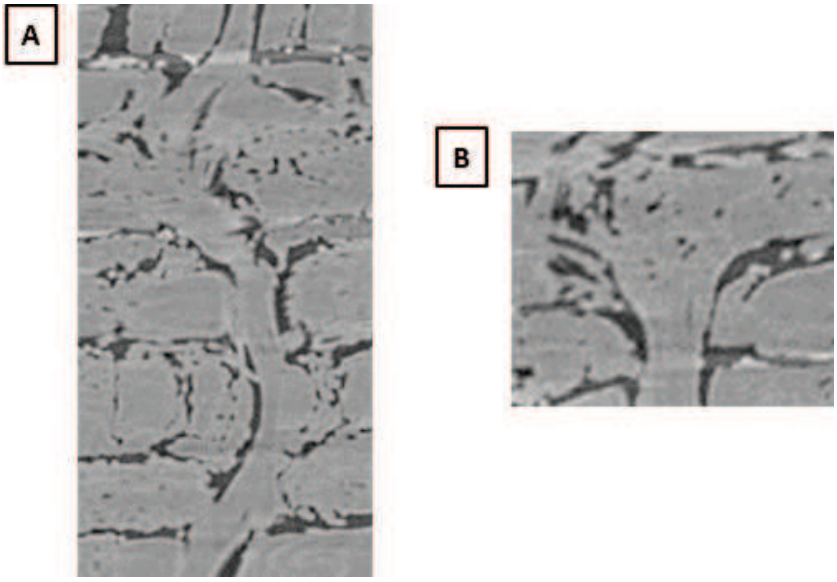

FIGURE 1.10 – Tomographie X (résolution : 12 μm/pixel). A : Morphologie d'aiguilletage en forme de S. B : Pied d'aiguilletage.

- Arrangement spatial : Le positionnement des fils d'aiguilletage est conditionné par celui des aiguilles présentes sur la matrice utilisée par ce procédé durant la réalisation de la préforme fibreuse. Celles-ci étant positionnées en quinconces, l'arrangement des aiguilletages dans le plan XY suit également le motif. Selon l'axe Z, cet arrangement est également réalisé en quinconces. Les étapes successives d'aiguilletages effectuées durant la fabrication de la préforme fibreuse

ont pour conséquence des superpositions entre ces fils. Elles impactent directement le taux surfacique moyen d'aiguilletage. Il diminue pour une faible quantité de fils superposés et augmente en cas de grande concentration (figure 1.11).

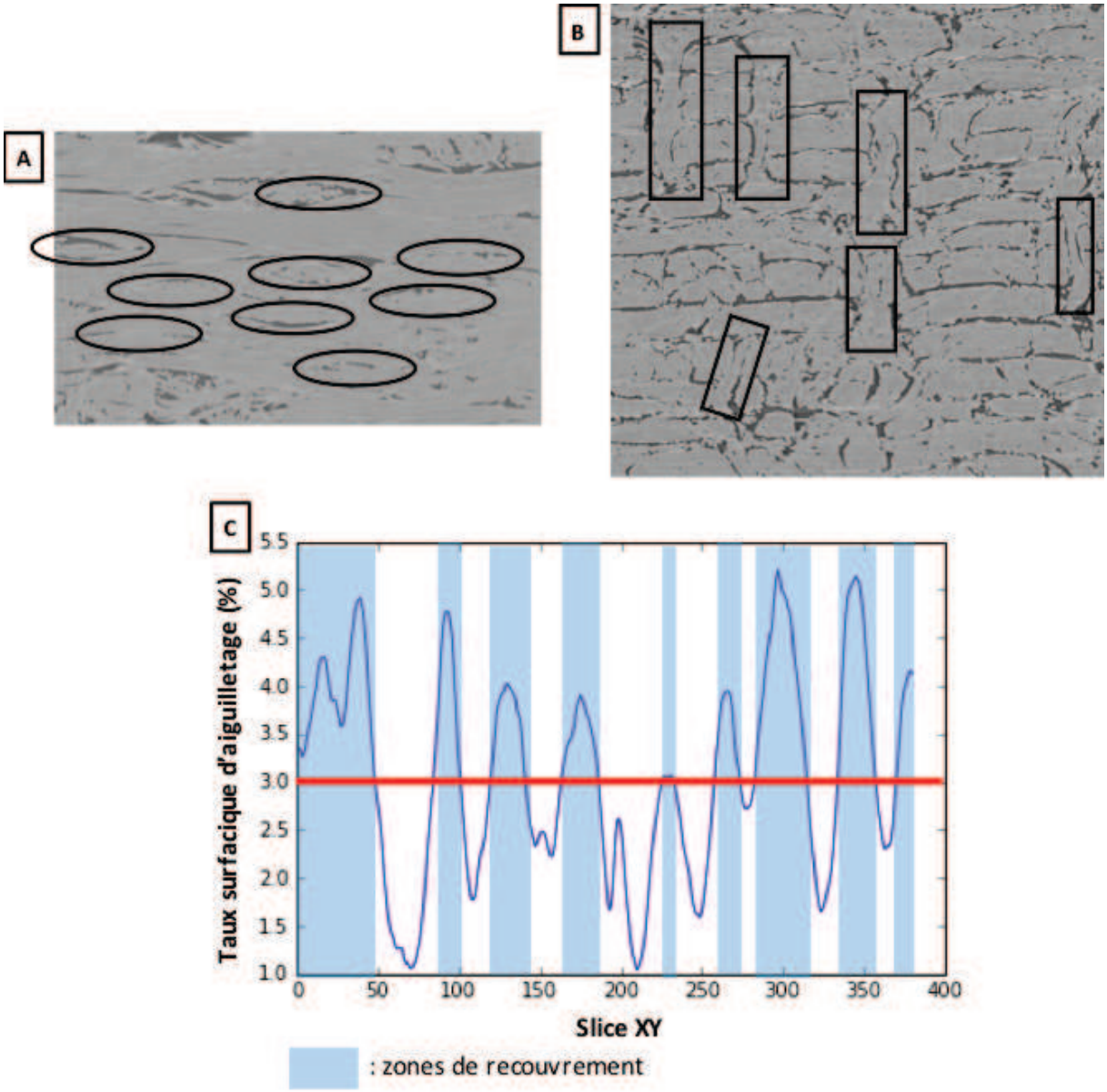

FIGURE 1.11 – Arrangement spatial des fils d'aiguilletage dans les plans XY et XZ sur images de tomographies X (résolution : 12 μm/pixel).

Porosités et fissures mésoscopiques

Plusieurs familles de porosités et fissures sont distinguables à l'échelle mésoscopique, elles se situent entre les plis et les fils. Leurs causes sont multiples. Concernant la présence de porosités, une première explication est la densification incomplète de la préforme fibreuse lors du procédé CVI. Une seconde est l'existence de grandes zones vides dans la préforme : embuvage des plis, autour des fils d'aiguilletages, ..., qui sont par conséquent difficiles à combler complètement par le dépôt de matrice. L'apparition de fissures est quant à elle liée au développement des

contraintes résiduelles induites par la densification lors du refroidissement des pièces produites.

- Porosités et fissures interplis : Ces entités sont situées entre deux plis. Les porosités sont essentiellement causées par la présence de grandes zones de vides entre ces entités lors de la réalisation de la préforme fibreuse et que le dépôt de matrice ne comble pas totalement. La fissuration est quant à elle provoquée lors du refroidissement du matériau après infiltration. En effet, lors de cette étape les différences de coefficients de dilatations entre les fils d'orientations différentes provoquent l'apparition de contraintes résiduelles à leurs interfaces. Un visuel de leur morphologie est présenté en figure 1.12. L'interface entre plis est contrôlée par la matrice, la porosité y est très forte, laissant penser que sa résistance est faible dans le sens normal ainsi qu'en cisaillement. Cependant elle est grandement renforcée par l'aiguilletage. L'ouverture normale des porosités a une valeur moyenne de 19 μm, celle des fissures est de 4 μm. La caractérisation des interfaces permet d'observer des endommagements ayant pour attributs de fortes rugosités ainsi que la présence de débris de matrice de pyrocarbone (figure 1.14-B).

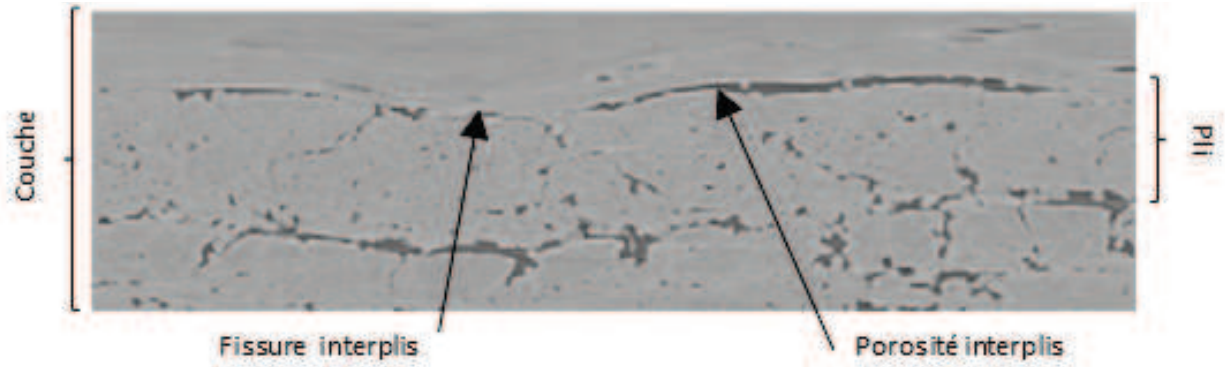

FIGURE 1.12 – Porosités et fissures interplis présents dans le composite C/C.

- Porosités et fissures interfils : Localisée entre deux fils, cette famille possède deux variantes : entre deux fils de plis, ou entre un fil de pli et un fil d'aiguilletage (figure 1.13). Elles sont essentiellement causées par la relaxation des contraintes résiduelles du matériau induites par le procédé CVI. Celles-ci viennent fissurer les gaines de matrices entourant les fils dont les orientations diffèrent localement. Des zones plus larges de porosités sont également présentes, notamment autour des aiguilletages (figure 1.14-A). Elles sont liées à leurs formes tortueuses qui ne sont pas comblées totalement par le dépôt de matrice. Ces porosités ont une ouverture normale moyenne de 19 μm, celle des fissures entre fils de pli et aiguilletage est de 3 μm, celle entre fils de plis est de 2 μm. Les interfaces sont de type matrice/matrice. Elles sont essentiellement gouvernées par l'aiguilletage comme dans le cas des endommagements interplis. De fortes rugosités ainsi que la présence de débris de matrice de pyrocarbone y sont également observables.

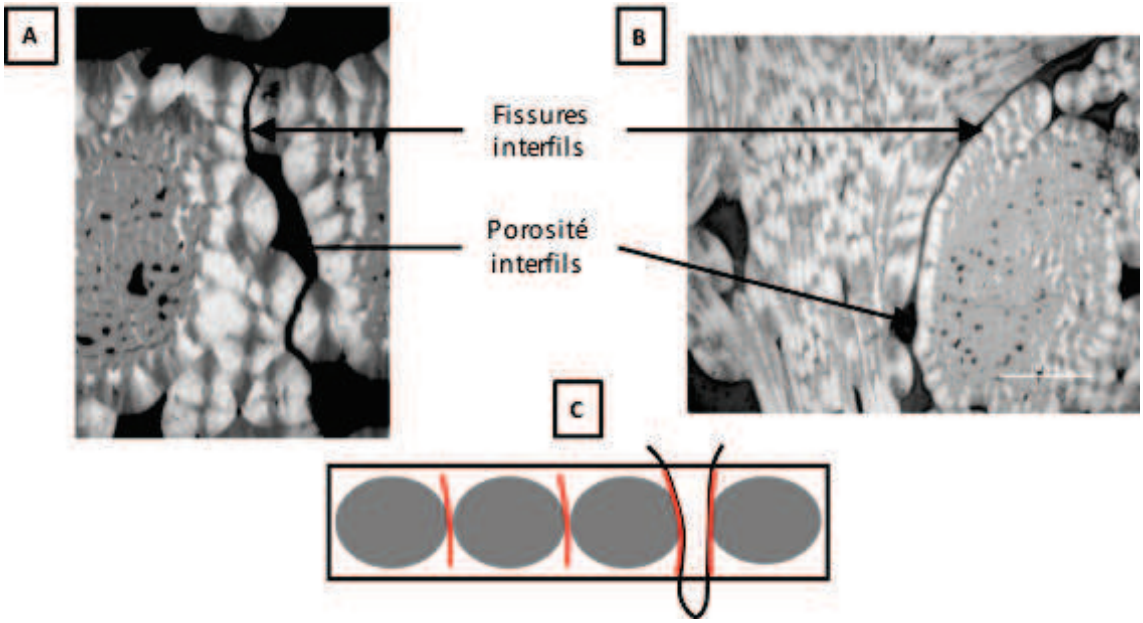

FIGURE 1.13 – Porosités et fissures interfils présents dans le composite C/C. A : Entre deux fils de plis. B : Entre un fil de pli et un fil d'aiguilletage. C : Schématisation de la localisation des endommagements interfils au sein d'un pli du composite C/C.

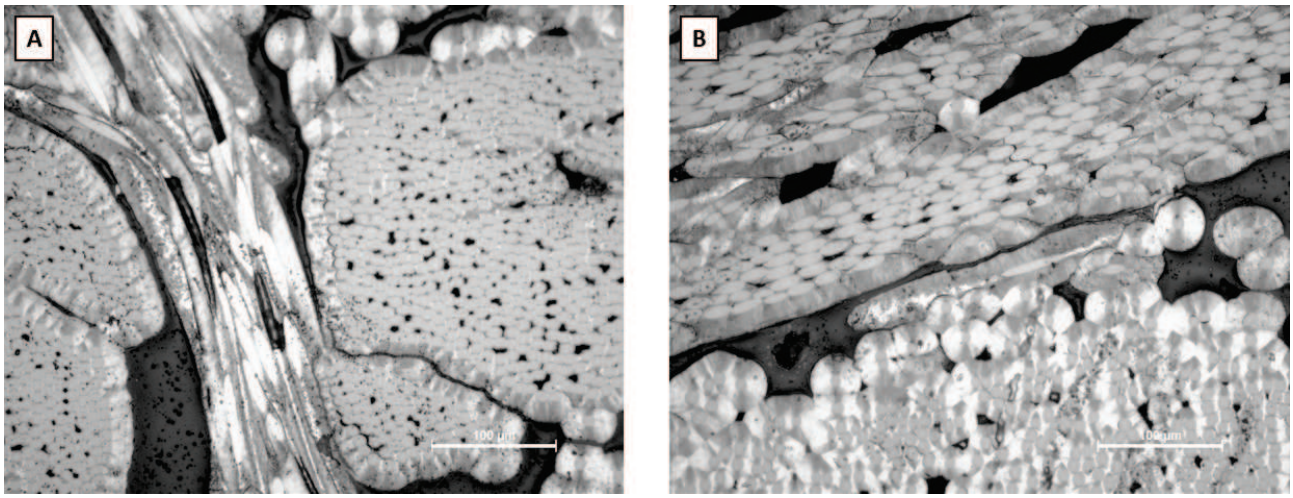

FIGURE 1.14 – Porosités et fissures présents dans le composite à l'échelle mésoscopique A : Endommagements interfils autour d'un fil d'aiguilletage. B : Détail de la morphologie d'une interface interplis.

1.1.3 Echelle microscopique : les constituants élémentaires

Cette échelle correspond à celle des constituants élémentaires : fibres et matrice qui composent les fils. La taille caractéristique de cette échelle est de 10 μm, soit un diamètre de fibre.

Fibre de carbone

Le renfort de composite C/C étudié est composé de fibres ex-PAN. Plusieurs nuances de ces fibres, basées sur des températures de carbonisation différentes lors de leur élaboration, ont été caractérisées pendant la thèse. Ces fibres ont un section circulaire de 10 μm en moyenne, elles sont fabriquées sous forme de câbles pouvant s'étendre sur des centaines de mètres. Un fil de pli est composé de paquets de fibres de carbone de ce type (figure 1.15).

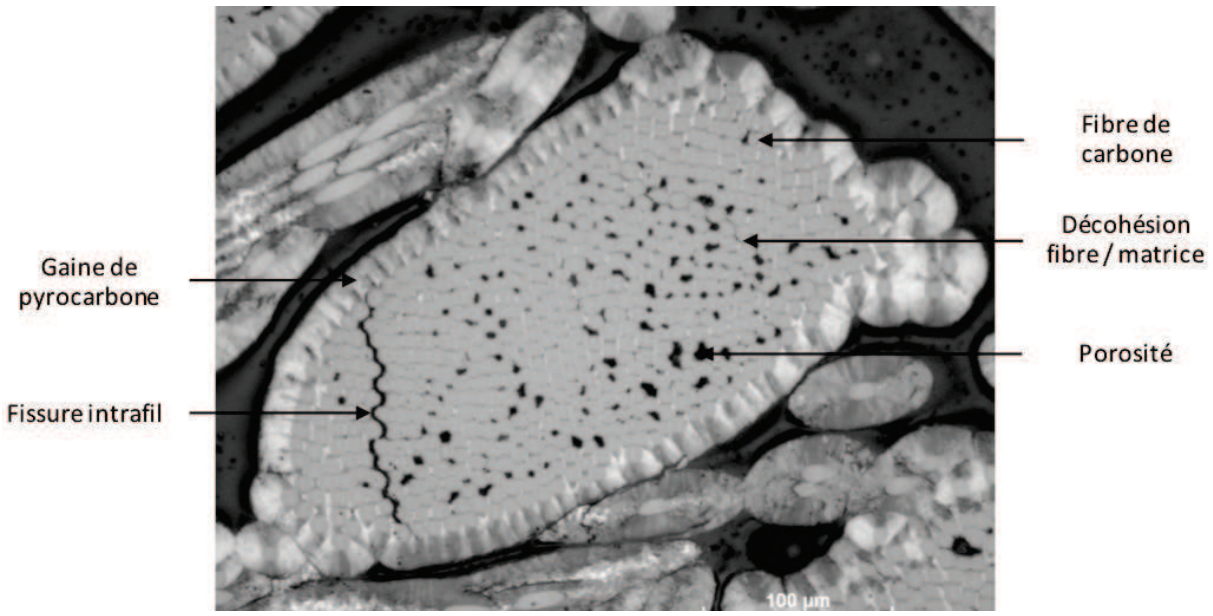

FIGURE 1.15 – Micrographie d'un fil de pli (résolution : 0.5 μm/pixel). Détail sur l'architecture et les endommagements intrafils.

Matrice de pyrocarbone

Le composite C/C est formé de matrice de pyrocarbone infiltrée par le biais du procédé CVI au sein des fils entre les fibres de carbone. Ce dépôt entraîne également la présence de gaines de pyrocarbone d'une largeur moyenne de 15 μm autour des fils (figure 1.15). La quantité de dépôt est conditionnée par des phénomènes de percolation évoqués précédemment.

Endommagements microscopiques

Deux familles d'endommagements sont observables à l'échelle microscopique. Il s'agit des fissures intrafils et des décohésions fibre/matrice. Elles sont provoquées par une densification incomplète de lors du procédé CVI ainsi que par la relaxation des contraintes résiduelles apparues lors du refroidissement du matériau.

- Endommagements intrafils : Le procédé de densification ne permet pas une infiltration complète de toutes les zones des préformes fibreuses et par conséquent de l'intérieur des fils. Ceci a pour conséquence la présence de porosités intrafils quasi-circulaires, d'un diamètre moyen d'environ 4 μm. De plus, le refroidissement du matériau après infiltration induit l'apparition de contraintes résiduelles au sein des fils, entraînant la fissuration intrafils de la matrice dont le chemin est notamment guidé par la présence des fibres de carbone et des porosités intrafils (figure 1.15). Leur ouverture normale a pour valeur moyenne 0.5 μm. L'analyse des interfaces permet d'observer de fortes rugosités ainsi que la présence de débris de matrice de pyrocarbone, identiques à celles présentes à l'échelle mésoscopique.

- Décohésions fibre/matrice : Dans un fil, les fibres sont alignées selon une même orientation préférentielle. Etant entourées de matrice suite à leur densification, des interfaces fibre/matrice sont présentes. Les différences de coefficients de dilatation entre fibres et matrice induit l'apparition de contraintes à l'interface fibre/matrice. Ces contraintes vont être relaxées par la rupture locale de cette interface, induisant l'apparition de décohésions dans les fils (figure 1.15). Leur caractérisation morphologique permet de quantifier une ouverture normale moyenne de 0.5 μm.

Composition des fils de plis et d'aiguilletage

- Méthode d'analyse de la composition : La caractérisation morphologique des fils de plis et d'aiguilletage passe par l'étude de leurs taux de constituants. Pour cela, des analyses ont été réalisées sur des images de micrographies permettant la distinction de ces phases (figure 1.16). Pour chacune d'entre-elle, la première étape a été l'isolement du fil de pli ou d'aiguilletage à étudier en supprimant son contour. Ensuite, la segmentation par niveaux des fibres et de la porosité a été réalisée, permettant de calculer les taux de constituants correspondants ainsi que d'en déduire celui correspondant à la matrice. L'ensemble des taux de constituants est alors connu pour le fil étudié (figure 1.17).

- Taux de constituants par type de fil : La méthode présentée au paragraphe précédent a été appliquée sur 50 fils de plis et 50 fils d'aiguilletage. Elle a permis d'aboutir à l'obtention des taux de constituants présentés dans le tableau 1.1. Elle permet de constater une faible dispersion de ces taux au sein d'un même type de fil. Néanmoins, des écarts non-négligeables de taux de constituants sont notables entre fils de plis et fils d'aiguilletage : les fils de plis comportent deux fois plus de fibres que ces derniers. L'explication de ce phénomène repose sur le procédé d'aiguilletage en lui-même. Les fils d'aiguilletage sont obtenus par arrachement total ou partiel des fils de plis. Etant souples lors de leur transfert dans la direction Z, ils peuvent foisonner au sein de l'espace qui leur est accordé entre les fils de plis. Par conséquent, les fibres de carbone composant les fils d'aiguilletage sont plus dispersées que celles formant les fils de plis. Une quantité plus importante de matrice peut se déposer, induisant un taux de fibres plus faible que dans le cas des fils de plis.

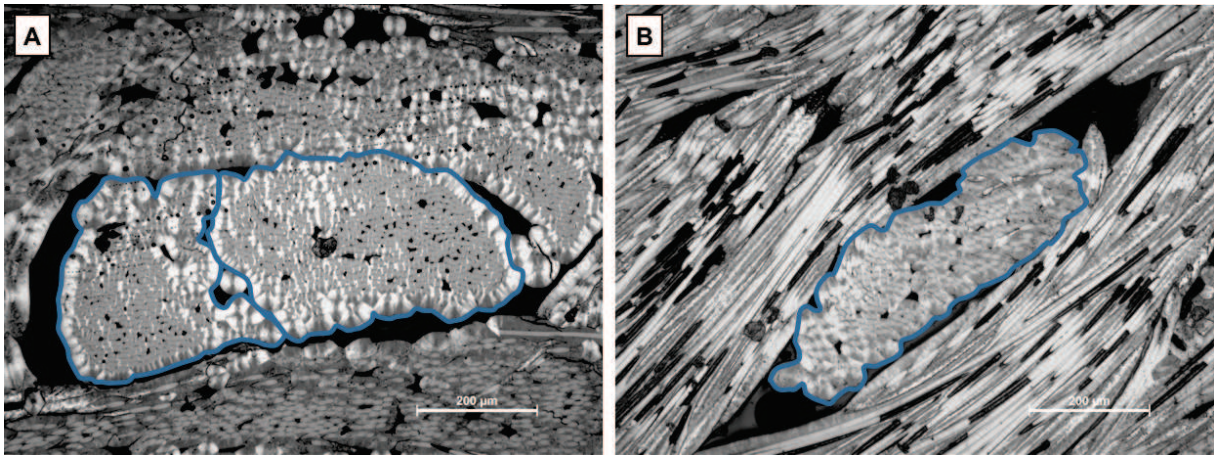

FIGURE 1.16 – Familles de fils représentées sur images de micrographies (résolution : 0.5 μm/pixel). A : Fils de plis (en bleu). B : Fil d'aiguilletage (en bleu).

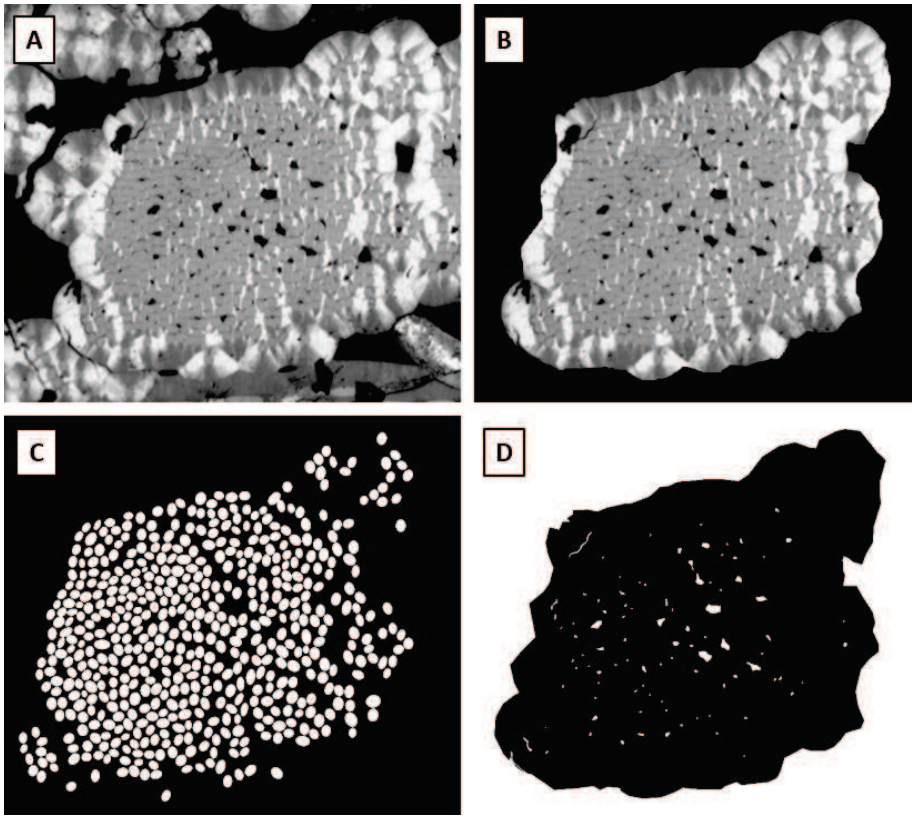

FIGURE 1.17 – Méthode de calcul des taux de constituants des fils de plis et d'aiguilletage. A : Image de micrographie d'un fil de pli servant de base à la segmentation des constituants élémentaires (résolution : 0.5 μm/pixel). B : Isolement du fil à traiter. C : Masque des fibres. D : Masque des porosités/fissures microscopiques.

	Fil de pli	Fil d'aiguilletage
Taux de fibre (%)	41 ± 3,0	20 ± 1,4
Taux de matrice (%)	58 ± 3,0	79 ± 1,6
Taux de porosité (%)	1 ± 0,5	1 ± 0,2

TABLE 1.1 – Taux de constituants des fils de plis et d'aiguilletage obtenus par l'analyse de 50 micrographies par type de fil.

1.2 Caractérisation thermomécanique du composite C/C

1.2.1 Propriétés thermomécaniques du composite C/C

Diverses campagnes de caractérisations des propriétés thermomécaniques du composite C/C ont été réalisées par Safran Landing Systems (SLS) et complétées au cours de ces travaux. Elles s'attachent à mesurer les modules de Young et de cisaillement, les coefficients de Poisson ainsi que les coefficients de dilatation spécifique dans le plan XY et selon l'axe Z. Les modules de Young, de cisaillement et les coefficients de Poisson sont issus de différentes campagnes de caractérisations menées par Safran Landing Systems sur des pions cylindriques de diamètre 12.7 mm et de hauteur 20 mm prélevés en coeur de disque. Les coefficients de dilatations spécifiques ont été caractérisés par Safran Landing Systems ainsi qu'au cours de ces travaux par le biais d'essais TMA (Thermo-Mechanical Analysis) présentés en figure 1.18. Pour ces propriétés, les données caractérisées par Safran Landing Systems ont été mesurées sur des pions cylindriques de diamètre 10 mm et de hauteur 20 mm prélevés en coeur de disque. Pour celles obtenues au LCTS, des cubes de 5 mm de côté ont été utilisés. Il est à noter que dans le plan XY aucune direction préférentielle n'est préalablement choisie pour la réalisation des essais. L'ensemble de ces propriétés sera utilisé dans la suite de cette étude en tant que données de validation des modèles développés.

Modules de Young

E_{XY} (GPa) / Température (°C)	SLS 1 (6 échantillons)	SLS 2 (9 échantillons)
25	23 ± 4.9	27 ± 5.5
500	25 ± 6.2	34 ± 6.9
1000	26 ± 9.1	36 ± 8.7
1250	28 ± 10.2	35 ± 10.4
1500	29 ± 10.6	33 ± 11.2

TABLE 1.2 – Modules de Young XY en traction du matériau étudié en fonction de la température.

E_Z (GPa) / Température (°C)	SLS 1 (6 échant.)	SLS 2 (10 échant.)	SLS 3 (4 échant.)
25	2.6 ± 1.1	2.0 ± 1.2	2.5 ± 1.5
500	2.9 ± 1.3	2.3 ± 1.4	2.9 ± 1.7
1000	4.0 ± 1.6	3.0 ± 1.8	3.0 ± 1.8
1250	3.6 ± 3.9	4.5 ± 2.7	2.8 ± 1.7
1500	2.6 ± 4.2	5.0 ± 3.0	2.7 ± 1.6

TABLE 1.3 – Modules de Young Z en compression du matériau étudié en fonction de la température.

Pour cette grandeur, cinq campagnes de caractérisations ont été menées en température : deux sollicitants le plan XY du composite C/C comprenant au total 15 échantillons, trois selon son axe Z impliquant 20 échantillons. Dans le plan XY, le module de Young est relativement

stable malgré l'augmentation de température. Les écarts-types obtenus sont élevés. Une explication est que le volume des échantillons utilisé est inférieur au VER de matériau (Volume Elémentaire Représentatif). Par conséquent, ses propriétés sont dépendantes de sa localisation. Lors des caractérisations, aucune direction particulière n'est retenue dans ce plan pour la réalisation des mesures alors que certaines orientations sont plus renforcées que d'autres dans la préforme fibreuse : 0°/+60°/-60°. Selon l'axe Z, les propriétés sont plus faibles que dans le plan XY. Ceci concorde avec le fait que seulement les fils d'aiguilletage sont orientés selon cet axe. Comme dans le cas précédent, des écarts-types conséquents sont notables sur les valeurs mesurées indiquant une forte variabilité intrinsèque au matériau.

Modules de cisaillement

Module de cisaillement (SLS)	GPa
G_{XY} (15 échantillons)	9.0
G_{XZ} (5 échantillons)	1.5
G_{YZ} (5 échantillons)	1.5

TABLE 1.4 – Modules de cisaillement du matériau étudié à 25°C.

Pour cette propriété, seules des données à température ambiante sont disponibles. Elles ont été mesurées lors d'une campagne de caractérisation comprenant 15 échantillons pour le plan XY et 5 échantillons pour ceux sollicitant les plans XZ et YZ. Pour ces derniers, les valeurs sont homogènes. Dans le plan XY, le module est plus élevé.

Coefficients de Poisson

Coefficient de Poisson (SLS)	s.u.
ν_{XY} (15 échantillons)	0.20
ν_{XZ} (5 échantillons)	0.25
ν_{YZ} (5 échantillons)	0.25

TABLE 1.5 – Coefficients de Poisson du matériau étudié à 25°C.

Pour cette grandeur, les conditions d'essais sont similaires au cas précédent. Les valeurs mesurées sont quasi-isotropes. Elles sont équivalentes dans les plans XZ et YZ. Dans le plan XY, le coefficient de Poisson est légèrement inférieur aux cas précédents.

Coefficients de dilatation spécifique

Pour ces propriétés, deux campagnes de caractérisation ont été menées dans le plan XY permettant la réalisation de mesures sur 7 échantillons au total. De même, deux campagnes ont été effectuées selon l'axe Z permettant de caractériser 9 échantillons. Une forte dépendance à la température de ces grandeurs est notable. Les valeurs obtenues au LCTS sont cohérentes avec celles fournies par Safran Landing Systems. De plus la courbe présentée en figure 1.18 indique une homogénéité des coefficients de dilatation spécifiques entre les axes X et Y du matériau. Des écarts-types conséquents indiquent une forte variabilité intrinsèque du matériau. Dans le plan XY, en regard des observations menées sur le graphe 1.19, celle-ci doit être liée au plan

de prélèvement des échantillons caractérisés et non à la direction de sollicitation.

dl/l_{XY} (%) / Température (°C)	SLS (3 échantillons)	LCTS (4 échantillons)
500	0.04 ± 0.01	0.02 ± 0.01
1000	0.13 ± 0.04	0.08 ± 0.03
1250	0.19 ± 0.06	-
1500	0.24 ± 0.07	-

TABLE 1.6 – Coefficients de dilatation spécifique XY du matériau étudié en fonction de la température.

dl/l_Z (%) / Température (°C)	SLS (7 échantillons)	LCTS (2 échantillons)
500	0.12 ± 0.04	0.11 ± 0.02
1000	0.25 ± 0.07	0.25 ± 0.04
1250	0.31 ± 0.09	-
1500	0.37 ± 0.11	-

TABLE 1.7 – Coefficients de dilatation spécifique Z du matériau étudié en fonction de la température.

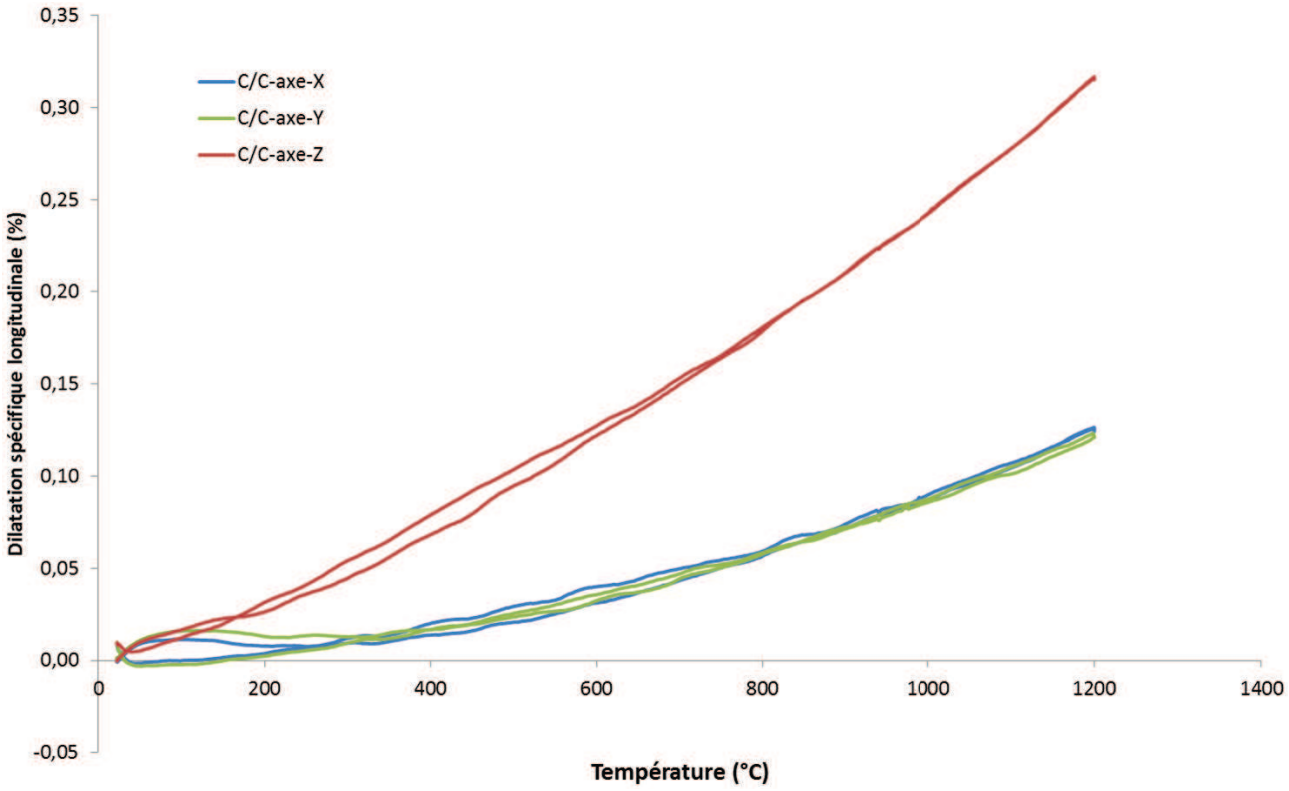

FIGURE 1.18 – Mesure de la dilatation spécifique du composite C/C selon les axes X, Y et Z par analyse TMA.

1.2.2 Propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires

La caractérisation thermomécanique des constituants élémentaires a pour but de fournir des données d'entrée aux modèles développés. Pour cela, les fibres de carbone et la matrice de pyrocarbone formant le composite C/C ont été étudiés. Leur module de Young longitudinal ainsi que leurs dilatations spécifiques longitudinale et transverse ont été mesurés sur une plage allant de la température ambiante et jusqu'à 1500°C. Les fibres de carbone étant des monofilaments, la méthode identifiée comme la plus adaptée pour les caractériser est le recours à un banc de mesure thermomécanique monofilamentaire disponible au laboratoire [Grandclaudon, 2006]. Concernant la matrice de pyrocarbone, ce constituant ne pouvant être déposé qu'en présence d'un substrat carboné, des dépôts de matrice seront effectués sur des fibres de carbone unitaires. L'ensemble sera alors caractérisé thermomécaniquement, la connaissance des propriétés de la fibre utilisée permettra alors le calcul des valeurs associées à la matrice de pyrocarbone. Le principe de fonctionnement ainsi que les performances de ce banc sont détaillés en Annexe A.

Caractérisation thermomécanique des fibres de carbone

- Méthode :

La caractérisation des fibres de carbone a été réalisée sur trois nuances de fibres ex-PAN utilisées chez Safran Landing Systems pour la réalisation de composite C/C. La nuance A a été soumis à un traitement thermique à 1600°C, pour les nuances B et C il a été réalisé à 2200.

Pour chacun de ces types de fibres les grandeurs E_l, α_l, α_t ont été mesurées à différentes températures selon la matrice d'essais présentée en figure 1.19. Les résultats des mesures du module de Young et des coefficients de dilatation longitudinaux et transverses sont présentés dans les paragraphes suivants. Concernant les modules de Young, cinq mesures ont été effectuées par température. Concernant les coefficients de dilatation, cinq mesures ont été réalisées sur la plage complète de températures. Afin de ne pas introduire de biais dans les mesures effectuées, une nouvelle fibre est utilisée pour chaque essai.

Nuance A	25°C	200°C	400°C	600°C	800°C	1000°C	1200°C	1400°C	1600°C
E (GPa)	X				X	X	X	X	X
$\alpha_{longitudinal}$ (10^{-6} °C^{-1})	X	—	—	—	—	—	—	—	X
$\alpha_{transverse}$ (10^{-6} °C^{-1})	X	—	—	—	—	—	—	—	X

Nuance B	25°C	200°C	400°C	600°C	800°C	1000°C	1200°C	1400°C	1600°C	1800°C	2000°C	2200°C
E (GPa)	X				X	X	X	X	X	X	X	X
$\alpha_{longitudinal}$ (10^{-6} °C^{-1})	X	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	X
$\alpha_{transverse}$ (10^{-6} °C^{-1})	X	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	X

Nuance C	25°C	200°C	400°C	600°C	800°C	1000°C	1200°C	1400°C	1500°C	1600°C	1800°C	2000°C
E (GPa)	X					X			X			X
$\alpha_{longitudinal}$ (10^{-6} °C^{-1})	X	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	X
$\alpha_{transverse}$ (10^{-6} °C^{-1})	X	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	X

FIGURE 1.19 – Matrice des mesures réalisées pour la caractérisation des fibres de carbone.

- Module de Young :

Les modules de Young caractérisés en température pour les trois types de fibres de carbone sont présentés en figure 1.20. Celles ayant subit un traitement thermique à des températures

plus élevées possèdent de plus fortes propriétés. A température ambiante, le module s'élève à 246 MPa pour la nuance A, ayant subit un THT à 1600°C. Il est plus élevé pour les fibres traitées à 2200°C : 334 MPa pour la nuance B, et 356 MPa pour la nuance C. Ces valeurs correspondent à celles mesurées par [Sauder, 2001] sur des fibres PANEX 33, fibres de carbone de type ex-PAN. Une baisse des propriétés est observable à partir de 1000°C pour chacun d'entre-elles. Afin de caractériser le comportement de fibres de carbone en température, [Sauder, 2001] a quantifié cette chute par la réalisation du rapport entre le module de Young à une température donnée et celui obtenu à 25°C. La courbe correspondante est disponible en figure 1.21-B. Dans le but de valider les propriétés caractérisées sur les fibres Safran Landing Systems, la même méthode est appliquée aux mesures précédentes. Le graphe associé est présenté en figure 1.21-A. L'adéquation de l'allure de ces courbes avec celles obtenues par [Sauder, 2001] permet de valider les mesures réalisées.

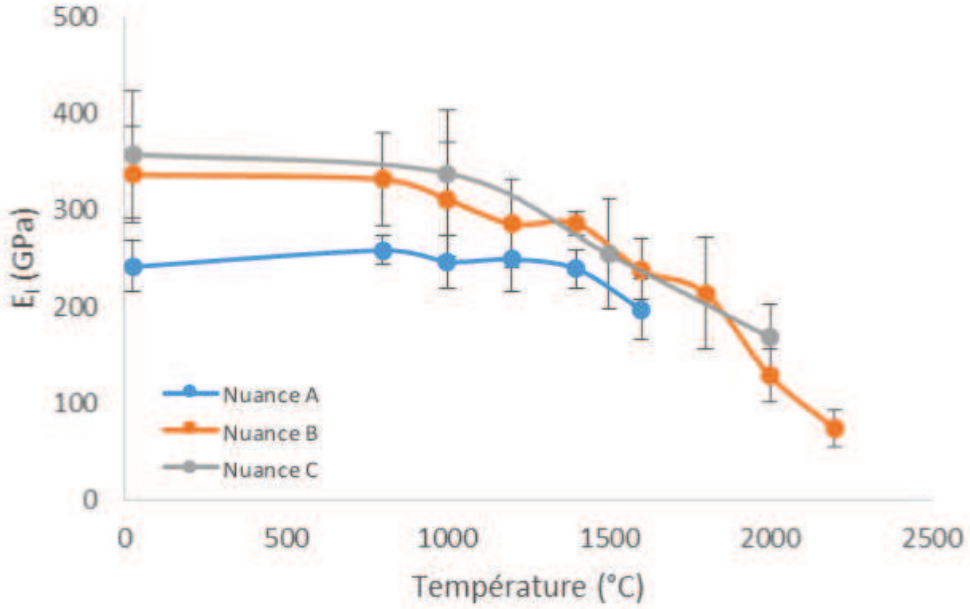

FIGURE 1.20 – Evolution du module de Young longitudinal des fibres de carbone en fonction de la température.

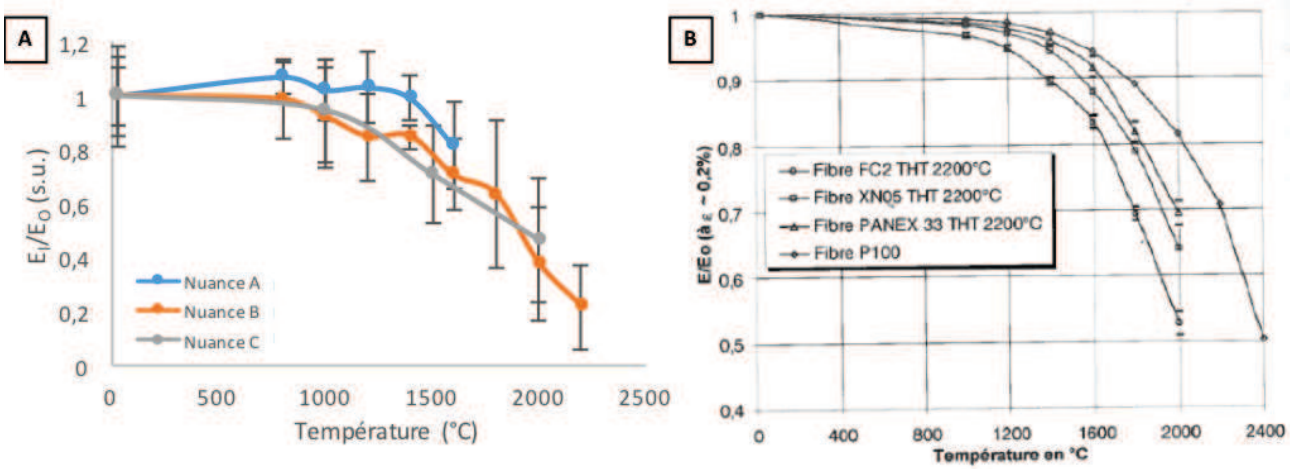

FIGURE 1.21 – Evolution relative des modules de Young longitudinaux des fibres de carbone en température par rapport à ceux à 25°C. A : Mesures réalisées sur les fibres Safran Landing Systems. B : Mesures réalisées par [Sauder, 2001].

- Coefficients de dilatation longitudinale :

Les coefficients de dilatation longitudinale spécifique mesurés sur les fibres de carbone sont présentés en figure 1.22. Il est notable que les fibres ayant subit des traitements thermiques à des températures identiques présentent des comportements similaires. A 1000°C, la dilatation spécifique est d'environ 0.03% pour des fibres traitées à 1600°C, et de 0.08% pour celles traitées à 2200°C. Des études semblables ont été effectuées sur des fibres de type PANEX 33 par [Sauder, 2001] et [Pradere, 2004]. Les courbes correspondantes sont présentées en figures 1.23 et 1.24. Leur concordance pour une même température de traitement thermique avec les propriétés caractérisées dans les présents travaux permet de les valider.

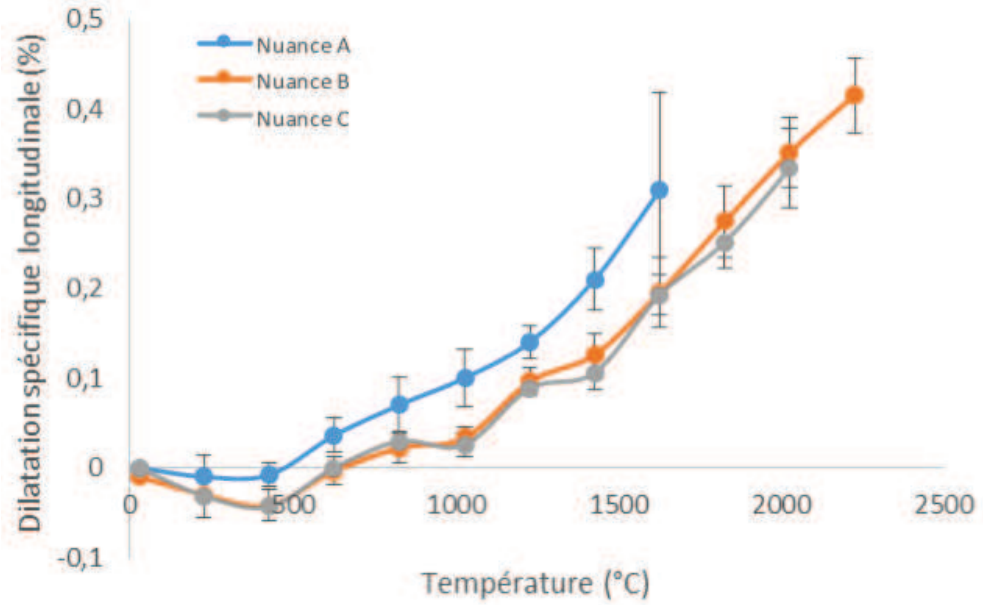

FIGURE 1.22 – Coefficients de dilatation spécifiques longitudinaux des fibres de carbone caractérisés en fonction de la température.

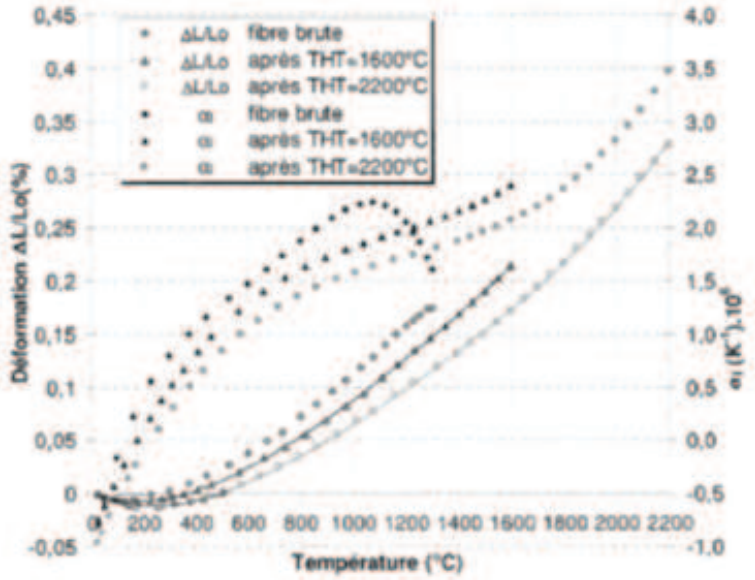

FIGURE 1.23 – Coefficients de dilatation spécifique longitudinaux de fibres de carbone de type PANEX 33 mesurés en fonction de la température par [Sauder, 2001].

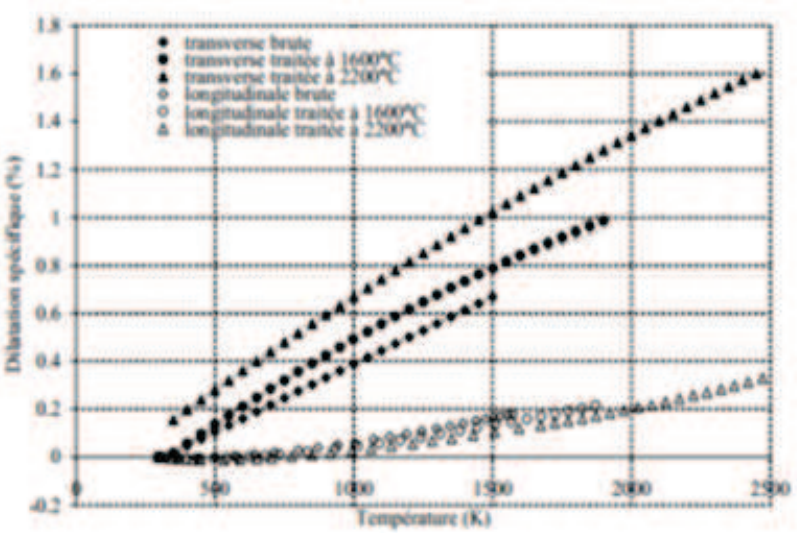

FIGURE 1.24 – Coefficients de dilatation spécifique longitudinaux et transverses de fibres de carbone de type PANEX 33 mesurés en fonction de la température par [Pradere, 2004].

- Coefficients de dilatation transverse :

Les coefficients de dilatation transverse spécifique caractérisés sur les fibres de carbone sont disponibles en figure 1.25. La température de traitement thermique semble avoir un impact plus léger que précédemment sur cette grandeur. A 1000°C, le coefficient est de 0.8% pour des fibres traitées à 1600°C, 0.6% pour celles ayant subis un THT à 2200°C. [Pradere, 2004] dans ses travaux a réalisé une étude proche de celle effectuée sur des fibres de type PANEX 33. Les propriétés correspondantes sont présentées en figure 1.24. La proximité de l'allure des courbes de cette étude avec celles obtenues dans les présents travaux permet de valider les caractérisations réalisées. Il est notable que la dilatation transverse des fibres de carbone est plus élevée que celle dans la direction longitudinale.

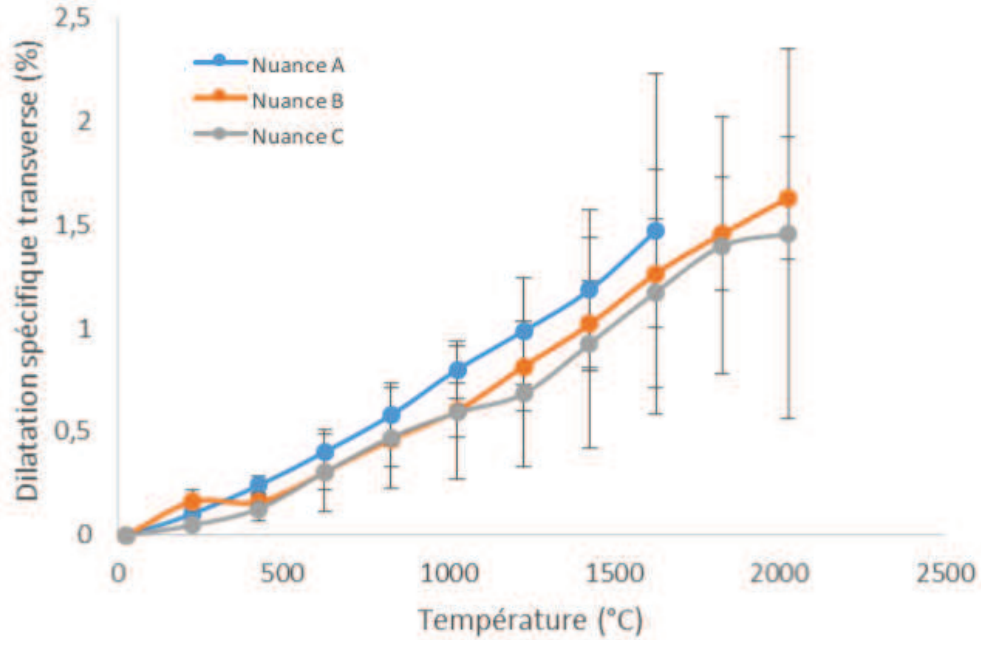

FIGURE 1.25 – Coefficients de dilatation spécifique transverses des fibres de carbone caractérisés en fonction de la température.

Caractérisation thermomécanique de la matrice de pyrocarbone

- Méthode :

La réalisation d'un dépôt de pyrocarbone nécessite la présence d'un substrat. La caractérisation du pyrocarbone de manière totalement indépendante est impossible, l'utilisation d'une fibre de carbone comme support au dépôt produit est requise. Ainsi, des dépôts de pyrocarbone ont été réalisés sur des fibres de carbone unitaires. Ces ensembles fibre/matrice se nomment microcomposites. Ceux-ci ont ensuite été caractérisés texturalement afin de vérifier que le pyrocarbone déposé était similaire à celui du composite C/C étudié. Cette texture validée, ils ont été analysés afin de mesurer leurs propriétés (E_l, α_l, α_t) en fonction de la température.

- Elaboration des microcomposites :

Afin de reproduire des conditions de dépôt proches de celle d'élaboration du composite C/C étudié, un concept nommé cage de diffusion a été développé. Son principe est présenté en Annexe A. Il permet de placer des fibres de carbone unitaires entre deux disques de frein pré-densifiés (figure 1.26). L'ensemble est alors densifié par voie CVI permettant de déposer du pyrocarbone sur ces fibres. Pour la réalisation de ces microcomposites, il a été choisi d'utiliser des fibres de carbone de type ex-brai nommées XN05. Celles-ci possèdent une rigidité moins élevée que celle des fibres ex-PAN utilisées dans le composite C/C. Elles auront par conséquent un faible impact par rapport à celui de la matrice sur les propriétés globales des microcomposites. Elles sont de plus parfaitement circulaires, ce qui facilite la mesure de leur section. Ceci permettra de limiter les erreurs de mesures concernant les propriétés des dépôts de matrice. Lors de la campagne de caractérisation réalisée dans ces travaux, 60 fibres XN05 ont été placées dans la cage de diffusion. Une densification d'une durée de 120 heures a été effectuée. Un dépôt d'une épaisseur moyenne de 4.7 $\pm$ 1.5 μm a été réalisé. Cette forte épaisseur a engendré des difficultés d'extraction des microcomposites de la cage de diffusion. Au final, seuls 5 microcomposites ont pu être prélevés sur une longueur suffisante pour pouvoir être caractérisés.

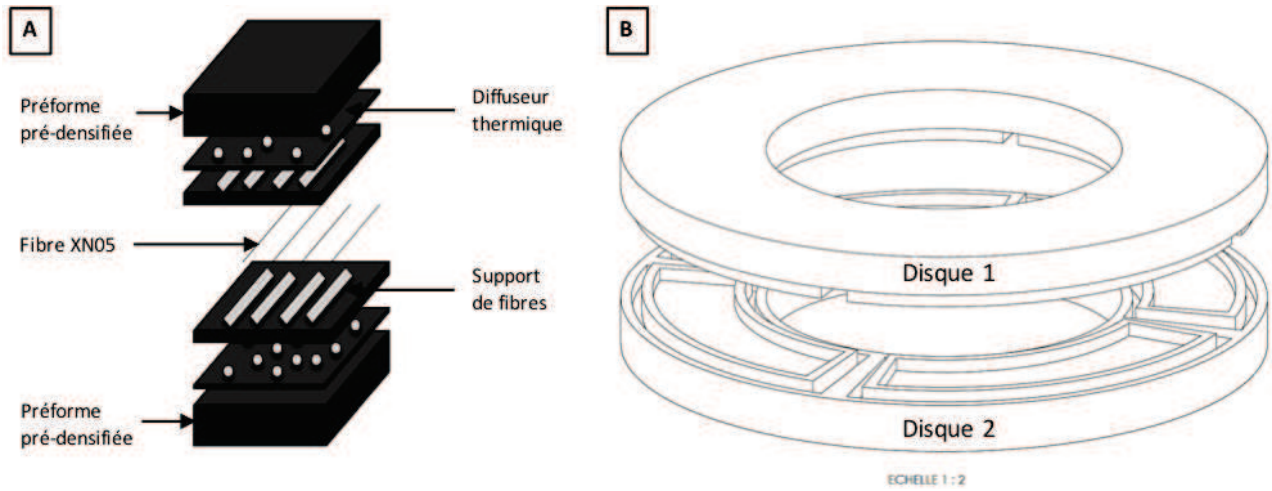

FIGURE 1.26 – Concept de cage de diffusion. A : Détail sur les composantes de la cage. B : Cage de diffusion.

- Analyse texturale :

Le but de cette analyse est de caractériser la texture des dépôts de pyrocarbone obtenus afin de vérifier qu'elle est bien du même type que celle présente dans le composite C/C. Pour ce faire, la méthode de la microscopie optique en lumière polarisée (MOLP) a été utilisée. Cette technique notamment développée par [Gillard *et al.*, 2015] et présentée au chapitre précédent, permet d'analyser la texture obtenue par la mesure de l'angle d'extinction du dépôt, ainsi que d'observer ses orientations préférentielles. La mesure de l'angle d'extinction repose sur l'utilisation d'une échelle reliant l'angle mesuré à la texture de pyrocarbone associée (tableau 1.8). Pour les textures laminaires rugueuse et régénérée la distinction se fait ensuite par observation des orientations préférentielles. Celles-ci sont très marquées et colonnaires pour le pyrocarbone laminaire rugueux, alors que plus fondues pour le pyrocarbone laminaire régénéré. La figure 1.27 présente un exemple de résultat d'analyse réalisé sur l'un des échantillons étudiés.

Texture	Angle d'extinction (°)
Isotrope	0-4
Laminaire sombre	4-12
Laminaire lisse	12-18
Laminaire rugueux - régénéré	18-25

TABLE 1.8 – Analyse MOLP : angles d'extinction pour les différentes classes de pyrocarbones.

FIGURE 1.27 – Analyse MOLP d'un dépôt de pyrocarbone. 1 : Fibre de carbone et son dépôt de matrice de pyrocarbone. 2 : Angle d'extinction représentant l'anisotropie. 3 : Orientations préférentielles du dépôt.

- Caractérisation thermomécanique :

Le but de cette caractérisation est de mesurer les propriétés (E_l, α_l, α_t) des dépôts obtenus en fonction de la température. Pour ce faire, différentes étapes sont réalisées.

- **Caractérisation thermomécanique des microcomposites :**

  Pour effectuer cette caractérisation, le banc de mesure thermomécanique monofilamentaire est utilisé. Sur les cinq microcomposites analysés texturalement, seulement deux d'entre-eux avec respectivement 2 μm et 5 μm de pyrocarbone, ont été caractérisés thermomécaniquement. Les autres ont subi des ruptures prématurées lors de leur positionnement dans le dispositif d'essai. Malgré cette faible quantité d'échantillons, une optimisation des modules du banc de mesure permettant notamment une répétition des mesures sur un même échantillon et l'amélioration de leur précision, a tout de même permis d'aboutir à des résultats satisfaisants. Les modules de Young et les coefficients de dilatation spécifiques longitudinaux et transverses en fonction de la température ont été mesurées par

[Boury, 2017]. Ces mesures ont conduit à l'obtention des courbes présentées en figures 1.28, 1.29 et 1.30.

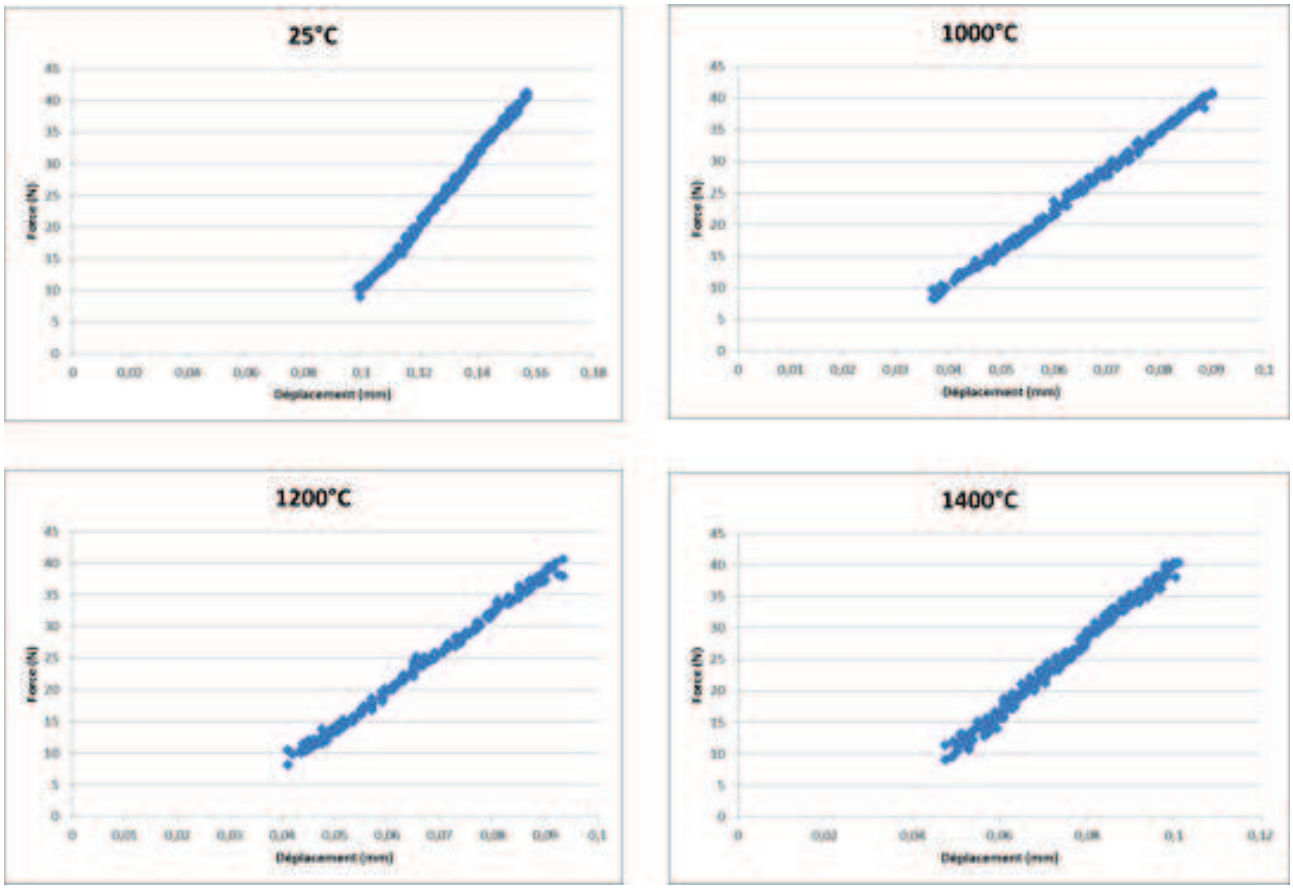

FIGURE 1.28 – Essais de tractions réalisés sur le microcomposite 1 permettant de mesurer les modules de Young en température.

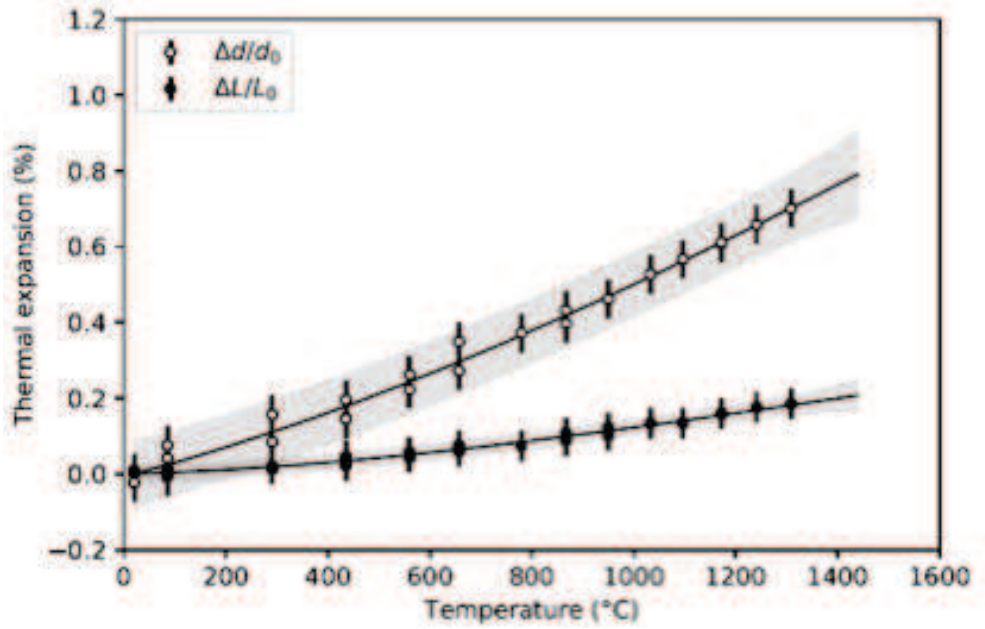

FIGURE 1.29 – Essai de dilatation réalisé sur le microcomposite 1.

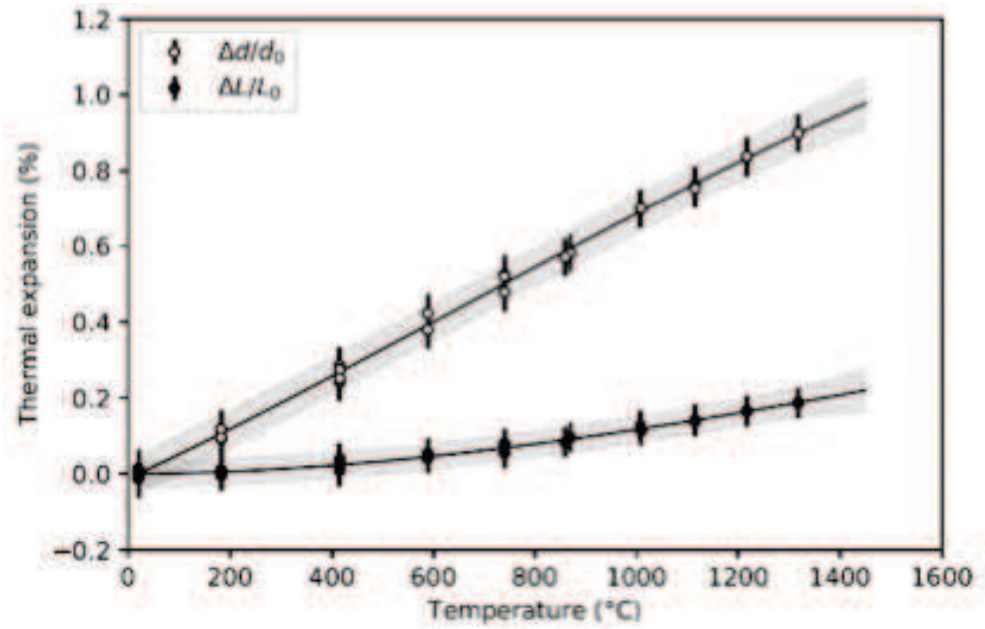

FIGURE 1.30 – Essai de dilatation réalisé sur le microcomposite 2.

- **Caractérisation thermomécanique de la fibre XN05 :**

  Afin de pouvoir calculer les propriétés thermomécaniques de la matrice de pyrocarbone déposée à partir de celles des microcomposites, il est nécessaire de connaître les propriétés (E_l, α_l, α_t) de la fibre XN05 en fonction de la température. Ces fibres ont été précédemment caractérisées par [Sauder *et al.*, 2004] et [Pradere et Sauder, 2008] sur des montages similaires à celui étudié dans ce travail. L'évolution du module de Young en fonction de la température et celles des coefficients de dilatation spécifiques sont présentées en figures 1.31 et 1.32.

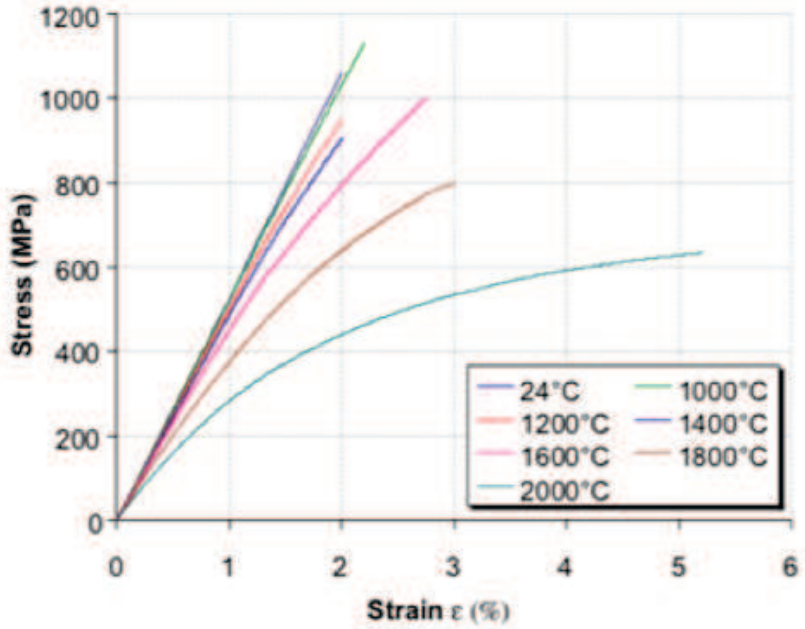

FIGURE 1.31 – Modules de Young de la fibre de carbone XN05 mesurés en fonction de la température par [Sauder *et al.*, 2004].

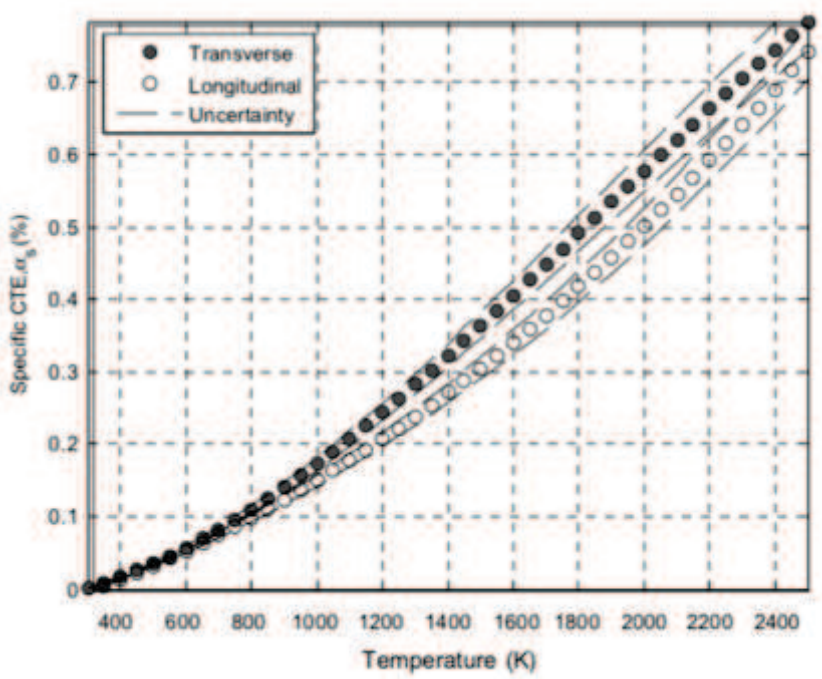

FIGURE 1.32 – Coefficients de dilatation spécifique longitudinaux et transverses de la fibre de carbone XN05 mesurés en fonction de la température par [Pradere et Sauder, 2008].

- **Méthode de calcul des propriétés thermomécaniques de la matrice de pyrocarbone :**

  L'identification inverse des propriétés de la matrice de pyrocarbone à partir de celles de la fibre XN05 et des microcomposites nécessite de considérer explicitement l'anisotropie du pyrocarbone, ainsi que la différence de coefficient de Poisson entre la fibre et la matrice.

  Pour ce faire, un modèle analytique axisymétrique d'un multicouche cylindrique développé par [B. Avery et Herakovich, 1987] et [Hashin, 1990] a été utilisé (figure 1.33). Les principales équations sont rappelées en figure 1.34. La résolution de l'équation d'équilibre (4) permet de déterminer le déplacement radial w(r) en particularisant sa forme en fonction de l'anisotropie de la phase considérée. La déformation longitudinale est donnée par le terme ϵ_x de l'équation 4. La déformation radiale correspond à la valeur de w(r) pour r=b, c'est-à-dire à la surface externe du microcomposite.

  Les propriétés élastiques (anisotropes) et le coefficient de dilatation du pyrocarbone s'obtiennent de manière inverse en minimisant l'écart entre les mesures sur microcomposite et la solution w(r) pour une sollicitation thermomécanique donnée.

  Dans le cas du module de Young longitudinal E_l et du coefficient de dilatation longitudinal α_l, l'équation (4) peut être simplifiée pour aboutir aux expressions (1.1) et (1.2) correspondant à la loi des mélanges classique. Dans le cas du coefficient de dilatation transverse α_t, le système complet doit être résolu.

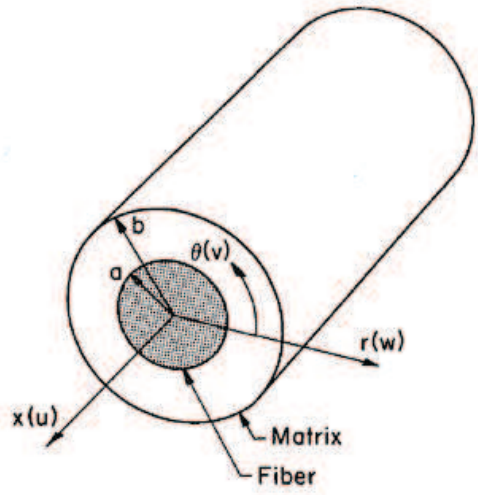

FIGURE 1.33 – Représentation simplifiée de la géométrie d'une fibre de carbone entourée de matrice de pyrocarbone [B. Avery et Herakovich, 1987].

Equation différentielle

$$C_{rr}\left[\frac{\partial^2 w}{\partial r^2}+\frac{1}{r}\frac{\partial w}{\partial r}\right]-C_{\theta\theta}\frac{w}{r^2}=\frac{1}{r}(C_{\theta x}-C_{rx})\epsilon_x + \frac{1}{r}(C_{rj}-C_{\theta j})\alpha_j\Delta T \qquad (4)$$

Solution orthotrope (matrice)

$$w(r)=A_1 r^{\lambda_1}+A_2 r^{\lambda_2}+H_1\epsilon_x r+H_2\Delta T r \qquad (5a)$$

where

$$H_1=\frac{C_{\theta x}-C_{rx}}{C_{rr}-C_{\theta\theta}} \qquad (5b)$$

$$H_2=\frac{(C_{ri}-C_{\theta i})\alpha_i}{(C_{rr}-C_{\theta\theta})} \qquad (5c)$$

Solution isotrope transverse (fibre)

$$w^m(r)=A_1^m r+A_2^m\frac{1}{r} \qquad (9b)$$

FIGURE 1.34 – Comportement mécanique d'une fibre de carbone entourée de matrice de pyrocarbone [B. Avery et Herakovich, 1987] [Hashin, 1990].

$$E_{PyC}=\frac{E_{microcomposite}-E_f*V_f}{1-V_f} \qquad (1.1)$$

$$\alpha_{l-PyC}=\frac{\alpha_{l-microcomposite}*(E_f*V_f+E_{PyC}*V_{PyC})-\alpha_{l-f}*E_f*V_f}{E_{PyC}*V_{PyC}} \qquad (1.2)$$

- **Propriétés thermomécaniques de la matrice de pyrocarbone :**

  L'application de la méthode précédente aux caractérisations effectuées sur les micro-composites (figures 1.28, 1.29 et 1.30) permet d'obtenir les courbes présentées en figures 1.35, 1.36 et 1.37.

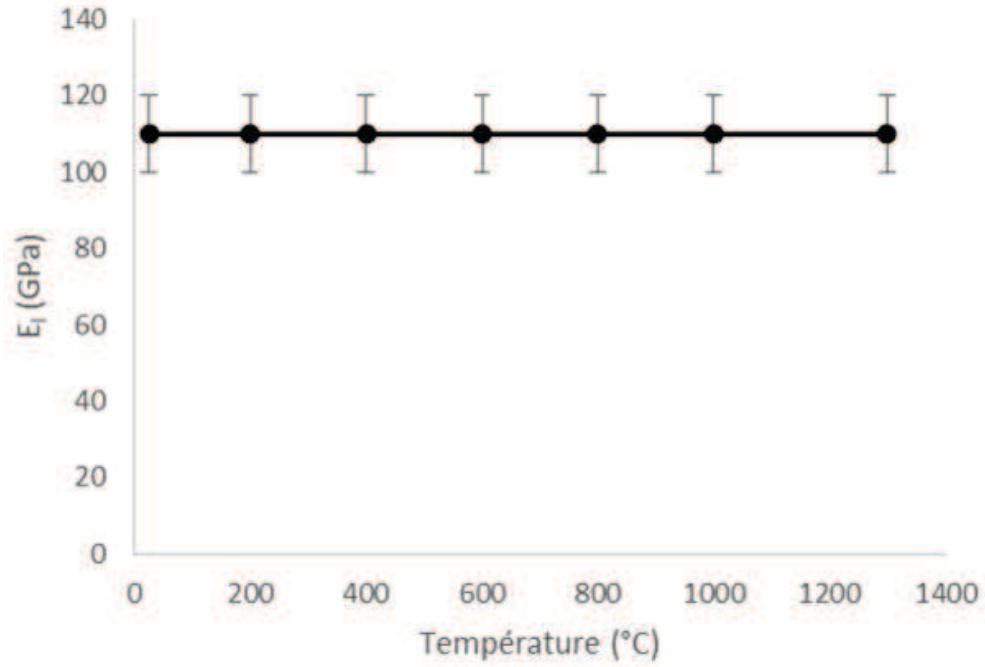

FIGURE 1.35 – Evolution du module de Young de la matrice de pyrocarbone en fonction de la température.

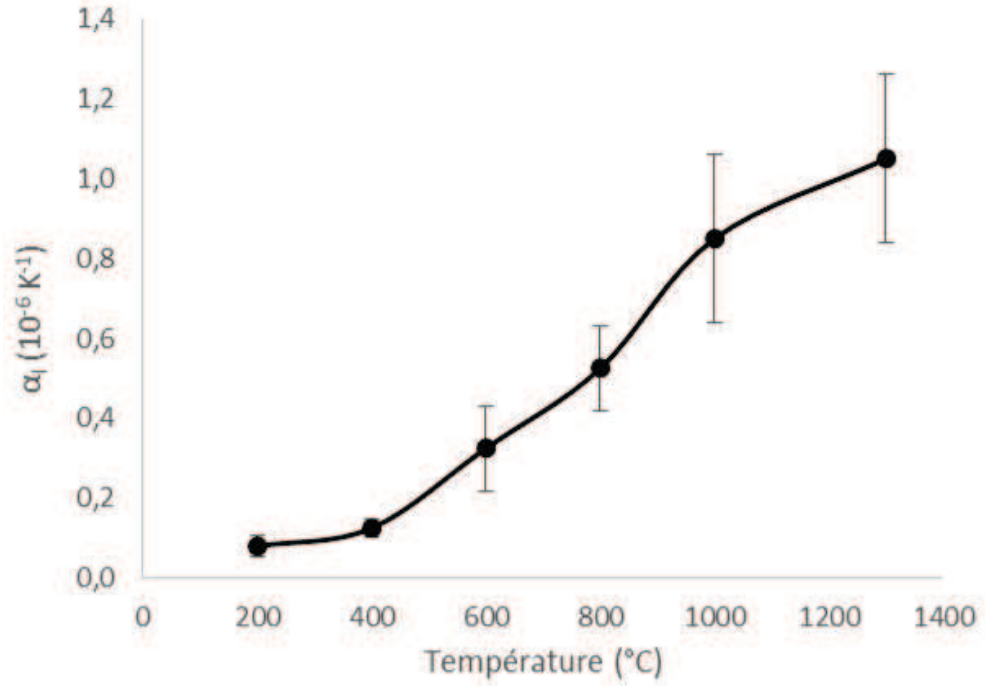

FIGURE 1.36 – Evolution du coefficient de dilatation longitudinal de la matrice de pyrocarbone en fonction de la température.

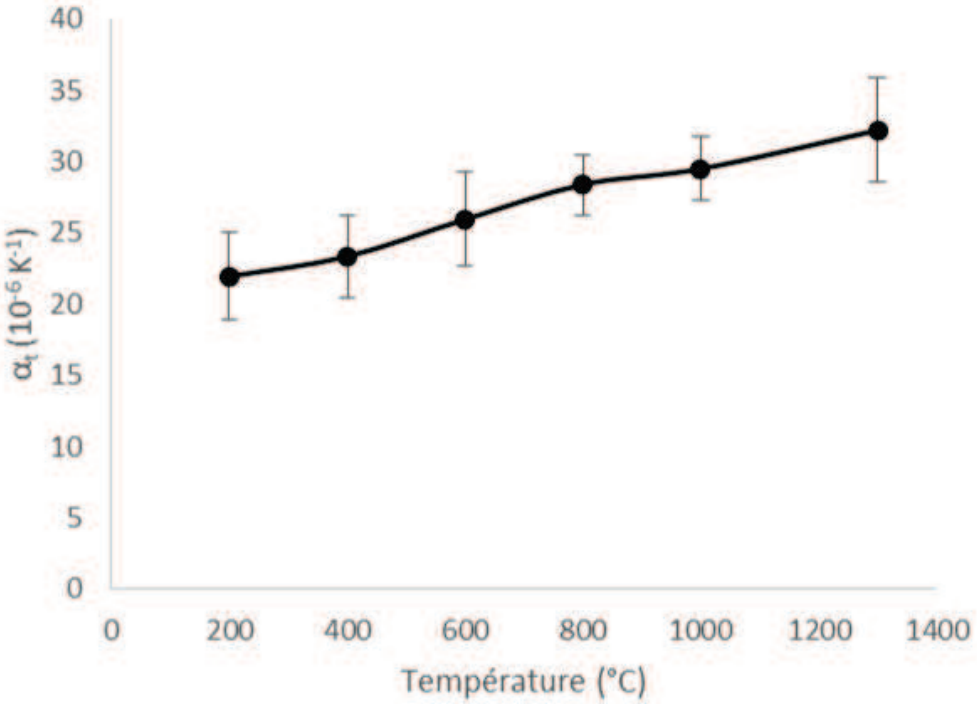

FIGURE 1.37 – Evolution du coefficient de dilatation transverse de la matrice de pyrocarbone en fonction de la température.

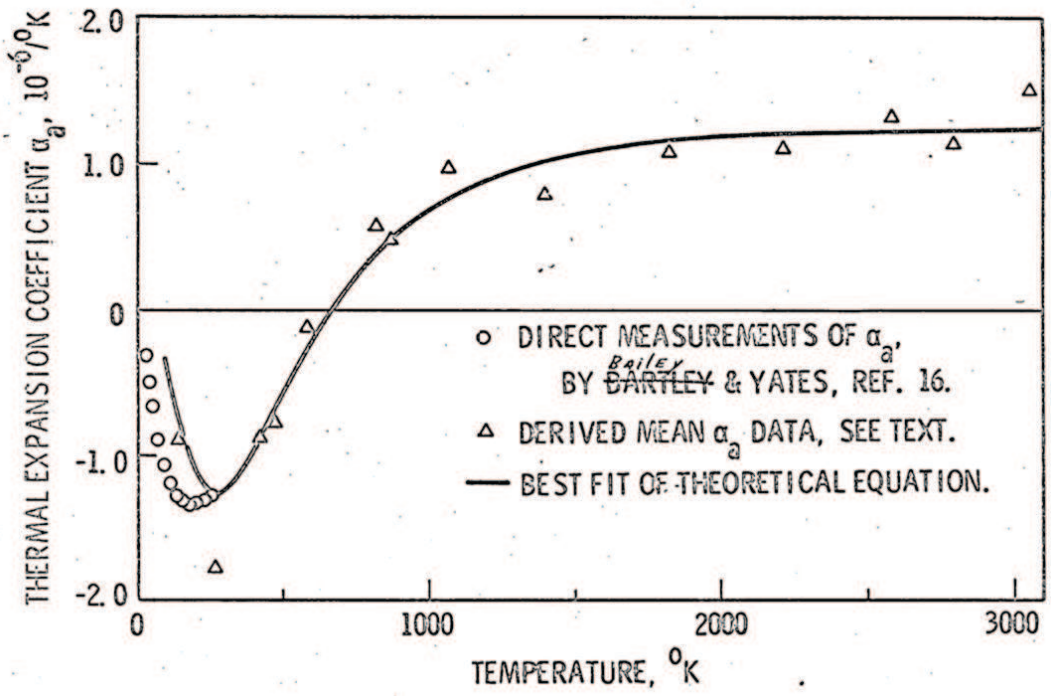

FIGURE 1.38 – Coefficients de dilatation longitudinaux du graphite en fonction de la température [Morgan, 1972].

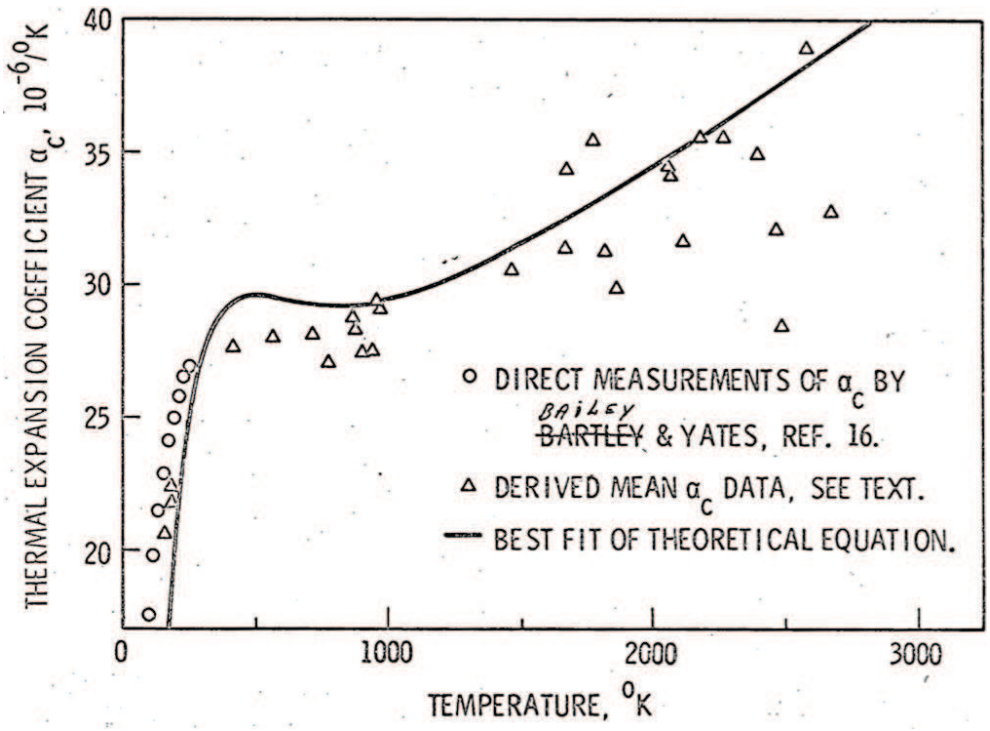

FIGURE 1.39 – Coefficients de dilatation transverses du graphite en fonction de la température [Morgan, 1972].

Concernant le module de Young, il est notable que cette grandeur est quasi-constante sur l'intervalle de température considéré. La valeur mesurée à température ambiante est de 110 GPa. Elle est en bon accord avec les rares données de la littérature disponibles, comme par exemple les travaux de [Sauder *et al.*, 2005] qui ont caractérisé un module de Young de 115 GPa à cette température pour ce type de matrice. Concernant les propriétés de dilatation, le coefficient de dilatation longitudinal varie entre $0.1{*}10^{-6}$ K^{-1} et $1.2{*}10^{-6}$ K^{-1} entre 200°C et 1300°C, le coefficient de dilatation transverse évolue quant à lui entre $21.9 * 10^{-6}$ K^{-1} et $32.2 * 10^{-6}$ K^{-1}. A notre connaissance, aucune donnée comparable n'était disponible dans la littérature. Il est possible de comparer les caractérisations effectuées aux propriétés du graphite. Des études menées sur ce sujet ont été effectuées par [Morgan, 1972] ou encore [Nelson et Riley, 1945]. La comparaison des coefficients de dilatation longitudinaux et transverses du graphite (figures 1.38 et 1.39) à ceux associés au pyrocarbone déposé permet de constater que ces valeurs sont du même ordre de grandeur. Il est notable qu'au contraire des fibres de carbone, la matrice de pyrocarbone ne présente pas de coefficient de dilatation longitudinal négatif. Ce pyrocarbone est par conséquent assez comparable au graphite en termes de propriétés mais également d'anisotropie.

Diverses perspectives découlent de ce travail. La première serait de réaliser une autre campagne de caractérisation de la matrice de pyrocarbone permettant l'étude d'un plus grand nombre d'échantillons et ainsi de valider et fiabiliser les valeurs des propriétés thermomécaniques obtenues. Une seconde perspective serait la comparaison de ces valeurs à celles correspondants à d'autres types de textures de pyrocarbone. Ainsi, une relation structure-propriétés pourrait être établie et permettrait de poursuivre la compréhension des lois régissant ce constituant élémentaire.

1.3 Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif d'analyser le composite C/C étudié dans ces travaux. Une analyse morphologique à différentes échelles, ainsi que la caractérisation thermomécanique ont été effectuées. Les informations recueillies serviront de base de données pour la mise en place, l'alimentation et la validation des modèles de comportement développés. Elles permettront également d'expliquer les phénomènes physiques observés.

Caractérisation morphologique du composite C/C

La caractérisation morphologique a permis d'identifier la nature et l'agencement des constituants formant le composite C/C à ses différentes échelles caractéristiques. Une synthèse reprenant les points essentiels de chacune tant des points de vues de l'architecture que des endommagements est présentée dans les paragraphes suivants et illustrée à la figure 1.40.

- Echelle macroscopique : A cette échelle, le composite est un matériau stratifié aiguilleté. La taille caractéristique est de l'ordre du centimètre, conséquente devant celle du motif élémentaire constituant le pas de tissage de l'architecture fibreuse. Il est constitué d'un empilement de couches formée chacune de trois plis unidirectionnels composés de fils de plis orientés à 0°, +60° ou -60°. Afin que l'ensemble reste cohérent face à une sollicitation de cisaillement, il est aiguilleté. Pour ce faire, des fils de plis sont arrachés par des aiguilles puis transférés selon la direction Z du matériau. L'ensemble de ces fils forme un réseau nommé aiguilletage. Diverses familles de porosités et fissures initiales sont observables, elles ont pour cause une infiltration incomplète du matériau ainsi que la relaxation des contraintes résiduelles apparaissant lors de son refroidissement suite à sa densification par procédé CVI. Ayant plusieurs tailles caractéristiques, elles apparaissent aux différentes échelles du matériau. Des gradients de densification sont notables, ils ont pour origine une infiltration non-uniforme des gaz au sein de la préforme fibreuse notamment dus à des phénomènes de percolation. Le résultat est la présence d'une zone périphérique du matériau plus densifiée qu'à coeur. Son épaisseur est cependant faible par rapport à l'épaisseur de la pièce, et en conséquent, elle ne sera pas prise en compte dans les caractérisations et modélisations effectuées dans la suite des travaux.

- Echelle mésoscopique : L'échelle mésoscopique représente celle des fils : fils de plis et fils d'aiguilletage, constituants de l'architecture du matériau. Ainsi, sa taille caractéristique est de 100 μm, correspondant à l'ordre de grandeur de celle des méso-constituants. Dans le plan des plis, le motif d'empilement selon le plan XY ainsi que les dimensions et morphologies des couches, plis et fils de plis ont été étudiés. Concernant l'aiguilletage, sa morphologie ellipsoïdale "twistée" a été analysée. Deux familles d'endommagements initiaux ont été identifiées à cette échelle : les endommagements interplis localisés de manière horizontale entre deux plis, dont l'ouverture normale moyenne est de 19 μm pour les porosités et de 4 μm pour les fissures ; les porosités et fissures interfils, dont l'orientation préférentielle est verticale, situés entre un fil de pli et un fil d'aiguilletage (ouverture normale : 3 μm) ou entre deux fils de plis (ouverture normale : 2 μm). L'étude de leur morphologie permet de décrire des interfaces présentant des rugosités ainsi que des débris de matrice de pyrocarbone.

- Echelle microscopique : L'échelle microscopique est composée des constituants élémentaires formant les fils du matériau : fibres de carbone, matrice de pyrocarbone, endommagements microscopiques. La dimension caractéristique de cette échelle est de 10 μm, coïncidant avec le

diamètre des fibres de carbone. Celles-ci sont de type ex-PAN, un fil en comprend plusieurs paquets. La matrice de pyrocarbone est infiltrée par voie CVI. En coeur de fil, elle entoure les fibres de carbone. En périphérie, elle l'encercle en formant une gaine de pyrocarbone d'environ 15 μm d'épaisseur. Des microporosités, d'un diamètre moyen de 4 μm, sont observables à cette échelle. Elles résultent d'une densification incomplète des fils. La relaxation des contraintes post-densification du matériau implique la formation de décohésions fibres/matrice induites par des différences de dilatations transverses entre ces constituants, ainsi que l'apparition de fissures intrafils dont le chemin est influencé par la présence de fibres ou de porosités. L'ouverture normale moyenne de ces entités est de 0.5 μm. La morphologie de ces endommagements microscopiques montre de nombreuses rugosités ainsi que des débris de matrice de pyrocarbone, de manière identique à ceux observés à l'échelle mésoscopique.

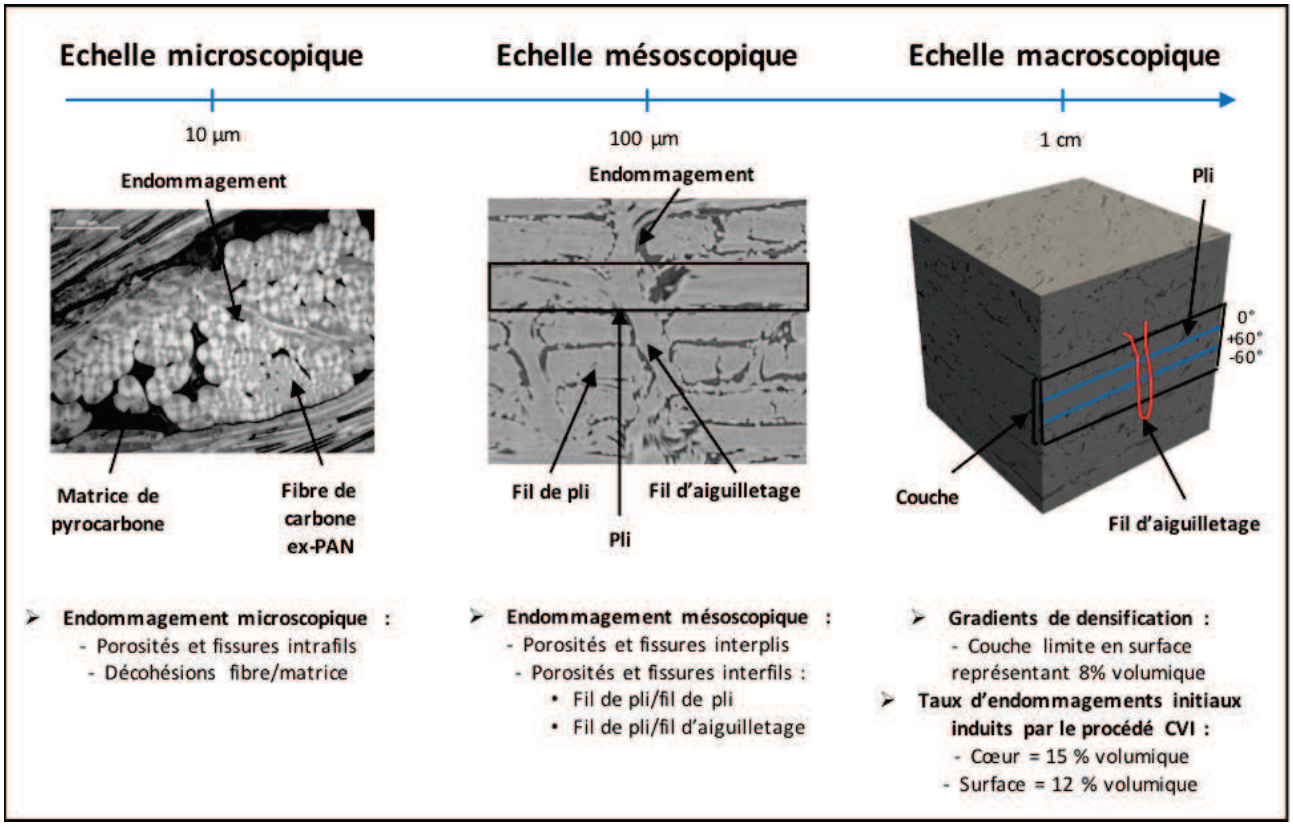

FIGURE 1.40 – Le composite C/C à ses différentes échelles caractéristisques.

Caractérisation thermomécanique du composite C/C

La caractérisation thermomécanique du composite C/C a permis de d'identifier ses propriétés ainsi que celles de ses constituants élémentaires, de la température ambiante et jusqu'à 1500°C. Ces mesures serviront de données d'entrée et de validation des modèles développés.

- Propriétés thermomécaniques du composite C/C : Les modules de Young et de cisaillement, les coefficients de Poisson, ainsi que les coefficients de dilatation longitudinaux et transverses du composite C/C ont été énumérés à température ambiante ainsi qu'en température lorsqu'ils étaient disponibles. Ces données ont été fournies par Safran Landing Systems. Les coefficients de dilatation ont été également mesurés au LCTS permettant de confirmer ceux

mis à disposition. Il faut cependant noter une grande variabilité des propriétés thermomécaniques présentées. Elle est liée au fait que les échantillons utilisés lors de leur caractérisation présentent un volume inférieur au VER. Ces données serviront de données de validation des modèles.

- Propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires : Les propriétés thermomécaniques (E_l, α_l, α_t) des fibres de carbone ex-PAN ainsi que de la matrice de pyrocarbone présents dans le composite C/C étudié ont été caractérisées. Pour ce faire, un banc de mesure thermomécanique monofilamentaire disponible au laboratoire a été utilisé. Concernant les fibres de carbone, trois familles employées par Safran Landing Systems ont été caractérisées. Concernant la matrice de pyrocarbone, des microcomposites ont été réalisés à partir d'une cage de diffusion mise en place à partir de deux disques de frein. La texture de pyrocarbone obtenue a été validée par analyse MOLP, les propriétés thermomécaniques associées ont alors été calculées. L'ensemble des propriétés thermomécaniques des fibres de carbone et de la matrice de pyrocarbone obtenues en température sera utilisé en tant que données d'entrée des modèles du composite C/C réalisés.

Perspectives

La caractérisation du composite C/C ayant été effectuée, l'ensemble de la base de données des informations recueillies servira de socle pour l'établissement de modèles prédictifs du comportement de ce matériau. Pour ce faire, deux aspects morphologiques semblent nécessaires à prendre en compte : son architecture réelle, de façon suffisamment représentative, ainsi que ses endommagements initiaux. L'évaluation de leur influence relative sur le comportement effectif du matériau sera effectuée dans la suite de ces travaux. Le but est d'identifier le niveau de description nécessaire à prendre en compte dans les modèles afin qu'ils reproduisent de manière suffisamment fine le comportement réel du composite C/C. Dans le prochain chapitre, l'étude de l'influence des endommagements initiaux sur le comportement effectif du matériau sera menée.

Chapitre 2

Effet de l'endommagement initial sur le comportement

Sommaire

2.1 Modélisation idéalisée de l'architecture 85
2.1.1 Echelle microscopique : modélisation des fils 85
2.1.2 Echelle mésoscopique : modélisation de la texture 89
2.2 Modélisation des endommagements mésoscopiques 95
2.2.1 Nécessité de distinction des porosités et fissures 95
2.2.2 Modélisation des endommagements initiaux par des interfaces élastiques 98
2.2.3 Modélisation par des éléments d'interfaces à comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement 101
2.3 Simulation d'essais macroscopiques 114
2.3.1 Essais macroscopiques à température ambiante 114
2.3.2 Simulation de la montée en température du matériau 120
2.3.3 Synthèse de la simulation d'essais macroscopiques 122
2.4 Conclusion 124

La caractérisation du composite C/C a été effectuée dans le chapitre précédent. Le but est maintenant de mettre en place des modèles prédictifs de son comportement effectif en se basant sur les données recueillies. Pour cela, deux aspects sont à étudier : son architecture ainsi que ses endommagements initiaux. Pour chacun d'eux, la mesure dans laquelle ils impactent le comportement du matériau sera quantifiée, de même que leur niveau de description nécessaire dans la modélisation effectuée. ***Le chapitre présent est consacré à l'étude des endommagements initiaux****. Tout d'abord, une modélisation idéalisée mais réaliste de l'architecture du matériau est proposée. Ensuite, les endommagements initiaux y sont pris en compte à l'échelle mésoscopique par le biais d'éléments d'interfaces traduisant un comportement de frottement. Enfin, la simulation d'essais macroscopiques est réalisée à partir du modèle développé. Elle permet de conclure quant à l'impact de l'endommagement initial sur le comportement effectif du composite C/C étudié.*

2.1 Modélisation idéalisée de l'architecture

Le but est de développer un modèle simplifié de l'architecture non-endommagée du composite C/C et de calculer les propriétés thermoélastiques qui lui sont associées. Sa complexité ne sera pas prise en compte de manière exhaustive, toutefois ses caractéristiques morphologiques principales seront conservées afin que le modèle développé demeure représentatif du matériau étudié. Cette modélisation sera multi-échelle. Elle comprendra les échelles mésoscopique et microscopique. Le logiciel de maillage GMSH [Geuzaine et Remacle, 2009] sera utilisé pour générer les modèles géométriques et les maillages associés.

2.1.1 Echelle microscopique : modélisation des fils

A cette échelle, les constituants élémentaires composant les fils de plis et d'aiguilletage sont distinguables : fibres de carbone, matrice de pyrocarbone, et endommagements (fissures et porosités). Ils sont pris en compte dans la modélisation effectuée.

Modèle de fil idéal

La modélisation thermoélastique de fils de plis et d'aiguilletage a été précédemment réalisée par [Charron, 2017]. Dans ses travaux, il s'est intéressé aux mécanismes régissant le comportement de ces fils au sein d'un composite C/C proches de celui étudié. Il a étudié leurs morphologies et compositions selon une méthode semblable à celle présentée dans le chapitre 1 de ce manuscrit. L'influence des hétérogénéités et des variations de composition sur les propriétés thermomécaniques a été déterminée. Pour ce faire, des maillages éléments finis associés aux micrographies précédemment utilisées ont été générés. Un comportement isotrope transverse est conféré aux fibres de carbone le constituant. La matrice de pyrocarbone a quant à elle un comportement orthotrope en étant orientée de façon concentrique à la fibre la plus proche. Le calcul des propriétés thermoélastiques associées à chacune des micrographies a alors été mené. Il a permis d'aboutir à deux constats. Le premier est l'observation de très faibles variations des propriétés thermoélastiques des fils malgré les écarts de morphologies et de taux de constituants précédemment observés. Le second est que les microporosités et fissures, de par leur taux

très faible, n'influent que très peu sur celles-ci. De plus, il a été noté que la prise en compte d'une gaine de pyrocarbone autour des fils a également un impact négligeable sur ces valeurs. Il avait également montré que des calculs d'homogénéisation menés sur des cellules idéales périodiques permettaient d'obtenir des résultats identiques à ceux réalisés sur des cellules issues de micrographies (figure 2.1). Nous supposeront que ces conclusions sont applicables au matériau C/C étudié. Les calculs d'homogénéisation seront donc menés sur des cellules idéales périodiques fibres/matrice avec les taux de phases moyens. Les propriétés thermomécaniques des constituants fibres et matrice déterminées au chapitre précédent y sont utilisées comme données d'entrée. Des conditions aux limites périodiques lui sont appliquées. Les propriétés thermomécaniques du fil idéal sont calculées par homogénéisation périodique. Cette méthode va être appliquée aux fils de plis et d'aiguilletage du composite C/C étudié.

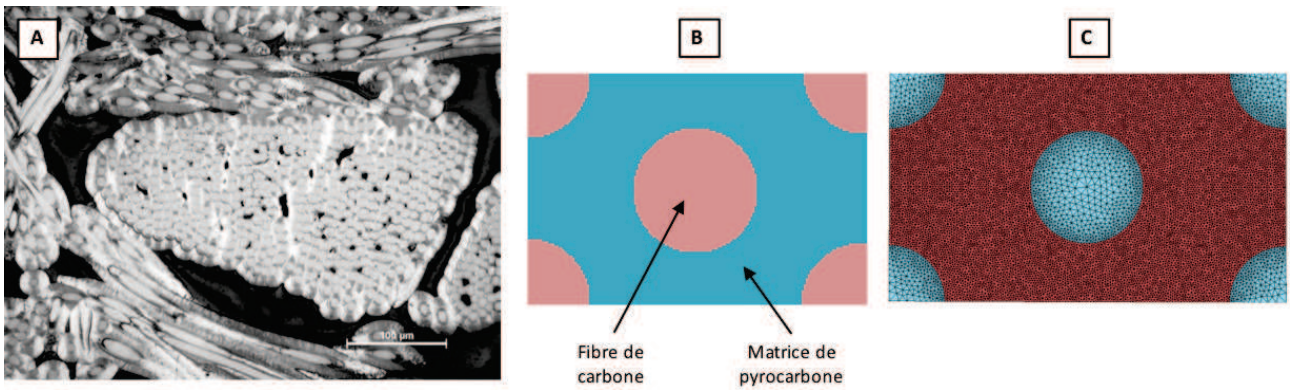

FIGURE 2.1 – Modélisation idéalisée des fils de plis et d'aiguilletage [Charron, 2017]. A : Micrographie représentant un fil de pli. B : Modèle de fil idéal associé. C : Maillage éléments finis du fil idéal.

Modélisation des fils de plis

Les fils de plis forment les plis du composite C/C. Une micrographie représentative de l'un de ces fils est présentée en figure 2.2-A. Leurs taux de constituants moyens ont été caractérisés au chapitre précédent. Ils sont rappelés dans le tableau 2.1. Ils permettent la génération du modèle de fil idéal qui leur est associé (figure 2.2-B). Les propriétés thermomécaniques des fibres de carbone et de la matrice de pyrocarbone caractérisées dans le chapitre précédent y sont utilisées comme données d'entrée. Celles des fibres sont disponibles jusqu'à une température minimale de 1600°C, celles de la matrice jusqu'à 1300°C. Les propriétés de la matrice de pyrocarbone à plus haute température sont interpolées à partir de celles à plus basse température en supposant une évolution linéaire jusqu'à 1500°C. Elles sont présentées dans le tableau 2.2. Le calcul des propriétés thermomécaniques du fil idéal de pli est alors réalisé par homogénéisation périodique (tableau 2.3). Leur analyse permet d'observer la contribution des propriétés des constituants conformément à leur répartition en terme de taux. Un comportement quasi-isotrope transverse est notable. Les coefficients de Poisson évoluent très peu avec la température.

	Fil de pli
Taux de fibre (%)	41 ± 3.0
Taux de matrice (%)	58 ± 3.0
Taux d'endommagement (%)	1 ± 0.5

TABLE 2.1 – Taux de constituants correspondants aux fils de plis.

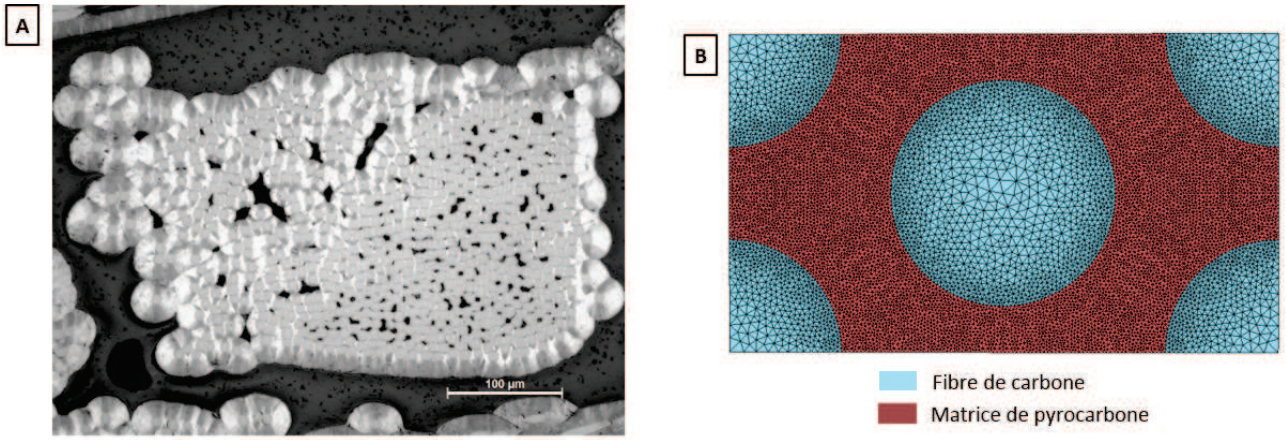

FIGURE 2.2 – Modélisation d'un fil de pli. A : Micrographie d'un fil de pli (résolution : 0.5 μm/pixel). B : Modèle de fil idéal basé sur les taux de constituants moyens de ce type de fils.

E_l (GPa)	α_l (10^{-6} K^{-1}))	α_t (10^{-6} K^{-1})
112	1.1	33

TABLE 2.2 – Propriétés thermomécaniques de la matrice de pyrocarbone interpolées à 1500°C.

Température (°C)	25	500	1000	1250	1500
E_X (GPa)	22	22	23	25	25
E_Y (GPa)	22	22	23	25	25
E_Z (GPa)	163	169	171	182	172
G_{XY} (GPa)	6	6	7	7	7
G_{XZ} (GPa)	10	10	10	10	10
G_{YZ} (GPa)	10	10	10	10	10
ν_{XY} (s.u.)	0.41	0.41	0.42	0.45	0.46
ν_{XZ} (s.u.)	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
ν_{YZ} (s.u.)	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
α_X (10^{-6} K^{-1})	-	1.14	4.27	5.38	6.38
α_Y (10^{-6} K^{-1})	-	1.27	4.71	6.06	7.04
α_Z (10^{-6} K^{-1})	-	0.01	1.04	1.29	2.07

TABLE 2.3 – Propriétés thermoélastiques du fil idéal de pli.

Modélisation des fils d'aiguilletage

La modélisation des fils d'aiguilletage est effectuée de manière similaire à celle réalisée pour les fils de plis. Leur morphologie réelle est approximée par un modèle de fil idéal équivalent (figure 2.3). Il est obtenu à partir de la caractérisation de leurs taux de constituants moyens, effectuée au chapitre précédent (tableau 2.4). Les propriétés thermomécaniques des fibres de carbone et matrice de pyrocarbone annoncées dans le chapitre 1 et dans le tableau 2.2 sont utilisées comme données d'entrée de ce modèle. Le calcul des propriétés thermomécaniques associées à ce type de fil permet l'obtention des valeurs présentées dans le tableau 2.5. Elles sont en accord avec ses taux de constituants. Par exemple, le volume de fibres étant plus faible que dans les fils de plis, le module de Young selon l'axe Z diminue conformément.

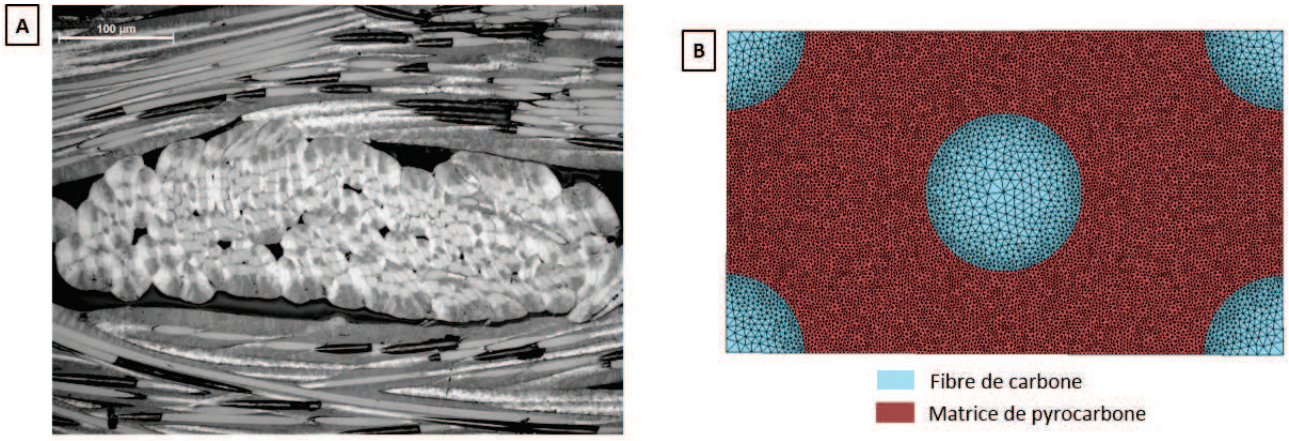

FIGURE 2.3 – Modélisation d'un fil d'aiguilletage. A : Micrographie d'un fil d'aiguilletage (résolution : 0.5 μm/pixel). B : Modèle de fil idéal basé sur les taux de constituants associés.

	Fil d'aiguilletage
Taux de fibre (%)	20 ± 1.4
Taux de matrice (%)	79 ± 1.6
Taux d'endommagement (%)	1 ± 0.2

TABLE 2.4 – Taux de constituants correspondants aux fils d'aiguilletage.

Température (°C)	25	500	1000	1250	1500
E_X (GPa)	18	18	18	19	17
E_Y (GPa)	18	18	18	19	17
E_Z (GPa)	128	132	137	154	152
G_{XY} (GPa)	6	6	6	6	6
G_{XZ} (GPa)	9	9	9	9	9
G_{YZ} (GPa)	9	9	9	9	9
ν_{XY} (s.u.)	0.45	0.45	0.47	0.49	0.41
ν_{XZ} (s.u.)	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04
ν_{YZ} (s.u.)	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04
α_X (10^{-6} K^{-1})	-	0.63	4.44	6.07	7.49
α_Y (10^{-6} K^{-1})	-	0.47	3.89	5.20	6.83
α_Z (10^{-6} K^{-1})	-	-0.19	1.03	1.28	2.18

TABLE 2.5 – Propriétés thermoélastiques du fil idéal d'aiguilletage.

2.1.2 Echelle mésoscopique : modélisation de la texture

Cette échelle est caractéristique des fils. Les plis, fils de plis et fils d'aiguilletage y seront modélisés de même que leur arrangement pour former la texture du composite C/C.

Modélisation d'un pli

Les plis présentent des morphologies globalement parallélépipédiques. Leur épaisseur moyenne est de 400 μm. Des caractéristiques d'embuvages, c'est-à-dire d'ondulation des plis, peuvent être observées sur leurs surfaces supérieures et inférieures. Elles ont pour origine la souplesse de la préforme fibreuse qui peut se mouvoir au cours de la densification du matériau avant de se figer lorsque le taux de matrice de pyrocarbone déposé atteint un niveau seuil. Ces entités sont formées de fils de plis positionnés les uns à côté des autres, un seul fil formant l'épaisseur du pli. Ces fils sont orientés selon une direction préférentielle de manière à former des plis unidirectionnels. Ils ont des sections ovales de diamètre moyen 400 μm, cohérent avec l'épaisseur des plis qui les contiennent. Une image de tomographie représentant un pli et les fils de plis qui le composent est présentée en figure 2.4-A. Afin de modéliser ces entités de manière simplifiée, des choix de représentations doivent être effectués. Le postulat a été de modéliser les plis par des parallélépidèdes réguliers d'épaisseur 400 μm. Leurs caractéristiques d'embuvages sont par conséquent négligées dans les simulations réalisées. Les longueurs et largeurs de la base de ces parallélépipèdes resteront à identifier lorsque les aiguilletages auront été pris en compte dans la modélisation. En effet, ceci doivent représenter un taux volumique caractéristique du composite C/C dans le modèle global. Ces plis sont ensuite divisés en fils orientés selon la direction préférentielle du pli considéré (0°, +60° ou -60°). Cette scission est réalisée par des plans verticaux séparés d'une distance de 400 μm correspondant au diamètre moyen d'un fil. Les sections ovales de ces fils sont ainsi approximées par des sections carrées de 400 μm de côté. L'ensemble de ces étapes aboutit au modèle éléments finis présenté en figure 2.4-B.

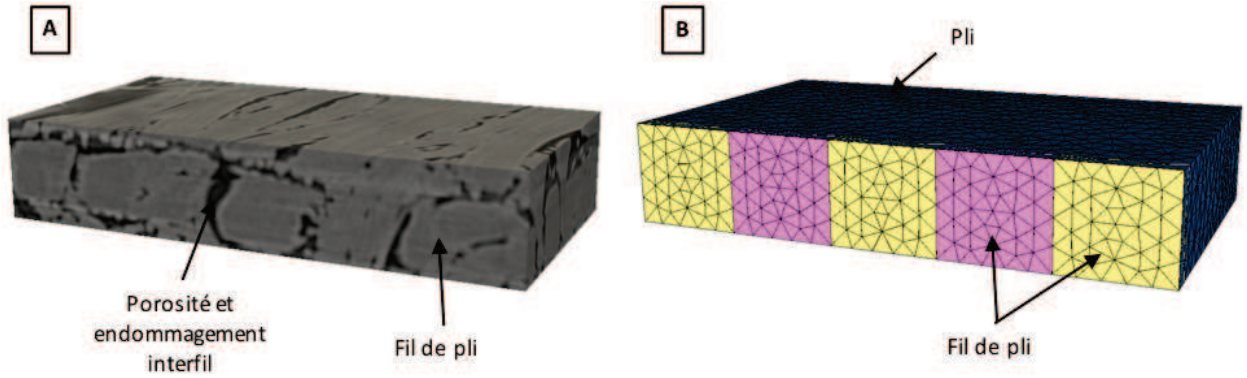

FIGURE 2.4 – Modélisation d'un pli et de ses fils de pli. A : Image de tomographie X d'un pli et de ses fils de pli (résolution : 12 μm/pixel). B : Modèle éléments finis correspondant.

Modélisation de l'empilement des plis

Dans le composite C/C étudié, les plis présentent un motif d'empilement caractéristique fonction de leurs orientations préférentielles à 0°, +60° ou -60° (voir chapitre 1). Un pli à 0° est intercalé entre deux plis orientés à +60° et -60°, positionnés alternativement selon les séquences [+60°/-60°] et [-60°/+60°]. Une image de tomographie X attestant de cet empilement est disponible en figure 2.5-A. Le but est de le reproduire dans la modélisation de la texture réalisée.

Pour cela, les plis modélisés au paragraphe précédent sont empilés selon le motif annoncé. Au total, onze plis sont superposés. Deux d'entre-eux forment une demi-épaisseur caractéristique. L'ensemble correspond environ à une hauteur de 4 mm. Ce choix a été fait dans le but de modéliser un nombre de plis optimal. Il doit être suffisant pour être représentatif du matériau. Ceci est le cas car toutes les séquences d'empilements notables entre les plis à 0°, +60° et -60° y sont représentés. Il ne doit pas être trop élevé car les modèles éléments finis engendrés deviendraient trop lourds à traiter. Dans chacun des plis, une fragmentation en fils de plis est réalisée par des plans verticaux dont l'orientation correspond à celle préférentielle du pli correspondant. La modélisation associée à ces développements est illustrée aux figures 2.5-B et 2.5-C.

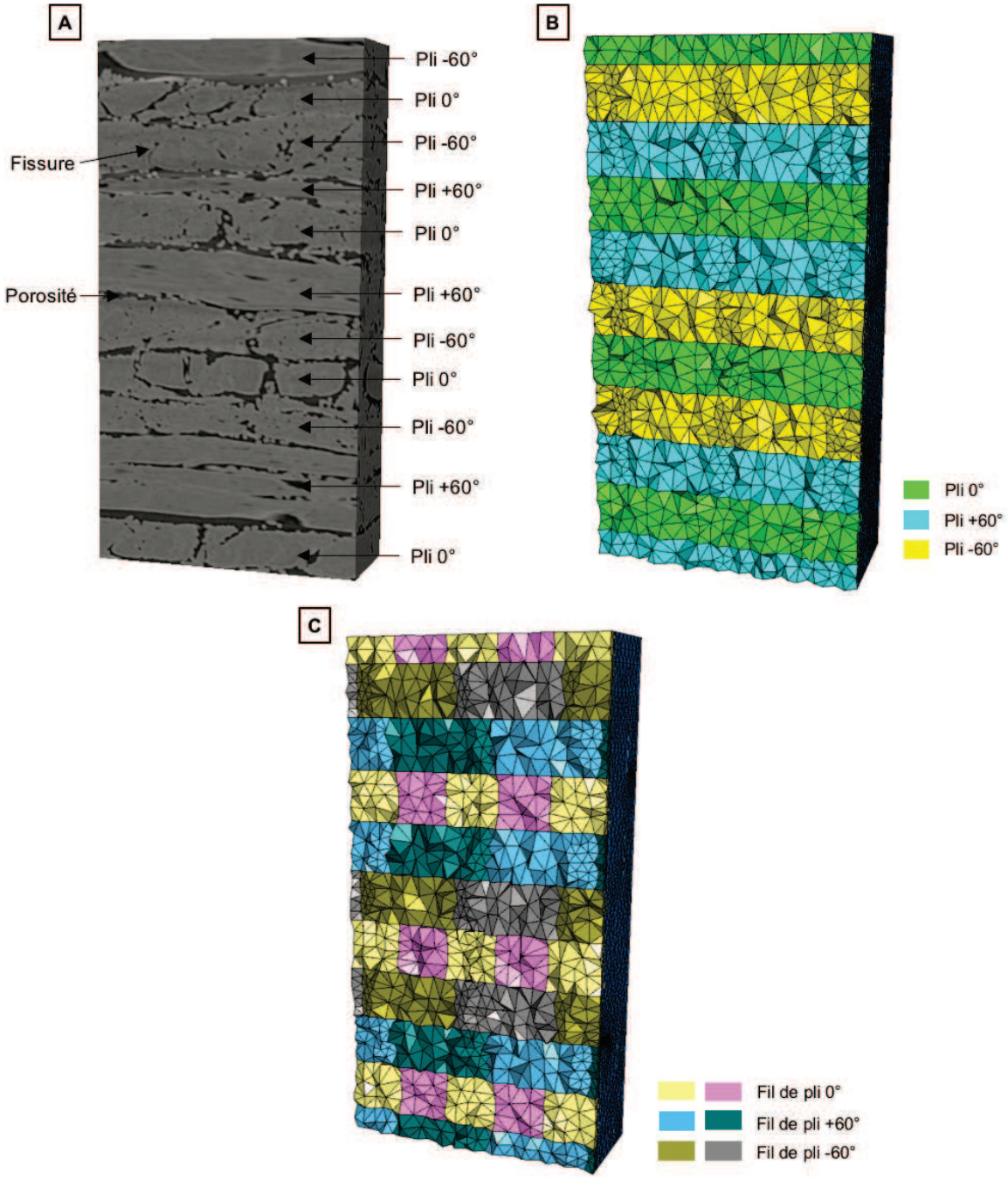

FIGURE 2.5 – Modélisation de l'empilement des plis. A : Image de tomographie X représentant l'empilement des plis dans le composite C/C (résolution : 12 μm/pixel). B : Modélisation de l'empilement des plis. C : Modélisation avec la séparation des plis en fils de plis.

Modélisation d'un fil d'aiguilletage

Les fils d'aiguilletage sont des fils de plis arrachés de façon partielle ou totale puis transférés selon la direction Z. Leur morphologie est de type ellipsoïdale twistée. Ils présentent une hauteur moyenne de six plis. Leur section ellipsoïdale a un grand axe moyen d'une dimension de 400 μm et un petit axe d'une valeur moyenne de 100 μm. Un aiguilletage extrait d'une tomographie X de résolution 12 μm/pixel par le biais du logiciel de traitement d'images Avizo est présenté en figure 2.6-A. Cette morphologie complexe va être simplifiée dans la modélisation qui lui est associée. Elle sera approximée par un aiguilletage de forme cylindrique ayant une section constante circulaire de diamètre 200 μm, équivalente à l'aire de la section ellipsoïdale réelle. Il s'étendra sur une hauteur de 5,75 plis. Le quart de pli manquant est utilisé pour aboutir à des longueurs de recouvrement de 300 μm, soit trois quarts de plis, entre aiguilletages. Il induit une erreur de 4% sur le volume total d'aiguilletage, valeur négligeable. La prise en compte de l'ensemble de ces données permet d'aboutir à la modélisation disponible en figure 2.6-B.

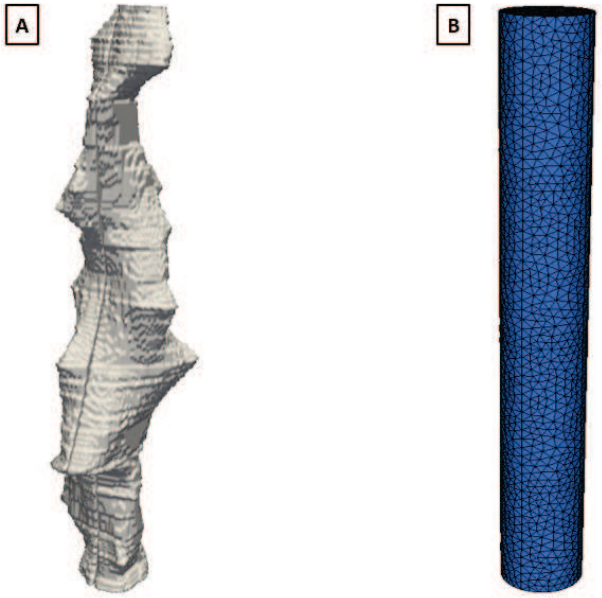

FIGURE 2.6 – Modélisation d'un fil d'aiguilletage. A : Aiguilletage extrait d'une tomographie X (résolution 12 μm/pixel) par le biais du logiciel de traitement d'images Avizo. B : Modélisation correspondante.

Modélisation du réseau d'aiguilletage

Les fils d'aiguilletage sont agencés en quinconces dans le plan XY comme dans le plan XZ. Dans le plan XZ, les fils d'aiguilletage présentent des zones de recouvrement d'une hauteur moyenne de 300 μm. La figure 2.7-A montre une vue de ces agencements au sein du composite C/C. La modélisation de ce réseau a été réalisée à partir de ces caractéristiques. Un choix a été de les éloigner les uns des autres dans le plan XY de manière équidistante. La prise en compte de l'ensemble de ces paramètres aboutit dans la modélisation à un réseau formé de treize aiguilletages (figure 2.7-B). Ils équivalent à six fils d'aiguilletage complets des points de vues de la section et de la hauteur.

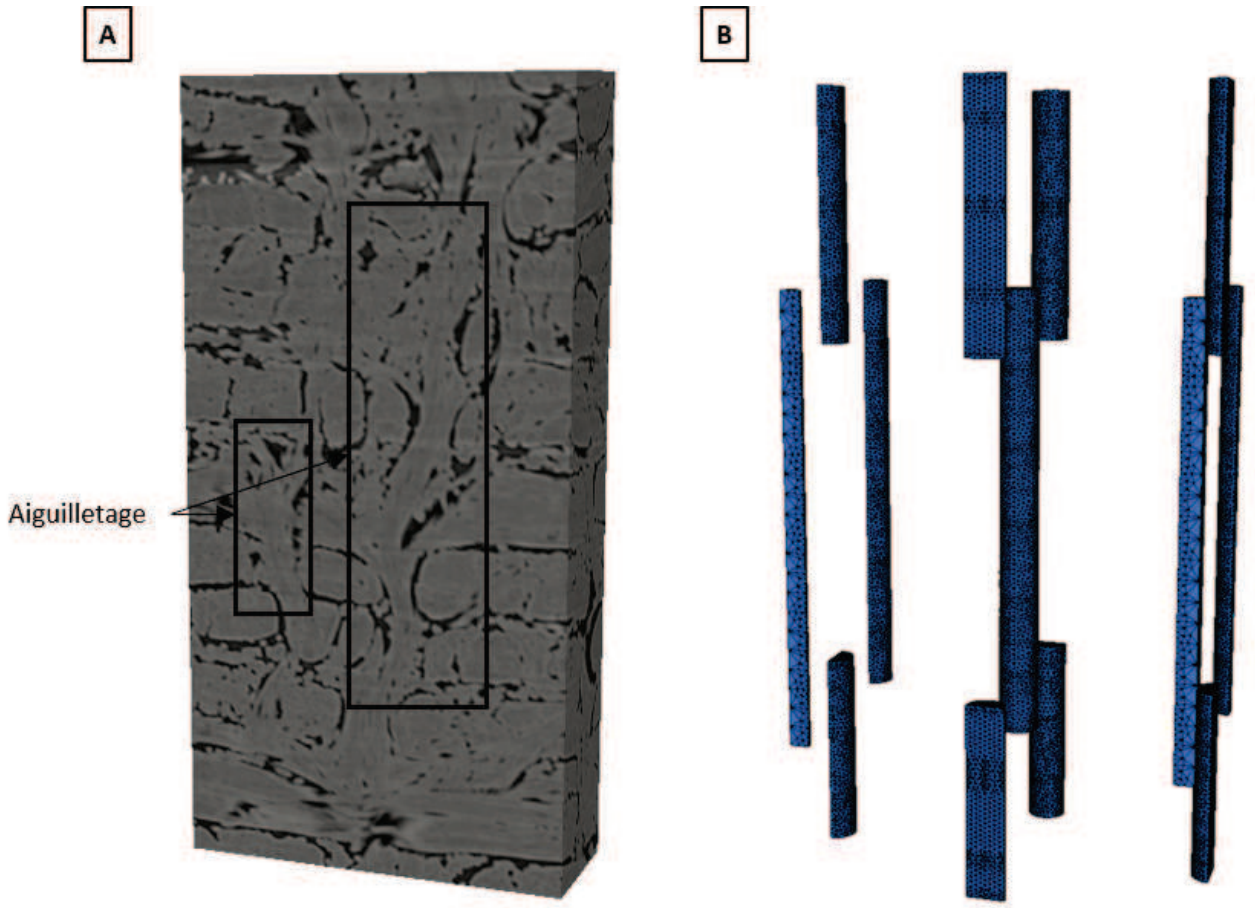

FIGURE 2.7 – Modélisation du réseau d'aiguilletage. A : Agencement des fils d'aiguilletage dans le composite C/C (tomographie X de résolution 12 μm/pixel). B : Modélisation associée.

Assemblage des constituants : plis, fils de plis et fils d'aiguilletage

L'assemblage des constituants formant la texture du composite C/C a pour contrainte d'aboutir à un taux volumique d'aiguilletage caractéristique du matériau. Pour s'y conformer, deux variables sont modifiables dans la modélisation réalisée : les longueurs et largeurs de plis. Le réseau d'aiguilletage modélisé est formé de six fils d'une hauteur de 5,75 plis d'une section circulaire de diamètre 200 μm. L'empilement de plis équivaut à une hauteur de 4 mm. Les aiguilletages ont été assemblés de manière homogène. Dans le but d'obtenir une cellule quasi-périodique de matériau, il est nécessaire de positionner les aiguilletages présents sur les extrémités du réseau en bord de plis. Ceci implique la relation suivante entre longueur et largeur de pli : longueur de pli = $\sqrt{3}$ largeur de pli. La prise en compte de l'ensemble de ces contraintes aboutit au calcul de ces variables. La modélisation de l'ensemble de la texture est présentée en figures 2.8.

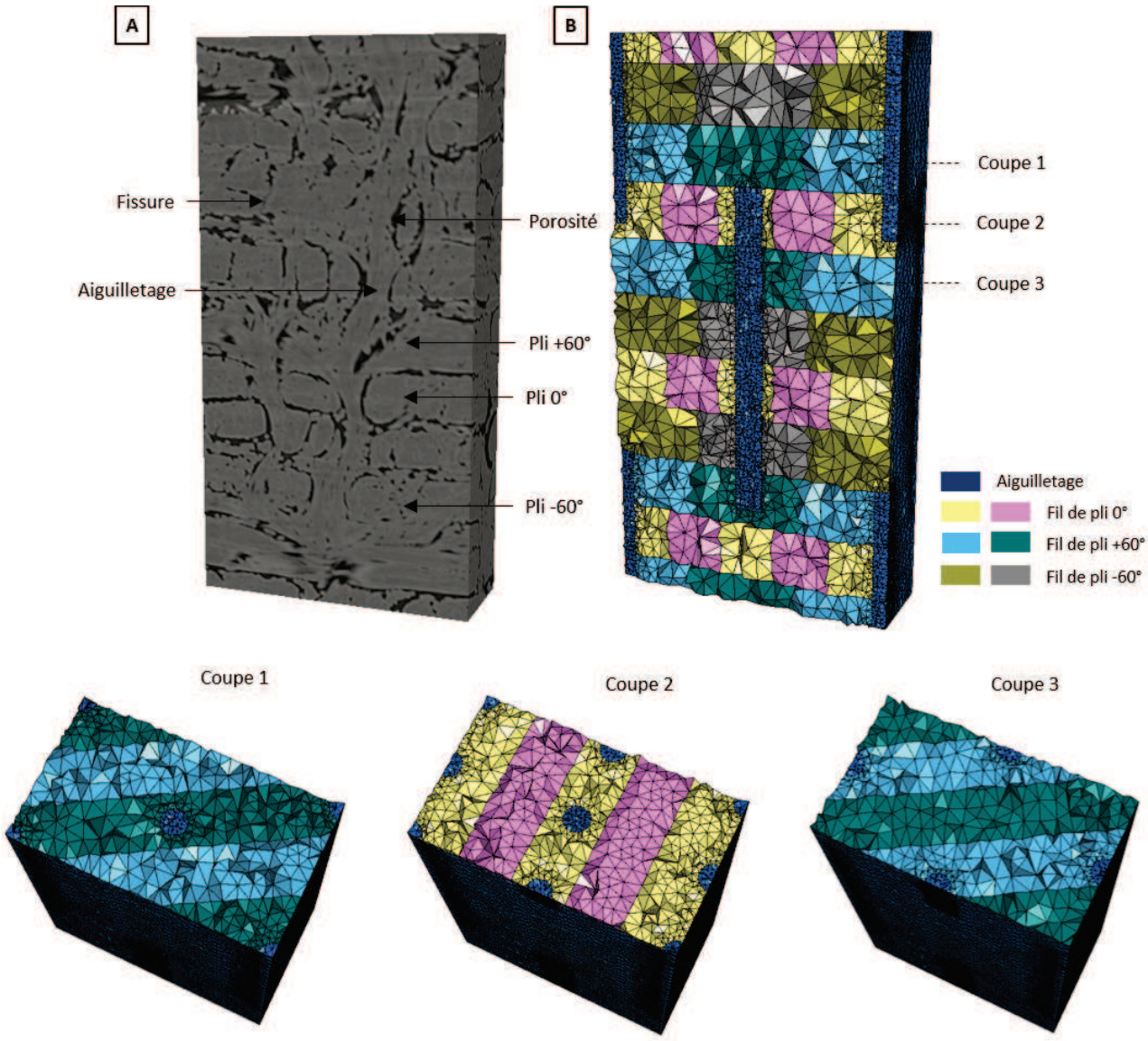

FIGURE 2.8 – Modélisation de la texture du matériau à l'échelle mésoscopique. A : Image de tomographie X représentant l'architecture du composite C/C à l'échelle mésoscopique (résolution : 12 μm/pixel). B : Modélisation la texture réalisée à cette échelle.

Propriétés thermoélastiques de l'architecture idéalisée

Le calcul des propriétés thermoélastiques de l'architecture mésoscopique est réalisé à partir des propriétés des fils de plis et d'aiguilletage précédemment identifiées à l'échelle microscopique. Cette architecture étant composée de fils de plis et de fils d'aiguilletage, le principe est d'attribuer aux éléments qui la composent les propriétés de fils idéaux en accord avec leur nature. Ces propriétés sont orientées selon la direction principale théorique du fil. Cette étape réalisée, les propriétés thermoélastiques de l'architecture mésoscopique idéalisée sont ensuite obtenues par homogénéisation. Pour ce faire, des conditions aux limites mixtes PMUBC [Pahr et Zysset, 2008], considérées comme les plus adaptées aux calculs réalisés, sont affectées au modèle. Les calculs d'homogénéisation ont été effectués à 1000°C. Ils permettent d'obtenir les propriétés présentées dans le tableau 2.11. Ces données sont comparées aux données expérimentales disponibles à cette température. Dans le cas des modules de cisaillement, seules

les valeurs à 25°C sont disponibles. En l'absence des porosités et fissures initiales, on s'attend, comme montré dans les travaux de [Charron, 2017], à une surestimation des propriétés thermoélastiques, notamment dans la direction Z. Cela démontre une nouvelle fois la nécessité de prendre en compte ces endommagements initiaux afin de tendre vers des valeurs plus réalistes. Ces propriétés simulées de la texture mésoscopique non-endommagée constitueront dans la suite de ce chapitre une base de comparaison aux futures propriétés calculées notamment lors de la prise en compte des endommagements à cette échelle.

Grandeur	Propriétés calculées	Données expérimentales	Ecarts aux données expérimentales
E_X (GPa)	69	30-40	68%
E_Y (GPa)	50	30-40	25%
E_Z (GPa)	23	2-4	475%
G_{XY} (GPa)	20	*8-10 (25°C)*	*122%*
G_{XZ} (GPa)	9	*1-2 (25°C)*	*800%*
G_{YZ} (GPa)	9	*1-2 (25°C)*	*800%*
α_X (10^{-6} K^{-1})	1.5	1.1-1.5	0%
α_Y (10^{-6} K^{-1})	2.2	1.1-1.5	47%
α_Z (10^{-6} K^{-1})	5.2	2.5-3.0	73%

TABLE 2.6 – Propriétés de l'architecture non-endommagée à 1000°C et écarts par rapport aux données expérimentales à cette même température.

2.2 Modélisation des endommagements mésoscopiques

L'échelle mésoscopique présente plusieurs familles d'endommagements. Caractérisées au chapitre précédent, un récapitulatif de leurs largeurs moyennes d'ouvertures normales est disponible dans le tableau 2.7. L'objectif est de quantifier le rôle de ces endommagements sur le comportement non-linéaire du composite C/C étudié. Pour ce faire, la méthode sera de les prendre en compte dans le modèle d'architecture idéalisée réalisé à la section précédente.

Entité	Largeur moyenne d'ouverture normale (μm)
Porosité	19
Fissure interplis	4
Fissure interfils : fil de pli/fil de pli	3
Fissure interfils : fil de pli/fil d'aiguilletage	2

TABLE 2.7 – Largeurs d'ouvertures normales des endommagements initiaux à l'échelle mésoscopique.

2.2.1 Nécessité de distinction des porosités et fissures

Le composite C/C comporte de nombreux endommagements initiaux formés de porosités et de fissures. Le comportement de ces deux catégories peut diverger lorsque le matériau subit de hautes températures. En effet, dans le cas d'une entité de faible largeur, la dilatation des constituants qui l'entourent entraîne sa refermeture totale ou partielle. Elle présente alors un comportement de frottement. Au contraire, pour une entité de grande largeur la dilatation n'est pas suffisamment conséquente pour provoquer sa refermeture. Son comportement reste inchangé à basse comme à haute température. Ainsi, afin de modéliser les endommagements présents dans le composite C/C étudié, il est nécessaire de mettre en place un critère permettant de les distinguer. Il sera basé sur la capacité de ces entités à se refermer ou non avec la montée en température du matériau par dilatation différentielle des constituants qui l'entourent.

Critère de refermeture en température

Les endommagements mésoscopiques, quelle que soit leur famille, se situent toujours entre deux fils, qu'ils soient de plis ou d'aiguilletage :

- Endommagement interplis : interface fil de pli/fil de pli
- Endommagement interfils entre deux fils de pli : interface fil de pli/fil de pli
- Endommagement interfils entre un fil de pli et un fil d'aiguilletage : interface fil de pli/fil d'aiguilletage

Afin d'évaluer la température seuil à partir de laquelle ils peuvent se refermer, il est nécessaire de calculer les variations de diamètre des fils qui les entourent. Pour ce faire, les coefficients de dilatation transverse des fils, identifiés à la section précédente, sont utilisés. Un fil peut être modélisé selon le schéma de la figure 2.9. Son diamètre moyen est de 400 μm. En son coeur, il est composé d'un ensemble fibre/matrice. Sur ses extrémités il est formé d'une gaine de pyrocarbone d'une épaisseur moyenne de 15 μm. Avec la montée en température, le diamètre de ce fil va varier uniformément d'une valeur $\Delta D_{fil}/2$ entre chacune de ses faces (figure 2.10-A), soit

d'une valeur totale de ΔD_{fil}. Il va combler une entité de largeur L correspondant aux endommagements initiaux (figure 2.10-B). Le coefficient de dilatation transverse du fil est obtenu par l'équation 2.1. Sa variation de diamètre avec la température en est déduite avec l'équation 2.2. Le critère de refermeture est le suivant :

A une température T donnée : si $L_{entite} < \Delta D_{fil}(T)$, alors l'entité se referme

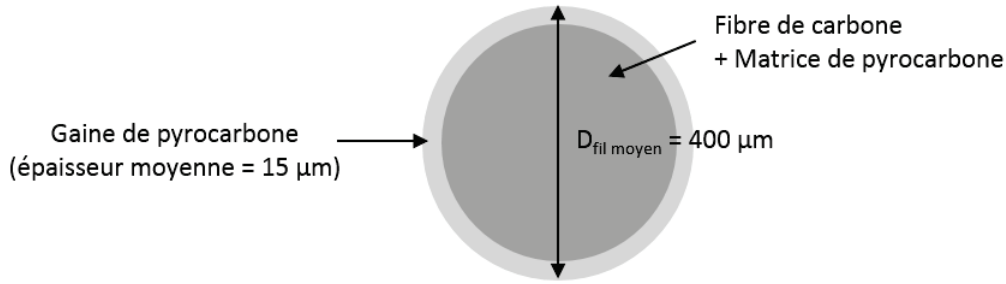

FIGURE 2.9 – Schématisation d'un fil.

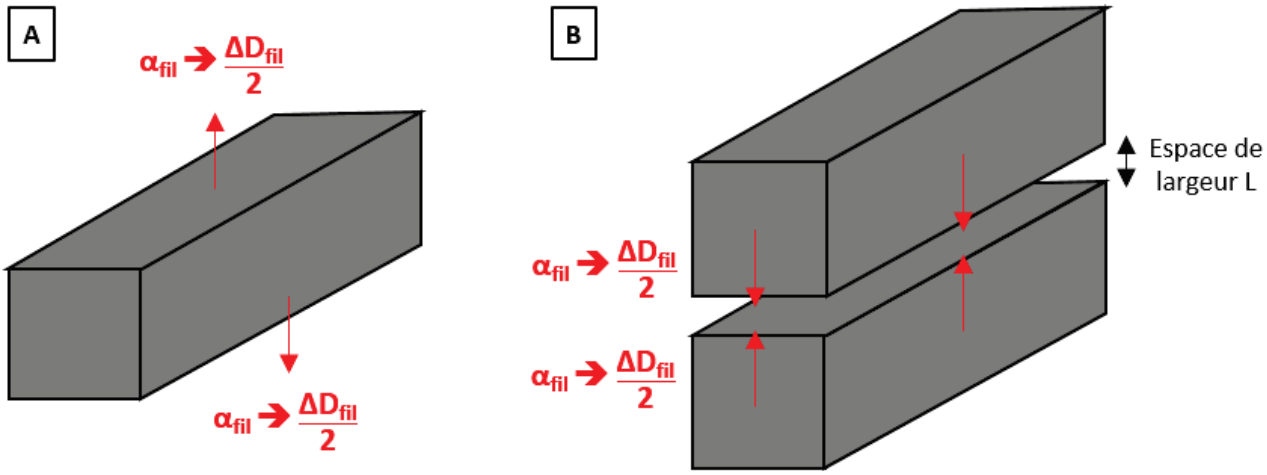

FIGURE 2.10 – Dilatation des fils avec la montée en température du matériau. A : Variation de diamètre d'un fil. B : Variation de diamètre de deux fils voisins.

$$\alpha_{fil+matrice}(T) = \frac{(D_{fil} - 2 * ep_{matrice})}{D_{fil}} * \alpha_{fil}(T) + \frac{(2 * ep_{matrice})}{D_{fil}} * \alpha_{matrice}(T) \tag{2.1}$$

$$\Delta D_{fil}(T) = \alpha_{fil+matrice}(T) * (T - T_{ambiante}) * D_{fil} \tag{2.2}$$

Application aux endommagements du composite C/C

Les variations de diamètres de fils obtenues à 1000°C et 1500°C sont exposées dans le tableau 2.8. Les largeurs seuils de refermeture des interfaces fil de pli/fil de pli et fil de pli/fil d'aiguilletage sont obtenues en réalisant la moyenne des variations de diamètres des types de fils qui les entourent. Elles sont notées $\Delta D_{fil}(T)$ (tableau 2.9).

Type de fil	Fil de pli		Fil d'aiguilletage	
Température (°C)	1000	1500	1000	1500
Variation de diamètre (μm)	1.9	3.8	1.7	3.4

TABLE 2.8 – Variations de diamètres des fils de plis et d'aiguilletage modélisés entre la température ambiante et 1000°C ou 1500°C.

Type d'interface	Fil de pli/fil de pli		Fil de pli/fil d'aiguilletage	
Température (°C)	1000	1500	1000	1500
Largeur seuil de refermeture (μm)	1.9	3.8	1.8	3.6

TABLE 2.9 – Largeurs seuils de refermeture des interfaces fil de pli / fil de pli et fil de pli / fil d'aiguilletage à 1000°C et 1500°C.

L'analyse des données permet de distinguer :

- Les fissures qui peuvent se refermer en température : celles interfils fil de pli/fil de pli se referment autour de 1000°C, celles interfils fil de pli/fil d'aiguilletage et interplis sont comblées pour une température d'environ 1500°C.
- Les porosités, dont la taille caractéristique est très supérieure à la largeur seuil maximale calculée à 1500°C de 3,8 μm, ne se referment pas pour les températures de fonctionnement du composite C/C.

Par conséquent, il sera nécessaire de distinguer la description du comportement de ces entités dans la modélisation réalisée.

Modélisation des endommagements

Afin de modéliser les endommagements, l'approche utilisée par [Gillard, 2017] est appliquée aux présents travaux. Des éléments d'interfaces sont positionnés entre les différentes entités du matériau à cette échelle dans le modèle d'architecture idéalisée. La représentation explicite des différentes phases du composite C/C permet un positionnement direct de ces éléments. Au travers de ces interfaces, les endommagements, fissures et porosités, sont implémentés dans un premier temps de façon moyennée. Leurs morphologies locales ne sont pas décrites de façon discrète mais globale. L'ouverture normale de l'interface correspond à la moyenne des déplacements des entités qui la composent et rend compte du comportement moyen de l'interface.

Afin de quantifier l'effet des endommagements mésoscopiques sur les propriétés effectives du composite C/C, la méthode utilisée sera la suivante. Dans un premier temps, afin de quantifier a priori leur effet sur le comportement du matériau, une loi de comportement élastique, non-physique, sera conférée aux éléments d'interfaces. Ceci a pour but de prendre en compte la souplesse apparente due aux fissures et porosités présentes aux interfaces, et de quantifier dans quelle mesure cela modifie les propriétés thermoélastiques du composite C/C. Ensuite, l'impact de ces endommagements avéré, une loi de comportement plus physique sera attribuée aux interfaces du matériau. Elle prendra en compte l'aspect unilatéral du contact normal, ainsi que du frottement en cisaillement, en se basant sur le modèle développé par [Gillard, 2017].

2.2.2 Modélisation des endommagements initiaux par des interfaces élastiques

Positionnement des éléments d'interfaces dans l'architecture idéalisée

Différentes catégories d'éléments d'interfaces correspondant aux endommagements mésoscopiques sont à prendre en compte dans la modélisation. Des interfaces interplis (pli/pli) et interfils (fil de pli/fil d'aiguilletage, fil de pli/fil de pli) sont positionnées entre les constituants du modèle idéalisé de matériau (figure 2.11). Comme discuté précédemment, des lois de comportement élastiques leur sont attribuées dans un premier temps de rigidité normale K_N et tangentielle K_S et K_T. Pour ces calculs préliminaires, les interfaces seront considérées comme isotropes : $K_N = K_S = K_T$, mais avec une valeur propre à chaque type d'interface. Les éléments d'interfaces pli/pli auront une rigidité nommée K_{pp}, ceux entre un fil de pli et un fil d'aiguilletage : K_{fa}, et enfin ceux entre deux fils de plis : K_{ff}.

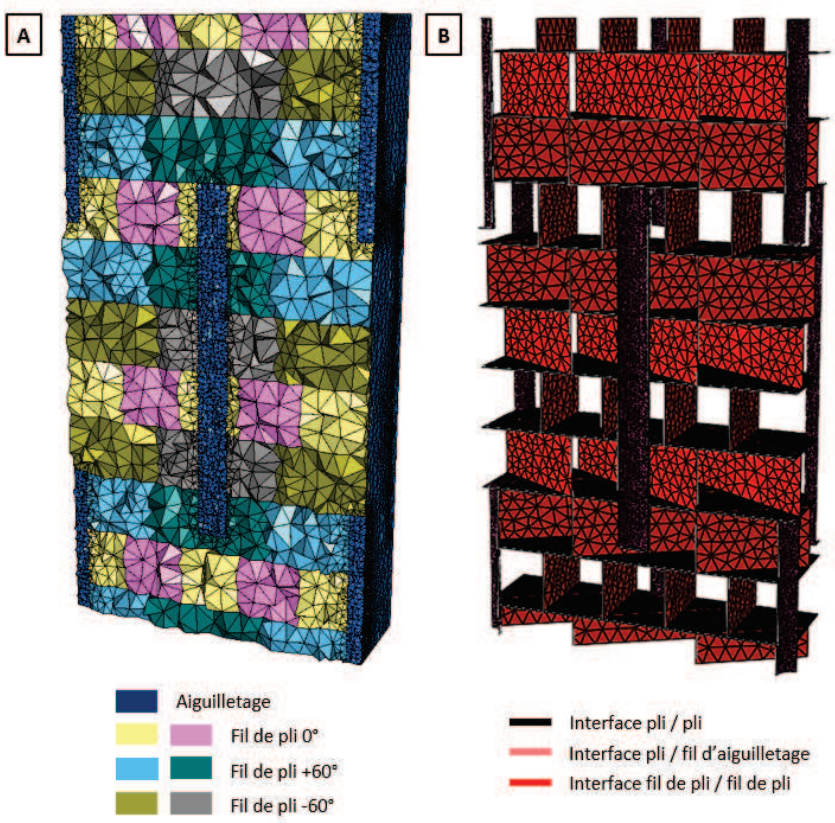

FIGURE 2.11 – Implémentation des éléments d'interfaces à l'échelle mésoscopique. A : Modèle d'architecture idéalisée de matériau. B : Eléments d'interfaces mésoscopiques positionnés dans l'architecture idéalisée.

Encadrement des propriétés de l'architecture idéalisée

Afin de quantifier l'effet de l'endommagement sur le comportement du composite C/C étudié, une première étape est d'évaluer l'intervalle de valeurs que ses propriétés peuvent atteindre en présence d'éléments d'interfaces. Pour cela, des valeurs de rigidités extrêmes vont être testées. L'objectif est d'identifier s'il est possible d'encadrer les données expérimentales en leur conférant des rigidités très faibles, équivalentes au cas où les endommagements initiaux sont

totalement ouverts, ou au contraire des rigidités très fortes, équivalentes à une absence d'endommagement initial dans le matériau. Dans le premier cas, une valeur de rigidité de 10^2 $N.mm^{-1}$ est appliquée, dans le second de 10^8 $N.mm^{-1}$. Les propriétés du composite C/C calculées à 1000°C sont présentées dans le tableau 2.10. Elles sont comparées à celles de l'architecture idéalisée non-endommagée et aux données expérimentales. Leur analyse permet de déduire que l'utilisation d'éléments d'interfaces rend l'encadrement des données expérimentales possible par les propriétés simulées. La prise en compte des endommagements initiaux améliore ainsi la pertinence de la modélisation réalisée.

Grandeur	Propriétés calculées avec K=10^2 $N.mm^{-1}$	Données expérimentales	Propriétés calculées avec K=10^8 $N.mm^{-1}$
E_X (GPa)	30	30-40	72
E_Y (GPa)	6	30-40	53
E_Z (GPa)	0	2-4	22
G_{XY} (GPa)	2	*8-10 (25°C)*	21
G_{XZ} (GPa)	0	*1-2 (25°C)*	9
G_{YZ} (GPa)	0	*1-2 (25°C)*	9
α_X (10^{-6} K^{-1})	1.1	1.1-1.5	1.5
α_Y (10^{-6} K^{-1})	1.2	1.1-1.5	2.1
α_Z (10^{-6} K^{-1})	1.1	2.5-3.0	5.5

TABLE 2.10 – Propriétés calculées à 1000°C par le modèle d'architecture idéalisée endommagé avec des éléments d'interfaces à très faible ou très forte rigidité comparées aux données expérimentales à cette même température.

Recalage sur les données expérimentales

Les données expérimentales étant encadrées, un second objectif va être d'analyser s'il est possible d'identifier un jeu de rigidités (K_{pp}, K_{fa}, K_{ff}) permettant de les obtenir par simulation. Pour cela, différentes valeurs de ces paramètres vont être testées. Il est également possible de faire varier l'angle entre la direction théorique des plis et leur direction réelle. En effet, lors de la caractérisation morphologique du matériau, il a été noté un écart moyen de 5° à 10° des plis par rapport à leur direction théorique. De plus, un décalage par rapport à la direction X lors de la caractérisation des données expérimentales est également à ajouter au précédent du fait de la forme cylindrique des pions utilisés. L'angle total obtenu influe sur les propriétés calculées dans le plan XY (figure 2.12), il n'impacte pas celles obtenues selon l'axe Z. Les valeurs des paramètres permettant la plus grande proximité aux données expérimentales sont les suivantes :

— $K_{pp} = 3 * 10^3$ $N.mm^{-1}$
— $K_{fa} = 5 * 10^4$ $N.mm^{-1}$
— $K_{ff} = 1 * 10^4$ $N.mm^{-1}$
— angle de rotation des plis dans le plan XY par rapport à leurs directions théoriques = 10°

Ces valeurs permettent d'obtenir les propriétés présentées dans le tableau 2.11 et d'aboutir à une erreur inférieure à 10% sur toutes les propriétés thermoélastiques. Cela représente une amélioration considérable par rapport au cas sans interface où les différences étaient de plusieurs ordres de grandeur.

Grandeur	Propriétés calculées	Données expérimentales	Erreur relative
E_X (GPa)	39	30-40	0%
E_Y (GPa)	28	30-40	7%
E_Z (GPa)	3	2-4	0%
G_{XY} (GPa)	7	*8-10 (25°C)*	*10%*
G_{XZ} (GPa)	1	*1-2 (25°C)*	*0%*
G_{YZ} (GPa)	1	*1-2 (25°C)*	*0%*
α_X (10^{-6} K^{-1})	1.3	1.1-1.5	0%
α_Y (10^{-6} K^{-1})	1.6	1.1-1.5	7%
α_Z (10^{-6} K^{-1})	2.7	2.5-3.0	0%

TABLE 2.11 – Propriétés calculées à 1000°C par le modèle d'architecture idéalisée avec des éléments d'interfaces ayant des rigidités permettant de se recaler sur les données expérimentales.

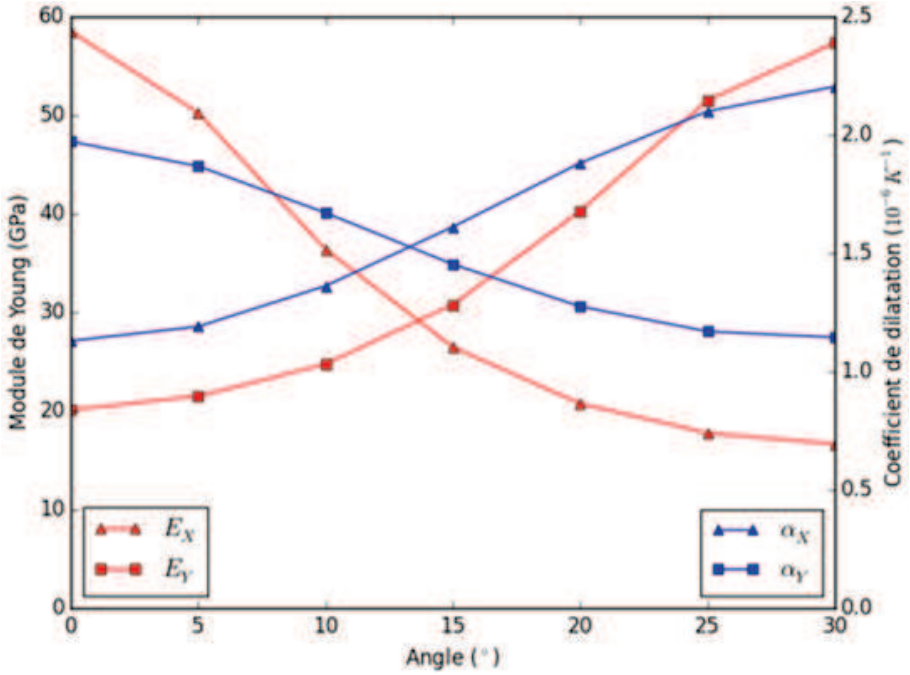

FIGURE 2.12 – Evolution des modules de Young et des coefficients de dilatation de l'architecture idéalisée dans le plan XY selon l'angle de décadrage des plis par rapport à leurs orientations théoriques.

Bilan des éléments d'interfaces à comportement élastique

La prise en compte des endommagements mésoscopiques permet de se recaler sur les données expérimentales disponibles sur le composite C/C étudié. La modélisation réalisée jusqu'à présent semble par conséquent pertinente. L'étape suivante sera de conférer un sens physique aux éléments d'interfaces afin qu'ils puissent traduire des comportements de frottement tels que ceux observés sur des essais macroscopiques. Pour ce faire, les lois de comportement élastiques seront remplacées par des lois de contact unilatéral et de frottement en cisaillement.

2.2.3 Modélisation par des éléments d'interfaces à comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement

Morphologie et comportement des interfaces du composite C/C

Les études réalisées dans le chapitre 1 ont permis de caractériser la morphologie des endommagements initiaux du composite C/C. Ceux-ci sont tortueux et présentent de fortes rugosités, ainsi que des débris de matrice de pyrocarbone. Une micrographie permettant de visualiser ces observations est disponible en figure 2.13. De nombreux travaux ont montré l'importance de ces interfaces sur le comportement des composites C/C : [Hatta *et al.*, 2005a], [Aoki *et al.*, 2007], [Gillard, 2017]. Il en ressort que leur comportement est principalement régi par des phénomènes de frottement sous sollicitations de cisaillement. Dans le sens normal, il est gouverné par le caractère unilatéral du dommage. L'objectif est de réussir à le traduire dans les éléments d'interfaces de la modélisation réalisée.

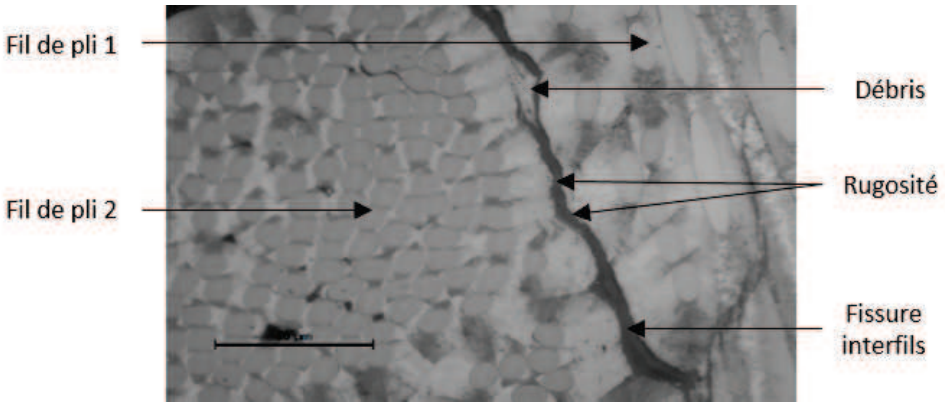

FIGURE 2.13 – Micrographie d'une interface mésoscopique interfils de plis du composite C/C et de ses constituants (résolution : 0.5 μm/pixel).

Bibliographie sur la modélisation de lois de comportement interfaciales

Divers modèles représentant des lois de comportement des interfaces des matériaux sont disponibles dans la littérature. Les premiers développements d'éléments interfaciaux endommageables ont été proposés par [Tvergaard et Hutchinson, 1992] et [Needleman, 1997]. Ces modèles ont ensuite été repris par [Chaboche *et al.*, 1997] et [Geubelle et Baylor, 1998]. [Alfano *et al.*, 2006] ainsi que [Serpieri *et al.*, 2015b] et [Serpieri *et al.*, 2015c] ont développé un modèle, établi en 2D, reposant sur une décomposition entre une surface endommagée associée à un frottement de Coulomb, et une surface non-endommagée liée à une énergie de rupture. Il a ensuite été généralisé en 3D dans les travaux de [Serpieri *et al.*, 2015a]. Ces modèles bien qu'intéressants semble néanmoins trop complexes pour représenter une surface initialement endommagée et du frottement de Coulomb tels que ceux correspondant à cette étude. **[Gillard, 2017] a développé un modèle d'interfaces représentant le comportement d'endommagements similaires à ceux caractéristiques du composite C/C étudié. Inspirée des travaux de [Alfano *et al.*, 2006], la loi associée correspond exactement à celle recherchée pour le matériau étudié. Elle est composée dans le sens normal d'un comportement de contact unilatéral et d'une loi de frottement de type Coulomb en cisaillement**.

Implémentation d'une loi de comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement dans les éléments d'interfaces

L'objectif est d'utiliser un modèle cohésif permettant de représenter le comportement des interfaces du composite C/C à l'échelle mésoscopique. Pour cela, les travaux de [Gillard, 2017] vont être utilisés. Le premier objectif est de modéliser la morphologie des interfaces à partir des caractérisations réalisées. Pour cela, [Gillard, 2017] a mis en place leur modèle équivalent, présenté en figure 2.14. Il présente deux paramètres. Le premier, Δ, correspond à l'ouverture normale moyenne de la famille d'interface considérée. Le second, δ, représente la rugosité et les débris de matrice de pyrocarbone.

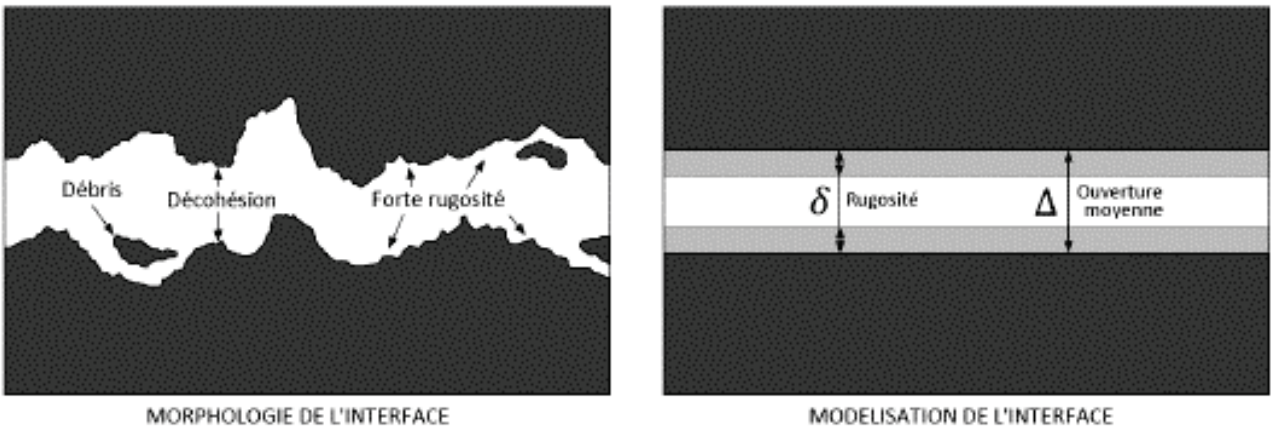

FIGURE 2.14 – Modélisation du comportement aux interfaces. Morphologie et modélisation associée des interfaces mésoscopiques du composite C/C par [Gillard, 2017].

Les déplacements de l'interface selon la direction normale (mode I) sont notés u_n, ceux selon les directions tangentielles (modes II et III) sont nommés u_t. Les forces associées à ces déplacements sont représentées par les grandeurs F_n et F_t. Des rigidités notées K et Kr sont incluses dans la modélisation. K représente la rigidité de l'interface en elle-même, Kr celle associée à la rugosité. Un coefficient de frottement μ est également pris en compte. Construire le modèle de comportement interfacial revient à établir des relations entre les déplacements (u_n, u_t) et les contraintes (F_n, F_t).

Selon la direction normale, l'interface doit pouvoir s'ouvrir et se refermer. Ces deux états sont séparés par l'épaisseur de décohésion Δ. Le premier cas est traduit dans la modélisation par une rigidité d'interface nulle. Dans le second cas, l'interface étant complètement refermée, aucun déplacement n'est possible dans le sens normal, la rigidité associée est par conséquent infinie. N'étant pas transposable dans la modélisation, une valeur très élevée de 10^8 $N.mm^{-1}$ est utilisée. Ce comportement en mode I des interfaces est décrit par l'équation 2.3, le graphe associé est présenté en figure 2.15-A.

Dans les directions tangentielles, correspondant à celles de cisaillement, un frottement de type Coulomb a été implémenté. Si la réponse à une sollicitation donnée se situe dans le cône de frottement, les interfaces ne bougent pas les unes par rapport aux autres. Dans le cas où la réponse induit une sortie du cône de frottement, il est nécessaire d'avoir recours au calcul d'un prédicteur élastique (équation 2.4). La position de base du cône de frottement est décrite par la variable u_t^0. Si l'effort sort de ce cône ($\sigma_t^{el} > \tau_f$), un glissement se produit et la position de l'interface évolue selon l'équation 2.5. Ce déplacement se poursuit jusqu'à vérifier la condition

$\sigma_t^{el} \leq \tau_f$, il est représenté par l'équation 2.6. La figure 2.15-B résume la loi de comportement implémentée en modes II et III. L'évolution du frottement avec le déplacement normal de l'interface est présentée en figure 2.15-C et formalisée par l'équation 2.7. Lorsque celui-ci a une valeur supérieure à l'ouverture moyenne d'interface Δ, aucun contact n'est possible en cisaillement, impliquant une perte de contact entre les lèvres de fissures et par conséquent un frottement ainsi qu'une rigidité nulle. A l'opposé, lorsque l'interface s'est refermée d'une valeur supérieure ou égale à Δ, celle-ci ne peut plus se mouvoir en cisaillement, aucun déplacement n'étant possible, la rigidité associée est par conséquent infinie, traduite par une valeur de 10^8 $N.mm^{-1}$ dans la modélisation. Entre ces deux zones, le comportement est gouverné par une rigidité variable de l'interface. Ainsi, plus l'interface se referme, plus les aspérités vont frotter les unes sur les autres et moins le mouvement relatif entre ces deux entités sera élevé. Ceci se traduit dans la modélisation par une rigidité d'interface qui augmente linéairement avec sa refermeture.

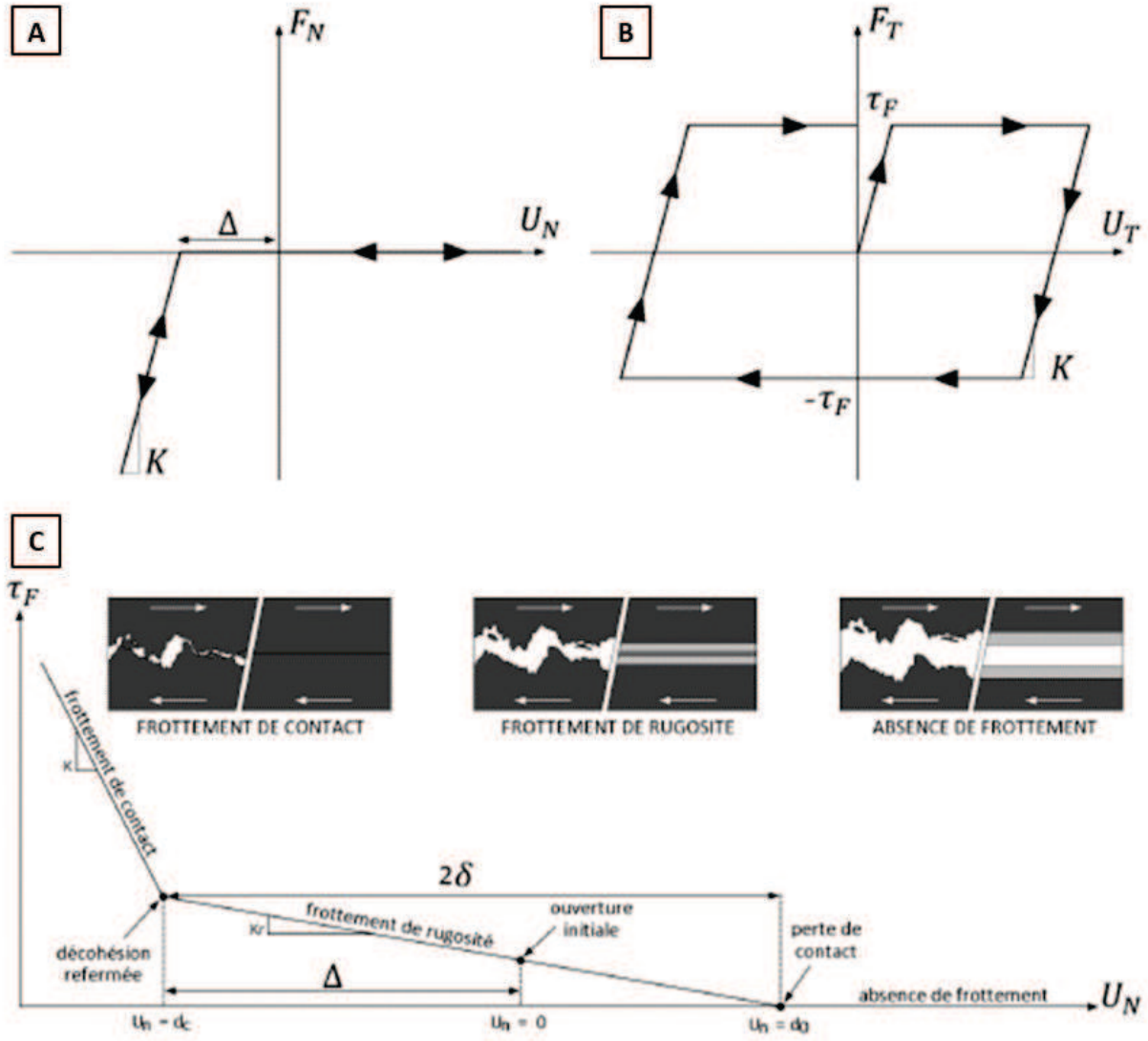

FIGURE 2.15 – Modélisation du comportement aux interfaces par [Gillard, 2017]. A : Loi de comportement normale implémentée dans le modèle d'interface. A : Loi de comportement tangentielle implémentée dans le modèle d'interface. C : Modélisation du frottement de l'interface en fonction de son ouverture normale.

$$\sigma_n = \begin{cases} 0 & si\ u_n \geq \Delta \\ K(u_n - \Delta) & sinon \end{cases} \tag{2.3}$$

$$\left\| \begin{array}{l} \sigma_{t1}^{el} = K(u_{t1} - u_{t1}^0) \\ \sigma_{t2}^{el} = K(u_{t2} - u_{t2}^0) \\ \sigma_t^{el} = \sqrt{\sigma_{t1}^{el^2} + \sigma_{t2}^{el^2}} \end{array} \right. \tag{2.4}$$

$$Soit\ \Phi = \tau_f + \sigma_t^{el}.\ Si\ \Phi > 0, \left\| \begin{array}{l} d\lambda = \frac{\Phi}{K} \\ u_{t1}^0 += d\lambda \frac{\sigma_{t1}^{el}}{\sigma_t^{el}} \\ u_{t2}^0 += d\lambda \frac{\sigma_{t2}^{el}}{\sigma_t^{el}} \end{array} \right. \tag{2.5}$$

$$\sigma_t = \begin{cases} \sigma_{t1} = 0 \\ \sigma_{t2} = 0 \\ \sigma_{t1} = K(u_{t1} - u_{t1}^0) \\ \sigma_{t2} = K(u_{t2} - u_{t2}^0) \end{cases} \begin{array}{l} si\ u_n \geq d_0 \\ \\ sinon \end{array} \tag{2.6}$$

$$\tau_f = \begin{cases} 0 & si\ u_n \geq d_0 \\ \mu K r(u_n - d_0) & si\ d_0 \geq u_n \geq d_c \\ \mu K r(d_c - d_0) + \mu K(u_n - d_c) & sinon \end{cases} \tag{2.7}$$

Ce modèle a été implémenté sous Abaqus sous la forme d'une UMAT. Celle-ci sera associée aux éléments d'interfaces positionnés dans l'architecture idéalisée de matériau présentée en figure 2.11-B. Elle leur conférera le comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement souhaité. Des variables d'états (SDV1 et SDV2) permettant d'attester la présence ou non de frottement dans les éléments d'interfaces ont également été implémentées.

Ainsi, l'implémentation de lois régissant le comportement des éléments d'interfaces du matériau étudié nécessite l'utilisation de cinq paramètres. Δ et δ représentent les ouvertures normales moyennes d'interfaces et de rugosités, K et K_r les rigidités correspondant aux ouvertures précédentes, μ est associé au coefficient de frottement carbone/carbone des interfaces. La valeur de Δ est connue car correspondant à la moyenne des ouvertures des endommagements mésoscopiques caractérisées pour chaque famille au chapitre 1 et rappelées dans le tableau 2.7. Celle de K, associée au déplacement nul des interfaces et ainsi au frottement infini, valeur impossible à traduire dans la modélisation, est par conséquent associé à une valeur très élevée : $10^8\ N.mm^{-1}$. Le coefficient de frottement μ se voit attribuer une valeur de 0.3 typique du carbone/carbone. Les valeurs de δ et de K_r restent quant à elles à identifier à partir d'essais expérimentaux pour chacune des familles d'interfaces mésoscopiques du matériau. Ces paramètres sont résumés dans le tableau 2.12. Au cours de sa thèse, [Gillard, 2017] a démontré que lors de la montée en température du matériau, le comportement des interfaces mésoscopiques évolue uniquement avec la dilatation différentielle des fils qui les entourent. Par conséquent, la morphologie de ces entités reste inchangée, seule leur ouverture normale Δ peut varier selon la température de sollicitation. Ceci induit qu'il est uniquement nécessaire d'identifier les propriétés d'interfaces à 25°C, et par conséquent de δ et de K_r, celles-ci n'évoluant pas en température. Ceci constituera l'objectif

des paragraphes suivants. Le but sera alors d'identifier les propriétés δ et de K_r correspondants aux familles d'interfaces mésoscopiques du matériau : endommagements interplis, interfils entre un fil de pli et un fil d'aiguilletage, et interfils entre deux fils de plis.

Paramètre	Symbole	Unité	Valeur
Ouverture moyenne d'interface	Δ	μm	tableau 2.7
Epaisseur de rugosité	δ	μm	à définir
Rigidité d'interface	K	$N.mm^{-1}$	10^8
Rigidité de rugosité	K_r	$N.mm^{-1}$	à définir
Coefficient de frottement	μ	$s.u.$	0.3

TABLE 2.12 – Modèle cohésif développé par [Gillard, 2017]. Paramètres d'interfaces connus et à définir pour le composite C/C étudié.

Identification des propriétés des interfaces fil de pli / aiguilletage à partir d'essais expérimentaux de push-out à 25°C

Lors de sa thèse sur un composite C/C similaire à celui de l'étude présente, [Champagne, 2013] avait pour but de mettre en place un modèle numérique tribologique permettant d'étudier ses mécanismes d'usure. Pour cela, il a réalisé une caractérisation exhaustive des endommagements présents dans ce matériau, tant sur le plan morphologique que celui de l'identification de leurs caractéristiques d'interfaces. Il a notamment déterminé les propriétés interfaciales fil de pli/fil d'aiguilletage. Pour cela, il a eu recours à l'exécution d'essais de push-out sur fil d'aiguilletage. Son principe est d'appuyer sur l'un de ces fils par le biais d'un indenteur de façon à ce qu'il traverse les fils de plis. Cet outil présente une section circulaire de diamètre 350 μm. L'appui est effectué perpendiculairement à la section du fil d'aiguilletage. Le but est de déterminer la contrainte à rupture de l'interface fil de pli/fil d'aiguilletage et le déplacement du fil d'aiguilletage associé. Réalisés à température ambiante (25°C), le principe de ces essais est présenté en figure 2.16.

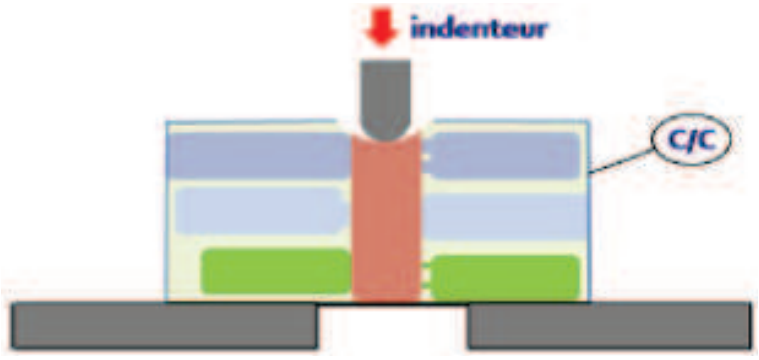

FIGURE 2.16 – Principe d'un essai de push-out [Champagne, 2013].

Les résultats obtenus sont des courbes de force/déplacement. Elles correspondent à la force mesurée par l'indenteur lorsqu'il pousse le fil d'aiguilletage et au déplacement associé à ce fil. Lors de la réalisation de cet essai, des précautions sont à prendre quant à l'interprétation des résultats obtenus. En effet, les courbes acquises représentent non seulement les phénomènes de

cisaillement de l'interface fil de pli/fil d'aiguilletage mais également la déformation globale de l'échantillon. Ainsi, le point de valeurs retenu pour les modèles de l'étude est celui correspondant à la rupture de cet interface. Il s'agit en effet du point le moins parasité du fait que la déformation de l'échantillon n'entre plus en jeu. Il est de plus capital pour les modèles d'interfaces développés. Dans la thèse de [Champagne, 2013], cinq échantillons cylindriques de diamètre 30 mm et d'épaisseur 1.5 mm soit 3 plis (1 couche) ont été utilisés pour effectuer les mesures voulues. Dans chacun d'eux, un aiguilletage traversant selon la direction perpendiculaire à celle des plis était présent dans le but de pouvoir l'extraire lors de la poussée. Une micrographie de l'un de ces pions est disponible en figure 2.17. Ils ont permis l'acquisition de dix courbes force/déplacement caractéristiques de l'interface fil de pli/fil d'aiguilletage (figure 2.18) ainsi que le tableau 2.18 résumant les forces à rupture et les déplacements associés. La force moyenne à rupture est de 30.8 $\pm$ 3.7 N, correspondant à une contrainte de cisaillement à rupture de 37 $\pm$ 4 MPa. L'étude des courbes permet d'identifier un déplacement du fil associé de 52 μm. Sur les courbes force/déplacement obtenues, une augmentation de la force appliquée est observable lors de la mise en charge du fil d'aiguilletage concerné jusqu'à ce qu'elle parvienne à la force à rupture de l'interface. Ensuite, cette étape atteinte, le fil d'aiguilletage glisse le long des fils de plis. La force nécessaire à appliquer pour le pousser diminue alors. Deux causes peuvent expliquer cette observation. La première est que comme le fil d'aiguilletage sort de son logement, il a par conséquent moins de surface en contact avec les fils de plis. La seconde est l'usure de l'interface, les rugosités et débris s'érodent du fait du passage en force du fil d'aiguilletage. Lors de l'expérience, trois fils d'aiguillletage ont pu être extraits du matériau, leurs images MEB sont présentées en figure 2.19. Leur observation a aboutit au constat que la surface d'accroche les reliant aux fils de plis est très faible, de l'ordre de 50% de sa surface latérale totale. De plus, elle confirme la morphologie ellispoïdale twistée de ces entités observée au chapitre 1.

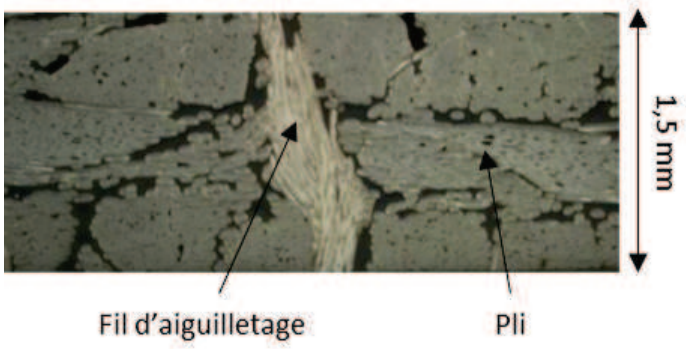

FIGURE 2.17 – Micrographie d'un échantillon utilisé pour un essai de push-out sur fil d'aiguilletage [Champagne, 2013].

Echantillon	3003350	3004350	3007350	3007350	5006350
Force à rupture (N)	30.8	28.9	28.9	26.2	34.6
Echantillon	6001350	6004350	7003350	7004350	8001350
Force à rupture (N)	35.3	36.6	31.7	34.4	20.6

TABLE 2.13 – Forces à rupture obtenues sur les échantillons utilisés pour les essais de push-out sur fil d'aiguilletage [Champagne, 2013].

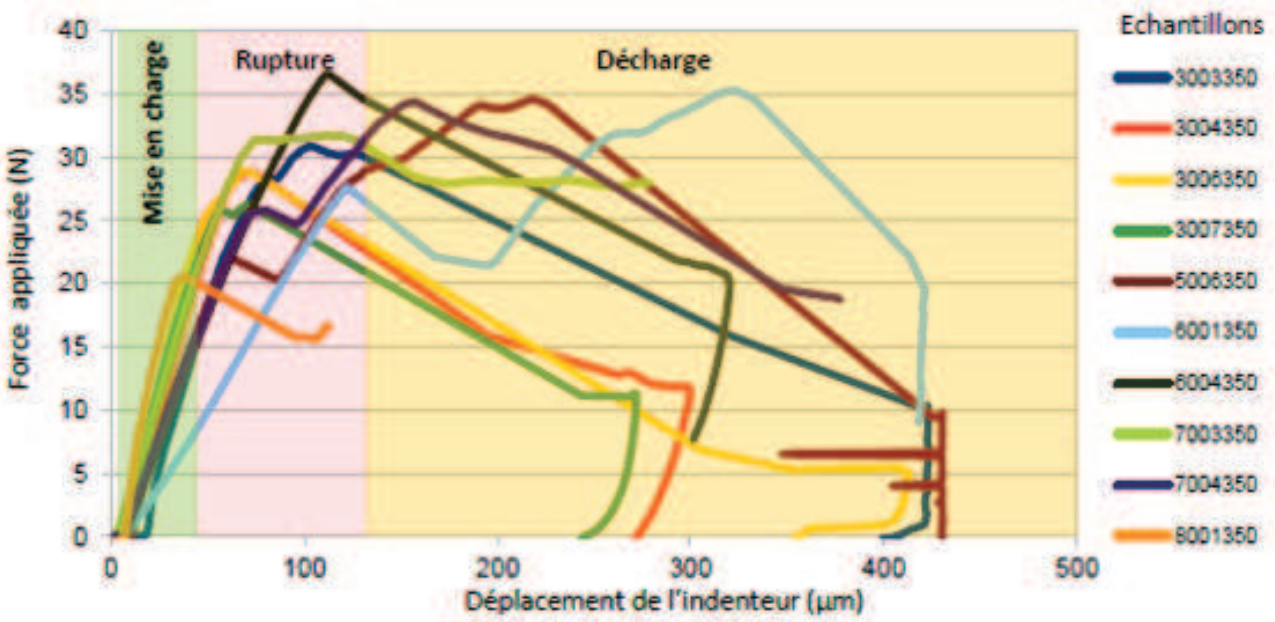

FIGURE 2.18 – Courbes d'essais de push-out sur fil d'aiguilletage [Champagne, 2013].

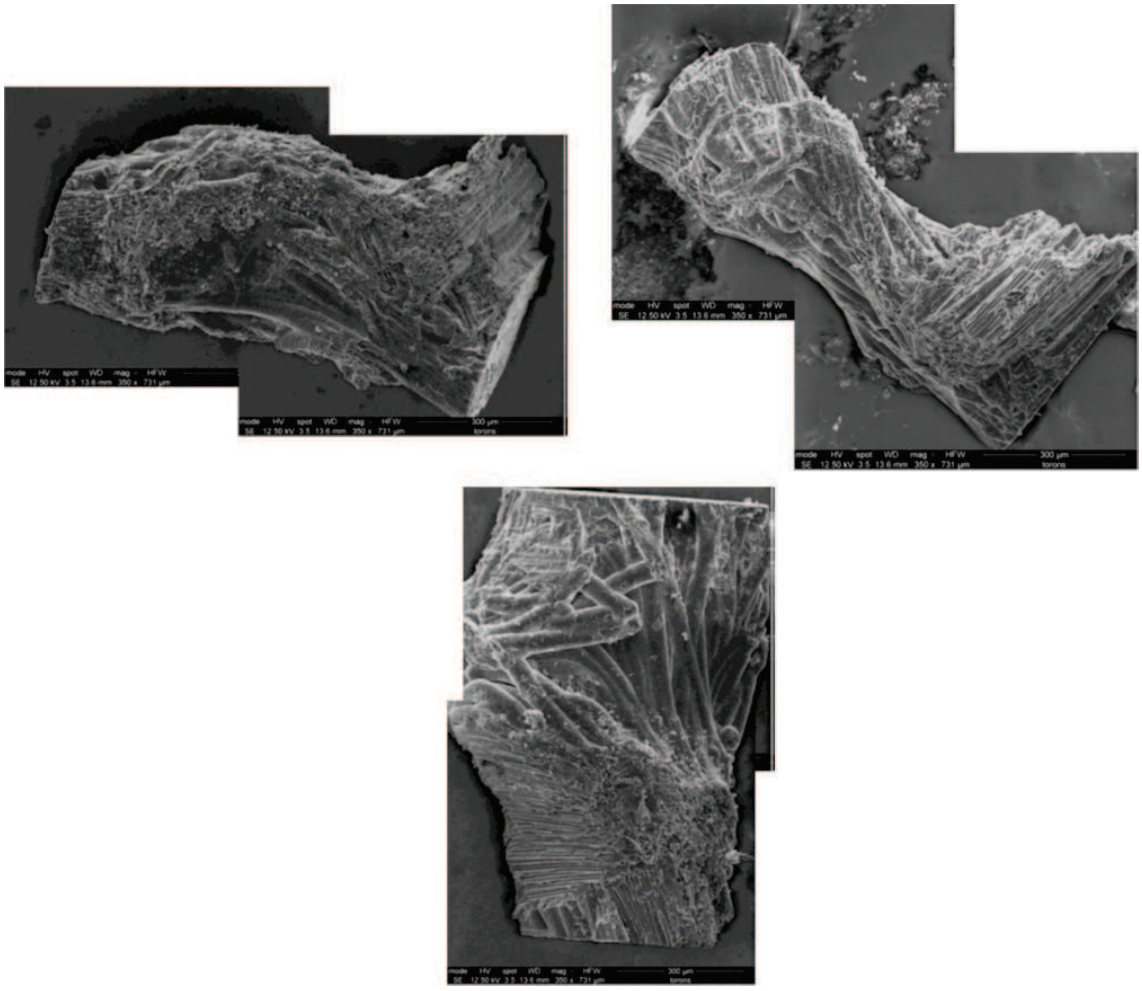

FIGURE 2.19 – Images MEB de fils d'aiguilletage extraits par push-out [Champagne, 2013].

Les caractéristiques à rupture de l'interface fil de pli/fil d'aiguilletage étant identifiées, le but est maintenant de modéliser cet essai. Pour cela, une architecture idéalisée de l'échantillon utilisé est réalisée. Elle comporte un empilement de trois plis, orientés de manière arbitraire successivement à 0°, +60° et -60°, soit une épaisseur de 1.5 mm correspondant aux échantillons utilisés pour l'essai. Un aiguilletage cylindrique les traverse perpendiculairement selon la direction Z. Des éléments d'interfaces de type fil de pli/fil d'aiguilletage sont placés entre le fil d'aiguilletage et les plis (figure 2.20).

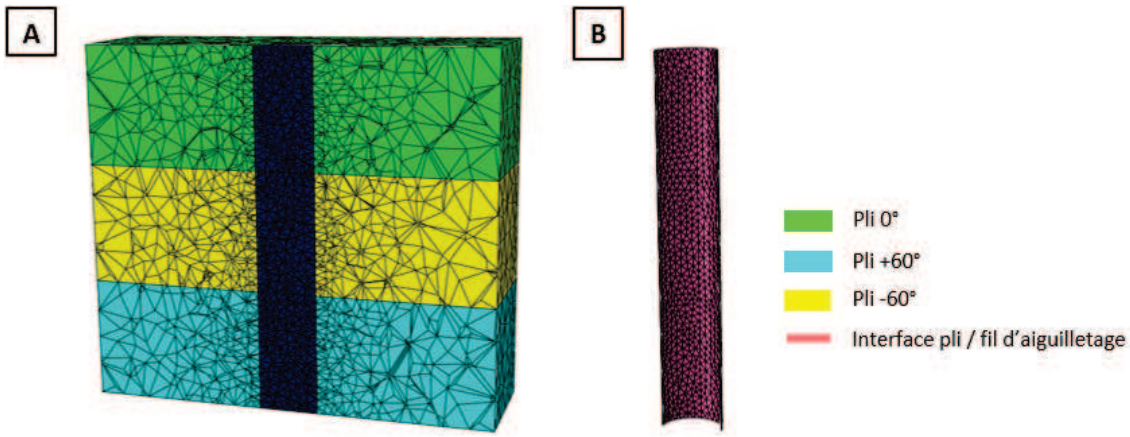

FIGURE 2.20 – Modélisation des essais de push-out. A : Modélisation de l'architecture mésoscopique de l'échantillon. B : Eléments d'interfaces positionnés entre le fil d'aiguilletage et les fils de plis.

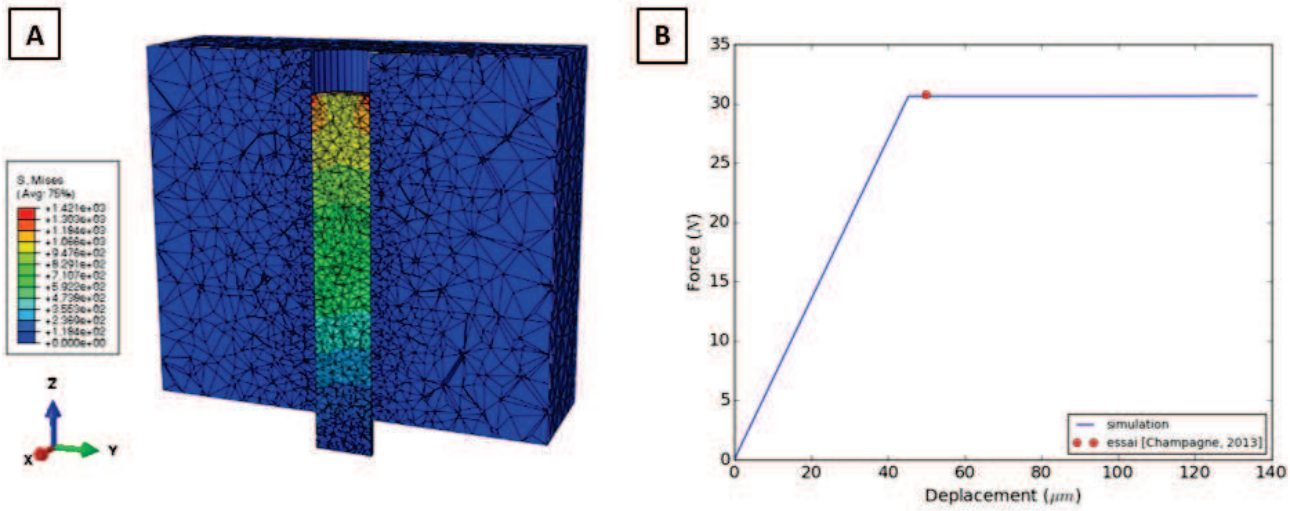

FIGURE 2.21 – Modélisation des essais de push-out. A : Simulation d'un essai de push-out. B : Courbe force / déplacement associée et comparaison au point de rupture en cisaillement de l'interface fil de pli / aiguilletage caractérisé par [Champagne, 2013].

La loi de comportement développée par [Gillard, 2017] et présentée au paragraphe précédent leur est associée. L'objectif est alors d'identifier leurs paramètres K_r et δ permettant de se recaler sur le point (force, déplacement) de rupture de l'interface fil de pli/fil d'aiguilletage. Leur ouverture normale Δ correspond à la moyenne de l'ouverture normale des porosités et de celle des fissures fil de pli/fil d'aiguilletage, soit à une valeur de 11 μm. K et μ sont des constantes valant respectivement 10^8 $N.mm^{-1}$ et 0.3. Afin d'identifier K_r et δ, grandeurs caractéristiques

des rugosités du matériau, il est nécessaire de simuler des essais de push-out sur le fil d'aiguilletage modélisé (figure 2.21-A). Pour cela, des conditions aux limites PMUBC sont imposées à la cellule sauf sur les bords débouchants du fil d'aiguilletage laissés libres pour que celui-ci puisse être extrait. Un déplacement vertical de compression est imposé à ce fil. La courbe de réponse obtenue est disponible en figure 2.21-B. Tout d'abord, la force appliquée au fil d'aiguilletage augmente ce qui correspond à sa mise en charge. Ensuite, lorsque cette force atteint une valeur seuil, le fil glisse ce qui entraîne l'apparition d'un plateau de force. Deux causes peuvent l'expliquer. La première est que l'usure n'est pas prise en compte dans le modèle de loi d'interface développé. La seconde est que les éléments d'interfaces maintiennent solidaires les fils de plis et d'aiguilletage malgré les déformations induites par le glissement, l'extraction réelle n'est alors pas reproduite. Le changement de pente entre mise en charge et rupture de l'interface permet d'obtenir un point d'inflexion. Le but est de le faire correspondre avec le point de rupture *(30.8 N; 52 μm)* obtenu par [Champagne, 2013] en modifiant les valeurs des paramètres K_r et δ. La simulation d'essais de push-out a conduit à l'identification du jeu de paramètres d'interfaces fil de pli/fil d'aiguilletage : *(K_r, δ) = (18650 $N.mm^{-1}$; 7 μm)*. Cette seconde valeur est de l'ordre de grandeur de celle d'un diamètre de fibre.

Identification des propriétés des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli à partir d'essais expérimentaux de pull-out à 25°C

Les paramètres associés aux éléments d'interfaces de types pli/pli et fil de pli/fil de pli vont être identifiés à partir d'essais de pull-out sur fil de pli à 25°C. Réalisés par [Valette *et al.*, 2002] sur un composite C/C semblable à celui de la présente étude, ces essais mettent en jeu ces interfaces dans le matériau étudié. Ils ont pour but d'identifier les contraintes à rupture et le déplacement d'un fil de pli afin d'en déduire leurs propriétés. Le principe de ces essais est le même que celui présenté au paragraphe précédent à la différence que cette fois-ci le fil testé n'est plus poussé mais tiré vers l'extérieur par le biais d'une machine de traction adaptée. Les échantillons utilisés sont des parallélépipèdes d'une dimension 20 mm x 8 mm x 8 mm extraits du composite C/C. Leur usinage est réalisé de façon à ce que les fils composant les plis à 0° soient orientés selon la direction X du matériau. De cette façon, la force qui leur sera appliquée leur sera parallèle. Ils sont ensuite entaillées selon la direction Y perpendiculaire aux fils à 0°. La profondeur d'entaille est choisie pour que la section restante en milieu d'échantillon soit la plus faible possible, dans le but qu'elle comporte uniquement un fil orienté à 0°. Un trou est percé en travers de ce fil selon l'épaisseur de l'échantillon afin de délimiter une distance L entre les entailles et celui-ci. Lors de la réalisation d'un essai de pull-out, le fil à 0° sera extrait entre ce trou et l'extrémité basse de l'échantillon (figure 2.22-A). Il est à noter la présence de fils d'aiguilletage au sein du fil à 0° (figure 2.22-B). Ces fils étant présents au sein du volume de l'échantillon, ils ne peuvent être extraits et seront par conséquent présents lors de l'essai de pull-out sur le fil de pli.

La réalisation d'un essai de pull-out sur un fil de pli à 0° dont la longueur incorporée L vaut 2,75 mm permet d'obtenir la courbe présentée en figure 2.23. Durant cet essai, l'évolution de la force appliquée sur le fil de pli est complexe. Au début, elle augmente jusqu'à atteindre le point de rupture des interfaces qui l'entourent. Elle peut être accompagnée en début d'essai de l'arrachement partiel de fils de plis orientés à +60° ou -60° entourant le fil sollicité. Ceci induit un caractère non-linéaire dans l'accroissement de la force appliquée (figure 2.24-A). Ensuite, le point de glissement du fil étant atteint, la descente de la force appliquée est réalisée en deux temps. Une première étape correspondant à la zone 1 durant laquelle le fil effleure des fils d'aiguilletage. Ceux-ci le retenant, l'application d'une force élevée est nécessaire. Une seconde est

liée à la zone 2. Les fils d'aiguilletage ne sont plus présents, le fil à 0° peut glisser librement le long des autres fils de plis. La force appliquée est plus faible celle de la zone 1. Ce comportement est souvent comparé à l'arrachement d'une "prise jack" (figure 2.24-B). La contrainte à rupture en cisaillement de l'interface relevée par [Valette *et al.*, 2002] s'élève à 18 ± 8 MPa.

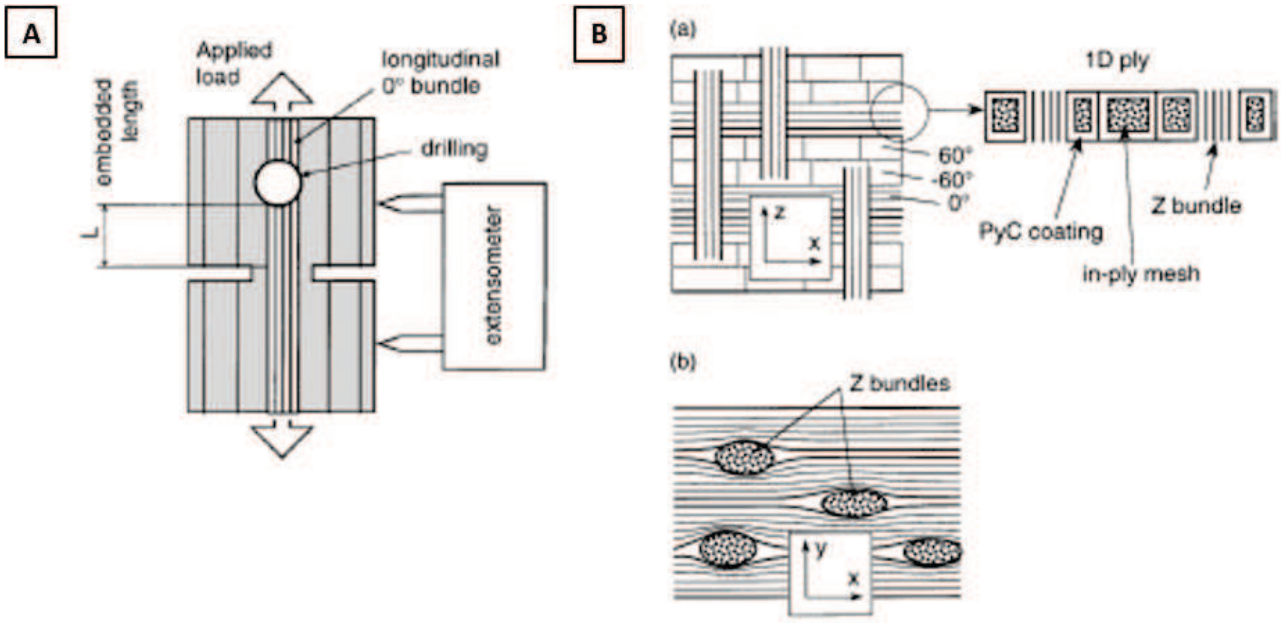

FIGURE 2.22 – Essais de pull-out réalisé par [Valette *et al.*, 2002]. A : Géométrie des échantillons utilisés. B : Localisation et composition des fils orientés à 0° utilisés pour la réalisation des essais.

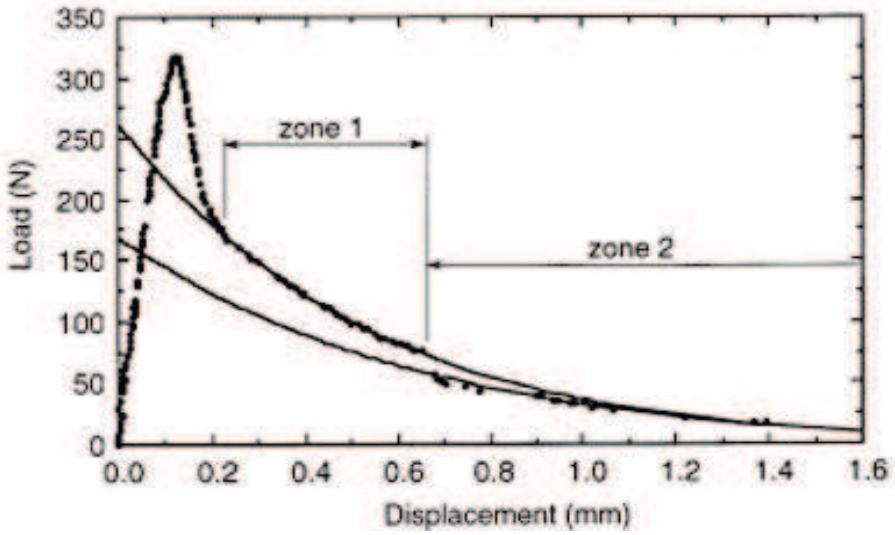

FIGURE 2.23 – Courbe d'essai de pull-out réalisé sur fil de pli orienté à 0° par [Valette *et al.*, 2002].

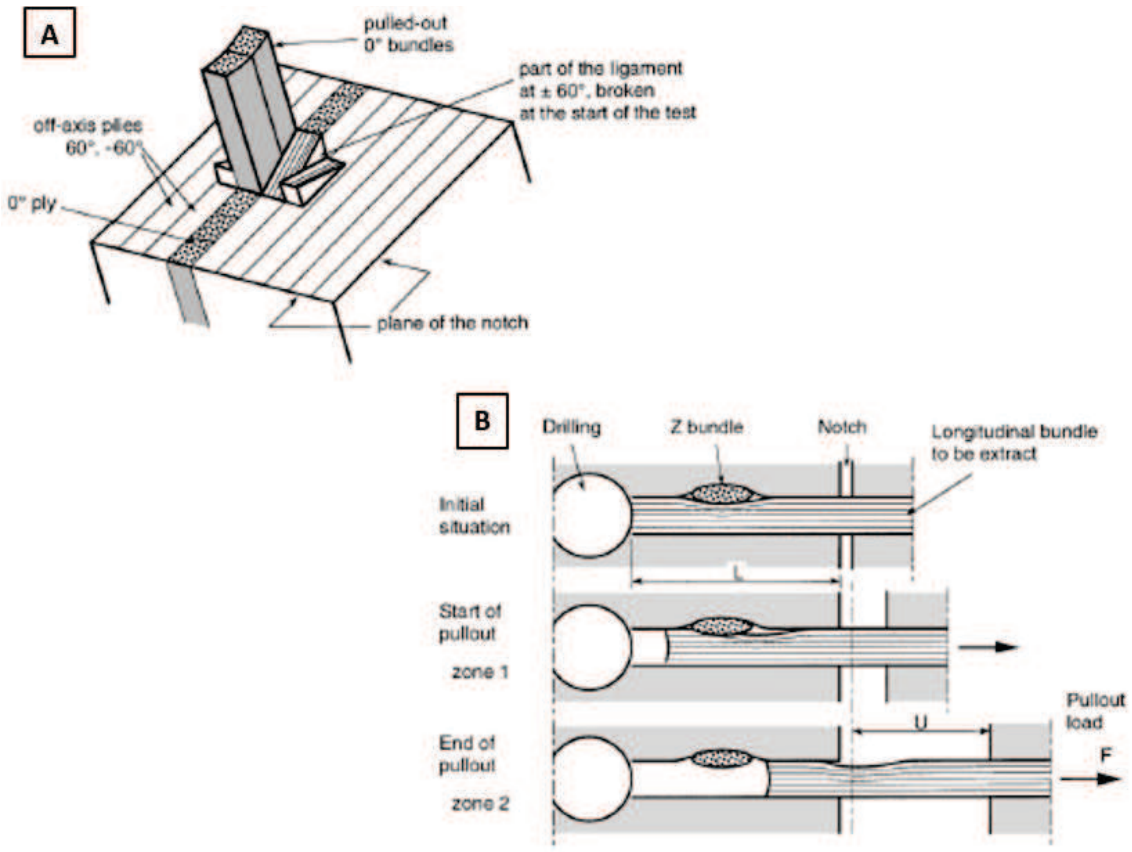

FIGURE 2.24 – Extraction d'un fil de pli orienté à 0° lors d'un essai de pull-out [Valette *et al.*, 2002]. A : Représentation schématique de l'extraction d'un fil de pli orienté à 0° lors d'un essai de pull-out. B : Représentation schématique de l'extraction d'un fil de pli orienté à 0° montrant l'effet de la présence de fils d'aiguilletage lors de son glissement.

Dans le but d'identifier les valeurs des paramètres K_r et δ correspondants aux éléments d'interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli, il est nécessaire modéliser l'essai de pull-out réalisé par [Valette *et al.*, 2002]. Pour cela, un modèle comportant trois plis orientés à +60°, 0° et -60°, eux-mêmes divisés en fils de plis, a été développé (figure 2.25-A). Des éléments d'interfaces ont été positionnés sur toute la surface autour de ce fil (figure 2.25-B). Le but est alors de reproduire la courbe présentée en figure 2.23 en suivant l'asymptote correspondant à la zone 2. En effet, celle-ci concorde avec la présence unique de fils de plis et non plus de fils d'aiguilletage. Cette zone recoupe l'étape de montée en force au point (165 N, 60 μm). Le but est de simuler une courbe force/déplacement correspondant à cet essai passant par ce point. Le lien entre les deux types d'interfaces pour un même paramètre se fera de manière arbitraire. Aucune relation n'est établie entre ces deux familles des points de vues des rigidités et des épaisseurs de rugosités. Leur ouverture normale Δ correspond à la moyenne de l'ouverture normale des porosités et de celle des fissures. Dans le cas des interfaces pli/pli ceci conduit à une valeur de Δ de 11,5 μm, pour les interfaces fil de pli / fil de pli Δ vaut 10,5 μm. K et μ sont des constantes valant respectivement 10^8 $N.mm^{-1}$ et 0.3. Les simulations réalisées ont été effectuées avec des conditions aux limites PMUBC, sauf aux extrémités du fil de pli, soumises à un pull-out dont les bords ont été laissés libres. Un déplacement horizontal de traction est alors imposé selon la direction du fil à 0° (figure 2.26-A). Il permet d'obtenir la courbe de réponse force/déplacement présentée en figure 2.26-B. Au début de l'essai, la force appliquée au fil augmente progressivement en même temps que le déplacement imposé. Puis, le point de rupture atteint, celle-ci se stabilise pour devenir constante. Ceci s'explique par l'absence de modélisation des phénomènes d'usure des

interfaces dans la loi de comportement qui leur est associée. De plus, les éléments d'interfaces, malgré le glissement du fil maintiennent un lien constant entre celui-ci et les fils qui le bordent. Ceci empêche la diminution de la surface frottante et donc de la force nécessaire à appliquer au fil pour l'extraire de son logement. Pour les éléments d'interfaces pli/pli le jeu de paramètres $(K_r,\ \delta) = (23500\ N.mm^{-1}\ ;\ 7\ \mu m)$ a été identifié. Dans le cas des éléments fil de pli/fil de pli, il s'agit des valeurs $(K_r,\ \delta) = (25000\ N.mm^{-1}\ ;\ 7\ \mu m)$.

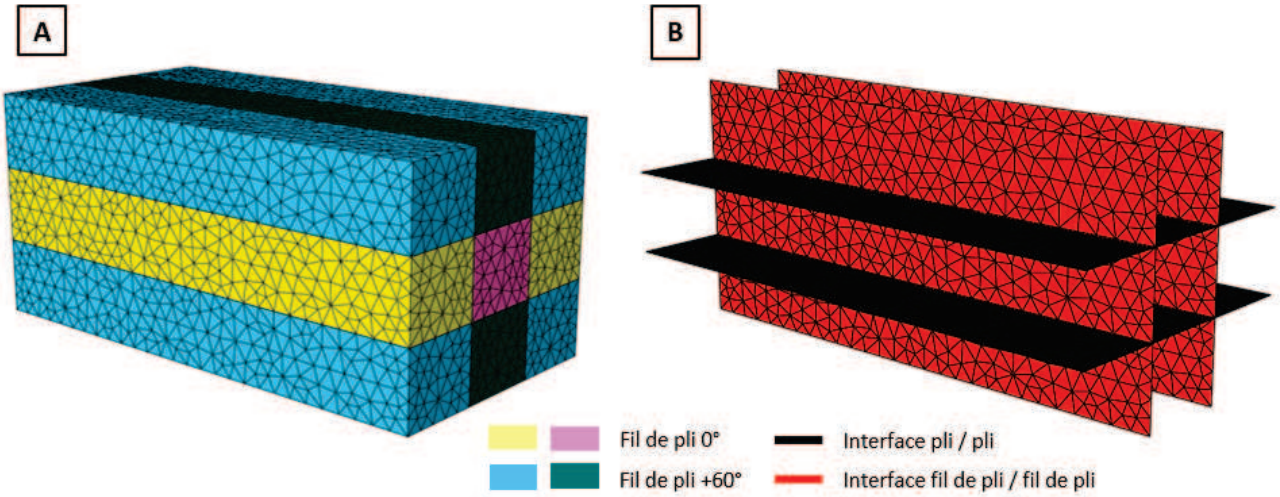

FIGURE 2.25 – Modélisation de l'essai de pull-out réalisé par [Valette *et al.*, 2002]. A : Modélisation de l'architecture mésoscopique de l'échantillon. B : Eléments d'interfaces positionnés autour du fil de pli orienté à 0° utilisé pour l'essai.

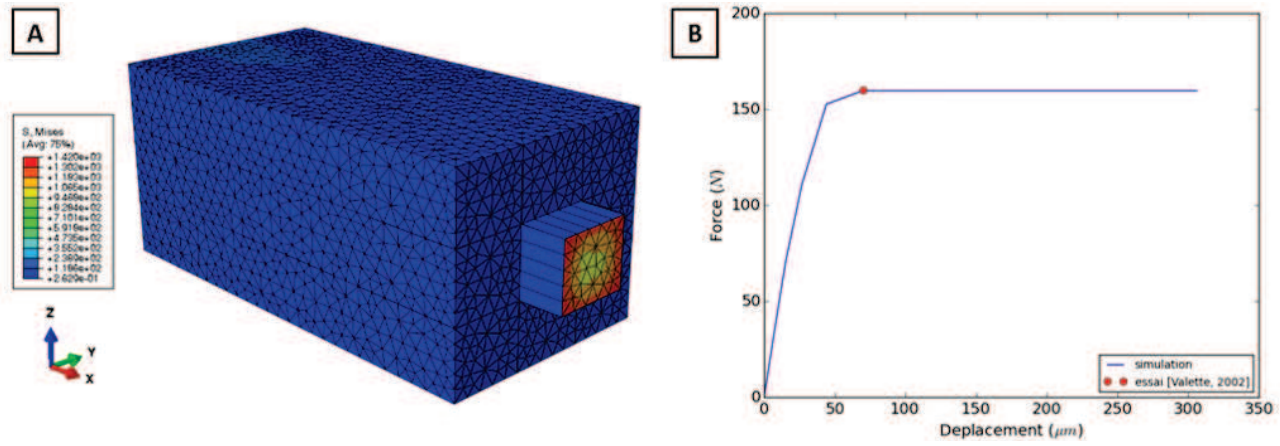

FIGURE 2.26 – Modélisation des essais de pull-out réalisé par [Valette *et al.*, 2002]. A : Simulation d'un essai de pull-out. B : Courbe force / déplacement associée et comparaison au point de glissement des interfaces pli / pli et fil de pli / fil de pli caractérisé par [Valette *et al.*, 2002].

Bilan des éléments d'interfaces à comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement

Le but de cette partie était d'implémenter une loi de comportement interfaciale plus physique représentant le comportement réel du matériau étudié. Cette étape s'est basée sur les

travaux de [Gillard, 2017] dont le but était notamment de représenter le comportement aux interfaces d'un composite C/C pour application spatiale proche de celui étudié. Elle a repris la loi de comportement qu'il avait développé. Celle-ci permet de modéliser le comportement des éléments d'interfaces par une loi normale de contact unilatéral et de frottement en cisaillement. Cette loi suppose la connaissance de valeurs de paramètres qu'il est nécessaire d'adapter à la physique réelle du matériau étudié. Des essais expérimentaux de push-out et de pull-out à température ambiante ont permis de les identifier aboutissant aux jeux de paramètres disponibles pour chaque type d'interfaces dans le tableau 2.19.

Paramètre	Symbole	Unité	Valeur
Rigidité d'interface	K	$N.mm^{-1}$	10^8
Epaisseur de rugosité	δ_r	μm	7
Coefficient de frottement	μ	-	0.3
Ouverture moyenne d'interface pli / pli	$\Delta_{pli/pli}$	μm	11.5
Rigidité de rugosité pli / pli	$K_{r-pli/pli}$	$N.mm^{-1}$	23500
Ouverture moyenne d'interface fil de pli / aiguilletage	$\Delta_{fil-pli/aiguilletage}$	μm	11
Rigidité de rugosité fil de pli / aiguilletage	$K_{r-fil-pli/aiguilletage}$	$N.mm^{-1}$	18650
Ouverture moyenne d'interface fil de pli / fil de pli	$\Delta_{fil-pli/fil-pli}$	μm	10.5
Rigidité de rugosité fil de pli / fil de pli	$K_{r-fil-pli/fil-pli}$	$N.mm^{-1}$	25000

TABLE 2.14 – Paramètres d'interfaces identifiés pour les différentes familles de porosités et endommagements initiaux à l'échelle mésoscopique.

Il est à noter dans ces valeurs une épaisseur constante de rugosité, cohérente avec le fait que le dépôt de pyrocarbone est réalisé autour des fibres de carbone de manière uniforme dans la préforme fibreuse. La modélisation de l'architecture du composite C/C de manière idéalisée a été réalisée aux échelles microscopique et mésoscopique, de même que celle des endommagements initiaux à cette seconde échelle. L'objectif est maintenant de la valider. Pour cela, des essais expérimentaux effectués sur le composite C/C vont être simulés. Le but sous-jacent sera d'identifier si l'ensemble des mécanismes régissant le comportement du composite C/C y sont correctement traduits.

2.3 Simulation d'essais macroscopiques

Les sections précédentes ont fait l'objet de la modélisation de l'architecture du composite C/C étudié. A l'échelle microscopique, les fils de plis et d'aiguilletage ont été représentés de manière thermoélastique par le biais d'un modèle de fil idéal. A l'échelle mésoscopique, un modèle idéalisé mais tout de même réaliste de l'architecture du matériau a été développé. A cette seconde échelle, les endommagements ont été pris en compte par des éléments d'interfaces. Ils ont été positionnés de manière explicite entre deux plis, un fil de pli et un fil d'aiguilletage ou encore entre deux fils de plis. Des lois cohésives, développées dans les travaux de [Gillard, 2017], ont été utilisées afin de leur conférer un comportement normal de contact unilatéral et de frottement en cisaillement. Des paramètres d'interfaces associés à ces lois ont été identifiés pour chacun de ces types d'éléments d'interfaces à partir de la simulation d'essais de push-out et de pull-out issus de la littérature, et réalisés à 25°C sur des composites C/C comparables à celui de l'étude. Ces développements ont permis de conclure que l'endommagement avait un effet non-négligeable sur le comportement effectif du matériau étudié. Sa modélisation étant achevée, le but est maintenant de la valider. Pour cela, deux étapes vont être réalisées. Une première consistera à reproduire des essais macroscopiques à température ambiante. Une seconde reposera sur la simulation de la montée en température du matériau permettant le calcul de ses propriétés thermomécaniques. La comparaison des simulations réalisées aux données expérimentales permettra d'identifier si la modélisation mise en place permet de traduire les mécanismes gouvernant le comportement effectif du composite C/C, mais également de quantifier les écarts des simulations aux réponses expérimentales.

2.3.1 Essais macroscopiques à température ambiante

Ce paragraphe repose sur la simulation d'essais expérimentaux à partir de la modélisation développée. La comparaison des réponses simulées aux essais expérimentaux permettra d'évaluer sa pertinence. Ces essais ont été réalisés à température ambiante par [Douarche, 2000]. Ils correspondent à ceux présentés dans le chapitre 0 de ce manuscrit. Lors des différentes simulations, des conditions aux limites de type PMUBC sont appliquées au modèle. De même, un déplacement maximum de 1% est imposé selon l'axe de sollicitation considéré.

Traction X

L'étude de la courbe expérimentale obtenue par [Douarche, 2000] permet d'identifier deux mécanismes non-linéaires régissant le comportement du composite C/C étudié (figure 2.27-A). Le premier est la baisse de son module apparent au cours de la réalisation de l'essai, typique de l'endommagement intrinsèque des constituants le formant. Le second est la présence de déformations résiduelles et de boucles d'hystérésis apparaissant au cours des cycles de chargement, caractéristiques de la présence de frottement au sein du matériau. Dans la modélisation réalisée, seul le frottement des interfaces est pris en compte. La courbe obtenue après simulation de l'essai est présentée en figure 2.27-B. Celle-ci est parfaitement linéaire, le frottement des interfaces est négligeable selon cet axe. Le frottement observé sur les courbes provient donc principalement des fissures créées lors du chargement. La simulation de l'essai (figure 2.28-A) montre la présence de contraintes d'environ 960 MPa au sein des fils de plis, ce qui est très supérieur à leur contrainte à rupture qui est de 260 ± 80 MPa pour un fil orienté selon l'axe X et

de 33 ± 13 MPa à ± 60° [Tallaron, 1996]. Le comportement du matériau dans le plan XY serait par conséquent gouverné par l'endommagement de ses constituants. Ce constat est confirmé par les variables qui sont liées au frottement des interfaces, demeurant quasi-nulles au cours de la simulation (figure 2.28-B). Ceci est cohérent avec les observations réalisées dans le chapitre 0 indiquant que le comportement du composite C/C dans le plan XY est gouverné par l'endommagement intrinsèque de ses constituants au profit de celui du frottement des interfaces. Il est à noter le respect de l'ordre de grandeur des modules de rigidités obtenus par le modèle (50 GPa) dans le cas où aucune baisse de module n'est engendrée par endommagement des constituants dans l'essai expérimental, celui-ci présentant alors un module de Young de 35 GPa.

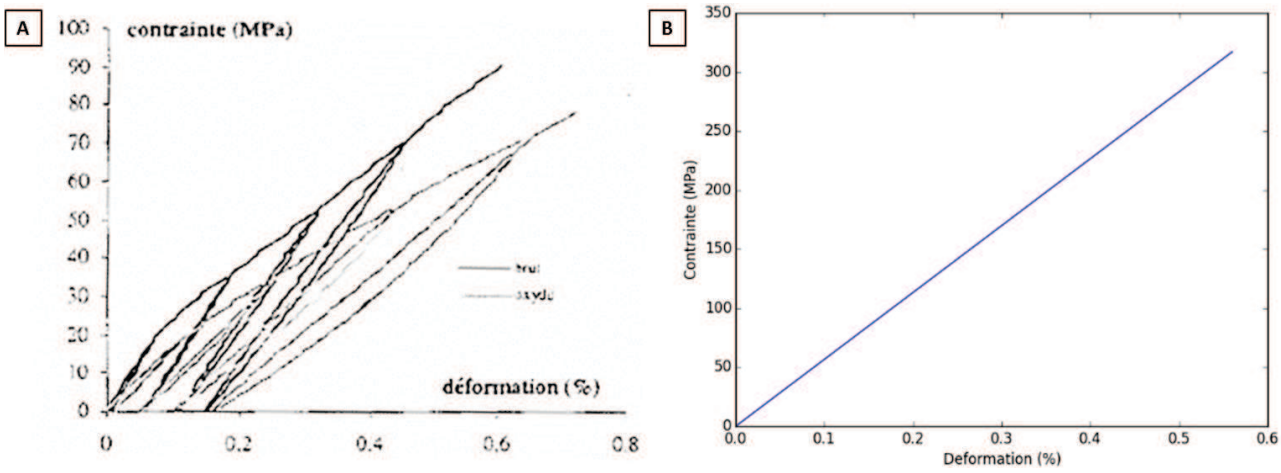

FIGURE 2.27 – Simulation d'un essai de traction X sur le composite C/C à 25°C. A : Courbe expérimentale obtenue par [Douarche, 2000]. B : Courbe simulée par le modèle développé.

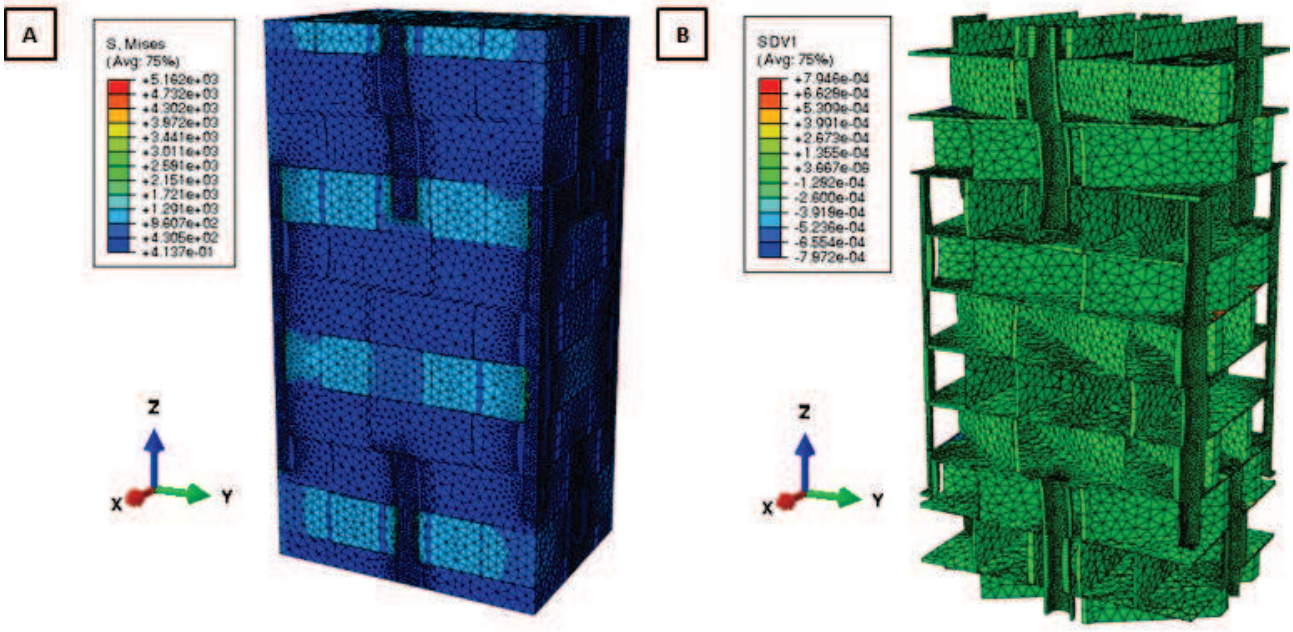

FIGURE 2.28 – Simulation d'un essai de traction X sur le composite C/C à 25°C. A : Résultats de simulation. B : Réponses des éléments d'interfaces à la sollicitation imposée.

Cisaillement XY

La courbe expérimentale obtenue par [Douarche, 2000] est présentée en figure 2.29-A. Elle atteste comme dans le précédent essai de la présence de mécanismes non-linéaires de frottement et d'endommagements intrinsèques des constituants du matériau régissant son comportement. La courbe simulée est linéaire à l'identique de l'essai précédent (figure 2.29-B). Les contraintes atteintes dans les plis sont d'une valeur minimale de 660 MPa (figure 2.30-A), supérieure à la contrainte à rupture des plis. Ce constat permet de conclure comme dans l'essai de traction X que l'endommagement des constituants prédomine sur le comportement du matériau dans le plan XY préférentiellement au frottement des interfaces. La figure 2.30-B le confirme en montrant peu d'interfaces frottantes lors de cet essai. Le module de cisaillement simulé s'élève à environ 10 MPa correspondant à celui relevé sur les courbes expérimentales de 12 MPa dans la partie élastique. Ceci atteste néanmoins de la pertinence de la modélisation effectuée dans la limite de la représentation de l'endommagement intrinsèque des constituants élémentaires du matériau. Cet essai permet ainsi également de confirmer que le comportement du composite C/C dans le plan XY est préférentiellement gouverné par l'endommagement des plis plutôt que par le frottement des interfaces.

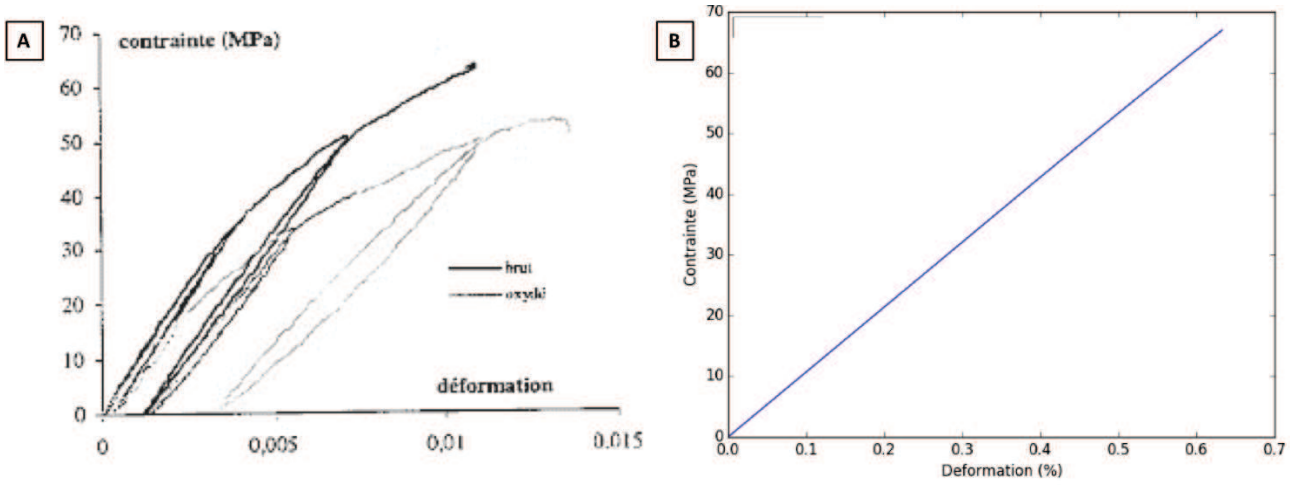

FIGURE 2.29 – Simulation d'un essai de cisaillement XY sur le composite C/C à 25°C. A : Courbe expérimentale [Douarche, 2000]. B : Courbe simulée par le modèle développé.

Traction Z

La courbe expérimentale obtenue par [Douarche, 2000] est présentée en figure 2.31-A. Celle simulée est disponible en figure 2.31-B : des déformations résiduelles après décharge y sont observables. Elles correspondent au frottement des interfaces mésoscopiques. La contrainte maximale atteinte dans les fils d'aiguilletage s'élève à environ 210 MPa (figure 2.32). [Tallaron, 1996] a estimé que pour un taux d'aiguilletage de 10%, la contrainte à rupture de ces fils est de 130 MPa. La transposition de ses calculs pour un taux correspondant à celui du matériau d'étude donne une contrainte à rupture de 433 MPa. Cette valeur étant supérieure à celle de 210 MPa, cela traduit que pour la déformation imposée dans la simulation, l'endommagement des constituants est absent. Par conséquent, le frottement des interfaces mésoscopiques régit le comportement du matériau selon l'axe Z de façon prépondérante à ce second mécanisme. Ceci confirme les observations réalisées dans le chapitre 0. Il est également à noter le respect de l'ordre de grandeur des

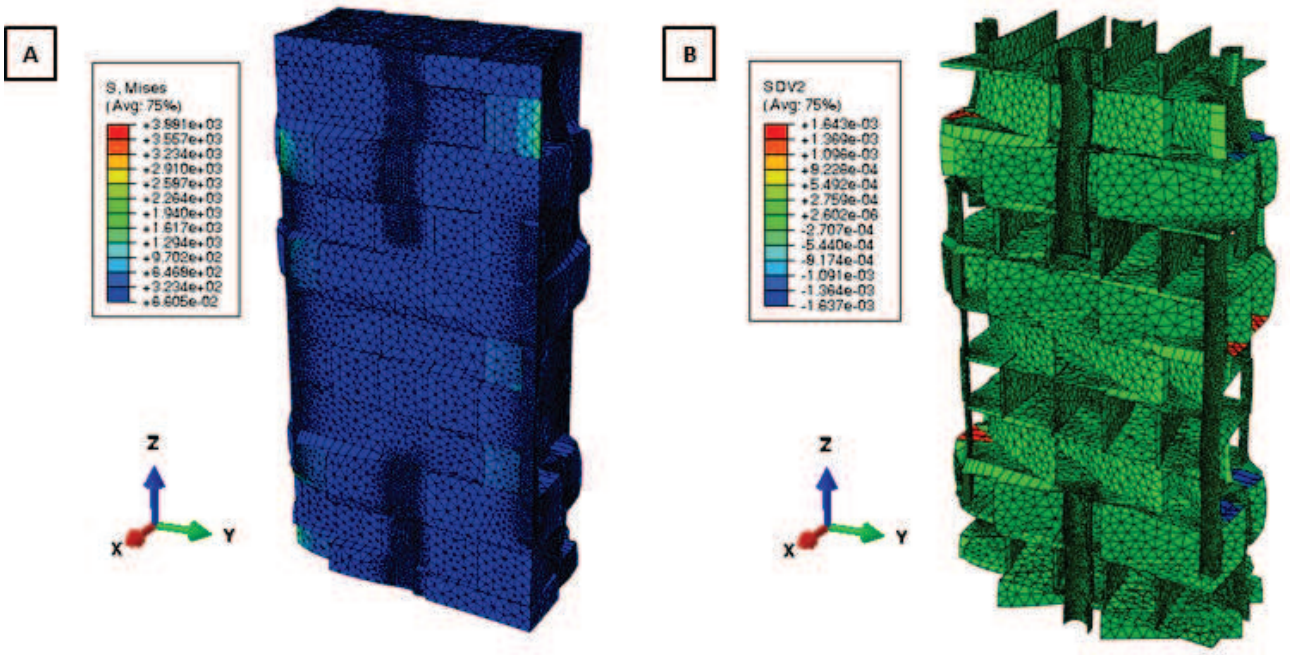

FIGURE 2.30 – Simulation d'un essai de cisaillement XY sur le composite C/C à 25°C. A : Résultats de simulation sur l'architecture idéalisée. B : Réponses des éléments d'interfaces à la sollicitation imposée.

modules obtenus par simulation (1.4 GPa) par rapport à celui des données expérimentales (2.2 GPa). La forme régulière et parfaitement verticale des fils d'aiguilletage modélisés explique le comportement bilinéaire obtenu par simulation. La contrainte croît tant que le fil d'aiguilletage reste accroché aux plis, puis reste constante lorsqu'il se met à glisser et frotter. Dans le cas réel, ce comportement est beaucoup plus progressif du fait de sa morphologie moins idéale. Il est à noter l'ouverture quasi-nulle des boucles d'hystérésis dans la simulation. Ceci peut s'expliquer par la petite quantité d'interfaces présentant du frottement du fait des faibles déformations imposées.

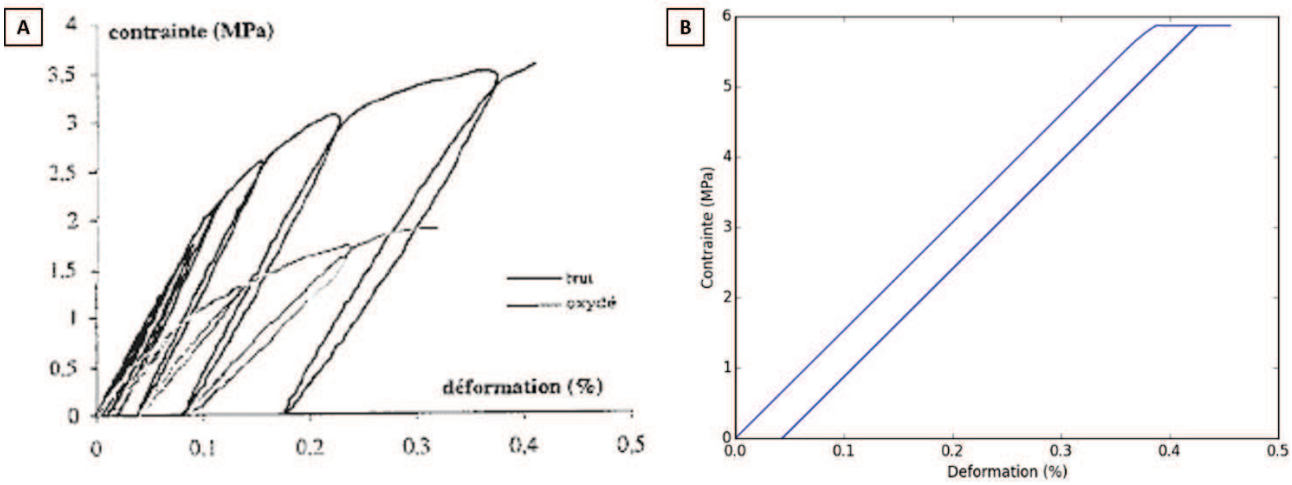

FIGURE 2.31 – Simulation d'un essai de traction Z sur le composite C/C à 25°C. A : Courbe expérimentale obtenue par [Douarche, 2000]. B : Courbe simulée par le modèle développé.

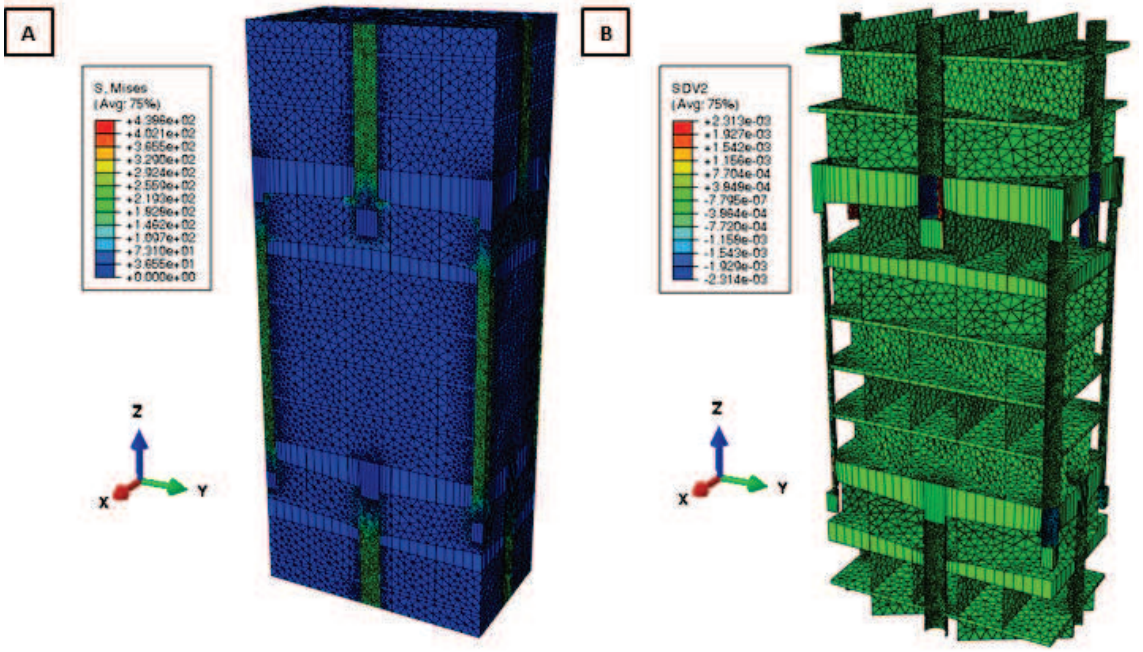

FIGURE 2.32 – Simulation d'un essai de traction Z à 25°C. A : Résultats de simulation sur l'architecture idéalisée. B : Réponses des éléments d'interfaces à la sollicitation imposée.

Compression Z

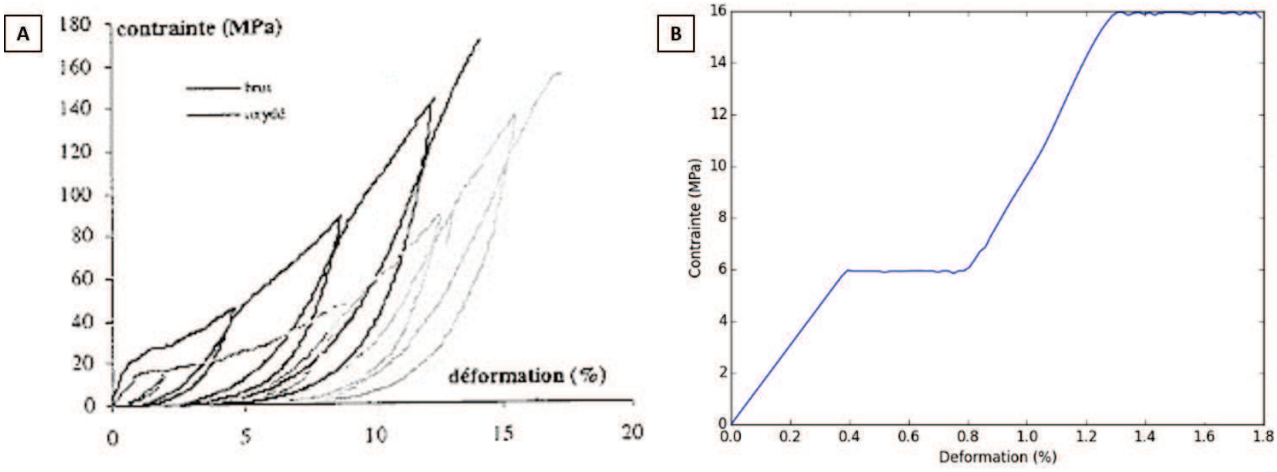

FIGURE 2.33 – Simulation d'un essai de compression Z sur le composite C/C à 25°C. A : Courbe expérimentale obtenue par [Douarche, 2000]. B : Courbe simulée par le modèle développé.

L'essai de compression Z réalisé par [Douarche, 2000] est disponible en figure 2.33-A. Autour de 1% de déformation, un plateau y est observable. Il correspond à la refermeture des interfaces pli/pli du fait de la compression du matériau. La courbe obtenue par simulation (figure 2.33-B) témoigne également de cette caractéristique en présentant plusieurs plateaux autour de 1% de déformation. Ils correspondent à la refermeture successive des interfaces pli/fil d'aiguilletage et pli/pli. Il est à noter sur la courbe expérimentale l'apparition de frottement et d'endommagement intrinsèque des constituants à partir d'une déformation d'environ 4%. Cependant la

simulation étant basée sur une hypothèse de petites déformations (environ 1%), cette partie n'est pas simulée et ne permet par conséquent pas la mise en évidence ces effets. La simulation de l'essai est présentée en figure 2.34-A. Du frottement est notable dans les interfaces fil de pli/fil d'aiguilletage (figure 2.34-B). Ce phénomène semble encore une fois jouer un rôle dans cette sollicitation suivant l'axe Z. L'ordre de grandeur des modules atteints sur la courbe simulée (environ 2 GPa) correspond à celui présent sur les courbes expérimentales (3 GPa). Aucune limite en rupture du matériau et de ses constituants n'est disponible en compression selon l'axe Z. Il n'est par conséquent pas possible de savoir si de l'endommagement qui lui est intrinsèque est notable à ce niveau de déformation.

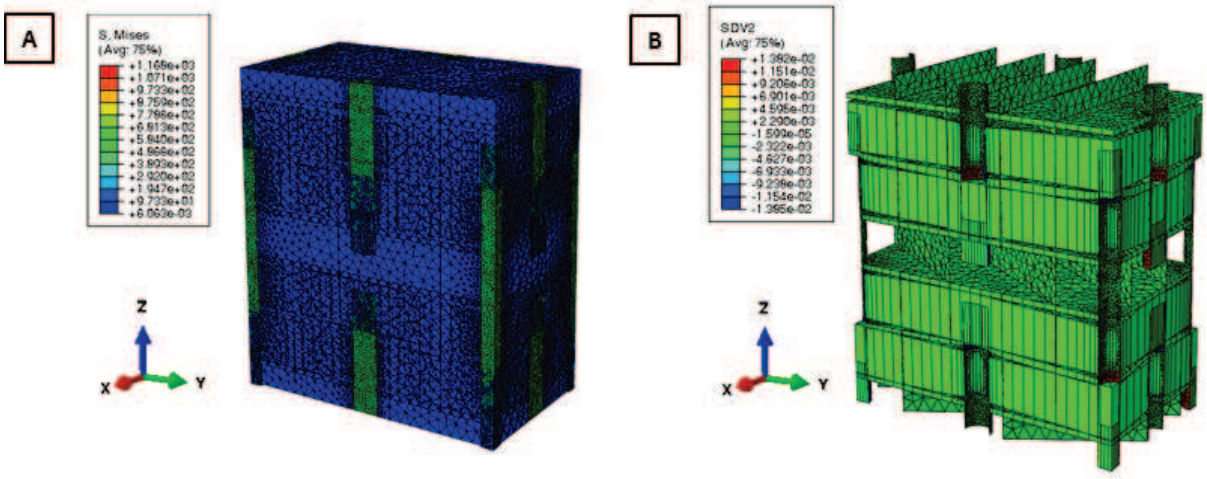

FIGURE 2.34 – Simulation d'un essai de compression Z à 25°C. A : Résultats de simulation sur l'architecture idéalisée. B : Réponses des éléments d'interfaces à la sollicitation imposée.

Cisaillement XZ

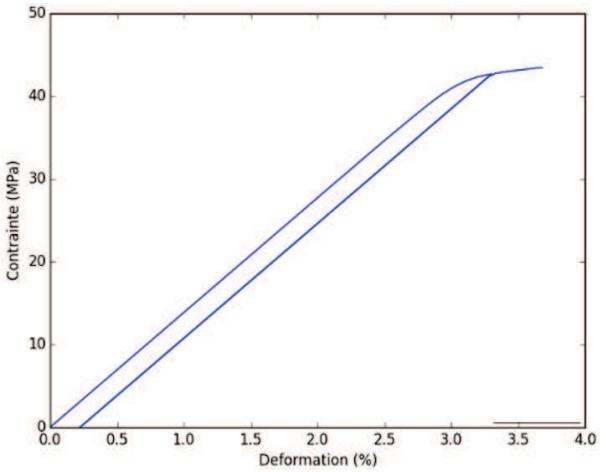

FIGURE 2.35 – Simulation d'un essai de cisaillement XZ sur le composite C/C à 25°C. Courbe simulée par le modèle développé.

Aucun essai de cisaillement XZ n'a été réalisé expérimentalement. Par conséquent, aucune courbe ne pourra être comparée à la simulation effectuée (figure 2.35). Cependant, celle-ci

sollicitant l'axe Z, elle pourra tout de même donner une indication quant à l'origine du comportement non-linéaire selon cet axe. Son analyse permet de constater la présence de déformations résiduelles après décharge. Ceci traduit un comportement de frottement aux interfaces mésoscopiques observable sur la simulation (figure 2.36-B). Les contraintes maximales atteintes dans le matériau sont d'environ 100 MPa (figure 2.36-A), ce qui est inférieur aux contraintes à ruptures identifiées par [Tallaron, 1996]. Par conséquent, le comportement du matériau selon l'axe Z est régi par le frottement des interfaces mésoscopiques au profit de l'endommagement des constituants. Ce constat confirme à nouveau les observations réalisées dans le chapitre 0 de ce manuscrit.

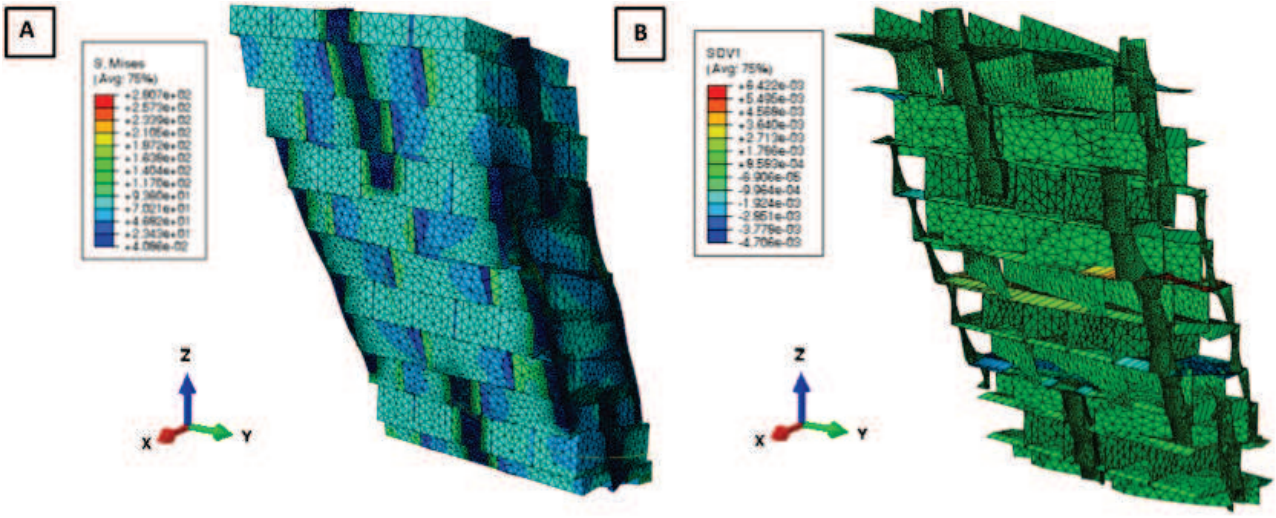

FIGURE 2.36 – Simulation d'un essai de cisaillement XZ à 25°C. A : Résultats de simulation sur l'architecture idéalisée. B : Réponses des éléments d'interfaces à la sollicitation imposée.

2.3.2 Simulation de la montée en température du matériau

Cette seconde validation repose sur la simulation de la montée en température du composite C/C. Le but est de calculer ses propriétés thermomécaniques : modules de Young et coefficients de dilatations spécifiques jusqu'à 1500°C, température d'élaboration de ce matériau. Des conditions PMUBC seront appliquées au modèle développé. Des températures croissantes seront imposées de manière uniforme à tous les éléments du maillage : 25°C, 500°C, 1000°C, 1250°C et 1500°C. Elles correspondent aux températures auxquelles ont été calculées les propriétés de fils de plis et d'aiguilletage dans les chapitres précédents. Ces dernières servent de données d'entrée aux présents modèles. A la fin de chacun de ces paliers, les déplacements moyens des faces du modèle permettra d'en déduire la dilatation spécifique obtenue pour une température donnée. Entre chaque étape de montée en température, ainsi qu'en début et en fin d'essai, un calcul élastique avec une déformation imposée de 1% sera réalisé. Dans le plan XY, une traction selon l'axe X ou Y sera appliquée. Selon l'axe Z, il s'agira d'une compression. Il permettra de calculer le module de Young du composite C/C en fonction de la température. L'ensemble des propriétés simulées sera comparé aux données expérimentales fournies par Safran Landing Systems ainsi que celles caractérisées au LCTS (chapitre 1).

Plan XY

Dans le plan XY, les données expérimentales sont caractérisées sans orientation préférentielle sur un pion cylindrique et considérées uniformes dans ce plan. Par conséquent, afin de leur confronter les propriétés obtenues par simulation, celles-ci ont été représentées comme une plage de valeurs comprises entre les bornes extrêmes obtenues selon les axes X et Y du composite C/C (figure 2.37). Avec la prise en compte des endommagements initiaux à l'échelle mésoscopique, celles-ci encadrent les données expérimentales ce qui n'était pas le cas auparavant (section 2.1). Les éléments d'interfaces permettent ainsi de relaxer les propriétés obtenues. Ceci permet de conclure que l'endommagement, se traduisant par du frottement aux interfaces mésoscopiques, à un effet non-négligeable sur le comportement du matériau. Il est à noter la refermeture des interfaces présentes dans la modélisation aux alentours de 1500°C correspondant environ à la température d'élaboration du matériau. En effet, lors de son élaboration le matériau n'est formé d'aucune fissure, celles-ci se forment lors de son refroidissement. Il est par conséquent logique qu'à 1500°C ces dernières se referment. Ceci vient valider les tailles d'ouvertures normales moyennes des éléments d'interfaces modélisés.

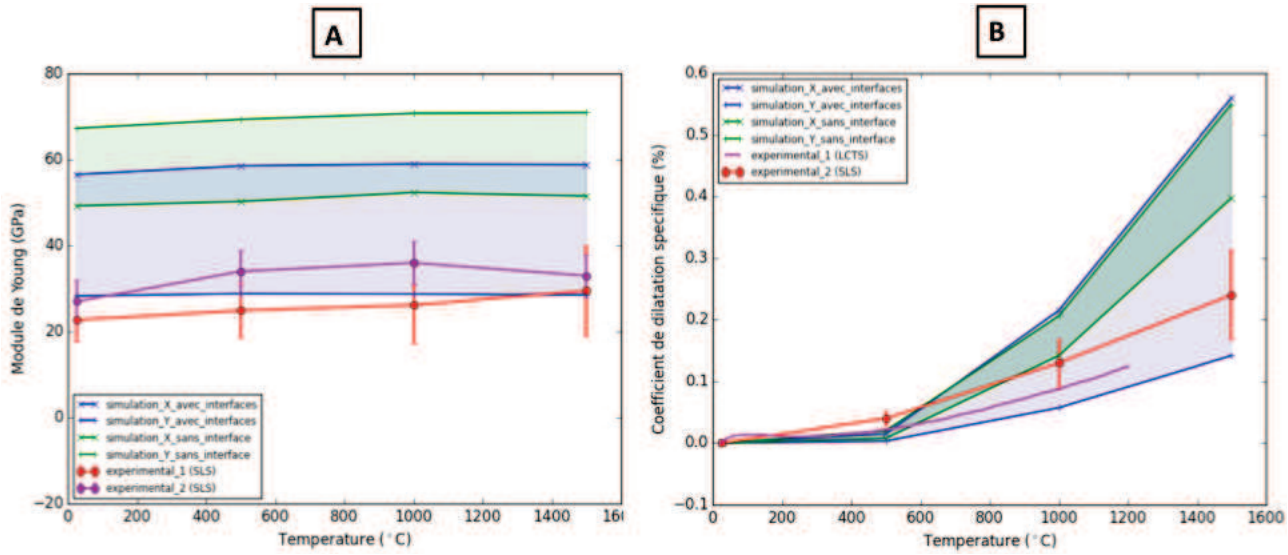

FIGURE 2.37 – Simulation de la montée en température du matériau dans le plan XY. A : Modules de Young X et Y. B : Coefficients de dilatation spécifique X et Y.

Axe Z

Selon l'axe Z, les propriétés calculées avec la présence des interfaces mésoscopiques sont proches des données expérimentales (figure 2.38). Les légers écarts observés peuvent être expliqués par des propriétés des constituants élémentaires peu fiables, notamment dans la plage de températures entre 25°C et 800°C. En effet, une limite du moyen de caractérisation des constituants élémentaires est que le pyromètre ne mesure pas les températures entre ces deux valeurs. Par conséquent, les propriétés caractérisées à 500°C reposent sur une température interpolée et sont par conséquent à prendre en compte dans une moindre mesure. Il est à noter que la présence d'endommagements initiaux mésoscopiques permet de s'approcher des données expérimentales. Leur prise en compte paraît indispensable pour réaliser une modélisation pertinente du composite C/C. Comme dans le cas précédent, les éléments d'interfaces commencent à se refermer autour de 1500°C, ce qui est cohérent avec la température d'élaboration du matériau.

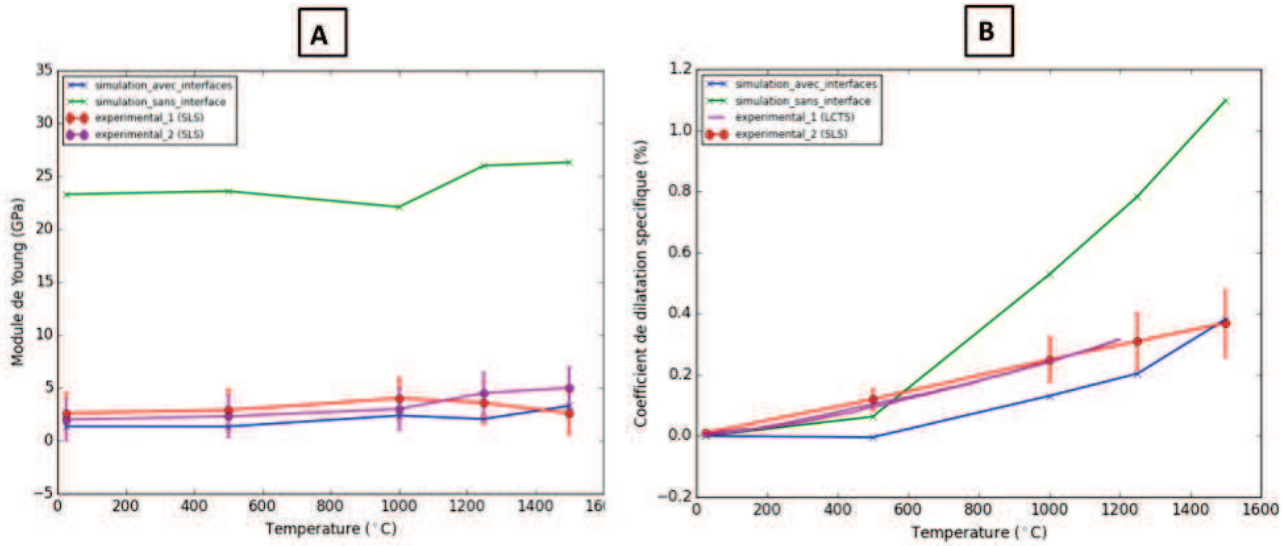

FIGURE 2.38 – Simulation de la montée en température du matériau dans le plan XY. A : Modules de Young X et Y. B : Coefficients de dilatation spécifique X et Y.

2.3.3 Synthèse de la simulation d'essais macroscopiques

La réalisation de simulations d'essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température du composite C/C, puis la comparaison des résultats obtenus aux essais et données expérimentales a permis d'aboutir à plusieurs conclusions concernant son comportement :

- La première est que **dans le plan XY, le comportement du composite C/C est essentiellement gouverné par l'endommagement intrinsèque de ses constituants**. Les contraintes observables dans les plis dépassent les limites à rupture de ces entités [Tallaron, 1996]. Le frottement des éléments d'interfaces est négligeable. **Selon l'axe Z, le comportement est à l'inverse gouverné par le frottement des interfaces** au profit de l'endommagement intrinsèque des constituants du matériau. En effet, lors d'une sollicitation selon cet axe, les interfaces fil de pli/fil d'aiguilletage frottent. Les contraintes atteintes ne dépassent pas les limites à rupture des constituants. Ces conclusions sont en accord avec les observations réalisées à partir d'essais expérimentaux dans le chapitre 0 de ce manuscrit.
- La deuxième est que les ordres de grandeurs des contraintes et déformations obtenus lors des simulations sont proches de ceux simulés dans le cas où aucun endommagement des constituants n'est présent, ce mécanisme n'étant pas pris en compte dans la modélisation. De plus, les éléments d'interfaces commencent à se refermer et ainsi à frotter à 1500°C, température correspondant environ à celle d'élaboration du matériau. Ces observations permettent de conclure que la modélisation effectuée, tant des points de vues de l'architecture idéalisée que des endommagements mésoscopiques, paraît pertinente. Ses limites correspondent aux écarts entre les comportements et propriétés simulées avec les données expérimentales. Elles ont notamment pour origine la non-prise en compte de l'endommagement des constituants du matériau, ainsi que l'utilisation des propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires interpolées entre 25°C et 800°C et par conséquent potentiellement erronées. Il est également à noter que les comportements simulés sont bilinéaires. Ce constat peut être expliqué par le fait que la morphologie de l'architecture, bien qu'elle soit réaliste, soit trop idéalisée par rapport au cas réel. Ceci

est notamment observé dans la modélisation de l'essai de traction Z. En effet, lors de la sollicitation, les fils d'aiguilletage sont tout d'abord retenus puis ils glissent d'un seul bloc le long des fils de plis. Leur morphologie cylindrique implique qu'une fois ce processus enclenché, l'ensemble du fil peut se mouvoir. Or, dans le cas réel, la morphologie ellipsoïdale twistée présente des points d'accroches empêchant ce fil de glisser dans son entièreté.

- La troisième est que la réalisation de ces simulations a permis d'observer que **l'effet des endommagements initiaux était non-négligeable sur le comportement du matériau**. En effet, leur prise en compte par un comportement de frottement est indispensable dans la modélisation. Elle permet non-seulement d'obtenir des propriétés thermomécaniques proches des données expérimentales disponibles, mais également de reproduire des mécanismes gouvernant le composite C/C, comme par exemple, des déformations résiduelles liées au frottement des interfaces. De plus, l'hypothèse de réaliser leur modélisation uniquement à l'échelle mésoscopique en négligeant ceux présents à l'échelle microscopique semble avoir peu d'impact en hypothèse de petites perturbations. L'effet de cette seconde échelle doit se révéler à des niveaux de déformations imposés plus élevés.

2.4 Conclusion

La caractérisation morphologique du composite C/C réalisée au cours du chapitre précédent a abouti à la conclusion que deux paramètres semblaient nécessaires à prendre en compte dans la modélisation de son comportement effectif : son architecture ainsi que la présence d'endommagements initiaux. L'objectif de ce chapitre était la quantification de l'influence de ce second facteur. Pour cela, l'accent a été mis sur sa modélisation au détriment de celle de l'architecture. Celle-ci a été simplifiée en gardant néanmoins pour contrainte qu'elle reste représentative du matériau étudié.

Modélisation idéalisée de l'architecture

La première étape a été la mise en place d'un **modèle idéalisé mais tout de même représentatif de l'architecture du matériau**. Se basant sur les caractérisations morphologiques des constituants composant le composite C/C aux différentes échelles, elle a abouti au développement de modélisations aux échelles microscopique et mésoscopique. Pour chacune d'entre-elles, des hypothèses de simplifications morphologiques ont été effectuées. A l'échelle mésoscopique, représentative de la texture du matériau, un empilement de dix plis parfaitement horizontaux d'une épaisseur de 400 μm et présentant le motif caractérisé précédemment a été représenté. Ces plis ont ensuite été divisés en fils de plis par des plans parfaitement verticaux. Ceux-ci sont orientés dans la direction préférentielle du pli concerné, selon un écart de 400 μm qui correspond aux diamètres de fils. Ensuite, des fils d'aiguilletage parfaitement cylindriques d'une hauteur de 5,75 plis ont été positionnés dans ce modèle de façon périodique en respectant l'arrangement structural en quinconces ainsi que les recouvrements caractéristiques de ces entités. A l'échelle microscopique, le but était de modéliser le comportement des fils de plis et d'aiguilletage composant la texture mésoscopique précédente. Cette étude s'est basée sur les travaux de [Charron, 2017], un modèle de fil idéal a été mis en place. Il reprend les taux de fibres et de matrices caractérisés dans des fils sur des images de mircographies. Ce modèle a été repris dans la modélisation des fils du matériau étudié. Il prend pour données d'entrée les propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires fibres et matrice et permet d'obtenir par homogénéisation les propriétés thermomécaniques des fils de plis et d'aiguilletage. Ensuite, ces propriétés sont injectées à l'échelle supérieure comme données d'entrée des fils formant la texture mésoscopique. L'homogénéisation de ce modèle permet alors d'obtenir les propriétés thermomécaniques de l'architecture idéalisée de matériau, celle-ci présentant un caractère non-endommagé à ce niveau du développement.

Modélisation des endommagements mésoscopiques

La deuxième phase de cette étude a été la prise en compte des endommagements dans l'architecture idéalisée de matériau. Pour réaliser cette étude, **deux hypothèses avaient été précédemment formulées dans le chapitre 0. La première concerne la physique représentée : le frottement des interfaces du composite C/C sera modélisé au profit de celui de l'endommagement intrinsèque de ses constituants. La seconde est que ce frottement sera représenté uniquement à l'échelle mésoscopique**. Les fils modélisés à l'échelle microscopique conserveront par conséquent un comportement thermoélastique. Une modélisation explicite des endommagements a été choisie car considérée comme étant la plus adaptée du fait de la description de cette même nature de l'architecture idéalisée. Des éléments d'interfaces, représentant pour une même famille d'endommagements mésoscopiques

ces entités de façon moyennée, ont été positionnés entre les plis, autour des fils de plis et autour des fils d'aiguilletage. Dans un premier temps, des lois de comportements élastiques leur ont été conférées permettant d'aboutir au constat que leur prise en compte dans la modélisation effectuée permettait non-seulement de se rapprocher des données expérimentales disponibles sur le composite C/C mais également d'identifier un jeu de paramètres de rigidités permettant d'obtenir par simulation les propriétés thermomécaniques fournies par Safran Landing Systems. Cette étape a par conséquent permis de valider que l'endommagement initial a un effet sur le comportement effectif du matériau. Ensuite, dans un second temps, le but a été de conférer aux éléments d'interfaces un comportement représentatif de la physique réelle du matériau. Pour cela, **une loi de comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement développée par [Gillard, 2017] a été implémentée dans ces éléments**. Elle nécessite l'utilisation de paramètres propres à chacun des types d'interfaces correspondants aux différentes familles d'endommagements mésoscopiques. Ceux-ci ont été identifiés par la simulation d'essais expérimentaux de push-out et de pull-out à 25°C réalisés sur des composites C/C proches du composite C/C étudié. [Gillard, 2017] a démontré dans ses travaux que le comportement interfacial du matériau évoluait uniquement avec la dilatation différentielle des fils de plis et d'aiguilletage. Les valeurs des paramètres interfaciaux restant inchangées quelque soit la température du composite C/C. Par conséquent, les valeurs des paramètres identifiées à 25°C seront également utilisées lors de la modélisation de sa montée en température.

Simulation d'essais macroscopiques

La modélisation de l'architecture de matériau ainsi que des endommagements mésoscopiques étant réalisée, la dernière étape a consisté en la validation de ces développements. Pour cela, des essais macroscopiques à température ambiante réalisés par [Douarche, 2000] ont été simulés, de même que la montée en température du matériau. Ces essais ont permis d'aboutir à la conclusion que **le comportement dans le plan XY du matériau était essentiellement régi par l'endommagement intrinsèque de ses constituants, au contraire de celui selon l'axe Z, préférentiellement gouverné par le frottement en cisaillement des interfaces mésoscopiques**. Ces observations avaient été préalablement réalisées dans le chapitre 0 de ce manuscrit, cette étude les a validées. La prise en compte des endommagements a permis d'obtenir au cours de ces simulations des ordres de grandeurs de modules et coefficients de dilatations proches des données expérimentales disponibles. Ceci atteste de son importance sur le comportement effectif du matériau étudié. De plus, le début de la refermeture des interfaces, induisant leur frottement, a été observé aux alentours de 1500°C. Cette température correspond approximativement à la température d'élaboration du matériau. Ce constat permet par conséquent de valider les ouvertures d'interfaces choisies dans leur modélisation. La représentation réalisée du matériau reproduit correctement les mécanismes de frottement régissant son comportement sur les courbes d'essais expérimentaux. Cependant, les modules apparents présents au cours des cycles de chargements ne diminuent pas. Ceci est expliqué par le fait que l'endommagement intrinsèque des constituants a été négligé dans la modélisation. De plus, les comportements simulés présentent des formes bilinéaires au contraire des comportements réels plus progressifs. Une explication est que la morphologie de l'architecture utilisée, bien que représentative du matériau, soit trop idéalisée pour simuler correctement son comportement réel. Néanmoins, ce chapitre aura permis de conclure que **l'endommagement a un effet non-négligeable sur le comportement effectif du composite C/C étudié**.

Perspectives

Plusieurs perspectives sont possibles à la suite de ce travail :

— La première serait de compléter la modélisation des endommagements initiaux par leur prise en compte à l'échelle microscopique, ainsi que par la modélisation des phénomènes d'endommagements intrinsèques des constituants du matériau à ces échelles.

— La deuxième serait de valider le fait que les comportements interfaciaux en température sont uniquement régis par la dilatation différentielle des fils de plis et d'aiguilletage. Pour ce faire, une méthode serait la réalisation d'essais de push-out et de pull-out en température afin de pouvoir les simuler et confirmer que les paramètres utilisés dans les modèles d'interfaces n'évoluent pas avec cette grandeur.

— La troisième serait la réalisation d'autres essais macroscopiques expérimentaux à température ambiante et à haute température. Leur simulation permettrait de robustifier l'approche de modélisation développée.

— Enfin, l'observation de comportements bilinéraires obtenus par simulation, au contraire de ceux plus progressifs obtenus dans le cas réel, permet d'aborder la perspective prépondérante de ces travaux. Une hypothèse est que ceux-ci sont induits par une modélisation trop idéalisée, bien que réaliste, de l'architecture du matériau. Ainsi, quel est le degré de description nécessaire et suffisant de la morphologie du matériau afin que son comportement réel soit bien traduit et que les modèles développés en soient prédictifs ? La réponse à cette problématique constituera l'objet de l'étude du prochain chapitre.

Chapitre 3

Effet de la morphologie de l'architecture sur le comportement

Sommaire

3.1 Modélisation basée images de l'architecture 131
3.1.1 Modélisation de l'architecture mésoscopique 131
3.1.2 Modélisation de l'endommagement mésoscopique 135
3.1.3 Génération des modèles idéaux associés aux cas de références basés images 137
3.2 Simulation d'essais macroscopiques 141
3.2.1 Essais macroscopiques à température ambiante 141
3.2.2 Simulation de la montée en température du matériau 149
3.2.3 Bilan sur la comparaison des réponses obtenues entre les descriptions idéalisés et basées images de l'architecture du composite C/C 153
3.3 Enrichissement et idéalisation morphologique des modèles 154
3.3.1 Orientation des plis 154
3.3.2 Morphologie des fils d'aiguilletages 162
3.3.3 Morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli 169
3.3.4 Méthode de modélisation des porosités 175
3.3.5 Caractéristiques morphologiques ayant un effet prépondérant sur le comportement du matériau 180
3.3.6 Effet des morphologies locales sur le comportement du composite C/C 181
3.4 Conclusion 185

L'objectif de ce chapitre est de quantifier l'effet de l'architecture réelle du composite C/C sur son comportement effectif ainsi que d'identifier son niveau de description nécessaire dans la modélisation réalisée*. Tout d'abord, une modélisation basée images de l'architecture est développée. Elle est appliquée à trois zones de matériau. Afin de quantifier l'effet de ce paramètre sur le comportement, leurs modèles idéalisés associés sont également générés. Ensuite, la simulation d'essais macroscopiques et de montées en température est réalisée sur les deux types de modèles pour chacune des zones étudiées. Les résultats obtenus sont alors confrontés. Cette étape permet de quantifier l'effet du niveau de description de l'architecture du matériau sur son comportement effectif, seul paramètre différant entre les deux types de modèles. Enfin, une étude plus précise des caractéristiques morphologiques de cette architecture est effectuée. L'identification de celles ayant un effet prépondérant sur le comportement du composite C/C en est déduite.*

3.1 Modélisation basée images de l'architecture

Le but est de proposer une méthode permettant de modéliser le composite C/C en prenant en compte son architecture dans toute sa spécificité. [Charron, 2017] a démontré dans ses travaux de thèse que le comportement à l'échelle microscopique de ces matériaux pouvait être modélisé à partir d'un modèle de fil homogène. Ce modèle prend uniquement en compte les taux de constituants des familles de fils qui lui sont associées sans tenir compte de leur arrangement. Il est possible d'en déduire que l'effet de l'architecture sur le comportement du composite C/C est négligeable à cette échelle. Par conséquent, la méthode de modélisation développée sera uniquement appliquée à l'échelle mésoscopique. Afin de prendre en compte l'architecture de la manière la plus exhaustive possible, elle sera basée images. Une contrainte est qu'elle devra pouvoir intégrer des éléments d'interfaces afin de représenter les endommagements initiaux du matériau. De ce fait, les constituants devront y être décrits de manière explicite.

3.1.1 Modélisation de l'architecture mésoscopique

Méthode de modélisation basée images de l'architecture de [Mazars *et al.*, 2017]

Dans ses travaux, **[Mazars *et al.*, 2017] a développé une méthode permettant l'obtention d'un modèle éléments finis basé images représentant l'architecture mésoscopique d'un composite SiC/SiC à partir d'une image de tomographies X de ce matériau. Dans ce modèle, les constituants sont décrits de manière explicite**. Le détail de cette méthode est présenté dans le chapitre 0 de ce manuscrit. Son principe est fondé sur la production d'un maillage éléments finis à partir de l'image labélisée correspondant à l'image de tomographie X. Cette labélisation est effectuée par le biais du logiciel de traitement d'images Avizo par l'application d'opérations spécifiques aux composites SiC/SiC. Elle permet l'obtention d'une image dans laquelle chacun des fils du matériau est décrit et associé à un label unique. Le maillage lui correspondant est ensuite généré à partir de l'utilisation d'outils de la bibliothèque CGAL de l'Inria [Alliez *et al.*, 2011]. Celui-ci est de type tétraédrique conforme. Cette méthode est adaptée aux attentes de la présente étude. Son application sera réalisée sur

des tomographies du composite C/C afin d'obtenir des modèles basé images de son architecture mésoscopique comprenant une description explicite de ses constituants. Une limite concerne la génération de l'image labélisée correspondant à la tomographie étudiée. En effet, la méthode de labélisation développée par [Mazars *et al.*, 2017] étaient adaptée aux composites SiC/SiC, cependant elle ne l'est pas pour les composites C/C.

Adaptation de la méthode de [Mazars *et al.*, 2017] au composite C/C étudié

La méthode précédente est appliquée au composite C/C étudié. Aucun programme de labélisation automatisée n'est disponible pour ce matériau. Sa réalisation demandant des développements conséquents notamment d'un point de vue traitement d'images, il a été choisi de réaliser dans un premier temps cette labélisation de façon manuelle. En effet, le but premier est d'identifier si la morphologie de l'architecture a un impact sur le comportement effectif du composite C/C, et s'il est effectivement nécessaire de la décrire dans toute sa spécificité dans les modèles. Elle sera effectuée par le biais du module de labélisation manuelle disponible dans le logiciel de traitement d'images Avizo. Cette contrainte impliquant des temps de réalisation conséquents, les modèles basés images seront mis en place sur de faibles volumes de matériau. Il ne sera par conséquent pas possible de comparer les comportements simulés aux données expérimentales. Seules des comparaisons modèle à modèle seront effectuées. Lors de cette labélisation, chaque fil se verra attribuer un label indépendant. L'ensemble des zones restantes dans la tomographie correspondra aux zones d'endommagements mésoscopiques. Plus précisément, la résolution des tomographies X réalisées sur le composite C/C étudié étant de 12 μm/pixel, seules les porosités y seront distinguables. Un label les représentant leur sera assigné. Les fissures quant à elles seront à positionner ultérieurement par le biais d'éléments d'interfaces. La tomographie étant labélisée, le maillage éléments finis tétraédrique conforme associé est obtenu par les outils de [Mazars *et al.*, 2017]. Les différentes étapes de cette démarche sont illustrées en figure 3.1.

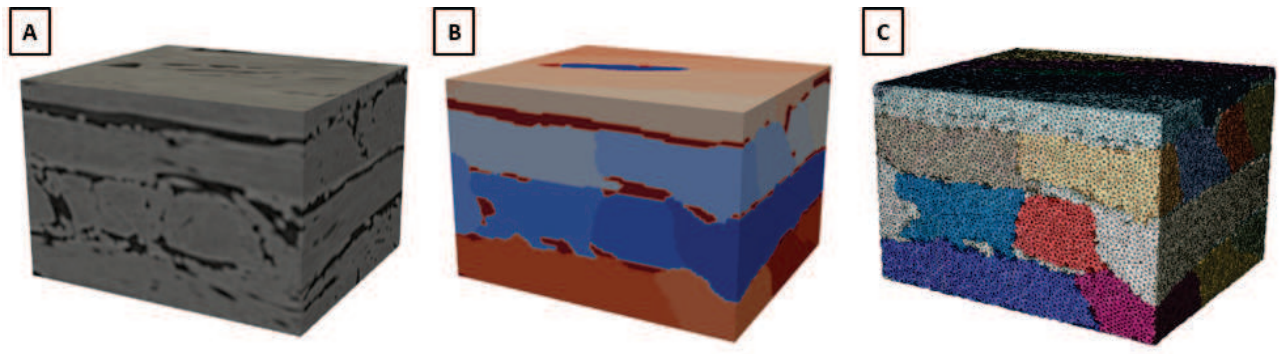

FIGURE 3.1 – Méthode d'obtention d'un maillage éléments finis à partir d'une image. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Image labélisée correspondante réalisée sous le logiciel Avizo. C : Maillage tétraédrique conforme associé obtenu par les outils de [Mazars *et al.*, 2017].

Modèles d'architectures mésoscopiques basés images générés

Trois zones ont été extraites de la tomographie d'étude. Elles constitueront trois cas de références, dans lesquels la description de cette architecture est exhaustive. La contrainte de petit volume a porté le choix sur des zones présentant trois à quatre plis de matériau, ainsi qu'au moins un fil d'aiguilletage. Le but était qu'elles soient représentatives de l'ensemble des orientations des constituants du composite étudié. Leur volume s'élève à environ 1 mm^3. Le premier cas de référence est formé de quatre plis. Il comporte un aiguilletage traversant ayant une forme ondulée sur la hauteur. Son taux d'aiguilletage s'élève à 3% et son taux de porosité est de 6%. L'empilement des plis se fait selon la séquence -60°/+60°/0°/+60°. La tomographie et le maillage éléments finis associés à cette zone sont présentés en figure 3.2. Pour des raisons de facilité de compréhension, les fils de plis ont été rassemblés en plis sur les figures 3.2.1 et 3.2.2, cependant en réalité ceux-ci sont bien distingués dans le modèle. Le deuxième cas de référence est composé de trois plis. Il comporte un aiguilletage non-traversant ayant une forme quasi-verticale selon la hauteur. Il possède un taux d'aiguilletage de 4% et un taux de porosité de 9%. L'empilement des plis est réalisé selon la séquence -60°/0°/-60°. La tomographie et le maillage éléments finis par pli associés à cette zone sont disponibles en figure 3.3. Le troisième cas de référence est formé de trois plis. Il comporte deux aiguilletages, un traversant et un non-traversant qui se recouvrent partiellement sur la hauteur de la zone. Ce cas possède un taux d'aiguilletage de 5% et un taux de porosité de 4%. L'empilement des plis le composant est réalisé selon la séquence 0°/-60°/+60°. La tomographie et le maillage éléments finis par pli associés à cette zone sont présentés en figure 3.4.

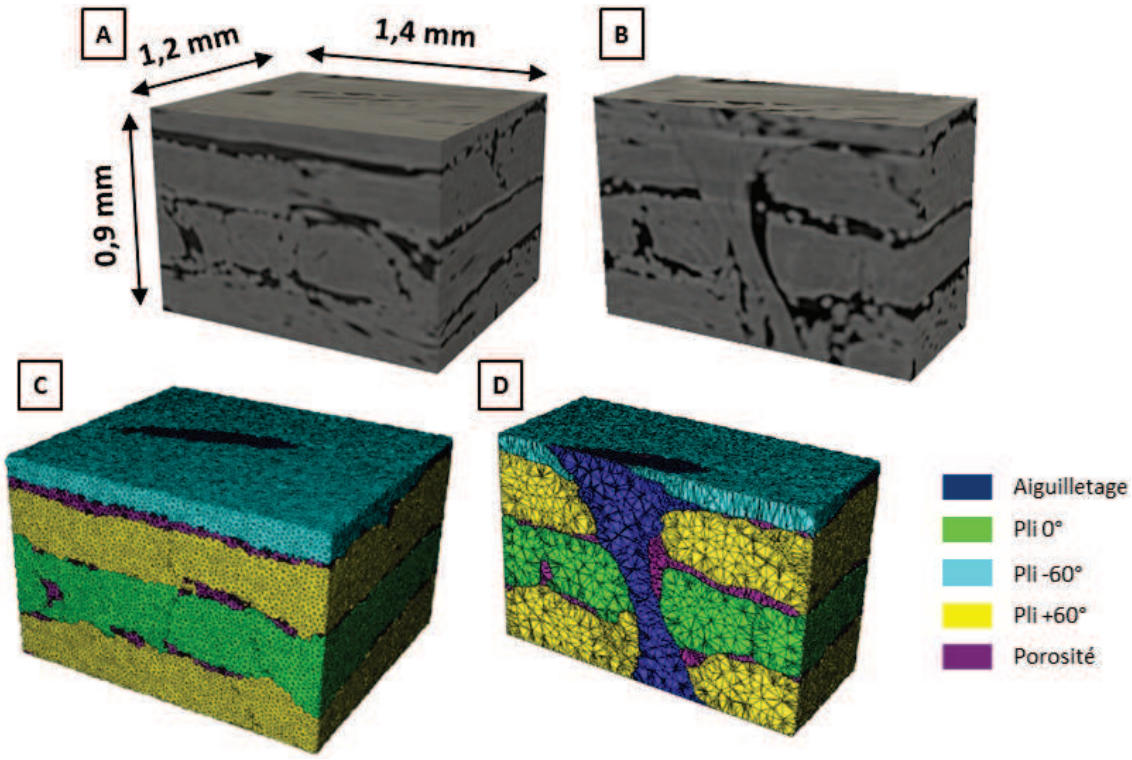

FIGURE 3.2 – Cas de référence basé images 1. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Tomographie X en coupe sur l'aiguilletage. C : Maillage tétraédrique conforme associé. D : Maillage tétraédrique conforme associé en coupe sur l'aiguilletage.

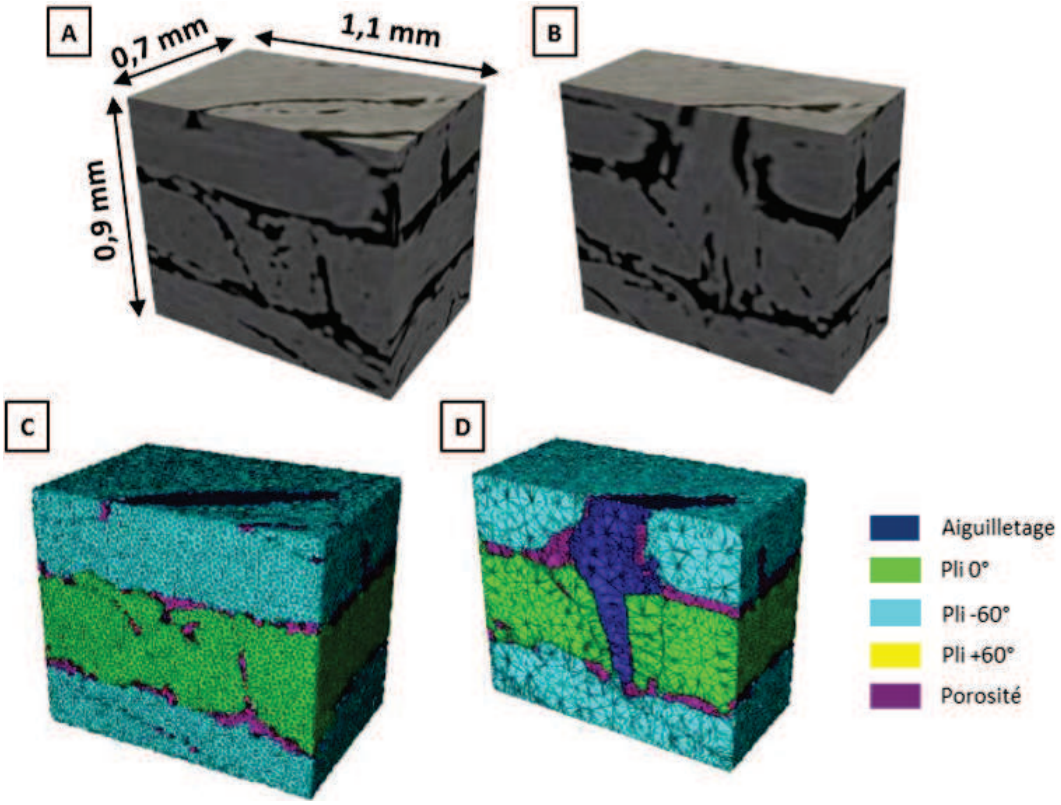

FIGURE 3.3 – Cas de référence basé images 2. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Tomographie X en coupe sur l'aiguilletage. C : Maillage tétraédrique conforme associé. D : Maillage tétraédrique conforme associé en coupe sur l'aiguilletage.

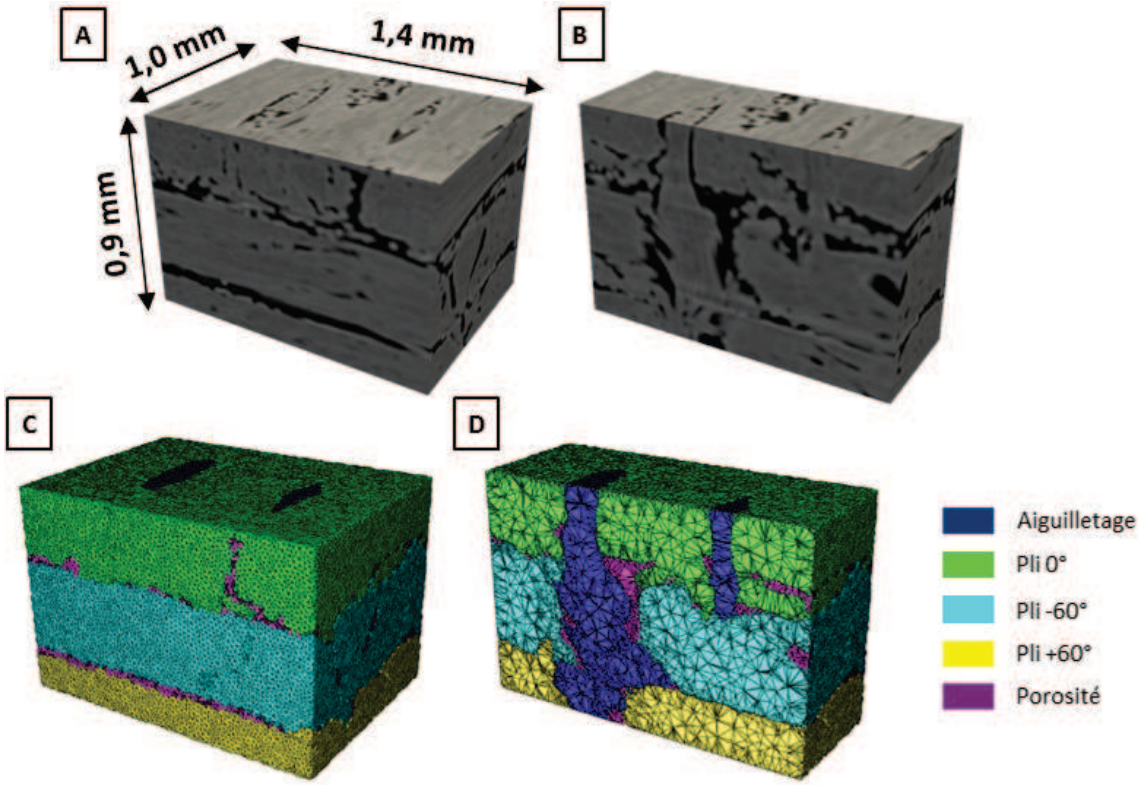

FIGURE 3.4 – Cas de référence basé images 3. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Tomographie X en coupe sur l'aiguilletage. C : Maillage tétraédrique conforme associé. D : Maillage tétraédrique conforme associé en coupe sur l'aiguilletage.

3.1.2 Modélisation de l'endommagement mésoscopique

Méthode de modélisation

La modélisation des endommagements mésoscopiques est réalisée selon la méthode développée dans le chapitre précédent. Une différence est tout de même notable. La méthode de génération des modèles basés images implique la prise en compte des porosités en tant qu'entité dans l'image labélisée leur servant de base. Par conséquent, les éléments d'interfaces ne représentent dans le cas des modèles basés images qu'uniquement les fissures du composite C/C. Ils sont positionnés entre deux entités lorsqu'elles sont en contact : deux plis, deux fils de plis ou encore un fil de pli et un fil d'aiguilletage. Dans le cas où de la porosité est présente, aucun élément d'interface n'est disposé. Ces entités ne se refermant pas à la température maximale de simulation de 1500°C, aucun frottement entre leur parois n'est notable. Ce choix de modélisation ne pose par conséquent aucun de souci de représentation. Dans les éléments d'interfaces, des lois de comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement, identiques à celles du chapitre 2 ont été implémentées. Du fait qu'elles ne représentent plus que les fissures, les valeurs de certains des paramètres qui leurs sont associés sont modifiées. La largeur d'ouverture moyenne Δ, précédemment définie comme étant la moyenne de celles des porosités et des fissures, n'est calculée qu'à partir de celle de ces secondes entités. Les autres grandeurs : K, Kr, δ et μ sont associées à la morphologie des interfaces en elles-mêmes. Elles sont identiques en présence de porosités et de fissures. Leurs valeurs restent par conséquent inchangées. Ces données sont résumées dans le tableau 3.1.

Paramètre	Symbole	Unité	Valeur
Rigidité d'interface	K	$N.mm^{-1}$	10^8
Epaisseur de rugosité	δ_r	μm	7
Coefficient de frottement	μ	-	0.3
Ouverture moyenne d'interface pli/pli	$\Delta_{pli/pli}$	μm	4
Rigidité de rugosité pli/pli	$K_{r-pli/pli}$	$N.mm^{-1}$	23500
Ouverture moyenne d'interface fil de pli/aiguilletage	$\Delta_{fil-pli/aiguilletage}$	μm	3
Rigidité de rugosité fil de pli/aiguilletage	$K_{r-fil-pli/aiguilletage}$	$N.mm^{-1}$	18650
Ouverture moyenne d'interface fil de pli/fil de pli	$\Delta_{fil-pli/fil-pli}$	μm	2
Rigidité de rugosité fil de pli/fil de pli	$K_{r-fil-pli/fil-pli}$	$N.mm^{-1}$	25000

TABLE 3.1 – Paramètres d'interfaces identifiés pour les différentes familles d'endommagements initiaux à l'échelle mésoscopique.

Application aux cas de références

L'application de la méthode aux cas de références permet de générer les éléments d'interfaces correspondants à leurs fissures. Dans le cas de référence 1, ils sont présentés sur la figure 3.5. Il est à noter que celles-ci sont tortueuses, caractère en accord avec la morphologie réelle de l'architecture du composite C/C. De plus, elles sont parfois incomplètes. Des zones de porosités viennent se mêler à celles de fissures. Ceci est encore plus marqué dans le cas de référence 2. Le taux de porosité étant plus élevé que dans le cas précédent, celui correspondant aux fissures et donc aux éléments d'interfaces est d'autant plus réduit. Ceci est notamment remarquable dans le cas des interfaces pli/pli (figure 3.6). Dans le cas de référence 3, le taux de porosité étant plus faible que dans l'exemple 2, des éléments d'interfaces sont notables pour les trois

familles caractéristiques de l'échelle mésoscopique (figure 3.7). L'ensemble de ces éléments se verra assigner les propriétés du tableau 3.1 dans les modélisations effectuées. Les porosités quant à elles se verront attribuer des propriétés quasi-nulles.

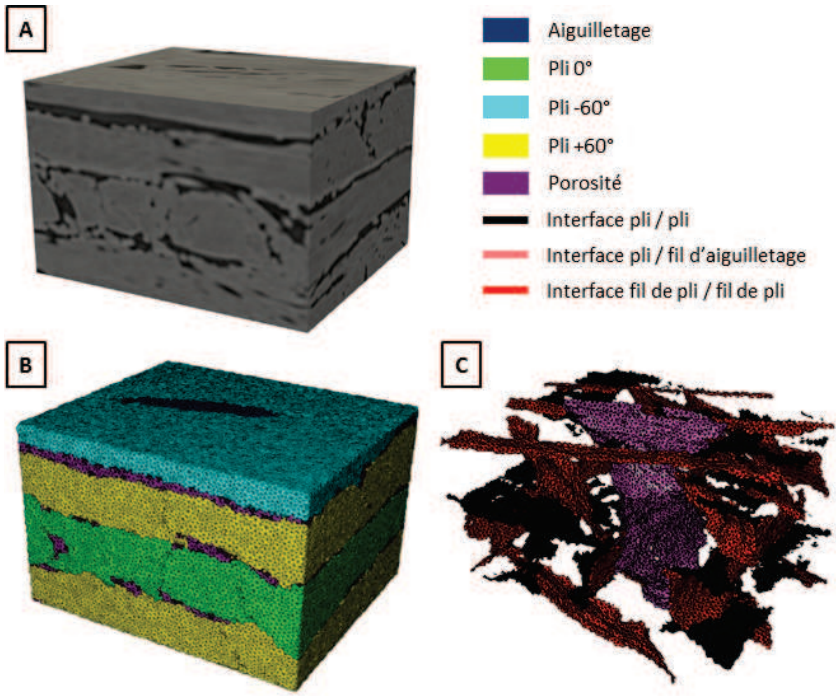

FIGURE 3.5 – Cas de référence basé images 1. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Modèle basé images. C : Eléments d'interfaces associés à la modélisation.

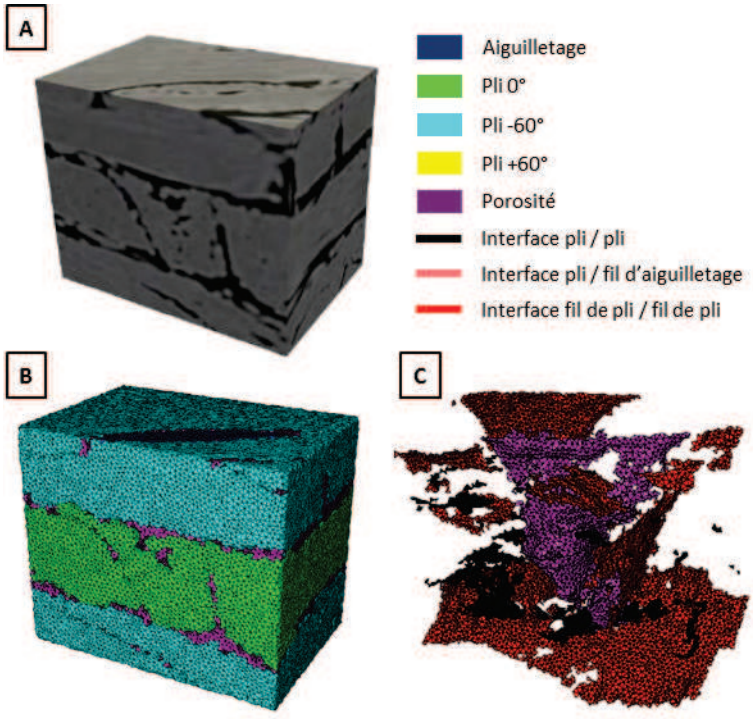

FIGURE 3.6 – Cas de référence basé images 2. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Modèle basé images. C : Eléments d'interfaces associés à la modélisation.

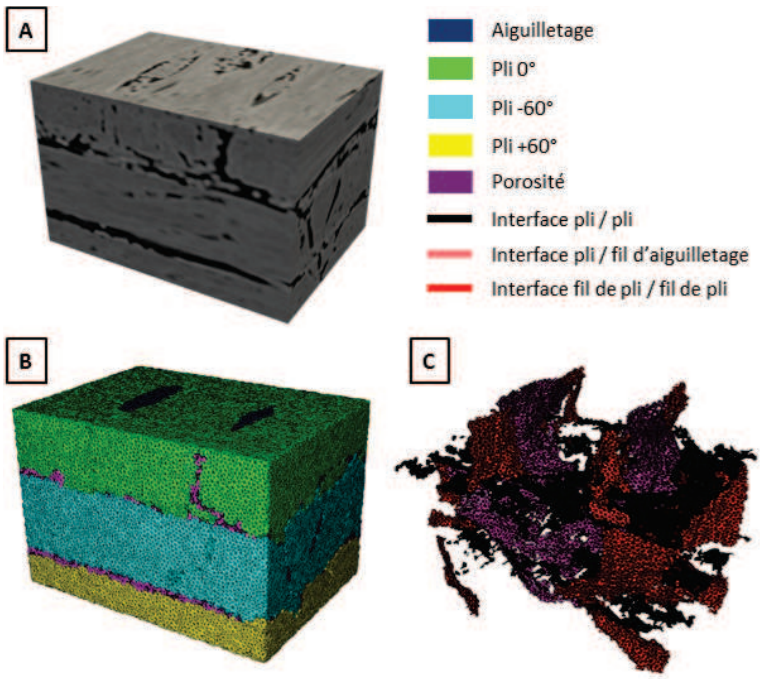

FIGURE 3.7 – Cas de référence basé images 3. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Modèle basé images. C : Eléments d'interfaces associés à la modélisation.

3.1.3 Génération des modèles idéaux associés aux cas de références basés images

L'objectif de ce chapitre est de quantifier l'effet de l'architecture du composite C/C sur son comportement effectif. Pour ce faire, les modèles idéaux correspondants aux trois modèles basés images précédents vont être développés. Les représentations se feront à iso-porosités et iso-fissurations. La seule différence sera le niveau de description de l'architecture, minimal dans le cas du modèle idéal, maximal pour la modélisation basée images.

Hypothèses pour la représentation de l'architecture idéalisée

Le développement des modèles idéaux associés aux trois modèles basés images précédents nécessite le recours à la méthode utilisée dans le chapitre 2 pour la mise en place de ce type de modèles. Elle reste identique concernant la modélisation des plis et des fils d'aiguilletage. La seule limite est que leurs dimensions sont cette fois-ci conditionnées par celles de la tomographie X étudiée. Les largeurs et longueurs des plis lui correspondent. Leurs hauteurs moyennes y sont relevées de même que celles des fils d'aiguilletage. Concernant ces fils, leur diamètre est constant dans un modèle donné. Il est ajusté pour que le taux d'aiguilletage de ce modèle soit identique à celui mesuré sur le modèle basé images associé. Leurs hauteurs de recouvrements correspondent également à celles qui y sont relevées. Cet écart à la méthode de modélisation idéalisée du chapitre 2 s'explique par le fait que les volumes modélisés sont trop faibles pour pouvoir être associés aux motifs d'arrangements structuraux caractéristiques du composite C/C. Le but est en effet de pouvoir comparer les réponses produites par des architectures ayant des constituants et arrangements semblables. Concernant la modélisation des endommagements,

porosités et fissures sont confondues en étant représentées de façon moyennée. Cette différence de modélisation entre les modèles idéaux et basés images est représentée en figure 3.8. Les valeurs des paramètres associés aux éléments d'interfaces correspondants aux deux types de modélisations sont présentées dans le tableau 3.2. Seules les ouvertures d'interfaces Δ varient entre ces représentations.

Type d'interface	K $(N.mm^{-1})$	K_R $(N.mm^{-1})$	δ (μm)	$\Delta_{base-images}$ (μm)	Δ_{ideal} (μm)
Pli/pli	10^6	23500	7	4	11.5
Fil de pli/aiguilletage	10^6	18650	7	3	11
Fil de pli/fil de pli	10^6	25000	7	2	10.5

TABLE 3.2 – Propriétés des paramètres d'éléments d'interfaces mésoscopiques associés aux modélisations idéales et basées images.

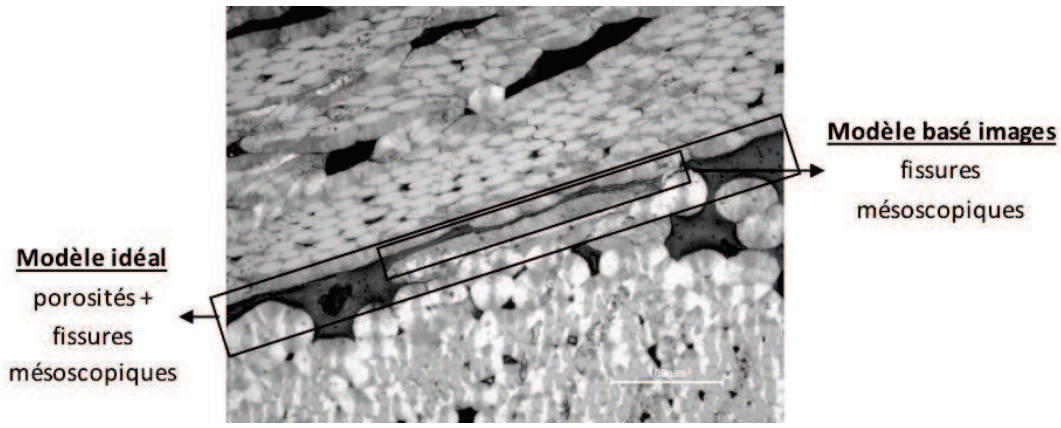

FIGURE 3.8 – Micrographie du composite C/C (résolution : 0.5 μm/pixel). Différentes entités représentées par les éléments d'interfaces dans le cas des modèles idéaux et basés images.

Modèles idéaux générés

La prise en compte des hypothèses de modélisations idéales a permis l'obtention des modèles idéaux correspondants aux trois modèles basés images développés. Concernant le cas de référence 1 (figure 3.9), un empilement de quatre plis selon la séquence -60°/+60°/0°/+60° a été réalisé. Ceux-ci ont été divisés en fils de plis. Un aiguilletage traversant placé selon la position moyenne de l'aiguilletage réel a été mis en place. Afin d'obtenir un taux global d'aiguilletage correspondant au cas réel, la modélisation a aboutit à un aiguilletage de diamètre 127 μm. Concernant le cas de référence 2 (figure 3.10), la modélisation idéale correspondante a été réalisée par empilement de trois plis horizontaux orientés successivement à -60°/0°/-60°, puis divisés en fils de plis. Un aiguilletage non-traversant d'une hauteur et position identiques au cas réel a été placé. Afin de concorder avec les 4% d'aiguilletage quantifiés dans ce cas, son diamètre identifié est de 112 μm. Concernant le cas de référence 3 (figure 3.11), un empilement de trois plis orientés selon la séquence 0°/-60°/+60° a été réalisé. Ceux-ci ont ensuite été divisés en fils de plis selon les orientations correspondantes. Deux fils d'aiguilletage cylindriques dont la hauteur et la position moyenne correspondent au cas réel ont été placés entre ces entités. Leur diamètre est identique. Sa valeur est de 135 μm. Il permet d'obtenir un taux d'aiguilletage global de 5%. Dans l'ensemble des modèles, des éléments d'interfaces ont été placés entre les entités mésoscopiques : entre deux plis, deux fils de plis ou encore entre les plis et fils d'aiguilletage.

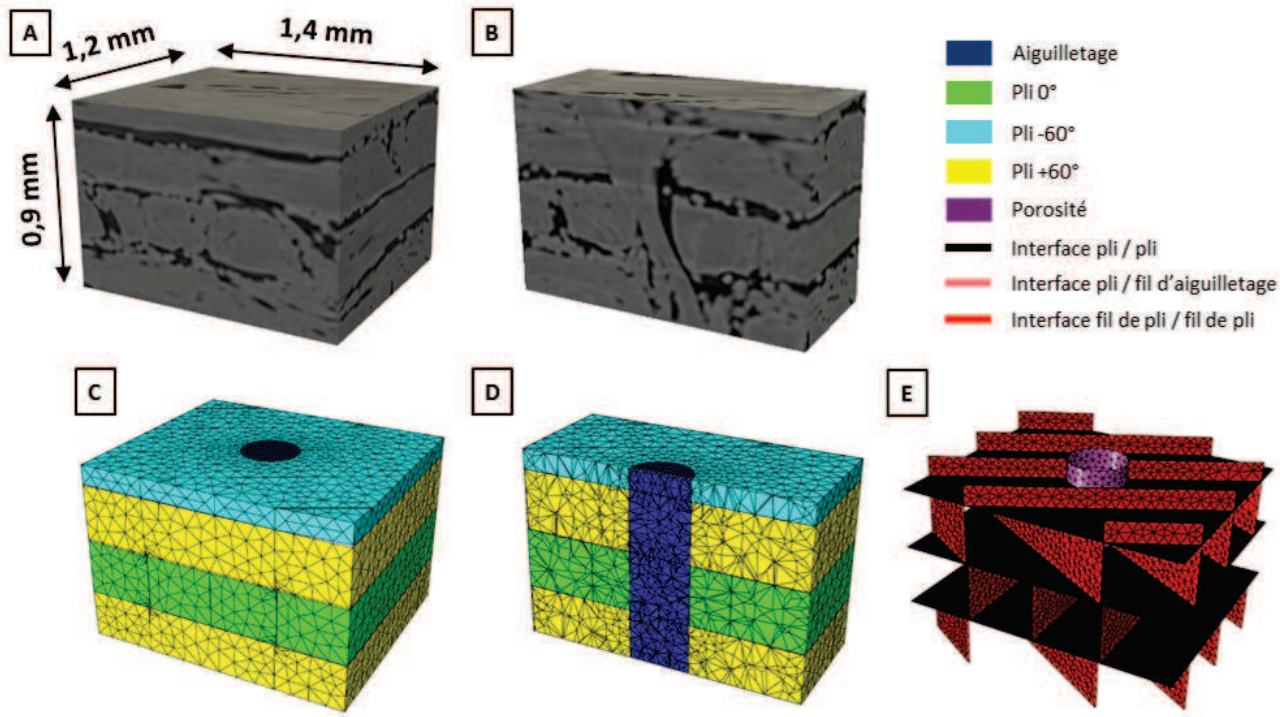

FIGURE 3.9 – Modélisation idéale associée au cas de référence 1. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Tomographie X en coupe sur l'aiguilletage. C : Modèle idéal associé. D : Modèle idéal associé en coupe sur l'aiguilletage. E : Eléments d'interfaces mésoscopiques associés.

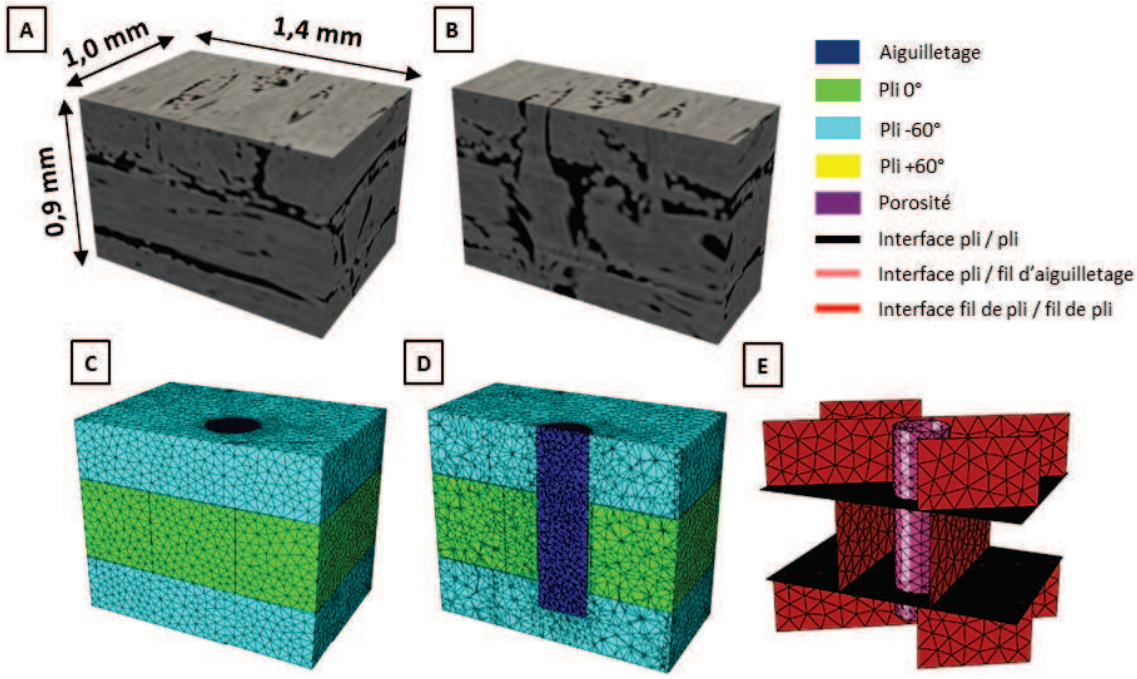

FIGURE 3.10 – Modélisation idéale associée au cas de référence 2. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Tomographie X en coupe sur l'aiguilletage. C : Modèle idéal associé. D : Modèle idéal associé en coupe sur l'aiguilletage. E : Eléments d'interfaces mésoscopiques associés.

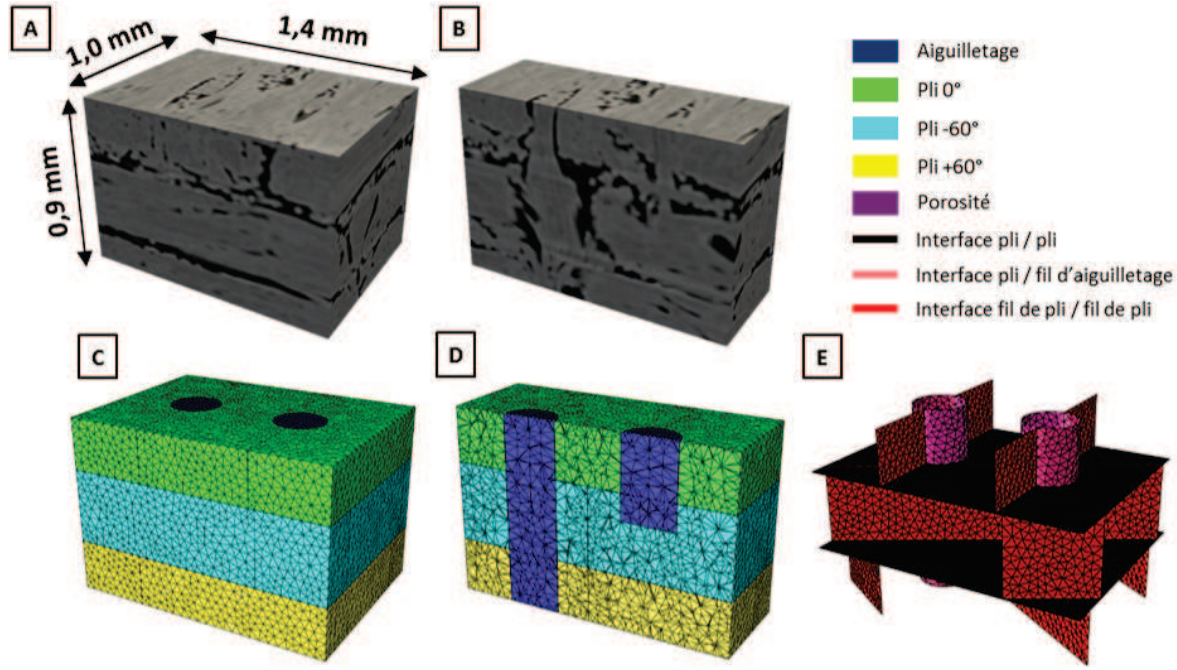

FIGURE 3.11 – Modélisation idéale associée au cas de référence 3. A : Tomographie X de base (résolution : 12 μm/pixel). B : Tomographie X en coupe sur l'aiguilletage. C : Modèle idéal associé. D : Modèle idéal associé en coupe sur l'aiguilletage. E : Eléments d'interfaces mésoscopiques associés.

3.2 Simulation d'essais macroscopiques

Afin d'étudier l'effet de la morphologie de l'architecture mésoscopique du composite C/C sur son comportement effectif, deux types de modélisations ont été mises en place sur trois cas de références. Une première, basée images, reprend toute la spécificité de l'architecture du matériau à cette échelle. Une seconde, idéalisée, la simplifie tout en en restant représentative. Le but de cette section va être de simuler des essais macroscopiques et de montées en température sur les modèles idéaux et basés images associés. Les réponses obtenues seront comparées entre-elles pour un même cas de référence. Les écarts observés permettront alors de quantifier l'effet de l'architecture mésoscopique sur le comportement effectif du matériau. De même, son niveau de description nécessaire dans la modélisation sera identifié afin qu'elle soit représentative du comportement du composite C/C étudié. Il est rappelé que la petite taille des volumes étudiés ne permet pas la comparaison directe des réponses obtenues aux données expérimentales.

3.2.1 Essais macroscopiques à température ambiante

Différents essais macroscopiques ont été simulés à 25°C sur les cas de références idéaux et basés images modélisés : traction X, traction Y, traction Z, compression Z, cisaillement XY, et cisaillement XZ. Des conditions aux limites PMUBC sont imposées sur les faces des modèles. Les réponses obtenues sont détaillées dans les paragraphes suivants.

Plan XY

- Traction X : Durant l'essai de traction X, un déplacement de 1% de la longueur totale du modèle est imposé sur sa face ayant la coordonnée X maximale. Les résultats obtenus sont présentés en figure 3.12. Selon les cas de références, des écarts sont plus ou moins notables entre les réponses obtenues. La variabilité des résultats est induite par les faibles tailles des volumes étudiés.

- Cas de référence 1 : Les réponses des modèles idéal et basé images sont quasi-semblables.
- Cas de référence 2 : Des réponses très différentes sont observées dès le début du chargement. Ceci atteste d'une différence de morphologie entre les deux modèles selon cet axe.
- Cas de référence 3 : Des écarts sont notables entre les réponses obtenues bien que moins marqués que dans le cas précédent.

- Traction Y : Dans le cas de la traction Y, un déplacement de 1% de la longueur totale du modèle est imposé sa face ayant la coordonnée Y maximale. Les courbes associées à cette sollicitation sont également présentées en figure 3.12. Les comportements sont identiques à ceux obtenus en traction X à la différence que parfois le modèle basé images peut être plus rigide que le modèle idéal, ce qui est par exemple le cas dans les exemples 2 et 3 mais pas celui du cas 1.

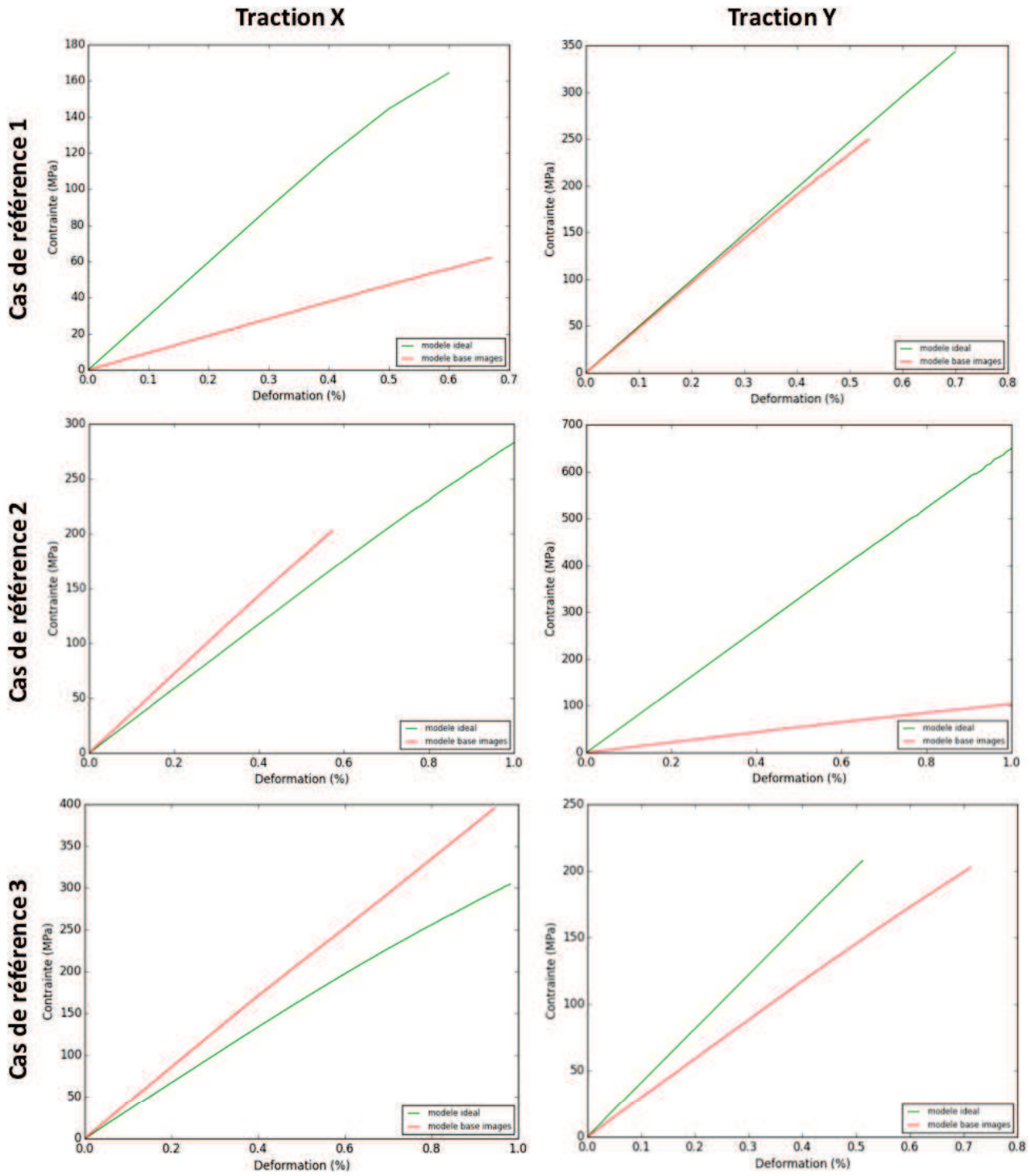

FIGURE 3.12 – Simulation d'essais de traction X et Y à 25°C avec les modèles idéaux et basés images associés à un même cas de référence.

Une explication possible à ces écarts de réponses est les différences d'orientations des plis dans le plan XY entre les deux types de modèles. Dans le modèle idéal, elles correspondent aux orientations théoriques. Dans le modèle basé images, à celles réelles. Des décalages de 5° à 10° peuvent être constatés. Les graphes associés aux orientations théoriques et réelles des cas de références étudiés sont présentés en figure 3.13. Dans le cas des modèles basés images, elles ont été obtenues par la méthode du tenseur de structure (Annexe B) appliquée aux tomographies X supports des cas de références étudiés. Elle permet le calcul de leurs moyennes et écarts-types par slice de tomographie X.

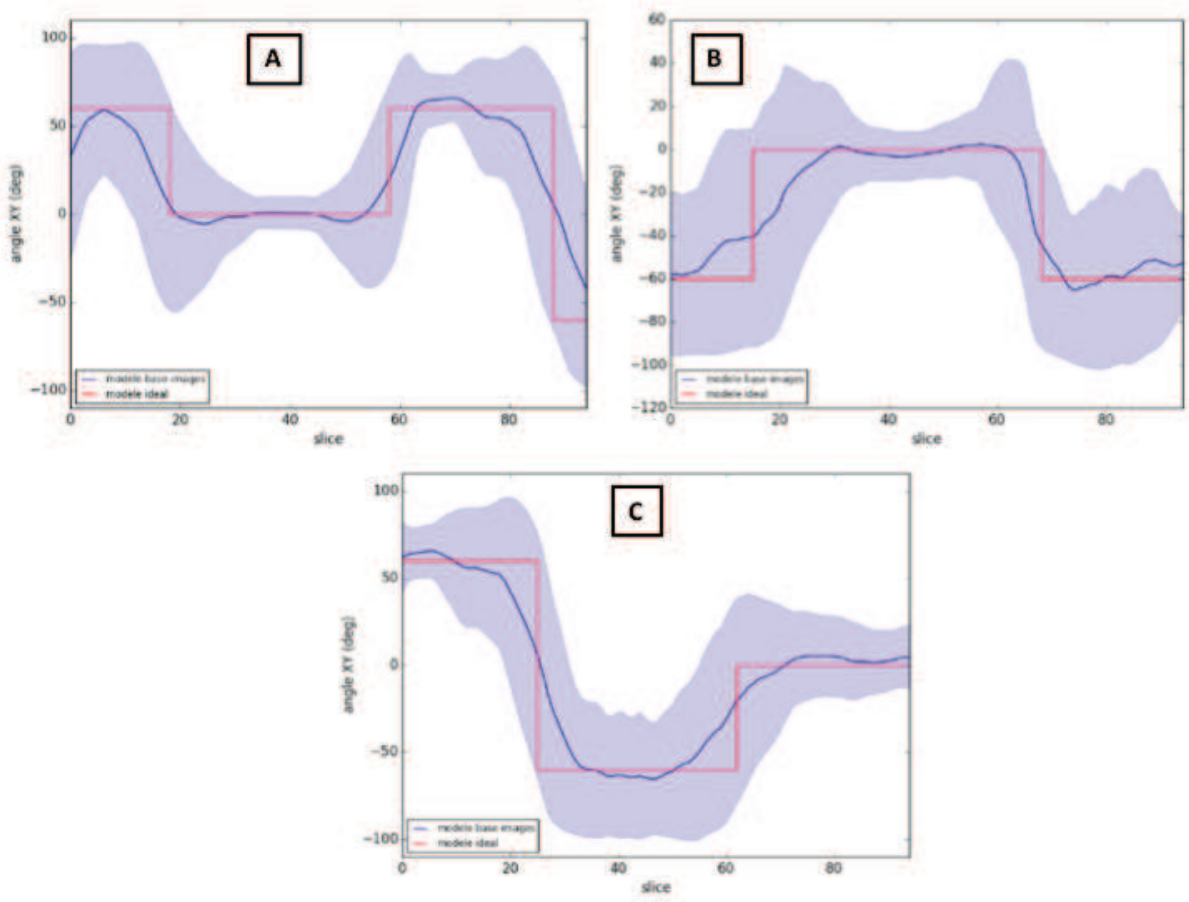

FIGURE 3.13 – Orientations dans le plan XY des plis des modèles idéaux, correspondants à leurs valeurs théoriques, et des plis des modèles basés images, associées à leurs valeurs réelles (moyenne et écart-type). Orientations associées au A : cas de référence 1. B : cas de référence 2. C : cas de référence 3.

Une première source d'écart entre les réponses simulées est la présence de décadrages des orientations réelles des plis par rapport à celles théoriques. Cette caractéristique morphologique semble jouer un rôle sur le comportement du composite C/C dans le plan XY.

Axe Z

- Traction Z : Un déplacement de 1% de la longueur totale du modèle est imposé sur la face du modèle ayant la coordonnée Z maximale. Les courbes associées à cette sollicitation sont présentées en figure 3.14. Des différences de comportements encore plus marquées que dans le cas des essais précédents sont notables :

- Cas de référence 2 : Malgré des modules initiaux proches, les comportements au cours de la déformation imposée sont différents. Une explication possible est liée à la morphologie de l'aiguilletage composant ce modèle (figure 3.15). Dans le cas du modèle idéal, la réponse obtenue est bilinéaire. La montée en force effectuée selon cet axe implique une augmentation de contrainte dans le fil d'aiguilletage. Lorsqu'elle atteint une valeur seuil, l'aiguilletage glisse dans son logement entraînant l'apparition d'un plateau de frottement sur la courbe de comportement suivi. Ceci est possible du fait de la forme parfaitement cy-

lindrique du fil. Aucun point d'ancrage préférentiel n'est présent avec les plis. Au contraire, dans le cas du modèle basé images, sa morphologie réelle implique la présence de zones de blocage avec les fils de plis. Ceci provoque une réponse en contrainte plus progressive que celle précédente.

- Cas de référence 1 : Les différences de réponses sont moins marquées que dans le cas précédent. Ceci est lié au fait que l'aiguilletage de ce modèle est traversant. Les phénomènes de glissements par conséquent sont limités, l'aiguilletage étant bloqué à sa base par des conditions aux limites PMUBC. Cependant, l'orientation parfaitement selon l'axe Z de ce fil dans le cas idéal implique une réponse en contrainte beaucoup plus importante que dans le cas réel où elles sont plus dispersées. Des non-linéarités commencent à être observables en fin d'essai dans le cas basé images ce qui n'est pas le cas dans le modèle idéal. Ceci peut être expliqué par la tortuosité des éléments d'interfaces dans la morphologie réelle du matériau. Ceci n'est pas le cas dans le modèle idéal. Son comportement bilinéaire peut entraîner un tel comportement cependant il ne sera observable que pour de plus grandes déformations lorsque l'ensemble des éléments d'interfaces se mettra à frotter.
- Cas de référence 3 : Ce cas est un hybride des deux précédents. Les réponses des modèles idéaux et basés images sont plus proches du fait de la présence d'un aiguilletage traversant, entraînant une réponse parfaitement linéaire dans le cas du modèle idéal, mais également d'un aiguilletage non-traversant entraînant la présence de frottement aux interfaces.

- Compression Z : Dans le cas de la compression Z, un déplacement plus important, de 5% est imposé sur les faces des modèles ayant la coordonnée Z maximale. En effet, les effets associés à ce type de sollicitations sont visibles pour des déplacements de cet ordre de grandeur.

- Cas de référence 2 : Comme pour l'essai précédent, un comportement bilinéaire est observable pour le modèle idéal. L'analyse de la courbe de comportement qui lui est associée permet l'observation de changements de pentes, entraînant des rigidifications du modèle. Ils correspondent à la refermeture successive de ses interfaces pli/pli, ainsi qu'au glissement des plis autour des aiguilletages au fur et à mesure de la compression. Ceci est plus progressif dans le cas basé images car ces interfaces étant plus tortueuses, leur refermeture se fait progressivement en début de sollicitation. Ensuite, la pente de la courbe n'évolue plus. La forme ellipsoïdale twistée du fil d'aiguilletage ne permet plus la refermeture des autres plis qu'elle doit retenir par des points d'ancrage.
- Cas de référence 1 : Les écarts de réponses sont moins notables. Les courbes obtenues tendent vers des comportements linéaires malgré quelques non-linéarités observables dans le cas du modèle basé images. Ceci peut être expliqué par le fait que le fil d'aiguilletage y est traversant. Ainsi, du fait de la rigidité de ces fils, maximale selon l'axe Z, la compression imposée ne permet pas la refermeture des plis.
- Cas de référence 3 : Ce cas est un hybride des deux premiers. Un changement de pente est observable dans les deux types de modèles. Il est du à la refermeture des interfaces entre deux plis donnés, sûrement du côté de l'aiguilletage non-traversant. Cependant, la présence d'un aiguilletage traversant à tendance à bloquer celles observables entre les autres plis, ce qui entraîne la présence d'aucune évolution des pentes par la suite.

Il est à noter une évolution plus progressive du comportement dans les cas basés images par rapport aux modèles idéaux ayant des caractères bilinéaires. Les courbes associées à cette sollicitation sont présentées en figure 3.14.

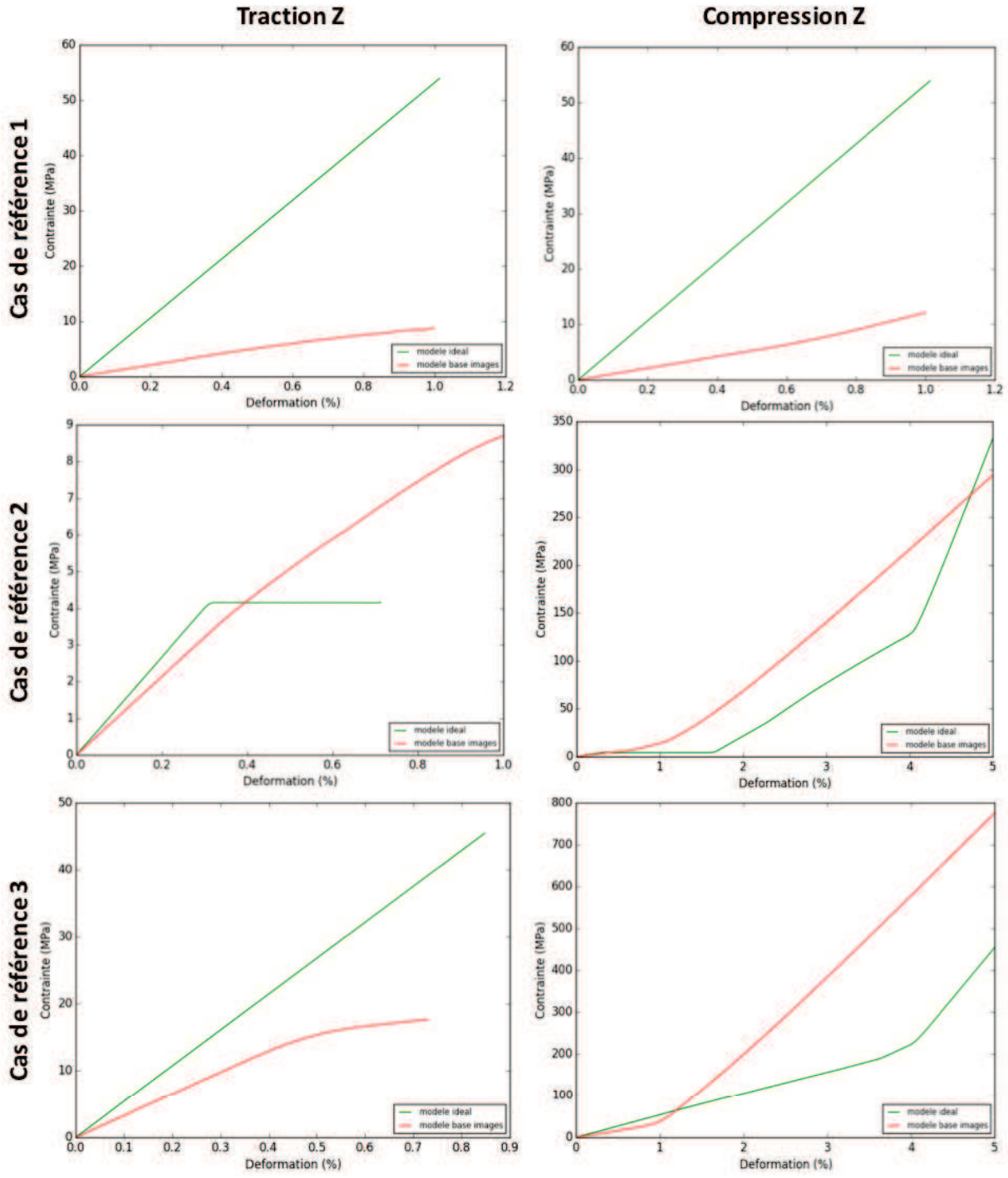

FIGURE 3.14 – Simulation d'essais de traction et de compression Z à 25°C avec les modèles idéaux et basés images associés à un même cas de référence.

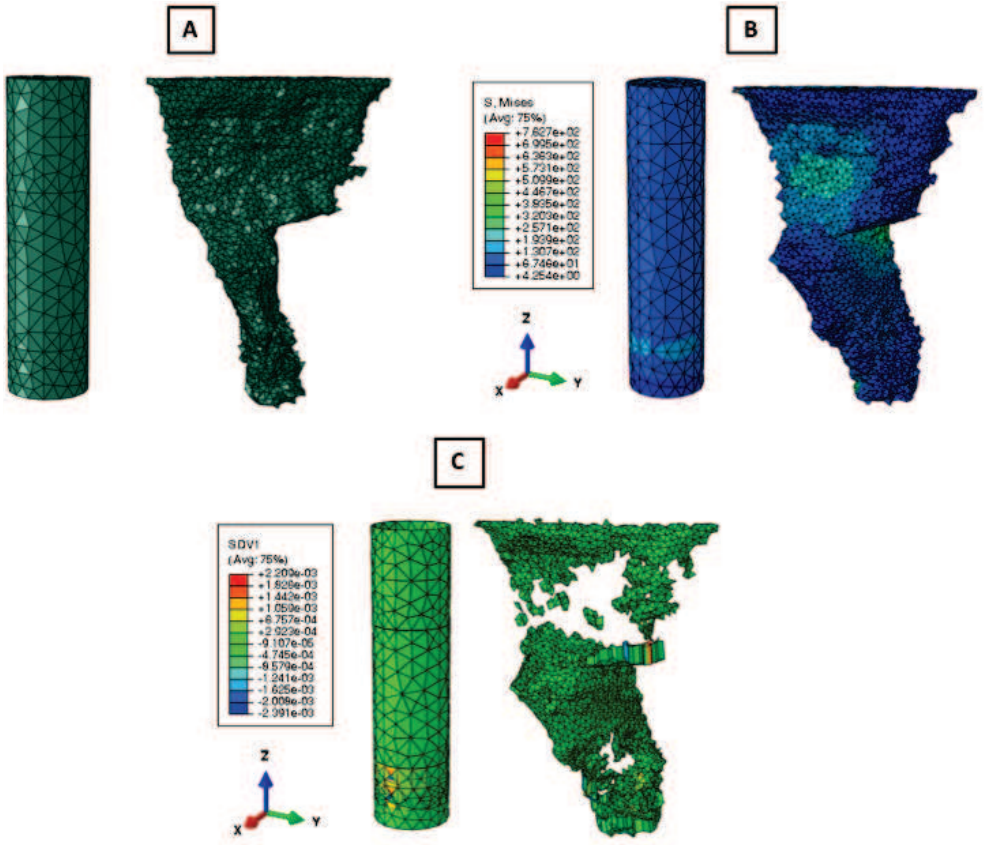

FIGURE 3.15 – Cas de référence 2 sous une sollicitation de traction Z. A : Ecarts de morphologie pour un même fil d'aiguilletage entre les modélisations idéales (à gauche) et basées images (à droite). B : Réponses en contrainte de traction Z des fils d'aiguilletages associés aux deux types de modèles. C : Réponses en frottement des éléments d'interfaces pli/fil d'aiguilletage.

Une deuxième source d'écart entre les réponses simulées est la morphologie des fils d'aiguilletage. Cette caractéristique morphologique semble influencer le comportement du composite C/C selon l'axe Z.

Cisaillements

- Cisaillement XY : Lors de la simulation de cisaillement XY, le choix a été d'imposer un déplacement de 1% selon l'axe Y sur la face des modèles ayant la coordonnée X maximale. La comparaison des réponses obtenues par les modèles idéaux et basés images dans les différents cas de références permet de réaliser des observations proches des précédentes. Des comportements bilinéaires dans le cas des modèles idéaux et plus progressifs pour les modèles basés images sont notables. Deux causes peuvent les expliquer. La première est liée aux éléments d'interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli. Par exemple, l'étude du cas de référence 1 permet d'observer dans la modélisation basée images du frottement dans les interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli tout au long du chargement. Au contraire dans le modèle idéal, les interfaces étant toutes parfaitement alignées celui-ci est d'abord absent, il se déclenche à un instant donné pour un ensemble d'interfaces impliquant un changement brutal de comportement (figure 3.16). La seconde est liée aux différences de représentations des interfaces entre les deux types de modèles. En effet, dans le cas basé images, les éléments d'interfaces ne représentent que les fissures. La porosité est maillée explicitement. Dans le cas idéal, les porosités et fissures sont modélisés conjointement de façon moyennée dans les éléments d'interfaces. Ainsi, cette différence de modélisation des

porosités peut éventuellement être également à l'origine des différences de réponses obtenues entre ces deux types de modèles. En effet, dans une modélisation explicite, la porosité permet aux entités avoisinantes de se mouvoir à leur gré. Ceci n'est pas le cas dans une modélisation implicite, ce qui entraîne une réponse en contrainte plus élevée dans ce second cas. Ces observations sont applicables à l'ensemble des cas de références. Les courbes correspondantes sont présentées en figure 3.17.

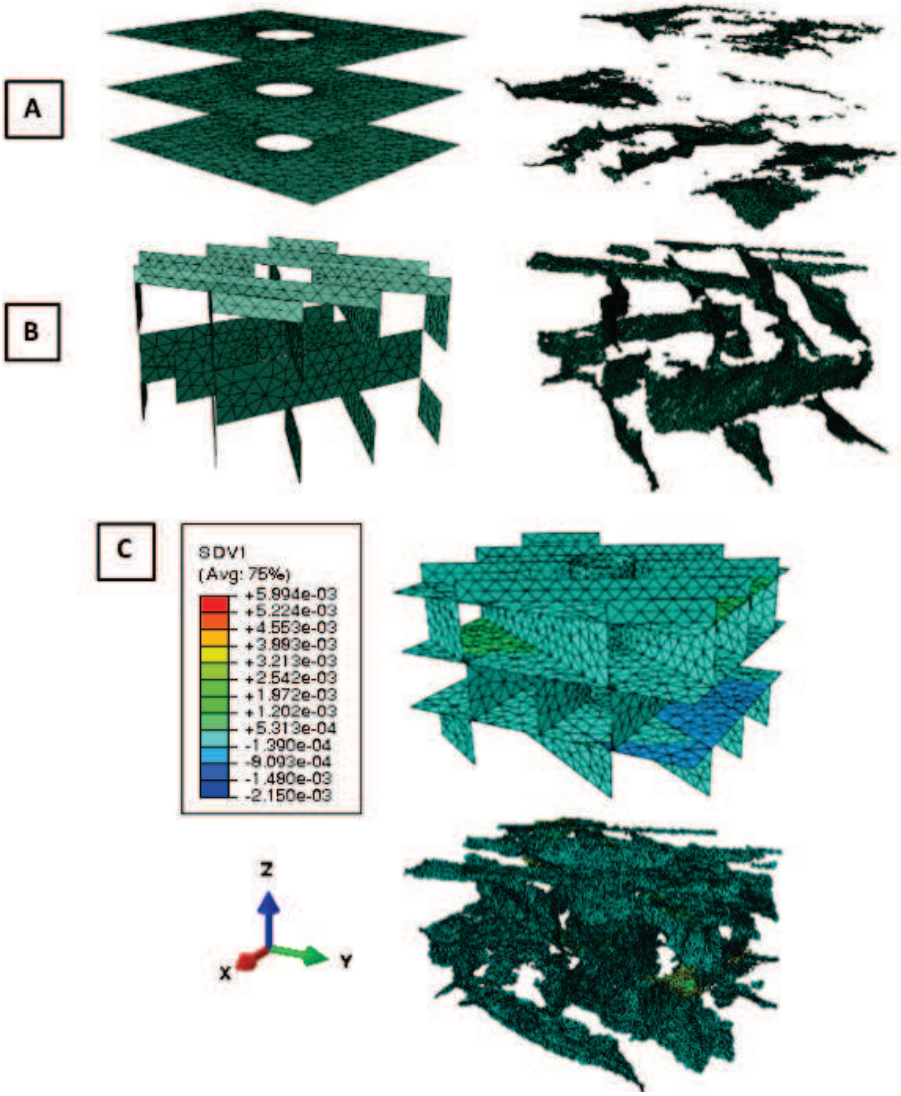

FIGURE 3.16 – Cas de référence 1. A : Eléments d'interfaces pli / pli des modèles idéal (gauche) et basé images (droite). B : Eléments d'interfaces fil de pli / fil de pli des modèles idéal (gauche) et basé images (droite). C : Frottement des interfaces suite à une déformation imposée de 1% en cisaillement XY des modèles idéal (haut) et basé images (bas).

- Cisaillement XZ : Dans le cas d'une sollicitation de cisaillement XZ, un déplacement de 1% selon l'axe Z est imposé sur la face des modèles ayant la coordonnée X maximale. Les courbes obtenues pour les trois cas de références sont disponibles en figure 3.17. Comme pour les essais précédents, des écarts sont observables entre les réponses obtenues par les modèles idéaux et basés images. Ce constat peut être expliqué, comme dans le cas de la sollicitation précédente, par des différences de morphologies des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli. Ceci entraîne des comportements bilinéaires pour les modèles basés images et beaucoup plus pro-

gressifs pour ceux basés images. De plus, les différences de modélisation des porosités peuvent également jouer un rôle non-négligeable sur les comportements simulés.

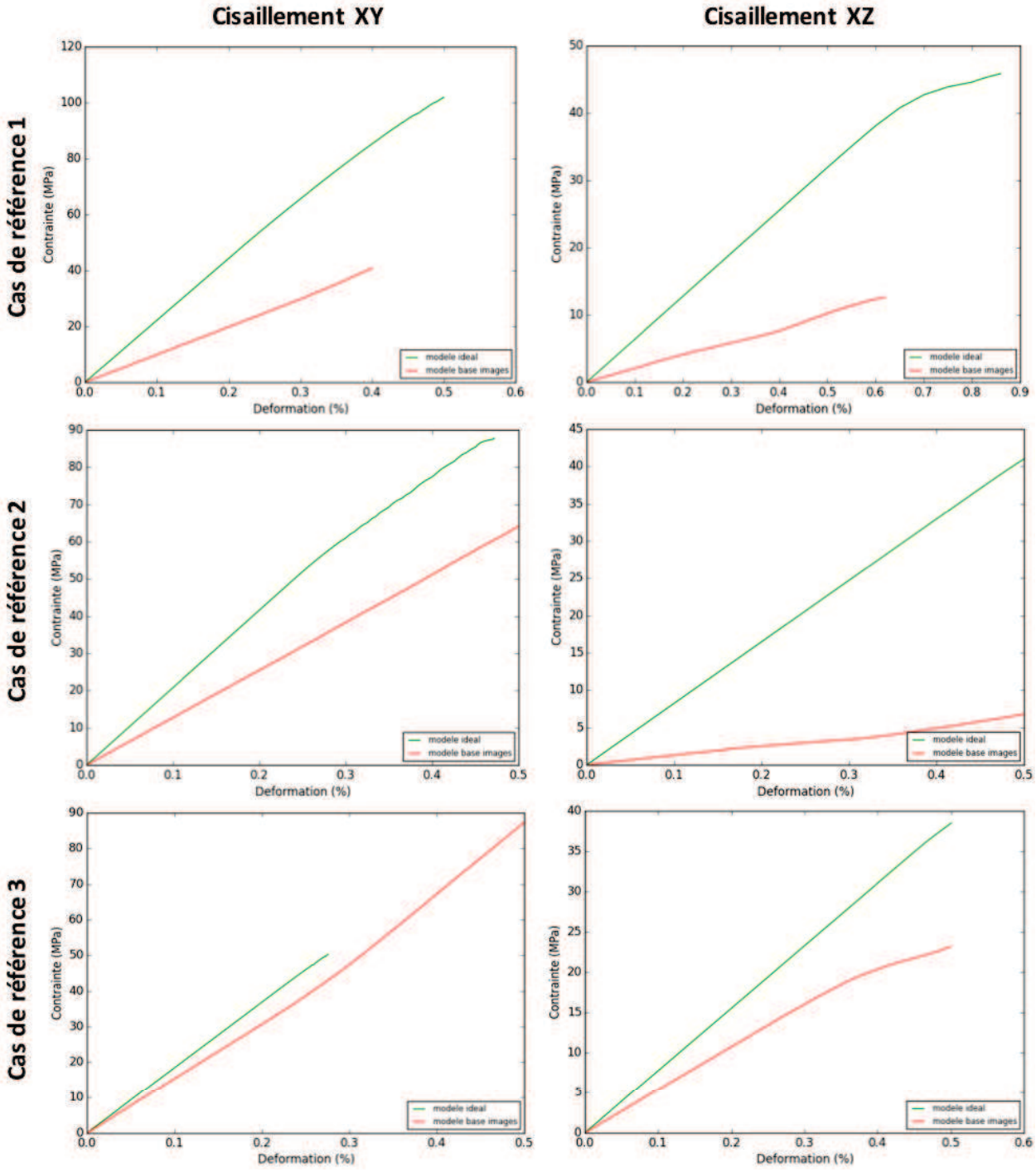

FIGURE 3.17 – Simulation d'essais de cisaillements XY et XZ à 25°C avec les modèles idéaux et basés images associés à un même cas de référence.

Deux sources d'écarts entre les réponses simulées ont été identifiées suite à ces sollicitations. Elles s'ajoutent aux deux précédentes. **La troisième source correspond à la morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli. La quatrième n'est pas liée directement à la morphologie du composite C/C, mais à la méthode de représentation des porosités dans la modélisation.** Ces deux sources semblent influencer le comportement du composite C/C selon l'ensemble de ses axes.

3.2.2 Simulation de la montée en température du matériau

Des simulations de montées en température ont été effectuées sur les modèles idéaux et basés images. Le but est de calculer les modules de Young et coefficients de dilatations spécifiques qui leurs sont associés à différentes températures : 25°C, 500°C, 1000°C, 1250°C et 1500°C. Ces températures correspondent à celles auxquelles ont été calculées les propriétés de fils de plis et d'aiguilletage dans les chapitres précédents. Ces dernières servent de données d'entrée aux présents modèles. Dans le but d'obtenir les modules de Young à ces températures, un pas élastique de traction ou de compression, selon le cas, sera effectué pour chacune d'entre-elles. Des conditions aux limites PMUBC seront alors imposées sur les faces des modèles. L'augmentation de température sera réalisée entre deux de ces pas lors d'un incrément non-linéaire. Le modèle pourra alors se mouvoir à son gré. En début et en fin de chargement, ses déformations seront mesurées. Leurs variations permettront le calcul des coefficients de dilatations spécifiques associés.

Plan XY

- Modules de Young : Le calcul des modules de Young est réalisé par l'application de sollicitations de traction. Pour cela, les faces des modèles ayant les coordonnées X ou Y maximales selon le cas, sont soumises à des déformations imposées d'une valeur de 1% selon l'axe associé. Ces calculs permettent l'obtention des modules présentés en figure 3.18.

- Cas de références 1 et 3 : Selon l'axe X, de faibles écarts sont notables entre les valeurs calculées par les deux types de modèles. Une explication est que lors de la mise en place des modèles basés images, les plis à 0° des tomographies X leur servant de support étaient globalement recalés selon l'axe X, tout comme cela est le cas pour les modèles idéaux. Les écarts malgré tout observables résultent des ondulations des fils de plis autour des fils d'aiguilletage dans ces plis, mais également des décadrages par rapport aux orientations théoriques des autres plis.
- Cas de référence 2 : Selon l'axe X, une différence peut être observé entre les réponses idéales et basées images. La présence d'éléments d'interfaces traversant le modèle basé images de part en part perpendiculairement à cet axe permettrait de l'expliquer. En effet, une sollicitation selon cette direction entraînerait une grande diminution de la rigidité pour le modèle basé images et le modèle idéal. Il est à noter une concordance entre les modules de Young obtenus à 25°C et ceux apparaissant sur les courbes de traction X obtenues précédemment, ce qui valide les calculs réalisés.

Selon l'axe Y, les écarts entre les modules simulés par les modèles idéaux et basés images sont plus prononcés pour l'ensemble des cas de référence. Ils doivent également résulter des décadrages entre orientations réelles et théoriques des plis. En effet, selon cet axe, aucun pli du modèle basé images n'étant initialement recalé lors de sa mise en place, les décalages d'orientations y sont encore plus accentués. La concordance entre les modules de Young Y obtenus par simulation avec ceux distinguables sur les courbes de traction Y obtenues précédemment est notable. Elle permet la validation des calculs effectués.

- Coefficients de dilatation spécifique : Le calcul de ces grandeurs est effectué en laissant les bords des modèles libres. Des constats semblables aux précédents peuvent être réalisés (figure 3.18). Tout d'abord, selon l'axe X, les données calculées avec les deux types de modèles

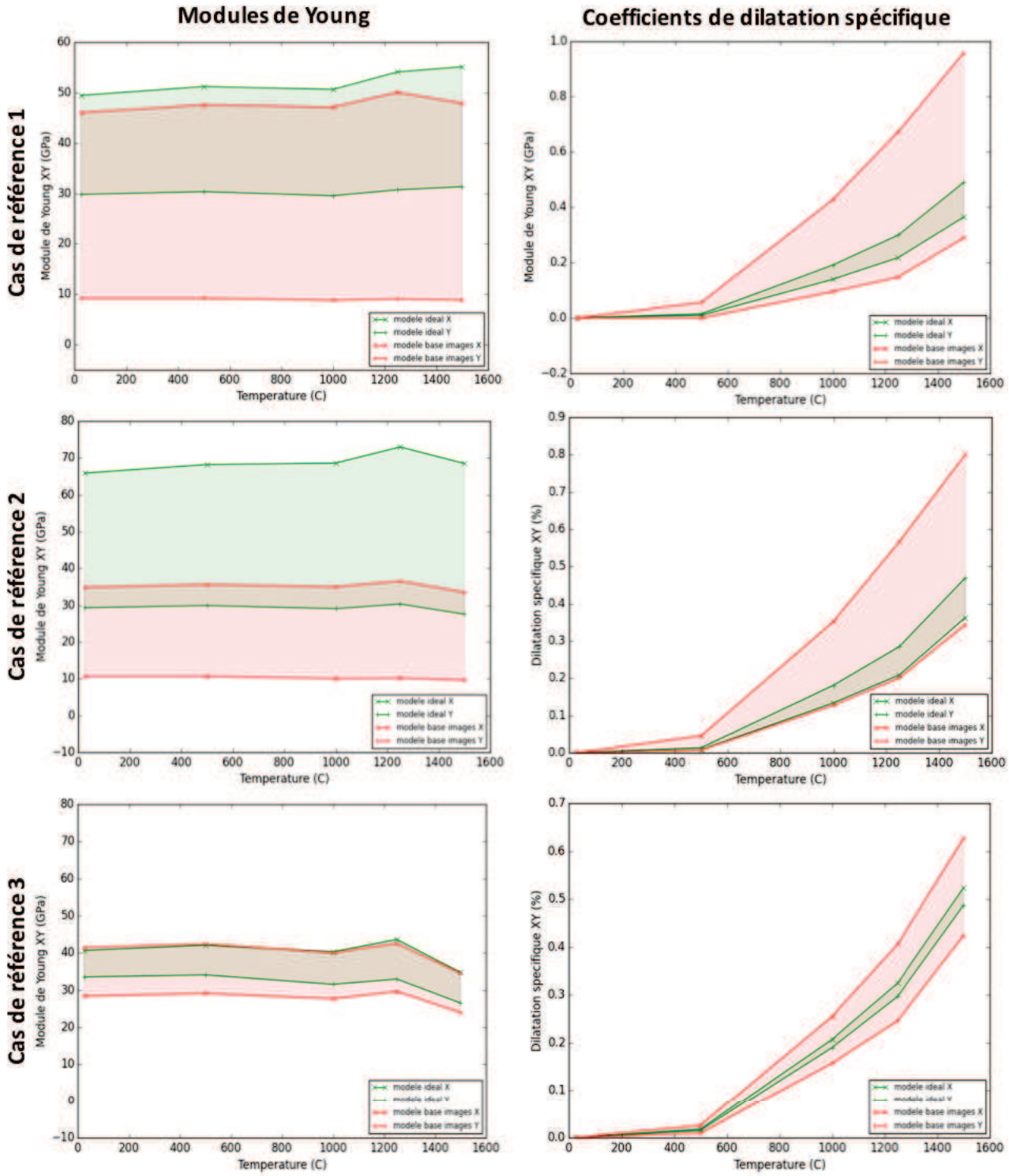

FIGURE 3.18 – Modules de Young et coefficients de dilatation spécifique du plan XY obtenus par simulation de la montée en température avec les modèles idéaux et basés images associés à un même cas de référence.

sont proches dans tous les cas de références. Ceci doit être favorisé par le recalage global des plis orientés à 0° selon l'axe X dans les tomographies X servant de supports aux modèles basés images. Ensuite, selon l'axe Y, les écarts entre les propriétés calculées sont plus élevés, notamment concernant le cas de référence 2. Ceci doit pouvoir s'expliquer par les décalages des plis entre orientations réelles et globales plus prononcés selon l'axe Y, aucun recalage préalable de la tomographie X n'étant effectué selon cet axe. De plus, la morphologie réelle des éléments

d'interfaces peut également jouer un rôle non-négligeable sur ces propriétés. Par exemple dans le cas de référence 2, ceci doit se produire en présence d'interfaces traversant les modèles basés images de part en part et de la présence de porosités permettant de les absorber.

Il est à noter pour l'ensemble des simulations réalisées dans le plan XY, le début du frottement des éléments d'interfaces à partir de 1500°C. Cette température correspond par conséquent au début de leur refermeture. Ceci est en accord avec la température d'élaboration du composite C/C. Cette observation permet de valider la modélisation réalisée concernant la modélisation des éléments d'interfaces.

Axe Z

- Modules de Young : Le calcul des modules de Young est réalisé par l'application de sollicitations de compression selon cet axe, avec une valeur de déformation imposée de 5%, sur les faces des modèles ayant les coordonnées Z maximales. Pour un même cas de référence, les écarts entre les réponses des modèles idéaux et basés images sont variables (figure 3.19).

- Cas de référence 1 : Les modules de Young correspondants au modèle basé image sont environ cinq fois plus élevés que ceux du modèle basé images. Ceci peut peut-être s'expliquer comme dans les simulations d'essais de compression Z réalisées précédemment, par des différences de morphologies des aiguilletages entre les deux types de modélisations. En effet, celui correspondant au cas idéal est cylindrique et parfaitement orienté selon la verticale. Les propriétés assignées à ses éléments le sont également. Ceci induit une rigidité maximale selon l'axe Z. Dans le cas basé images, ce fil est au contraire ondulé selon la hauteur. Les orientations correspondantes des éléments qui le composent suivent cette morphologie. La rigidité qui en découle est plus faible que dans le cas précédent.
- Cas de référence 2 : L'aiguilletage basé images présente une orientation globale proche de la verticale, en accord avec celui représenté dans le modèle idéal. De plus, celui-ci s'étendant sur une faible longueur, il impacte les réponses du matériau dans une moindre mesure que dans le cas précédent. Des écarts négligeables sont par conséquent observés entre les modules calculés.
- Cas de référence 3 : Des écarts d'une valeur intermédiaire entre les deux précédents modèles sont notables. Les aiguilletages basés images sont globalement verticaux. Cependant leurs sections ne sont pas identiques comme dans le cas idéal. De plus, elles ne sont pas circulaires mais tendent vers des ellipses. Ces différences de morphologies peuvent être à l'origine des écarts observés.

- Coefficients de dilatation spécifique : Les simulations ont été effectuées en laissant les bords des modèles libres lors de la chauffe progressive du composite C/C. Les propriétés obtenues sont présentées en figure 3.19. La comparaison des réponses obtenues avec les modèles idéaux et basés images permet de constater, comme pour le calcul des modules, des écarts variables selon le cas de référence étudié.

- Cas de référence 2 : Les écarts entre les réponses des modèles idéaux et basés images sont faibles. Cela peut s'expliquer, comme pour le calcul des modules de Young associés à ces modèles, par des morphologies d'aiguilletage relativement proches, de même que par la faible hauteur d'aiguilletage dans ce cas.

- Cas de références 1 et 3 : Des écarts sont notables dans une plus grande proportion. Ce constat peut s'expliquer par des morphologies d'aiguilletage réels ondulées selon la hauteur, ou encore des sections ellipsoïdales twistées, éloignées des représentations qui leurs sont associées dans les cas idéaux. De plus, la présence de porosités autour de ces entités peut également être à l'origine des différences de propriétés observées. En effet, leur méthode de représentation diffère entre les deux types de modèles.

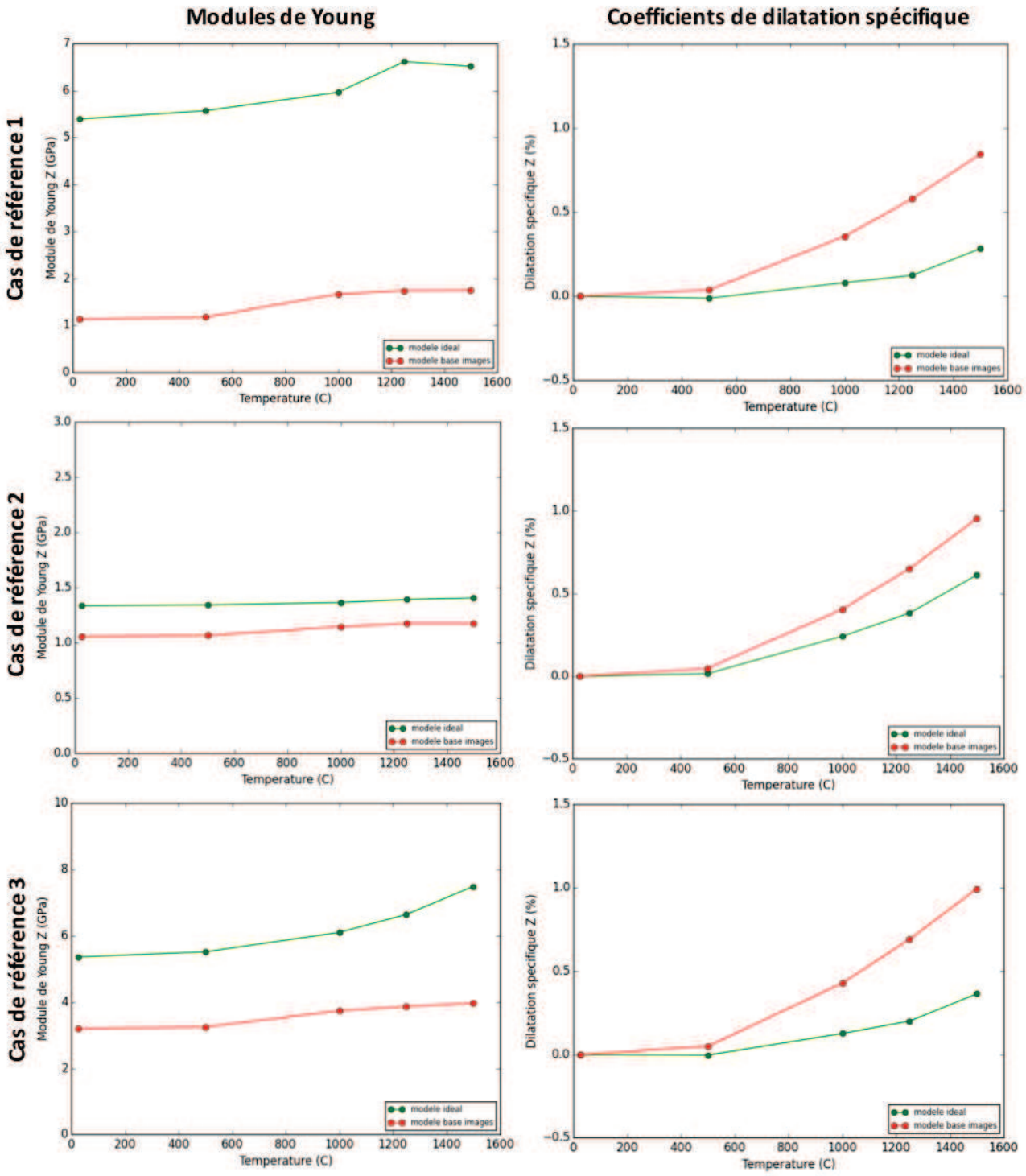

FIGURE 3.19 – Modules de Young et coefficients de dilatation spécifique selon l'axe Z obtenus par simulation de la montée en température avec les modèles idéaux et basés images associés à un même cas de référence.

Il est à noter, comme dans le plan XY, un début de frottement et donc de refermeture des éléments d'interfaces à partir de 1500°C. Cette température correspond environ à celle d'élaboration du matériau. Ceci vient valider les paramètres des éléments d'interfaces et notamment leurs ouvertures, identifiés aux chapitres précédents.

3.2.3 Bilan sur la comparaison des réponses obtenues entre les descriptions idéalisés et basées images de l'architecture du composite C/C

La réalisation de simulations d'essais macroscopiques et de montées en température du matériau avec les modèles idéaux et basés images a permis la comparaison des réponses obtenues par ces deux approches. Réalisées à iso-porosités et iso-endommagements, la seule différence qui les sépare est le niveau de description de l'architecture mésoscopique. Dans le cas idéal, il est minimal de façon à être juste représentatif de celle-ci. Dans le cas basé images, il est au contraire maximal, ce caractère permettant la prise en compte de toute la spécificité de cette architecture. L'observation d'écarts entre les comportements et propriétés simulées par ces deux types de modèles permet de conclure quant à un **effet notable de la morphologie de l'architecture mésoscopique du composite C/C sur son comportement effectif**.

Quatre sources semblent être à l'origine de ces disparités :

- La première est liée à la présence de décadrages des orientations réelles des plis par rapport à celles théoriques. Elle semble jouer un rôle sur le comportement du composite C/C dans le plan XY.
- La deuxième est la morphologie des fils d'aiguilletage qui semble quant à elle influer sur son comportement selon l'axe Z.
- La troisième correspond à la morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli, celle pli/fil d'aiguilletage étant prise en compte dans la précédente source. Elle pourrait influencer le comportement du composite C/C selon l'ensemble de ses axes.
- La quatrième ne tient pas en la morphologie même de l'architecture mésoscopique du matériau, mais uniquement dans la manière de la représenter. La modélisation des porosités, de manière explicite dans le modèle basé images alors que par des éléments d'interfaces dans les modèles idéaux pourrait également avoir un impact sur les réponses obtenues selon tous les axes du matériau.

3.3 Enrichissement et idéalisation morphologique des modèles

Dans la section précédente, l'effet de la morphologie de l'architecture sur le comportement effectif du composite C/C a été avéré. Quatre de ses caractéristiques morphologiques semblent influencer le comportement du composite C/C. Elles seront nommées sources de disparités dans la suite de cette étude :

1. Orientation des plis
2. Morphologie des fils d'aiguilletages
3. Morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli
4. Méthode de modélisation des porosités

L'objectif de cette section est d'identifier parmi ces caractéristiques lesquelles ont un effet prépondérant sur le comportement effectif du composite C/C. Pour y répondre, la méthode sera de les découpler dans le but de réaliser une étude de leur influence. Pour cela, certaines sources, comme les décadrages des orientations de plis, la morphologie des aiguilletages ou encore celle des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli, seront prises en compte par enrichissement de leur morphologie dans les modèles idéaux. D'autres au contraire, comme la méthode de modélisation des porosités, seront idéalisées dans les modèles basés images. Le but final sera d'identifier les caractéristiques morphologiques ayant un effet prépondérant sur le comportement effectif du composite C/C étudié.

3.3.1 Orientation des plis

La première source de disparités entre les modèles idéaux et basés images correspond à des différences d'orientations de plis, réelles dans les modèles basés images alors que théoriques dans les modèles idéaux.

Afin de les quantifier, les orientations des tomographies X servant de support aux modèles basés images ont été calculées en chacune de leurs slices XY et XZ. Pour ce faire, une méthode se basant sur le calcul du tenseur de structure (Annexe B) leur a été appliquée (figure 3.20). L'orientation moyenne et son écart-type sont alors obtenus pour chacune des slices analysées. L'étude de l'angle XY permet de quantifier le décadrage par rapport aux directions théoriques. Celle de l'angle XZ permet d'évaluer la composante selon l'axe Z des plis, elle est notamment liée à leur ondulation. Ces valeurs a ensuite été comparé aux directions théoriques utilisées dans les modèles idéaux. Les écarts d'orientations entre les deux types de modèles étudiés peuvent alors être évalués.

Deux méthodes ont été identifiées pour analyser l'effet de cette caractéristique morphologique de manière indépendante sur le comportement effectif du composite C/C :

— La première consiste en un enrichissement morphologique des modèles idéaux avec la prise en compte des orientations réelles dans leurs plis.

— La seconde repose sur l'idéalisation des modèles basés images. Pour cela, les orientations réelles présentes dans leurs plis seront remplacées par celles théoriques.

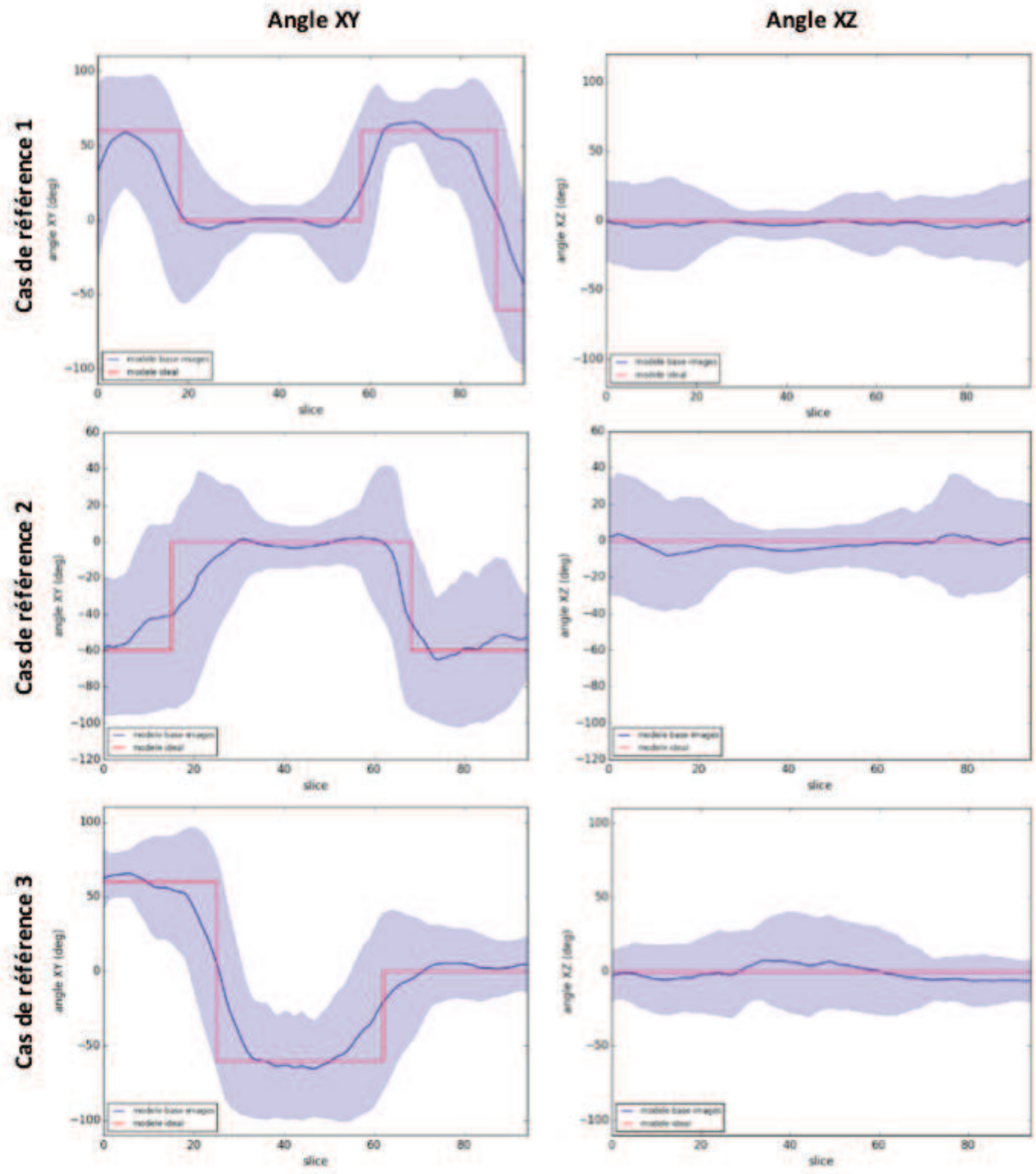

FIGURE 3.20 – Etude des orientations des plis dans les plans XY et XZ par application de la méthode du tenseur de structure aux tomographies X (résolution : 12 μm/pixel) servant de base aux cas de références.

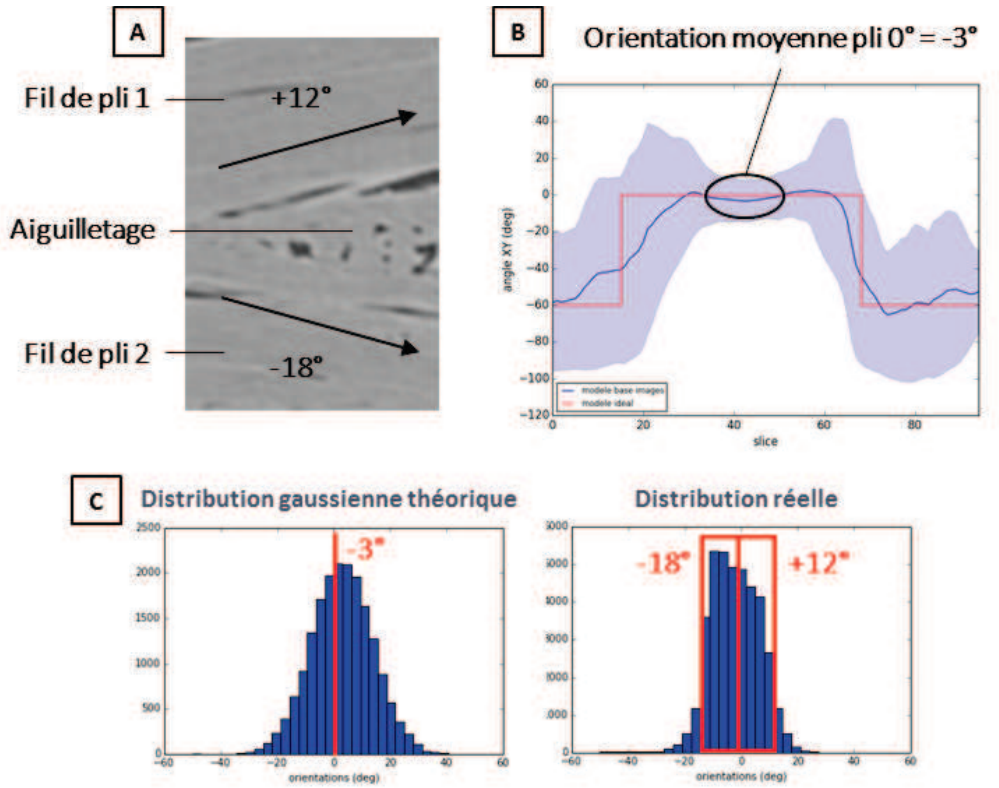

FIGURE 3.21 – Cas de référence 2. A : Tomographie X montrant les orientations réelles des fils composant le pli orienté à 0° (résolution : 12 μm/pixel). B : Orientations réelles moyennées par slice XY de la tomographie X associée. C : Distributions gaussienne théorique et réelle des orientations présentes dans le pli à 0°.

Enrichissement des modèles idéaux

- Méthode d'enrichissement : L'enrichissement des plis des modèles idéaux est réalisé suivant trois niveaux de description.

Les deux premières s'effectuent en considérant les plis indépendamment les uns des autres et en retenant uniquement les valeurs d'orientations relevées en leur coeur sur la figure 3.20 :

— La première étape consiste à désorienter les plis des modèles idéaux de manière globale. Pour chacun d'entre-eux, l'orientation moyenne relevée en coeur de pli sur la tomographie d'étude est prise en compte.

— La deuxième étape considère de plus les écarts-types associés à chacun des plis. Pour les prendre en compte dans les modèles idéaux, aucune corrélation spatiale ne sera effectuée. Les distributions d'orientations seront attribuées aux éléments de manière aléatoire. Elles correspondront à une distribution gaussienne centrée en la valeur moyenne d'orientation du pli étudié et étalée selon l'écart-type correspondant.

Dans la troisième étape s'ajoute la modélisation des transitions progressives d'orientations entre plis selon l'axe Z. L'étude se réalise alors non plus par pli mais par slice XY de tomographie X. Les moyennes et écarts-types des orientations relevées sur la figure 3.20 leurs sont attribués. Comme dans l'étape précédente, les distributions d'orientations sont réalisées aléatoirement dans les éléments du maillage éléments finis, en accord avec les lois normales gaussiennes qui

leurs sont associées. Aucune corrélation spatiale n'est prise en compte.

Ces étapes sont appliquées aux orientations des trois cas de références étudiés. La figure 3.22 présente les courbes obtenues pour le cas de référence 1. Elles sont pour chacune comparées aux orientations théoriques utilisées dans les modèles idéaux avant la prise en compte de ces enrichissements.

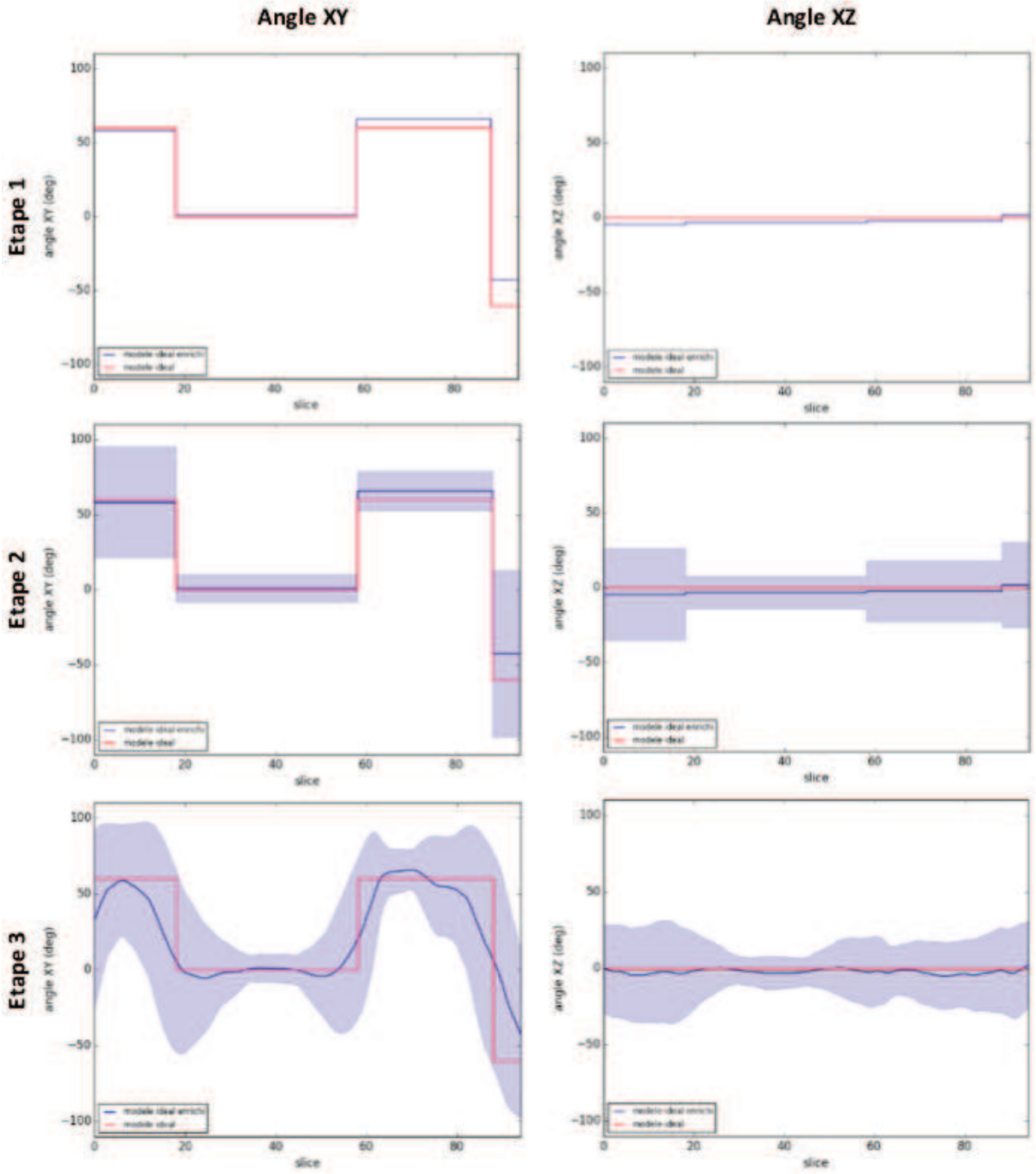

FIGURE 3.22 – Cas de référence 1. Etapes d'enrichissement morphologique des plis du modèle idéal associé.

Il est à noter que la représentation des orientations par pli ou slice XY peut parfois se révéler limitante notamment dans le cas où l'étude s'effectue sur des petits volumes. Dans ce cas, il

devient parfois nécessaire de réaliser leur analyse par fil. Un exemple est le cas de référence 2. Le pli à 0° est décalé en moyenne de -3° par rapport à son orientation théorique. Un fil d'aiguilletage est présent en bord de tomographie. Il a pour effet de modifier localement les orientations des plis autour de son passage (figure 3.21). Elles valent alors +12° ou -18°. Or, cette distribution d'orientations n'engendre pas le même comportement qu'avec un pli orienté globalement à -3°. L'orientation moyenne du pli est différente de celles des fils le composant indépendamment les uns des autres. Pour les cas de références 1 et 3, les morphologies se compensent. Les orientations moyennes par pli correspondent alors à la moyenne de celles des fils. Le travail par pli est alors possible. Par conséquent, l'enrichissement des orientations du cas de référence 2 a été réalisé par fil de pli. Celui des deux autres cas a été effectué par pli, comme dans la procédure initiale.

- Simulation d'essais macroscopiques : La simulation de montées en température du matériau a été réalisée de la température ambiante et jusqu'à 1500°C sur les différents modèles. Les modules de Young et de coefficients de dilatations spécifique ont été calculés pour chacun des cas de références aux différentes étapes d'enrichissement. Les courbes correspondants aux trois cas de références sont présentées en figures 3.23 et 3.24.

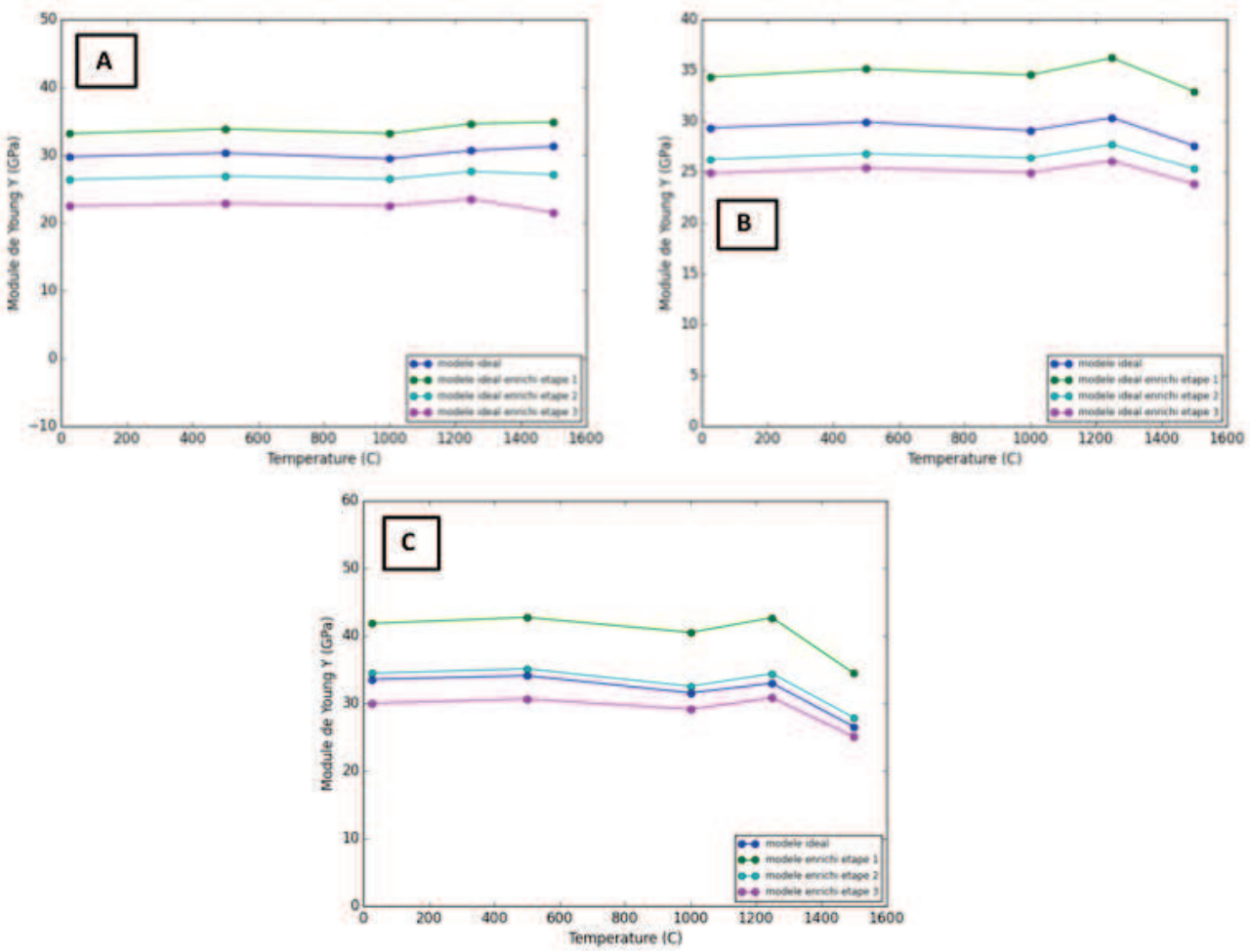

FIGURE 3.23 – Modules de Young Y simulés. A : Cas de référence 1. B : Cas de référence 2. C : Cas de référence 3.

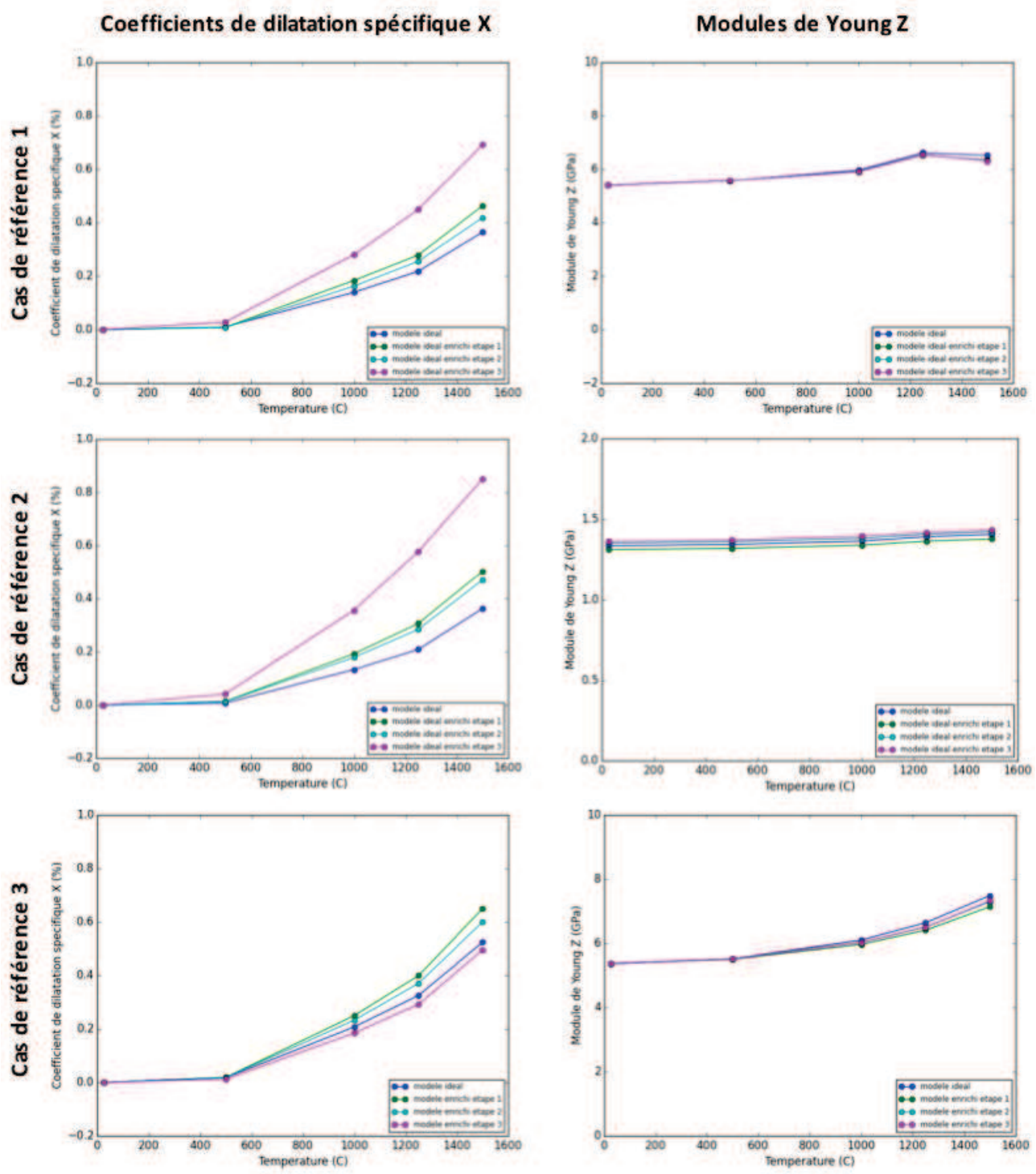

FIGURE 3.24 – Coefficients de dilatation spécifique X et modules de Young Z simulés.

L'analyse de ces courbes permet de réaliser trois constats :

1. Dans le plan XY, la prise en compte des orientations réelles des plis dans les modèles idéaux a pour effet la variation des modules de Young et coefficients de dilatations spécifiques initiaux. Toutefois, elle ne modifie pas leur évolution en température.
2. La modélisation des décalages globaux des plis (étape 1 d'enrichissement) a un effet prépondérant sur le comportement du matériau dans le plan XY. Cependant, celui provoqué par la présence d'écarts-types dans le plan XY et selon l'axe Z (étapes 2 et 3) est variable. Une explication est que les courbes présentées sont le reflet d'une distribution d'orien-

tations obtenue pour un tirage donné. Toutefois, rien ne laisse penser qu'elles seraient identiques dans le cas d'un autre tirage. Cette influence variable est liée au volume très faible des échantillons étudiés. Elle devrait devenir négligeable pour des volumes plus élevés.

3. Selon l'axe Z, les orientations des plis n'ont aucun effet sur les propriétés du composite C/C. Une hypothèse est que les composantes des orientations de plis ne s'élevant qu'à quelques degrés selon cet axe, elles sont trop faibles pour y avoir un impact.

Idéalisation des modèles basés images

L'étape inverse à la précédente consiste à idéaliser les modèles basés images. Des orientations théoriques sont conférées à leurs plis en remplacement de leurs orientations réelles. Les réponses obtenues pour les mêmes sollicitations que celles étudiées précédemment sont présentées en figures 3.25 et 3.26.

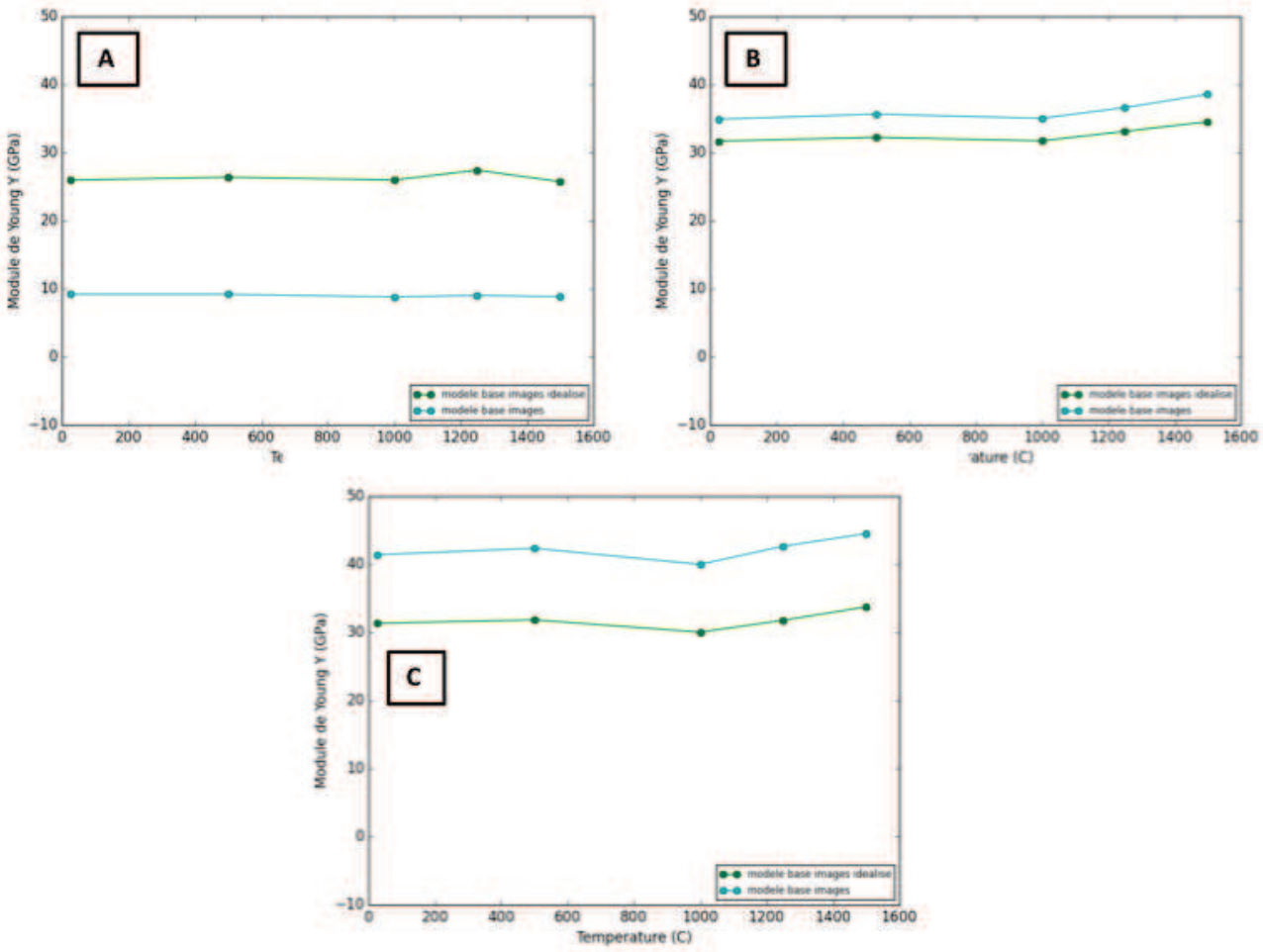

FIGURE 3.25 – Modules de Young Y simulés. A : Cas de référence 1. B : Cas de référence 2. C : Cas de référence 3.

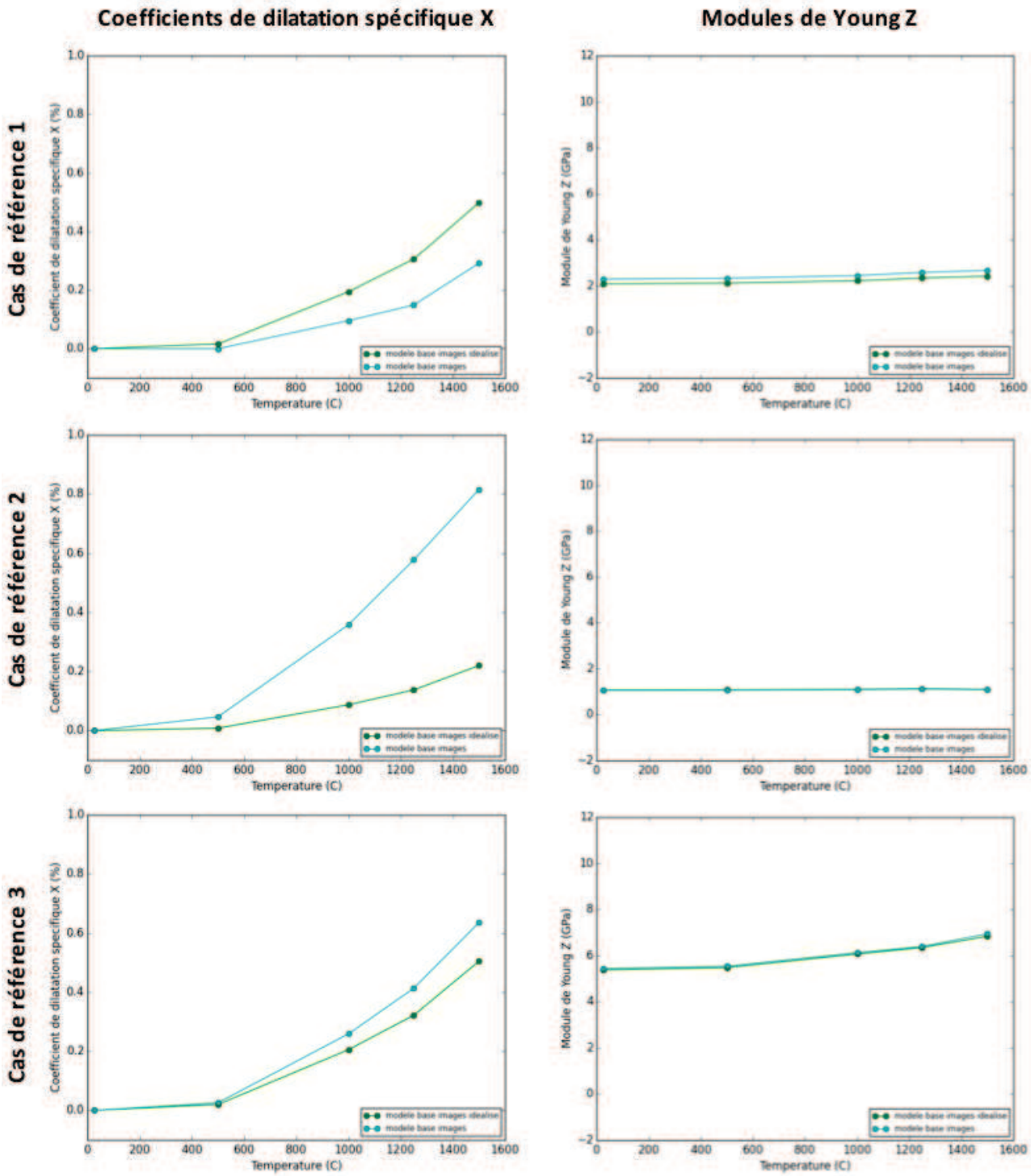

FIGURE 3.26 – Coefficients de dilatation spécifique X et modules de Young Z simulés.

L'analyse des courbes obtenues permet de confirmer un effet de la morphologie du matériau sur son comportement dans le plan XY. Celui-ci est variable du fait du caractère semblable des petits volumes de matériau étudiés. Elle permet également d'affirmer un effet négligeable de cette caractéristique sur le comportement du composite C/C selon l'axe Z.

Bilan de l'effet de l'orientation des plis sur le comportement du composite C/C

L'analyse de l'effet des orientations des plis composant le composite C/C sur son comportement a permis d'aboutir à plusieurs conclusions :

- **Dans le plan XY, l'orientation des plis a un effet avéré sur le comportement du composite C/C. Les désorientations globales des plis par rapport aux orientations théoriques y jouent un rôle prépondérants. En revanche, la présence d'écarts-types dans ces données ne joue quant à elle qu'un rôle négligeable.**
- **Selon l'axe Z, son effet est négligeable. Les composantes des orientations de plis selon cet axe ne s'élevant qu'à quelques degrés, elles doivent être trop faibles pour influer sur le comportement.**

3.3.2 Morphologie des fils d'aiguilletages

La deuxième source de disparités entre les modèles idéaux et basés images correspond à la morphologie des aiguilletages. Dans les modèles idéaux, ils sont modélisés de façon parfaitement cylindrique. Dans les modèles basés images, leurs formes réelles sont beaucoup plus complexes.

Afin de visualiser ces écarts de morphologies entre les représentations idéales et basées images, leur comparaison est effectuée en figure 3.27.

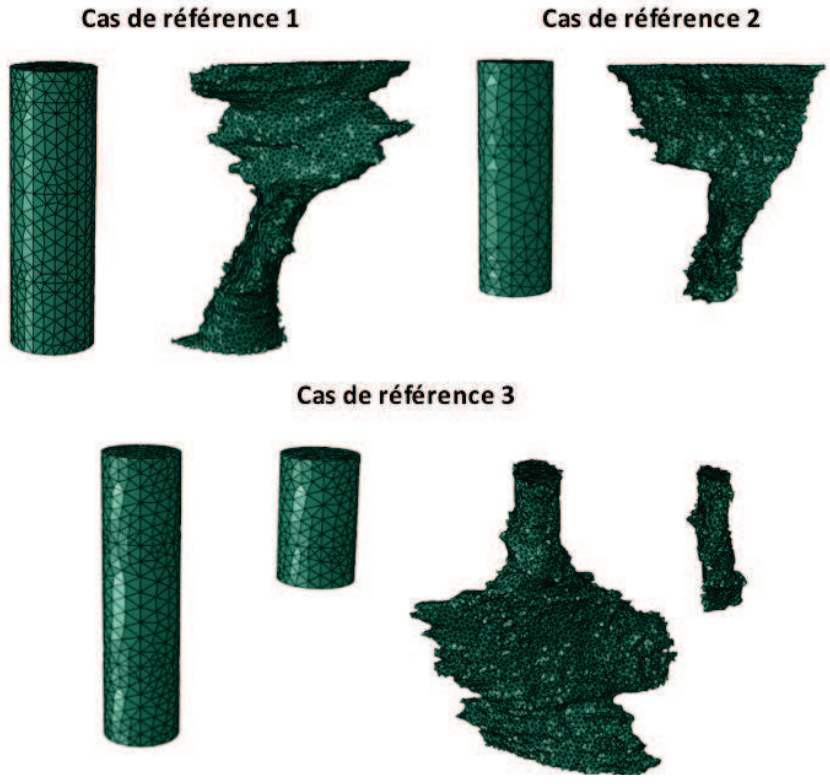

FIGURE 3.27 – Comparaison des morphologies réelles et idéalisées des fils d'aiguilletages correspondants aux trois cas de référence étudiés.

Dans le but d'identifier l'effet de ce paramètre sur le comportement effectif du composite C/C, la morphologie réelle de ces fils va être prise en compte de manière incrémentale dans les modèles idéaux. Ces fils étant positionnés selon l'axe Z et ne représentant qu'un faible pourcentage volumique dans le matériau, un postulat est qu'ils n'influent que sur son comportement selon cet axe.

Enrichissement des modèles idéaux

- Méthode d'enrichissement : L'enrichissement morphologique des fils d'aiguilletage est effectué en trois étapes distinctes.

La première consiste à transformer la section cylindrique de l'aiguilletage idéal en une section ellipsoïdale twistée. Les ellipses possèdent des dimensions identiques sur toute la hauteur de l'aiguilletage. Elles respecte un rapport petit axe/grand axe d'une valeur de 0,25 caractérisé au chapitre 1. Afin de conserver un taux d'aiguilletage constant entre les simulations réalisées, le volume de ces fils est recalé sur celui des aiguilletages idéaux. Cette première étape permet d'observer l'effet de la section des fils d'aiguilletage sur le comportement du composite C/C.

Les deuxième et troisième étapes sont quant à elles basées sur des fittings de l'aiguilletage réel. Pour ce faire, ces fils sont labélisés manuellement en chacune de ses slices XY des tomographies X correspondantes.

— Dans le cas de la deuxième étape, il est effectué à partir d'un cercle. Les coordonnées de son centre sont obtenues en chacune des slices de l'image labélisée. Ceci permet d'obtenir un aiguilletage ayant pour ligne moyenne celle de l'aiguilletage réel. Le rayon des cercles est identique sur toute la hauteur. Il est recalé de façon à conserver un volume d'aiguilletage identique à celui des précédentes étapes d'enrichissement.

— Pour la troisième étape, le fitting est réalisé par une ellipse en chacune des slices XY de l'image labélisée. Les coordonnées de son centre, les dimensions des petits axes et grands axes, et l'orientation de l'ellipse y sont calculées pour chacune. L'aiguilletage obtenu possède ainsi une ligne moyenne et des sections proches de celles de l'aiguilletage réel.

La figure 3.28 montre l'application de ces étapes aux fils d'aiguilletage composant les cas de références étudiés. Une interrogation subsiste néanmoins quant à la méthode d'attribution des orientations des propriétés aux différents éléments des maillages les formant.

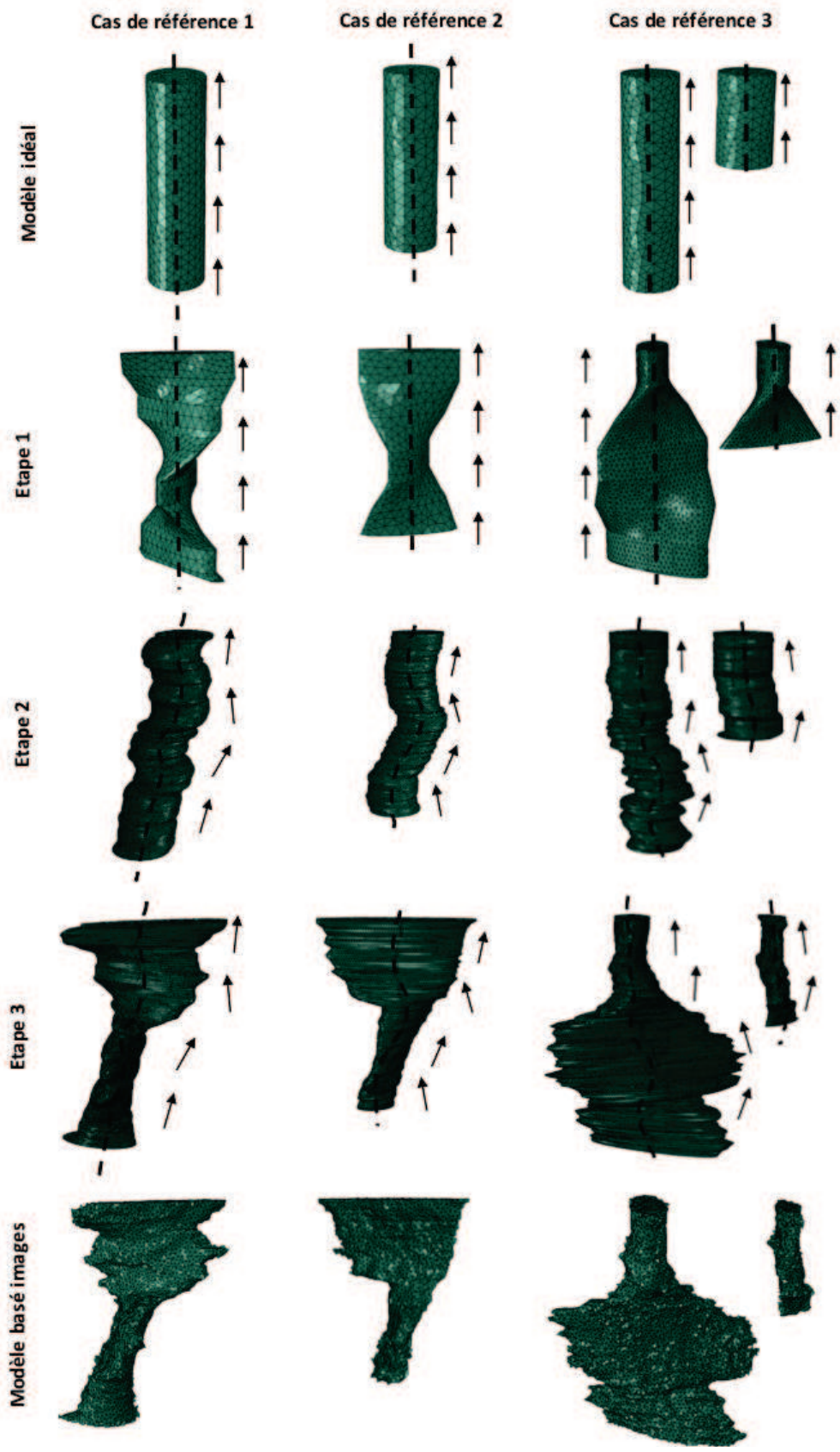

FIGURE 3.28 – Enrichissement morphologique des fils d'aiguilletages associés aux trois cas de références étudiés. Evolution des morphologies et orientations géométriques des propriétés des éléments au cours des étapes d'enrichissement et comparaison aux aiguilletages idéaux et basés images.

- Effet des orientations attribuées aux propriétés des fils d'aiguilletage : L'enrichissement de la morphologie des fils d'aiguilletage implique de réaliser un choix sur la manière dont leurs propriétés vont être orientées dans les maillages éléments finis qui les composent. Dans le cas idéal, elles sont orientées selon l'axe Z théorique. Dans le cas réel, elles sont calculées par la méthode du tenseur de structure (Annexe B) à partir des images de tomographies X leur servant de supports. Lors des étapes d'enrichissements, les morphologies des fils d'aiguilletage sont intermédiaires aux deux types de représentations précédentes. Par conséquent comment orienter les propriétés qui leurs sont associées ? Les maillages éléments finis étant différents entre les cas réels et enrichis, l'attribution des orientations calculées par la méthode du tenseur de structure n'est pas possible. Deux solutions restent par conséquent à disposition :

— L'utilisation d'orientations théoriques : parfaitement selon l'axe Z pour l'ensemble des éléments

— L'utilisation d'orientations géométriques : pour un élément donné, son barycentre est projeté sur l'axe réel d'aiguilletage, l'orientation locale de cet axe est attribuée à l'élément

Une visualisation de ces deux types d'orientations et leur comparaison à celles réelles est disponible en figure 3.29. Ils sont appliqués au cas de référence 2 sur un fil d'aiguilletage correspondant au cas réel.

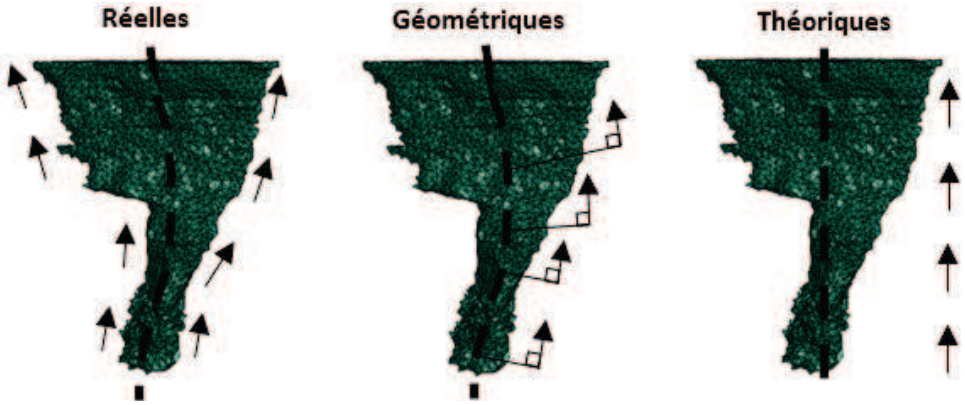

FIGURE 3.29 – Cas de référence 2. Application des trois types d'orientations des propriétés au fil d'aiguilletage réel.

Afin d'identifier la solution la plus adaptée, la méthode retenue a été d'appliquer successivement ces trois types d'orientations aux fils d'aiguilletage réels. Ensuite, des sollicitations de traction et de compression selon l'axe Z à température ambiante. Le but est d'identifier celui qui permet de simuler le mieux des comportements proches du cas réel c'est-à-dire obtenus avec les modèles basés images. Les réponses obtenues sont présentées sur les courbes de la figure 3.30. Leur analyse permet de conclure que les orientations géométriques sont celles qui permettent de se rapprocher au plus des réponses réelles du matériau selon cet axe. Elles seront par conséquent utilisées lors des différentes étapes d'enrichissement des fils d'aiguilletage (figure 3.28). Dans le cas de l'étape 1, elles se confondront avec les orientations théoriques selon l'axe Z. Les orientations théoriques quant à elles induisent une surestimation des propriétés calculées.

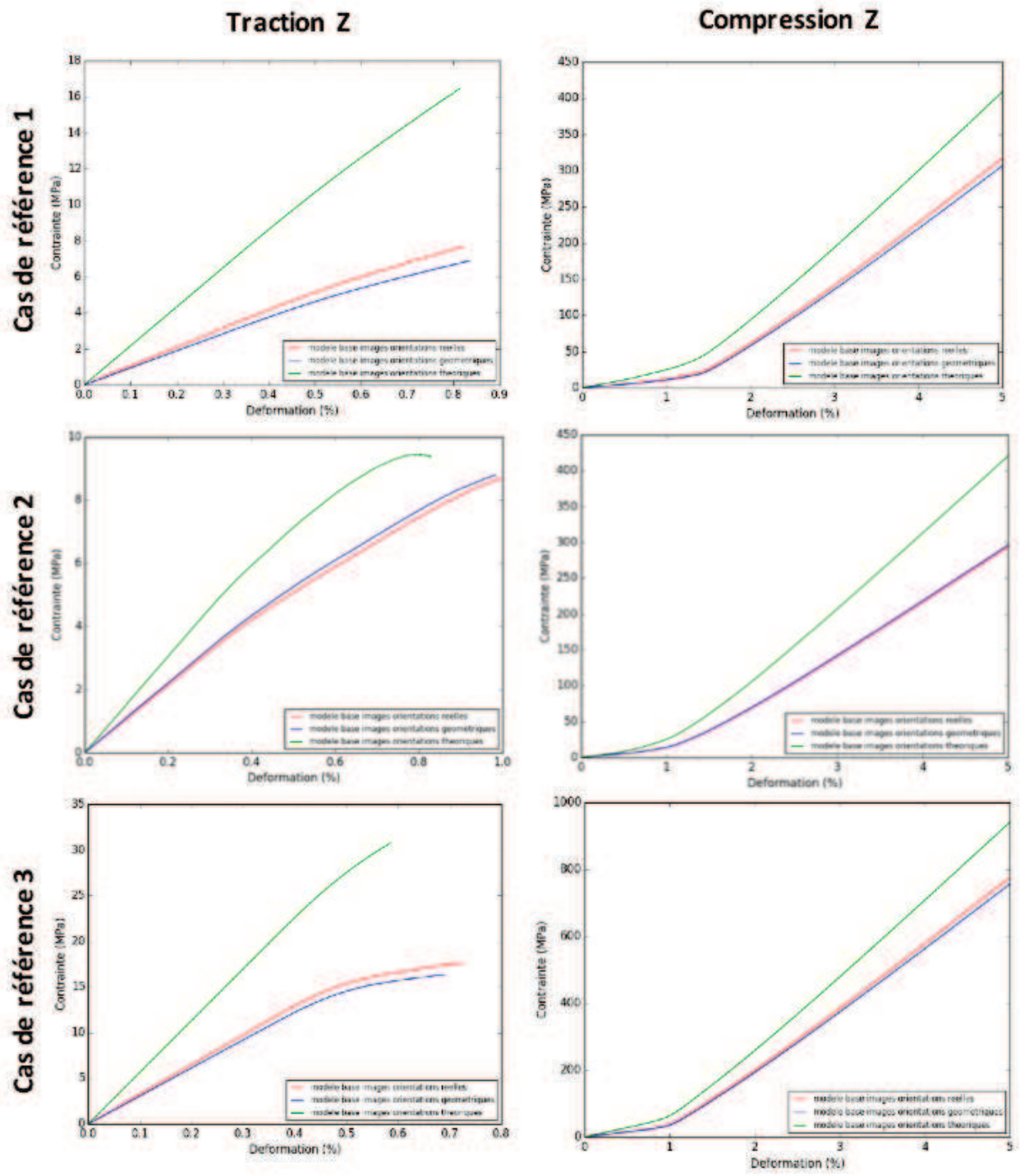

FIGURE 3.30 – Simulation d'essais de traction et de compression selon l'axe Z sur les trois cas de références basés images. Comparaison de l'effet des orientations théoriques et géométriques des propriétés de fils d'aiguilletages par rapport aux réponses obtenues avec l'application des orientations réelles.

- Simulation d'essais macroscopiques : Afin d'évaluer l'effet de la morphologie de l'aiguilletage sur le comportement du composite C/C, des essais macroscopiques ont été simulés selon l'axe Z en prenant en compte les différentes étapes d'enrichissements de ces fils. Les courbes de réponses obtenues suite à des essais de traction et de compression sont présentées en figure 3.31. Elles correspondent aux cas de références 1 et 2. Les courbes du cas de référence 3 ne sont pas présentées. En effet, elles se rapprochent de celles du cas 1 et n'apportent pas de contribution supplémentaire à la présente analyse.

L'analyse de ces courbes permet d'identifier l'effet de chacune des étapes d'enrichissement sur le comportement du composite C/C :

— Etape 1 : Cette étape permet de quantifier l'effet de la section de l'aiguilletage sur le comportement du composite C/C. La comparaison des réponses simulées par rapport au cas idéal permet de mettre en évidence un effet notable de ce paramètre. Un adoucissement du comportement bilinéaire précédemment observé est par exemple observable grâce à ce changement de section pour le cas de référence 2 suite à l'application d'une sollicitation de traction suivant l'axe Z. Ce constat est également appuyé par l'observation des interfaces pli/fil d'aiguilletage. Celles-ci ne présentent pas de frottement dans les cas cylindriques. En présence de sections ellipsoïdales, il est au contraire notable. Il est provoqué par les points d'accroches liés à cette section. Il est à l'origine du comportement plus progressif observé.

— Etape 2 : Cette étape permet de voir l'effet de la morphologie du fil selon sa hauteur en s'affranchissant de ceux liés à sa section réelle. L'analyse des courbes simulées permet de constater que ce paramètre influence le comportement du composite C/C dans une plus grande mesure que la section. Une explication est que la prise en compte de la ligne moyenne réelle permet d'engendrer du frottement dans les éléments d'interfaces pli/fil d'aiguilletage. Ceci n'était pas le cas lorsqu'elle était parfaitement verticale. Ce frottement entraîne une réponse plus progressive que celle engendrée par l'aiguilletage idéal.

— Etape 3 : Cette étape consiste à considérer en plus de la précédente la section réelle du fil d'aiguilletage fittée par des ellipses. L'analyse des simulations réalisées permet de constater que dans la plupart des cas, les réponses n'évoluent que dans une très faible mesure par rapport à celles de l'étape 2. Par conséquent, la morphologie des fils d'aiguilletages et notamment de leur ligne moyenne selon la hauteur aurait un effet prépondérant à celui engendré par leur section. La comparaison des réponses des éléments d'interfaces pli/fil d'aiguilletage obtenues à cette étape à celles de la précédente, permet de constater qu'elles présentent des comportements similaires. Une explication à la faible contribution de la section serait que la ligne moyenne des fils d'aiguilletage engendre du frottement dans ces interfaces et ainsi une modification du comportement selon l'axe Z du composite C/C. Celle-ci limiterait le frottement qui aurait du être provoqué par la section réelle des fils. Dans le cas de référence 2, la ligne moyenne étant plus proche du cas idéal, l'effet de la section de l'aiguilletage est plus prononcé, les écarts entre les réponses obtenues suite aux enrichissement 2 et 3 sont plus marqués.

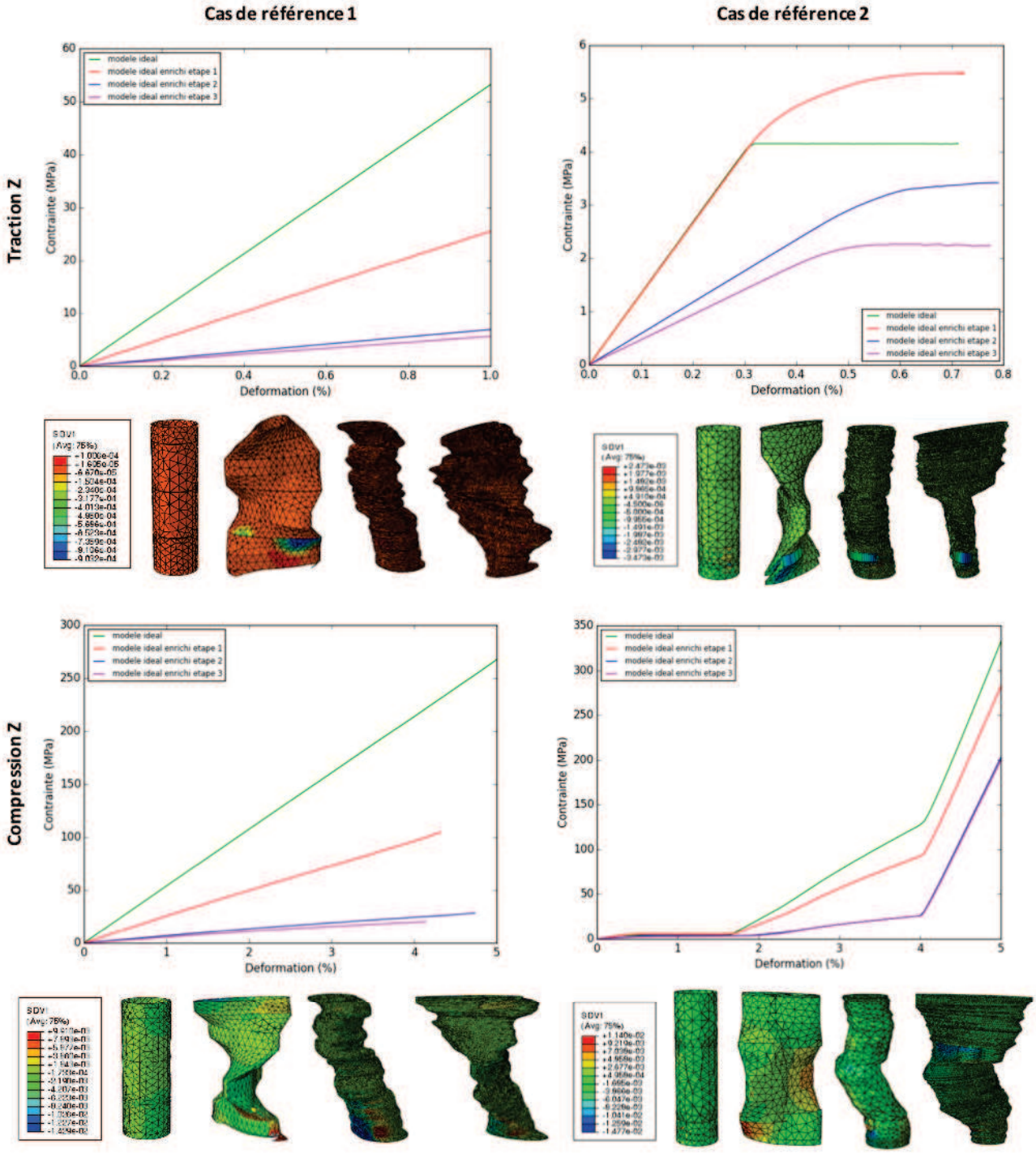

FIGURE 3.31 – Simulation d'essais de traction et de compression selon l'axe Z sur les cas de références 1 et 2. Comparaison de l'effet des étapes d'enrichissements de la morphologie des aiguilletages idéaux sur le comportement effectif du composite C/C et le frottement des éléments d'interfaces pli/fil d'aiguilletage selon cet axe.

Bilan de l'effet de la morphologie des fils d'aiguilletage sur le comportement

L'analyse de l'effet de la morphologie des fils d'aiguilletage sur le comportement du composite C/C a permis d'aboutir à plusieurs conclusions :

- **La morphologie des fils d'aiguilletage influe sur le comportement du composite C/C selon l'axe Z.**
- **Plus précisément, il s'agit de leur ligne moyenne selon la hauteur qui le gouverne.**
- **Leur section n'intervient que dans un second plan uniquement si la ligne moyenne rend possible le frottement qu'elle devrait engendrer.**

En effet, l'effet des sections d'aiguilletage semble se révéler uniquement dans le cas où les fils d'aiguilletage tendent vers des morphologies quasi-verticales selon leur hauteur. D'un point de vue industriel, ce constat est très important. En effet, l'observation d'aiguilletage en forme de S dans le matériau au cours du chapitre 1 paraissait anodine, leur taux associé atteignant que quelques pourcents dans le matériau global. Or, cette partie vient de démontrer que l'unique prise en compte de ce taux pour déterminer le comportement du matériau selon l'axe Z est insuffisante. Leur morphologie réelle, notamment selon leur hauteur doit être également prise en considération.

3.3.3 Morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli

La troisième source de disparités entre les modèles idéaux et basés images développés concerne la morphologie des interfaces présentes dans le composite C/C. L'effet de celles entre les plis et les fils d'aiguilletage découlant la morphologie des aiguilletages, il a été traité au paragraphe précédent. Cette partie se limitera par conséquent à l'étude de l'effet des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli sur le comportement effectif du matériau étudié. Dans les modèles idéaux, les interfaces pli/pli sont modélisées par des plans parfaitement horizontaux, les interfaces fil de pli/fil de pli par des plans verticaux orientés selon les directions théoriques de ces fils. Dans les modèles basés images, ces formes sont beaucoup plus tortueuses.

Afin d'évaluer ces écarts de morphologies entre les représentations idéales et basées images, leur comparaison est effectuée en figure 3.32.

Pour analyser l'effet de cette caractéristique sur le comportement effectif du composite C/C, les modèles idéaux vont être enrichis. Deux de ses aspects vont être considérés :

— Le premier correspond aux décalages angulaires moyens des interfaces réelles par rapport aux orientations théoriques de celles idéales, en lien avec les modèles idéaux, et celles présentes en moyenne dans les représentations réelles basées images.

— Le second concerne les rugosités de ces interfaces. Le but va être de quantifier dans quelle mesures elles sont présentes dans leur morphologie. Il pourra alors être déduit s'il est nécessaire ou non de les prendre en compte dans l'étape d'enrichissement.

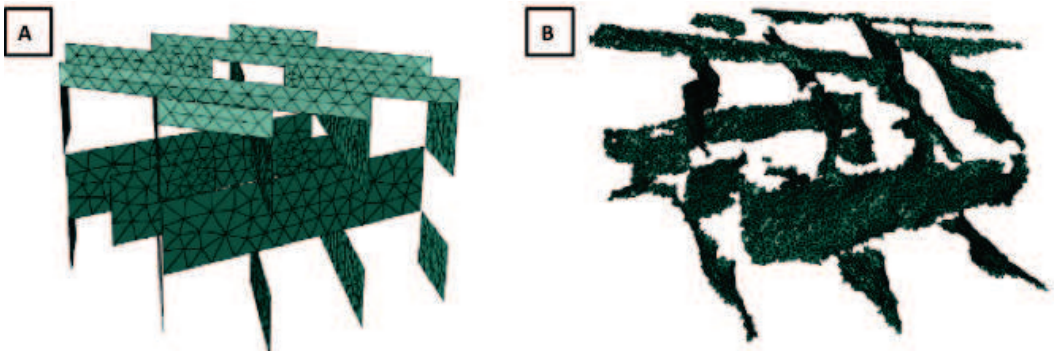

FIGURE 3.32 – Comparaison de la morphologie des interfaces fil de pli/fil de pli du cas de référence 1. A : Modèle idéal. B : Modèle basé images.

Enrichissement des modèles idéaux

- Méthode d'enrichissement : L'enrichissement morphologique des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli est effectué en deux étapes :

— La première consiste à quantifier les décalages des interfaces réelles par rapport aux orientations idéales. Pour ce faire, les interfaces réelles sont fittées par des plans. Leurs orientations moyennes sont alors obtenues. Les angles entre directions théoriques et réelles ont alors pu être quantifiés. Cette étape a été réalisée indépendamment pour chacune des interfaces. Pour les interfaces pli/pli, les angles XZ et YZ ont été observés. Pour celles fil de pli/fil de pli, il s'agit des angles XY et YZ. Une application de cette méthode à une interface fil de pli/fil de pli du cas de référence 1 est présentée en figure 3.33-B.

— La seconde consiste à évaluer l'importance des rugosités dans les interfaces réelles. Pour cela, leurs écarts aux plans fittés correspondants sont tracés (figure 3.33-C).

Ces étapes sont appliquées aux trois cas de références étudiés.

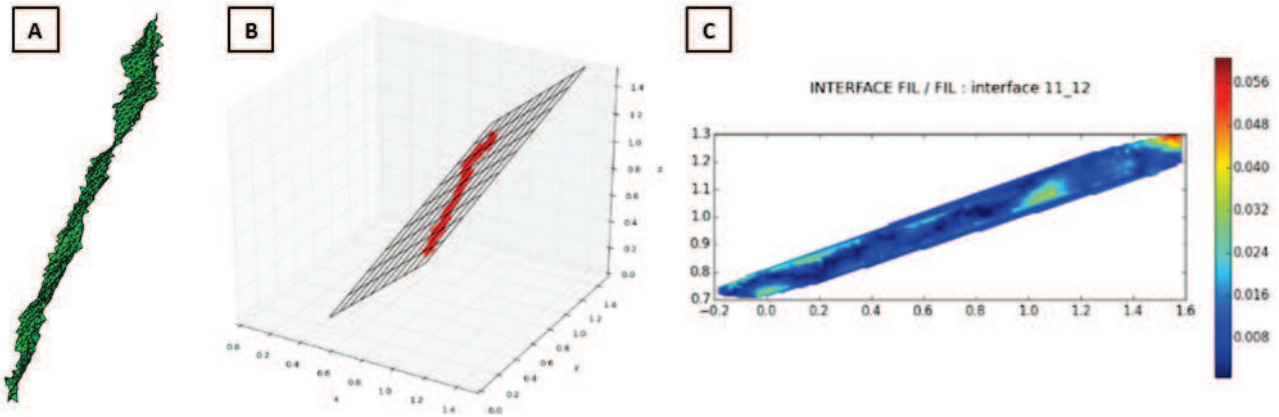

FIGURE 3.33 – Analyse de la morphologie de l'interface fil de pli/fil de pli 11-12 du cas de référence 1. A : Modélisation par éléments finis de la morphologie réelle. B : Fitting de la morphologie réelle par un plan. C : Evaluation de la rugosité de l'interface réelle par quantification de ses écarts de morphologies par rapport au plan fitté correspondant.

La figure 3.34 présente l'application de l'étape 1 d'enrichissement aux trois cas de références étudiés. Les interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli idéales ont été enrichies à partir des données recueillies sur les interfaces réelles. Elles ont été approximées par des plans tenant compte de leurs décalages globaux par rapport aux directions théoriques.

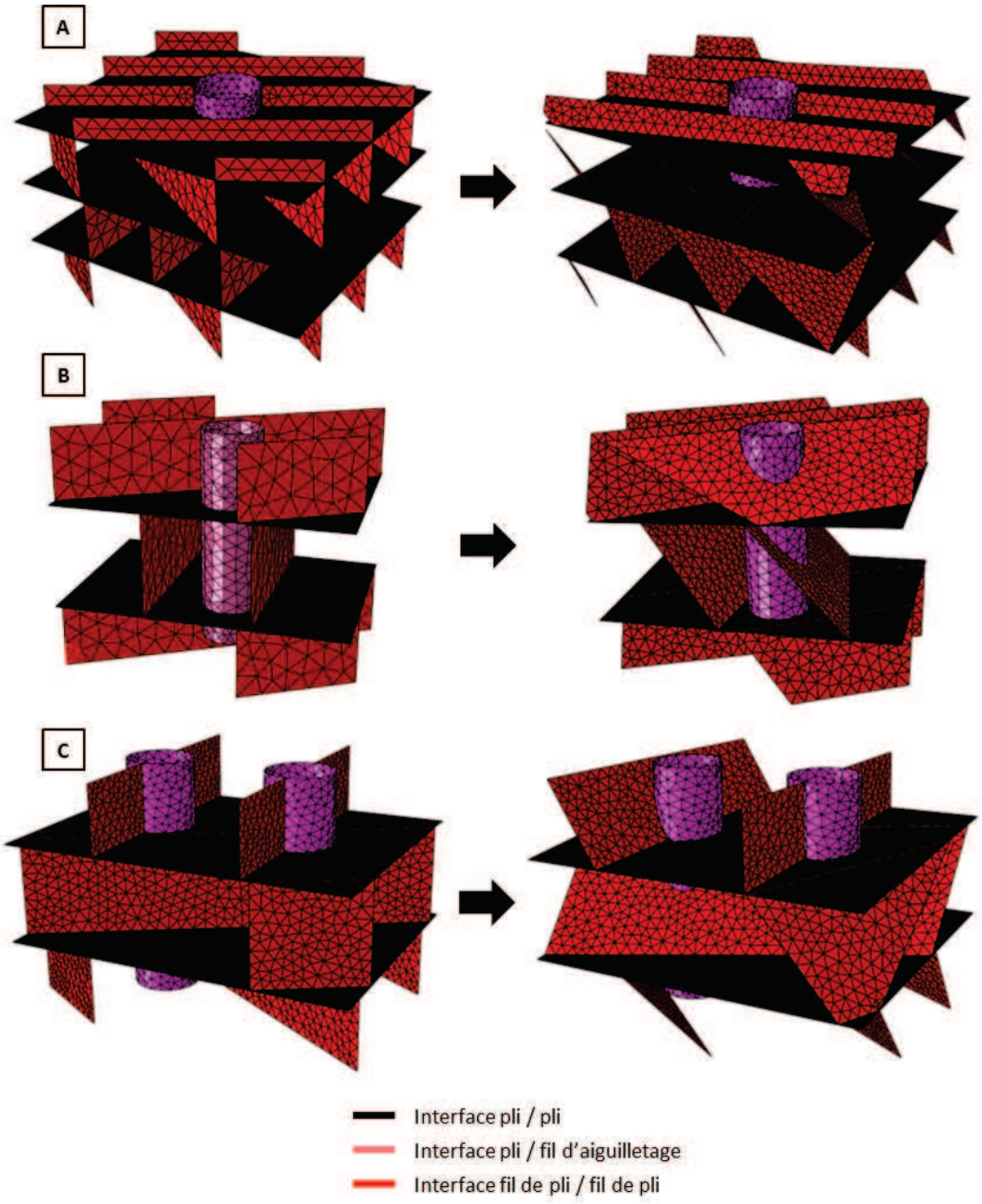

FIGURE 3.34 – Enrichissement morphologique des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli des modèles idéaux, à gauche : avant enrichissement, à droite : après enrichissement. A : Enrichissement du cas de référence 1. B : Enrichissement du cas de référence 2. C : Enrichissement du cas de référence 3.

Concernant l'étape 2, les écarts des interfaces réelles aux plans fittés ont été quantifiés. Des écarts très faibles ont été constatés en regard de la surface des interfaces. Par exemple dans le cas de l'interface fil de pli/fil de pli 11-12 du cas de référence 1 (figure 3.33), l'interface présente une épaisseur de rugosité d'environ 25 μm pour une longueur de 1,5 mm. Par conséquent, la

rugosité ne représente que 1,7% de sa surface totale. Il en est déduit que les rugosités peuvent être négligées dans la modélisation des interfaces.

- Simulation d'essais macroscopiques : La simulation d'essais macroscopiques de traction Z, de compression Z et de cisaillement XZ a été réalisée sur les différents modèles. Les courbes correspondants aux cas de références 1 et 2 ainsi que la visualisation du frottement des éléments d'interfaces correspondants sont présentés en figures 3.35 à 3.37.

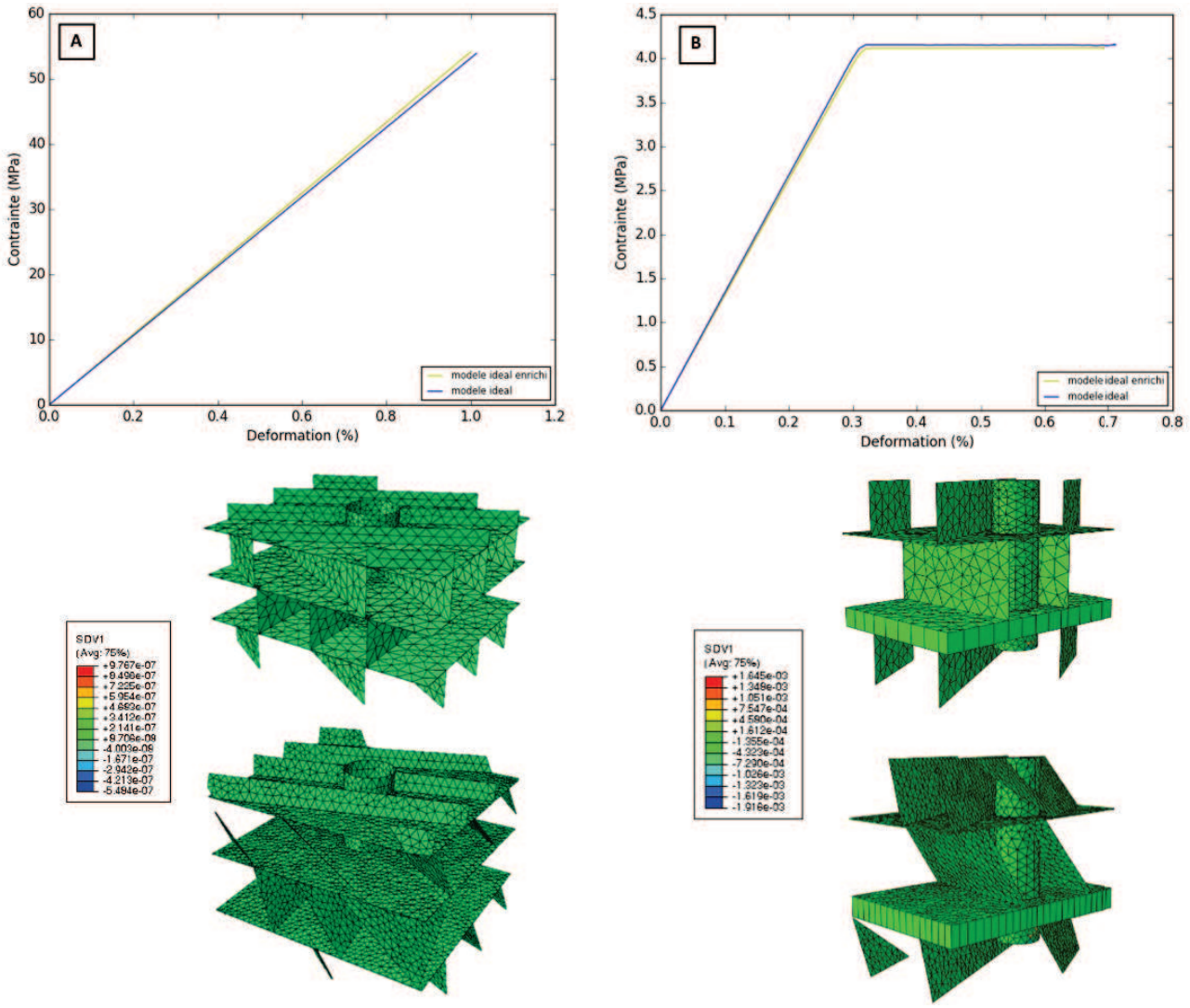

FIGURE 3.35 – Simulation d'un essai de traction Z sur les cas de références 1 et 2 (haut : avant enrichissement, bas : après enrichissement).

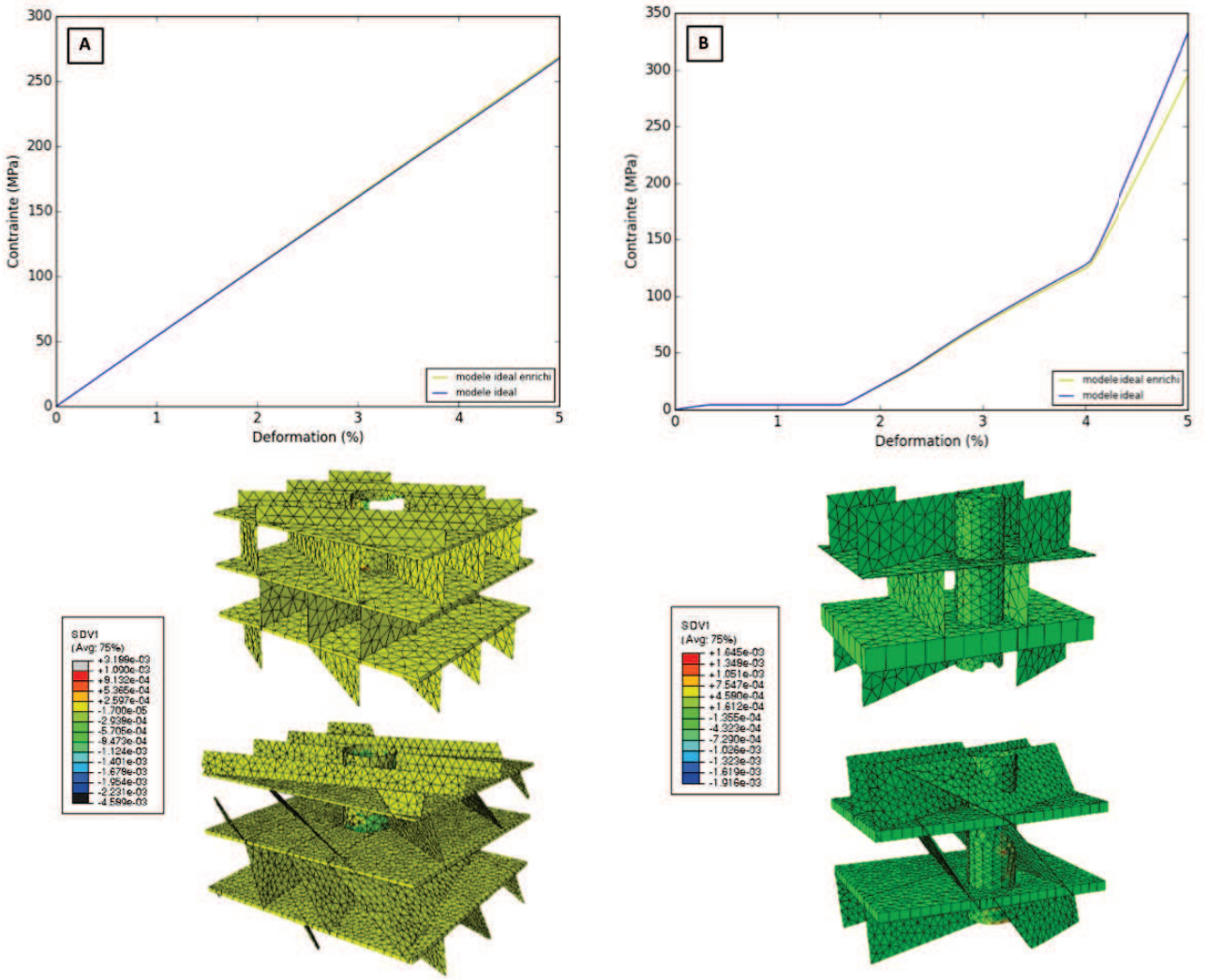

FIGURE 3.36 – Simulation d'un essai de compression Z sur les cas de références 1 et 2 (haut : avant enrichissement, bas : après enrichissement).

L'analyse de ces courbes permet de réaliser plusieurs observations :

1. Traction Z : L'effet de la morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli sur le comportement du composite C/C est négligeable. Un frottement très faible est notable que les interfaces aient été enrichies ou non.
2. Compression Z : L'effet est plus élevé. En fin de sollicitation les réponses obtenues avec les deux types d'interfaces sont différentes. Il est notable que le frottement évolue avec leur morphologie. Ceci est notamment observable pour le cas de référence 2.
3. Cisaillement XZ : L'ajout de la prise en compte d'une composante selon l'axe X permet de révéler des différences de réponses. Elles sont également en lien avec le frottement des interfaces correspondantes dont les valeurs diffèrent.

Ce constat permet d'établir une relation entre l'effet de la morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli sur le comportement effectif du composite C/C et le frottement qui leur correspond. En effet, ces interfaces semblent jouer un rôle sur le comportement de ce matériau uniquement dans le cas où le frottement y devient non-négligeable. Si cette condition est respectée, leur effet devient alors non-négligeable selon l'ensemble de ses axes.

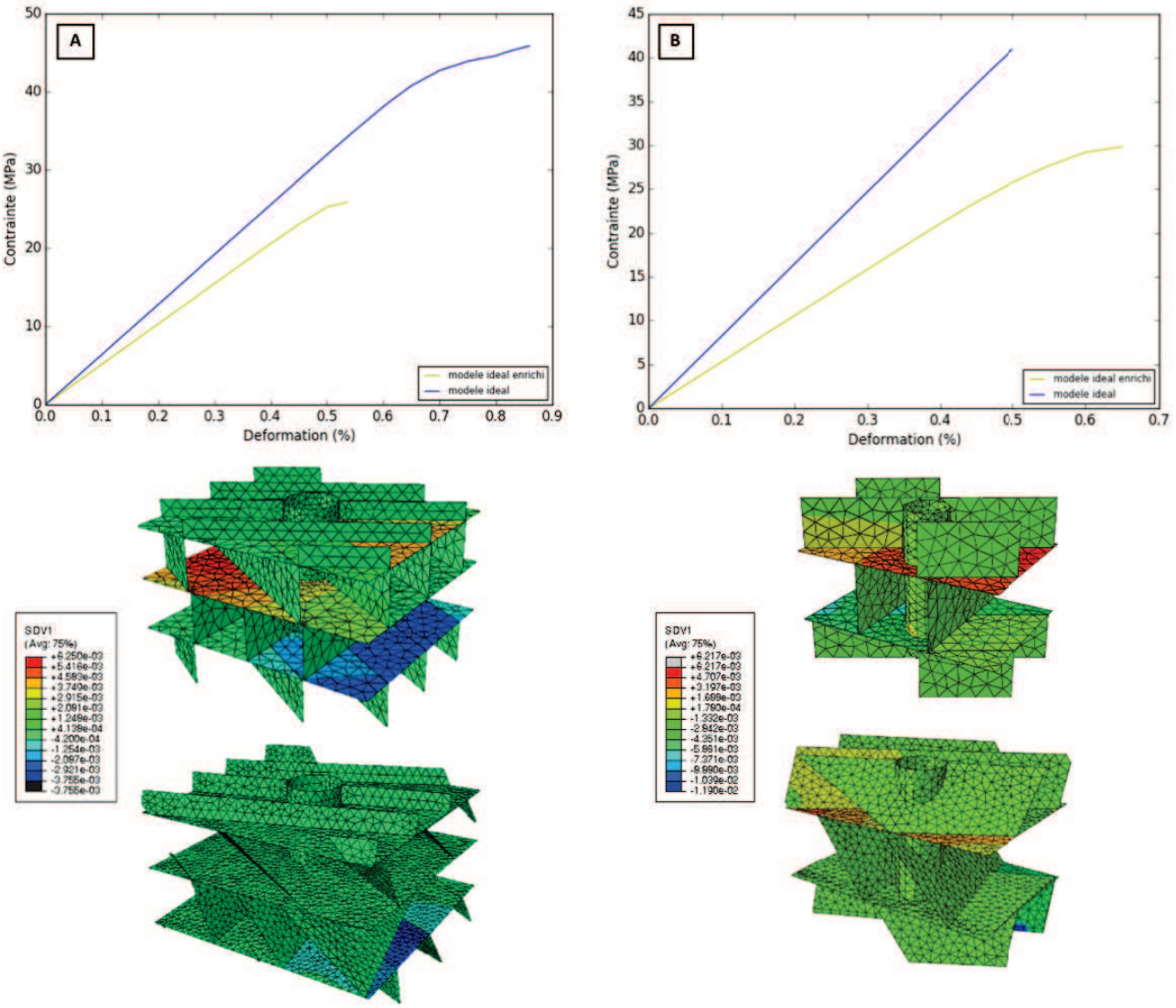

FIGURE 3.37 – Simulation d'un essai de cisaillement XZ sur les cas de références 1 et 2 (haut : avant enrichissement, bas : après enrichissement).

Bilan de l'effet de la morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli sur le comportement

L'analyse de l'effet de la morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli sur le comportement du composite C/C a permis d'aboutir à plusieurs conclusions :

- **La morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli influe sur le comportement du composite C/C selon l'ensemble de ses axes.**
- **Cet effet se révèle uniquement dans le cas où le frottement présent dans ces interfaces devient non-négligeable.**

3.3.4 Méthode de modélisation des porosités

La quatrième source de disparités entre les modèles idéaux et basés images a pour source un choix de modélisation purement numérique. Elle concerne la représentation des porosités. Dans les modèles idéaux, elles sont représentées de façon moyennée avec les fissures par des éléments d'interfaces. Dans les modèles basés images, elles sont maillées explicitement suite à la labélisation des images de tomographies X servant de support à ces modèles. Le but de cette partie est de quantifier si ces choix numériques de représentations ont un impact sur les comportements effectifs simulés du composite C/C.

Une visualisation de ces écarts de représentation dans des éléments d'interfaces pli/pli est disponible en figure 3.38. Dans le cas idéal (figure 3.38-A), ces éléments représentent les porosités et les fissures. Dans le cas basé images (figure 3.38-B), ils ne modélisent que les fissures.

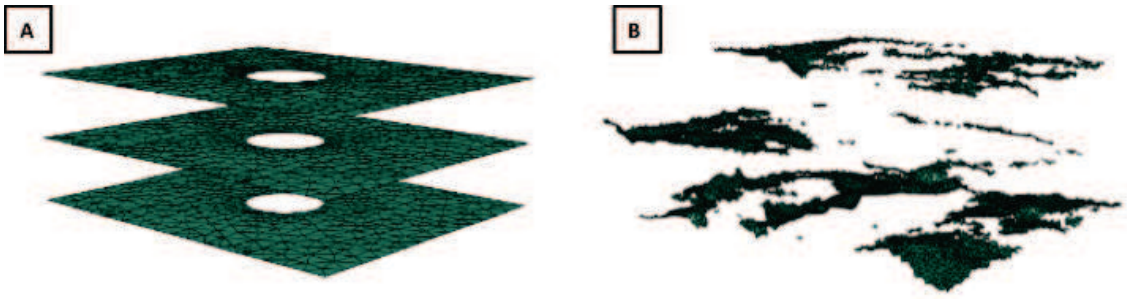

FIGURE 3.38 – Comparaison de la morphologie des interfaces pli/pli du cas de référence 1. A : Modèle idéal. B : Modèle basé images.

Pour analyser l'effet de cette caractéristique sur le comportement effectif du composite C/C, les modèles basés images vont être idéalisés. Le travail à partir de ce type de modèle permettra la prise en compte de la localisation exacte des porosités. Les porosités vont y être modélisées de façon moyennée avec les fissures dans des éléments d'interfaces. Cette méthode correspond à celle réalisée dans les modèles idéaux. Elle permettra de n'avoir pour différence entre les deux modèles produits que la méthode de représentation des porosités. Son effet sur le comportement du composite C/C pourra alors être quantifié.

Enrichissement des modèles idéaux

- Méthode d'enrichissement : L'enrichissement morphologique des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli est effectué en deux étapes :

— Tout d'abord, les porosités vont être comblées artificiellement par dilatation du matériau qui les entoure de façon radiale aux fils de plis et d'aiguilletage.

— Ensuite, des éléments d'interfaces vont être positionnés entre les différentes entités du matériau. Ils représenteront les porosités et fissures. Ceux-ci seront modélisés sans distinction et de façon moyennée à la manière de celle réalisée dans les modèles idéaux. Un récapitulatif des paramètres d'interfaces et des valeurs qui leurs sont associées est disponible dans le tableau 3.3.

Au final, deux types de modèles basés images seront disponibles :

— Le premier est le modèle basé images classique. Il présentera une modélisation explicite des porosités. Les fissures seront modélisées par des éléments d'interfaces.

— Le second les regroupera dans des éléments d'interfaces. Ils seront alors représentés de façon moyennée.

Cette démarche est appliquée aux trois cas de références étudiés (figure 3.39).

Type d'interface	$\Delta_{porosites}$ (μm)	$\Delta_{porosites-fissures}$ (μm)	Δ_{ideal} (μm)
Pli/Pli	4	11.5	11.5
Pli/Fil d'aiguilletage	3	11	11
Fil de pli/Fil de pli	2	10.5	10.5

TABLE 3.3 – Ouvertures moyennes d'interfaces correspondants aux familles d'endommagements initiaux à l'échelle mésoscopique en fonction du type de modèle basé images réalisé.

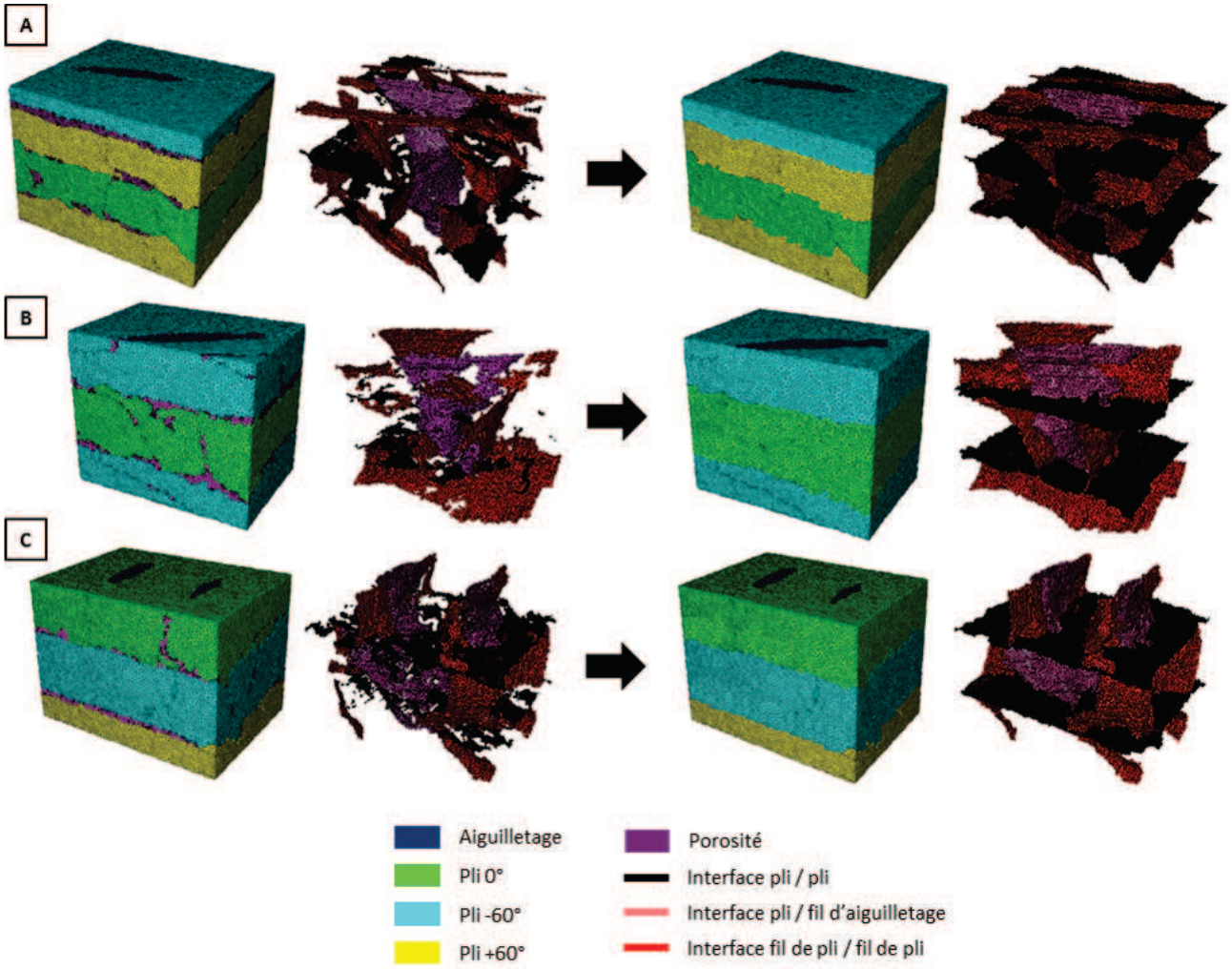

FIGURE 3.39 – Idéalisation morphologique par comblement des porosités des modèles basés images et prise en compte par des éléments d'interfaces, à gauche : avant idéalisation, à droite : après idéalisation. A : Cas de référence 1. B : Cas de référence 2. C : Cas de référence 3.

- Simulation d'essais macroscopiques : La simulation d'essais macroscopiques de traction Z, de compression Z et de cisaillement XZ a été réalisée sur les différents modèles. Les courbes correspondants aux cas de références 2 et 3 ainsi que la visualisation du frottement des éléments d'interfaces correspondants sont présentés en figures 3.40 à 3.42.

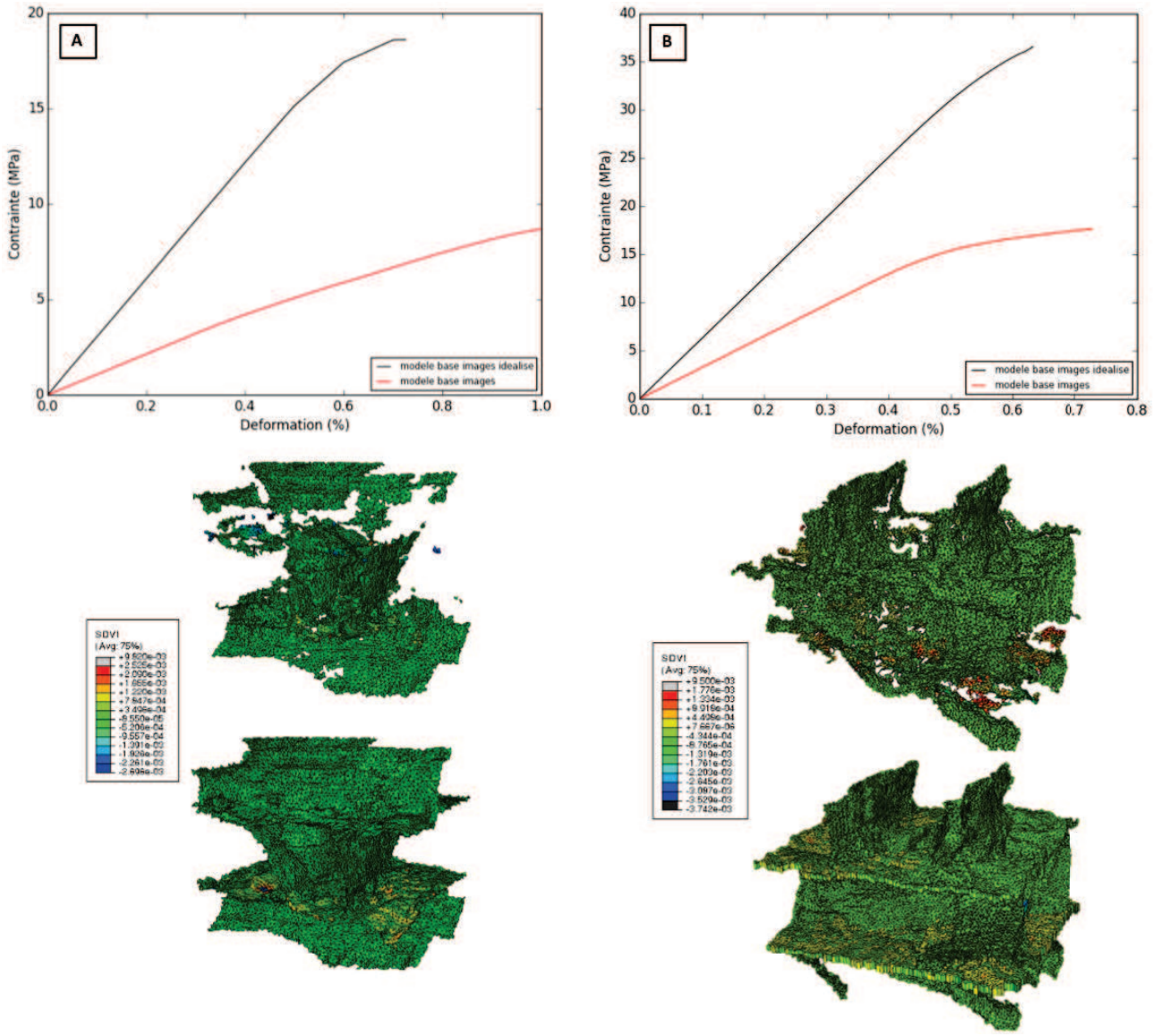

FIGURE 3.40 – Simulation d'essais de traction Z sur les cas de références 2 et 3 (haut : porosités et fissures distingués, bas : porosités et fissures confondues).

L'analyse de ces courbes permet de réaliser différentes observations :

1. Des écarts de réponses liés aux différences de représentations des porosités dans les modèles sont notables pour l'ensemble des cas de références.
2. La modélisation des porosités par des éléments d'interfaces a pour conséquence une surestimation des propriétés calculées. Une explication est la différence de possibilité de mouvement ou de dilatation des fils selon la méthode de modélisation utilisée. Dans le cas où elles sont modélisées explicitement, ces mouvements vont être libres, des comportements liés aux morphologies locales pourront être engendrés. Dans le cas où elles

correspondent à des éléments d'interfaces, ils vont être plus contraints ce qui va engendrer une réponse plus élevée du composite C/C.

3. La représentation des porosités permettant de simuler des réponses au plus proche du cas réel est leur modélisation explicite.

Ainsi, les éléments d'interfaces ne répondent pas de la même façon à une sollicitation donnée selon la méthode de modélisation utilisée. La méthode de modélisation des porosités a par conséquent un effet non-négligeable sur le comportement effectif du composite C/C. Elle influe sur l'ensemble de ses axes.

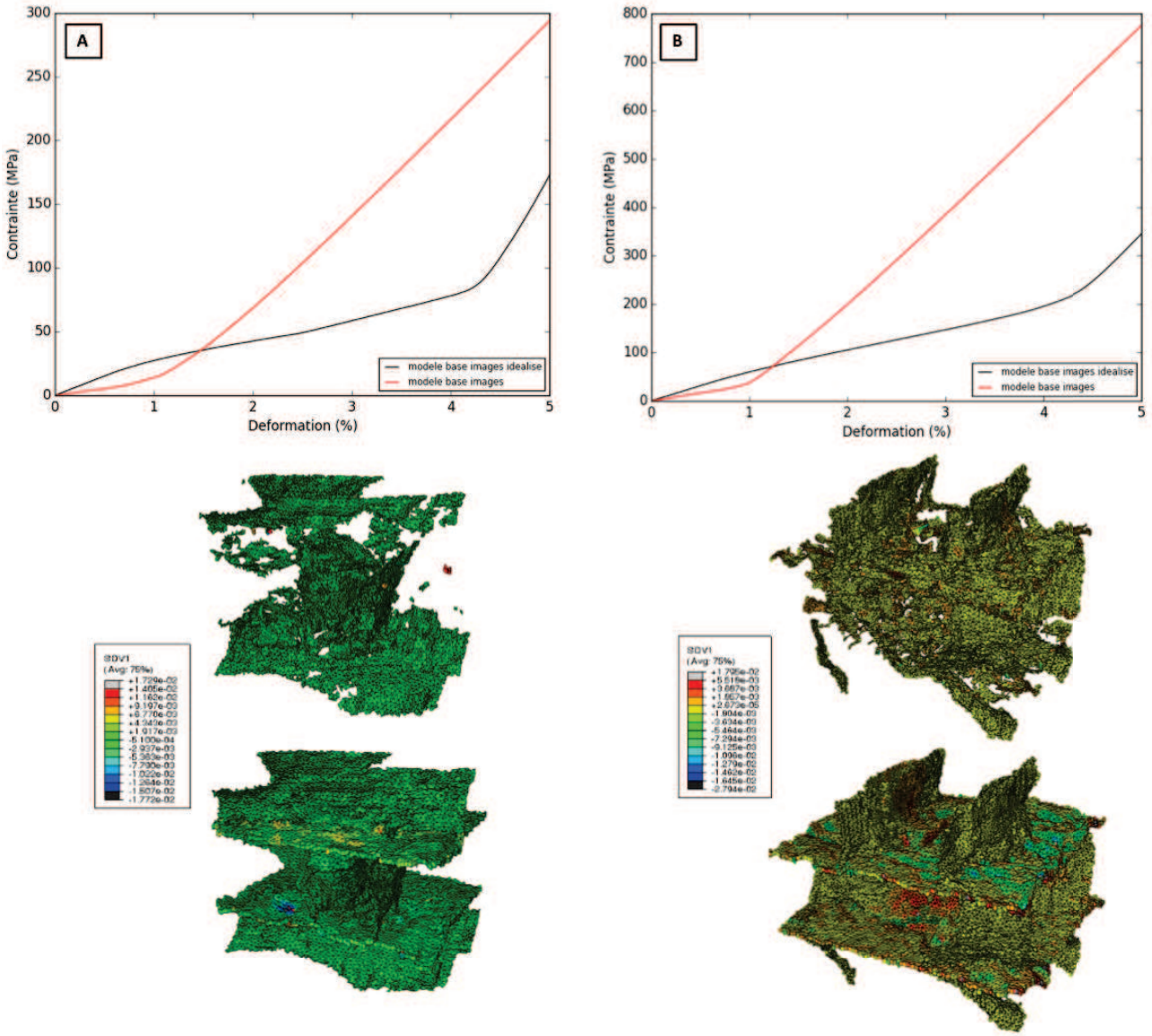

FIGURE 3.41 – Simulation d'essais de compression Z sur les cas de références 2 et 3 (haut : porosités et fissures distingués, bas : porosités et fissures confondues).

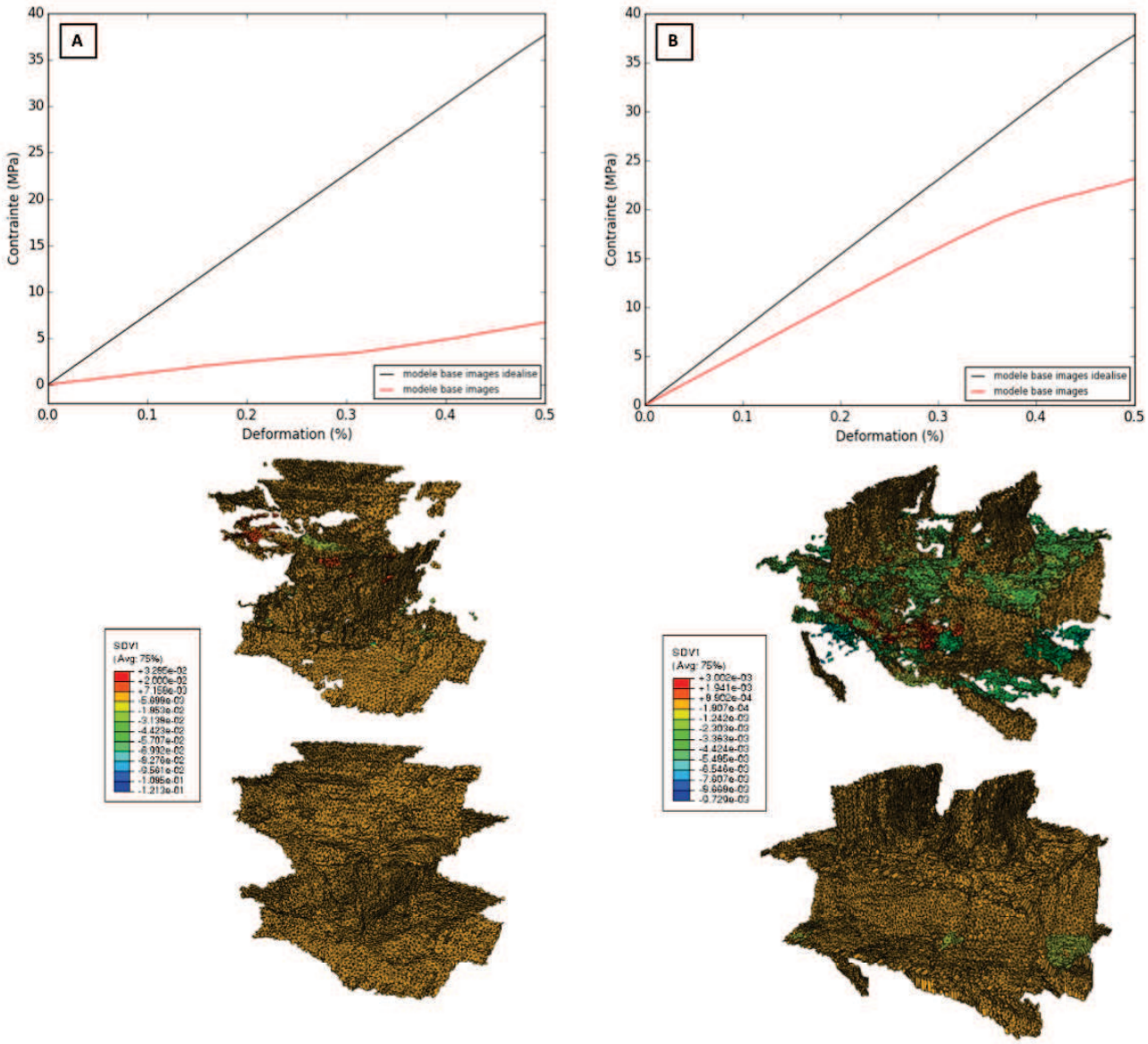

FIGURE 3.42 – Simulation d'essais de cisaillement XZ sur les cas de références 2 et 3 (haut : porosités et fissures distingués, bas : porosités et fissures confondues).

Bilan de l'effet de la méthode de modélisation des porosités sur le comportement

L'analyse de l'effet de la méthode de modélisation des porosités sur le comportement du composite C/C a permis d'aboutir à plusieurs conclusions :

- **La méthode de modélisation des porosités a un effet non-négligeable sur le comportement du composite C/C selon l'ensemble de ses axes.**
- **Leur modélisation de façon moyennée par des éléments d'interfaces a tendance à surestimer les réponses simulées. Ceci est le cas dans les modèles idéaux.**
- **La représentation explicite des porosités est celle permettant de simuler le plus pertinemment le comportement du composite C/C.**

Il est à noter que le choix de confondre porosités et fissures mésoscopiques dans les modèles idéaux induit un biais dans les simulations réalisées. Cependant, une représentation explicite

des porosités paraît inenvisageable dans ce type de modèle. En effet, elle impliquerait une description fine et complète de l'architecture mésoscopique du matériau et donc plus idéalisée. Ce point de description de caractéristique morphologique constitue une limite intrinsèque aux modèles idéaux.

3.3.5 Caractéristiques morphologiques ayant un effet prépondérant sur le comportement du matériau

L'étude de l'effet des quatre sources de disparités morphologiques a été réalisée dans les paragraphes précédents. Elle a permis d'identifier les caractéristiques ayant un effet prépondérant sur le comportement du composite C/C :

- **Dans le plan XY, le comportement du matériau semble essentiellement gouverné par :**
  - **Les décalages globaux des orientations de plis par rapport à leurs directions théoriques**. La maîtrise parfaite de cette caractéristique semble difficile du fait du caractère aléatoire lié à la réalisation du matériau : réalisation de la préforme (ondulations des fils de plis autour des aiguilletages, ...), densification.
  - **L'orientation réelle des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli en cas de frottement non-négligeable**.
- **Selon l'axe Z, il dépend de :**
  - **La morphologie des fils d'aiguilletage et par conséquent des interfaces pli/fil d'aiguilletage**. Leur morphologie selon la hauteur (verticale, en forme de S, ...) semble être la caractéristique ayant le plus d'impact sur le comportement. Leur section intervient en second plan, notamment si elle engendre du frottement dans les interfaces pli/fil d'aiguilletage.
  - **L'orientation réelle des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli en cas de frottement non-négligeable**.

D'un point de vue numérique, **la méthode modélisation des porosités a également une influence sur le comportement du composite C/C**. Réalisée de façon explicite, elle permet d'en réaliser une modélisation plus pertinente que si elle est effectuée par des éléments d'interfaces. Elle constitue une limite pour les modèles idéaux.

L'ensemble de ces données sont intéressantes dans le cadre de la compréhension des mécanismes qui régissent le comportement du composite C/C. Elles peuvent être étendues au domaine industriel. En effet, elles correspondent aux caractéristiques sur lesquelles il faut particulièrement mettre l'accent dans un contexte de développement de matériaux et de leur production.

3.3.6 Effet des morphologies locales sur le comportement du composite C/C

Afin d'étudier l'effet des quatre sources de disparités morphologiques sur le comportement du composite C/C, divers enrichissements et idéalisations morphologiques ont été menés dans les paragraphes précédents. Le but de cette dernière analyse est de les combiner pour être dans la configuration la plus proche entre les deux types de modèles. La seule différence entre ces représentations sera la présence de morphologies locales (rugosités, ondulation des fils de plis autour des fils d'aiguilletage, ...) dans les cas réels idéalisés mais pas dans ceux idéaux enrichis. L'objectif de cette partie est de quantifier leur effet sur le comportement effectif du composite C/C.

Réalisation des modèles

- Méthode : La mise en place des modèles repose sur la prise en compte de l'ensemble des caractéristiques morphologiques étudiées précédemment :

- Les modèles idéaux sont enrichis :
  - Décadrage global des plis pour correspondre au cas réel
  - Enrichissement des morphologies d'aiguilletage
  - Prise en compte des orientations réelles globales des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli
- Les modèles basés images vont être idéalisés :
  - Les porosités vont être modélisés par des éléments d'interfaces. Pour ce faire, les fils du modèle vont être dilatés.

L'application de cette démarche aux trois cas de références aboutit à l'obtention des modèles présentés en figure 3.43.

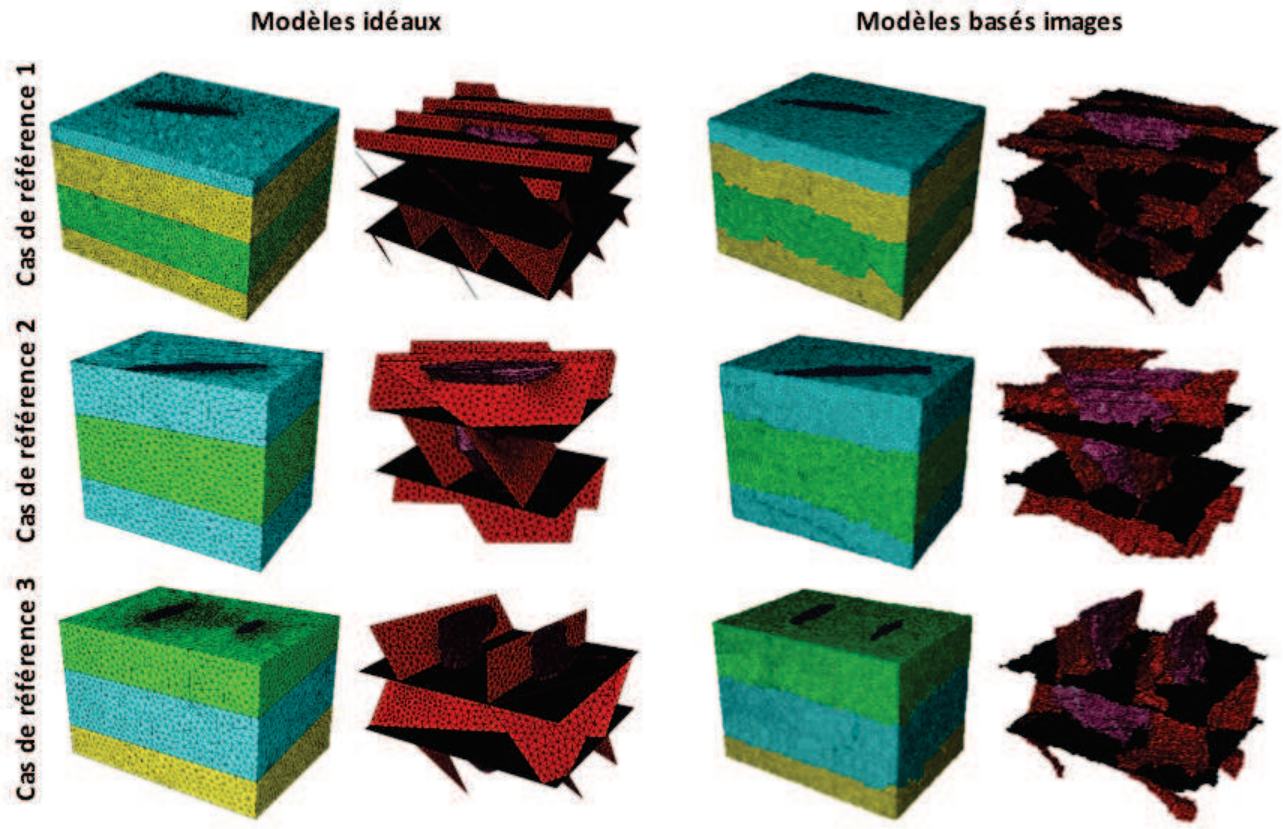

FIGURE 3.43 – Combinaison des enrichissements morphologiques dans les modèles idéaux et des idéalisations morphologiques dans les modèles basés images. Modèles et éléments d'interfaces mésoscopiques associés.

- Simulation d'essais macroscopiques : La simulation d'essais macroscopiques de traction Z et de cisaillement XZ a été réalisée sur les différents modèles. Les courbes correspondants aux cas de références 1 et 2 ainsi que la visualisation du frottement des éléments d'interfaces correspondants sont présentés en figures 3.44 et 3.45.

L'analyse de ces courbes permet de réaliser différents constats :

1. Pour un cas de référence et un type de sollicitation donné, l'évolution globale du comportement est identique.
2. Cependant, des écarts de propriétés sont notables. Ils peuvent être faibles (cisaillement XZ, cas de référence 1), comme élevés (traction Z, cas de référence 2). Une explication est le frottement des éléments d'interfaces qui est globalement identique entre les deux types de modélisations mais parfois légèrement différent localement. Cette différence est directement corrélée aux écarts de morphologies qui existent entre-eux, c'est-à-dire à la présence de morphologies locales. Celles-ci sont approximées par des fittings pour les modèles idéaux enrichis, alors qu'elles correspondent au cas réel pour les modèles basés images idéalisés. Un exemple concerne les fils d'aiguilletage des modèles idéaux. Leur obtention par fitting par des ellipses des images de tomographies permet d'obtenir une morphologie globale proche du cas réel. Cependant, leurs rugosités de surfaces, par exemple liées à des amas locaux de pyrocarbone y sont moyennées dans la section et donc non-représentées. Il en est de même pour les rugosités des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli, ou encore

l'ondulation locale des fils de plis autour des fils d'aiguilletage.

Ces morphologies locales paraissent jouer un rôle non-négligeable sur le comportement effectif du matériau. Une hypothèse est que ces effets sont directement induits par les faibles volumes de matériaux étudiés. En effet, en présence d'un plus grand volume, peut-être se compenseraient-ils pour devenir négligeables.

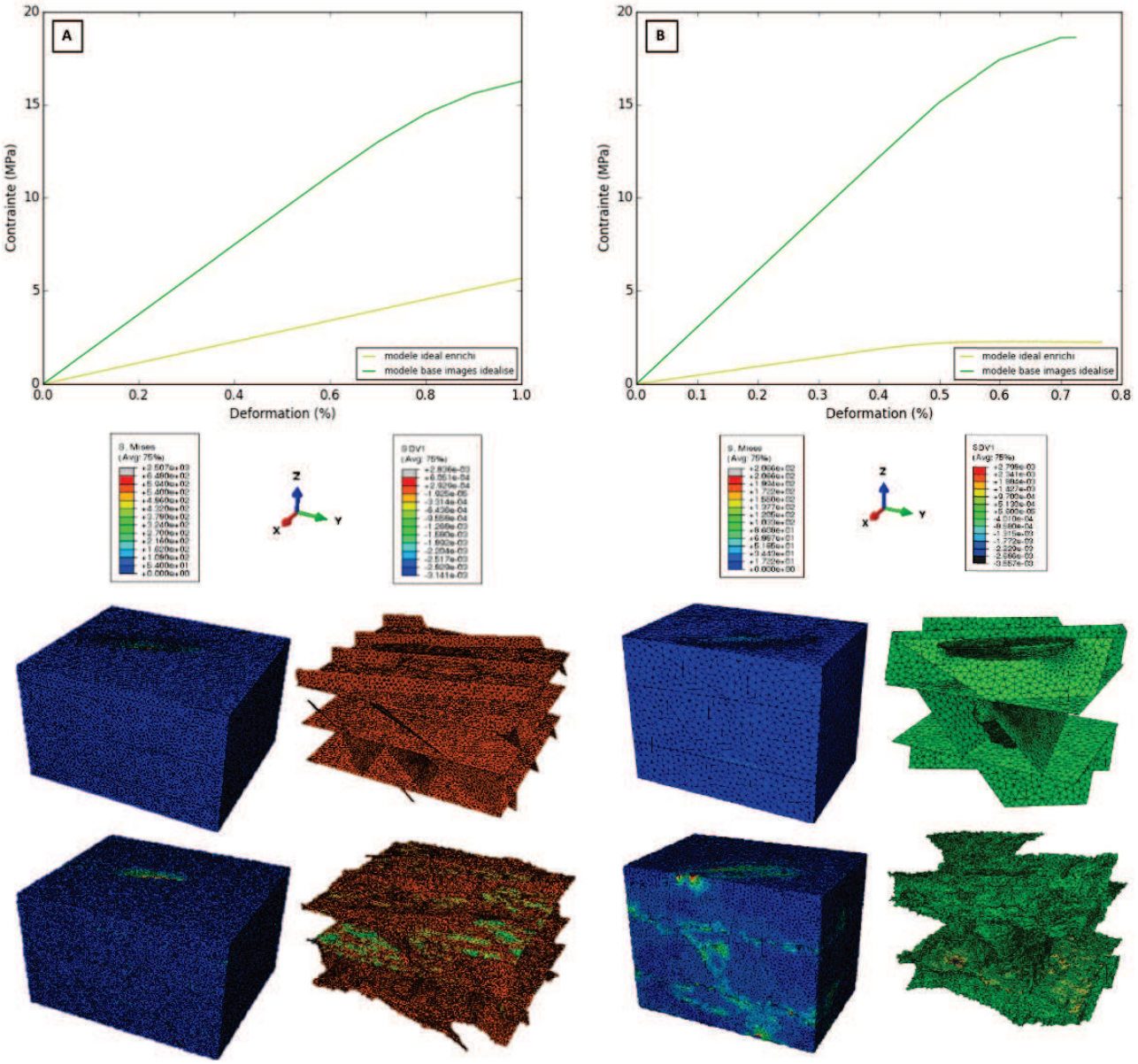

FIGURE 3.44 – Simulation d'un essai de traction Z. A : Cas de référence 1. B : Cas de référence 2. (haut : modèles idéaux, bas : modèles basés images ; gauche : modèles de matériau, droite : éléments d'interfaces)

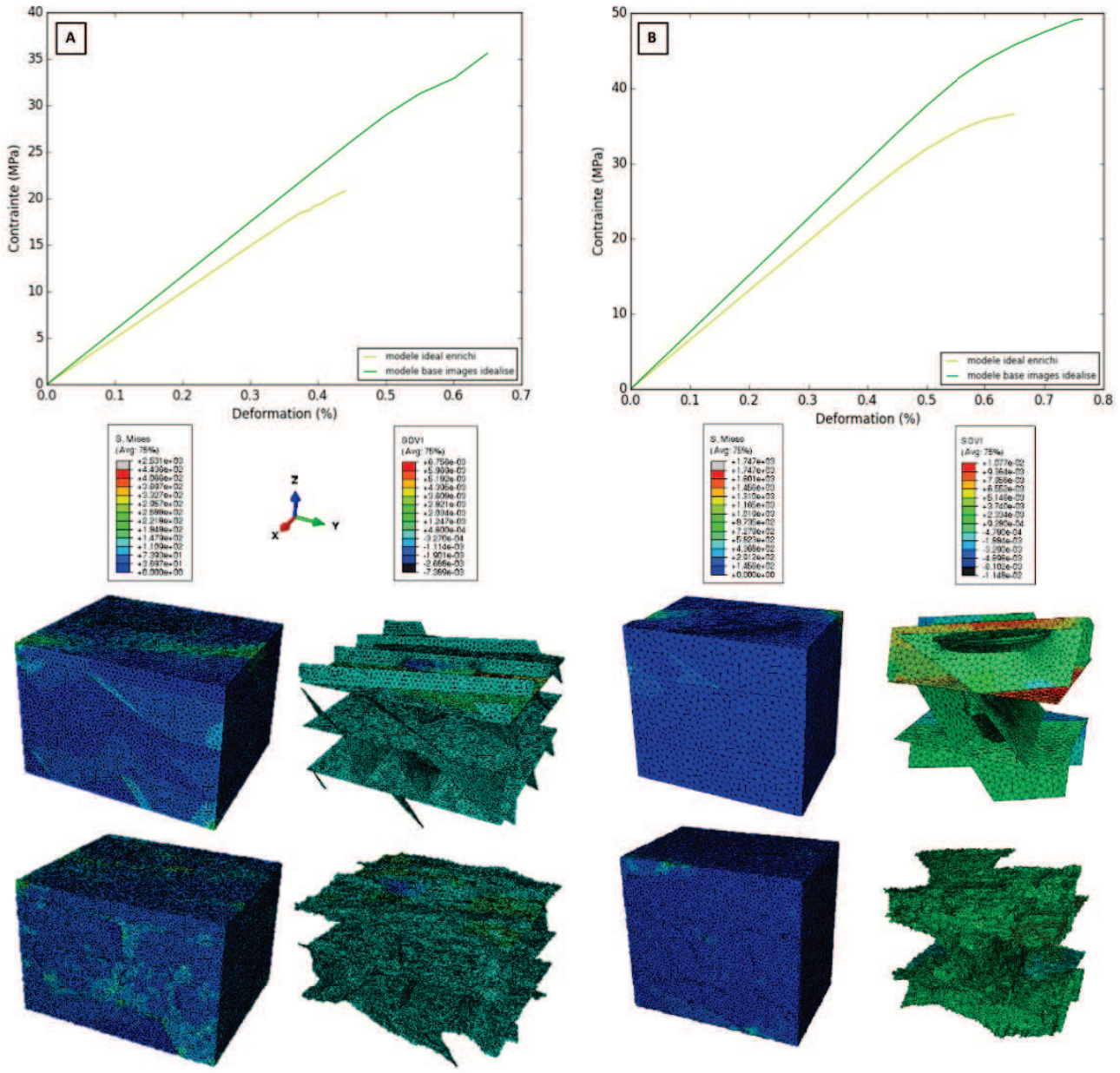

FIGURE 3.45 – Simulation d'un essai de cisaillement XZ. A : Cas de référence 1. B : Cas de référence 2. (haut : modèles idéaux, bas : modèles basés images ; gauche : modèles de matériau, droite : éléments d'interfaces)

Bilan de l'effet des morphologies locales sur le comportement du composite C/C

L'analyse de l'effet des morphologies locales sur le comportement du composite C/C a permis d'aboutir à plusieurs conclusions :

- **L'effet des morphologies locales a un effet variable sur le comportement du composite C/C.**
- **Cet effet est accentué dans le cas où du frottement est généré dans les éléments d'interfaces présentant ces morphologies.**
- **Il semble engendré par les faibles volumes des modèles étudiés. Une conjecture est que ces effets devraient s'équilibrer dans le cas de l'étude d'un grand volume de matériau. Ils deviendraient alors négligeables.**

3.4 Conclusion

La caractérisation morphologique du composite C/C a été réalisée au premier chapitre de cette étude. Elle a permis d'identifier deux aspects semblant régir son comportement effectif : la présence d'endommagements initiaux ainsi que la morphologie de son architecture. Le premier point a été traité au chapitre précédent de ce manuscrit permettant de confirmer son rôle sur le comportement du matériau. L'objectif de ce chapitre était quant à lui d'analyser la contribution de son architecture. Son influence sur le comportement effectif du composite C/C ainsi que son niveau de description nécessaire dans la modélisation ont été étudiés.

Modélisation basée images de l'architecture

Dans le but de quantifier l'effet de la morphologie de l'architecture du matériau sur son comportement effectif, la méthode retenue a été de mettre en place des **modèles basés images permettant de prendre en compte toute la spécificité de sa morphologie réelle. Ils reposent sur des tomographies X du matériau. L'obtention des maillages éléments finis qui leurs sont associés est réalisée par le recours à des outils développés par [Mazars *et al.*, 2017]**. Ils se basent notamment sur la librairie CGAL [Alliez *et al.*, 2011]. Dans le cas présent, cette labélisation a été réalisée par fil dans le but de discrétiser l'architecture mésoscopique du matériau. Les porosités ont également été prises en compte. Un point bloquant a été qu'aucun programme ne permettant de la réaliser automatiquement n'était disponible. Leur mise en place demandant des développements conséquents, un choix a été dans un premier temps de labéliser manuellement les images du composite C/C. Ceci impliquant un temps conséquent de réalisation, il a été choisi de travailler dans un premier temps sur de petits volumes de matériau de l'ordre de 1 mm^3. Trois cas de références ont été extraits sur des tomographies réalisées en coeur de matériau. Les maillages éléments finis associés ont été mis en place. La labélisation des porosités implique qu'elles ont été considérées dans le maillage éléments finis de façon explicite, ce qui n'était pas le cas dans les modèles idéaux. Des éléments d'interfaces représentant les fissures ont tout de même été positionnés entre les différents fils de l'architecture. Les lois de comportement développées au chapitre précédent pour ces entités y ont été implémentées. Leur paramètre Δ est modifié du fait qu'il ne considère plus que les fissures du matériau. Afin de quantifier l'effet de l'architecture mésoscopique sur le comportement effectif du composite C/C, les modèles idéaux associés à ces cas de références basés images ont été mis en place. Ils présentent les mêmes taux d'endommagements que les précédents. La seule différence repose sur le degré de description de l'architecture mésoscopique du matériau, minimale dans le cas des modèles idéaux et maximale pour ceux basés images, permettant d'obtenir deux extremas de celle-ci.

Simulation d'essais macroscopiques

Afin d'identifier l'effet de la morphologie de l'architecture mésoscopique du composite C/C, des essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température du matériau ont été réalisés sur les modèles basés images et idéaux correspondants à un même cas de référence. La comparaison des résultats obtenus a mis en évidence des écarts entre les réponses des modèles idéaux et celles des modèles basés images. Ceci permet de conclure quant à un **effet avéré de la morphologie de l'architecture sur le comportement effectif du composite C/C**. Une étude plus fine a permis de l'identification de quatre sources de disparités morphologiques pouvant être à l'origine de ces écarts. La première correspond aux décadrages

des orientations réelles des plis par rapport aux orientations théoriques. La seconde est liée à la morphologie des fils d'aiguilletage. La troisième s'intéresse à la morphologie des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli. La quatrième source est uniquement numérique. Elle concerne la représentation des porosités du matériau étudié dans les modèles développés.

Enrichissement et idéalisation morphologique des modèles

L'effet de la morphologie de l'architecture du matériau sur le comportement effectif du composite C/C étant avéré, l'objectif de cette partie était de comprendre plus précisément quelles étaient ses composantes qui l'influençait. Quatre sources de disparités ont été observées entre les descriptions idéales et basés images. Afin de quantifier leur effet sur le comportement de manière individuelle, elles ont été prises en compte individuellement dans les modèles idéaux, par le biais d'enrichissements morphologiques, ou dans les modèles basés images, par idéalisation de leur architecture. La simulation d'essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température a permis d'identifier les caractéristiques morphologiques ayant un effet prépondérant sur le comportement du composite C/C. **Le comportement dans le plan XY est essentiellement influencé par les décalages globaux des plis par rapport aux orientations théoriques. Celui selon l'axe Z dépend principalement de la morphologie des fils d'aiguilletage et des interfaces pli / fil d'aiguilletage associées. En cas de frottement non-négligeable, l'orientation réelle des interfaces pli / pli et fil de pli / fil de pli a une influence sur le comportement et les propriétés du matériau selon l'ensemble de ces axes. De plus, dans le but d'obtenir une modélisation du matériau permettant de prédire fidèlement son comportement, il est nécessaire de modéliser les porosités de manière explicite.** Ceci constitue une limite pour les modèles idéaux dans lesquels une modélisation explicite des porosités n'est pas adaptée. De plus, il a également été observé que les morphologies locales peuvent jouer un rôle variable sur les comportements simulés. Une hypothèse est que leur influence est provoquée par les faibles volumes de matériau étudié. Elle deviendrait négligeable si l'étude était menée sur de plus grands volumes.

Perspectives

La méthode de modélisation basée images actuelle n'est applicable qu'à de petites zones de matériau. En effet, la labélisation qui en est à l'origine est réalisée manuellement. Ceci empêche la comparaison des comportements simulées aux données expérimentales disponibles sur le composite C/C. Par conséquent, la méthode de modélisation réalisée n'est pas prédictive de son comportement, or cette contrainte correspond à la problématique des présents travaux. Pour qu'elle le devienne, une perspective serait de l'étendre à de grandes zones de matériau. Pour cela, un enjeu sera de réussir à mettre en place une méthode automatisée de labélisation des images de tomographies X. L'accent devra être notamment mis sur une description fine des caractéristiques ayant un effet prépondérant sur le comportement effectif du composite C/C. Ces différents points seront traités dans le chapitre suivant.

Chapitre 4

Application de la modélisation à de grandes zones de matériau

Sommaire

4.1 Automatisation de la labélisation des images de tomographie X . 191
4.1.1 Cahier des charges . . . 191
4.1.2 Méthode de labélisation de l'architecture . . . 195
4.1.3 Méthode de labélisation des porosités mésoscopiques . . . 198
4.1.4 Assemblage des masques . . . 199
4.1.5 Validation de la démarche développée . . . 201
4.2 Application à de grandes zones de matériau . . . 217
4.2.1 Détermination des cas d'études . . . 217
4.2.2 Mise en place des modèles . . . 219
4.3 Simulation d'essais macroscopiques . . . 223
4.3.1 Simulation des montées en température sur les modèles représentant le plan XY . . . 223
4.3.2 Simulation de montées en température sur les modèles représentant l'axe Z . . . 225
4.3.3 Synthèse des simulations effectuées et pertinence de la méthode de modélisation développée . . . 227
4.4 Conclusion . . . 229
4.4.1 Perspectives . . . 230

L'objectif principal de cette étude est la mise en place de modèles prédictifs du comportement thermomécanique d'un composite C/C pour application freinage. Dans les chapitres précédents, les aspects régissant son comportement du composite C/C ont été étudiés : son architecture et ses endommagements initiaux. Les méthodes de modélisation correspondantes ont été développées. Un point limitant est la représentation de l'architecture par une modélisation basée images. Reposant sur une labélisation manuelle des images de tomographie X, elle n'est applicable qu'à de petites zones de matériau. Ceci rend impossible la comparaison des comportements simulés aux données expérimentales. Pour y pallier, ***l'objectif de ce chapitre est d'étendre cette méthode à de grandes zones du composite C/C, d'un volume proche du VER (Volume Elémentaire Représentatif)****. Tout d'abord, le développement d'une méthode de labélisation automatique adaptée aux images de tomographies X du composite C/C sera effectué. Ensuite, cette méthode sera appliquée à de grands volumes de ce matériau. Enfin, des essais macroscopiques seront simulés à partir des modèles mis en place. La comparaison des propriétés calculées aux données expérimentales permettra de conclure quant à la pertinence de la méthode de modélisation développée.*

4.1 Automatisation de la labélisation des images de tomographie X

Le but est de proposer une méthode permettant la labélisation automatique des images de tomographies X du composite C/C. Les fils de plis et d'aiguilletage devront y être distingués, de même que les porosités. Les fissures n'y seront pas représentées du fait qu'elles sont modélisées par des éléments d'interfaces. A terme, l'objectif est de générer les modèles basés images de l'architecture mésoscopique.

4.1.1 Cahier des charges

Méthode de description de la morphologie du composite C/C

L'automatisation de la labélisation des images de tomographie X nécessite la mise en place d'une méthode permettant de capter les détails structuraux du matériau. Au chapitre précédent, l'étude de la morphologie de l'architecture du composite C/C a permis l'identification des caractéristiques ayant un effet prépondérant sur son comportement effectif. Afin de mettre en place une modélisation la plus pertinente possible, il est nécessaire de prendre en compte ces caractéristiques le plus fidèlement en en réalisant une description fine :

- Dans le plan XY, les plis et fils de plis devront être bien définis.
- Selon l'axe Z, la morphologie des fils d'aiguilletage devra être correctement retranscrite.
- La modélisation explicite des porosités étant nécessaire, il faudra également les représenter de la manière la plus exhaustive possible.

Ces différents critères entraînent la réalisation de plusieurs filtrages des tomographies X :

- Un premier permettant d'obtenir les masques des plis et fils de plis.

- Un deuxième permettant d'obtenir le masque des fils d'aiguilletage.
- Un dernier permettant d'obtenir le masque des porosités mésoscopiques.

L'observation des tomographies X brutes permet de distinguer deux phases par distinction des niveaux de gris : celles de matériau et celles des porosités et fissures mésoscopiques (figure 4.1-A). Leur traitement direct permet ainsi d'obtenir deux masques : celui des fils avec les fils de plis et d'aiguilletage confondus, celui des porosités et fissures. Concernant le premier, la distinction des fils de plis et d'aiguilletage est nécessaire pour pouvoir leur attribuer des propriétés thermomécaniques différentes. Cependant, aucun détail structural ou lié au niveau de gris ne semble les séparer. Par conséquent, l'application directe de cette méthode paraît être limitée pour obtenir deux masques distincts de ces familles de fils. Pour y pallier, une méthode identifiée est le calcul des orientations préférentielles de chacun des voxels de la tomographie X étudiée. Pour ce faire, la méthode du tenseur de structure (Annexe B) est utilisée. Son application à l'image qui doit être labélisée permet de distinguer les directions préférentielles des constituants de la tomographie : les plis (figure 4.1-B), ainsi que les fils d'aiguilletage (figure 4.1-C). Les fils formant les plis étant orientés selon la même direction, ils ne sont pas séparables par cette méthode. L'utilisation de méthodes de traitement d'images permet le filtrage des plis et des fils d'aiguilletage. Elles aboutissent à l'obtention de masques de ces entités. Pour ce faire, le logiciel de traitement d'images Avizo est utilisé.

Résolution des images de tomographie X

La génération des masques des plis et des fils d'aiguilletage repose sur le traitement des images de directions associées aux tomographies X. Ces orientations sont calculées à partir d'opérations mathématiques réalisées sur les tomographies X de base. Par conséquent, la qualité des filtrages réalisés est directement liée à la qualité des images de tomographies X servant de support à ces calculs. L'observation des fichiers de directions correspondants à différentes images de tomographies X a démontré que :

— Les orientations associées aux plis sont généralement bien déterminées. Ces entités possèdent une morphologie assez constante et une épaisseur conséquente facilitant leur calcul.

— Le calcul des orientations correspondant aux fils d'aiguilletage est beaucoup plus aléatoire. Une difficulté liée à ces entités est leur faible épaisseur ainsi que leur ondulation autour de l'axe Z. Ceci rend difficile leur identification, ce qui entraîne qu'ils sont parfois associés par erreur aux plis.

Une méthode pour réaliser une meilleure description des fils d'aiguilletage serait d'augmenter la résolution des images de tomographies X servant de base aux calculs effectués. Ceci permettrait d'augmenter le nombre de voxels en coeur de fils d'aiguilletage ainsi que de discrétiser plus finement leurs contour. Il faut toutefois la limiter. Une trop forte résolution entraînerait des difficultés de traitement des images, notamment en termes de capacités des ordinateurs. Afin d'identifier la valeur optimale de cette résolution, trois images de tomographies X représentant une même zone de matériau à différentes résolutions ont été utilisées :

— La première à une résolution de 6 μm/pixel.

— La deuxième correspond à la précédente avec l'application d'une sous-résolution par deux, soit 12 μm/pixel.

— La troisième a été effectuée avec une plus forte résolution s'élevant à 2 μm/pixel.

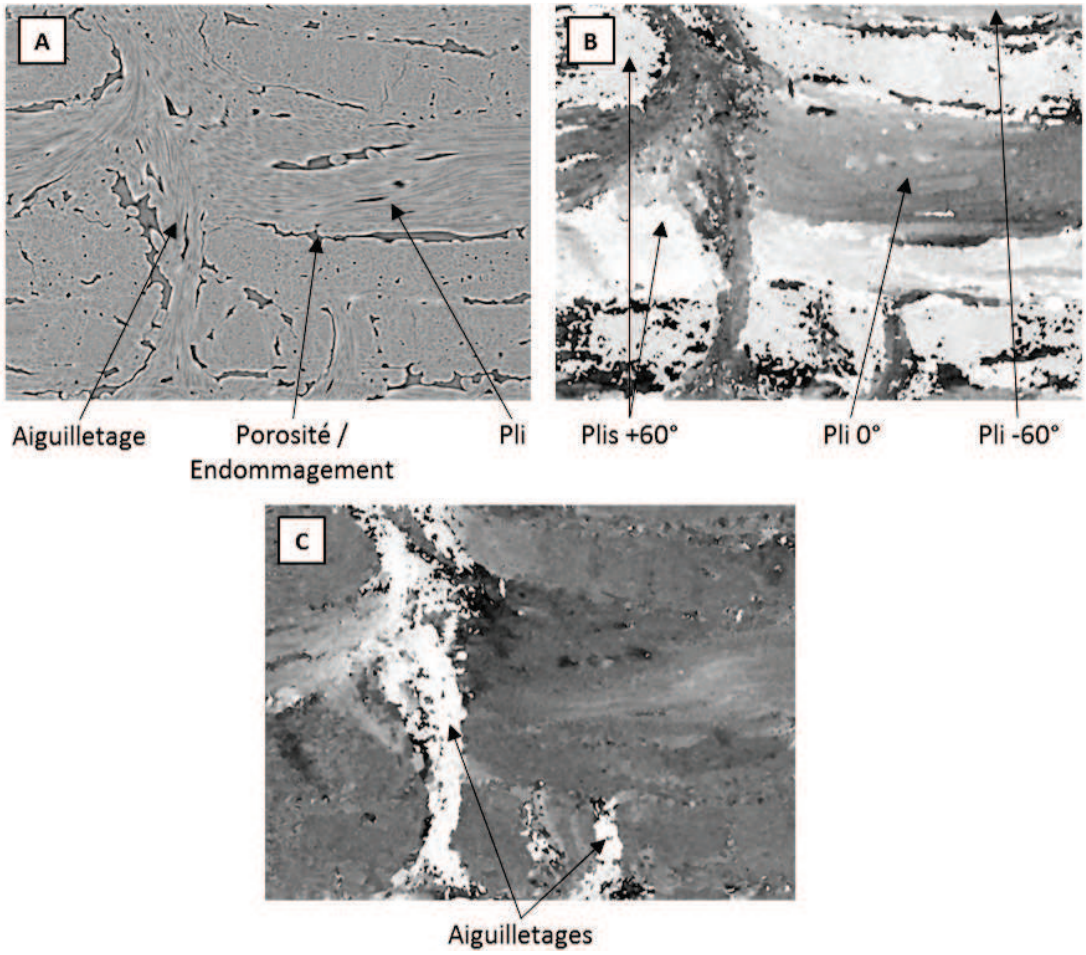

FIGURE 4.1 – Image de tomographie X du composite C/C (résolution : 2 μm/pixel). A : Slice brute dans le plan XZ. B : Slice après calcul des composantes des directions préférentielles selon la direction X en chacun des voxels par application de la méthode du tenseur de structure. C : Slice après calcul des composantes des directions préférentielles selon la direction Z.

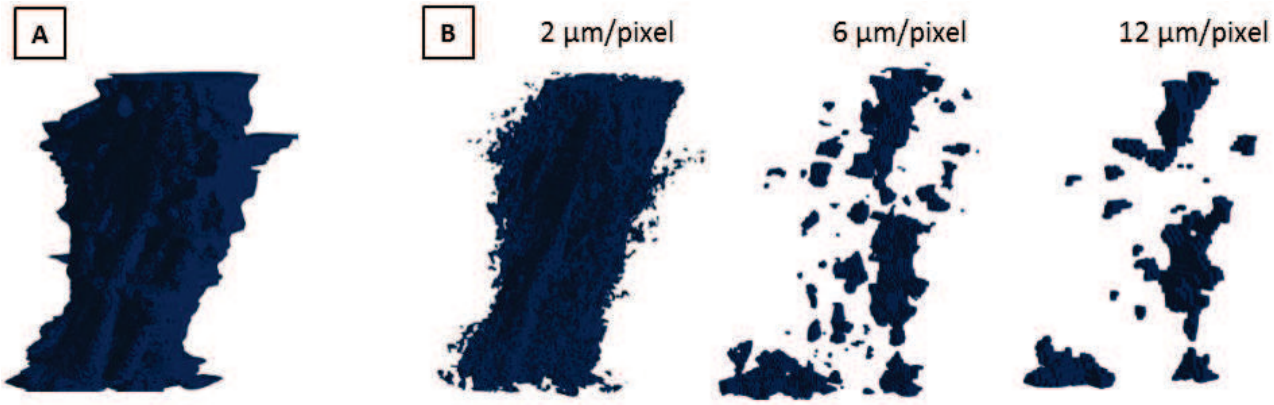

FIGURE 4.2 – Influence de la résolution de la tomographie sur le pourcentage d'aiguilletage filtré. A : Cas de référence segmenté manuellement. B : Fils d'aiguilletage obtenus par filtrage des composantes des directions selon l'axe Z, calculées par la méthode du tenseur de structure, avec des tomographies supports ayant différentes résolutions.

Sur la tomographie ayant la plus forte résolution, un fil d'aiguilletage a été segmenté manuellement (figure 4.2-A). Il constitue le cas de référence de la présente étude. Ensuite, les

composantes des directions selon l'axe Z des trois tomographies ont été calculées. Elles ont ensuite été filtrées selon l'intervalle correspondant aux angles [0°-30°] par rapport à cet axe, valeurs extrêmes considérées par Safran Landing Systems lors de la définition de ces fils. Ces filtrages ont permis l'obtention des fils d'aiguilletage correspondant à celui segmenté manuellement pour chacune des résolutions étudiées (figure 4.2-B). Leur corrélation avec ce premier fil a permis de calculer leurs taux de concordances :

— Un taux de 67% a été obtenu pour une résolution de 2 μm/pixel.
— Un taux de 20% a été obtenu pour une résolution de 6 μm/pixel.
— Un taux de 16% a été obtenu pour une résolution de 12 μm/pixel.

Ceci indique qu'il est indispensable de travailler sur des tomographies ayant pour résolution 2 μm/pixel pour réaliser leur labélisation automatique. Elles permettront de décrire fidèlement les fils d'aiguilletage et de mettre en place une méthode de labélisation automatique pertinente de ces images. De plus, la valeur de 2 μm correspond aux ouvertures normales des plus petites fissures (fil de pli/fil de pli). Pour pouvoir les capter lors des traitements d'images, il est nécessaire que les tomographies aient au minimum cette valeur de résolution.

Mise en place de la démarche de labélisation automatique

Le développement de la démarche de labélisation est effectué sur un petit volume du composite C/C (figure 4.3). Il constitue le cas de référence 1. Le but est de pouvoir lui confronter la labélisation manuelle correspondante. Cette zone est formée de trois plis orientés successivement de manière préférentielle à 0°/-60°/+60°. Le fil d'aiguilletage qu'elle possède est non-traversant. Il représente 11% du volume total de l'échantillon. Les endommagements en forment eux 7%. La tomographie qui lui est associée est résolue à 2 μm/pixel.

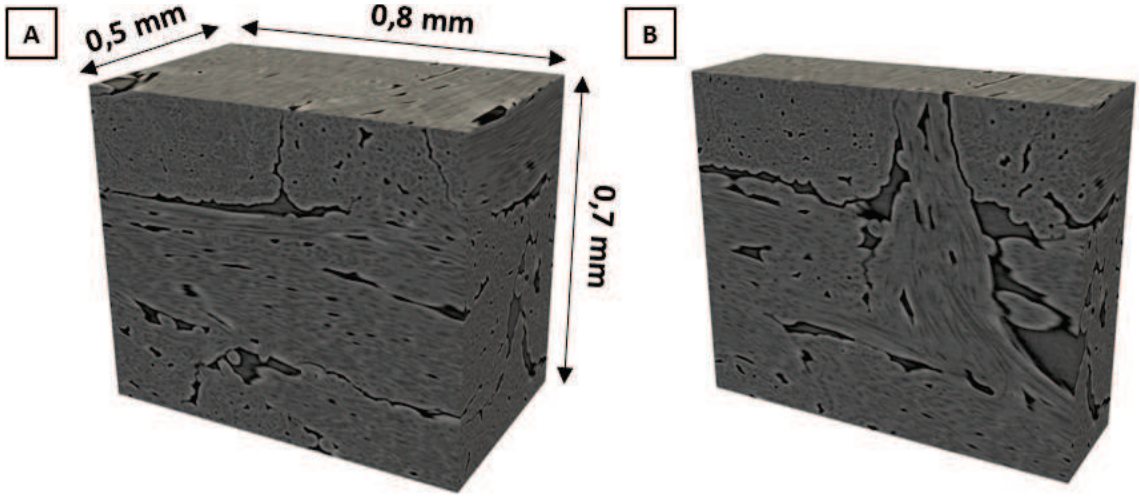

FIGURE 4.3 – Cas de référence 1 servant au développement de la méthode d'automatisation de la labélisation. A : Tomographie X de la zone (résolution : 2 μm/pixel). B : Coupe sur l'aiguilletage dans le plan XZ.

Trois masques sont à générer :

1. Le masque des plis et fils de plis.
2. Le masque des fils d'aiguilletage.
3. Le masque des porosités.

Ces masques sont ensuite assemblés. L'image labélisée associée à la tomographie X de base est alors obtenue. Le maillage éléments finis correspondant est généré selon la démarche utilisée au chapitre 3. Cette méthode sera ensuite validée par la simulation d'essais macroscopiques. Les comportements obtenus seront alors comparés à ceux calculés à partir de l'image labélisée manuellement. Ceci permettra de conclure sur la qualité de la méthode développée.

Afin de tester sa robustesse, cette méthode est ensuite appliquée à une seconde zone de matériau ayant un volume semblable au précédent. Elle constitue le cas de référence 2. En effet, dans le but d'étendre cette méthode à de grandes zones de tomographies X, il est nécessaire qu'elle soit applicable à différentes parties de tomographies X, et pas seulement adaptée à des zones précises de celles-ci.

4.1.2 Méthode de labélisation de l'architecture

L'architecture du composite C/C est composée des plis et fils de plis, ainsi que des fils d'aiguilletage. La génération des masques leur correspondant repose sur le calcul du tenseur de structure. Les orientations de la tomographie sont calculées selon les composantes X et Z. Le fichier représentant la composante X est à l'origine du masque des plis et fils de plis. Celui représentant la composante Z aboutit au masque des fils d'aiguilletage. Les images de directions correspondant au cas de référence 1 sont disponibles en figure 4.4.

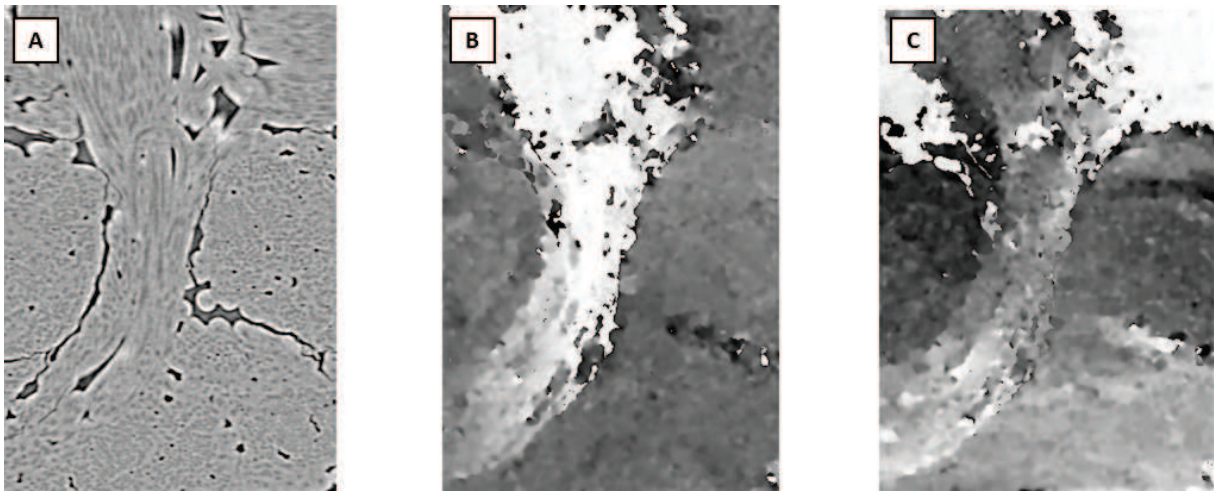

FIGURE 4.4 – Cas de référence 1. A : Slice XZ extraite de la tomographie X de la zone (résolution : 2 μm/pixel). B : Composantes X des directions calculées par la méthode du tenseur de structure. C : Composantes Z des directions calculées par la méthode du tenseur de structure.

Masque des plis

Le masque des plis est obtenu par traitement des images de directions représentant la composante X. L'application de différents filtres aboutit à l'extraction de chacun des plis ayant une même direction préférentielle. Le détail des étapes réalisées est disponible en Annexe B. Les images issues des filtrages associés à chacun des plis de la slice de tomographie de la figure 4.4 sont disponibles en figure 4.5. Il est à noter qu'une limite du traitement des fichiers de directions est qu'ils aboutissent à l'extraction des plis dans leur globalité. Les fils de plis ne sont pas distinguables entre-eux. De plus, des parties de fils d'aiguilletage ainsi que des endommagements initiaux (porosités et fissures) y apparaissent également. Ces zones seront traitées lors de l'assemblage des différents masques entre-eux.

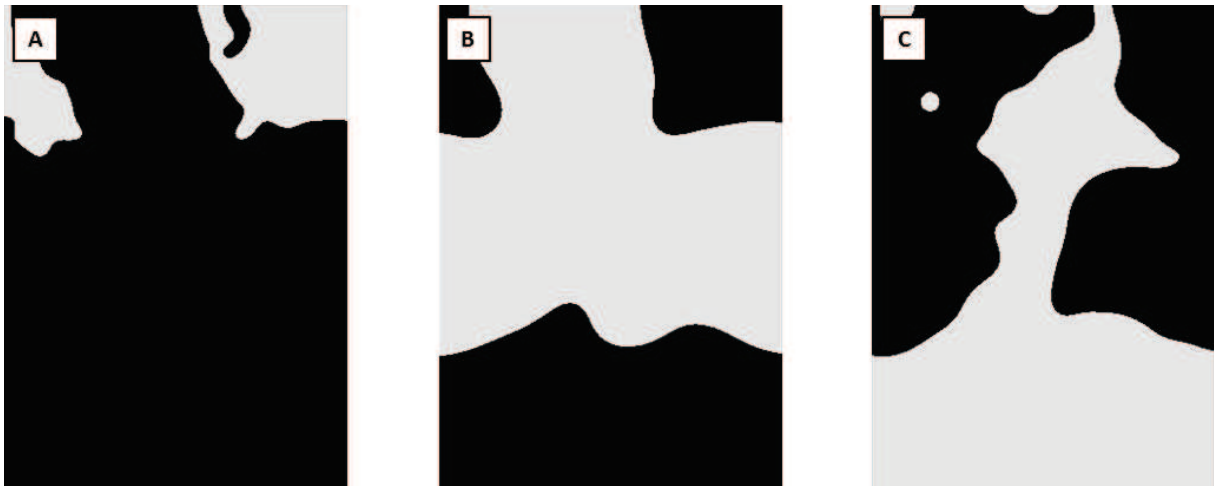

FIGURE 4.5 – Cas de référence 1 - Filtrage des plis de la tomographie X (résolution : 2 μm/pixel). A : Filtrage du pli à 0°. B : Filtrage du pli à -60°. C : Filtrage du pli à +60°.

Ces masques sont ensuite assemblés pour former le masque des plis présenté en figure 4.6-B. La méthode utilisée est expliquée en détail en Annexe B. Sa comparaison avec la tomographie X de base (figure 4.6-A) permet de conclure que la méthode de filtrage appliquée est pertinente. L'analyse des niveaux de gris composant ce masque est disponible sur l'histogramme de la figure 4.6-C. Il permet de remarquer les trois niveaux correspondant aux trois orientations de plis formant le cas d'étude. D'autres valeurs parasites sont également notables. Elles sont présentes du fait des recouvrements de plis qui aboutissent à de nouveaux niveaux de gris. Ces dernières valeurs seront attribuées à la phase à laquelle elles appartiennent réellement (plis, fils d'aiguilletage, endommagements) au cours de l'assemblage final des masques.

Masque des fils d'aiguilletage

Le masque des fils d'aiguilletage est obtenu à partir du traitement des directions suivant leur composante Z. La séquence de filtrage qui leur a été appliquée est présentée en Annexe B. Elle permet d'aboutir au masque de la figure 4.7-B. Sa comparaison avec la tomographie X lui servant de support (figure 4.7-A) atteste d'un filtrage en accord avec la morphologie réelle du fil d'aiguilletage étudié. Le choix de réaliser les traitements de ces fils à partir d'une tomographie ayant pour résolution 2 μm/pixel est pertinent. Cette morphologie sera affinée lors de l'assemblage des masques entre-eux. Il est à noter l'arrêt du filtrage de ce fil lorsque les directions Z le composant deviennent trop faibles. Le fil d'aiguilletage se transforme alors en fil de pli.

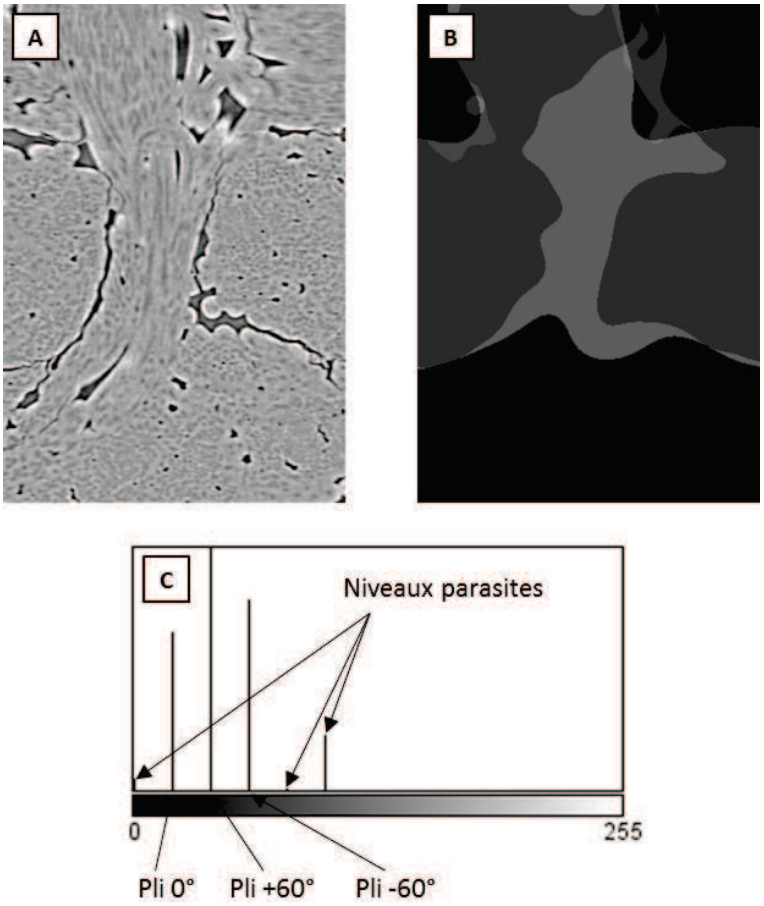

FIGURE 4.6 – Cas de référence 1 - Assemblage des masques des plis de la tomographie X (résolution : 2 μm/pixel). A : Slice de tomographie X de base. B : Masque des plis obtenu à partir de l'assemblage de leurs filtrages individuels. C : Histogramme des niveaux de gris correspondant au masque des plis.

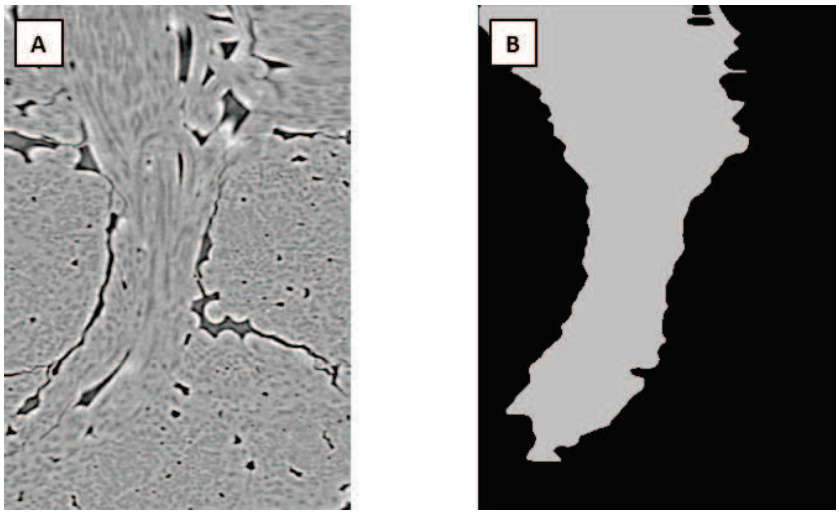

FIGURE 4.7 – Cas de référence 1 - Filtrage du fil d'aiguilletage de la tomographie X (résolution : 2 μm/pixel). A : Slice de tomographie X de base. B : Filtrage du fil d'aiguilletage.

4.1.3 Méthode de labélisation des porosités mésoscopiques

Les porosités mésoscopiques sont directement distinguables sur les tomographies X brutes. Par conséquent, leur labélisation est directement réalisée sur ces images. Une difficulté sera de réussir à ne filtrer que ces entités en s'affranchissant des fissures mésoscopiques ainsi que des endommagements à l'échelle microscopique, également présentes sur ces images. Dans le masque réalisé, la position des fissures mésoscopiques sera tout de même retenue. Elle y sera représentée de manière filaire afin de ne pas être maillée ultérieurement dans le modèle réalisé. Elle sera utilisée lors de l'assemblage des masques réalisés. Elle permettra de positionner les frontières entre les différents fils du composite C/C.

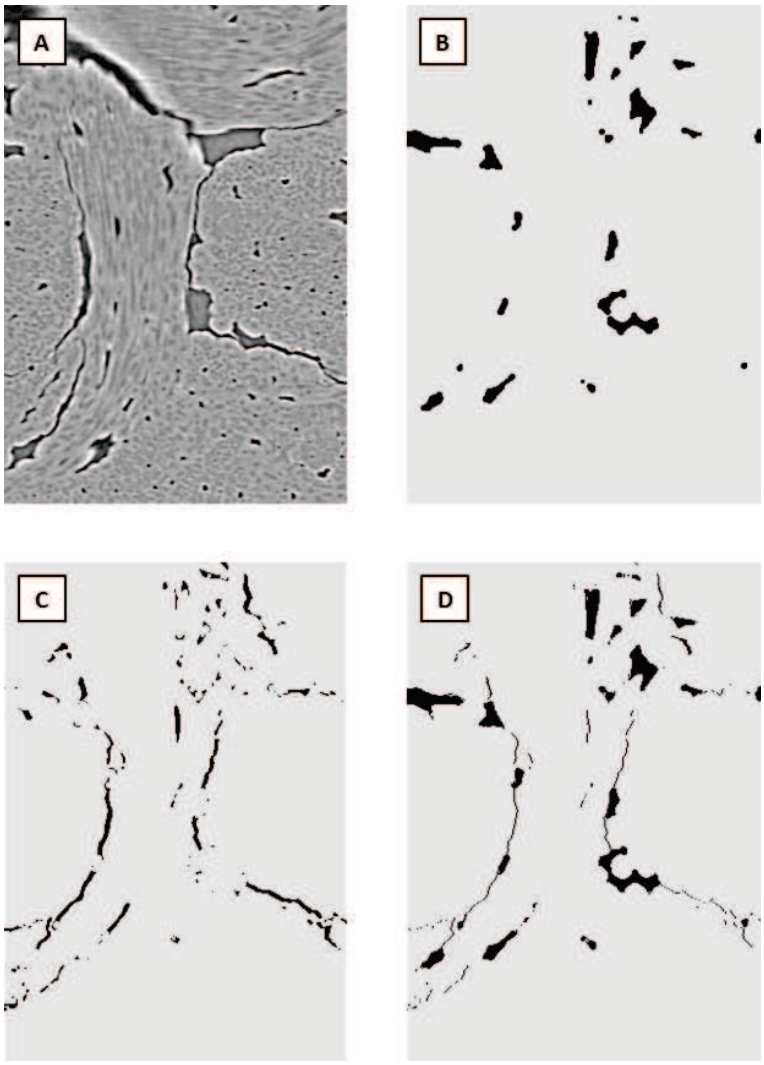

FIGURE 4.8 – Cas de référence 1 - Filtrage des porosités et fissures mésoscopiques de la tomographie X (résolution : 2 μm/pixel). A : Slice de tomographie X de base. B : Filtrage des porosités. C : Filtrage des fissures. D : Assemblage des masques des porosités et fissures "squelétisées".

Le masque des porosités et fissures est obtenu par l'application d'une composition de filtres. Cet enchaînement d'opérations est détaillé en Annexe B. Il aboutit aux masques des porosités et fissures présentés en figures 4.8-B et 4.8-C. Leur comparaison à la tomographie X servant de support à cette étude (figure 4.8-A) atteste de la pertinence de cette méthode, tant des points

de vues de la distinction de ces entités à l'échelle mésoscopique que de la non-prise en compte de celles à l'échelle microscopique. Ces deux masques sont ensuite assemblés (figure 4.8-D). Pour cela, celui correspondant aux porosités reste inchangé. Le masque des fissures est quant à lui "squelétisé".

4.1.4 Assemblage des masques

L'obtention de l'image labélisée correspondant à la tomographie X étudiée est réalisé par l'assemblage des masques des plis, des fils d'aiguilletages et des porosités obtenus précédemment. Différentes étapes sont effectuées :

1. Ces masques sont superposés les uns aux autres. Des zones de recouvrements apparaissent entre les masques. Elles sont identifiables par leurs labels, différents de ceux associés aux masques précédents. Leurs valeurs sont la résultante de l'addition de ceux associés aux zones superposées.
2. Une méthode de "Connected Components" est appliquée à l'image obtenue. Elle permet de discrétiser chaque zone fermée en une entité indépendante associée à un label donné. C'est à cette étape que le recours à la "squelétisation" des fissures dans le masque des porosités prend tout son effet. Les lignes formant ce squelette permettent la séparation de grandes zones de l'image labélisée en entités indépendantes et ainsi de parfaire les interfaces du composite C/C.
3. Les labels de l'image ne correspondant à aucune des entités pli, fil d'aiguilletages ou porosités, leurs sont réattribués. Pour cela, les îlots formés d'un nombre de voxels inférieur à une certaine limite sont assignés au voisin qui partage leur plus grande interface.
4. Les interfaces des labels restants sont adoucies pour mieux correspondre au cas réel.

L'ensemble de ces étapes appliquées à la tomographie X de référence est présenté en figure 4.10. Une limite notable est la non-distinction des fils de plis au sein des plis. Les fissures fil de pli/fil de pli ne sont pas systématiquement traversantes de par en par des plis selon la direction verticale. Par conséquent, elles n'ont pas été considérées comme frontières lors de la séparation des entités par la méthode de "Connected Components". Un choix de représentation de leur scission sera présenté au paragraphe suivant.

Méthode de division des plis en fils de plis

La séparation des plis en fils de plis est aléatoire. L'observation d'images de micrographies et tomographies X permet de constater qu'elle n'est pas systématiquement traversante. Elle peut être réalisée de façon verticale ou oblique (figure 4.9).

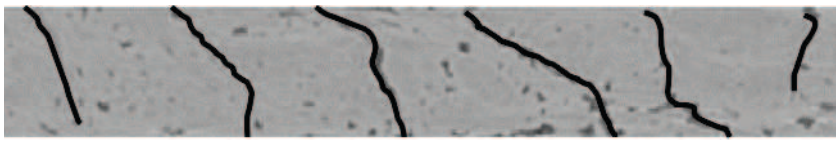

FIGURE 4.9 – Tomographie X (résolution : 2 μm/pixel) montrant les séparations entre fils.

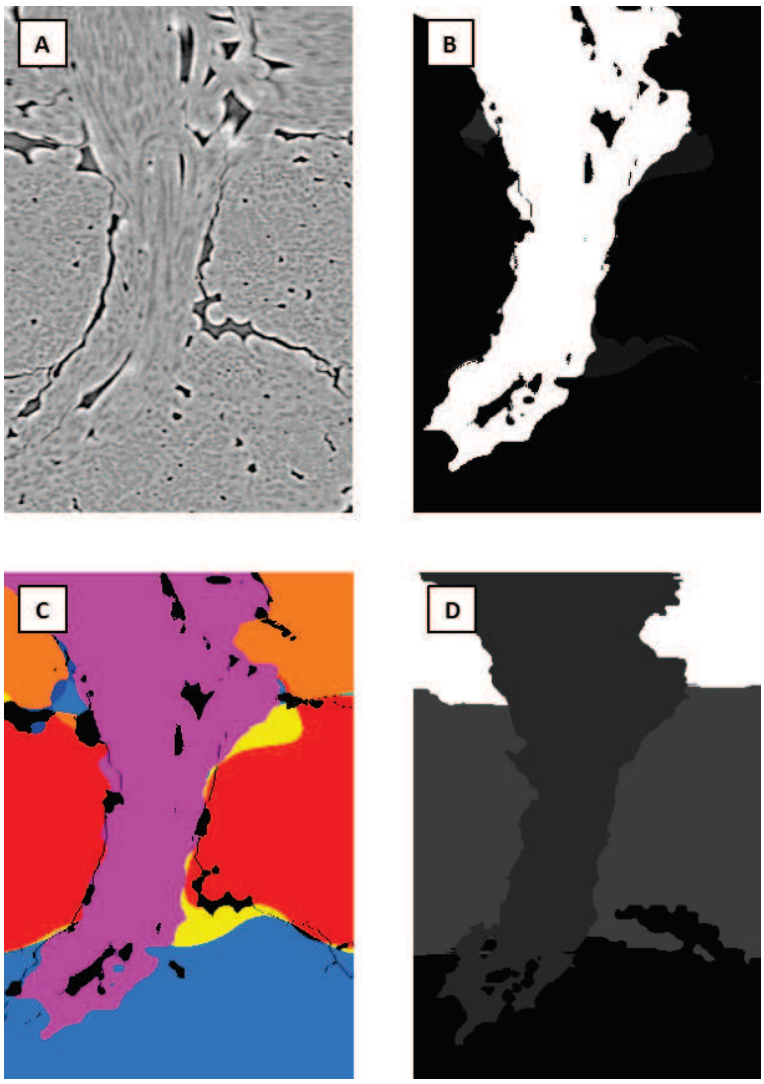

FIGURE 4.10 – Cas de référence 1 - Assemblage des masques obtenus précédemment par traitement d'images. A : Slice de tomographie X de base (résolution : 2 μm/pixel). B : Assemblage brute des masques. C : Division en entités indépendantes par méthode de "Connected Components". D : Image labélisée finale de la tomographie d'étude après réattribution des îlots indépendants et adoucissement des interfaces.

Dans le cas de la labélisation manuelle, les choix de séparations entre fils sont réalisés arbitrairement. Concernant la labélisation automatisée, leur distinction par traitement des images de tomographies X est limitée. Par conséquent, une méthode permettant de les séparer au sein des plis obtenus par filtrage est établie. Elle doit permettre leur séparation au plus proche des interfaces fil de pli/fil de pli, tout en étant automatisable. Elle consiste à séparer les plis en fils par des plans verticaux. Ces plans sont orientés selon la direction préférentielle théorique du pli considéré. Ils sont espacés de la valeur du diamètre moyen des fils de plis. Caractérisé au chapitre 1, il s'élève à 400 μm.

L'étude réalisée au chapitre précédent a démontré que la modélisation des interfaces fil de pli/fil de pli par des plans verticaux orientés selon leurs directions théoriques n'était pas la plus exacte pour prédire le comportement effectif du composite C/C. Ceci était notamment vrai lors de sollicitations impliquant du frottement dans ces interfaces. Cependant, celle-ci paraît comme étant la plus automatisable car elle ne nécessite pas une étude unitaire de l'ensemble des interfaces de ce type au sein de la tomographie X support de la modélisation effectuée. Sa pertinence

sera discutée lors de la validation de la démarche développée présentée dans les paragraphes suivants. L'illustration de son application au cas de référence étudié est disponible en figure 4.11.

FIGURE 4.11 – Cas de référence 1 - Division des plis en fils de plis. A : Slice dans le plan XY de tomographie X de base extraite d'un pli orienté à +60° (résolution : 2 μm/pixel). B : Labélisation manuelle des fils de plis. C : Division des plis en fils de plis par des plans verticaux espacés suite à l'application du critère du diamètre moyen de fil.

4.1.5 Validation de la démarche développée

La validation de la méthode d'automatisation de la labélisation de tomographies X a été réalisée sur deux cas d'études. Le premier correspond à celui utilisé pour son développement. Il a été exposé dans les paragraphes précédents. Le second a été mis en place à partir d'une autre zone de la tomographie X étudiée. Il sert à tester la robustesse de cette méthode.

Pour chacun, leurs labélisations ont été effectuées de façon manuelles et automatisées. Les labélisations manuelles constituent les cas de références. Les labélisations automatisées, sont l'application de la méthode développée. Des essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température ont été ensuite simulés de manière identique sur ces deux types de modèles. La comparaison des réponses obtenues a alors permis de conclure quant à la pertinence de la méthode de labélisation automatisée mise en place.

Cas d'étude 1

Le premier cas d'étude a été présenté précédemment au cours du développement de la méthode de labélisation automatique. L'image de tomographie X qui lui est associée est disponible en figure 4.12-A. Elle a été labélisée manuellement (figure 4.12-B) par le biais du logiciel Avizo. La méthode de labélisation automatique précédemment développée lui a également été appliquée (figure 4.12-C).

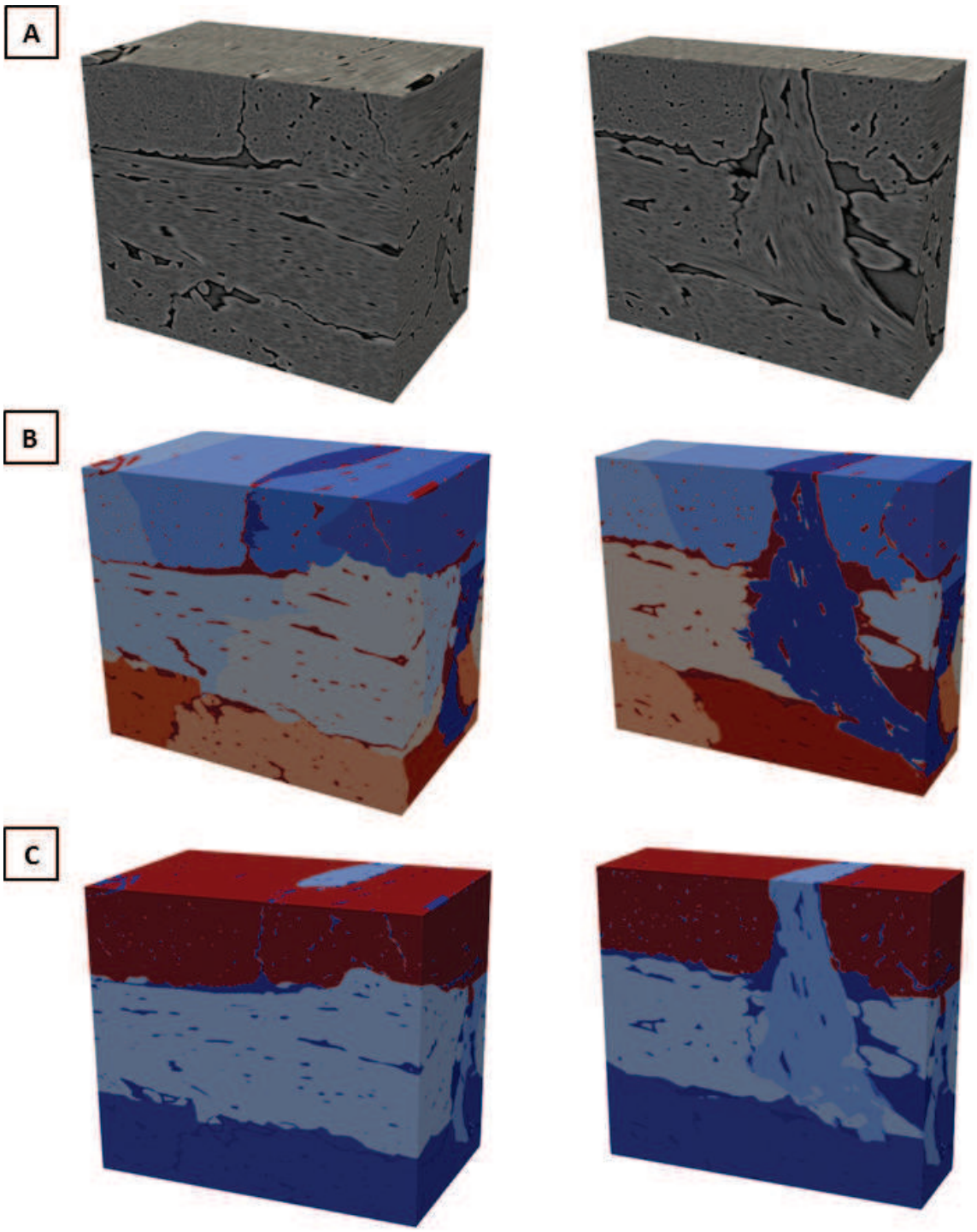

FIGURE 4.12 – Cas d'étude 1. A : Tomographie X de base complète et coupe sur l'aiguilletage (résolution : 2 μm/pixel). B : Labélisation manuelle par fil correspondant à la tomographie. C : Labélisation automatique par fil correspondant à la tomographie X.

Les maillages éléments finis correspondants aux images labélisées ont été générés à partir de la méthode développée par [Mazars *et al.*, 2017] et utilisée dans le chapitre 3 de ce manuscrit. Des éléments d'interfaces représentant les fissures ont été placés entre les différentes entités du composite C/C : entre deux plis, entre deux fils de plis, ou entre un fil de pli et un fil d'aiguilletage. Des lois de comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement développées par [Gillard, 2017] leurs ont été conférées (chapitre 2). Les valeurs des paramètres qui leurs sont associés sont présentées dans le tableau 4.1. Elles correspondent à celles utilisées

dans les modélisations basées images développées au chapitre 3. Les modèles obtenus sont disponibles en figure 4.13.

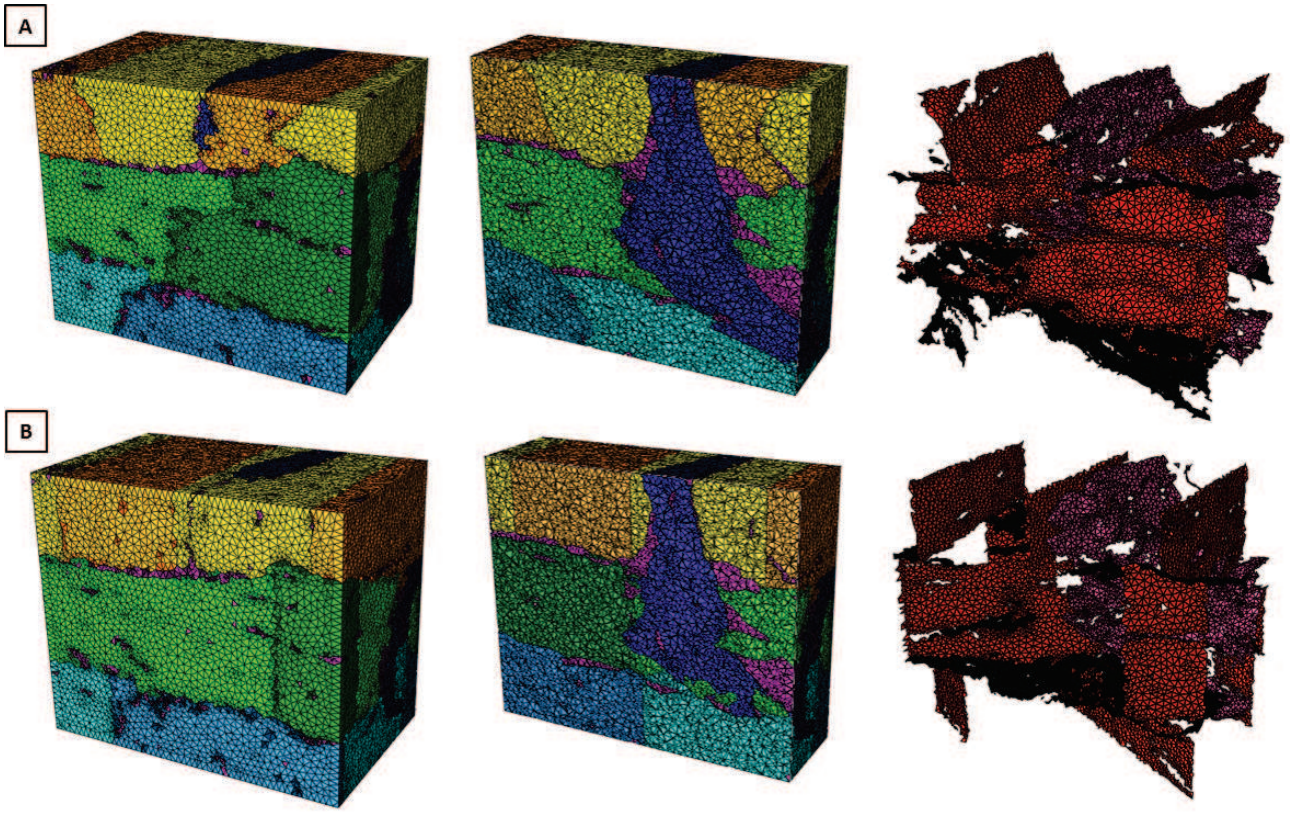

FIGURE 4.13 – Cas d'étude 1. A : Modélisation réalisée à partir de la labélisation manuelle de l'image de tomographie X : modèle complet, coupe sur l'aiguilletage, éléments d'interfaces. B : Modélisation réalisée à partir de la labélisation automatique de l'image de tomographie X : modèle complet, coupe sur l'aiguilletage, éléments d'interfaces.

Paramètre	Symbole	Unité	Valeur
Rigidité d'interface	K	$N.mm^{-1}$	10^8
Epaisseur de rugosité	δ_r	μm	7
Coefficient de frottement	μ	-	0.3
Ouverture moyenne d'interface pli/pli	$\Delta_{pli/pli}$	μm	4
Rigidité de rugosité pli/pli	$K_{r-pli/pli}$	$N.mm^{-1}$	23500
Ouverture moyenne d'interface fil de pli/aiguilletage	$\Delta_{fil-pli/aiguilletage}$	μm	3
Rigidité de rugosité fil de pl /aiguilletage	$K_{r-fil-pli/aiguilletage}$	$N.mm^{-1}$	18650
Ouverture moyenne d'interface fil de pli/fil de pli	$\Delta_{fil-pli/fil-pli}$	μm	2
Rigidité de rugosité fil de pli/fil de pli	$K_{r-fil-pli/fil-pli}$	$N.mm^{-1}$	25000

TABLE 4.1 – Paramètres d'interfaces identifiés pour les différentes familles de fissures à l'échelle mésoscopique.

Il a été choisi de mener la validation de la méthode de labélisation en deux étapes. Dans la première, seuls les plis ne sont pas scindés en fils. Cette étape permettra de valider la méthode

de labélisation automatique associée aux plis, fils d'aiguilletage et porosités. La seconde étape considère en plus de la précédente la distinction des fils dans les plis du composite C/C. Elle indiquera ainsi la pertinence du choix de leur représentation par des plans verticaux.

- Etape 1 : La première étape de validation ne prend en compte que les fils d'aiguilletage, les porosités et endommagements mésoscopiques et les plis composant le composite C/C. Ces derniers ne sont pas divisés en fils de plis. Les interfaces fil de pli/fil de pli sont désactivées. Les liens entre ces fils sont alors parfaits, les plis sont monoblocs. Les modèles correspondants sont présentés en figure 4.14.

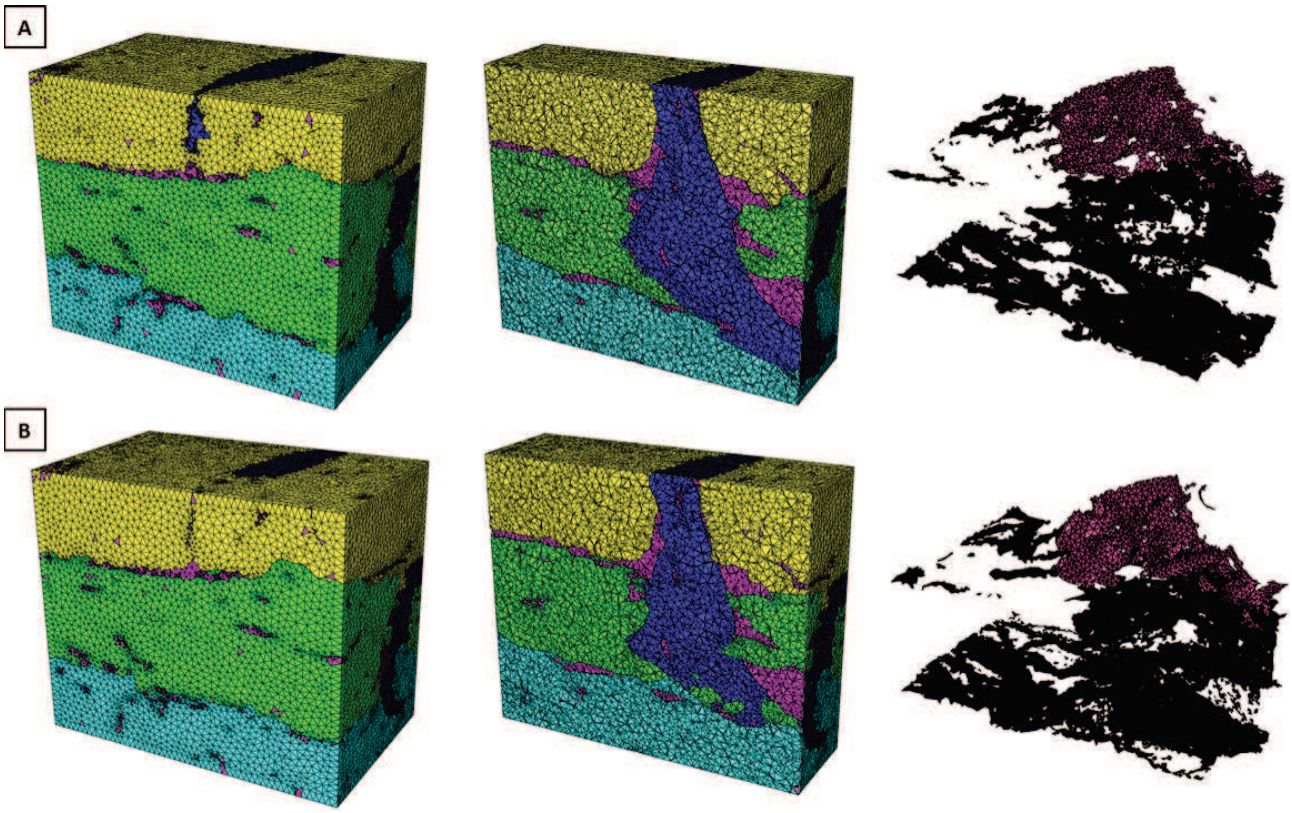

FIGURE 4.14 – Cas d'étude 1. A : Modélisation réalisée à partir de la labélisation manuelle de l'image de tomographie X sans distinction des fils de plis : modèle complet, coupe sur l'aiguilletage, éléments d'interfaces. B : Modélisation équivalente à la précédente mais réalisée à partir de la labélisation automatique de l'image de tomographie X.

La validation de la méthode de labélisation est réalisée par la simulation d'essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température sur les deux types de modèles. Les réponses simulées sont comparées. Ceci permet de conclure quant à la pertinence de la méthode développée concernant la représentation des plis, des fils d'aiguilletage et des porosités. Les courbes correspondants à des essais de traction X, traction Z, compression Z, et cisaillement XY et XZ réalisés à température ambiante ainsi que de simulations de la montées en température du matériau sont disponibles en figures 4.15 et 4.16.

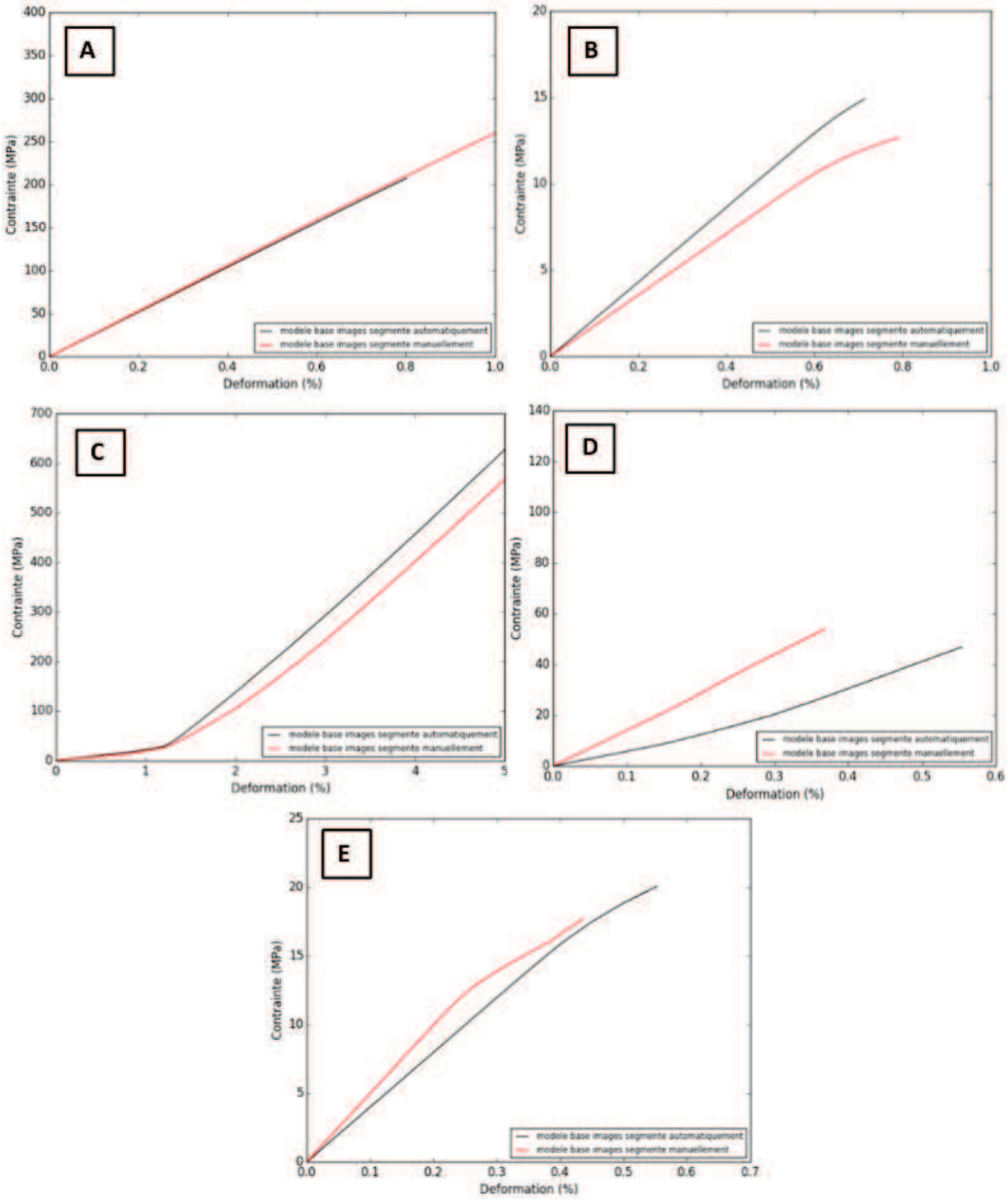

FIGURE 4.15 – Cas d'étude 1 - Simulations d'essais macroscopiques à température ambiante sur les modèles obtenus par labélisations manuelles et automatiques sans distinction des fils de plis. A : Traction X. B : Traction Z. C : Compression Z. D : Cisaillement XY. E : Cisaillement XZ.

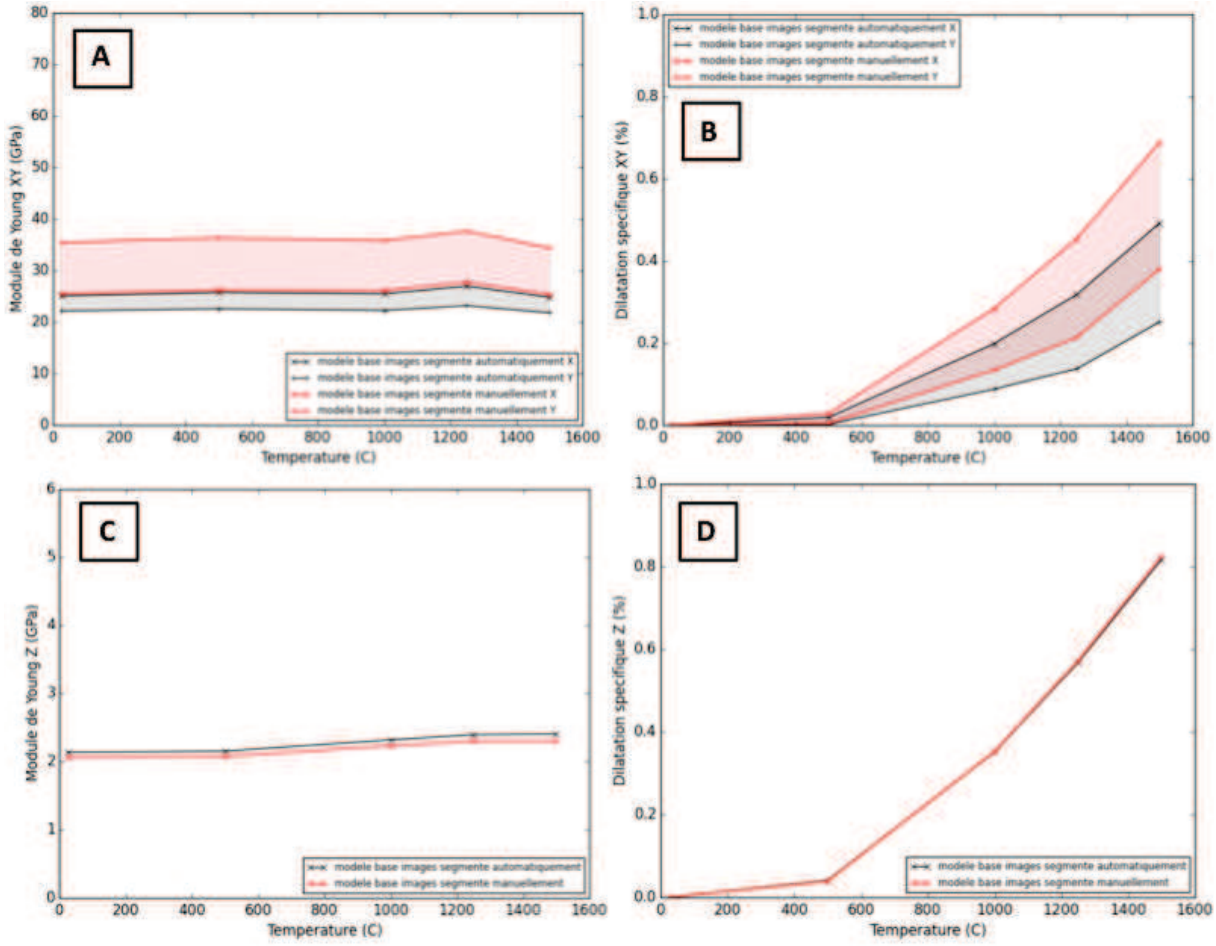

FIGURE 4.16 – Cas d'étude 1 - Simulations de montées en température sur les modèles obtenus par labélisations manuelles et automatiques sans distinction des fils de plis. A : Modules de Young XY. B : Coefficients de dilatation spécifique XY. C : Modules de Young Z. D : Coefficients de dilatation spécifique Z.

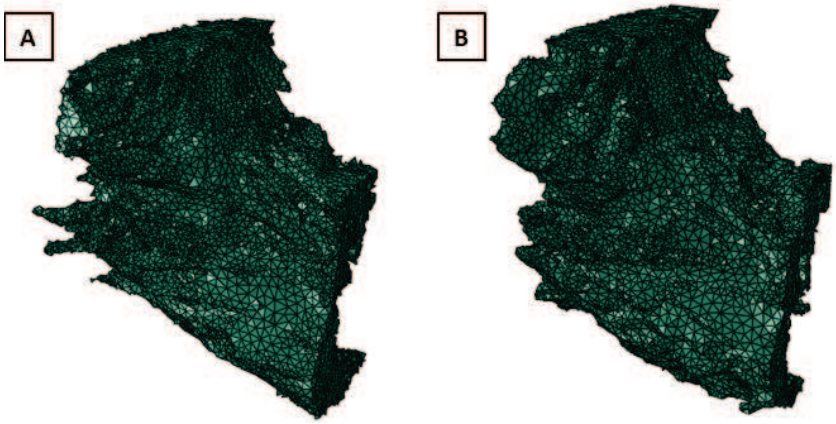

FIGURE 4.17 – Cas d'étude 1. A : Fil d'aiguilletage obtenu suite à la labélisation manuelle. B : Fil d'aiguilletage obtenu suite à la labélisation automatique.

L'analyse de ces courbes permet de réaliser plusieurs observations :

1. De faibles écarts sont notables entre les réponses obtenues. Ceci permet de conclure quant à la pertinence de la méthode de labélisation automatique concernant la modélisation des plis, fils d'aiguilletage, porosités et que des éléments d'interfaces mésoscopiques qui leurs sont associés : pli/pli et pli/fil d'aiguilletage.
2. Les faibles écarts résiduels entre les courbes de réponses sont provoqués par de légères différences de morphologies entre les entités réelles et obtenues de manière automatique. Par exemple, concernant les fils d'aiguilletage (figure 4.17), elles influent sur les réponses selon l'axe Z du composite C/C.

- Etape 2 : La deuxième étape de la validation est réalisée en prenant en compte la scission des plis en fils de plis. Son but est d'évaluer la justesse de la méthode de modélisation retenue pour ces fils. Pour cela, les modèles précédemment présentés en figure 4.18 seront considérés.

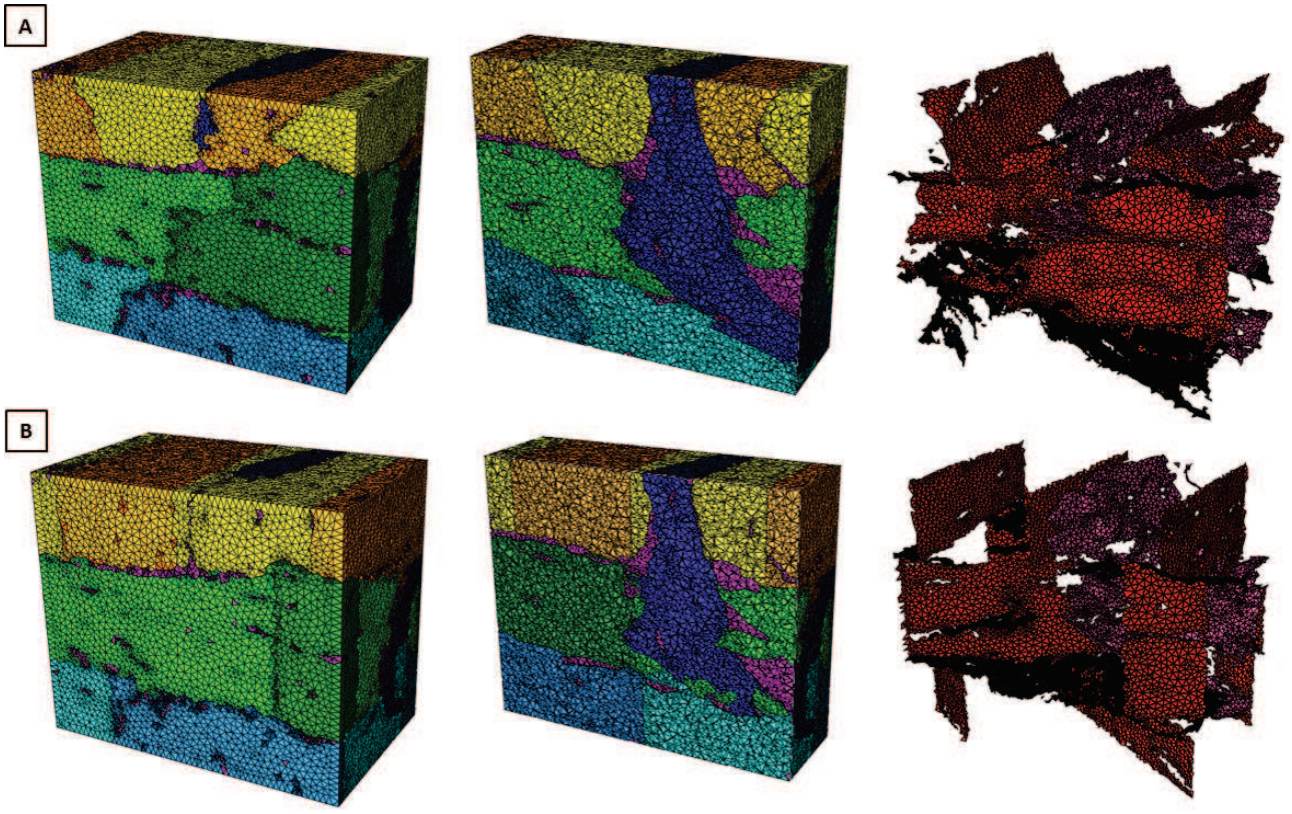

FIGURE 4.18 – Cas d'étude 1. A : Modélisation réalisée à partir de la labélisation manuelle de l'image de tomographie X avec distinction des fils de plis : modèle complet, coupe sur l'aiguilletage, éléments d'interfaces. B : Modélisation équivalente à la précédente mais réalisée à partir de la labélisation automatique de l'image de tomographie X.

Des simulations d'essais de traction X, traction Z, compression Z, et cisaillement XY et XZ réalisées à température ambiante, ainsi que des simulations de la montée en température leurs ont été appliqués. Les courbes correspondantes sont exposées en figures 4.19 et 4.20.

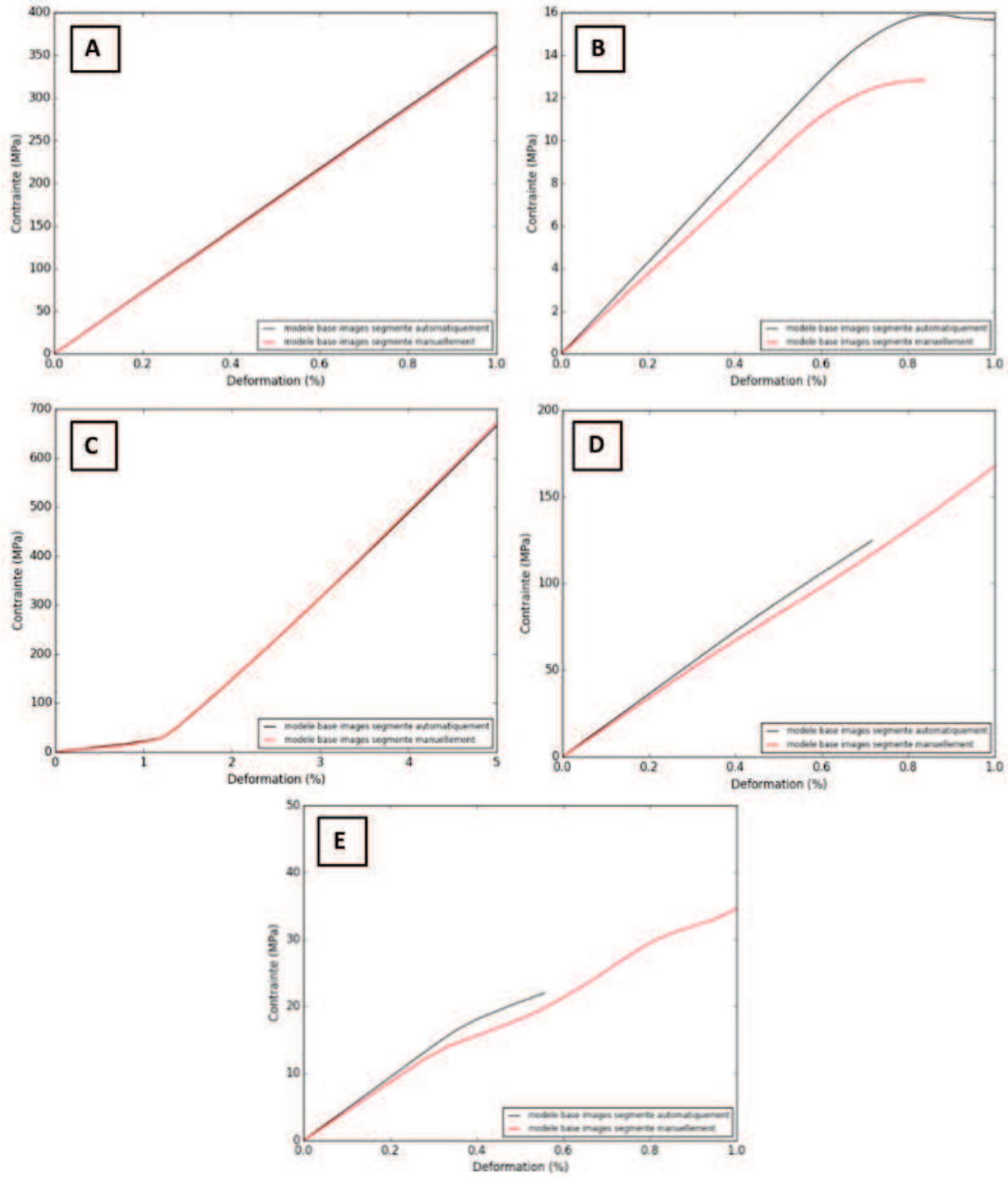

FIGURE 4.19 – Cas d'étude 1 - Simulations d'essais macroscopiques à température ambiante sur les modèles obtenus par labélisations manuelles et automatiques. A : Traction X. B : Traction Z. C : Compression Z. D : Cisaillement XY. E : Cisaillement XZ.

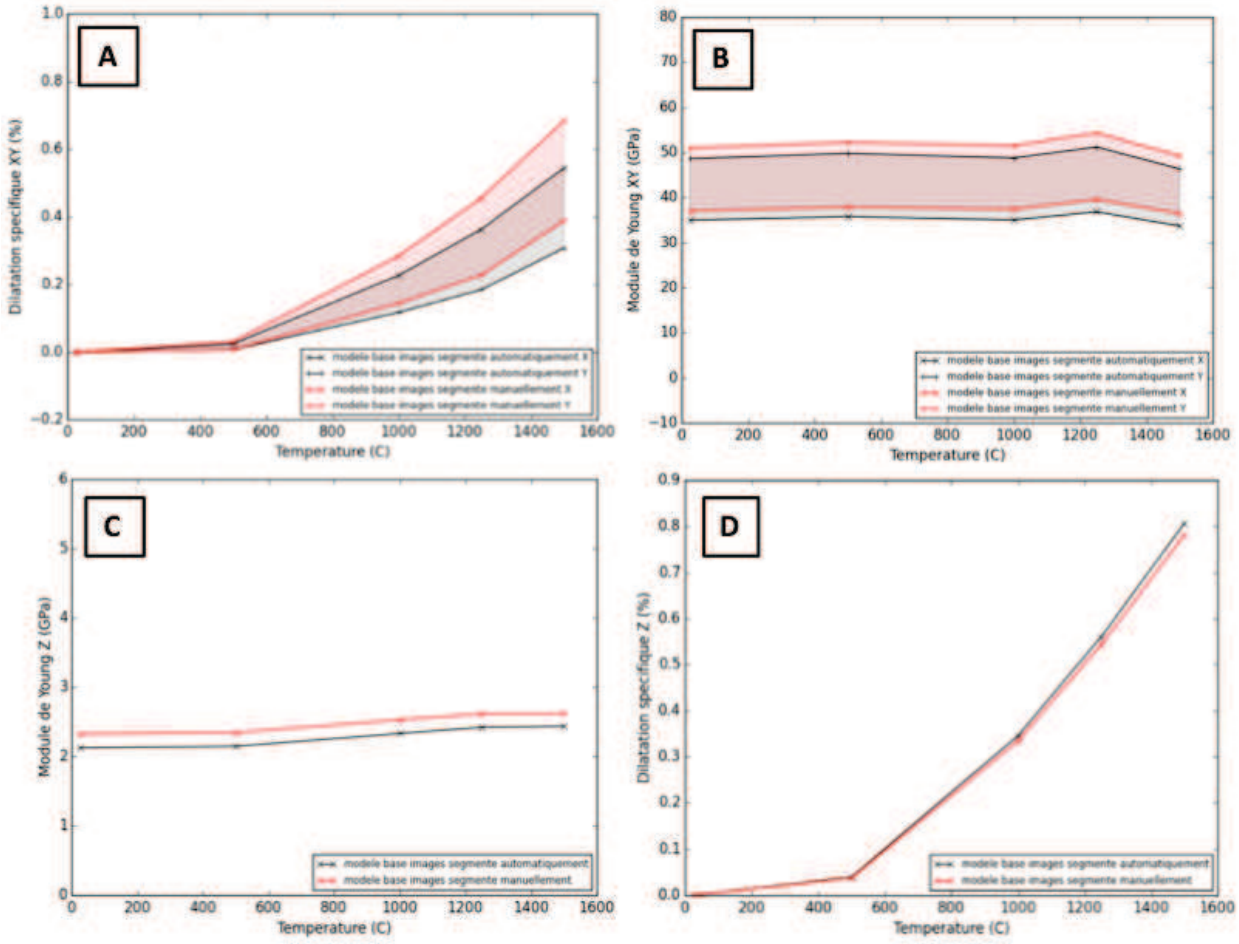

FIGURE 4.20 – Cas d'étude 1 - Simulations de montées en température sur les modèles obtenus par labélisations manuelles et automatiques. A : Modules de Young XY. B : Coefficients de dilatation spécifique XY. C : Modules de Young Z. D : Coefficients de dilatation spécifique Z.

Leur analyse permet de constater des écarts plus prononcés que précédemment entre les réponses obtenues. Ils doivent être liés aux disparités entre les morphologies réelles et automatisées des fils de plis.

Afin de vérifier cette hypothèse, ces interfaces ont été enrichies morphologiquement selon la même méthode que celle utilisée dans le chapitre 3. Pour cela, chacune des interfaces fil de pli/fil de pli réelle a été fittée par un plan. Le calcul de leurs décadrages moyens par rapport aux interfaces théoriques a été mené. Les angles obtenus ont ensuite été appliqués aux interfaces fil de pli/fil de pli précédemment verticales, permettant l'obtention du modèle présenté en figure 4.21.

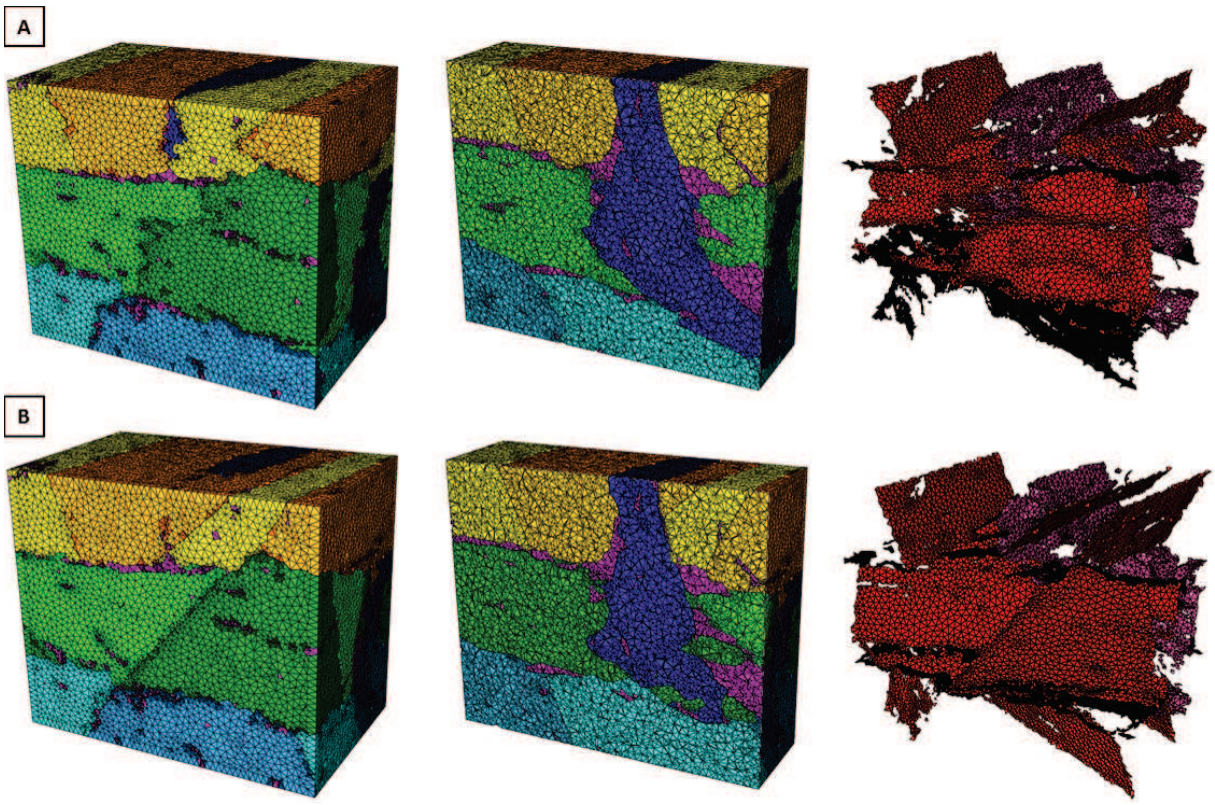

FIGURE 4.21 – Cas d'étude 1. A : Modélisation réalisée à partir de la labélisation manuelle de l'image de tomographie X sans fitting des interfaces fil de pli/fil de pli : modèle complet, coupe sur l'aiguilletage, éléments d'interfaces. B : Modélisation réalisée à partir de la labélisation manuelle de l'image de tomographie X avec fitting des interfaces fil de pli/fil de pli : modèle complet, coupe sur l'aiguilletage, éléments d'interfaces.

Différents essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température ont été simulés, ils sont présentés en figures 4.22 et 4.23. Leur analyse permet de constater que dans la plupart des cas les courbes simulées sont plus proches du cas réel que précédemment. Les enrichissements des interfaces fil de pli/fil de pli permettent une amélioration légère des simulations réalisées par le modèle automatisé. La morphologie de ces interfaces est par conséquent à la source des écarts existants et ainsi de certaines erreurs de simulations. Cependant, réaliser des fittings systématiques pour chacune des interfaces fil de pli/fil de pli paraît impossible lors de la modélisation de grands volumes de matériau. La représentation de la scission des plis en fils de plis par des plans verticaux paraît comme étant le meilleur compromis et sera retenue pour la suite des modélisations.

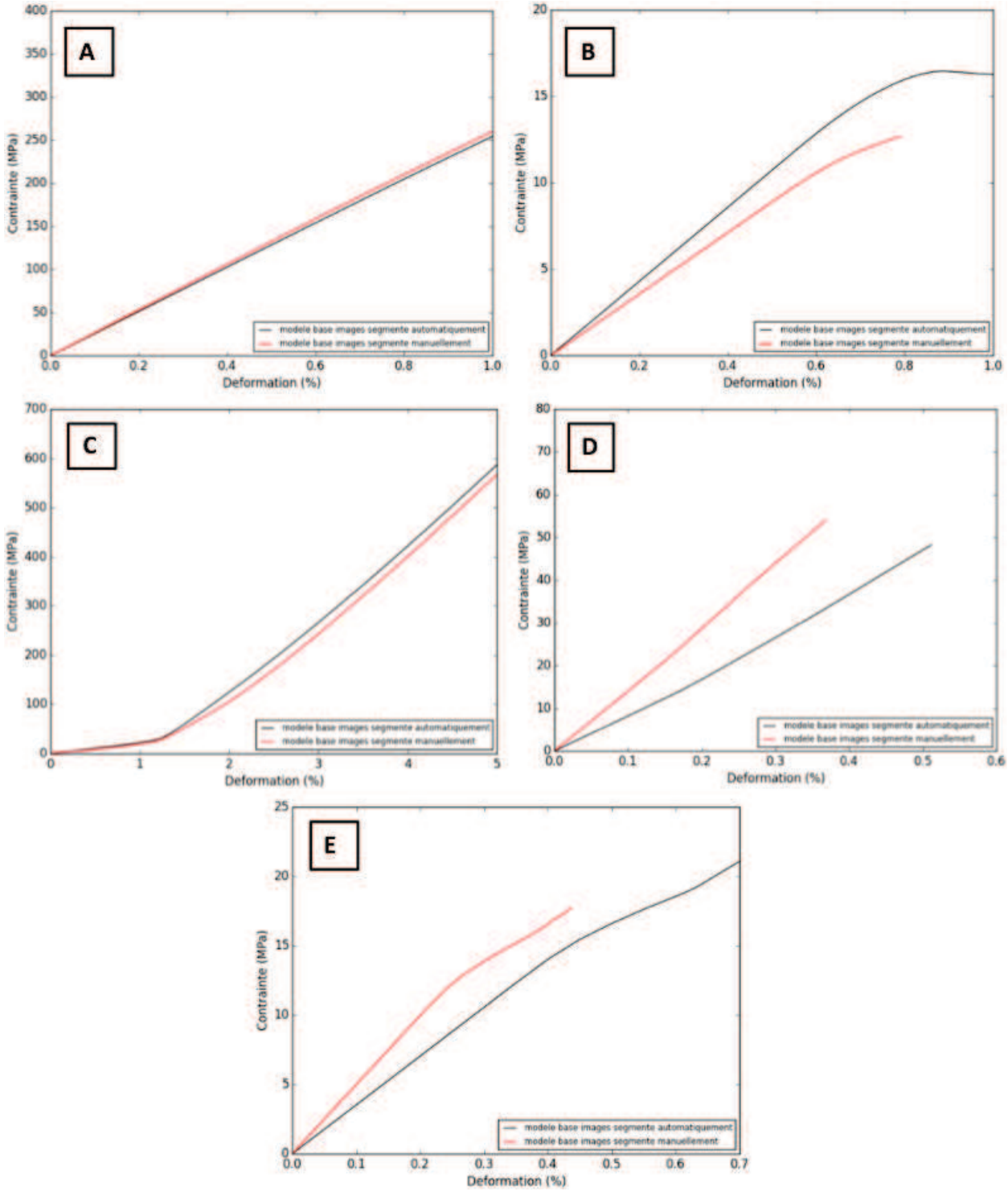

FIGURE 4.22 – Cas d'étude 1 - Simulations d'essais macroscopiques à température ambiante sur les modèles obtenus par labélisations manuelles et automatiques avec interfaces fil de pli/fil de pli fittées. A : Traction X. B : Traction Z. C : Compression Z. D : Cisaillement XY. E : Cisaillement XZ.

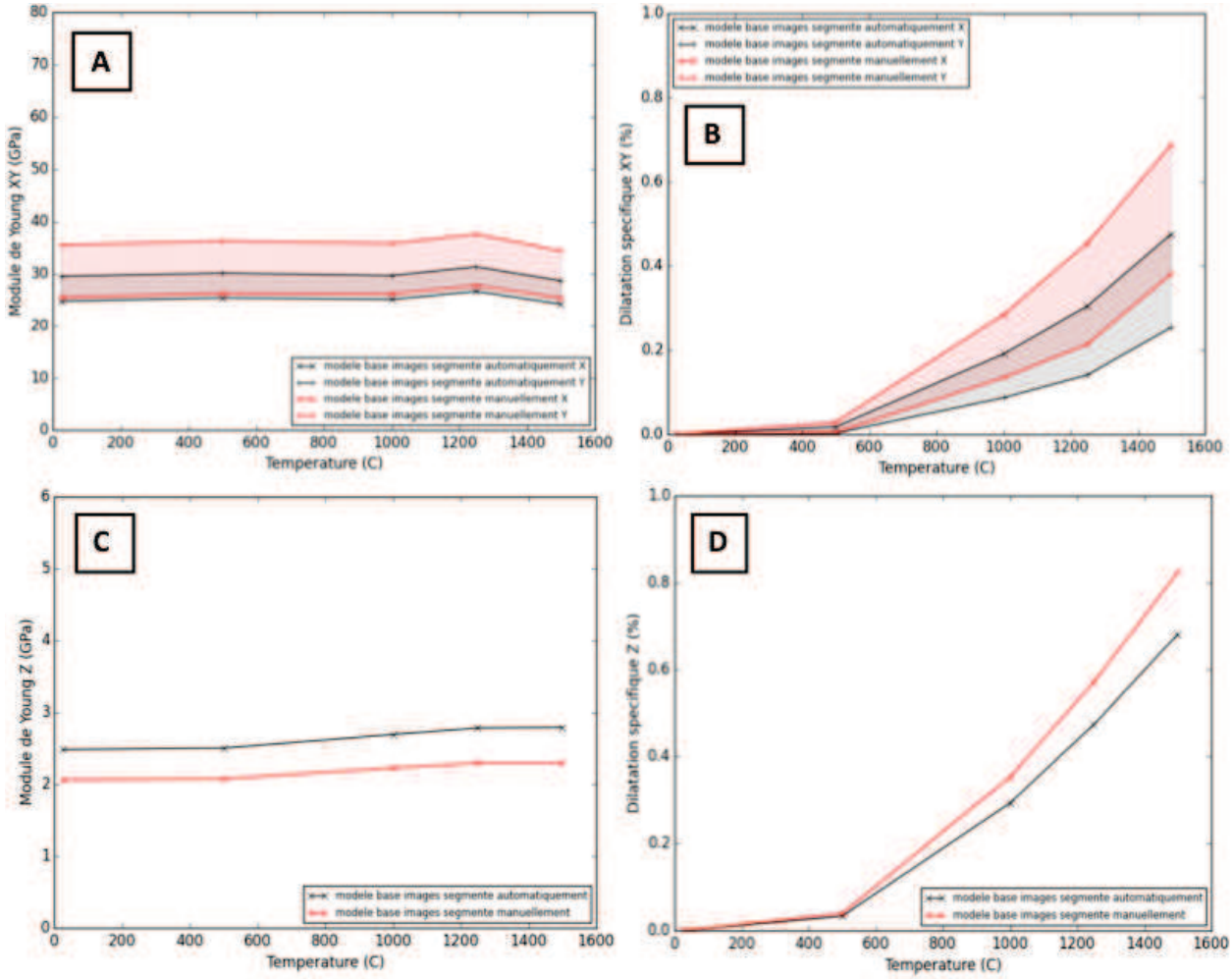

FIGURE 4.23 – Cas d'étude 1 - Simulations de montées en température sur les modèles obtenus par labélisations manuelles et automatiques avec interfaces fil de pli/fil de pli fittées. A : Modules de Young XY. B : Coefficients de dilatation spécifique XY. C : Modules de Young Z. D : Coefficients de dilatation spécifique Z.

Cas d'étude 2

Le deuxième cas de validation est extrait d'une tomographie X résolue à 2 μm/pixel réalisée en coeur du composite C/C. Il est composé d'un ensemble de trois plis orientés successivement à -60°/+60°/0°. Un fil d'aiguilletage le traverse selon la hauteur. Deux autres parties de fils d'aiguilletage sont également présentes. Des images de la tomographie X correspondante sont disponibles en figure 4.24-A. Afin de vérifier la pertinence de la méthode de labélisation automatique développée, celles-ci ont successivement été labélisées de façon manuelle (figure 4.24-B) et par application de cette méthode (figure 4.24-C). Dans les deux cas, le logiciel de traitement d'images Avizo a été utilisé.

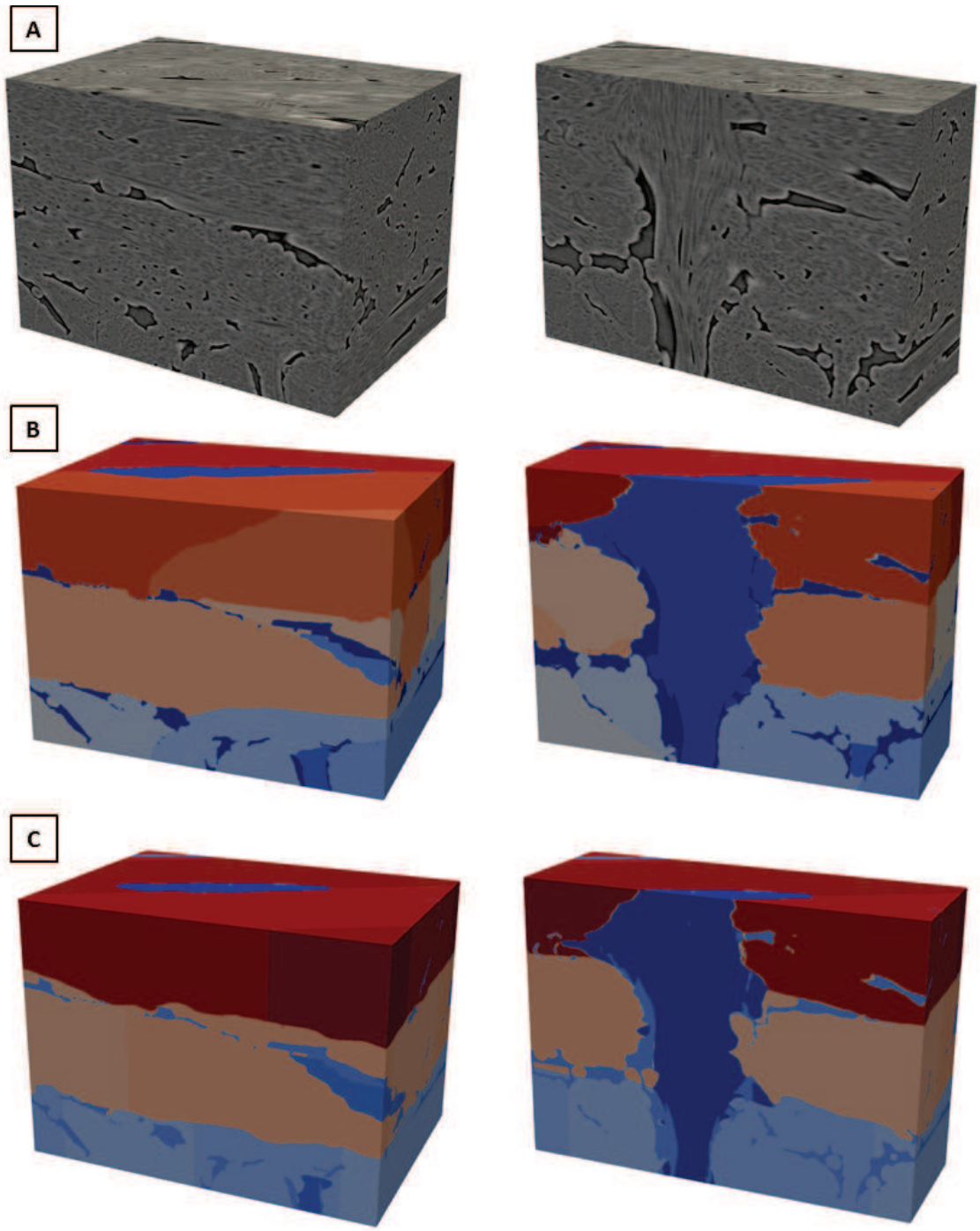

FIGURE 4.24 – Cas d'étude 2. A : Tomographie X de base complète et coupe sur l'aiguilletage (résolution : 2 μm/pixel). B : Labélisation manuelle par fil correspondant à la tomographie. C : Labélisation automatique par fil correspondant à la tomographie X.

Les modèles par éléments finis correspondants ont ensuite été générés en utilisant les outils mis en place par [Mazars *et al.*, 2017]. Des éléments d'interfaces y ont été implémentés selon la méthode développée dans le chapitre 2. Les valeurs des paramètres qui leurs sont associées sont disponibles dans le tableau 4.1. Les modèles et leurs éléments d'interfaces correspondants sont présentés en figure 4.25.

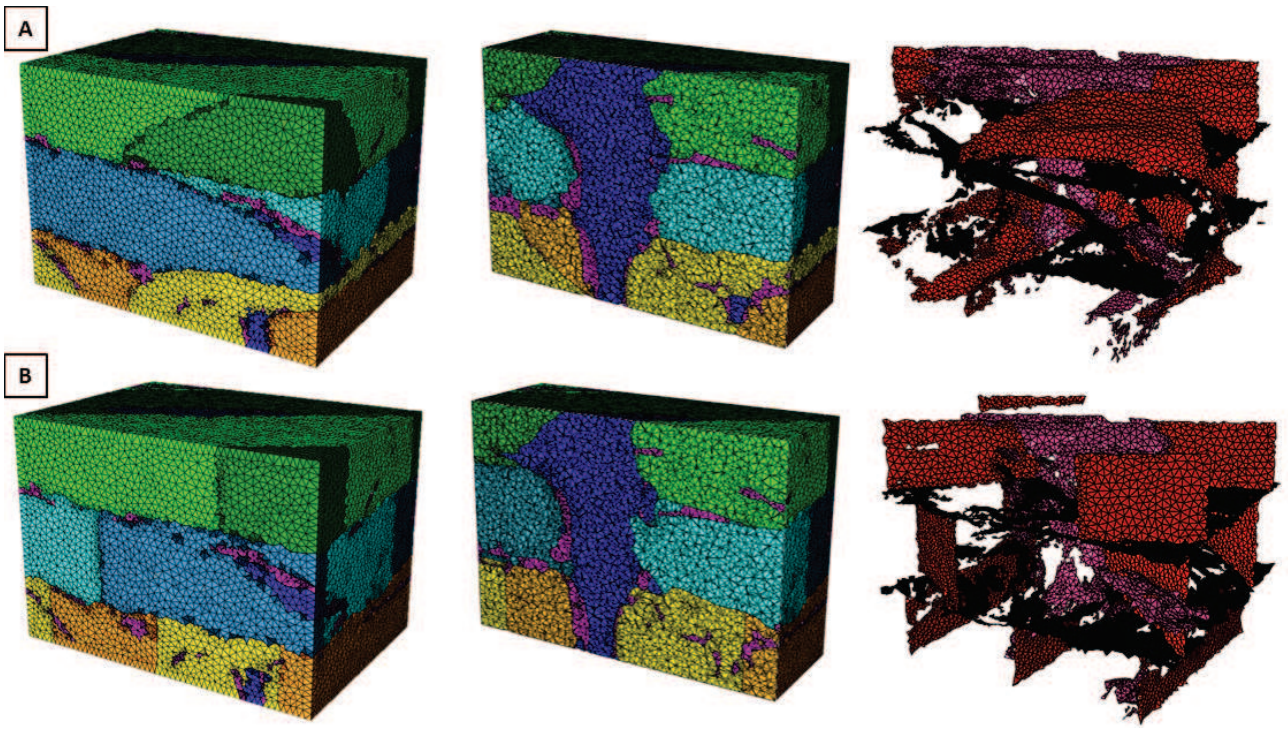

FIGURE 4.25 – Cas d'étude 2. A : Modélisation réalisée à partir de la labélisation manuelle de l'image de tomographie X : modèle complet, coupe sur l'aiguilletage, éléments d'interfaces. B : Modélisation réalisée à partir de la labélisation automatique de l'image de tomographie X : modèle complet, coupe sur l'aiguilletage, éléments d'interfaces.

Les modèles associés aux labélisations manuelle et automatique de l'image de tomographie X ayant été mis place, la pertinence de cette seconde labélisation par rapport à celle constituant le cas de référence a été quantifiée. Des essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température ont été simulés pour les deux types de modèles. Les courbes correspondantes sont disponibles en figures 4.26 et 4.27. De faibles écarts sont notables entre les réponses obtenues suite aux labélisations manuelles et automatisées. Ils sont inférieurs à ceux observés dans le cas d'étude 1. Des différences de morphologies sont pourtant notables entre les entités constituantes du composite C/C, par exemple, concernant les fils d'aiguilletage (figure 4.28). Cependant, celles-ci semble avoir un effet négligeable sur les comportement effectifs simulés.

Bilan des validations

Le but de cette section était de valider la méthode de labélisation automatique de tomographies X développée. Pour cela, elle a été appliquée a deux tomographies X ayant une résolution de 2 μm/pixel. Pour chacune, les images ont tout d'abord été labélisées de façon manuelle. Le but était de réaliser deux cas de références dans lesquels les architectures du matériau sont représentées de manière conforme aux cas réels. Ensuite, la méthode de labélisation automatique leur a été appliquée. Des essais macroscopiques ont alors été simulés. La comparaison des réponses obtenues a permis de conclure que :

- La modélisation des plis, fils d'aiguilletage et des porosités est pertinente.
- La modélisation des interfaces fil de pli/fil de pli par des plans verticaux n'était pas parfaite, cependant elle reste le meilleur compromis dans une méthode automatisée.

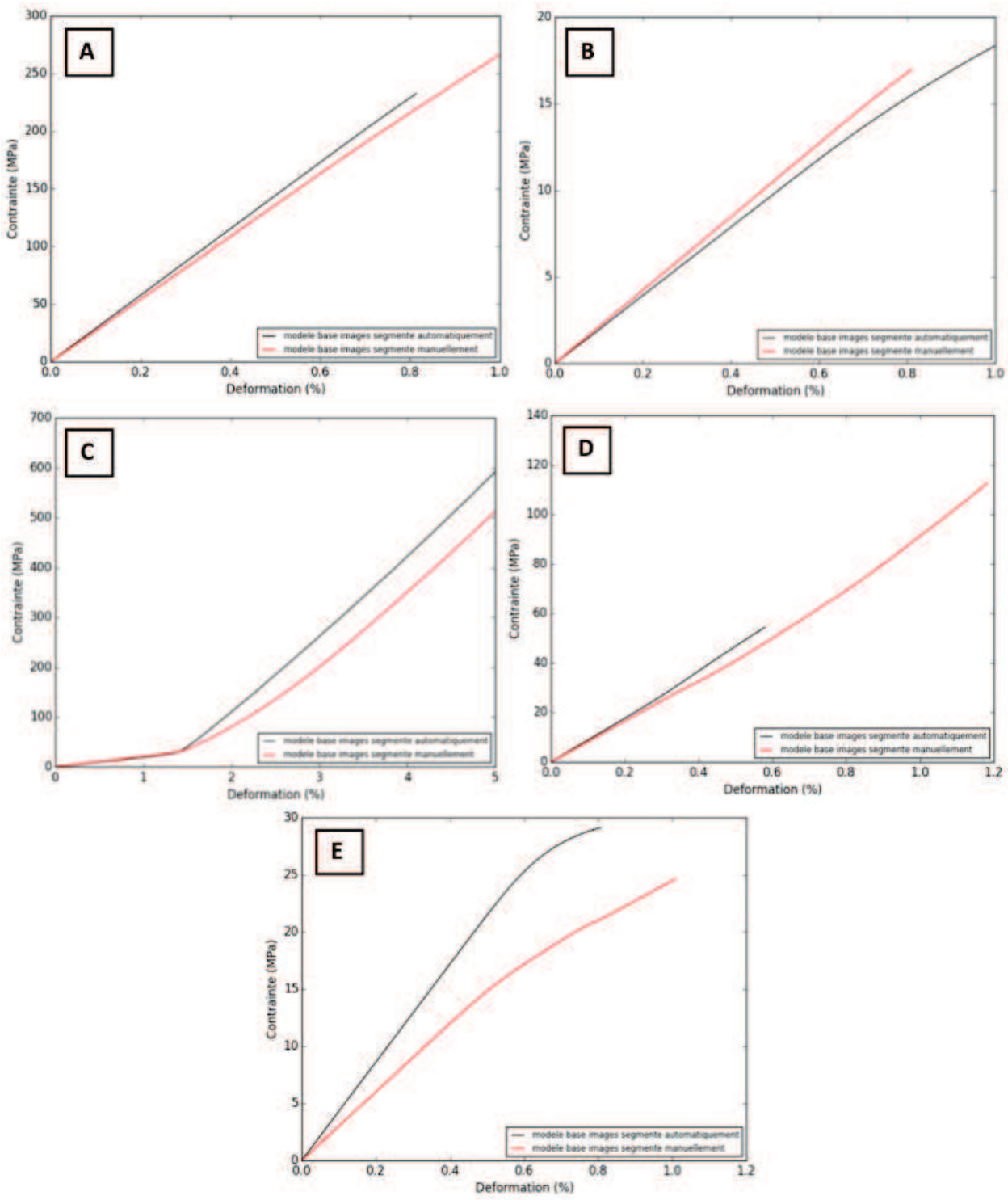

FIGURE 4.26 – Cas d'étude 2 - Simulations d'essais macroscopiques à température ambiante sur les modèles obtenus par labélisations manuelles et automatiques. A : Traction X. B : Traction Z. C : Compression Z. D : Cisaillement XY. E : Cisaillement XZ.

Il est à noter que les faibles volumes de matériaux étudiés induisent une grande sensibilité des comportements simulés aux morphologies locales qu'ils présentent. Les écarts engendrés par les interfaces fil de pli/fil de pli devraient être plus limités lors de l'application de la méthode à de grands volumes de matériau.

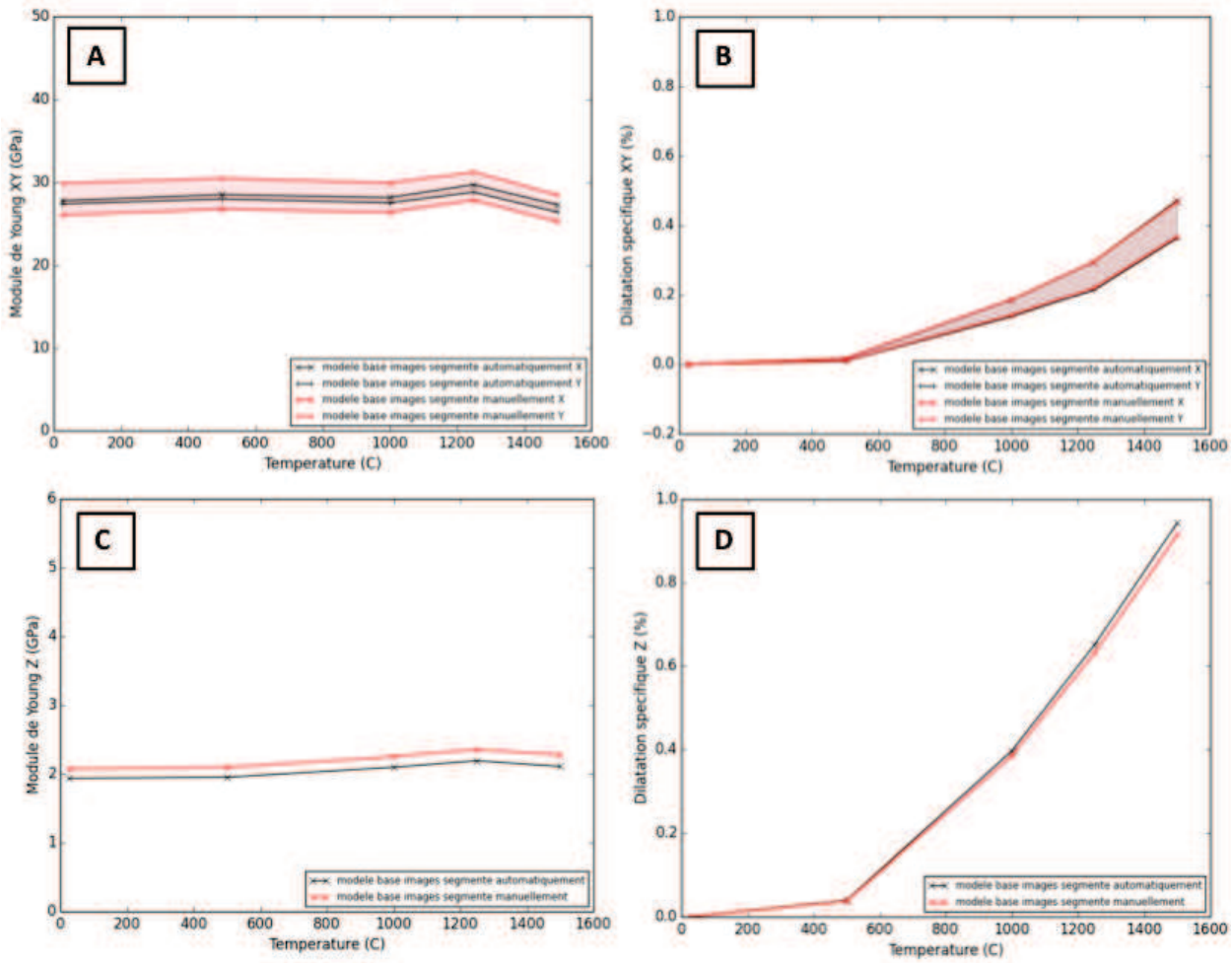

FIGURE 4.27 – Cas d'étude 2 - Simulations de montées en température sur les modèles obtenus par labélisations manuelles et automatiques. A : Modules de Young XY. B : Coefficients de dilatation spécifique XY. C : Modules de Young Z. D : Coefficients de dilatation spécifique Z.

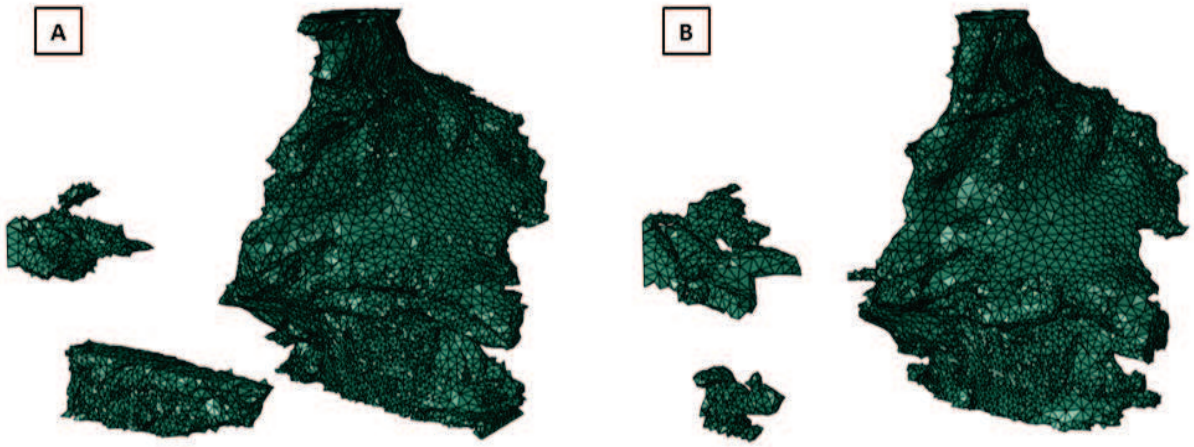

FIGURE 4.28 – Cas d'étude 2. A : Fil d'aiguilletage obtenu suite à la labélisation manuelle. B : Fil d'aiguilletage obtenu suite à la labélisation automatique.

4.2 Application à de grandes zones de matériau

La section précédente a été consacrée au développement d'une méthode de labélisation automatique de tomographies X. Pour qu'elle produise des résultats pertinents, celle-ci doit être utilisée sur des images ayant une résolution de 2 μm/pixel. L'objectif de cette section de l'appliquer à de grandes zones de matériau. Pour cela, il sera nécessaire de prendre en compte les capacités des ordinateurs utilisés. Le but final sera de pouvoir simuler les comportements effectifs qui leurs sont associés et de pouvoir les comparer aux données expérimentales disponibles sur le composite C/C.

4.2.1 Détermination des cas d'études

L'objectif est d'appliquer la méthode de labélisation automatique de tomographies X développée à de grandes zones du composite C/C. Celles-ci doivent être maximisées afin de comporter le plus grand nombre possible de motifs élémentaires représentatifs de ce matériau.

Pour ce faire, une tomographie X résolue à 2 μm/pixel est utilisée. Elle a été réalisée en coeur du composite C/C. Elle possède une forme cylindrique, induite par le faisceau de rayon X servant à la réaliser. Afin de mettre en place des modèles ayant des faces planes, il est nécessaire d'y extraire un parallélépipède rectangle. Le plus grand parallélépipède rectangle qui lui correspond a des dimensions de 1400 pixels x 1400 pixels x 4080 pixels. Avec la résolution des images, cela correspond à des valeurs de 2800 μm x 2800 μm x 8160 μm, soit à un volume d'environ 64 mm^3. Encodé sous un format 8 bits, il représente une taille approximative de 12 Go.

Lors de la mise en place des modèles, la limite des volumes de données pouvant être traitée est liée aux ordinateurs utilisés et notamment à leur mémoire vive (RAM). Afin d'identifier cette limite de traitement, l'étude de différents volumes de tomographie X a été réalisée. Le but était de déterminer s'il était possible d'obtenir les maillages éléments finis leur correspondant en leur appliquant la méthode de labélisation automatique développée. La conclusion a été qu'un volume maximal de 15 mm^3 pouvait être traité par les ordinateurs disponibles au laboratoire. Le but étant de simuler le comportement du composite C/C dans le plan XY et selon l'axe Z, la méthode retenue est de maximiser les tailles des modélisations selon ces axes. Des modèles seront réalisés pour les simulations dans le plan XY, d'autres pour les simulations selon l'axe Z. Pour les modèles XY, des zones sont extraites sur toute la section XY de la tomographie initiale, l'axe Z reste faible face aux dimensions de ces directions. Pour les modèles Z, la tomographie X initiale est extraite préférentiellement selon l'axe Z, les dimensions des deux autres axes sont minimisés tout en y conservant un minimum de motifs élémentaires.

Modélisation dans le plan XY

Lors de la mise en place des modèles représentant le plan XY du composite C/C, les dimensions selon les axes X et Y sont maximisées au détriment de celles de l'axe Z.

Pour ce faire, les dimensions maximales de la tomographie X initiale du composite C/C sont retenues selon ces axes. Celle selon l'axe Z est déterminée de façon à ce que le volume

extrait atteigne une valeur de 15 mm^3, valeur maximale de matériau pouvant être traitées par les ordinateurs disponibles au laboratoire. Ceci aboutit à l'extraction de zones de tomographies X ayant pour dimensions 3.6 mm x 3.6 mm x 1.1 mm. Elles permettent de prendre en considération environ trois plis du matériau étudié. Les modèles comporteront ainsi plusieurs orientations de plis, ce qui est nécessaire à une bonne représentation du comportement effectif du composite C/C dans le plan XY. Une image représentant un volume extrait est présentée en figure 4.29.

Il a été choisi de procéder à cinq prélèvements de ce type dans les images du composite C/C. La méthode de labélisation automatique leur est appliquée. Les outils développés par [Mazars *et al.*, 2017] permettent alors l'obtention de cinq modèles éléments finis XY du composite C/C étudié.

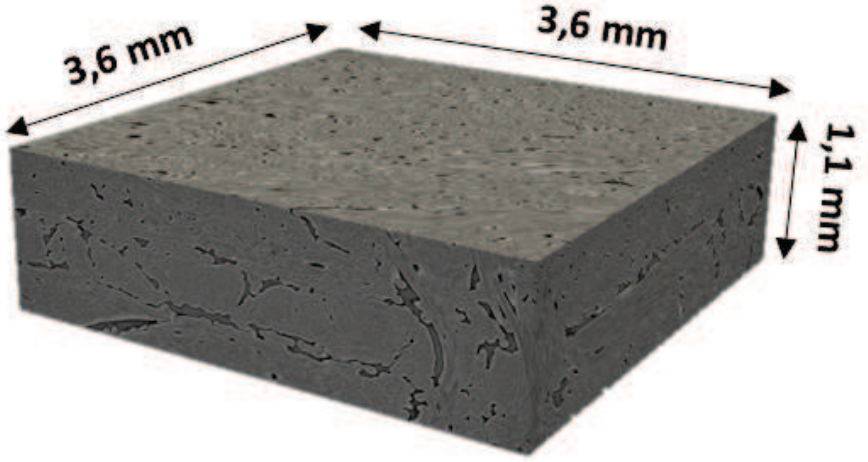

FIGURE 4.29 – Volume extrait de tomographie X (résolution : 2 μm/pixel) du composite C/C utilisé en support de la mise en place des modèles représentant le comportement dans le plan XY.

Modélisation selon l'axe Z

Lors de la mise en place des modèles représentant l'axe Z du composite C/C, cet axe sera prépondérant par rapport aux deux autres.

Pour ce faire, des zones d'environ dix plis sont considérées. Elles permettent de prendre en considération plusieurs fils d'aiguilletage dans leur intégralité. La hauteur finale des modèles est de 4.7 mm. Les dimensions selon les axes X et Y sont ensuite calculées de façon à obtenir un volume de 15 mm^3. La morphologie ellipsoïdale twistée des aiguilletages implique que leurs sections sont étendues dans le plan XY. Aucune direction n'y étant privilégiée, il est choisi de conférer une section carrée aux modèles développés. Leurs dimensions selon les axes X et Y sont égales à des longueurs de 1,8 mm. Les longueurs des petits axes et des grands axes moyens des sections ds fils d'aiguilletage étant respectivement de 100 μm et de 400 μm, plusieurs fils d'aiguilletage peuvent être pris en compte dans la modélisation. Ceci est nécessaire à une bonne représentation du comportement effectif du composite C/C selon l'axe Z. Une image représentant un volume extrait est disponible en figure 4.30.

Cinq prélèvements de ce type sont réalisés dans la tomographie X initiale, support de cette étude. Les modèles associés sont ensuite mis en place par application de la démarche de labélisation automatique et de génération du maillage éléments finis associé.

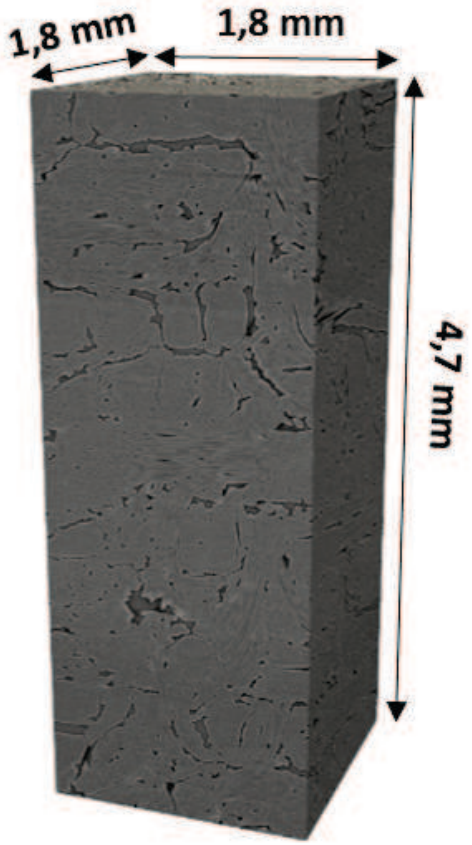

FIGURE 4.30 – Volume extrait de tomographie X (résolution : 2 μm/pixel) du composite C/C utilisé en support de la mise en place des modèles représentant le comportement selon l'axe Z.

4.2.2 Mise en place des modèles

Plan XY

Cinq zones ont été extraites de la tomographie X support de cette étude. Leurs dimensions correspondent à celles déterminées dans les paragraphes précédents : 3.6 mm x 3.6 mm x 1.1 mm. Tout d'abord, la méthode de labélisation automatique développée leur est appliquée. Ensuite, leurs maillages éléments finis correspondant sont obtenus par le recours aux outils développés par [Mazars *et al.*, 2017]. Enfin, des fissures sont insérées par le biais d'éléments d'interfaces. Des lois de comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement présentées dans le chapitre 2 de ce manuscrit y sont implémentées. Ces éléments sont positionnés entre les entités mésoscopiques du matériau ne correspondant pas à de la porosité : entre deux plis, deux fils de plis, ou entre un fil de pli et un fil d'aiguilletage. Les propriétés qui leurs sont associées sont celles présentées dans le tableau 4.1.

Les cinq tomographies extraites ainsi que les modèles qui leurs sont associés sont présentés en figure 4.31. Il est à noter qu'elles sont composées de séquences d'empilements différentes d'un modèle à l'autre. Ceci permettra de quantifier si ces séquences ont un effet notable sur le comportement effectif du composite C/C lors de la simulation de montées en température.

Axe Z

Selon l'axe Z, la même méthode a été appliquée. Les cinq modèles développés ainsi que leurs tomographies X correspondantes sont disponibles en figure 4.32. Ils présentent des taux d'aiguilletage légèrement variables. Cette variabilité est peut-être elle-même caractéristique du matériau étudié. Afin d'éclaircir ce point, des montées en température seront simulées sur ces modèles, le but sera alors de comparer les propriétés calculées aux données expérimentales et notamment à leur dispersion.

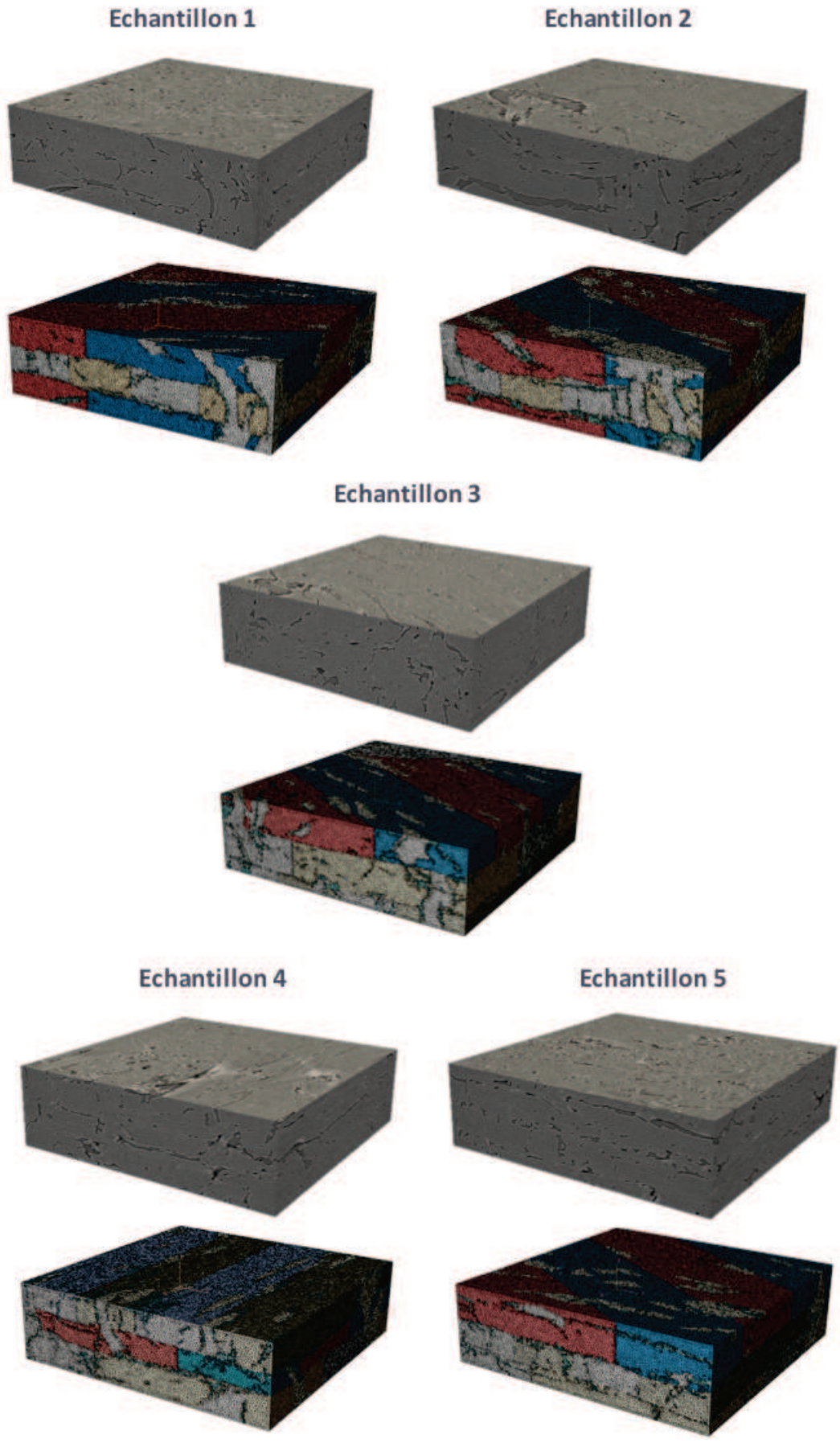

FIGURE 4.31 – Modèles représentant le comportement XY du composite C/C.

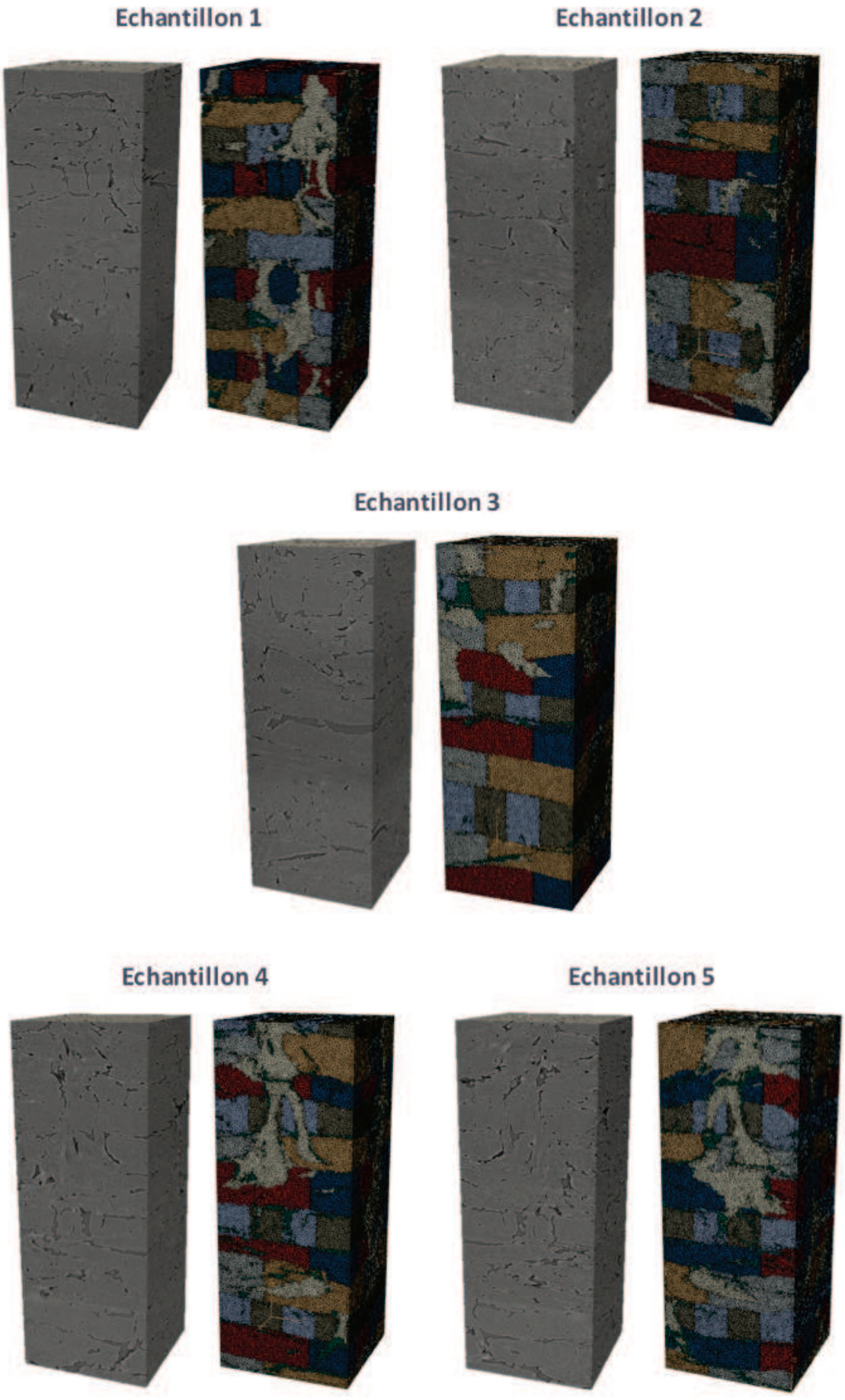

FIGURE 4.32 – Modèles représentant le comportement Z du composite C/C.

4.3 Simulation d'essais macroscopiques

Dans la section précédente, cinq modèles représentatifs du composite C/C dans le plan XY et cinq selon l'axe Z ont été développés. Des essais macroscopiques vont être simulés à partir de ces modèles dans le but de pouvoir comparer les réponses obtenues aux données expérimentales. La pertinence de la modélisation réalisée sera alors déduite.

Les modélisations effectuées, de par leurs tailles, peuvent contenir de plusieurs millions de degrés de libertés. Les calculs correspondants dureront des temps conséquents. Ils engendreront de grands volumes de données qu'il sera nécessaire de post-traiter par la suite, nécessitant des capacités ordinateurs adéquates. En prenant en compte ces considérations, il a été choisi de simuler uniquement des montées en température sur les modèles à disposition. Ces simulations sont en effet moins coûteuses en termes de temps et de volumes de données produits que celles d'essais macroscopiques à température ambiante. De plus, ils permettent l'obtention de propriétés telles que les modules de Young et les coefficients de dilatations spécifiques en température dont les valeurs ont été caractérisées au chapitre 1 pour le matériau étudié. Les propriétés simulées pourront par conséquent y être directement comparées.

4.3.1 Simulation des montées en température sur les modèles représentant le plan XY

Des simulations de montées en température sont réalisées sur les modèles développés. Elles permettent le calcul des modules de Young et des coefficients de dilatations spécifiques qui leurs sont associés. Ces simulations sont réalisées jusqu'à une température maximale de 1500°C, valeur d'élaboration du composite C/C. Pour cela, des températures croissantes sont imposées aux modèles : 25°C, 500°C, 1000°C, 1250°C et 1500°C. Elles correspondent aux températures auxquelles ont été calculées les propriétés de fils de plis et d'aiguilletage dans les chapitres précédents. Les calculs des coefficients de dilatation spécifiques sont effectués avec des conditions de bords libres sur les faces des modèles. Ils sont réalisés à la fin de chacun des paliers par le calcul de la variation des déplacements des faces du modèle suite à l'augmentation de température. Entre chaque étape de montée en température ainsi qu'en début et en fin d'essai, des calculs élastiques de traction selon les axes X et Y, avec une déformation imposée de 1% seront réalisés. Des conditions aux limites PMUBC sont alors imposées sur les faces des modèles.

Les propriétés calculées selon les axes X et Y pour chacun des modèles sont présentées en figure 4.33.

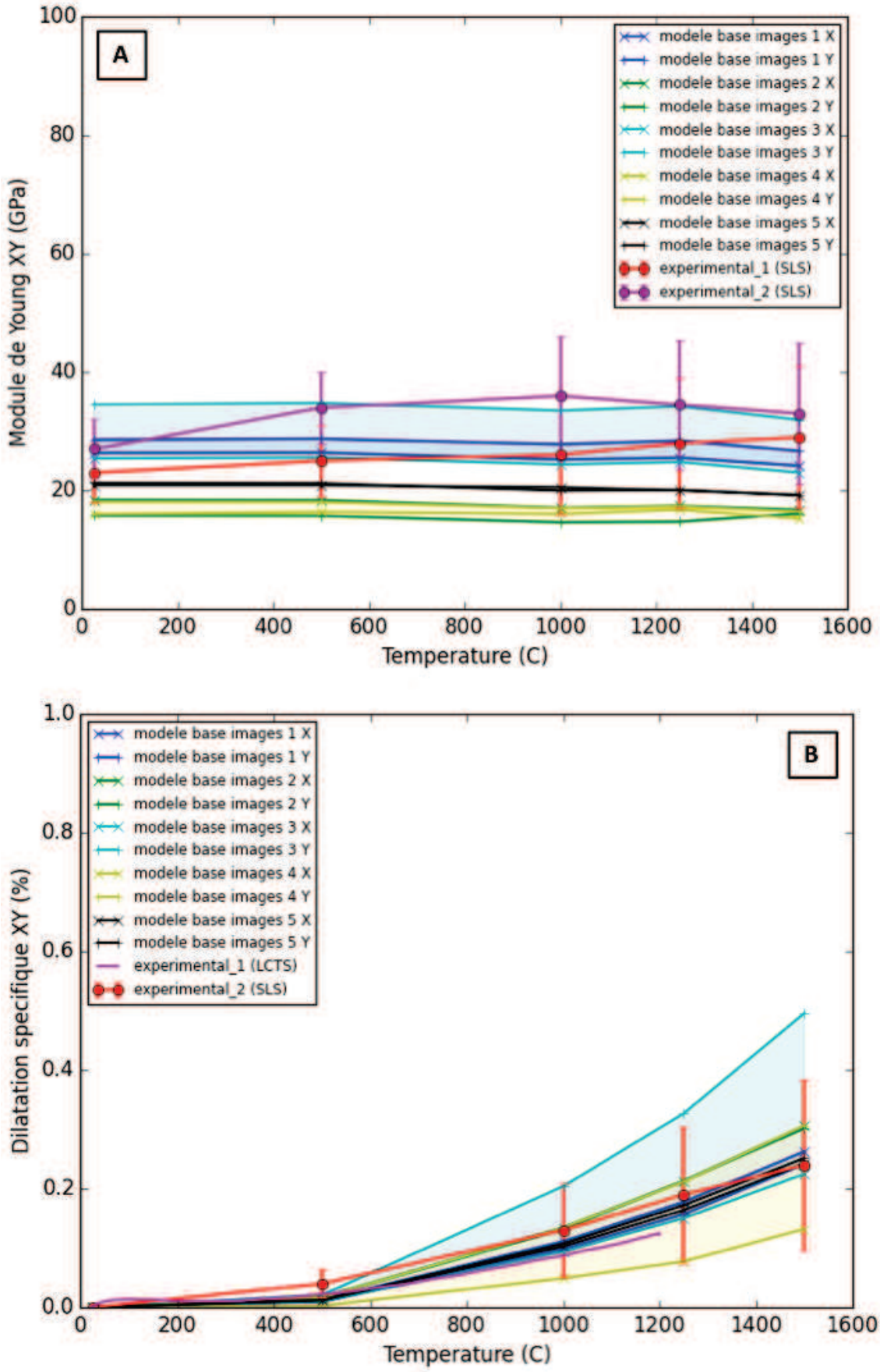

FIGURE 4.33 – Simulation de montées en température sur les modèles XY. A : Modules de Young en fonction de la température et du modèle étudié. B : Coefficients de dilatation spécifique en fonction de la température et du modèle étudié.

L'observation de ces courbes permet de réaliser plusieurs constats :

1. Les propriétés simulées sont proches des données expérimentales.
2. Leur variabilité est du même ordre de grandeur de celle de ces données.

Les simulations réalisées dans le plan XY permettent de conclure que :

- La modélisation réalisée du composite C/C est pertinente et permet la prédiction des propriétés thermomécaniques effectives de ce matériau dans ce plan.
- La variabilité des propriétés calculées étant proche de celle des données expérimentales, les volumes XY choisis pour la réalisation des calculs sont suffisants pour être représentatif du matériau étudié. Elle est liée au fait que les échantillons utilisés lors de la caractérisation des propriétés thermomécaniques du matériau présentent un volume inférieur au VER.
- Cette variabilité montre que la réalisation de simulations des propriétés thermomécaniques à partir d'un seul modèle est insuffisante. Il est nécessaire d'effectuer plusieurs simulations pour pouvoir reproduire cette caractéristique en simulant une distribution de propriétés.
- Les modèles développés semblent moins prédictifs des propriétés thermomécaniques du composite C/C à 500°C. Ceci peut être expliqué par le manque de fiabilité des propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires caractérisées à cette température (chapitre 1). En effet, le dispositif de caractérisation qui leur est associé (Annexe A) implique une interpolation nécessaire des températures appliquées aux filaments caractérisés entre 25°C et 800°C.
- Il est à noter la cohérence des propriétés calculées malgré la représentation des interfaces fil de pli/fil de pli par des plans verticaux. Lors de l'étude de faibles volumes du composite C/C, cette caractéristique entraînait un biais sur la simulation de son comportement effectif. Pour de grands volumes, elle semble être négligeable.

4.3.2 Simulation de montées en température sur les modèles représentant l'axe Z

Des simulations de montées en température sont réalisées selon une méthode identique à celle appliquée dans le plan XY. Une seule différence concerne les déformations imposées lors des calculs élastiques permettant le calcul des modules de Young en température. Elles sont effectuées en compression sur la face ayant les coordonnées Z maximales selon une valeur de 5%.

L'application des différents chargements aux modèles a permis d'aboutir aux courbes présentées en figure 4.34.

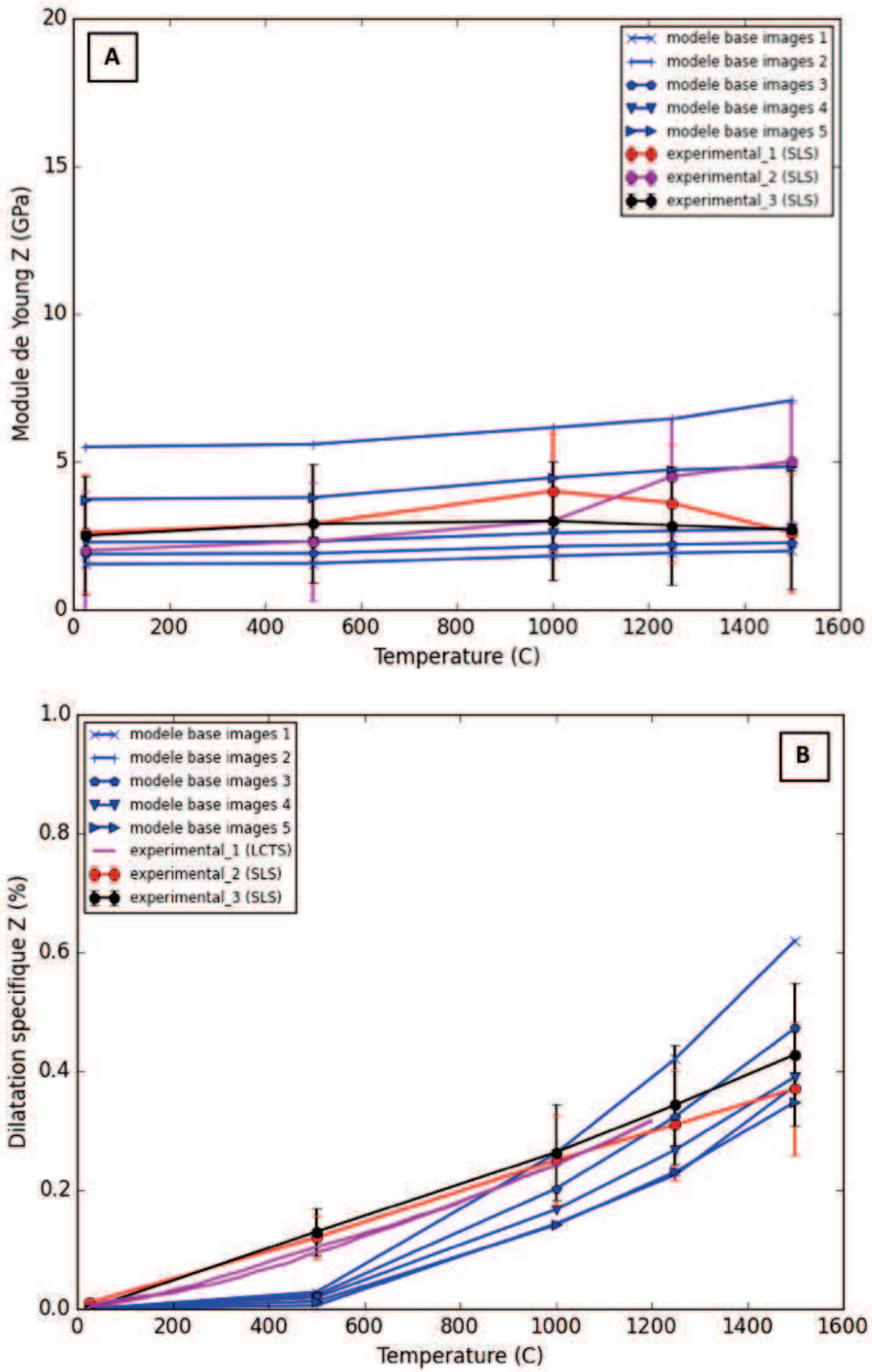

FIGURE 4.34 – Simulation de montées en température sur les modèles Z. A : Modules de Young en fonction de la température et du modèle étudié. B : Coefficients de dilatation spécifique en fonction de la température et du modèle étudié.

L'analyse de ces courbes permet de réaliser des observations proches de celles effectuées dans le plan XY.

Les simulations réalisées selon l'axe Z permettent d'aboutir à différentes conclusions :

- Les propriétés simulées sont proches des données expérimentales. Les coefficients de dilatations spécifiques à 500°C sont cependant sous-estimés. Ceci est lié au fait que les propriétés des constituants élémentaires caractérisées à cette température sont peu fiables. Cette conclusion permet d'attester la pertinence de la modélisation mise en place selon cet axe.
- La variabilité des propriétés simulées est proche de celles des données expérimentales. Ceci permet de déduire que les volumes des échantillons de tomographie X utilisés pour mettre en place les modèles Z sont représentatifs du composite C/C.
- Cette variabilité met en exergue la nécessité d'effectuer plusieurs simulations du comportement à partir de différentes zones du matériau. En effet, cette caractéristique ne peut être représentée que par une seule et unique valeur des propriétés thermomécaniques par température donnée. Elle nécessite au contraire une distribution de ces propriétés apportée par la réalisation de simulations multiples.
- La modélisation des interfaces fil de pli/fil de pli par des plans verticaux semble avoir un impact négligeable, les propriétés simulées étant proches des données expérimentales. Ce précédent constat était directement lié aux faibles volumes de matériau étudiés et aux aspects locaux en lien. Ils sont moyennés dans le cas de l'étude de grandes zones du composite C/C.

4.3.3 Synthèse des simulations effectuées et pertinence de la méthode de modélisation développée

Le but de cette section était la réalisation de simulations de montées en température sur les modèles représentant de grandes zones du composite C/C. Elles ont permis le calcul des modules de Young et des coefficients de dilatations spécifiques en fonction de la température dans le plan XY et selon son axe Z.

La comparaison de ces propriétés aux données expérimentales a permis de réaliser différentes conclusions :

- **Les propriétés simulées sont proches des données expérimentales. Ceci atteste de la pertinence de la modélisation développée selon l'ensemble des axes X, Y et Z.**
- **Une limite est le calcul des coefficients de dilatation spécifiques à 500°C. Cette grandeur est directement impactée par la faible fiabilité des propriétés des constituants élémentaires fibres et matrice à cette température. Elle y paraît plus sensible que celle des modules de Young à cette même température.**
- **La variabilité des propriétés simulées est du même ordre de grandeur que celle des données expérimentales. Ceci indique que les choix menés concernant le volume et le nombre d'échantillons de tomographies X prélevés pour mettre en place les modèles permet une bonne représentation de ces données.**

- **Cette variabilité indique qu'il est nécessaire de réaliser pour une même température plusieurs simulations des propriétés thermomécaniques qui lui sont associées à partir de différentes zones du composite C/C. Des distributions de propriétés seront alors obtenues, elles seront comparables à celles des données expérimentales.**
- **La modélisation des interfaces fil de pli/fil de pli par des plans verticaux semble pertinente à la vue de la cohérence entre les propriétés simulées et les données expérimentales. Les écarts notables entre ces données, observés dans le cas de l'étude de faibles volumes de matériau, semblent se compenser pour de grands volumes.**

4.4 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'étendre la chaîne de modélisation développée dans les précédents chapitres à de grandes zones du composite C/C. Le but est de pouvoir simuler des comportements qui lui sont représentatifs. Ces comportements seront comparés aux données expérimentales disponibles sur ce matériau. Ceci permettra de conclure quant à la pertinence de la méthode de modélisation mise en place au cours de ces travaux.

Automatisation de la labélisation des images de tomographie X

Dans le but d'étendre la modélisation effectuée à de grandes zones de matériau, il faut résoudre le point bloquant à l'origine de cette impasse : la labélisation manuelle par fil des images de tomographie X. Pour ce faire, **la mise en place d'une méthode de labélisation automatique de ces images est nécessaire**. Des techniques de traitement d'images sont utilisées. **Pour que la méthode fournisse des résultats cohérents, il a été identifié qu'il était indispensable de travailler à partir de tomographies ayant pour résolution 2 μm/pixel**. Des masques des plis et des fils d'aiguilletage ont été obtenus à partir du traitement des fichiers de directions principales de la tomographie étudiée. Un masque des porosités a quant à lui été obtenu par traitement direct de cette image. Ces masques sont ensuite assemblés. Une limite de cette méthode est qu'elle ne permet pas la séparation des plis en fils de plis. Pour ce faire, le meilleur compromis trouvé entre le respect de la morphologie réelle des interfaces fil de pli/fil de pli et l'automatisation de la démarche de labélisation a été de diviser les plis par des plans verticaux orientés selon leur direction préférentielle du pli. Ils sont espacés d'une distance de 400 μm correspondant au diamètre moyen des fils de plis. Cette démarche de labélisation automatique a ensuite été validée par application à deux cas de références. Ceux-ci ont au préalable été labélisés de façon manuelle. Pour chacun de ces cas, les modèles issus des labélisations manuelles et automatiques correspondants ont été générés. La simulation d'essais macroscopiques à température ambiante et de montées en température et la comparaison des réponses obtenues a permis de valider la méthode de labélisation des plis, des fils d'aiguilletages et des porosités. Concernant les interfaces fil de pli/fil de pli la méthode est moins pertinente. Cependant, le caractère variable des écarts de réponses provoqués par leurs différences de morphologies laisse penser qu'ils sont liés aux faibles volumes de matériaux étudiés.

Application à de grandes zones de matériau

La méthode de labélisation automatique d'images de tomographies X ayant été développée et validée au point précédent, elle a ensuite été appliquée à de grandes zones de matériau. Pour ce faire, une tomographie X réalisée en coeur du composite C/C avec une résolution de 2 μm/pixel a été mise à disposition. Celle-ci a une forme cylindrique du fait de la rotation des rayons X permettant sa génération. Le plus grand parallélépipède rectangle pouvant s'y inscrire en a été extrait. Il présente un volume de 64 mm^3. Afin de représenter au mieux le comportement effectif du matériau en s'affranchissant d'effets locaux, il est préférable de travailler sur des volumes de données les plus élevés possibles. Il a été identifié que la limite de traitement des ordinateurs présents au laboratoire correspondait pour la tomographie X étudiée à un volume de 15 mm^3. Le but étant de modéliser le comportement effectif du composite C/C dans le plan XY et selon l'axe Z, il a été choisi d'optimiser la morphologie des extractions réalisées. Les modèles représentant le plan XY sont étendus sur la section complète du parallélépipède dans le but d'avoir le plus grand nombre de motifs élémentaires du composite C/C dans ce plan. Leur hauteur s'élève à trois plis permettant d'être face à une configuration comportant

plusieurs orientations préférentielles de plis. Les modèles permettant la simulation du comportement selon l'axe Z sont au contraire développés essentiellement selon cet axe au détriment du plan XY. Ils s'étendent sur une hauteur d'environ dix plis, ce qui permet de prendre en compte des fils d'aiguilletage sur leur hauteur complète. Leur surface XY permet de considérer plusieurs sections de ces fils dans leur intégralité. Cinq modèles représentant le plan XY et cinq modélisant l'axe Z ont été mis en place à partir de différentes zones extraites de la tomographie X servant de support à l'étude réalisée.

Simulation d'essais macroscopiques

Les modèles représentant les plans XY et l'axe Z étant mis en place, des simulations d'essais ont été effectuées. Le nombre de degrés de libertés associé à chacun des modèles développés étant conséquent, seuls les modules de Young et les coefficients de dilatation spécifique leurs correspondants ont été calculés. Pour ce faire, la simulation de montées en température jusqu'à 1500°C a été réalisée. Les données expérimentales correspondantes ont été caractérisées au chapitre 1 de ce manuscrit. Leur comparaison aux propriétés calculées a permis d'observer une bonne cohérence entre ces valeurs : **la chaîne de modélisation du comportement du composite C/C développée est pertinente**. Une variabilité des propriétés calculées est observable. Elle est du même ordre que celle des données expérimentales correspondantes. Elle est liée au fait que le volume des échantillons utilisés lors de leurs est inférieur au VER de matériau. Cette similitude entre les distributions calculées permet de conclure que le volume et le nombre d'échantillons choisis pour modéliser les comportements dans le plan XY et selon l'axe Z permettent une bonne représentativité de cette caractéristique. Ceci confirme que **pour réaliser la modélisation du comportement du composite C/C en prenant en compte son caractère variable, il est nécessaire de réaliser pour une température et une grandeur donnée plusieurs extractions de tomographies X et de calculer leurs propriétés correspondantes**. Enfin, il est également à noter que la proximité des propriétés simulées aux données expérimentales atteste que la modélisation des interfaces fil de pli/fil de pli par des plans verticaux induit un biais négligeable sur les calculs effectués. Les écarts observés précédemment entre les propriétés obtenues par labélisations manuelles et automatiques semblent par conséquent se compenser du fait de l'étude de grands volumes du composite C/C.

4.4.1 Perspectives

Plusieurs perspectives découlent de ce travail :

— La première concerne l'amélioration de la description des interfaces fil de pli/fil de pli qui malgré son effet négligeable sur le comportement pourrait peut-être optimisée par le recours à des tomographies X présentant de plus fortes résolutions et nécessitant des ordinateurs plus puissants pour les traiter.

— La deuxième traite des propriétés thermomécaniques des constituants fibres et matrice qu'il serait nécessaire de mieux maîtriser sur la plage de température [25°C - 800°C]. Ceci implique le recours à l'utilisation de pyromètres adaptés ou à d'autres moyens permettant la mesure de la température du filament caractérisé sur cette plage de valeurs.

— La dernière serait de tester la robustesse de la chaîne de modélisation développée sur d'autres composites C/C semblables à celui étudié. De plus, des phénomènes physiques

comme l'oxydation pourraient y être pris en compte.

Conclusion générale

L'objectif de cette thèse était **le développement d'un modèle prédictif permettant de comprendre et de simuler le comportement d'un composite C/C pour application freinage de la température ambiante et jusqu'à de très hautes températures**.

Une approche multi-échelle a été proposée. Deux aspects de la morphologie de ce matériau ont été identifiés comme pouvant avoir une influence sur son comportement effectif : son architecture ainsi que ses endommagements initiaux. Le but était d'identifier pour chacun d'eux, leur niveau de contribution dans le comportement du matériau, de même que leur niveau de description nécessaire dans les modèles mis en place. Ceux-ci étant identifiés, ils ont été pris en compte dans la méthode de modélisation développée.

La démarche utilisée était articulée autour de cinq étapes. Elles correspondent aux chapitres formant ce manuscrit :

- Cadre de l'étude : L'objectif était de positionner le cadre de l'étude réalisée par rapport aux travaux présents dans la littérature. Elle a permis d'établir la problématique de la thèse et d'identifier la stratégie adoptée pour y répondre.

- Caractérisation du composite C/C : Le but était d'analyser le matériau étudié tant des points de vues morphologiques que thermomécaniques à ses différentes échelles caractéristiques : macroscopique, mésoscopique et microscopique. La caractérisation morphologique a permis d'identifier la nature des constituants qui le composent ainsi que les mécanismes physiques qui régissent son comportement. La caractérisation thermomécanique a permis d'obtenir ses propriétés ainsi que celles de ses constituants élémentaires à température ambiante et à haute température.

- Effet de l'endommagement initial sur le comportement : L'objectif était d'identifier la contribution des endommagements initiaux sur le comportement du composite C/C. A l'échelle microscopique, les fils de plis et d'aiguilletage ont été représentés à partir d'un modèle de fil homogène développée par [Charron, 2017]. Il tient uniquement compte de leurs taux de constituants en s'affranchissant de leurs arrangements. Un choix a été de représenter ces fils de manière thermoélastique en négligeant leurs endommagements. A l'échelle mésoscopique, un modèle d'architecture idéalisée mais néanmoins réaliste a été mis en place. Il se base sur les caractérisations morphologiques réalisées au chapitre précédent. Les endommagements : porosités et fissures, y ont été pris en compte explicitement de façon moyennée par le biais d'éléments d'interfaces. Des lois de comportement de contact unilatéral et de frottement en cisaillement développées dans la thèse de [Gillard, 2017] y ont été implémentées. La simulation d'essais macroscopiques a permis de conclure que les endommagements initiaux ont un effet non-négligeable sur le comportement effectif du composite C/C.

- Effet de la morphologie de l'architecture sur le comportement : L'objectif était de quantifier l'influence du niveau de description de l'architecture du composite C/C sur son comportement effectif. A l'échelle microscopique, [Charron, 2017] a démontré qu'elle n'avait pas d'influence sur le comportement. Les travaux ont donc portés sur l'étude de l'architecture à l'échelle mésoscopique. Afin de prendre en compte toute sa spécificité, des modèles basés images réalisés à partir de tomographies X ont été mis en place. Pour ce faire, des outils développés par [Mazars *et al.*, 2017] ont été utilisés. Ils permettent la génération d'un maillage éléments finis correspondant à une image de tomographie X donnée à partir de son image labélisée correspondante. Aucun programme de labélisation automatique n'étant à disposition, elle a été effectuée manuellement sur de petits volumes de matériau. Trois cas de références ainsi que les maillages éléments finis leurs correspondants ont été mis en place. Contrairement à la modélisation précédente, les porosités y sont maillées de façon explicite. Les éléments d'interfaces ne représentent que les fissures du matériau. Afin de quantifier l'effet de la morphologie de l'architecture, les modèles d'architectures idéalisées correspondants ont été générés. La simulation d'essais macroscopiques a permis de conclure que ce paramètre avait un effet non-négligeable sur le comportement effectif du composite C/C. Plus précisément, une étude plus fine a permis de conclure que dans le plan XY, il est influencé par les décadrages globaux des plis, selon l'axe Z, il dépend de la morphologie des fils d'aiguilletage. L'orientation globale réelle des interfaces pli/pli et fil de pli/fil de pli tient également un rôle important en cas de frottement. D'un point de vue numérique, la modélisation explicite des porosités est essentielle à une bonne modélisation du comportement du matériau étudié. Ceci constitue une limite pour les modèles d'architecture idéalisée.

- Application à de grandes zones de matériau : Le but était d'étendre la chaîne de modélisation développée à de grandes zones de matériau avec pour visée de comparer les propriétés calculées aux données expérimentales afin de conclure quant à sa pertinence. Une méthode de labélisation automatique de tomographies X adaptée au composite C/C étudié a été développée. Elle nécessite l'utilisation de tomographies X ayant une résolution minimale de 2 μm/pixel. Les performances des ordinateurs à disposition a entrainé que le volume maximal de tomographie X pouvant être traité à partir de la chaîne de modélisation développée s'est élevé à 15 mm^3. Cinq modèles représentant le matériau dans le plan XY et cinq autres selon l'axe Z ont été mis en place. Leurs modules de Young et coefficients de dilatations spécifiques ont alors été calculés à température ambiante et haute température. Leur comparaison aux données expérimentales disponibles sur le composite C/C a permis de conclure que la méthode de modélisation développée était pertinente pour toutes les températures étudiée sauf à 500°C. Ceci est lié au fait que les propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires fibres et matrice sont peu fiables à cette température. La variabilité des données expérimentales implique qu'il est nécessaire d'extraire plusieurs zones de tomographie X et de calculer leurs propriétés thermomécaniques correspondantes. Une distribution de propriétés est alors obtenue pour chacune des température étudiée. Elle permet de représenter cette caractéristique intrinsèque au matériau.

Les travaux réalisés ont conduit au développement d'une chaîne de modélisation thermomécanique multi-échelle prédictive du comportement effectif du composite C/C étudié. Elle répond à l'objectif initial de cette thèse.

Différentes perspectives découlent de ce travail :

- Approfondissement de l'étude et de la modélisation des endommagements initiaux : Trois améliorations sont possibles. Tout d'abord, l'effet du frottement des interfaces à l'échelle microscopique, correspondants aux endommagements intrafils et aux décohésions fibre/matrice, pourrait être quantifié. Des modèles basés images des fils de plis et d'aiguilletage seraient mis en place. Des éléments d'interfaces y seraient positionnés pour représenter les fissures intrafils et les décohésions fibre/matrice. Ensuite, un second approfondissement serait de prendre en compte l'endommagement intrinsèque des constituants fibres et matrice dans les modélisations effectuées. Des lois d'endommagements seraient à déterminer et à prendre en compte dans les valeurs des propriétés thermomécaniques de ces constituants. Enfin, une dernière amélioration concernerait les valeurs attribuées aux jeux de paramètres d'interfaces associées aux lois de contact unilatéral et de frottement en cisaillement. Actuellement, celles-ci uniquement identifiées à partir de l'étude d'essais de push-out et de pull-out effectués à température ambiante. [Gillard, 2017] explique qu'elles sont valables pour l'ensemble des températures simulées. Cependant, est-ce le cas pour le composite C/C étudié ? La réalisation d'essais de push-out et de pull-out similaires au précédents aux différentes températures auxquelles les analyses ont été effectuées : 500°C, 1000°C, 1250°C, 1500°C permettrait d'y répondre.

- Fiabilisation des propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires sur la plage de température [25°C-800°C] : Une deuxième perspective serait liée au dispositif de caractérisation des propriétés thermomécaniques des constituants élémentaires fibres et matrice présenté en Annexe A. Une limite est qu'il ne permet pas la mesure des températures des monofilaments entre 25°C et 800°C du fait que le pyromètre utilisé n'est pas adapté à cette plage. Une amélioration serait d'utiliser ou de développer un dispositif qui permettrait de pouvoir mesurer la température des monofilaments sur cette plage de valeurs et jusqu'à 1500°C.

- Extension à d'autres composites C/C : Une troisième perspective serait d'appliquer et d'étendre la méthode de modélisation actuelle à d'autres composites C/C. En effet, l'étude de ces matériaux dans d'autres travaux comme ceux de [Douarche, 2000], de [Gillard, 2017] ou encore de [Charron, 2017] laisse penser qu'ils sont régis par des mécanismes similaires. Pour ce faire, il serait nécessaire d'adapter la modélisation actuelle au composite C/C étudié : nouvelles propriétés thermomécaniques des constituants, identification des familles de fils et de leurs taux de constituants, modification de la description de l'architecture mésoscopique, valeurs des jeux de paramètres des éléments d'interfaces, ... Ces applications permettrait de robustifier l'approche développée. Elle pourrait ensuite être utilisée de façon prédictive afin de pouvoir s'affranchir de la réalisation d'essais coûteux et chronophages. Dans le cas industriel, elle pourrait notamment être utilisée en support du développement, de l'optimisation et de la validation de nouveaux matériaux.

- Prise en compte de phénomènes physico-chimiques : Une dernière perspective serait de compléter la chaîne de modélisation actuelle par la prise en compte de phénomènes physico-chimiques comme l'oxydation. En effet, cette réaction destructive gouverne grandement le comportement du composite C/C lorsqu'il est soumis à de fortes températures. Elle limite ainsi ses performances. Il serait par conséquent intéressant de la modéliser de façon à prévoir et optimiser son impact sur le matériau étudié.

Annexe A.
Caractérisation thermomécanique des constituants élémentaires

Sommaire

Banc de mesure thermomécanique sur monofilament 239
Caractérisation thermomécanique de la matrice - Cage de diffusion . . 244

Banc de mesure thermomécanique sur monofilament

Présentation du dispositif

Afin de caractériser les constituants élémentaires, le banc de mesure thermomécanique sur monofilament (figure 1) a été utilisé.

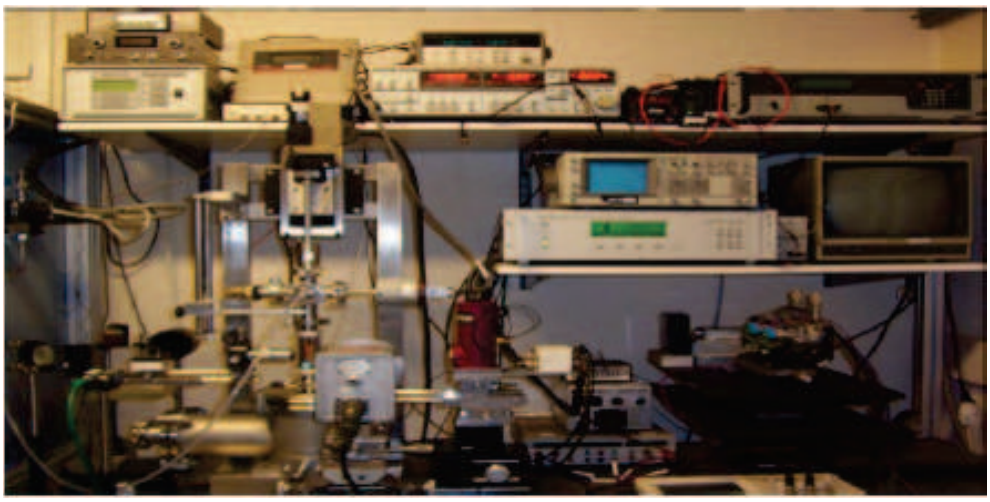

FIGURE 1 – Banc de mesure thermomécanique sur monofilament.

Ce dispositif permet de mesurer les propriétés thermomécaniques d'un monofilament carboné :

— E_l : module de Young longitudinal (GPa)

— α_l : coefficient de dilatation longitudinal (K^{-1})

— α_t : coefficient de dilatation transverse (K^{-1})

Dans le cas des fibres de carbone, la caractérisation est réalisée sur fibre unitaire. Dans le cas de la matrice de pyrocarbone, il est indispensable d'avoir recours à l'utilisation de microcomposites, la caractérisation directe étant impossible.

Différents types de mesures sont réalisables sur ce banc :

— Mesure de diamètre

— Mesure de l'effort

— Mesure du déplacement

Celles-ci sont réalisables à température ambiante comme à haute température (supérieure à 2000°C). Ces mesures sur le monofilament permettent d'obtenir les propriétés thermomécaniques recherchées des constituants élémentaires.

Principe des mesures

— Mesure du diamètre :

Cette mesure est réalisée par la diffraction d'un faisceau laser sur le monofilament. Les minima de la figure de diffraction sont récupérés sur les capteurs NMOS du dispositif. La distance entre les deux premiers minima, appelée interfrange (notée i) permet alors d'obtenir le diamètre du monofilament (figure 2 et équation 3).

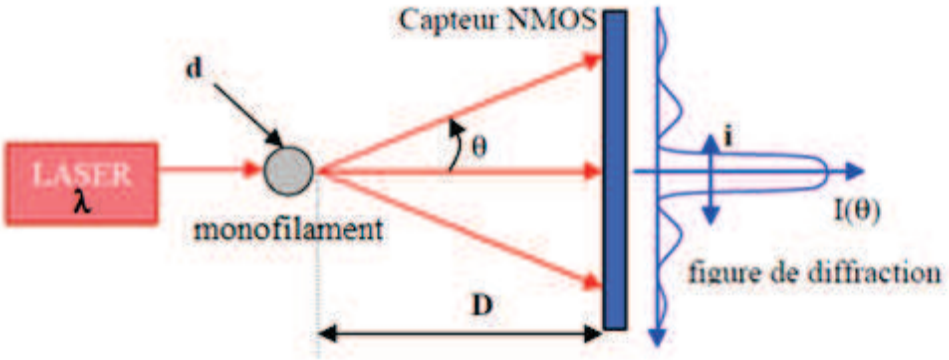

FIGURE 2 – Principe de mesure du diamètre [Grandclaudon, 2006].

$$d = \frac{2 * D * \lambda}{i} \tag{1}$$

avec :
- d : diamètre du monofilament (μm)
- D : distance interfrange / fibre (μm)
- λ : longueur d'onde du faisceau incident (λ = 488 nm)
- i : interfrange (μm)

— Mesure en température :

Afin de réaliser les mesures en température, le monofilament doit pouvoir être chauffé. Pour ce faire, la technique à disposition est de le mettre sous vide primaire puis secondaire, puis de lui appliquer une tension électrique du fait qu'il est conducteur. Dans le but d'être capable par la suite d'effectuer des mesures à une température donnée, il faut pourvoir faire le lien entre la tension appliquée au monofilament et sa température. Pour faire ce lien, une courbe d'étalonnage température = f(tension appliquée) est réalisée. Elle nécessite l'utilisation d'un pyromètre qui capte la température du monofilament à chaque incrément de tension appliquée. Une tension de 0V correspond à une température de 25°C. Par la suite, une fois la courbe d'étalonnage obtenue, le monofilament à mesurer est mis sous vide puis une tension correspondant à la température voulue lui est appliquée par le biais de cette courbe.

— Mesure de l'effort et du déplacement :

Le monofilament est collé sur deux plots de graphite, eux-mêmes serrés dans deux mors pour effectuer les mesures. Les valeurs d'effort et de déplacement sont directement obtenues par les capteurs d'effort et de déplacement placés sur le mors supérieur qui est mobile, le mors inférieur est quant à lui fixe.

Calculs des propriétés thermomécaniques à partir des mesures

— Module de Young :

Le calcul du module de Young se fait par la formule suivante :

$$\sigma = \frac{E}{\epsilon} \tag{2}$$

avec :
- E : module de Young (GPa)
- σ : contrainte (GPa)
- ϵ : déformation (sans unité)

Ce qui par développement donne :

$$E = \frac{4 * F}{\pi * d^2} / \frac{L - L_0}{L_0} \tag{3}$$

avec :
- F : force appliquée au monofilament (N)
- d : diamètre du monofilament (μm)
- L : longueur du monofilament au moment de la mesure (mm)
- L_0 : longueur du monofilament à l'instant initial (mm)

Le diamètre d est celui mesuré précédemment par diffraction laser. La longueur L_0 est mesurée au début de la mesure lors du placement du monofilament entre les mors. La force F est imposée par le capteur d'effort au monofilament. La longueur L qui lui correspond est donnée par le capteur de déplacement. Il est à noter que pour cette mesure, le monofilament peut être chauffé à une température donnée pour obtenir le module de Young associé.

— Coefficient de dilatation longitudinal :

Le coefficient de dilatation longitudinal est obtenu par la formule suivante :

$$\alpha_l = \frac{L - L_0}{L_0 * (T - T_0)} \tag{4}$$

avec :
- α_l : coefficient de dilatation longitudinal (K^{-1})
- L_0 : longueur du monofilament à l'état initial (mm)
- L : longueur du monofilament au moment de la mesure (mm)
- T_0 : température du monofilament à l'instant initial (K)
- T : température du monofilament au moment de la mesure (K)

Pour la mesure de ce coefficient, la courbe d'étalonnage température = f(tension appliquée) est utilisée entièrement (de la température ambiante jusqu'à température de rupture du monofilament). Le monofilament est placé sous vide pour lui permettre d'être chauffé.
Les mesures débutent à température ambiante. Le monofilament est mis sous contrainte afin d'être parfaitement tendu. Sa longueur initiale L est alors mesurée. Il est ensuite chauffé, sa température augmente alors de la valeur T-T_0. Ceci augmente sa longueur, il n'est alors plus tendu. Il est alors remis sous contrainte afin de le retendre, le déplacement du mors supérieur nécessaire pour le retendre est mesuré par le capteur de déplacement, ce qui correspond à la variation de distance L-L_0=ΔL. Le principe de la mesure est détaillé en figure 3.

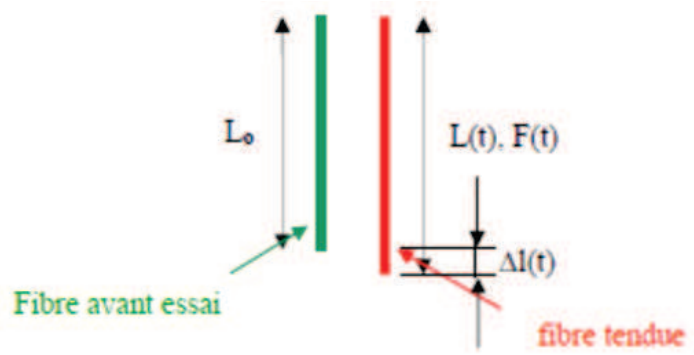

FIGURE 3 – Principe de la mesure du coefficient de dilatation longitudinal [Grandclaudon, 2006].

— Coefficient de dilatation transverse :

Le calcul du coefficient de dilatation transverse se base sur le même principe que celui du coefficient de dilatation longitudinal. La différence est que ce ne sont plus les variations de longueurs qui sont étudiées mais les variations de diamètres.
Ce coefficient est obtenu par la formule suivante :

$$\alpha_t = \frac{d - d_0}{d_0 * (T - T_0)} \tag{5}$$

avec :
- α_t : coefficient de dilatation transverse (K^{-1})
- d_0 : diamètre du monofilament à l'état initial (mm)
- d : diamètre du monofilament au moment de la mesure (mm)
- T_0 : température du monofilament à l'instant initial (K)
- T : température du monofilament au moment de la mesure (K)

Les variations de diamètres d-d_0 sont obtenues par mesure du diamètre à chaque incrément de température puis par soustraction par rapport au diamètre mesuré à température initiale.

Limitations

Le dispositif présente plusieurs limitations de mesures.

La première limitation est liée à la mesure du coefficient de Poisson. Celle-ci est due à une sensibilité des capteurs NMOS qui est trop faible pour détecter des variations de diamètre qui devraient être de l'ordre de la dizaine de nanomètres pour un coefficient de Poisson de 0.2 par exemple.

La seconde limitation est le pyromètre. En effet, celui-ci détecte le monofilament à partir d'une température de 800°C. Par conséquent, lors de la réalisation de la courbe d'étalonnage température = f(tension appliquée), il n'y a pas de valeurs mesurées entre la température ambiante et 800°C, une interpolation entre ces deux points est réalisée.

La dernière limitation est liée au monofilament en lui-même. Sa température maximale de mesure est pour le cas des fibres de carbone, sa température de traitement thermique. En effet, au-delà soit le monofilament casse, soit ses plans de graphène se réorganisent ce qui a pour

conséquence une grande dispersion des mesures et une fiabilité faible des résultats obtenus. Ainsi, les mesures sur fibres de carbone ont été réalisées sur la plage de température : [25°C - température de traitement thermique].

Erreurs de mesures

Lors de la mise en place du dispositif d'étude au cours du DRT de [Grandclaudon, 2006], les erreurs de mesures qui lui sont intrinsèques ont été estimées. Elles sont récapitulées dans le tableau ci-dessous.

Grandeur mesurée	Erreur de mesure
E_l (GPa)	$< 5\%$
d (μm)	< 0.05
α_l (K^{-1})	5%
α_t (K^{-1})	-

TABLE 2 – Erreurs de mesures du banc de mesure thermomécanique sur monofilament [Grandclaudon, 2006].

Caractérisation thermomécanique de la matrice de pyrocarbone - Cage de diffusion

Précédentes études

De premières mesures des propriétés thermomécaniques de matrices obtenues par procédé CVD avaient été réalisées par [Sauder et Lamon, 2005]. Afin de le faire par procédé CVI, le concept de cage de diffusion a été mis en place durant de précédentes études effectuées par [Charron, 2017].

Pour cela diverses formes de cages ont été testées, le but étant de déterminer un processus permettant d'obtenir une matrice de pyrocarbone autour des fibres XN05 :

— Tube de silice dans lequel ont été insérées des feuilles de papyex sur lesquelles des fibres ont été collées préalablement, puis un bouchon de préforme de fibres de carbone vient refermer le tout

— Tube de silice mais avec de la préforme de chaque côté des papyex

— Deux morceaux de préformes rectangulaires, non-creusés entre lesquels trois couches de papyex sont placées, les fibres étant collées sur la couche intermédiaire

— Deux morceaux de préformes rectangulaires, creusées avec les trois papyex à l'intérieur

Le résultat a été l'obtention d'un pyrocarbone proche de celui présent dans le composite C/C sur la fibre du tube de silice avec de la préforme de chaque côté des papyex, les autres formes ayant données un autre type de pyrocarbone. Malheureusement, la fibre s'est collée sur la préforme lors de la densification, rendant impossible son extraction et par conséquent sa caractérisation.

La conclusion qui a été tirée de cette première étude a été que le type de pyrocarbone obtenu dépendait de l'espace présent autour de la fibre. La cage avec le tube de silice n'étant pas aisée à réaliser, il a été décidé d'utiliser deux morceaux de préformes mais de réduire la largeur des fentes usinées, qui était de 1 cm dans les cages avec les morceaux de préformes. Pour cela, lors d'une seconde étude, le design de cage de diffusion retenu a été celui présenté en figure 4. La cage réalisée permet de se trouver dans des conditions très proches de celles du tube de silice avec les deux bouchons de préformes. En effet, son objectif est de permettre aux fibres d'avoir un minimum d'espace libre autour d'elles pour obtenir le type de pyrocarbone recherché. Pour cela, le papyex utilisé doit être suffisamment fin, il doit cependant présenter une épaisseur minimale pour éviter que les fibres ne se collent aux morceaux de préforme. Les fentes permettant de coller les fibres ont une largeur de 2 mm. L'ensemble est ensuite refermé puis collé à la colle carbone avant densification.

Ce nouveau design a malheureusement conduit à l'obtention d'un pyrocarbone différent de celui souhaité sur les fibres XN05. Une des explications possibles serait que le gaz permettant la densification n'avait pas assez maturé pour permettre d'obtenir le type recherché, peut-être qu'il venait se déposer trop vite sur les fibres. Pour cela, un dernier design de cage de diffusion a été mis en place, présenté en figure 5. Cette fois-ci des papyex fins percés de petits trous, jouant le rôle de diffuseurs, ont été placés entre les papyex contenant les fibres et les morceaux de préformes. Pour refermer l'ensemble constitué par les deux préformes, il a été choisi d'usiner un design de cage avec trois encoches avec des ajustements serrés permettant d'augmenter le chemin de diffusion des gaz dans la préforme fibreuse avant qu'ils atteignent les fibres de

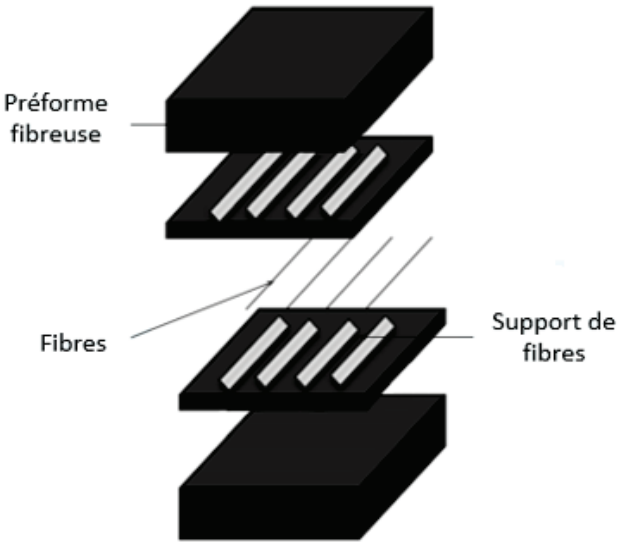

FIGURE 4 – Design de cage de diffusion retenu pour la seconde étude.

carbone à densifier, augmentant ainsi les chances d'obtenir un pyrocarbone semblable à celui présent dans le composite C/C.

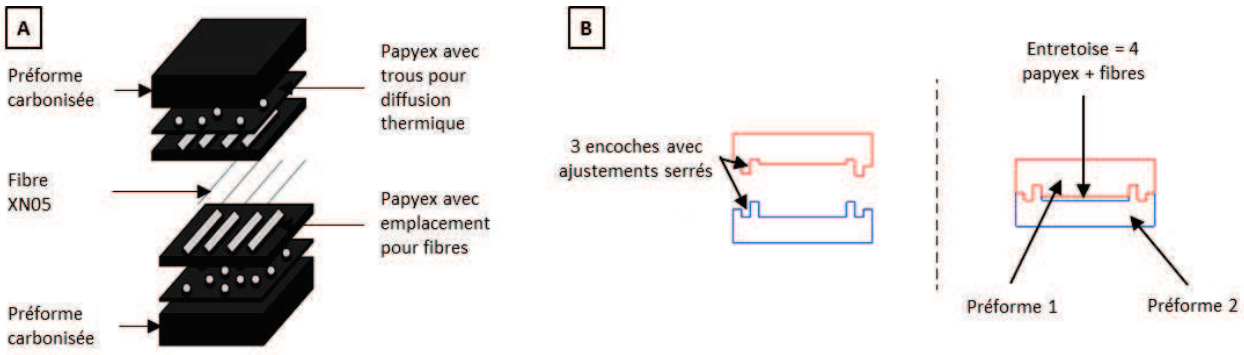

FIGURE 5 – A : Design final de la nouvelle cage de diffusion. B : Usinage de la cage de diffusion dans les deux préformes.

Réalisation d'un prototype de cage de diffusion

Afin de tester le nouveau design de cage de diffusion pour voir s'il permettait d'obtenir un pyrocarbone semblable à celui caractéristique du composite C/C sur les fibres de carbone, un prototype a été réalisé. Il était constitué de deux préformes de fibres ZHUN 1600 (figure 6).

Afin de pouvoir être infiltrées dans les fours CVI de taille réduite du laboratoire, les morceaux de préformes utilisés étaient de petite taille (55*70*15mm), ce qui a permis d'usiner uniquement deux encoches. Les papyex permettant de coller les fibres ont été usinés avec des longueurs de fentes de 2,5 cm et des largeurs de fentes variables afin de faire varier le volume présent autour de la fibre à densifier. Au total cinq fentes ont été découpées avec les largeurs suivantes : [3 mm ; 2.5 mm ; 2 mm ; 1.7 mm ; 1.5 mm].

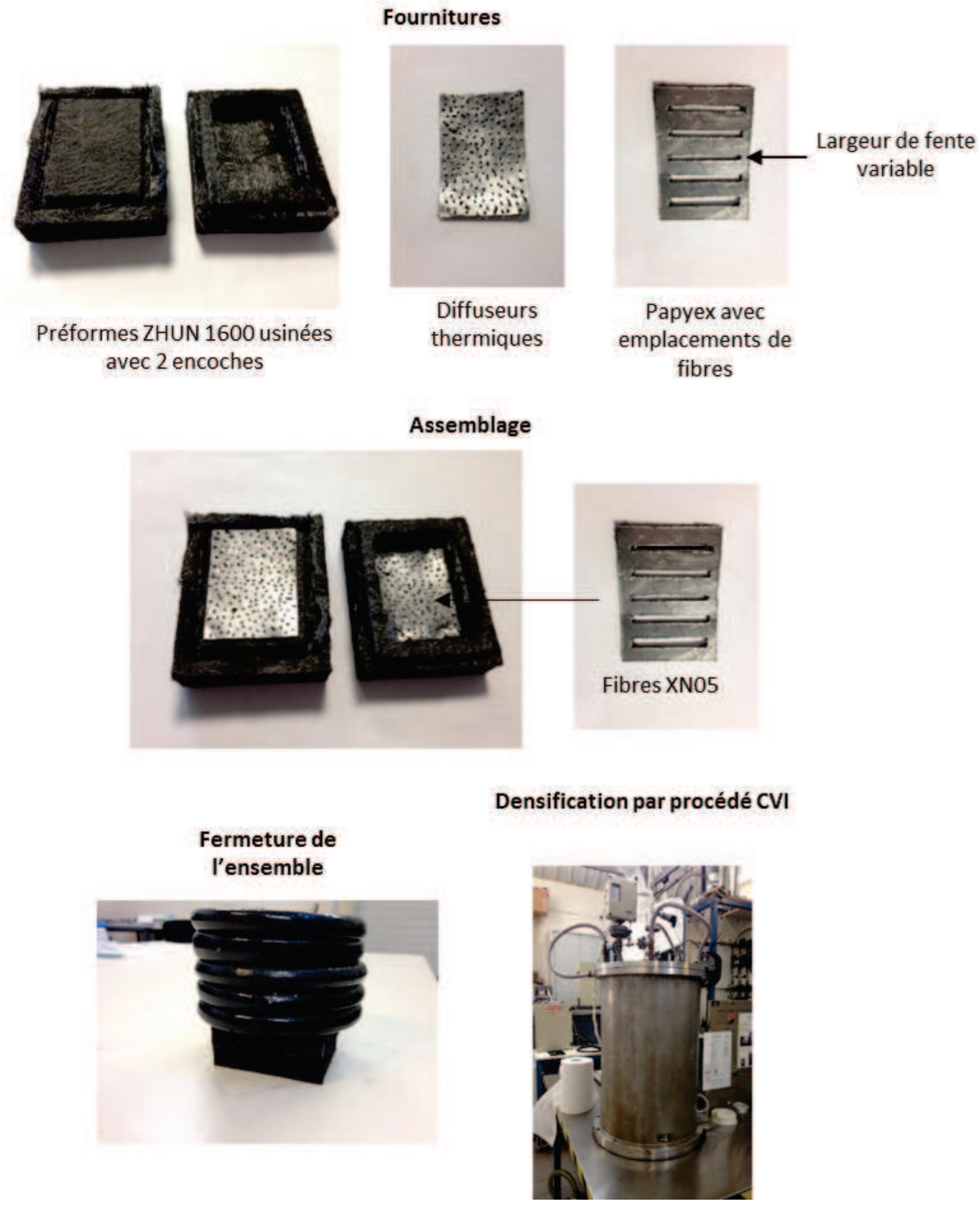

FIGURE 6 – Réalisation d'un prototype de cage de diffusion.

Après 72h de densification, 2 μm de dépôt de pyrocarbone ont été obtenus sur les fibres XN05. Après caractérisation, sur les quatre premières fibres, du pyrocarbone différent de celui recherché a été obtenu. Seul sur la dernière fibre (largeur de fente : 1.5 mm) a été obtenu du pyrocarbone pouvant tendre vers la structure souhaitée, cependant, la faible épaisseur de dépôt ne permet pas de conclure quant à l'obtention de ce type de pyrocarbone. Suite à ce résultat, il en a été déduit que pour obtenir un pyrocarbone semblable à celui du composite C/C, il fallait avoir des fentes de largeur inférieure à 1.5 mm pour placer les fibres XN05.

Mise en place d'une cage de diffusion

Afin de réaliser la cage de diffusion en taille réelle, deux préformes de disques de frein ont été fournies par Safran Landing Systems. Elles sont de type 21', pré-densifiées (d=0.7) afin de permettre leur usinage et de réduire la vitesse d'infiltration des gaz dans l'ensemble de préformes, ce qui laisse plus de temps aux gaz pour maturer. L'usinage des disques est présenté en figure 7.

Il comprend l'usinage sur chaque disque de quatre cadrans pour venir placer les fibres XN05 et les papyex, chaque cadran étant entouré de trois encoches. Sur l'un des disques, une partie mâle est usinée, sur le second la partie femelle. L'ensemble se referme avec des ajustements serrés.

Quinze fentes par cadran soit au total soixante fentes ont été usinées dans les papyex servant à placer les fibres XN05 dans la cage de diffusion. Le but, suite à la réalisation du prototype, était de leur donner une largeur inférieure à 1.5 mm. Ainsi, il a été choisi d'usiner pour un cadran des fentes de largeur 1 mm, pour deux cadrans des fentes de 0.8 mm et pour le dernier cadran des fentes de 0.6 mm. En pratique, du fait de la faible précision des outils disponibles pour réaliser ces fentes, leurs largeurs variaient entre 0.6 et 1.2 mm ce qui est finalement intéressant car cela permet, si le pyrocarbone obtenu correspond au type recherché, de déterminer exactement la largeur limite de fente permettant de l'obtenir. Le détail de l'usinage de la cage est présenté en figure 8, celui de sa réalisation l'est en figure 9.

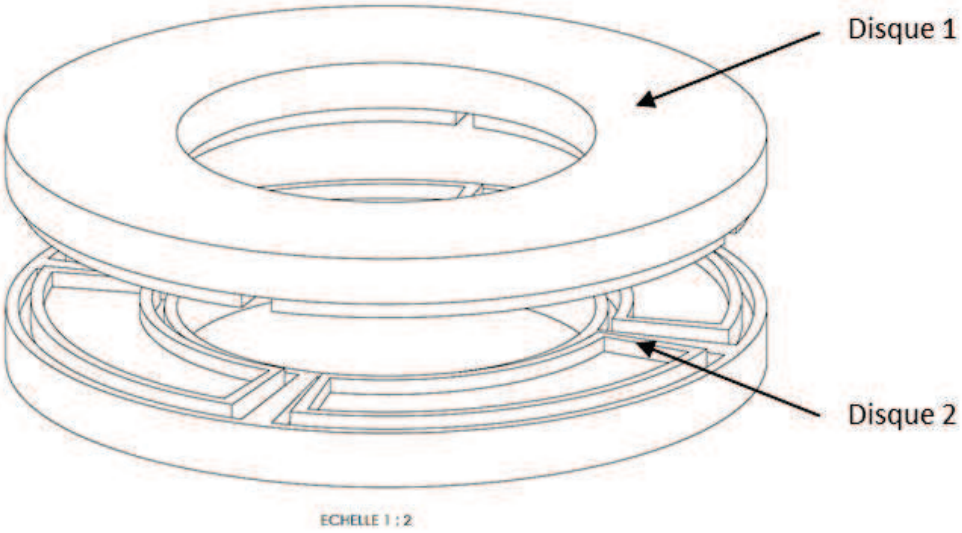

FIGURE 7 – Plans d'assemblage de la cage de diffusion.

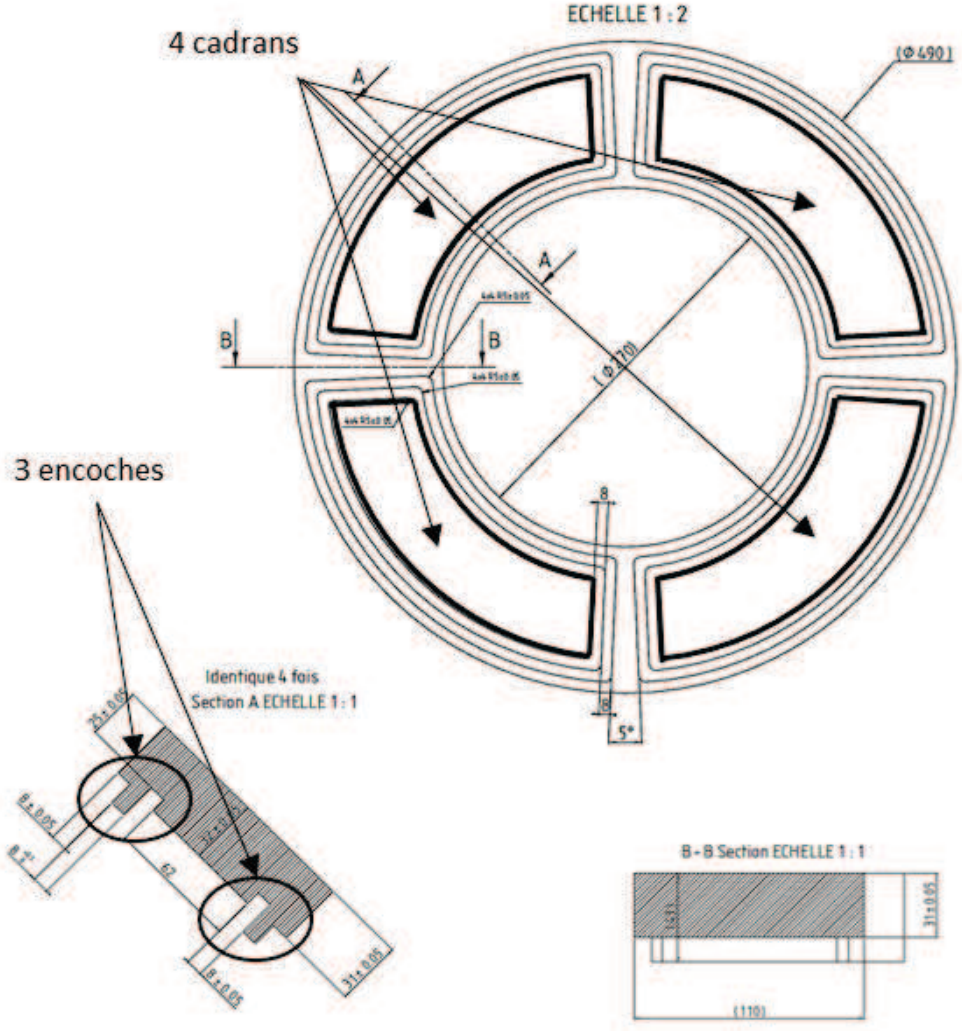

FIGURE 8 – Plans d'usinage de la cage de diffusion en taille réelle.

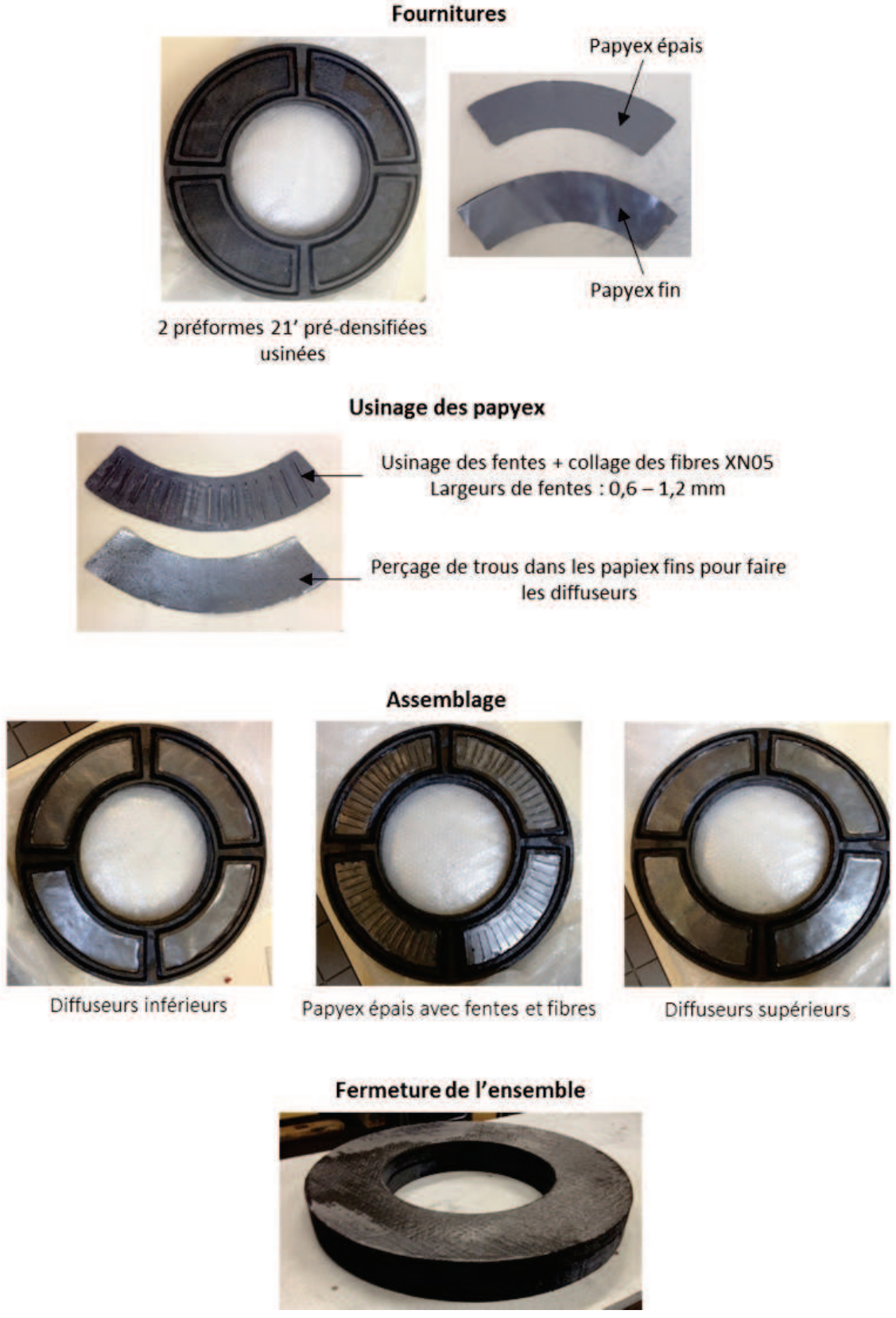

FIGURE 9 – Réalisation de la cage de diffusion en taille réelle.

Annexe B.
Techniques de traitement d'images

Sommaire

Méthode du tenseur de structure **253**
Masque des plis **254**
Masque des fils d'aiguilletage **256**
Masque des porosités **258**
Assemblage des masques **260**

Méthode du tenseur de structure

La méthode du tenseur de structure a pour objectif de calculer les orientations principales du matériau étudié en chacun des voxels d'une image de tomographie X qui lui est associée. Elle a été développée dans le cadre des travaux de thèse de [Charron, 2017]. Cette méthode se divise en la réalisation de plusieurs parties.

La première étape consiste à calculer le gradient de l'image utilisée nommé ∇I. Pour cela, le recours à un masque de filtrage en trois dimensions nommé G_3D_{10} est effectué. Développé dans la thèse de [Mulat *et al.*, 2008], il est optimal pour la détection de fils de gros diamètres (figure 1).

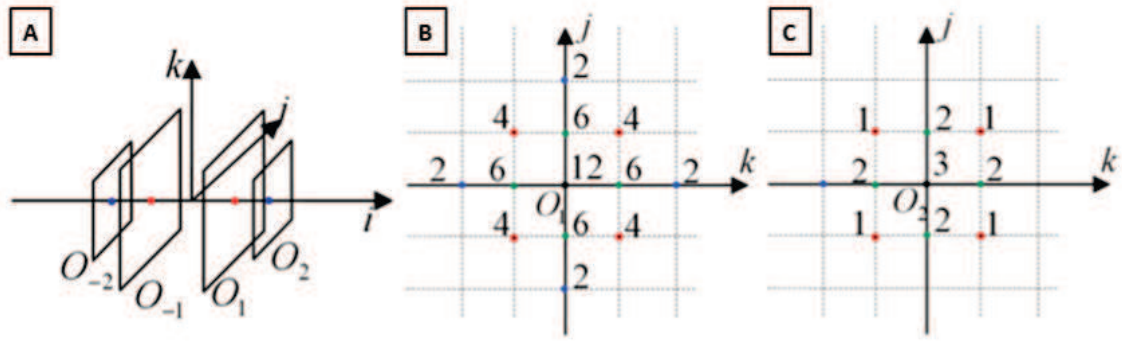

FIGURE 1 – Exemple de masque G_3D_{10} développé par [Mulat *et al.*, 2008]. A : Représentation 3D. B : Coefficients du masque dans le plan $(O_1,\vec{k},\vec{j})$ avec O_1=$(1,0,0)$. C : Coefficients du masque dans le plan $(O_2,\vec{k},\vec{j})$ avec O_2=$(2,0,0)$.

Ensuite, le tenseur de structure T est calculé par les équations 9 et 10. Une fenêtre d'intégration peut être prise en compte par l'utilisation d'un paramètre nommé ksize, permettant la prise en compte des voxels voisins et ainsi de s'affranchir des effets locaux pouvant insérer un biais dans le calcul de directions.

$$T = \nabla I * {}^{t}\nabla I \tag{6}$$

$$T = \begin{bmatrix} \nabla^2 I_x & \nabla I_x \nabla I_y & \nabla I_x \nabla I_z \\ . & \nabla^2 I_y & \nabla I_y \nabla I_z \\ sym & . & \nabla^2 I_z \end{bmatrix} \tag{7}$$

Ce tenseur est ensuite diagonalisé permettant l'obtention de trois valeurs propres. Le vecteur associé à la plus faible valeur propre correspond à celui de la direction de variation la plus faible de niveau de gris et ainsi à l'orientation principale du matériau au niveau du voxel étudié. L'application de cette séquence à l'image de tomographie X étudiée permet l'obtention de trois fichiers correspondants aux composantes de directions X, Y, et Z par voxel de l'image étudiée.

Masque des plis

Concernant le masque des plis, le fichier correspondant aux composantes de directions X est étudié. La séquence de filtrage appliquée est la suivante :

— Normalisation des niveaux de gris : *Normalize Grayscale*
— Seuillage manuel des niveaux de gris correspondant au pli voulu : *Interactive Thresholding*
— Suppression des petits points : *Remove Small Spots*
— Fermeture : *Closing*
— Inversion des niveaux de gris : *Not*
— Suppression des petits points : *Remove Small Spots*
— Inversion des niveaux de gris : *Not*
— Remplissage des trous : *Fill Holes*

Ces opérations sont réalisées pour chacune des orientations de plis composants la tomographie X étudiée. Les masques obtenus peuvent alors être superposés selon la méthode présentée dans le chapitre 4 de ce manuscrit.

L'application de cette séquence au filtrage d'un pli d'une image de tomographie X représentant les composantes de directions X qui lui sont associées est présentée en figure 2.

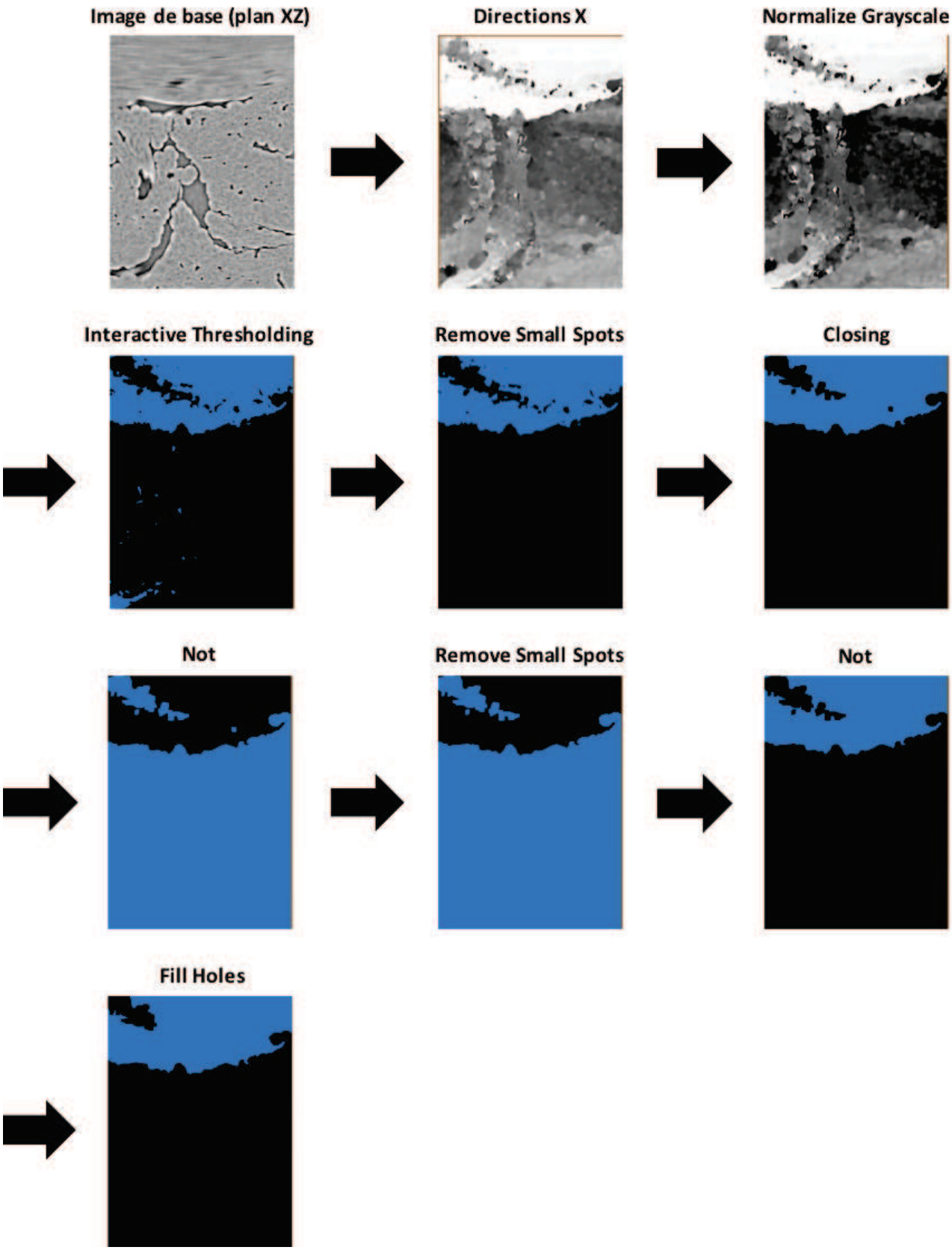

FIGURE 2 – Séquence de filtrage des composantes X des orientations principales des voxels étudiés en vue de l'obtention du masque d'un pli orienté à 0°.

Masque des fils d'aiguilletage

Le masque des fils d'aiguilletage est quant à lui obtenu par filtrage du fichier des composantes de directions principales selon l'axe Z. La méthode de traitement d'images appliquée est la suivante :

— Normalisation des niveaux de gris : *Normalize Grayscale*
— Seuillage manuel des niveaux de gris correspondant au pli voulu : *Interactive Thresholding*
— Fermeture : *Closing*
— Suppression des petits points : *Remove Small Spots*
— Inversion des niveaux de gris : *Not*
— Suppression des petits points : *Remove Small Spots*
— Inversion des niveaux de gris : *Not*

L'application de cette séquence d'opérations à une image est présentée en figure 3.

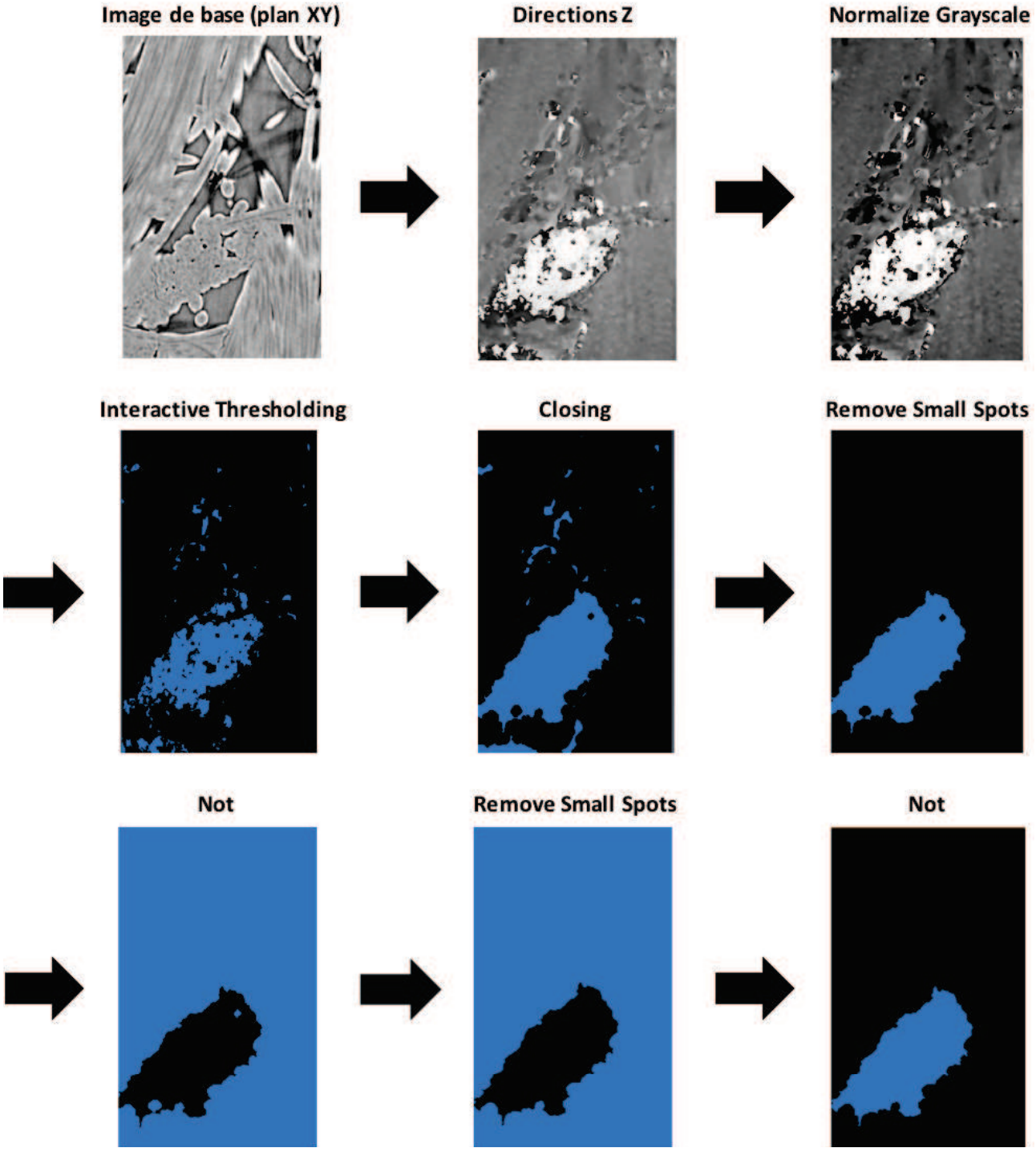

FIGURE 3 – Séquence de filtrage des composantes Z des orientations principales des voxels étudiés en vue de l'obtention du masque des fils d'aiguilletage.

Masque des porosités

Le masque des porosités est obtenu par filtrage direct de l'image de tomographie X de base. Il est à noter que le squelette des fissures y est également représenté. La séquence de traitements mise en place pour réaliser ce masque est la suivante :

— Diffusion anisotrope : *Anisotropic Diffusion*
— Normalisation des niveaux de gris : *Normalize Grayscale*
— Débruitage : *Deblur*
— Seuillage manuel des niveaux de gris correspondant au pli voulu : *Interactive Thresholding*
— Suppression des petits points : *Remove Small Spots*
— Inversion des niveaux de gris : *Not*
— Suppression des petits points : *Remove Small Spots* -> Masque des porosités et fissures
— Suppression des trous : *Remove Small Holes*
— Ouverture : *Opening* -> Masque des porosités
— Soustraction du masque des porosités au masque des porosités et fissures : *Substract* -> masque des fissures
— Squelétisation du masque des fissures : *Skeletize*
— Addition du masque des porosités au masque des fissures squelétisé : *Add*

L'application de cette séquence à une image de tomographie X est présentée en figure 4.

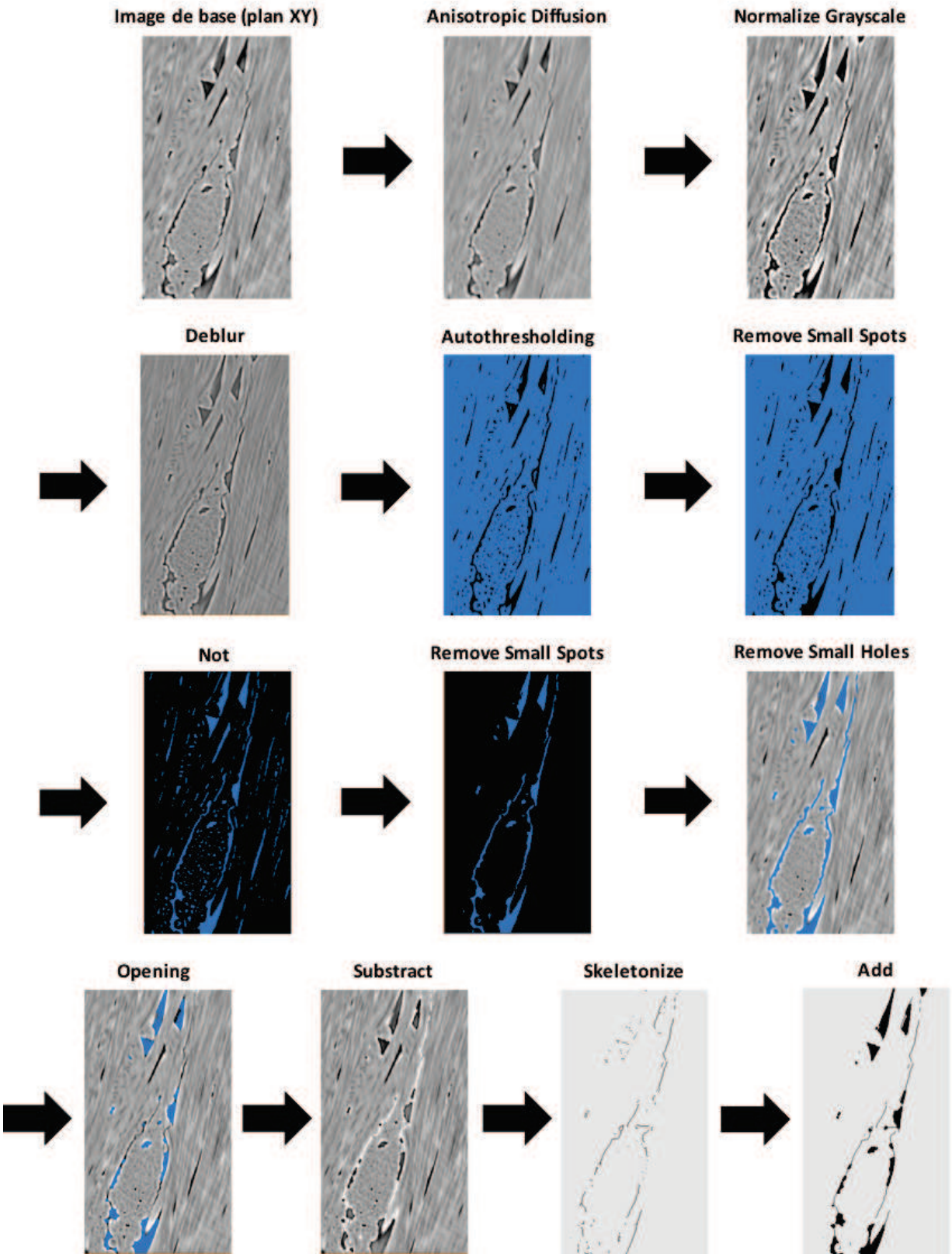

FIGURE 4 – Séquence de filtrage d'une image de tomographie X en vue de l'obtention du masque des porosités.

Assemblage des masques

Les masques des plis, des fils d'aiguilletage ainsi que des porosités étant obtenus, la dernière étape consiste à les assembler. Pour cela, différentes étapes leurs sont appliqués :

— Multiplication des différents masques par des valeurs entières distinctes : *Multiply*
— Assemblage des masques un à un : *Add*
— Distinction des zones de labels indépendantes induites par l'assemblage : *Connected Components*
— Suppression des labels "parasites" : *Remove Islands*
— Adoucissement des interfaces entre labels : *Smooth Labels*

Il est à noter que parfois de légères corrections manuelles sont à effectuer par l'utilisateur, notamment lors de l'étape de suppression des labels "parasites". L'application de ces étapes à une image de tomographie X est présentée en figure 5.

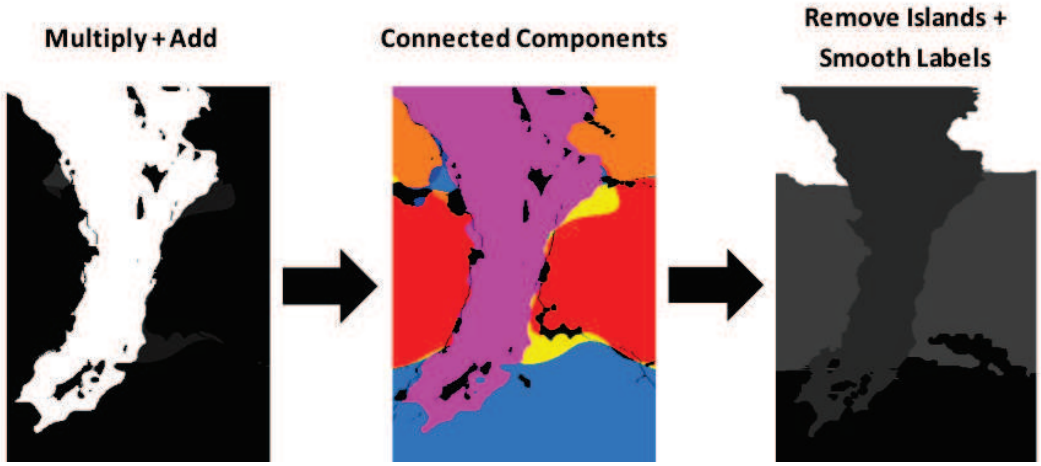

FIGURE 5 – Assemblage des masques des plis, des aiguilletages et des porosités.

Afin d'obtenir une image labélisée complète et prête à être maillée par des éléments finis, une dernière étape est nécessaire, celle de la séparations des plis en fils de plis par des plans verticaux espacés de 400 μm les uns des autres et orientés selon la direction préférentielle du pli étudié. Celle-ci est présentée dans le chapitre 4 de ce manuscrit.

Bibliographie

[Acare, 2018] Acare (2018). Advisory council for aviation research and innovation in europe. *http ://www.acare4europe.org*.

[Alfano *et al.*, 2006] Alfano, G., Marfia, S. et Sacco, E. (2006). A cohesive damage-friction interface model accounting for water presssure on crack propagation. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 196(1):192 – 209.

[Alliez *et al.*, 2011] Alliez, P., Rineau, L., Tayeb, S., Tournois, J. et Yvinec, M. (2011). 3D mesh generation. *In CGAL User and Reference Manual*. CGAL Editorial Board, 3.8 édition.

[Aoki *et al.*, 2007] Aoki, T., Yamane, Y., Ogasawara, T., Ogawa, T., Sugimoto, S. et Ishikawa, T. (2007). Measurements of fiber bundle interfacial properties of three-dimensionally reinforced carbon/carbon composites up to 2273k. *Carbon*, 45(2):459 – 467.

[Aubard *et al.*, 1998] Aubard, X., Cluzel, C., Guitard, L. et Ladevèze, P. (1998). Modelling of the mechanical behaviour of 4d carboncarbon composite materials. *Composites Science and Technology*, 58(5):701 – 708.

[B. Avery et Herakovich, 1987] B. Avery, W. et Herakovich, C. (1987). Effect of fiber anisotropy on thermal stresses in fibrous composites. 53.

[Baranger *et al.*, 2009] Baranger, E., Cluzel, C., Ladevèze, P. et Baroumes, L. (2009). Macro-modélisation de durée de vie de CMC à matrice autocicatrisante : capacité de prédiction actuelle et aide à la définition de nouveaux essais = lifetime macro-modelling of a self-healing ceramic matrix composite : current predictive capability and exploitation for new tests definition. *In* et Jacques LAMON, P. O., éditeur : *JNC 16*, page 10 p., Toulouse, France. AMAC.

[Bertrand *et al.*, 1999] Bertrand, S., Forio, P., Pailler, R. et Lamon, J. (1999). Hi-nicalon/sic minicomposites with (pyrocarbon/sic)n nanoscale multilayered interphases. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(9):857 – 870.

[Bertrand *et al.*, 1998] Bertrand, S., Lavaud, J., Hadi, R. E., Vignoles, G. et Pailler, R. (1998). The thermal gradient-pulse flow cvi process : A new chemical vapor infiltration technique for the densification of fibre preforms. *Journal of the European Ceramic Society*, 18(7):857 – 870.

[Bourrat *et al.*, 2002] Bourrat, X., Fillion, A., Naslain, R., Chollon, G. et Brendlé, M. (2002). Regenerative laminar pyrocarbon. *Carbon*, 40(15):2931 – 2945.

[Bourrat *et al.*, 2000] Bourrat, X., Trouvat, B., Limousin, G., Vignoles, G. et Doux, F. (2000). Pyrocarbon anisotropy as measured by electron diffraction and polarized light. *Journal of Materials Research*, 15(1):92 – 101.

[Boury, 2017] Boury, C. (2017). *Caractérisation Thermo-Mécanique de Micro-Composites Carbone / Carbone*. Stage de license, Université de Bordeaux.

[Cavalier, 1992] Cavalier, Jean-Claude et Christin, F. (1992). Matériaux composites thermostructuraux. *Techniques de l'ingénieur*.

[CEA, 2004] CEA (2004). *Travaux de caractérisation du comportement HT d'un composite 3D C/C*. Rapport technique, CEA Le Ripault.

[Chaboche *et al.*, 1997] Chaboche, J. L., Girard, R. et Schaff, A. (1997). Numerical analysis of composite systems by using interphase/interface models. *Computational Mechanics*, 20(1):3–11.

[Champagne, 2013] Champagne, M. (2013). *'Endommagement utile' et 'dialogue surface/volume' : Investigations numérique et expérimentale du comportement des composites C/C sous sollicitations tribologiques*. Thèse de doctorat. INSA Lyon.

[Charron, 2017] Charron, M. (2017). *Modélisation basée images du comportement thermomécanique de composite C/C*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux.

[Chatain, 2001] Chatain, M. (2001). Matériaux composites : présentation générale. *Techniques de l'ingénieur*, base documentaire : TIB142DUO.(ref. article : am5000).

[Choy, 2003] Choy, K. (2003). Chemical vapour deposition of coatings. *Progress in Materials Science*, 48(2):57 – 170.

[Coindreau, 2003] Coindreau, O. (2003). *Etude 3D de préformes fibreuses : interaction entre phénomènes physico-chimiques et géométrie*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux.

[Couégnat, 2008] Couégnat, G. (2008). *Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé* . Thèse de doctorat, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I.

[Dagli, 1999] Dagli, L. (1999). *Contribution à l'étude du comportement mécanique d'un composite carbone-carbone conçu pour le freinage*. Thèse de doctorat. Ecole Européenne de Chimie Polymères et Matériaux - Strasbourg.

[Dekeyrel, 2010] Dekeyrel, A. (2010). *Mise au point d'un procédé d'élaboration rapide de composites Carbone/Carbone haute densité*. Thèse de doctorat. Thèse de doctorat.

[Dermarkar, 1990] Dermarkar, S. (1990). Matériaux composites à matrice métallique. *Techniques de l'ingénieur Méthodes de caractérisation et d'analyse des métaux et alliages*, base documentaire : TIB532DUO.(ref. article : m250).

[Diefendorf et Tokarsky, 1971] Diefendorf, R. J. et Tokarsky, E. W. (1971). The relationship of structure to properties in graphite fibers. part 1. Rapport technique, Rensselaer Polytechnic Inst Troy Ny Materials Div.

[Dietrich *et al.*, 2012] Dietrich, S., Gebert, J.-M., Stasiuk, G., Wanner, A., Weidenmann, K., Deutschmann, O., Tsukrov, I. et Piat, R. (2012). Microstructure characterization of cvi-densified carbon/carbon composites with various fiber distributions. *Composites Science and Technology*, 72(15):1892 – 1900.

[Dong *et al.*, 2002] Dong, S., Katoh, Y., Kohyama, A., Schwab, S. et Snead, L. (2002). Microstructural evolution and mechanical performances of sic/sic composites by polymer impregnation/microwave pyrolysis (pimp) process. *Ceramics International*, 28(8):899–905.

[Douarche, 2000] Douarche, N. (2000). *Optimisation de l'architecture et de la nature des constituants pour la tenue en service des composites carbone-carbone pour application de freinage*. Thèse de doctorat. INSA Lyon.

[Douarche *et al.*, 2001] Douarche, N., Rouby, D., Peix, G. et Jouin, J. (2001). Relations between x-ray tomography, density and mechanical properties in carbon-carbon composites. *Carbon*, 39:1455 – 1465.

[Dupin, 2013] Dupin, C. (2013). *Etude du comportement mécanique des matériaux composites à matrice céramique de faible épaisseur*. Thèse de doctorat, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I.

[Dupupet, 2008] Dupupet, G. (2008). Fibres de carbone. *Techniques de l'ingénieur Les grands évènements de l'année*, base documentaire : TIB625.(ref. article : am5134).

[Fan *et al.*, 2007] Fan, S., Xu, Y., Zhang, L., Cheng, L. F., Yu, L., Yuan, Y., Zhang, F., Tian, G., Chen, Z. et Lou, J. (2007). Three-dimensional needled carbon/silicon carbide composites with high friction performance. 467:53–58.

[Fitzer et Manocha, 1998] Fitzer, E. et Manocha, L. (1998). *Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites*, volume 2.

[Francois et Gurliat, 1991] Francois, B. et Gurliat, A. (1991). Moulage par injection de résine à basse pression ou procédé rtm. *Techniques de l'ingénieur*, base documentaire : .(ref. article :).

[Francois, 2003] Francois, M. (2003). *Matériaux composites C/C pour le freinage aéronautique : éléments de compréhension des régimes de frottement et d'usure haut et bas*. Thèse de doctorat. INSA Lyon.

[Gatoux, 2013] Gatoux, A. (2013). *Caractérisation physico-chimique d'un revêtement de protection anti-oxydation multi-composants pour freins d'avions en composites C/C*. Thèse de doctorat. Thèse de doctorat.

[Geubelle et Baylor, 1998] Geubelle, P. H. et Baylor, J. S. (1998). Impact-induced delamination of composites : a 2d simulation. *Composites Part B : Engineering*, 29(5):589 – 602.

[Geuzaine et Remacle, 2009] Geuzaine, C. et Remacle, J.-F. (2009). *Gmsh : A 3-D Finite Element Mesh Generator with Built-in Pre- and Post-Processing Facilities*. International journal for numerical methods in engineering(79) :1309-1331.

[Gillard, 2017] Gillard, A. (2017). *Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique d'un composite 3D carbone/carbone : étude du comportement aux interfaces à haute température*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux.

[Gillard *et al.*, 2015] Gillard, A., Couégnat, G., Caty, O., Allemand, A., P, W. et Vignoles, G. (2015). *A quantitative, space-resolved method for optical anisotropy estimation in bulk carbons*. Carbon(91) :423-435.

[Giraud, 2011] Giraud, I. (2011). *Élaboration d'ensimages thermoplastiques thermostables : influence sur le comportement mécanique des composites PEEK / fibres de carbone*. Thèse de doctorat. Thèse de doctorat.

[Gouider, 2004] Gouider, M. (2004). *Tribologie des composites Carbone / Carbone : échelles et contributions relatives de la mécanique et de la physico-chimie*. Thèse de doctorat. ThÃšse INSA Lyon.

[Grail, 2013] Grail, G. (2013). *Approche multimodèle pour la conception de structures composites à renfort tissé*. Thèse de doctorat. Thèse de doctorat dirigée par Hambli, Ridha Génie mécanique. Mécanique des matériaux Orléans 2013.

[Grandclaudon, 2006] Grandclaudon (2006). Mise au point d'un dispositif expérimental pour la caractérisation thermomécanique de filaments unitaires.

[Grippon, 2013] Grippon, E. (2013). *Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D : approche multi-échelle et évaluation ultrasonore* . Thèse de doctorat, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I.

[Hashin, 1990] Hashin, Z. (1990). Thermoelastic properties and conductivity of carbon/carbon fiber composites. *Mechanics of Materials*, 8(4):293 – 308.

[Hatta *et al.*, 2005a] Hatta, H., Goto, K. et Aoki, T. (2005a). Strengths of c/c composites under tensile, shear, and compressive loading : Role of interfacial shear strength. *Composites Science and Technology*, 65(15):2550 – 2562. 20th Anniversary Special Issue.

[Hatta *et al.*, 2005b] Hatta, H., Goto, K., Ikegaki, S., Kawahara, I., Aly-Hassan, M. et Hamada, H. (2005b). *Tensile strength and fiber/matrix interfacial properties of 2D- and 3D-carbon/carbon composites*. Journal of the european ceramic society :535-542.

[Houdayer, 1981] Houdayer, Spitz, T. V. (1981). Brevet francais cea n° 81 221163. *Progress in Materials Science*.

[Leuchs, 2008] Leuchs, M. (2008). Ceramic matrix composites : Fiber reinforced ceramics and their applications.

[Masaki *et al.*, 2008] Masaki, K., Akira, K., Kiyohito, O. et Takahiro, I. (2008). *Fabrication of High Performance SiC/SiC Composite by Polymer Impregnation and Pyrolysis Method*, chapitre 36, pages 309–316. Wiley-Blackwell.

[Mazars *et al.*, 2017] Mazars, V., Caty, O., Couégnat, G., Bouterf, A., Roux, S., Denneulin, S., Pailhès, J. et Vignoles, G. L. (2017). Damage investigation and modeling of 3d woven ceramic matrix composites from x-ray tomography in-situ tensile tests. *Acta Materialia*, 140:130 – 139.

[Mengawaku, 2010] Mengawaku, J. (2010). *Analyse du comportement de la servovalve électro-hydraulique lors de freinage des roues d'un avion (cas de Boeing 737-NG)*. Mémoire de fin d'études, INSA.

[Morgan, 2005] Morgan, P. (2005). *Carbon fibers and their composites*, volume 203.

[Morgan, 1972] Morgan, W. (1972). Thermal expansion coefficients of graphite crystals. *Carbon*, 10(1):73 – 79.

[Mulat, 2008] Mulat, C. (2008). *Détection, caractérisation d'objets 3D et simulation d'évolution morphologique appliqués à l'infiltrabilité de préformes fibreuses*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux.

[Mulat *et al.*, 2008] Mulat, C., Donias, M., Baylou, P., Vignoles, G. et Germain, C. (2008). Axis detection of cylindrical objects in 3-D images. *Journal of Electronic Imaging*, 17(3):0311081–0311089.

[Naslain *et al.*, 2001] Naslain, R., Pailler, R., Bourrat, X., Bertrand, S., Heurtevent, F., Dupel, P. et Lamouroux, F. (2001). Synthesis of highly tailored ceramic matrix composites by pressure-pulsed cvi. *Solid State Ionics*, 141-142:541 – 548. XIV International Symposium on the Reactivity of Solids.

[Needleman, 1997] Needleman, A. (1997). Cohesive surface modeling of fast crack growth. *In ICF 9-Sydney, Australia-1997*.

[Nelson et Riley, 1945] Nelson, J. B. et Riley, D. P. (1945). The thermal expansion of graphite from 15°c. to 800°c. : part i. experimental. *Proceedings of the Physical Society*, 57(6):477.

[Oberlin, 1984] Oberlin, A. (1984). Carbonization and graphitization. *Carbon*, 22(6):521 – 541.

[Pahr et Zysset, 2008] Pahr, D. H. et Zysset, P. K. (2008). *Influence of boundary conditions on computed apparent elastic properties of cancellous bone*. Biomechanics and modeling in mechanobiology (7-6) :463–476.

[Pailhes, 1999] Pailhes, J. (1999). *Comportement mécanique sous sollicitations multi-axiales d'un composite carbone-carbone*. Thèse de doctorat. Thèse de doctorat dirigée par Lamon, Jacques Physique. Mécanique Bordeaux I.

[Poss, 1982] Poss, M. (1982). *Endommagement et rupture des matériaux composites Carbone-Carbone*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie.

[Pradere, 2004] Pradere, C. (2004). *Caractérisation thermique et thermomécanique de fibres de carbone et céramique à très haute température*. Thèse de doctorat. ENSAM Bordeaux.

[Pradere et Sauder, 2008] Pradere, C. et Sauder, C. (2008). Transverse and longitudinal coefficient of thermal expansion of carbon fibers at high temperatures (300-2500k). *Carbon*, 46(14):1874 – 1884.

[Rakotoarisoa, 2014] Rakotoarisoa, C. (2014). *Prévision de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock* . Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne.

[Remond, 1984] Remond, Y. (1984). *Sur la reconstitution de comportement mécanique d'un matériau composite 3D à partir de ses constituants*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie.

[Ros, 2011] Ros, W. (2011). *Modélisation Multi-échelle de l'infiltration chimique à partir de la phase vapeur de composites à renforts fibreux*. Thèse de doctorat, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I.

[Sauder, 2001] Sauder, C. (2001). *Relation microstructure/propriétés à haute temperature dans les fibres et matrices de carbone*. Thèse de doctorat. Université de Bordeaux I.

[Sauder et Lamon, 2005] Sauder, C. et Lamon, J. (2005). Prediction of elastic properties of carbon fibers and cvi matrices. *Carbon*, 43(10):2044 – 2053.

[Sauder *et al.*, 2004] Sauder, C., Lamon, J. et Pailler, R. (2004). The tensile behavior of carbon fibers at high temperatures up to 2400c. *Carbon*, 42(4):715 – 725.

[Sauder *et al.*, 2005] Sauder, C., Lamon, J. et Pailler, R. (2005). The tensile properties of carbon matrices at temperatures up to 2200c. 43.

[Savage, 1993] Savage (1993). *Carbon-Carbon Composite*.

[Serpieri *et al.*, 2015a] Serpieri, R., Albarella, M., Alfano, G. et Sacco, E. (2015a). A 3d multiscale cohesive zone models accounting for friction, damage and interlocking. *European Journal of Computational Mechanics*, 24(July).

[Serpieri *et al.*, 2015b] Serpieri, R., Alfano, G. et Sacco, E. (2015b). A mixed-mode cohesive-zone model accounting for finite dilation and asperity degradation. *International Journal of Solids and Structures*, 67:102–115.

[Serpieri *et al.*, 2015c] Serpieri, R., Sacco, E. et Alfano, G. (2015c). A thermodynamically consistent derivation of a frictional-damage cohesive-zone model with different mode i and mode ii fracture energies. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 49:13 – 25.

[Siron, 1996] Siron, O. (1996). *Approche micro-macro du comportement mécanique et de la rupture d'un composite carbone-carbone à architecture fibreuse multidirectionnelle*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I.

[Siron et Lamon, 1998] Siron, O. et Lamon, J. (1998). Damage and failure mechanisms of a 3-directional carbon/carbon composite under uniaxial tensile and shear loads. *Acta Materialia*, 46(18):6631 – 6643.

[Siron *et al.*, 1999] Siron, O., Pailhès, J. et Lamon, J. (1999). Modelling of the stress/strain behaviour of a carbon/carbon composite with a 2.5 dimensional fibre architecture under tensile and shear loads at room temperature. 59:1–12.

[Tallaron, 1996] Tallaron, C. (1996). *Comportement thermomécanique en présence ou non d'une entaille, sous régimes statique et dynamique, d'un composite multidirectionnel carbone-carbone*. Thèse de doctorat. INSA Lyon.

[Thebault, 2006] Thebault, Jacques et Olry, P. (2006). Les composites carbone/carbone. *L'Actualité Chimique*, 295-296:47–51.

[Tvergaard et Hutchinson, 1992] Tvergaard, V. et Hutchinson, J. W. (1992). The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 40(6):1377 – 1397.

[Valette *et al.*, 2002] Valette, L., Rouby, D. et Tallaron, C. (2002). Analysis of pull-out and failure of unidirectional bundles in a laminated carbon/carbon composite. *Composites Science and Technology*, 62(4):513 – 518.

[Vallerot, 2004] Vallerot, J.-M. (2004). *Matrice de pyrocarbone : propriétés, structure et anisotropie optique*. Thèse de doctorat. Thèse de doctorat.

[Vignoles *et al.*, 2015] Vignoles, G., Weisbecker, P., Leyssale, J.-M., Jouannigot, S. et Chollon, G. (2015). *Carbones pyrolytiques ou pyrocarbones : des matériaux multiéchelles et multiperformances*. Techniques de l'ingénieur nanomatériaux : propriétés.

[Xu *et al.*, 2015] Xu, H., Zhang, L. et Cheng, L. (2015). The yarn size dependence of tensile and in-plane shear properties of three-dimensional needled textile reinforced ceramic matrix composites. *Materials and Design*, 67:428 – 435.