

UNIVERSITE DE LIMOGES

Faculté des Sciences et Techniques

Ecole Doctorale Science - Technologie - Santé

Laboratoire du Groupe d'Etude des Matériaux Hétérogènes

N° : 75 - 2006

THESE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES

Discipline : Procédés et Matériaux Céramiques

Présentée et soutenue publiquement par

Yoann JOLIFF

Le 13 décembre 2006

ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DES
PROPRIETES D'ELASTICITE DE MATERIAUX
MODELES HETEROGENES

Directeurs de Thèse : M. Jean-Claude GLANDUS et M. Joseph ABSI

JURY

Rapporteurs :

M. Alain GASSER, Professeur des Universités, LMSP, Polytech'Orléans

M. Dominique ROUBY, Professeur des Universités, GEMPPM, INSA, Lyon

Examineurs :

M. Joseph ABSI, Professeur des Universités, GEMH, ENSCI, Limoges

M. Thierry CUTARD, Maître de Conférence, EMAC, Albi

M. Marc HUGER, Maître de Conférence, GEMH, ENSCI, Limoges

M. Nicolas SCHMITT, Maître de Conférence, LMT, Cachan

Invité :

M. Jean-Claude GLANDUS, Professeur des Universités, GEMH, ENSCI, Limoges

Remerciements

Le présent travail, réalisé dans les locaux de l'Ecole Nationale Supérieure de Céramique Industrielle (ENSCI) de Limoges, au sein du Groupe d'Etude des Matériaux Hétérogènes (GEMH), a bénéficié du soutien financier de la région Limousin que je souhaite ici remercier.

Je tiens à remercier Monsieur Jean-Claude Glandus, Professeur des universités, pour avoir dirigé avec succès ce travail de thèse, pour m'avoir fait profiter de sa rigueur, de son expérience, de ses compétences scientifiques. Je souhaite lui exprimer toute ma gratitude pour la confiance qu'il m'a accordée tout au long de ces trois années de thèse.

Je remercie Monsieur Marc Huger, Maître de Conférences, qui a encadré ce travail avec objectivité. Ses compétences scientifiques ont été d'une aide importante pour mener à bien cette étude. Je tiens également à le remercier pour sa disponibilité et sa forte implication dans cette thèse.

Mes remerciements vont également à Monsieur Joseph Absi, Professeur des Universités, qui a co-dirigé ce travail. Il a toujours été disponible et dévoué pour mener à bien la thèse.

Je voudrais adresser mes vifs et sincères remerciements à Messieurs Dominique Rouby et Alain Gasser, Professeurs des Universités, pour avoir accepté de rapporter et de juger mon travail de thèse et qui plus est dans un délai relativement court.

Je remercie Messieurs Thierry Cutard et Nicolas Schmitt, Maîtres de Conférences, qui ont accepté d'examiner mon travail.

Je remercie également Monsieur Jean-Pierre Bonnet pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire.

Merci à l'ensemble du personnel de l'ENSCI pour leur contribution à la réussite de ce travail.

A mes camarades doctorants, je souhaite adresser des remerciements pour la bonne ambiance et les moments que nous avons passés ensemble.

Enfin, je souhaite adresser un dernier remerciement à Edwige pour son soutien moral et sa confiance tout au long de cette thèse.

*A Edwige,
A mes parents,
A ma grand mère.*

Table des matières

TABLE DES MATIERES

Introduction générale	1
Chapitre I	
Généralités sur le comportement thermomécanique des matériaux réfractaires	5
I - Champs des contraintes et des déformations	7
I.1 - Champ des contraintes	7
I.2 - Champ des déformations	7
II - Lois de comportement usuelles	8
II.1 - Comportement élastique linéaire	9
II.2 - Comportement non élastique linéaire	10
II.2.1 - Modèles élastoplastiques	11
II.2.2 - Modèles viscoélastiques	13
II.2.3 - Modèles viscoplastiques	15
III - Comportement élastique endommageable	16
III.1 - Modèle élastique endommageable	16
III.2 - Notions d'hystérésis et de déformation rémanente	18
IV - Endommagement d'origine thermique des réfractaires	19
IV.1 - Caractère multiphasé des réfractaires	19
IV.2 - Endommagement par différentiel de dilatation	21
IV.3 - Impact sur les lois de comportement en traction	22
V - Choix d'une démarche prédictive	24
VI - Apport des études sur matériaux modèles	24
VI.1 - Acquis du laboratoire dans la démarche « matériaux modèles »	24
VI.2 - Objectifs à moyen et long terme	25
VI.3 - Schématisation du comportement de matériaux décohésifs idéaux	25
VII - Conclusion	28
Références bibliographiques du chapitre I	29

Chapitre II

Elaboration et caractérisation des matériaux modèles biphasés 31

I - Préliminaire : choix et analyse des constituants 32

I.1 - Inclusions d'alumine dense 32

I.2 - Matrices vitreuses 35

I.2.1 - Définition et élaboration d'un verre 35

I.2.2 - Verres Colab et BA 36

II - Procédé d'élaboration des matériaux modèles 38

II.1 - Pressage uniaxial à température ambiante 39

II.2 - Déliantage et frittage naturel 40

II.3 - Post-frittage sous charge 42

III - Observations des matériaux modèles élaborés 43

III.1 - Matériaux modèles cohésifs 43

III.2 - Matériaux modèles décohésifs 44

IV - Caractérisations 46

IV.1 - Propriétés des constituants 46

IV.1.1 - Inclusions d'alumine 46

IV.1.2 - Matrice de verre 48

IV.1.3 - Valeurs expérimentales retenues à 20°C pour les outils de
prédiction 50

IV.1.4 - Evolution du module d'Young avec la température 50

IV.2 - Matériaux modèles 51

IV.2.1 - Module d'Young à température ambiante 51

IV.2.2 - Module d'Young en température 53

V - Conclusion 55

Références bibliographiques du chapitre II 56

Chapitre III

Outils analytiques et numériques de prédiction 59

I - Outils analytiques 60

I.1 - Prédications analytiques des propriétés effectives d'un échantillon 60

I.2 - Prédications analytiques des niveaux de contrainte dans la matrice au voisinage
d'inclusions sphériques 62

I.2.1 - Cas d'une inclusion isolée	62
I.2.2 - Cas de deux inclusions voisines	63
II - Généralités sur la simulation numérique	64
II.1 - Introduction	64
II.2 - Intérêts et limites de la méthode des éléments finis	65
III - Grandes lignes de la méthode	66
IV - Fonctionnement du code E. F. ABAQUS	68
IV.1 - Module de pré-traitement	69
IV.2 - Module de traitement	70
IV.3 - Module de post-traitement	72
V - Outils de liaison entre deux entités dans le code E.F. ABAQUS	73
V.1 - Outils disponibles dans le code Abaqus	74
V.1.1 - Les éléments de liaison	74
V.1.2 - Les éléments de contact	74
V.1.3 - Contact défini par le mouvement relatif de deux surfaces	75
V.1.4 - L'outil de propagation de fissure : Debond	79
V.2 - Outils testés dans le cadre de cette étude	81
V.2.1 - Contact Tied	82
V.2.2 - Hard Contact	82
V.2.3 - Hard Contact Modified	84
V.2.4 - Outil Debond	88
V.3 - Outils retenus pour notre étude	95
VI - Description des modèles numériques représentatifs des matériaux modèles	96
VI.1 - Modeleur d'Objets Aléatoire (M.O.A.)	96
VI.2 - Modèles numériques	97
VI.2.1 - Modèles mono-inclusion	98
VI.2.2 - Modèles multi-inclusions	100
VI.2.3 - Tableau de synthèse des modèles	101
VII - Conclusion	102
Références bibliographiques du chapitre III	103
Chapitre IV	
Résultats numériques, expérimentaux et analytiques	107

I - Causes possibles de la présence de microfissures au sein de la matrice	108
I.1 - Influence du procédé	108
I.1.1 - Etape de compactage de la fritte de verre par pressage uniaxial	108
I.1.2 - Etape de refroidissement lors du frittage naturel	113
I.2 - Microfissuration médiane entre deux inclusions proches	118
I.3 - Microfissuration circonférentielle proche des inclusions	121
II - Représentativité des modèles numériques	125
II.1 - Influence de la représentation 2D ou 3D sur la valeur du module d'Young effectif	125
II.2 - Influence de la localisation de la zone de décohésion sur la valeur du module d'Young effectif	128
II.3 - Influence du maillage sur la valeur du module d'Young effectif	131
III - Module d'Young à température ambiante	133
III.1 - Matériaux cohésifs	133
III.2 - Matériaux décohésifs	135
IV - Module d'Young en fonction de température	138
IV.1 - Matériaux cohésifs	138
IV.2 - Matériaux décohésifs	139
IV.2.1 - Matériaux mono-objet	139
IV.2.2 - Matériaux multi-objets	143
V - Conclusion	145
Références bibliographiques du chapitre III	149
Conclusion générale	151

Annexes

Annexe I : coefficient de dilatation thermique	155
Annexe II : détermination des coefficients de dilatation thermique par la méthode d'Appen	156
Annexe III : techniques ultrasonores	158
Annexe IV : essais d'indentation	164
Annexe V : essai de flexion 4 points	167

Introduction Générale

Introduction Générale

L'industrie sidérurgique nécessite des matériaux spécifiques, capables de répondre à un certain nombre d'exigences parmi lesquelles une bonne aptitude à résister aux sollicitations mécaniques et thermiques répétées. En effet, les matériaux ainsi sollicités sont susceptibles de se dégrader prématurément et donc de conduire à la ruine de la pièce en service, entraînant des risques importants pour les opérateurs et des pertes de production significatives. Pour améliorer les performances de ces matériaux, il est impératif d'avoir une bonne vision de l'évolution de leurs propriétés thermomécaniques ; or, cette évolution peut résulter de leur état microstructural, lequel est nécessairement évolutif dans les conditions de service. Ces objectifs ont justifié le développement, au sein du laboratoire (GEMH), d'une thématique majeure relative aux matériaux réfractaires.

Les matériaux réfractaires sont souvent complexes et hétérogènes. Leur hétérogénéité est caractérisée par une composition multiphasée constituée d'agrégats de tailles différentes, d'une phase liante et de divers additifs. L'arrangement des grains, la forme des agrégats, la porosité et les fissures présentes dans la microstructure rendent difficile la prédiction du comportement mécanique et thermique du matériau à l'échelle macroscopique.

Afin de mieux comprendre l'influence de la composition et de la microstructure sur le comportement de ces réfractaires industriels, une des approches possibles réside dans l'utilisation de matériaux modèles à microstructure simple. Ces matériaux, moins complexes, permettent d'identifier plus facilement les impacts des paramètres relatifs à la microstructure et, ainsi d'améliorer la connaissance de matériaux réels présentant un comportement comparable.

Les études ont débuté au laboratoire avec la thèse de S. Perruzzi [1] qui, face à un problème industriel, a mis en évidence la nécessité d'un outil de prédiction pour mieux appréhender le comportement thermomécanique de pièces réfractaires utilisées dans le process de coulée continue en sidérurgie.

Par la suite, N. Tessier-Doyen [2], a mis en place une démarche permettant d'utiliser des matériaux modèles biphasés afin de simplifier le problème. Une grande partie de sa thèse a été consacrée à l'élaboration de matériaux modèles, qui ont été regroupés en trois familles : matériaux cohésifs, décohésifs et microfissurés. La caractérisation de ces matériaux simplifiés a permis de disposer d'une base de données expérimentales nécessaire au développement d'outils prédictifs (analytiques et numériques) de leur comportement. Ce travail a été réalisé de façon exhaustive dans le cas des matériaux cohésifs.

La présente étude s'inscrit dans la continuité de la précédente et s'intéresse prioritairement aux matériaux décohésifs. Pour cela, les propriétés d'élasticité (essentiellement le module d'Young) ont été étudiées à température ambiante et à haute température, à partir de mesures expérimentales, de modèles analytiques et surtout de simulations numériques. L'objectif est ici de proposer des solutions numériques performantes capables de prédire le comportement de ces matériaux modèles dont la microstructure comporte des défauts (décohésions) résultant d'un différentiel de dilatation entre les phases.

Dans le premier chapitre, après un rappel des différentes lois de comportement usuelles, l'accent est mis sur le comportement élastique endommageable correspondant à de nombreux matériaux réfractaires industriels. A partir de résultats récents obtenus dans le cadre du réseau PROMETHEREF¹ (2002-2006), une illustration du rôle important joué par le différentiel de dilatation thermique dans ces matériaux y est présentée.

Dans le second chapitre, l'élaboration des matériaux modèles biphasés (matrice vitreuse avec des inclusions sphériques d'alumine) est détaillée. La caractérisation des deux familles de matériaux élaborés (échantillons à interfaces cohésives et décohésives) est ensuite développée. Ces données expérimentales, pour partie issues du travail de N. Tessier-Doyen, montrent l'aptitude de ces matériaux modèles à reproduire certains comportements atypiques fréquemment observés sur les matériaux réfractaires industriels.

L'objectif majeur de ce travail est d'utiliser l'évolution récente de la modélisation numérique pour construire des outils de compréhension des relations entre microstructure (décohésions interfaciales) et propriétés (élasticité). Le troisième chapitre est donc consacré aux concepts,

¹ Le programme de recherche PROMETHEREF (PROpriétés Mecaniques et THERmiques de REfractaires) s'inscrivait dans le cadre du Réseau National Matériaux et Procédés (RNMP) et était basé sur l'étude des propriétés mécaniques à haute température de réfractaires industriels façonnés et non façonnés. Il visait à terme une meilleure connaissance des produits et l'acquisition d'outils prédictifs de leur comportement thermomécanique. Trois partenaires industriels et cinq laboratoires de recherche publique étaient associés dans ce projet. Deux familles de matériaux étaient concernées : des bétons réfractaires et des réfractaires électrofondus.

parfois très récents, disponibles dans le code éléments finis Abaqus et susceptibles d'être applicables à notre étude. Cette problématique de contacts ou de défauts évolutifs constitue actuellement un thème de recherche à part entière dans la communauté scientifique travaillant sur la modélisation numérique. Nous nous sommes limités à faire l'inventaire des outils disponibles sous Abaqus (en début de thèse), puis à en tester un certain nombre pour enfin ne retenir que les plus pertinents pour traiter notre sujet.

Finalement, sur la base des choix faits précédemment, le quatrième chapitre présente les résultats qui ont pu être obtenus avec ces approches numériques, en les confrontant aux valeurs expérimentales. Plusieurs études préliminaires ont été réalisées pour juger de la pertinence des modèles utilisés dans ce travail. Une fois ces pré-études achevées, nous avons appliqué les modèles retenus à la prédiction de l'évolution du module d'Young de nos matériaux modèles. Ce sujet a été traité en deux volets : le premier porte sur les mesures à température ambiante et le second sur celles en fonction de la température. Dans les deux cas nous avons étudié les deux familles de matériaux modèles : échantillons complètement cohésifs et échantillons partiellement décohésifs.

Références bibliographiques de l'introduction

-
- [1] S. Perruzzi, Simulation numérique du comportement thermomécanique de pièces réfractaires de coulée continue, Thèse, Université de Limoges, 2000.
- [2] N. Tessier-Doyen, Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles, Thèse, Université de Limoges, 2003.

Chapitre I :

Généralités sur le comportement thermomécanique des matériaux réfractaires

Chapitre I

Généralités sur le comportement

thermomécanique des matériaux réfractaires

Les matériaux céramiques sont limités dans leurs applications par leur grande sensibilité aux chocs thermiques et mécaniques qui conduit souvent à leur ruine. Aussi, la maîtrise des propriétés de ces matériaux est nécessaire pour bien appréhender leurs applications, particulièrement dans le domaine des hautes températures. Parmi les différents critères qui gouvernent le choix d'un matériau pour une application réfractaire, on peut citer :

- ❖ la résistance pyroscopique (réfractarité) ;
- ❖ la stabilité thermodynamique (vis à vis du milieu environnant) ;
- ❖ la tenue à la corrosion (aspect cinétique de la dégradation) ;
- ❖ la conduction thermique (capacité d'isolation ou de conduction) ;
- ❖ la dilatation thermique (stabilité dimensionnelle) ;
- ❖ les propriétés mécaniques (module d'élasticité, contrainte à la rupture ...) ;
- ❖ la tenue aux chocs thermiques (combinaison des 3 propriétés précédentes).

L'arrière plan de cette étude concerne la tenue aux chocs thermiques et en particulier les effets de microstructure qui peuvent avantageusement être mis à profit pour moduler les propriétés thermiques (essentiellement le coefficient de dilatation thermique) et mécaniques (élasticité, loi de comportement).

Dans les approches historiques de la tenue aux chocs thermiques (approche thermo-élastique ou énergétique), le comportement des matériaux est avant tout considéré comme élastique linéaire.

Plus récemment, les techniques expérimentales actuelles ont permis de mettre en évidence, dans certains cas, la non linéarité assez marquée des lois de comportement (en traction et en compression). Par ailleurs, les calculs numériques par la méthode des éléments finis, fréquemment utilisés, aujourd'hui montrent clairement que cette non linéarité de comportement joue un rôle majeur dans la tenue aux chocs thermiques des pièces réfractaires en service.

Dans une première partie, un bref rappel des notions de champs de contraintes et de déformations sera donné. Ensuite, quelques lois usuelles seront présentées puis l'accent sera mis sur le comportement élastique endommageable que l'on retrouve souvent dans les études traitant des matériaux réfractaires.

Le chargement mécanique (ou thermomécanique) de matériaux présentant initialement un réseau de microfissures, dû à un différentiel de dilatation entre les phases, permet par ailleurs de développer très clairement le caractère non linéaire des lois de comportement. Cet aspect sera illustré par quelques exemples de résultats récemment obtenus au laboratoire sur des réfractaires industriels.

Enfin, la microstructure des matériaux réels étant généralement trop complexe pour envisager d'établir une corrélation directe entre microstructure et propriétés, nous verrons, dans une dernière partie, l'intérêt d'une approche parallèle sur des matériaux modèles simples.

I - Champs des contraintes et des déformations

I.1 - Champ des contraintes [1]

Dans le cas d'un essai de traction uniaxial sur une éprouvette de section uniforme, la contrainte normale σ en tout point d'une section droite s'exprime par la relation I-1 :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad \text{I-1}$$

où F représente la force appliquée aux extrémités de l'éprouvette et S_0 la section droite de l'échantillon.

En généralisant à un chargement tri-axial, on fait apparaître, en tout point, 9 composantes de contrainte constituant le tenseur des contraintes de Cauchy σ (tenseur symétrique de second ordre), dont la matrice des coefficients s'écrit en base orthonormée à l'aide de la relation I-2 :

$$[\sigma(M)] = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad \text{I-2}$$

Les composantes σ_{ii} ont trait aux contraintes normales et les composantes σ_{ij} aux contraintes tangentielles.

I.2 - Champ des déformations [1]

Dans le cas de l'essai de traction précédent, en notant l_0 et l les longueurs initiale et finale de l'éprouvette, l'allongement unitaire suivant l'axe de sollicitation de l'échantillon s'exprime par la relation I-3 :

$$\varepsilon = \frac{(l - l_0)}{l_0} \quad \text{I-3}$$

La généralisation à un chargement tri-axial, conduit à nouveau, en tout point, à 9 composantes de déformation constituant le tenseur (symétrique) des déformations, dont la matrice des coefficients s'écrit, en base orthonormée, à l'aide de la relation I-4 :

$$[\varepsilon(M)] = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{yx} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} & \varepsilon_{zy} & \varepsilon_{zz} \end{bmatrix} \quad \text{I-4}$$

Les déformations dérivent directement du champ des déplacements u , et les différents coefficients ε_{ij} s'expriment, en coordonnées cartésiennes, à l'aide la relation I-5.

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad \text{I-5}$$

Les composantes ε_{ii} ont trait aux élongations unitaires et les composantes ε_{ij} aux distorsions angulaires (glissement).

II - Lois de comportement usuelles

La mécanique des solides réels (déformables) étudie, entre autres, le couplage assuré par le matériau, entre les efforts (*cf* contraintes) appliqués à un solide et les déplacements (*cf* déformations) qui en résultent.

Cette caractéristique du matériau, qui constitue sa loi de comportement et peut se déterminer expérimentalement à l'aide d'un essai de traction pure, s'écrit sous la forme générale :

$$F=f(\Delta l) \text{ ou } \Delta l=f^{-1}(F).$$

La rhéologie permet de modéliser les comportements obtenus par un assemblage plus ou moins sophistiqué de trois composants élémentaires : ressort (modèle de comportement élastique), patin (modèle de comportement plastique), amortisseur (modèle de comportement visqueux).

Les différents comportements illustrés dans la suite de ce paragraphe s'appuient sur un certain nombre d'ouvrages dont les principaux sont cités dans les références [2, 3, 4, 5, 6].

II.1 - Comportement élastique linéaire

L'élasticité linéaire correspond au cas, le plus simple, où chaque composante de la matrice des contraintes est fonction linéaire de toutes les composantes de la matrice des déformations (et réciproquement). Le comportement élastique linéaire d'un solide dont l'état de contrainte initial est supposé nul, s'écrit donc à l'aide des relations I-6 ou I-7 :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad \text{I-6}$$

$$\varepsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{kl} \quad \text{I-7}$$

Ces équations, dans lesquelles les termes σ_{ij} et ε_{kl} représentent respectivement les coefficients des matrices des contraintes et des déformations et les termes C_{ijkl} (cf S_{ijkl}), ceux de la **matrice de raideur** (cf **matrice de complaisance**) du matériau, décrivent **la loi de Hooke généralisée**.

Les indices i, j, k, l variant de 1 à 3, il existe 81 termes C_{ijkl} (cf S_{ijkl}), dont on montre, par des considérations énergétiques et de symétrie cristalline, qu'au maximum seuls 21 sont indépendants (système triclinique).

Dans le cas, le plus simple, d'un matériau isotrope à comportement élastique linéaire, il ne subsiste que deux coefficients indépendants λ et μ , appelées *constantes de Lamé*.

La loi de Hooke généralisée s'écrit alors à l'aide des relations I-8 et I-9 :

$$\sigma_{ij} = \lambda \varepsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \varepsilon_{ij} \quad \text{I-8}$$

$$\varepsilon_{ij} = \frac{\lambda}{2\mu(3\lambda + 2\mu)} \sigma_{kk} \delta_{ij} + \frac{1}{2\mu} \sigma_{ij} \quad \text{I-9}$$

dans lesquelles δ_{ij} représente le symbole de Kronecker.

En inversant ces relations on obtient les expressions I-10 et I-11 :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{(1+\nu)} \varepsilon_{ij} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \varepsilon_{kk} \delta_{ij} \quad \text{I-10}$$

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \delta_{ij} \quad \text{I-11}$$

qui font apparaître deux nouvelles constantes du matériau, le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν , liées aux constantes de Lamé par les relations I-12 et I-13 :

$$E = \frac{3\lambda + 2\mu}{\lambda + \mu} \quad \text{I-12} \quad \nu = \frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)} \quad \text{I-13}$$

Au plan rhéologique, ce comportement peut être représenté par un système élémentaire constitué d'un seul ressort. Ce dernier décrit en effet l'élasticité linéaire parfaite, qui établit une relation biunivoque entre les paramètres de charge et de déformation et pour laquelle la déformation est entièrement réversible lors d'un cycle charge-décharge (Figure I-1).

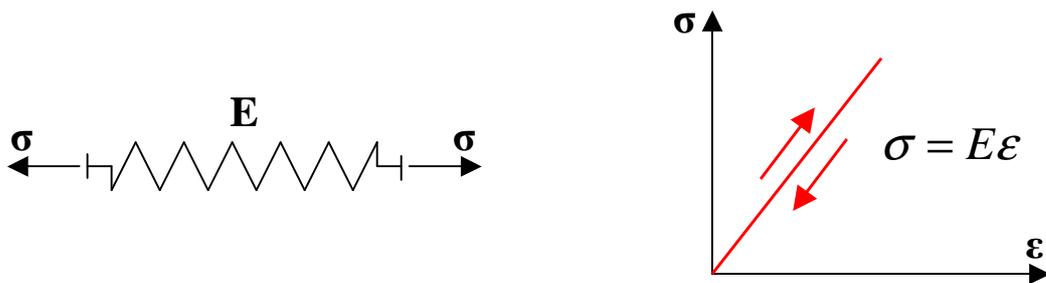


Figure I-1 : modèle rhéologique élastique linéaire parfait

Ce comportement s'applique à de nombreux matériaux sous réserve que la sollicitation imposée ne génère que de faibles déformations. Au-delà d'un seuil propre à chaque situation, le comportement devient généralement non linéaire et demande l'utilisation de lois plus sophistiquées. Il décrit bien le comportement jusqu'à la rupture des matériaux hautement fragiles tels que les verres et la majorité des céramiques à température ambiante.

II.2 - Comportement non élastique linéaire

Le cas le plus courant de comportement non élastique linéaire est celui des matériaux métalliques pour lesquels le mouvement des dislocations limite le domaine élastique à une valeur seuil σ_E au-delà de laquelle l'écoulement plastique précède la rupture.

Mais il existe bien d'autres situations qui s'éloignent de l'élasticité linéaire, en particulier celles pour lesquelles la contrainte dépend non seulement de la déformation ϵ , mais également de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$.

Une revue succincte des modèles rhéologiques décrivant les comportements non élastiques linéaires les plus courants est proposée ci-après.

II.2.1 - Modèles élastoplastiques

a - Modèle élastoplastique M

L'association d'un ressort et d'un patin en série (Figure I-2.a) modélise le comportement élastique parfaitement plastique représenté en Figure I-2.b. Tant que la contrainte seuil σ_s n'est pas atteinte le comportement est parfaitement élastique. Au-delà, l'écoulement plastique se produit à niveau de contrainte constant : ce modèle est donc sans écrouissage.

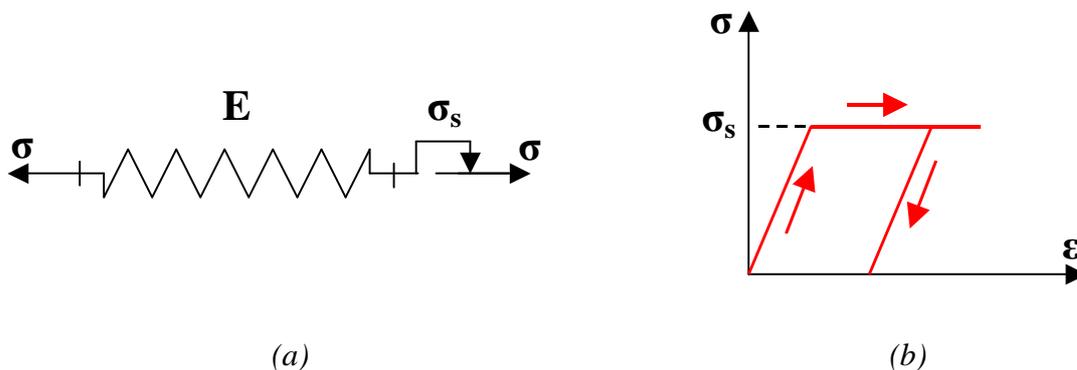


Figure I-2 : modèle rhéologique élastoplastique M

b - Modèle élastoplastique K (ou de Prager)

Ce modèle, rigide-plastique, qui associe un ressort et un patin en parallèle (Figure I-3.a), décrit le comportement illustré en Figure I-3.b. La déformation est nulle tant que la contrainte appliquée est inférieure à la valeur seuil σ_s (caractéristique du patin). Au-delà, un écoulement plastique linéaire intervient : c'est un modèle à écrouissage linéaire dit cinématique, car dépendant de la valeur instantanée de la déformation plastique.

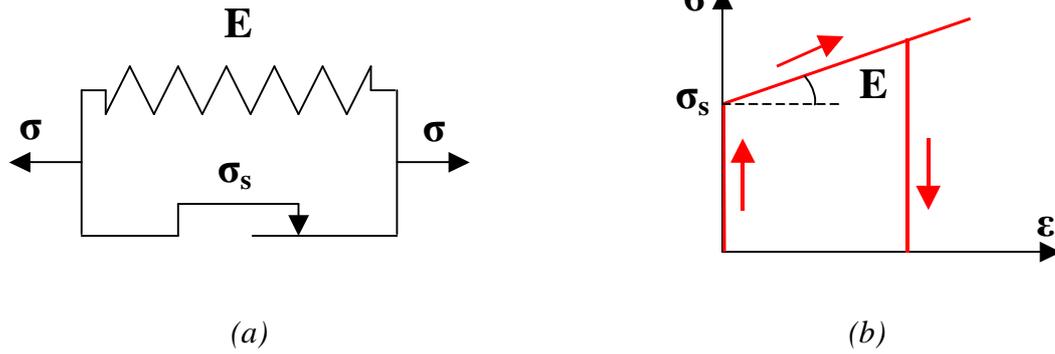


Figure I-3 : modèle rhéologique élastoplastique de Prager

En ajoutant un ressort en série au modèle rigide-plastique précédent (Figure I-4.a), ce dernier devient élasto-plastique et décrit le comportement illustré à la Figure I-4.b.

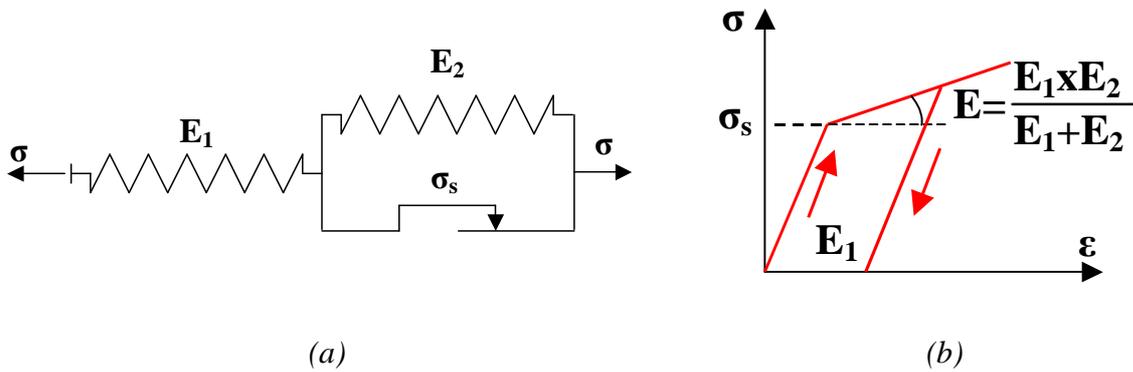


Figure I-4 : modèle rhéologique élastoplastique

Il représente le comportement idéalisé des matériaux métalliques dans l'approximation élasto-plastique parfaite utilisée en calcul analytique.

c - Modèle élastoplastique M généralisé

Ce dernier modèle, constitué de modèles élastoplastiques M montés en parallèle, donne une bonne description du comportement élastoplastique écrouissable caractéristique, en particulier, des métaux.

Le comportement est élastique linéaire (par combinaison des contributions individuelles E_i des différents ressorts) jusqu'à la valeur seuil σ_s imposée par le patin le moins résistant. Au-

delà de cette limite, et à chaque instant, l'écoulement plastique est gouverné par la hiérarchie des résistances σ_{si} des patins encore en service.

En augmentant le nombre de motifs élémentaires de type M, il est ainsi possible de décrire assez finement, par segmentation linéaire, le comportement élastoplastique écrouissable de nombre de matériaux réels.

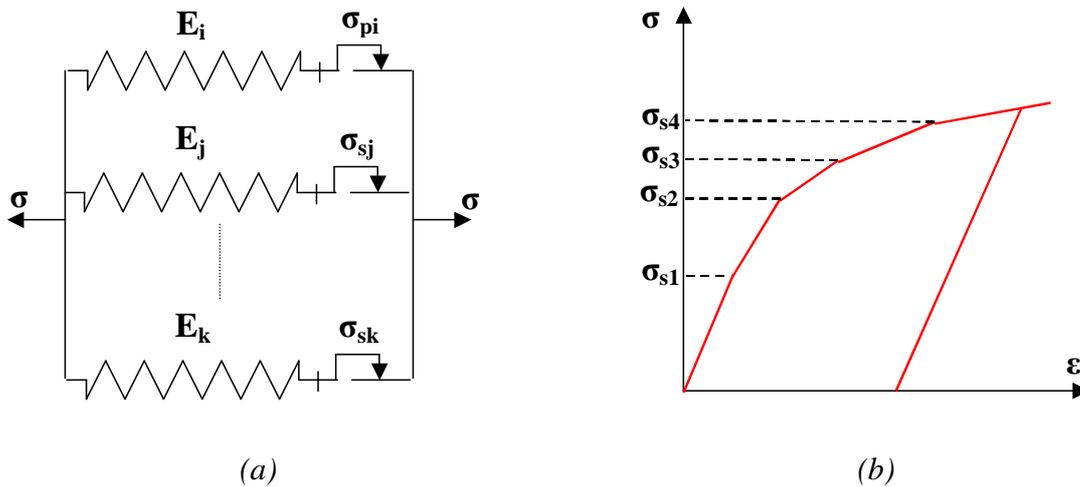


Figure I-5 : modèle rhéologique élastoplastique M généralisé

II.2.2 - Modèles viscoélastiques

a - Modèle viscoélastique de Maxwell

Il est formé par le montage en série d'un ressort et d'un amortisseur (Figure I-6.a). La force dans chaque élément est la même mais les déformations individuelles sont cumulées.

Ce comportement s'applique aux « solides mous » comme les polymères thermoplastiques ou de nombreux métaux à haute température.

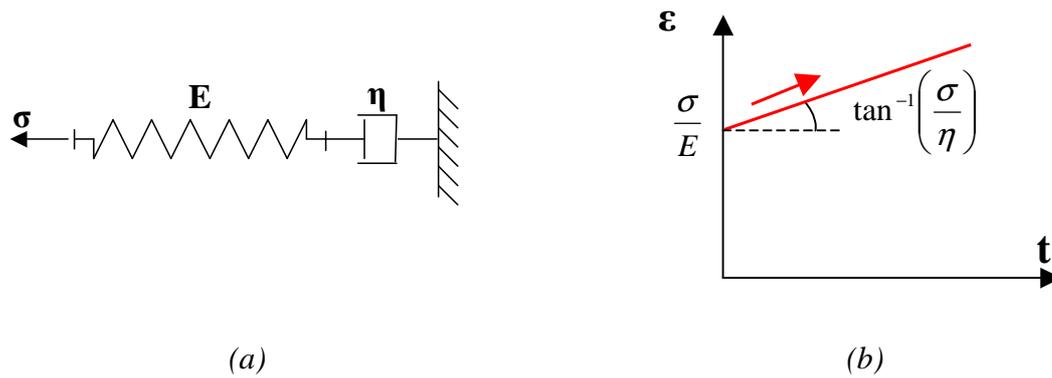


Figure I-6 : modèle rhéologique viscoélastique de Maxwell

b - Modèle viscoélastique de Kelvin-Voigt

Il correspond au montage en parallèle d'un ressort et d'un amortisseur. Chaque élément subit le même allongement et les forces se cumulent.

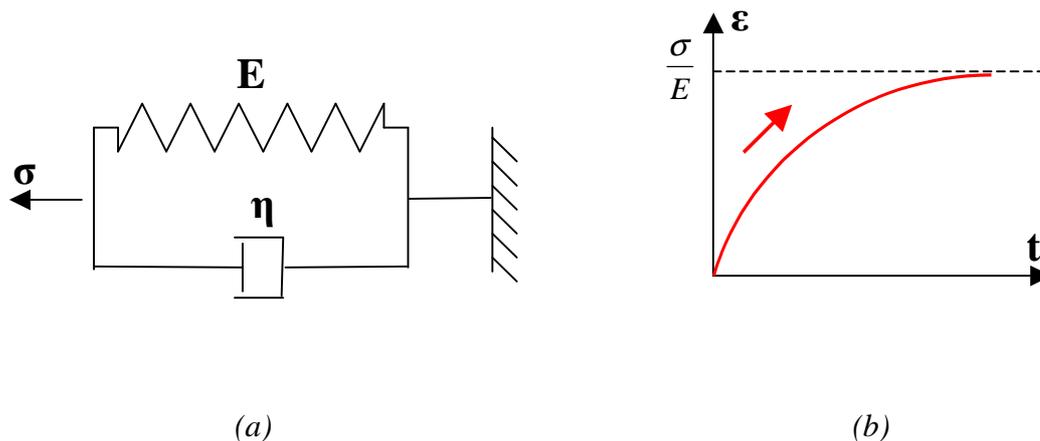


Figure I-7 : modèle rhéologique viscoélastique de Kelvin-Voigt

Comme le montre la Figure I-7.b, ce modèle est caractérisé par une valeur asymptotique de la déformation. Dans un diagramme $\sigma(\epsilon)$ on pourrait également noter le retour à la géométrie initiale pour un déchargement complet avec des chemins de chargement et de déchargement différents (consommation d'énergie due au traînage élastique). Les matériaux présentant un tel comportement sont dits anélastiques.

c - Modèle viscoélastique de Zener (ou solide linéaire idéal)

Il s'obtient en ajoutant un ressort en série au modèle de Kelvin-Voigt et permet de s'affranchir de l'inconvénient de ce dernier qui n'autorise aucune déformation instantanée.

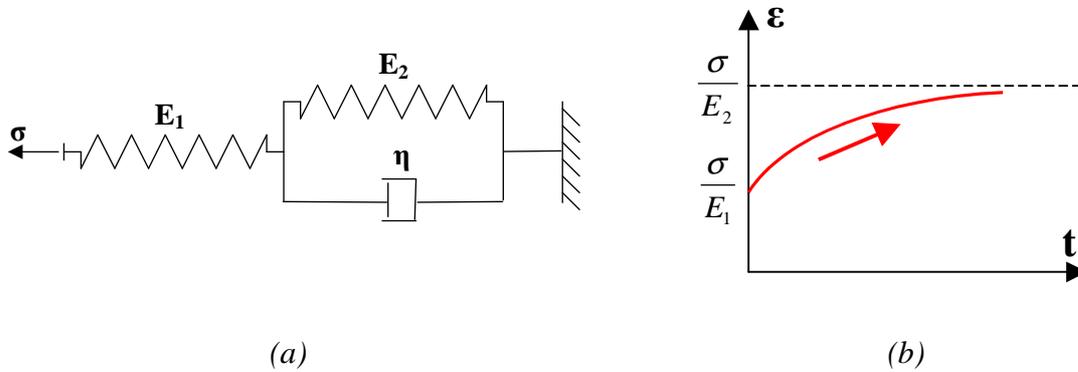


Figure I-8 : modèle rhéologique viscoélastique de Zener

II.2.3 - Modèles viscoplastiques

a - Modèle viscoplastique M'

C'est l'analogie du modèle élastoplastique M dans lequel le ressort est remplacé par un amortisseur.

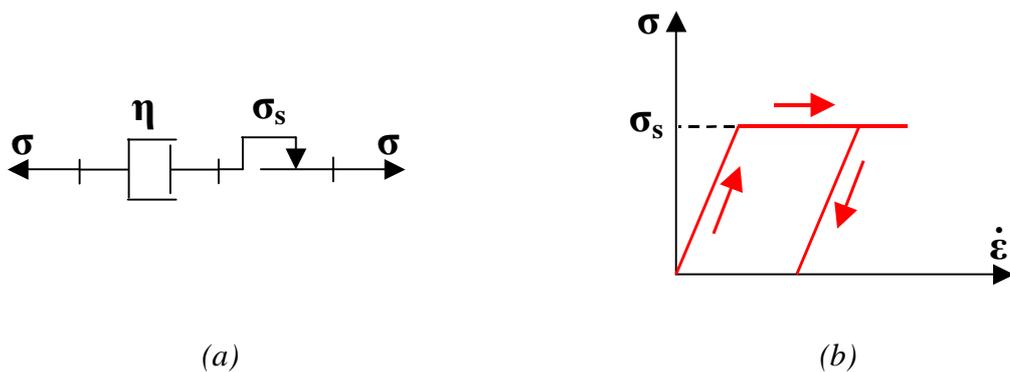


Figure I-9 : modèle rhéologique viscoplastique M'

b - Modèle viscoplastique K'

Il correspond au modèle élastoplastique K dans lequel le ressort est, à nouveau, remplacé par un amortisseur.

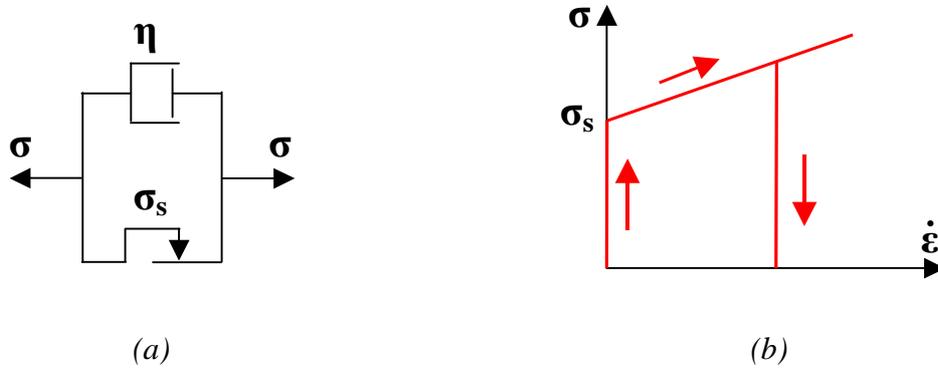


Figure I-10 : modèle rhéologique viscoplastique K'

III - Comportement élastique endommageable

Depuis les années 80, de nombreux modèles de comportement élastique endommageable ont été développés dans le cas de matériaux composites à matrice céramique [7]. Plus récemment, ces comportements ont été appliqués sur des matériaux réfractaires. Parmi ces modèles, on peut citer les travaux de Lemaître et Chaboche [8], Mazars [9], Lubliner *et al.* [10] et La Borderie [11].

III.1 - Modèle élastique endommageable

Le modèle présenté ici est l'un des plus simples de la littérature [8]. L'endommagement du matériau est pris en compte en substituant la contrainte usuelle σ par une contrainte effective $\tilde{\sigma}$. Dans le cas d'un essai de traction simple (Figure I-11), la contrainte $\tilde{\sigma}$ s'exprime à l'aide de la relation I-14 (où S et S_D représentent respectivement les surfaces non endommagée et endommagée de l'échantillon sollicité) et la loi d'élasticité du matériau endommagé (cas isotrope) s'exprime par la relation I-15.

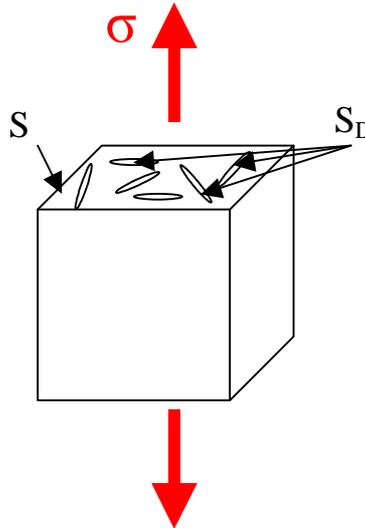


Figure I-11 : essai de traction simple sur un échantillon endommagé (S et S_D : surfaces non endommagée et endommagées de l'échantillon).

$$\tilde{\sigma} = \frac{F}{\tilde{S}} = \frac{F}{S - S_D} = \frac{F}{S(1 - D)} = \frac{\sigma}{(1 - D)} \quad \text{I-14}$$

$$\sigma = E(1 - D)\varepsilon \quad \text{I-15}$$

où D représente le taux d'endommagement

La Figure I-12 illustre l'évolution de la contrainte à partir de la relation I-15 pour deux cycles de chargement-déchargement. Le comportement est purement élastique linéaire jusqu'à une contrainte seuil qui correspond à la contrainte du début d'endommagement ($\sigma_{\text{endom.}}$). Au-delà de cette valeur, le matériau s'endommage et son comportement devient non linéaire. Lors du déchargement, un comportement élastique linéaire est retrouvé avec un module d'élasticité plus faible (E_{D1} , avec $E_{D1} = E_0 (1 - D)$) que le module initial (E_0). Lors du rechargement, le comportement élastique linéaire est réversible jusqu'à atteindre une nouvelle contrainte seuil qui marque la poursuite de l'endommagement précédent. Ce comportement a été observé expérimentalement par Mazars [9] et Krajcinovic *et al.* [12] sur des éprouvettes de béton sollicitées en compression.

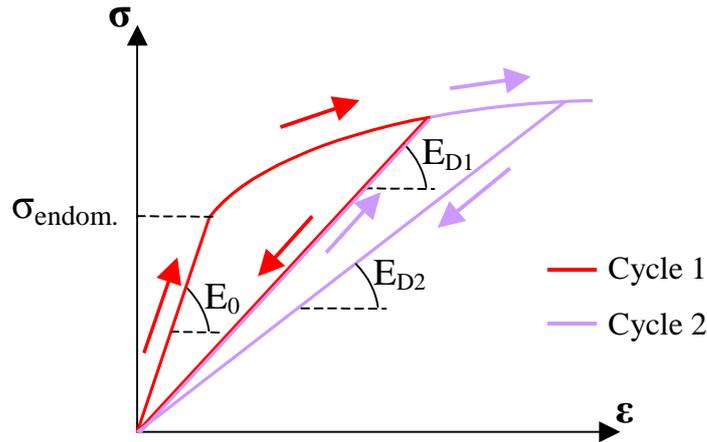


Figure I-12 : illustration du modèle élastique endommageable (E_0 : valeur du module d'Young du matériau non endommagé ; E_{D1} et E_{D2} : valeurs du module d'Young du matériau endommagé lors des cycles 1 et 2)

III.2 - Notions d'hystérésis et de déformation rémanente

Le comportement décrit à la Figure I-12 illustre un cas idéal dans lequel le module d'élasticité mesuré lors du déchargement du premier cycle est identique à celui du chargement au second cycle. Cependant, un décalage est souvent observé entre les deux phases de déchargement et de rechargement. Ce phénomène se traduit par un cycle d'hystérésis (Figure I-13) dont la signification physique se trouve dans la dissipation énergétique interne lors du déchargement et du rechargement (frottement des lèvres de fissures).

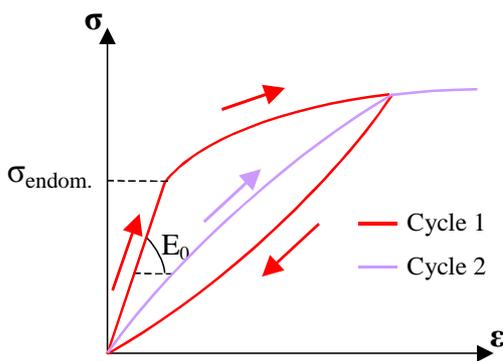


Figure I-13 : illustration de l'hystérésis

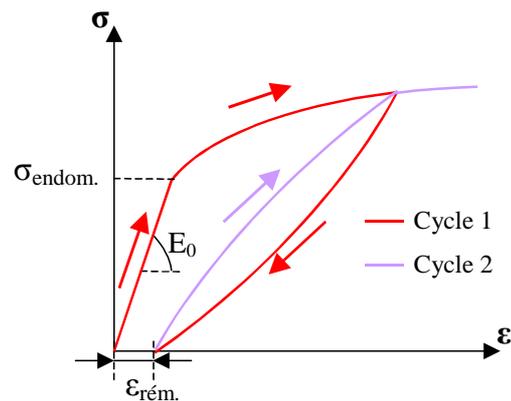


Figure I-14 : illustration de la déformation rémanente

En outre, le développement d'un endommagement engendre très souvent une déformation non nulle à la fin du déchargement (Figure I-14). Cette déformation rémanente ($\epsilon_{\text{rém.}}$) résulte généralement de la présence de débris qui empêchent la fermeture complète des défauts en fin de cycle.

IV - Endommagement d'origine thermique des réfractaires

IV.1 - Caractère multiphasé des réfractaires

Généralement, les réfractaires se présentent sous la forme de matériaux très hétérogènes à microstructures complexes. On peut citer, par exemple, des réfractaires de type alumine/carbone, cordiérite/mullite ou des bétons réfractaires. Cette microstructure hétérogène conduit souvent, lors d'un chargement mécanique, de développer un endommagement diffus qui conduit à des lois de comportement mécanique non linéaires. Selon l'état de la microstructure, qui par ailleurs dépend beaucoup de l'histoire thermique subie par les matériaux, ces lois de comportement mécanique pourront largement varier.

A titre d'illustration, nous allons considérer deux bétons réfractaires étudiés dans le cadre du réseau PROMETHEREF, l'un à base d'andalousite et l'autre à base de bauxite, dont les microstructures, illustrées par la Figure I-15 [13], se présentent sous la forme d'agrégats de différentes tailles noyés dans une phase liante. Ces bétons, qui peuvent donc être considérés comme des matériaux biphasés (agrégats/phase liante), sont élaborés par le mélange de plusieurs matières premières de natures diverses présentant, en particulier, des coefficients de dilatation thermique différents.

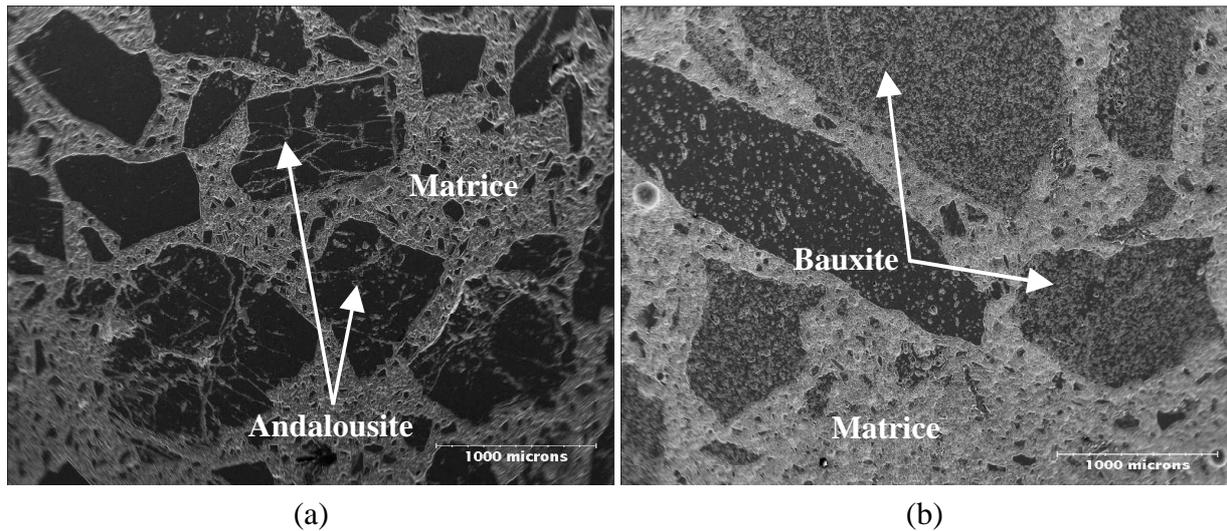


Figure I-15 : observations au MEB des bétons And-LCC (a) et Bau-ULCC (b) respectivement à base d'andalousite et de bauxite [13]

Ces deux matériaux ont été choisis pour leurs coefficients de dilatation thermique : dans un cas ils sont très différents alors que dans l'autre cas ils sont voisins.

Les désaccords dilatométriques entre les agrégats et la phase liante sont plus importants dans le cas du béton à base d'andalousite (grains anisotropes) que dans celui du béton à base de bauxite (Tableau I-1).

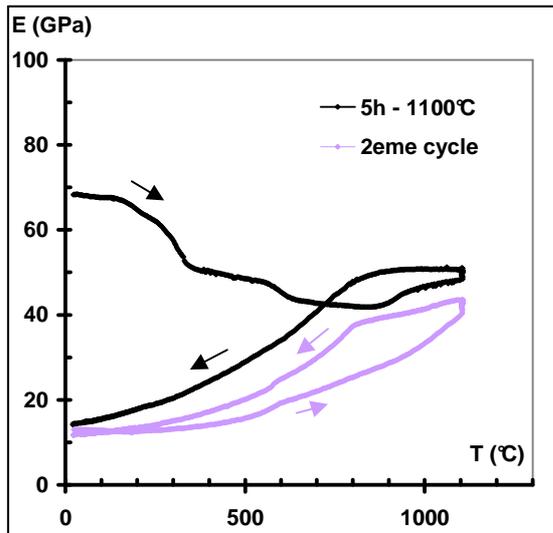
bétons	And-LCC (à base d'andalousite)	Bau-ULCC (à base de bauxite)
α agrégats ($\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)	$\alpha_a = 13,05$ $\alpha_b = 9,04$ $\alpha_c = 2,37$	$\alpha = 9$
α phase liante ($\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)	$\alpha = 6$	$\alpha = 9$

Tableau I-1 : coefficients de dilatation thermique des bétons And-LCC et Bau-ULCC [13]

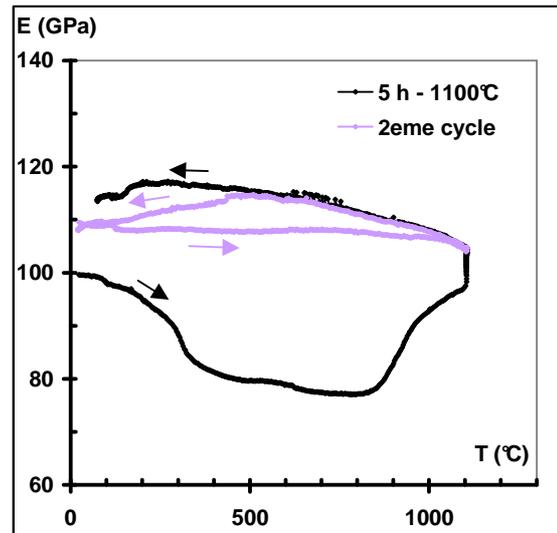
IV.2 - Endommagement par différentiel de dilatation

Il s'agit ici d'un endommagement d'origine thermique issu des différentiels de dilatation entre les différentes phases d'un matériau. Ce différentiel entraîne des contraintes lors de cycles thermiques pouvant aboutir à l'endommagement du matériau. Dans le cas des bétons décrits au paragraphe précédent, la Figure I-16 présente les variations du module d'Young au cours de deux cycles thermiques menés jusqu'à 1100°C. L'évolution en boucle d'hystérésis, caractéristique des matériaux endommagés, est commune à de nombreux réfractaires [14, 15, 16, 17, 18, 19].

Lors de la première montée en température (Figure I-16), les variations de module constatées sont dues à l'évolution des phases cimentaires. L'endommagement qui se produit lors du refroidissement (matérialisé par une décroissance du module d'Young), surtout dans le cas du béton à base d'andalousite où il est plus important, est d'un intérêt tout particulier. Ce phénomène s'explique par la nature même des granulats [13, 20]. Le désaccord dilatométrique entre les grains de bauxite et la phase liante (béton Bau-ULCC) étant faible, les contraintes développées ne doivent pas atteindre un niveau élevé. Par ailleurs, les agrégats de bauxite sont polycristallins et poreux, ce qui favorise une bonne cohésion avec la phase liante et donc des fissurations interfaciales moins importantes. En revanche, les grains d'andalousite sont monocristallins, anguleux et lisses, donc moins propices à une bonne adhérence avec la matrice. De plus, l'anisotropie de dilatation de ces cristaux (Tableau I-1) favorise la création de fissures et de décohésions lorsque les désaccords dilatométriques avec la phase liante sont importants dans des directions cristallographiques données. Les observations microstructurales de la Figure I-17 montrent bien un taux de fissuration plus important dans le béton à base d'andalousite, après un traitement thermique de 5 h à 900°C (qui peut également s'appliquer à 1100°C).

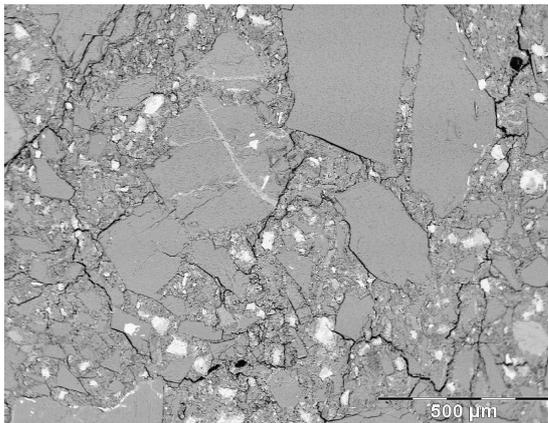


(a)

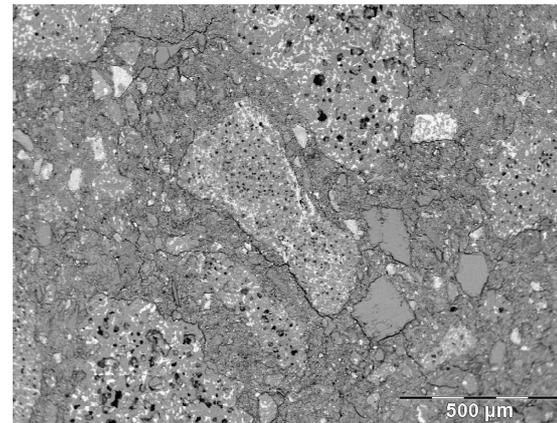


(b)

Figure I-16 : variations du module d'Young au cours de deux cycles thermiques avec vieillissements de 5 h à 1100°C pour les bétons And-LCC (a) et Bau-ULCC (b) [13]



(a)



(b)

Figure I-17 : endommagements créés dans les bétons And-LCC (a) et Bau-ULCC (b) après traitements thermiques de 5 h à 900°C [13]

IV.3 - Impact sur les lois de comportement en traction

Quel que soit le degré d'endommagement d'un matériau à l'issue d'un cycle thermique, chaque microfissure constitue une zone potentielle de concentration de contrainte en cas de sollicitation ultérieure. Ainsi, dès le début d'un chargement mécanique, chacune d'elles

devient le point de départ d'une propagation de fissures, engendrant alors un endommagement bien réparti au sein de la microstructure.

La Figure I-18 présente respectivement l'évolution du module d'Young des bétons à base d'andalousite (Figure I-18.a) et de bauxite (Figure I-18.b) lors de cycles de traction. Conformément aux évolutions de module (§ IV.2) le béton à base d'andalousite présente un endommagement plus important qui se manifeste par un comportement non linéaire marqué lors du chargement mécanique. L'autre béton, plus rigide et moins endommageable, se caractérise plutôt par un comportement quasi-fragile.

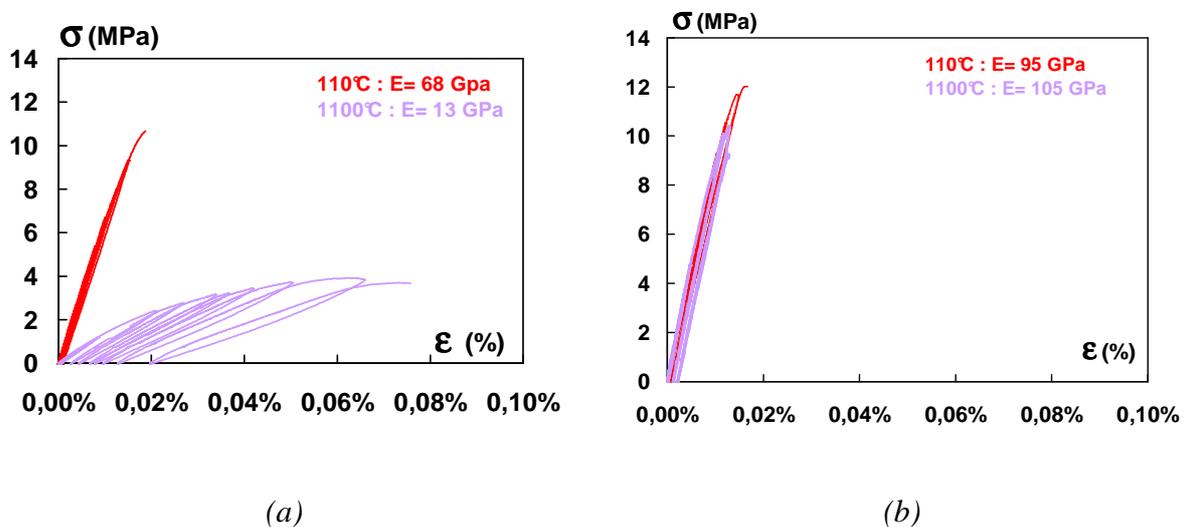


Figure I-18 : comportement en traction à température ambiante après cuisson à différentes températures des bétons And-LCC et Bau-ULCC [21]

Le matériau à base d'andalousite se comporte mieux face aux chocs thermiques que celui à base de bauxite. Pour résister aux chocs thermiques, un matériau plus souple qui aura une contrainte d'endommagement plus faible mais qui autorisera une déformation plus importante avant la ruine sera privilégié.

V - Choix d'une démarche prédictive

Par référence à ce qui précède, on peut imaginer deux approches pour traiter le problème envisagé :

- ❖ la première, issue de l'analyse rhéologique, consisterait à créer plusieurs modèles rhéologiques paramétrés en fonction des constituants et des conditions de sollicitation (efforts, température ...), puis à construire des outils de calcul suffisamment précis et simples d'utilisation pour présenter un intérêt pratique ;
- ❖ la seconde repose sur l'utilisation de matériaux modèles à microstructure simplifiée présentant un comportement proche de celui des matériaux réels et d'outils numériques permettant la prise en compte de l'évolution de leur microstructure en fonction de la température.

C'est cette dernière approche qui a été choisie.

VI - Apport des études sur matériaux modèles

VI.1 - Acquis du laboratoire dans la démarche « matériaux modèles »

La complexité des microstructures des réfractaires industriels rendant difficile l'étude et la compréhension de leurs comportements, une alternative consiste à recourir à l'utilisation de matériaux modèles.

La démarche adoptée a donc été d'élaborer des matériaux modèles de microstructure simple (2 phases) ayant un comportement proche de celui du réfractaire industriel décrit précédemment : ce travail a été réalisé dans le cadre d'une thèse précédente [22]. L'objectif final est de disposer de deux types d'échantillons modèles, les uns présentant un désaccord dilatométrique nul entre les deux phases constituantes et les autres un désaccord

dilatométrique non nul. Dans ce dernier cas, deux situations sont envisageables selon les valeurs respectives des coefficients de dilatation thermique de la phase matricielle α_m et de la phase inclusionnaire α_p .

Trois familles de matériaux modèles sont donc envisageables :

- ❖ matériaux cohésifs ($\alpha_m = \alpha_p$) ;
- ❖ matériaux décohésifs ($\alpha_m < \alpha_p$) ;
- ❖ matériaux microfissurés ($\alpha_m > \alpha_p$).

Pour chacune de ces familles, des échantillons de différents teneurs en phase inclusionnaire ont été élaborés. Dans le cadre du travail antérieur réalisé par Teyssier-Doyen [17], les échantillons cohésifs ont été complètement étudiés et quelques premiers résultats encourageants ont également été obtenus sur les matériaux décohésifs.

VI.2 - Objectifs à moyen et long terme

Cette étude a été essentiellement consacrée au cas des matériaux modèles à interfaces décohésives, l'objectif étant de compléter le travail précédent. Elle s'inscrit dans une perspective plus large visant, à plus long terme, à disposer d'un outil de prédiction numérique capable de simuler le comportement atypique de matériaux réfractaires réels partiellement endommagés.

VI.3- Schématisation du comportement de matériaux décohésifs idéaux

L'évolution du module d'Young, lors d'un cycle thermique, d'un matériau représentatif du comportement des réfractaires qui serait constitué d'inclusions dans une matrice, peut être décrit par la Figure I-19 [13]. A partir de la température ambiante, on peut dégager six étapes correspondant à six états microstructuraux typiques (Figure I-19 et Figure I-20) [13] :

- ❖ Etape 1 : baisse du module d'Young avec l'augmentation de la température due à la baisse de rigidité des liaisons atomiques ;

- ❖ Etape 2 : augmentation du module d'Young avec l'augmentation de la température. Les décohésions, initialement présentes aux interfaces, vont se refermer par le jeu des différentiels de dilatation entre les phases (phénomène fort qui permet malgré l'activité de plus en plus forte du mécanisme décrit à l'étape 1 d'augmenter le module). La partie inclusionnaire se dilate plus rapidement que la partie matricielle, l'endommagement initial se résorbe avec la montée en température ;
- ❖ Etape 3 : baisse du module d'Young avec l'augmentation de la température. Avec le traitement thermique, des phases de faible viscosité se forment et entraînent une chute des propriétés mécaniques. Ces phases permettent néanmoins de cicatriser le matériau. A l'issue de cette étape, le matériau est partiellement ou complètement guéri, et il est exempt de contraintes ;
- ❖ Etape 4 : augmentation du module d'Young avec la baisse de la température. Les phases de faible viscosité se re-solidifient lorsque la température diminue. La rigidité du matériau total suit la même tendance ;
- ❖ Etape 5 : augmentation du module d'Young avec la baisse de la température. Les liaisons atomiques se rigidifient avec la baisse de la température et des contraintes se développent dans le matériau (sans atteindre la contrainte à la rupture) ;
- ❖ Etape 6 : chute du module d'Young avec la baisse de la température. Les contraintes internes sont suffisantes pour créer un endommagement au sein du matériau.

D'une manière générale, un matériau multiphasé dans lequel il existe des désaccords dilatométriques entre deux ou plusieurs phases, présentera, à température ambiante, des endommagements (fissures et/ou décohésions) issus de traitements thermiques préalables.

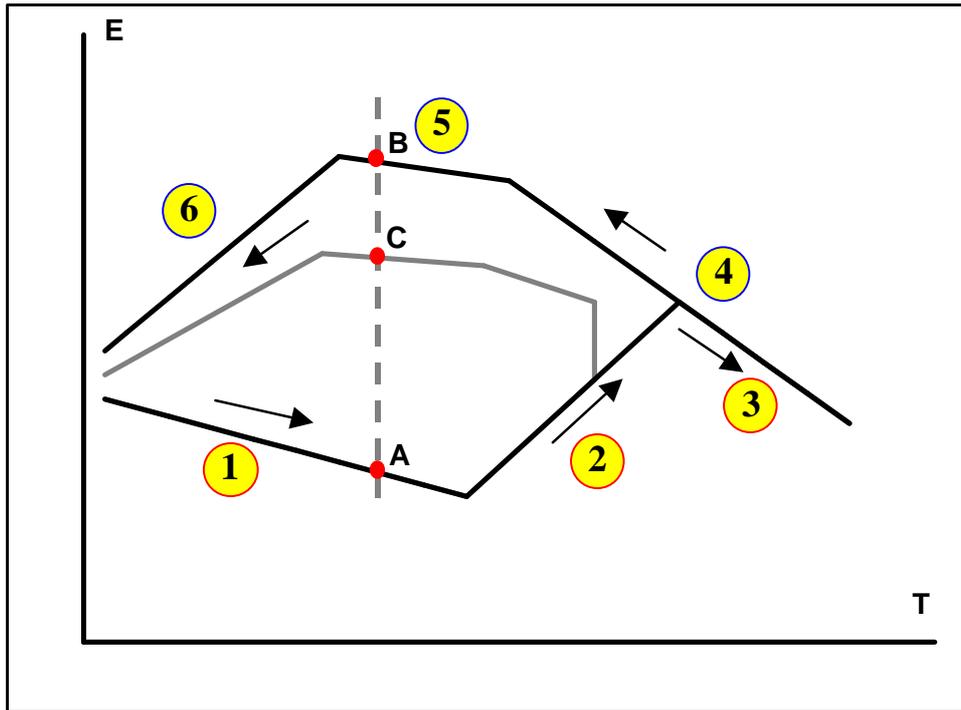


Figure I-19 : évolution du module d'Young d'un matériau réfractaire type [13]

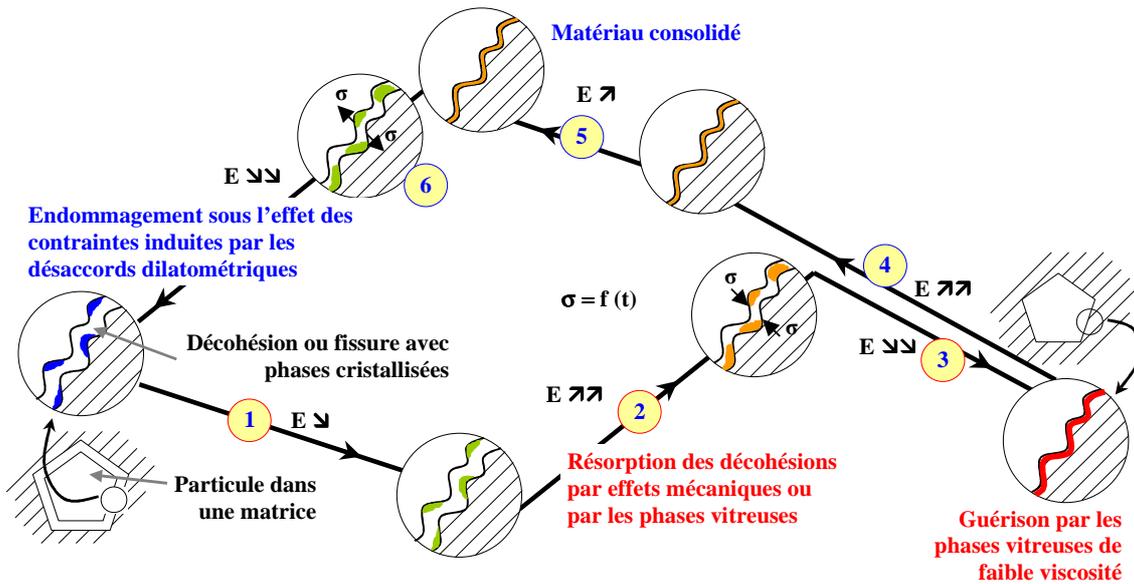


Figure I-20 : évolution de la microstructure traduisant l'évolution du module d'Young dans un matériau réfractaire type [13]

VII - Conclusion

Les réfractaires ont un comportement élastique endommageable, différent de ceux habituellement décrits dans la littérature ou disponibles dans les bibliothèques des codes de calcul par éléments finis. Cette propriété résulte de la complexité de leur microstructure ainsi que des différentiels de dilatation thermique entre leurs différents constituants qui conduisent à une forte microfissuration du matériau.

Toutefois, cet endommagement n'est pas préjudiciable à leur usage car, pour répondre à leurs fonctionnalités de service, les réfractaires doivent avoir une bonne tenue aux chocs thermiques, laquelle est favorisée par un comportement non linéaire.

L'amélioration des performances d'un réfractaire industriel passe donc par la compréhension des rôles respectifs de chacun de ses constituants, c'est à dire par la mise en évidence de relations entre microstructure et propriétés d'élasticité. Il s'agit toutefois d'un objectif particulièrement ambitieux dans le cas de matériaux réels (complexité de la microstructure) et une alternative consiste alors à recourir à l'utilisation de matériaux modèles.

Références bibliographiques du chapitre I

- [1] A. Bazergui, T. Bui-Quoc, A. Biron, G. McIntyre, C. Laberge, Résistance des matériaux, 2nd Edition, Editions de l'Ecole Polytechnique de Montréal, 1993.
- [2] J. Lemaître, J.-L. Chaboche, Mécanique des matériaux solides, 2^{ième} Edition, Dunod, Paris, 2004.
- [3] I. Doghri, Mechanics of deformable solids - Linear and nonlinear, analytical and computational aspect, Springer, Berlin, 2000.
- [4] I. H. Shames, F. A. Cozzarelli, Elastic and inelastic stress analysis, Prentice-Hall International Editions, 1992.
- [5] J. P. Henry, F. Parsy, Cours d'élasticité, Dunod université, Paris , 1982.
- [6] J. Besson, G. Cailletaud, J. L. Chaboche, S. Forest, Mécanique non linéaire des matériaux, Hermès Sciences, Paris, 2001.
- [7] R. Naslain, B. Harris, Ceramic matrix composites: components, preparation, microstructure and properties, reprinted from Composites Science and Technology, 37, n. 1-3, 1990.
- [8] J. Lemaître, J.-L. Chaboche, Mécanique des matériaux solides, 2^{ième} Edition, Dunod, Paris, 2004.
- [9] J. Mazars, Application de la mécanique de l'endommagement au comportement nonlinéaire et à la rupture du béton de structure, Thèse d'Etat, Paris 6, 1984.
- [10] J. Lubliner, J. Olivier, S., Oller, E. Onate, A plastic-damage model for concrete, Int. J. Solids structures. 1989, 25, 299-326.
- [11] C. La Borderie ; Phénomènes unilatéraux dans un matériau endommageable : Modélisation et Application à l'analyse des structures en béton, Thèse, Paris 6, 1991.
- [12] D. Krajcinovic, J. Lemaitre, Continuum damage mechanics theory and applications, CISM Course, Springer-Verlag, Berlin, 1987.
- [13] E. Yeugo Fogaing, Caractérisation à haute température des propriétés d'élasticité de réfractaires électrofondus et de bétons réfractaires, Thèse, Université de Limoges, France, 2006.

- [14] S. Vaudez, M. Huger, and C. Gault, Mechanical behaviour of Al₂O₃/C shaped refractories used in continuous casting. In Proceedings 6th Ecers Conference, Vol 2, 1999, pp. 159–160.
- [15] J. Soro, J. P. Bonnet et M. Huger, Etude des propriétés physiques et thermomécaniques de matériaux réfractaires cordiérite/mullite, Rapport interne Laboratoire GEMH, Limoges, France, 2005.
- [16] C. Gault, Ultrasonic non destructive evaluation of microstructural changes and degradation of ceramics at high temperature, Materials Research Society Symposium Proceedings, Vol. 112: Non destructive monitoring of materials properties J. Holbrook and J. Bussière, (Pittsburg: Materials Research Society, 1989), 263-274.
- [17] E. D. Case, J. R. Smyth, and O. Hunter, Microcracking in large-grain Al₂O₃. Mater. Sci. Eng., 1981, 51, 175–179.
- [18] E. Nonnet, N. Lequeux and P. Boch, Elastic properties of high alumina cement castables from room temperature to 1600 °C. J. Eur. Ceram. Soc., 1999, 19, 1575–1583.
- [19] H. Baudson, F. Debucquoy, M. Huger, C. Gault and M. Rigaud, Ultrasonic measurement of Young's modulus MgO/C refractories at high temperature. J. Eur. Ceram. Soc., 1999, 19, 1895–1901.
- [20] H. Marzagui, Etude de deux bétons réfractaires silico-alumineux : microstructures et comportements thermomécaniques en traction et en flexion, Thèse, Université de Toulouse III, 2005.
- [21] M. Ghassemi Kakroudi, Comportement en traction à haute température de bétons réfractaires, Thèse, Université de Limoges, France, soutenance prévue en 2007.
- [22] N. Tessier-Doyen, Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles, Thèse, Université de Limoges, France, 2003.

Chapitre II :

Elaboration et caractérisation des matériaux modèles biphasés

Chapitre II

Elaboration et caractérisation des matériaux modèles biphasés

Dans le chapitre 1, différents comportements atypiques de matériaux réfractaires industriels ont été mis en évidence lorsque la température varie. L'origine de ces comportements est liée à l'état de la microstructure du matériau et à son évolution avec la température. Dans la perspective de mieux appréhender les mécanismes mis en jeu, nous avons choisi d'étudier des matériaux de microstructure simple (2 phases uniquement) et parfaitement maîtrisée. Ces matériaux, appelés « *matériaux modèles* », doivent donc permettre d'identifier, de comprendre et de quantifier l'impact de la microstructure sur les propriétés thermomécaniques.

Les matériaux modèles sont les supports de recherche de cette étude. Ce ne sont pas des clones de matériaux industriels mais des modèles, c'est-à-dire des images simplifiées servant à comprendre des mécanismes fondamentaux et non à simuler les comportements en service de matériaux industriels.

Les agrégats des réfractaires industriels étant fréquemment constitués de phases riches en alumine, nous avons choisi d'élaborer des matériaux modèles dont la phase inclusionnaire serait également en alumine. Le choix de la matrice (verre) a été guidée par notre souhait de disposer d'un matériau dont le coefficient de dilatation est facilement ajustable par le biais de sa teneur en oxydes.

Dans une première partie, le procédé d'élaboration et l'analyse des microstructures des échantillons de matériaux modèles sont décrits. Puis, les résultats des mesures du module d'Young sont discutés dans une seconde partie.

I - Préliminaire : choix et analyse des constituants

Un travail antérieur [1] a été effectué au laboratoire sur différents constituants afin de trouver des couples matrice/inclusions permettant d'élaborer des matériaux biphasés complètement ou partiellement cohésifs. Les résultats nous ont conduits à utiliser du verre pour la matrice et des billes d'alumine dense pour les inclusions. Les résultats les plus importants de ce travail d'élaboration sont rappelés dans cette partie.

I.1 - Inclusions d'alumine dense

Les inclusions sont des billes d'alumines denses de qualité commerciale dont les compositions sont décrites dans le Tableau II-1 et les caractéristiques principales dans le Tableau II-2. Ces inclusions sont élaborées par extrusion suivie d'une pyrolyse laser locale (B_500) ou par frittage haute température (HOSO_85). Du point de vue cristallographique, toutes les alumines se présentent sous la forme stable α corindon. L'analyse par diffraction des rayons X a révélé la présence d'anorthite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2$) et de spinelle ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgO}$) dans les inclusions HOSO_85 contenant un taux d'impuretés supérieur à 15%. Les oxydes CaO, MgO et SiO_2 sont vraisemblablement employés comme adjuvants lors du frittage. Enfin une troisième alumine (Degussa-AL23) a été utilisée comme référence pour l'étude et pour élaborer des matériaux modèles à inclusions cylindriques (résultats non présentés ici).

Oxydes	AL23	B_500	HOSO_85
Al_2O_3	99,8 %	99,7 %	83,5 %
SiO_2	<0,1 %	<0,1 %	7,4 %
Na_2O	<0,1 %	<0,1 %	0,4 %
CaO	-	<0,1 %	5,1 %
MgO	-	-	3,6 %
Fe_2O_3	<0,1 %	-	<0,1 %

Tableau II-1 : composition chimique des inclusions (en % massique d'oxyde) déterminée par ICP [1]

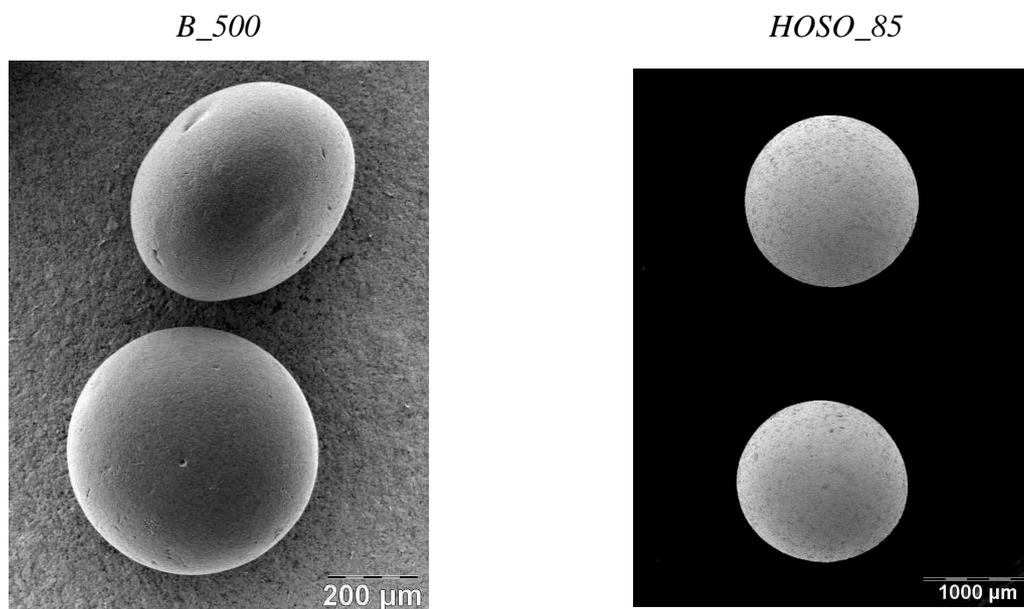
Désignation	AL23	B_500	HOSO_85
Fournisseur	Degussa	Brace Gmbh	Hosokawa Alp.
Nature chimique	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
Pureté chimique (%)	99,8	99,7	83,5
Géométrie	parallélépipédique	sphéroïdale	sphéroïdale
Taille moyenne (mm)	(Lxlxh) 50x50x24	D ₅₀ =0,5	D ₅₀ =1,41
Couleur	blanc	blanc	blanc
ρ apparente (kg.m ⁻³)	3970	3970	3390
ρ absolue (kg.m ⁻³) *	3980	3980	3530
Porosité fermée (%) ***	1-2	1-2	3-5
Taille des pores (μm)	3-10	1-4	3-10
Taille des grains (μm) **	5-20	1-5	1-3
α [50-450°C]	7,4 10 ⁻⁶	7,6 10 ⁻⁶	8,1 10 ⁻⁶

* Mesure sur poudre d'inclusions broyées (ouverture de la porosité fermée)

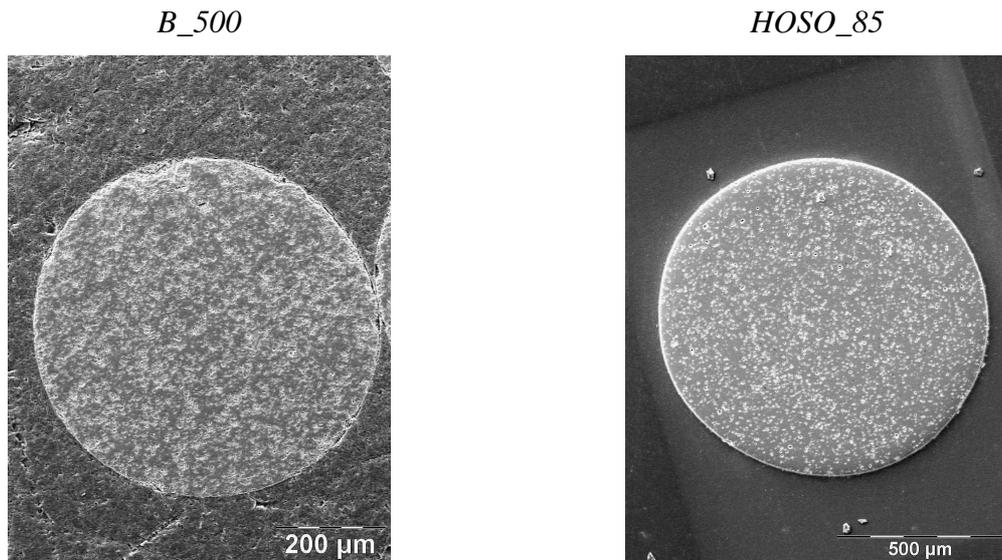
** Taille des grains de poudre densifiés qui constituent la particule ou l'agrégat

*** Mesuré sur un lot contenant environ une centaine d'objets

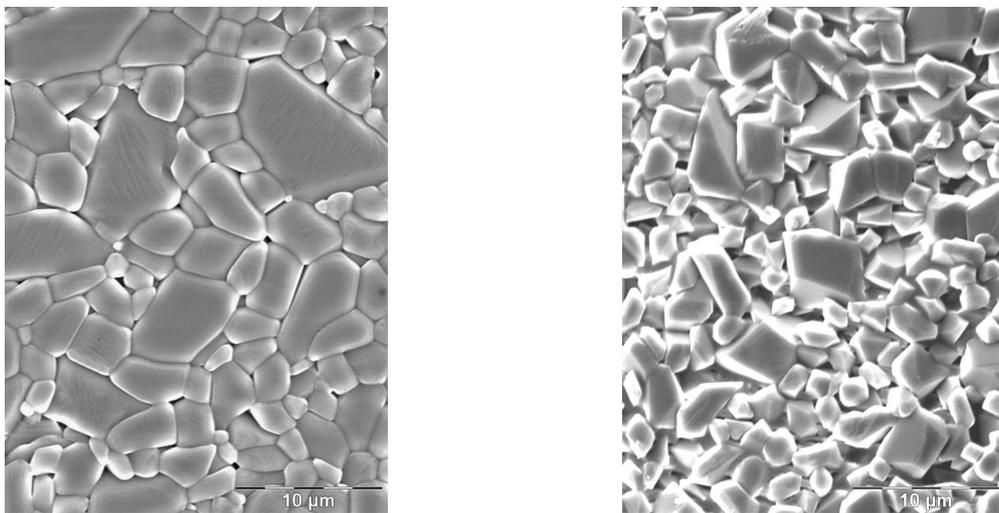
Tableau II-2 : caractéristiques des inclusions [1]



(a) micrographie externe des billes (vue de dessus)



(b) micrographie interne des billes (vue en coupe)



(c) micrographie interne des billes (vue à cœur, après polissage et attaque thermique)

Figure II-1 : morphologies et microstructures des inclusions (observations au MEB)

La masse volumique, mesurée au pycnomètre à hélium, révèle la présence d'un faible taux de porosité fermée dans les inclusions. Les observations en microscopie électronique à balayage (MEB) confirment ces résultats (Figure II-1).

L'évolution du comportement dilatométrique des inclusions d'alumine est présentée à la Figure II-2. La mesure a été effectuée à l'aide d'un dilatomètre à contact dont le principe est décrit en Annexe I. Les trois alumines ont des coefficients de dilatation thermique très proches. Les inclusions HOSO_85 (billes les moins pures), présentent, jusqu'à 800°C, une dilatation plus importante que les deux autres types.

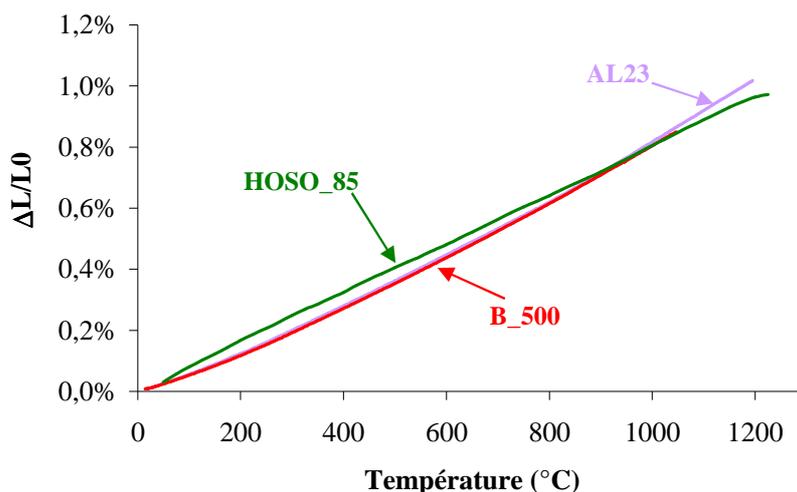


Figure II-2 : évolution dilatométrique des inclusions [1]

Les billes HOSO_85, moins coûteuses, ont été utilisées pour des essais préliminaires de faisabilité et les billes B_500 pour la réalisation des échantillons définitifs.

I.2 - Matrices vitreuses

A partir de la connaissance du coefficient de dilatation des inclusions sphériques d'alumine, deux verres ont été retenus comme matrice pour les matériaux modèles de l'étude. Le premier (noté Colab) a un coefficient de dilatation voisin de celui des inclusions et a servi pour élaborer une des familles de matériaux modèles dits « *cohésifs* » (interfaces matrice/inclusions complètement cohésives). Le second (noté BA) possède un coefficient de dilatation inférieur à celui des inclusions ; il a été utilisé pour élaborer une autre famille de matériaux modèles dits « *décohésifs* » (interfaces matrice/inclusions partiellement cohésives).

I.2.1 - Définition et élaboration d'un verre

Les verres sont essentiellement des solides non cristallins obtenus par figeage de liquides surfondus. Cela a conduit Tammann [2] (pionnier dans la recherche verrière) à postuler l'existence d'un état vitreux et à donner au terme verre la signification d'un état physique de la matière. Cette définition est cependant trop générale car elle englobe, par exemple, le gel de silice dans les verres. Les verres classiques sont caractérisés par leur faculté à évoluer de façon progressive et réversible vers un état de plus en plus fluide lorsque la température s'élève. Ce ramollissement progressif, lorsque la température augmente, est d'ailleurs d'une

extrême importance dans les applications techniques et constitue une des propriétés fondamentales du matériau verre. Dans ces conditions, on peut adopter la définition suivante : « le verre est un solide non-cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse » [3].

Les deux types de verre que nous utiliserons sont issus du figeage d'un liquide surfondu [4]. La technique consiste à élever la température d'un mélange de matières premières (vitriifiables) au-delà de la température de fusion (généralement, le mélange est porté entre 1000°C et 1450°C) afin d'obtenir un liquide, nommé la fonte, dont la viscosité est peu élevée. Pour figer le mélange et éviter la cristallisation, le refroidissement (trempe) doit être suffisamment rapide et parfaitement contrôlé.

Un verre est caractérisé, entre autres, par deux températures typiques :

- ❖ la température de transformation ou température de transition vitreuse (T_g) qui marque la transition entre l'état solide ($T < T_g$) et l'état liquide surfondu ($T > T_g$) ;
- ❖ la température de ramollissement ou de Littlelon (T_r) qui marque la température de début de déformation (début du fluage).

I.2.2 - Verres Colab et BA

Il nous a semblé judicieux de rechercher dans le commerce des verres susceptibles de répondre à nos besoins. Cependant, ces produits standards n'étant pas toujours parfaitement adaptés à nos attentes, des compositions spécifiques ont été développées. Appen [5] a développé une approche prédictive qui permet de calculer le coefficient de dilatation d'un verre sous la forme d'une combinaison linéaire pondérée de ceux de chacun des oxydes qui le composent. Ainsi, à partir d'une composition « théorique », et en utilisant le diagramme de la Figure II-3, il est possible de définir un verre ajusté à chaque besoin (Annexe II).

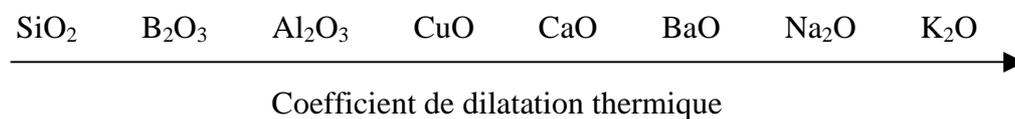


Figure II-3 : classification de quelques oxydes constitutifs des verres par coefficients de dilatation thermique croissants [5]

La présente étude utilisera donc deux verres : le premier (Colab), mis au point au laboratoire à partir de l'approche prédictive d'Appen, pour répondre aux besoins spécifiques de

l'élaboration des matériaux modèles cohésifs ($\alpha_{\text{verre}} \approx \alpha_{\text{Alumine}}$) et le second (BA), d'origine commerciale, utilisé pour les matériaux modèles décohésifs. Ces deux verres sont des borosilicates dont la composition chimique, déterminée par ICP (Induced Coupled Plasma), est décrite dans le Tableau II-3. La couleur bleue foncée du verre Colab traduit la présence d'oxyde de cobalt (CoO).

Oxydes	Colab	BA
SiO ₂	69 %	56 %
B ₂ O ₃	3 %	24 %
Al ₂ O ₃	4 %	13 %
K ₂ O	11 %	-
CaO	11 %	-
BaO	-	6 %
CoO	2 %	-
Autres	-	1 %

Tableau II-3 : composition chimique des verres (en % massique d'oxyde) déterminée par ICP [1]

La Figure II-4 représente les courbes dilatométriques obtenues par dilatométrie à contact (Annexe I) et le Tableau II-4 réunit quelques caractéristiques des verres utilisés.

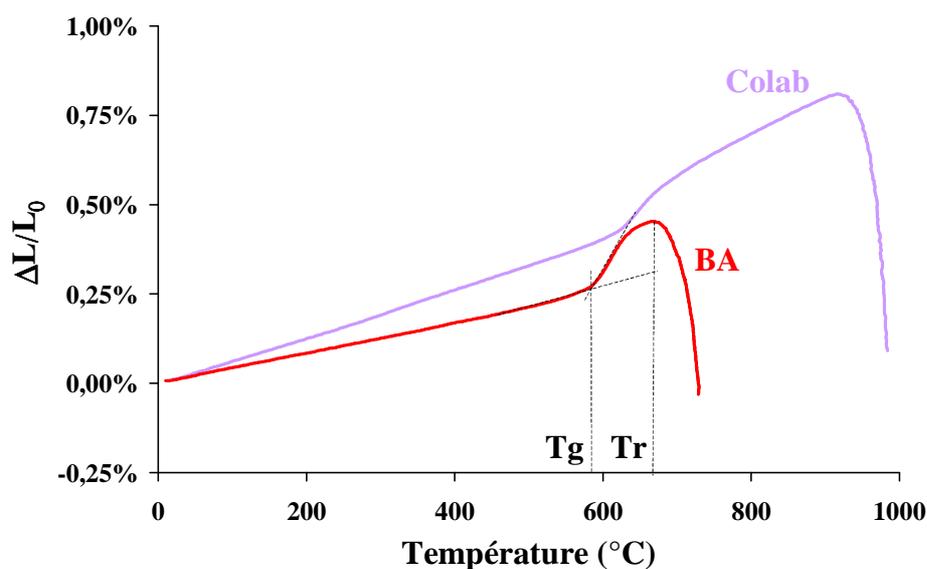


Figure II-4 : courbes dilatométriques des verres utilisés

Type de verre	Colab [1]	BA
Fournisseur	Labo*	Ferro
T_g (°C)	610-630	575-595
T_r (°C)	920	670
$\alpha_{(50-450^\circ\text{C})}$ (K^{-1})	$7,4 \cdot 10^{-6}$	$4,6 \cdot 10^{-6}$
α_{Appen} (K^{-1})	$7,8 \cdot 10^{-6}$	$3,4 \cdot 10^{-6}$

* verre préparé au laboratoire [1]

Tableau II-4 : caractéristiques des verres utilisés

II - Procédé d'élaboration des matériaux modèles

L'objectif est d'obtenir des matériaux modèles contenant différentes teneurs en inclusions d'alumine, exempts de porosité matricielle et de défauts.

L'élaboration des matériaux modèles repose sur différentes étapes résumées à la Figure II-5. Tout d'abord, la fritte [1] de verre, les inclusions d'alumine et les adjuvants (liants, plastifiants lubrifiants, ...) sont mélangés. Ensuite, ce mélange est pressé à température ambiante. La pièce crue est ensuite déliantée (étape permettant d'évacuer par voie gazeuse les différents adjuvants du mélange) puis frittée. Pour abaisser le taux de porosité, un post-frittage sous charge est effectué sur les échantillons. Le procédé est identique pour les deux familles de matériaux modèles (cohésifs et décohésifs) à inclusions sphériques. Des matériaux modèles à inclusions cylindriques ont également été élaborés à titre de validation. Les résultats de ces derniers ne seront pas détaillés dans la suite de l'étude.

¹ La fritte désigne une poudre de verre. Elle est fabriquée en mélangeant la silice et les composés solubles dans un récipient. L'ensemble est fondu, puis refroidi brusquement dans de l'eau et enfin transformé en poudre.

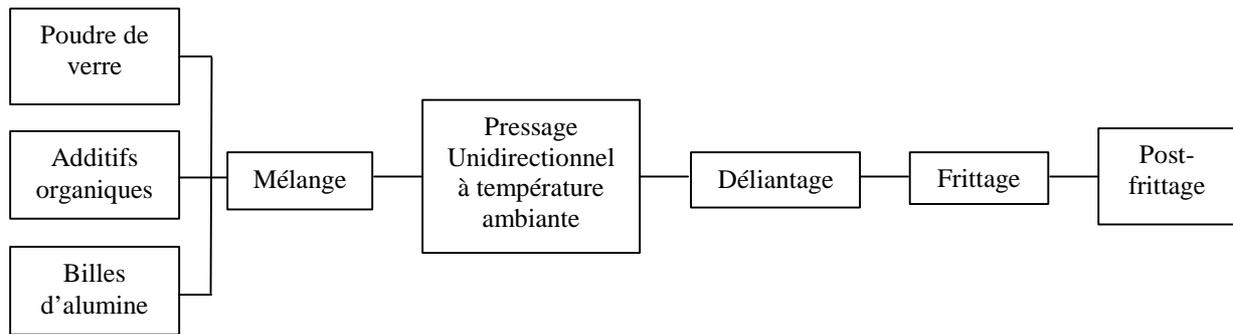


Figure II-5 : procédé d'élaboration des matériaux modèles à inclusions sphériques

II.1 - Pressage uniaxial à température ambiante

Actuellement, le pressage uniaxial est la technique de fabrication la plus largement utilisée dans le domaine de la mise en œuvre des matériaux céramiques. Il consiste à compacter une poudre contenue dans une cavité rigide en appliquant un effort de pressage dans une direction à l'aide d'un ou plusieurs poinçons rigides. La cavité rigide est formée par le poinçon bas et la matrice de pressage, celle-ci pouvant être mobile ou fixe. Pour nos échantillons, il a été choisi d'utiliser une matrice flottante (mobile) afin d'optimiser l'homogénéité du pressage dans les échantillons crus [6]. Avec cette technique, durant l'étape de compaction, la matrice accompagne partiellement le mouvement du poinçon haut.

La pression appliquée pour élaborer les échantillons cohésifs et décohésifs est de 45 MPa (Figure II-6). Les échantillons pressés sont parallélépipédiques, de surface 80x40 mm² et d'épaisseur variant de 10 mm à 20 mm en fonction de la teneur en phase inclusionnaire.

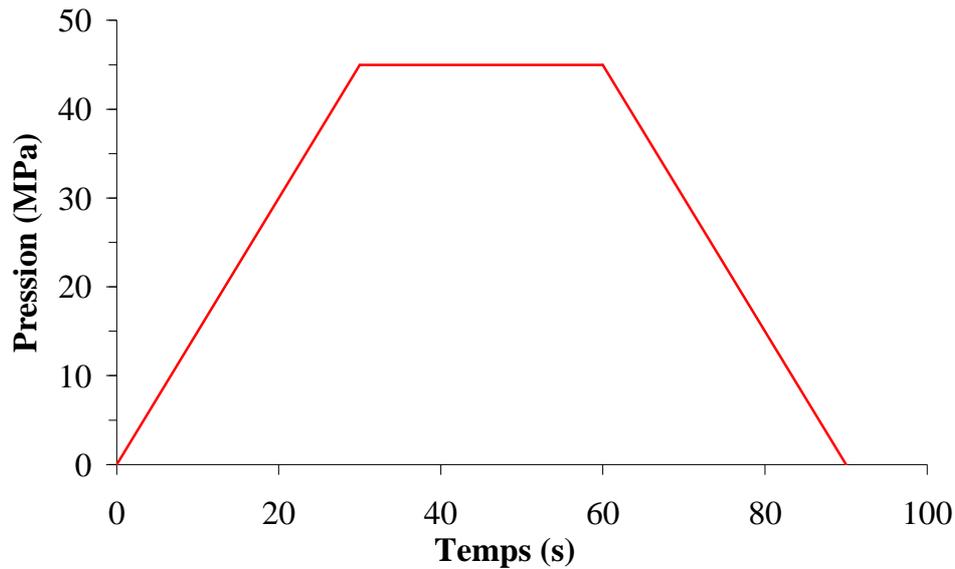


Figure II-6 : cycle de pressage uniaxial à froid

II.2 - Déliantage et frittage naturel

Le cycle de déliantage a été mis au point à la suite d'une analyse thermogravimétrique sur un échantillon cru. Il intervient avant l'étape de densification et est destiné à éliminer tous les adjuvants utilisés lors de l'étape de mise en forme. La Figure II-7 décrit le cycle de déliantage appliqué aux échantillons décohésifs (inclusions sphériques et cylindriques). La vitesse de montée en température, très faible ($0,2^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$), depuis la température ambiante jusqu'à 430°C , permet d'éviter la formation de défauts au sein de l'échantillon cru lors des transitions solide-liquide et liquide-gaz des éléments organiques.

Au-delà de 430°C , l'étape de frittage naturel commence. Le frittage permet de transformer la poudre compactée (corps cru) en une masse solide et cohérente par l'effet de la température (normalement inférieure à la température de fusion du constituant principal) [7].

Dans le cas général, la force motrice pour le frittage est la réduction d'énergie libre de surface du système, d'une part en remplaçant les interfaces solide-gaz par des joints de grains (densification), d'autre part en réduisant le rapport surface/volume des joints de grains (grossissement des grains). Au niveau local, les forces motrices pour le transport de matière sont les énergies dues aux gradients de concentration des défauts ponctuels (ex: lacunes) et les différences de pression dues aux différences de courbure dans la microstructure [8]. En frittage naturel, aucune contrainte externe n'est appliquée : c'est le procédé de frittage le plus

simple qui, cependant, nécessite des températures élevées pouvant entraîner une croissance granulaire importante, susceptible d'empêcher à son tour l'élimination totale de la porosité.

Le frittage d'un produit vitreux (pas de joints de grains) s'effectue par un mécanisme spécifique nommé flux visqueux [9]. Sa particularité vient du fait que tous les constituants se déplacent en même temps et à la même vitesse lors de la densification. Dans ce cas particulier, aucune étape de diffusion atomique ne limite le mécanisme. La tension superficielle et la viscosité sont les deux paramètres essentiels du processus [10] [11].

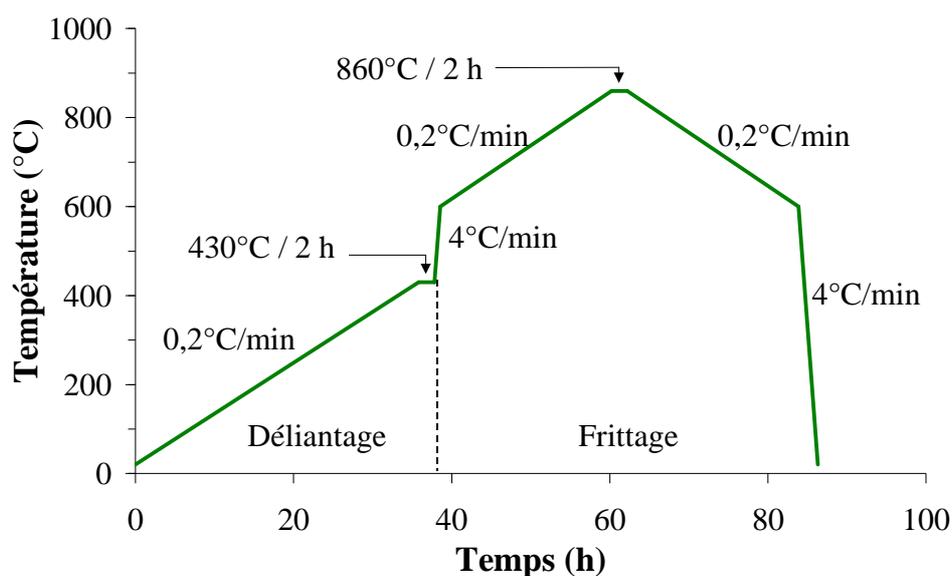


Figure II-7 : cycle thermique de déliantage et de frittage pour les échantillons décohésifs

Dans le cas des matériaux décohésifs, les pièces sont frittées à 860°C pendant 2 heures (Figure II-7) avec une faible vitesse de refroidissement (0,2°C/min) jusqu'à T_g afin de limiter le gradient thermique et, par conséquent, de minimiser l'apparition de contraintes résiduelles dans l'échantillon fritté.



Figure II-8 : éprouvette contenant 40 % vol. d'inclusions (après polissage des surfaces supérieure et inférieure)

II.3 - Post-frittage sous charge

Les échantillons frittés contiennent généralement un taux de porosité résiduelle supérieur à 5% pour les fortes teneurs en inclusions. Une étape de post-frittage sous charge doit alors être mise en œuvre pour résorber (au moins partiellement) cette porosité.

Lors des travaux précédents [1], cette étape, sous traitée à un laboratoire de l'Université de Bordeaux, était effectuée sous vide dans un creuset en carbure de tungstène. Pour simplifier l'élaboration, nous avons souhaité effectuer cette étape à Limoges et, compte tenu des appareillages disponibles, nous avons dû adapter le procédé aux équipements locaux.

Nous avons ainsi pratiqué une thermocompression à chaud sous atmosphère d'argon. La Figure II-9 décrit le cycle de température et de pression appliqué aux échantillons décohésifs. Le dispositif de post-frittage est constitué d'un four étanche sous atmosphère contrôlée et d'un ensemble de pressage. La matrice utilisée est en graphite avec une chemise en cuivre pour limiter son usure. De la poudre de nitrure de bore est rajoutée entre la chemise en cuivre et l'échantillon pour jouer le rôle de « barrière » chimique entre le métal (cuivre) et le verre.

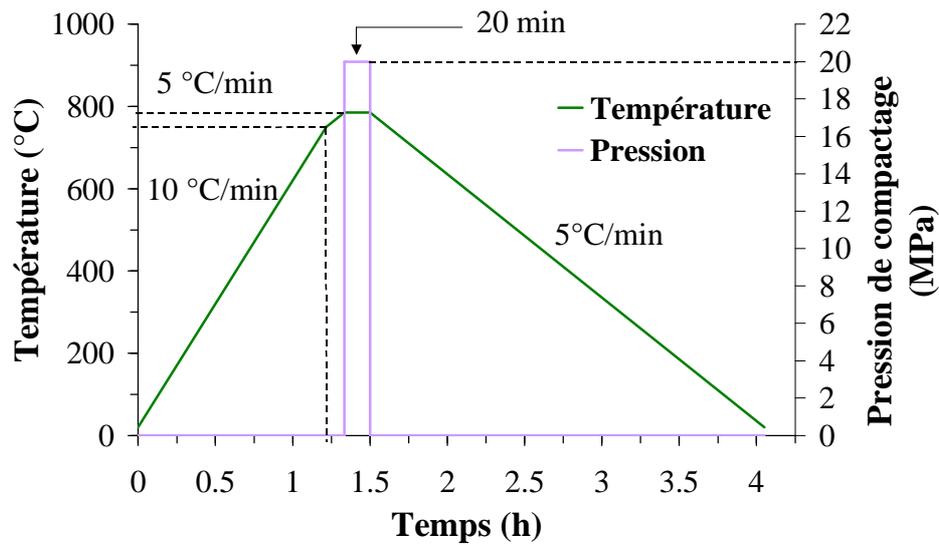


Figure II-9 : cycle de thermocompression pour les échantillons décohésifs

Après post-frittage sous charge, les échantillons contiennent un taux de porosité inférieur à 1,5 %, quelle que soit leur teneur en inclusions (jusqu'à 40% en vol.)

III - Observations des matériaux modèles élaborés

III.1 - Matériaux modèles cohésifs

Pour ces matériaux, le coefficient de dilatation thermique de la matrice et celui des inclusions sont très proches. Dans ce cas, les échantillons ne doivent contenir aucun défaut à l'exception de la porosité résiduelle. La Figure II-10 confirme la cohésion complète à l'interface matrice/inclusion de cette première famille de matériaux modèles.

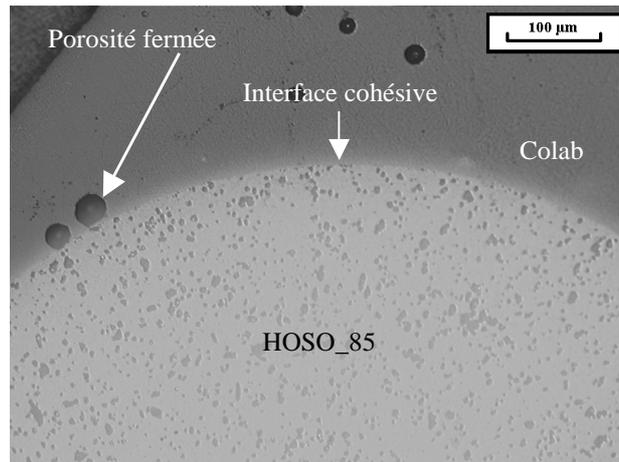
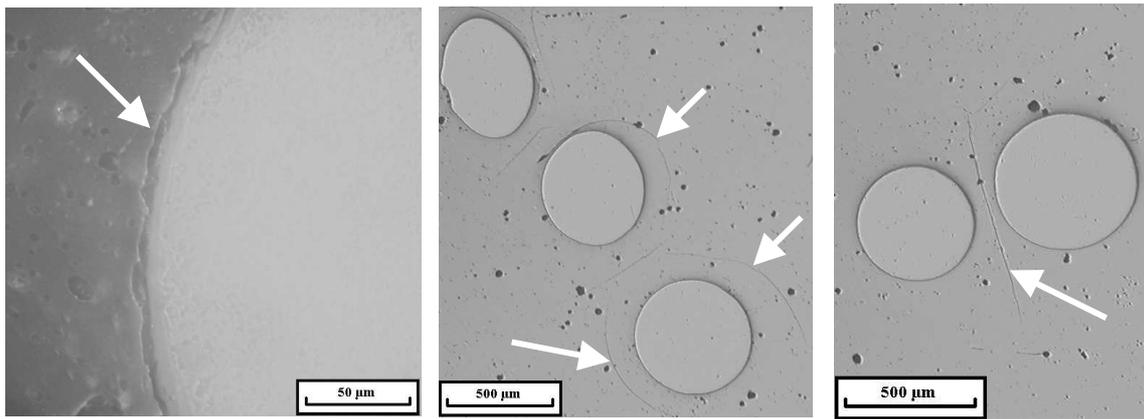


Figure II-10 : observation en microscopie optique d'un échantillon cohésif

III.2 - Matériaux modèles décohésifs

La seconde famille de matériaux observée est celle pour laquelle le coefficient de dilatation thermique de la matrice et celui des inclusions sont différents (avec $\alpha_{\text{matrice}} < \alpha_{\text{inclusion}}$). Dans ce cas, les échantillons doivent présenter une décohésion aux interfaces matrice/inclusions, ce que confirment les observations en microscopie optique et électronique (Figure II-11.a). Mais ces observations montrent également la présence d'autres endommagements au sein même de la matrice vitreuse (Figure II-11.b et Figure II-11.c). Ces microfissures inattendues sont présentes dans tous les échantillons et leur nombre varie en fonction de la teneur en inclusions. Les deux types de défaut observés sont : une microfissuration circonférentielle dans la matrice au delà de l'interface (Figure II-11.b) et une microfissure médiane entre deux inclusions (Figure II-11.c) qui n'apparaît que lorsque les inclusions sont proches les unes des autres. De plus, nous avons constaté que la fissure circonférentielle n'apparaît jamais seule, mais est toujours accompagnée d'une décohésion à l'interface.

Des endommagements similaires sur des matériaux biphasés ont également été observés par d'autres auteurs [12, 13] (Figure II-12) qui n'ont toutefois avancé aucune explication concernant l'origine de ces défauts.

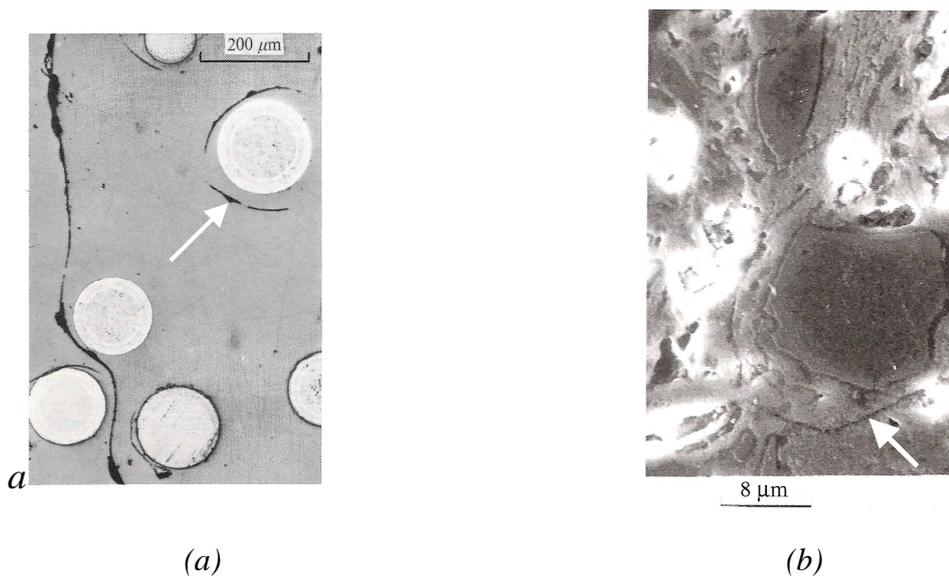


(a) décohésion interfaciale

*(b) microfissures
circonférentielles autour des
interfaces*

*(c) microfissure
médiane entre deux
inclusions proches*

Figure II-11 : matériaux modèles décohésifs contenant un taux d'inclusions de 20% vol.



(a)

(b)

Figure II-12 : microfissurations circonférentielles dans la matrice autour de particules rigides sphériques de ThO₂ dans une matrice vitreuse [12] (a) et d'un grain de quartz dans une porcelaine [13] (b)

IV - Caractérisations

IV.1- Propriétés des constituants

Dans un premier temps, chaque constituant des matériaux modèles élaborés a été caractérisé pour déterminer les propriétés mécaniques et thermiques dont la connaissance est nécessaire pour la suite de l'étude (paramètres introduits dans les modèles de prédictions analytiques et numériques). Plusieurs de ces paramètres ayant déjà été caractérisés dans une étude précédente [1], ce travail n'a pour objet que de compléter les résultats déjà acquis.

IV.1.1 - Inclusions d'alumine

a - Propriétés mécaniques

Le module d'Young et le coefficient de Poisson des inclusions ont été déterminés par des techniques ultrasonores (Annexe III) et par nanoindentation (Annexe IV). Les résultats sont présentés dans le Tableau II-5.

Propriétés	AL23	B500	HOSO_85
Porosité (%)	1-2	1-2	3-5
$E_{US/MI-T}$ (GPa)	390	-	-
$G_{US/MI-T}$ (GPa)	157	-	-
$\nu_{US/MI-T}$	0,24	-	-
$k_{US/MI-T}$ (GPa)	250	-	-
ν	0,24*	0,24**	0,24**
$E_{US/MI-R}$ (GPa)	394	340	230
E_{NI-FC} (GPa)	380	420	210
E_{NI-CM} (GPa)	390	-	240

US/MI-T : mesures ultrasonores en milieu infini en transmission

US/MI-R : mesures ultrasonores en milieu infini en réflexion

NI-FC : mesures par nanoindentation avec une tête de forte charge (gamme d'effort : 0-1000 mN)

NI-CM : mesures par nanoindentation avec une tête de moyenne charge (gamme d'effort : 0-180 mN)

* valeur mesurée, ** hypothèse

Tableau II-5 : valeurs expérimentales des propriétés d'élasticité des inclusions [1]

Quelle que soit la technique utilisée, les valeurs du module d'Young de l'alumine de référence (AL23) sont en bon accord, mais, pour les billes B500, les résultats des mesures macroscopiques et locales divergent assez fortement (340 GPa et 420 GPa). Cet écart est attribué à la porosité qui, dans le cas de la mesure par nanoindentation, perturbe fortement les résultats. De plus, cette campagne de mesures a été effectuée avec peu d'éprouvettes, ce qui ne permet pas de garantir la fiabilité des résultats. En revanche, les valeurs mesurées par les techniques ultrasonores ont été obtenues avec un minimum de 10 échantillons. Lors de la mise en œuvre des modèles prédictifs, nous utiliserons donc les valeurs mesurées par les techniques ultrasonores, plus représentatives du comportement macroscopique des inclusions.

b - Propriétés thermiques

La conductivité thermique a été déterminée par mesure de la diffusivité thermique par la technique flash laser et la méthode mirage [14]. La chaleur spécifique a été calculée [15] à partir des valeurs thermodynamiques théoriques de chaque oxyde constituant les inclusions. L'ensemble de ces résultats est présenté dans le Tableau II-6.

Propriétés	AL23	B500	HOSO_85
ρ apparente (kg.m ⁻³)	3970	3970	3390
Porosité (%)	1-2	1-2	3-5
C_p (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	771	771	777
$a_{th\ FL}$ (m ² .s ⁻¹)	1,10.10 ⁻⁵	-	-
λ_{FL} (W.m ⁻¹ .s ⁻¹) [20°C]	34	-	-
$a_{th\ M}$ (m ² .s ⁻¹)	0,95.10 ⁻⁵	-	0,75.10 ⁻⁵
λ_M (W.m ⁻¹ .s ⁻¹) [20°C]	29	-	23
λ_{LDP} (W.m ⁻¹ .s ⁻¹) [20°C]	34	34	25

FL : mesures de conductivité thermique par la technique flash laser
M : mesures de conductivité thermique par la méthode mirage
LDP : loi de dépendance à la porosité

Tableau II-6 : valeurs expérimentales des propriétés thermiques des inclusions [14]

Les valeurs mesurées sur l'alumine dense (AL23) sont inférieures à celles obtenues pour une alumine monocristalline (40 W.m⁻¹.K⁻¹). La présence de porosité étant faible, la diminution de la conductivité est surtout liée aux joints de grains. Cet effet est d'autant plus marqué que la

taille des grains est faible. Dès lors, la valeur de $34 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ semble acceptable pour une alumine pure et dense à grains fins.

La conductivité thermique des inclusions B500 et HOSO_85 a été estimée à partir d'une loi de décroissance linéaire en fonction de la porosité en prenant pour λ_0 la valeur de l'alumine de référence, soit $34 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$:

$$\lambda = \lambda_0.(1 - P) \quad \text{II-1}$$

IV.1.2 - Matrice de verre

a - Propriétés mécaniques

Comme pour les inclusions d'alumine, la détermination des propriétés d'élasticité des matrices a été effectuée à l'aide de différentes techniques expérimentales. Le Tableau II-7 présente l'ensemble des résultats obtenus.

Propriétés	Colab	BA
Porosité (%)	< 0,5	< 0,5
$E_{\text{US/MI-T}}$ (GPa)	76	68
$G_{\text{US/MI-T}}$ (GPa)	31	28
$\nu_{\text{US/MI-T}}$	0,21	0,20
$K_{\text{US/MI-T}}$ (GPa)	44	38
$E_{\text{NI-FC}}$ (GPa)	80	61
$E_{\text{NI-CM}}$ (GPa)	78	65

US/MI-T : mesures ultrasonores en milieu infini en transmission

NI-FC : mesures par nanoindentation avec une tête de forte charge (gamme d'effort : 0-1000 mN)

NI-CM : mesures par nanoindentation avec une tête de moyenne charge (gamme d'effort : 0-180 mN)

Tableau II-7 : valeurs expérimentales des propriétés d'élasticité des verres [1]

La contrainte à la rupture du verre BA a été déterminée sur des barreaux de verre de longueur 50 mm et de section $5 \times 5 \text{ mm}^2$ par essai de flexion 4 points (Annexe V). Les résultats, assez dispersés, ont imposé un grand nombre d'essais (3 lots de 10 éprouvettes). La Figure II-13 illustre les résultats pour un lot de 10 éprouvettes de verre BA dont la contrainte à la rupture moyenne est de 45 MPa.

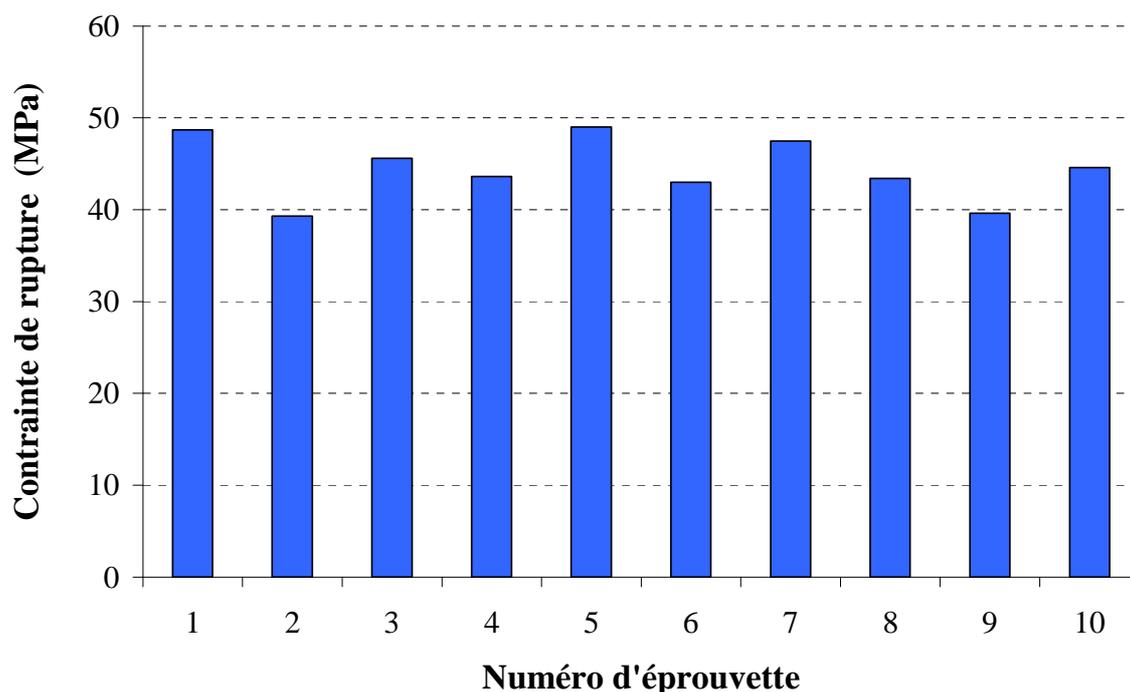


Figure II-13 : valeurs mesurées de la contrainte à la rupture en flexion 4 points sur un lot de 10 éprouvettes de verre BA

b - Propriétés thermiques

Les propriétés thermiques des deux verres utilisés ont été obtenues par la technique flash laser. La chaleur spécifique a été estimée comme précédemment pour les inclusions. Les résultats sont récapitulés dans le Tableau II-8.

Propriétés	Colab	BA
ρ apparente (kg.m^{-3})	2520	2440
Porosité (%)	< 0,5%	< 0,5%
C_p ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	768	737
$a_{\text{th FL}}$ ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$)	7.10^{-7}	6.10^{-7}
λ_{FL} ($\text{W.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$)	1,4	1,1

FL : mesures de conductivité thermique par la technique flash laser

Tableau II-8 : valeurs expérimentales des propriétés thermiques des verres [14]

IV.1.3 - Valeurs expérimentales retenues à 20°C pour les outils de prédiction

Les valeurs utilisées dans les modèles de prédictions analytiques et numériques sont rassemblées dans le Tableau II-9.

Propriétés	B500	Colab	BA
ρ apparente (kg.m ⁻³)	3970	2520	2440
E (GPa)	340	76	68
ν	0,24	0,21	0,20
α (K ⁻¹)	7,6 10 ⁻⁶	7,4 10 ⁻⁶	4,6 10 ⁻⁶
σ_r (MPa)	-	-	45
λ (W.m ⁻¹ .s ⁻¹)	34	1,4	1,1
C_p (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	771	768	737

Tableau II-9 : valeurs expérimentales des propriétés mécaniques et thermiques des inclusions

IV.1.4 - Evolution du module d'Young avec la température

L'évolution du module d'Young en fonction de la température a été étudié pour chacun des constituants de l'étude [16]. La mesure a été effectuée par technique ultrasonore en mode barre longue. Pour les matériaux modèles, la phase inclusionnaire est constituée de billes d'alumine dense à 99,9%. Comme le module d'Young ne peut pas être déterminé à partir des billes, il a été estimé à l'aide de barreaux d'une alumine comparable : la Figure II-14 montre qu'il présente une décroissance linéaire jusqu'à 1000°C. Pour les verres Colab et BA, par contre, on observe une faible évolution en dessous de la température de transition vitreuse puis, au-delà de cette limite, les propriétés d'élasticité chutent fortement en raison du changement de comportement (passage d'un état élastique à un état visco-élastique). Pour chacun de ces constituants, l'évolution est réversible lors du cycle thermique.

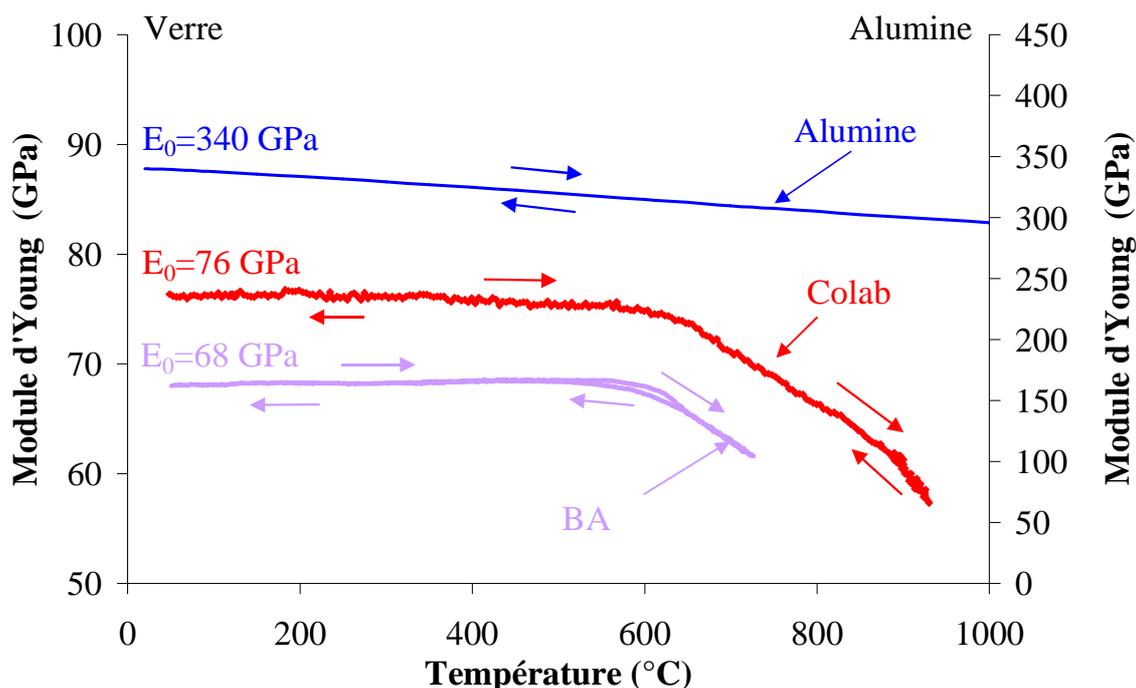


Figure II-14 : évolution du module d'Young des constituants en fonction de la température [16]

IV.2 - Matériaux modèles

IV.2.1 - Module d'Young à température ambiante

Dans le cas des matériaux modèles cohésifs ($\alpha_{\text{matrice}} \approx \alpha_{\text{inclusion}}$), le module d'Young à température ambiante a été obtenu par mesure ultrasonore en milieu infini par transmission. La Figure II-15 compare les résultats de ces mesures à ceux des prédictions analytiques. Comme prévu, et quelle que soit la teneur en phase inclusionnaire, la borne inférieure² du modèle de Hashin et Shtrikman est la plus appropriée pour prédire le module d'Young des matériaux à renfort particulaire [17].

Un travail similaire a été effectué sur les matériaux modèles décohésifs ($\alpha_{\text{matrice}} < \alpha_{\text{inclusion}}$). Les résultats de ces mesures, représentés à la Figure II-16, ont été comparés aux résultats des modèles analytiques de Hashin et Shtrikman correspondant à des matériaux biphasés cohésifs et à des matériaux poreux. Les valeurs expérimentales sont comprises entre la borne inférieure du modèle analytique des matériaux cohésifs et la borne supérieure des matériaux poreux. Ces

² La borne inférieure du modèle analytique de Hashin et Shtrikman représente des inclusions rigides dans une matrice souple alors que la borne supérieure décrit des inclusions souples dans une matrice rigide.

résultats mettent en évidence la faiblesse du modèle analytique pour le cas de matériaux endommagés. En effet, le modèle de Hashin et Shtrikman ne permet pas de prendre en compte l'endommagement (décohésion) et, par conséquent, il tend à surestimer le module d'élasticité du matériau.

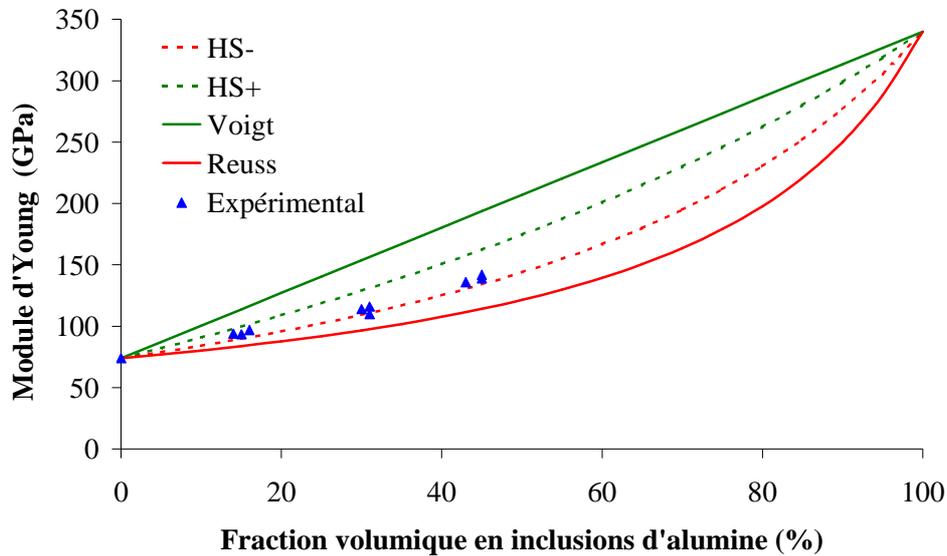


Figure II-15 : valeurs expérimentales et analytiques du module d'Young à température ambiante des échantillons cohésifs

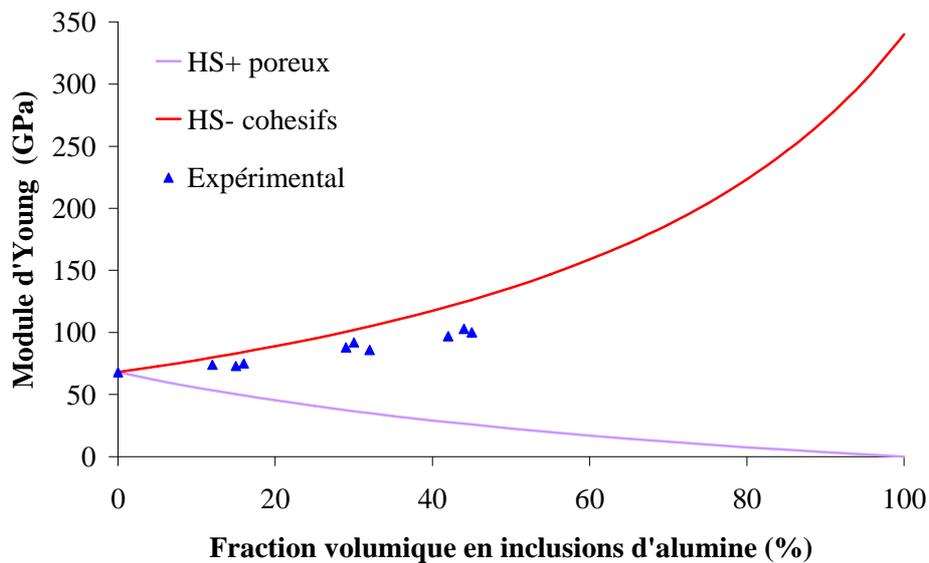


Figure II-16 : valeurs expérimentales et analytiques du module d'Young à température ambiante des échantillons décohésifs

IV.2.2 - Module d'Young en température

Pour la mesure en température du module d'Young des matériaux cohésifs et décohésifs, des éprouvettes de $7 \times 7 \times 80 \text{ mm}^3$ ont été usinées. La Figure II-17 représente les évolutions mesurées et calculées du module d'Young d'un échantillon à 30% vol. : les propriétés d'élasticité baissent lentement avant T_g puis rapidement au-delà. Les prédictions de la borne inférieure du modèle analytique de Hashin et Shtrikman sont en bon accord avec les valeurs expérimentales pour les matériaux cohésifs.

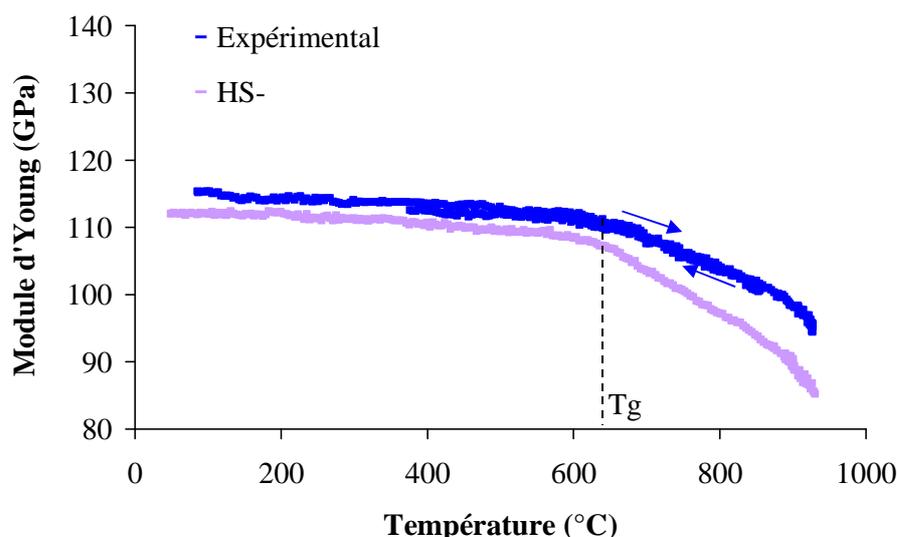


Figure II-17 : valeurs expérimentales et analytiques du module d'Young à température ambiante pour les échantillons cohésifs

Les résultats des échantillons décohésifs, pour différentes teneurs, sont présentés à la Figure II-18. Le module d'Young augmente progressivement de 300°C à 550°C puis il reste constant. Cette augmentation est due à la fermeture des fissures initiales du matériau : l'interface décohésive se referme avec l'augmentation de la température. Ensuite, pour les hautes températures, au-delà de la température de transition vitreuse de la matrice, le module d'Young chute fortement en lien avec l'évolution des propriétés d'élasticité de la matrice au delà de T_g . Lors du refroidissement (jusqu'à T_g), l'augmentation du module est due à la solidification du verre. Entre T_g et 300°C, les échantillons sont supposés complètement cicatrisés et le module reste stable dans cette gamme de température. Dans la gamme allant des hautes températures à 300°C, les valeurs expérimentales sont proches de celles données par la borne inférieure du modèle de Hashin et Shtrikman (Figure 11-19). En dessous de

300°C, la décohésion s'initie entre la matrice et les inclusions, entraînant une baisse du module d'Young. L'augmentation de la teneur en phase inclusionnaire, augmente la largeur de la boucle d'hystérésis de la courbe E(T) et on peut attribuer ce résultat à l'accroissement du nombre de surfaces décohésives entre les inclusions et la matrice.

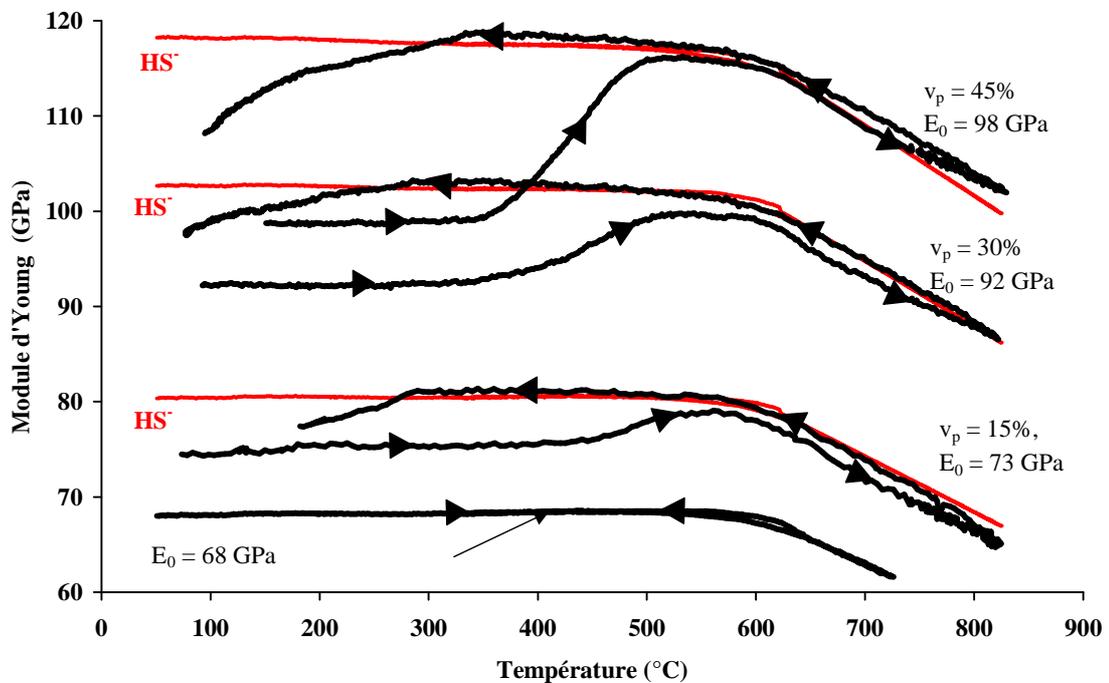


Figure II-18 : valeurs expérimentales et analytiques du module d'Young des échantillons décohésifs en fonction de la température [16]

Au vu de ces résultats, on peut considérer que l'évolution des propriétés d'élasticité des matériaux industriels réfractaires peut être correctement approchée à partir de celle de matériaux modèles à phase matricielle vitreuse. Ces derniers permettent dans certains cas de faciliter la compréhension du comportement de matériaux « réels » (multiphasés et complexes).

V - Conclusion

L'élaboration de matériaux biphasés présentant un différentiel de dilatation entre les phases constituantes est une opération délicate et les échantillons obtenus doivent être observés avec une grande attention. A température ambiante, ils révèlent des décohésions aux interfaces matrice/inclusions ainsi que différentes microfissures inattendues au sein de la matrice.

Les mesures du module d'Young à température ambiante des échantillons à interfaces cohésives montrent que la borne inférieure du modèle analytique de Hashin et Shtrikman est bien appropriée pour prédire le module de matériaux biphasés cohésifs. En revanche, pour les échantillons décohésifs, les prédictions analytiques, ignorent la présence d'endommagement et surestiment le module d'Young du matériau.

L'utilisation de matériaux modèles à microstructure simplifiée (inclusions sphériques d'alumine dans une matrice en verre) est bien adaptée pour l'étude de l'évolution du module d'Young en fonction de la température pour des matériaux à interfaces décohésives. Les résultats expérimentaux ont montré l'impact de l'état décohésif sur les propriétés d'élasticité des matériaux étudiés. Les courbes d'évolution du module d'Young en fonction de la température sont caractérisées par des boucles d'hystérésis, révélatrices des mécanismes de fermeture et d'ouverture des décohésions lors du chauffage et du refroidissement.

Lors du refroidissement, entre les hautes température et 300°C, la borne inférieure du modèle de Hashin et Shtrikman semble être bien appropriée pour prédire les propriétés d'élasticité. En effet, dans cette gamme de température, les échantillons sont dans un état cohésif. En dessous de 300°C, ce modèle analytique ne peut être utilisé car il ignore les microfissurations interfaciales entre les particules et les inclusions.

Références bibliographiques du chapitre II

- [1] N. Tessier-Doyen, Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles, Thèse, Université de Limoges, 2003.
- [2] G. Tammann, Der glazustand, Voss, Leipzig, 1933.
- [3] J. Zarzycki, Les verres et l'état vitreux, Ed. Masson, Paris, 1982.
- [4] H. Scholze, Le verre : nature, structure et propriétés, 2nd Ed., Institut du verre, Paris, 1980.
- [5] A. A. Appen, Chimie du verre, 2nd ED. Leningrad, 1974.
- [6] J. L. Amoros Albaro, le pressage uniaxial dans l'industrie des tuiles en céramique, EURO CERAM NEWS 8, www.euroceram.org.
- [7] N. J. Shaw, Densification and coarsening during solid state sintering of ceramics: a review of the models, Powder Metallurgy International, 1989, 21, 16-29.
- [8] R. M. German, Sintering Theory and Practice, John Wiles and Sons, New York, 1996.
- [9] A. R. Boccaccini, viscosity of porous sintered glasses, J. Mat. Sci., 1995, 30, 5663-5666.
- [10] G. W. Scherer, Sintering of low-density glasses, J. Am. Ceram.Soc., 1977, 60, 236-276.
- [11] E. M. Rabinovich, Review: preparation of glass by sintering, J. Mat. Sci., 1985, 20, 4259-4295.
- [12] R. W. Davidge and T. J. Green, The strength of two-phase ceramic/glass materials. JMS, 1968, 3, 629-634.
- [13] J. M. Haussonne, C. Carry, P. Bowen and J. Barton, in "Traité des matériaux : céramiques et verres – Principes et techniques d'élaboration", Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 2005, 377.
- [14] N. Tessier-Doyen, X. Grenier, M. Huger, D.S. Smith, D. Fournier and J.P. Roger, Thermal conductivity of alumina inclusion/glass matrix composite materials: local and macroscopic scales, J. Eur. Ceram. Soc., to be published.
- [15] O. Knacke, O. Kubaschewski, K. Hesselmann, Thermochemical properties of inorganic substances, 2e edition, Berlin ; New York : Springer Verlag, 1991.
- [16] N. Tessier-Doyen, J.C. Glandus and M. Huger, Untypical Young's modulus evolution of model refractories at high temperature, J. Eur. Ceram. Soc., 2006, 26, 289-295.

[17] K. S. Ravichandran, Elastic properties of two-phase composites, J. Am. Ceram. Soc., 1994, 77, 1178-1184.

Chapitre III :

Outils analytiques et numériques de prédiction

Chapitre III

Outils analytiques et numériques de prédiction

Au cours des quarante dernières années, la simulation numérique s'est imposée comme un outil incontournable de la démarche scientifique, au même titre que les outils analytiques et les techniques expérimentales. En effet, il est devenu courant d'utiliser la simulation numérique pour comprendre ou résoudre un problème industriel aussi complexe soit-il.

La première partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des outils analytiques utilisés dans cette étude. Ensuite, après une brève présentation de la méthode éléments finis, un accent sera mis sur la description des outils de gestion des problèmes de contact matrice/inclusions disponibles dans le code éléments finis Abaqus, dans le but de retenir le(s) plus performant(s). La description des modèles numériques représentatifs des matériaux modèles étudiés fera ensuite l'objet de la dernière partie du chapitre.

I - Outils analytiques

I.1 - Prédications analytiques des propriétés effectives d'un échantillon

De nombreux modèles analytiques, permettant de prédire les propriétés d'élasticité effectives d'un matériau biphasé à partir de celles de ses constituants, sont proposés dans la littérature. Cette richesse en modèles peut se justifier par le fait qu'aucun d'entre eux n'est universel. Les plus simples sont ceux proposés par Voigt [1] et Reuss [2], qui consistent à assembler en parallèle (borne supérieure) ou en série (borne inférieure) les deux phases constituant le matériau. Toutefois, ces modèles ne sont que rarement utilisés, car les bornes qu'ils proposent sont généralement trop éloignées des valeurs réelles des modules d'élasticité.

Un modèle bien plus performant a été proposé par Hashin et Shtrikman [3, 4, 5, 6]. Il consiste à assembler des sphères homothétiques constituées d'un noyau sphérique représentant la particule de rayon a , enrobé par une coquille concentrique décrivant la matrice de rayon extérieur b tel que la fraction volumique de particules soit égale à $(a/b)^3$. Leur distribution spatiale est aléatoire et leur diamètre peut atteindre des valeurs infiniment petites, permettant ainsi d'occuper tout l'espace (Figure III-1).

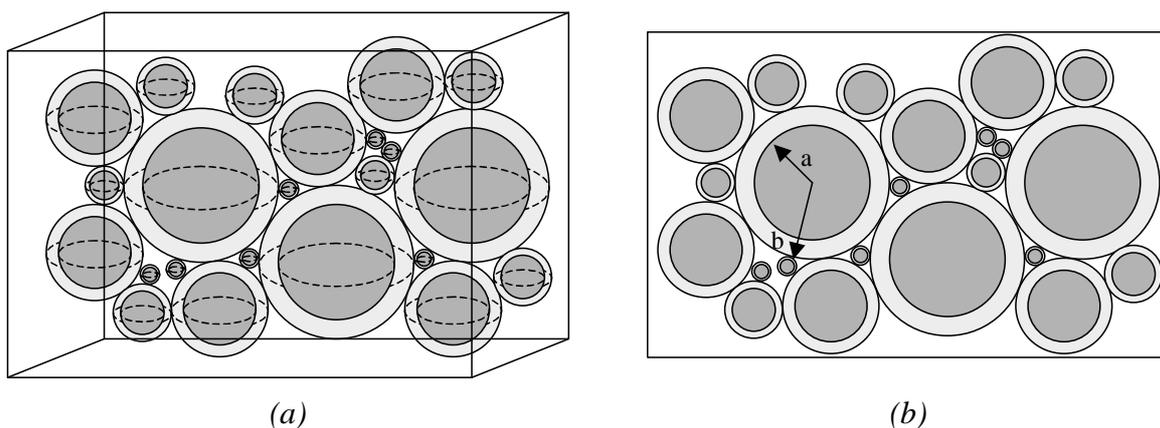


Figure III-1 : schéma de l'assemblage des sphères composites proposé par Hashin et Shtrikman

Ce modèle permet de calculer les bornes inférieure (G^- , K^-) et supérieure (G^+ , K^+) des modules de cisaillement et de compressibilité à l'aide des relations III-1 à III-4.

$$K^- = K_m + \frac{V_p}{\frac{1}{K_p - K_m} + \frac{3V_m}{3K_m + 4G_m}} \quad \text{III-1}$$

$$K^+ = K_p + \frac{V_m}{\frac{1}{K_m - K_p} + \frac{3V_p}{3K_p + 4G_p}} \quad \text{III-2}$$

$$G^- = G_m + \frac{V_p}{\frac{1}{G_p - G_m} + \frac{6(K_m + 2G_m) \cdot V_m}{5G_m(3K_m + 4G_m)}} \quad \text{III-3}$$

$$G^+ = G_p + \frac{V_m}{\frac{1}{G_m - G_p} + \frac{6(K_p + 2G_p) \cdot V_p}{5G_p(3K_p + 4G_p)}} \quad \text{III-4}$$

A partir de ces relations, les bornes inférieure et supérieure du module d'Young sont calculés à l'aide des équations III-5 et III-6 :

$$E^- = \frac{9K^- \cdot G^-}{3K^- + G^-} \quad \text{III-5}$$

$$E^+ = \frac{9K^+ \cdot G^+}{3K^+ + G^+} \quad \text{III-6}$$

La Figure III-2 montre les bornes hautes et basses respectivement obtenues à l'aide des modèles analytiques de Voigt, Reuss et Hashin et Shtrikman (HS) pour un échantillon biphasé.

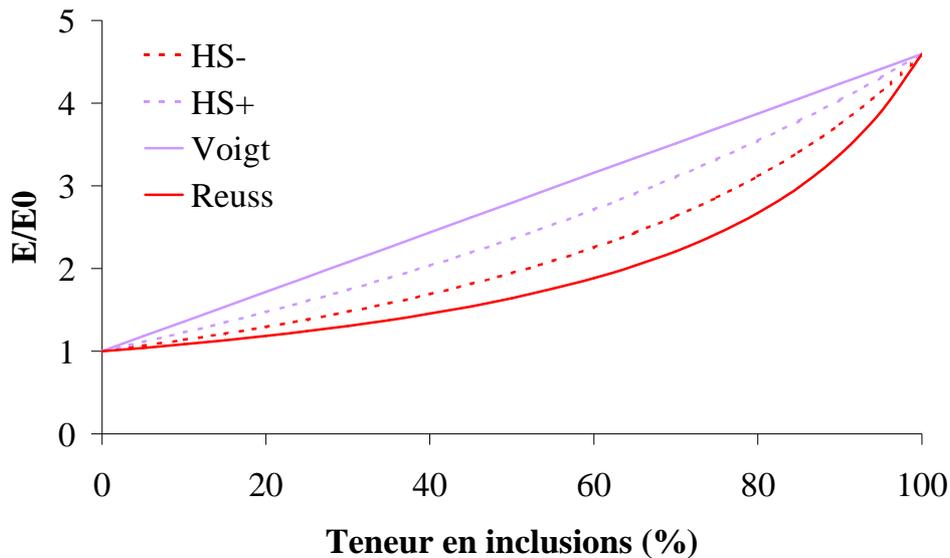


Figure III-2 : prédictions analytiques des modèles de Voigt et Reuss et Hashin et Shtrikman pour un échantillon biphasé

I.2 - Prédictions analytiques des niveaux de contrainte dans la matrice au voisinage d'inclusions sphériques

I.2.1 - Cas d'une inclusion isolée

Dans le cas d'un échantillon biphasé, dont les constituants présentent des coefficients de dilatation thermique différents, de nombreux modèles analytiques [7,8,9] permettent d'estimer, pour une variation de température donnée, la contrainte à une distance donnée du centre de l'inclusion. Tous ces modèles prédisent une contrainte maximale située à l'interface dans le cas d'une particule isolée. La contrainte radiale dans la matrice peut être exprimée par la relation III-7 [10] :

$$\sigma_{rr}^m = \frac{1}{(r/r_0)^3} \frac{12 G_m K_p (\alpha_m - \alpha_p) \Delta T}{4 G_m + 3 K_p} \quad \text{III-7}$$

où r représente le rayon entre le centre de l'inclusion et le point de calcul de la contrainte dans la matrice ; r_0 , le rayon de l'inclusion ; G_m , K_p , α_m et α_p représentant respectivement le module de cisaillement, le module de compressibilité et les coefficients de dilatation thermique de la matrice (m) et de l'inclusion (p).

La Figure III-3 montre le profil de contrainte radiale calculée pour une variation de température de 840°C dans le cas d'un matériau biphasé dont les propriétés correspondent à celles du verre (BA) pour la matrice et de l'alumine dense (B500) pour l'inclusion.

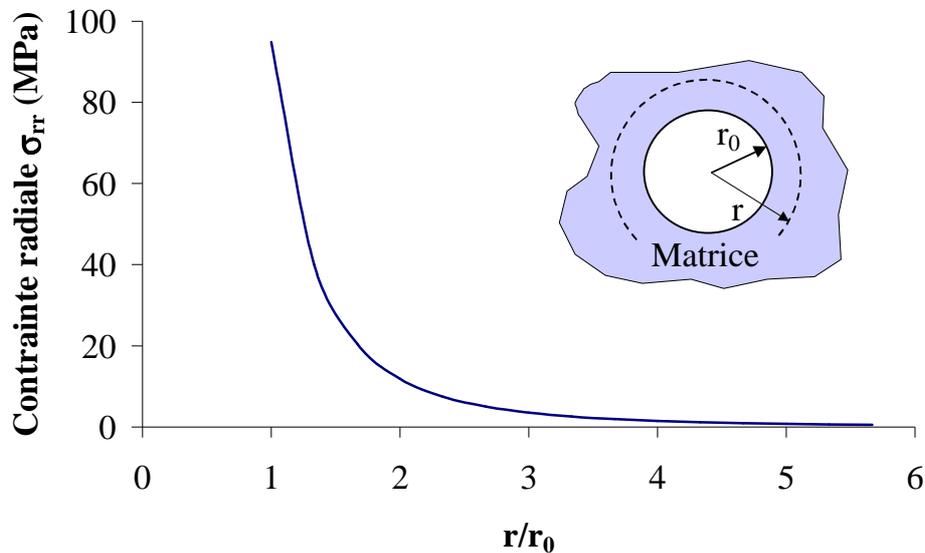


Figure III-3 : profil de la contrainte radiale dans la matrice dans le cas d'une inclusion isolée

I.2.2 - Cas de deux inclusions voisines

Les observations au microscope des échantillons étudiés montrent que l'hypothèse de la particule isolée est difficilement applicable au cas présent, car la répartition aléatoire des inclusions ainsi que les fortes teneurs n'autorisent pas une telle approximation. Dès lors, l'environnement de l'inclusion joue vraisemblablement un rôle non négligeable sur le niveau de contrainte dans la matrice. Afin de prendre en compte l'impact d'une seconde inclusion au voisinage de la première, nous avons appliqué, dans une approche simplifiée, le modèle analytique décrit au § I.2.1 à chacune des particules. La Figure III-4 présente les résultats d'un calcul effectué en sommant les contributions des deux modèles analytiques pour différentes valeurs de la distance c . Les profils de contrainte sont ainsi décrits sur toute la distance séparant les deux inclusions, en partant de la périphérie de chacune d'elle. Chaque inclusion présente ainsi un profil de contrainte radiale similaire à celui d'une particule isolée. Dans cet exemple, la contribution des deux inclusions est relativement faible sur la contrainte radiale globale. Nous verrons au Chapitre IV, que celle-ci devient importante lorsque les inclusions se rapprochent.

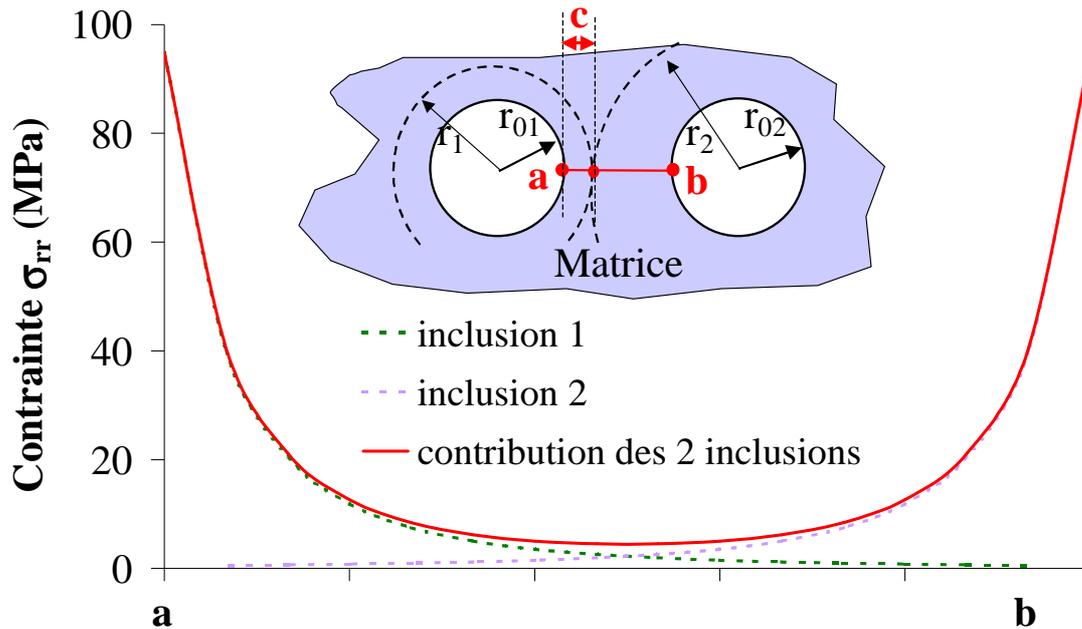


Figure III-4 : profil de la contrainte radiale dans la matrice contenant deux inclusions

II - Généralités sur la simulation numérique

II.1 - Introduction

La description du comportement de systèmes mécaniques s'effectue classiquement par la résolution d'équations aux dérivées partielles. Il s'agit toujours d'un travail long, fastidieux et qui ne peut s'envisager que pour certains cas relativement simples.

On lui préfère aujourd'hui la méthode des éléments finis (MEF), méthode numérique qui ne présente aucun des inconvénients précédents et qui peut s'appliquer à la plus part des problèmes du génie mécanique : problèmes stationnaires ou instationnaires, linéaires ou non linéaires, pour des géométries quelconques en 1D, 2D ou 3D. Elle est, de plus, assez performante dans le cadre de l'étude des milieux hétérogènes.

La méthode, telle qu'elle est connue aujourd'hui, résulte du travail de nombreux chercheurs qui, au fil du temps, ont apporté leurs contributions à la construction de cet outil désormais incontournable. En effet, si dès 1943, Courant [11] fait apparaître les idées de base de la MEF, le concept d'éléments finis a été introduit bien plus tard, en 1956 par Turner et al. [12]. Ces derniers représentent un milieu continu élastique en 2D par un assemblage de panneaux triangulaires sur lesquels les déplacements sont supposés varier linéairement. Le comportement de chacun des panneaux est caractérisé par une matrice de rigidité élémentaire. En 1960, Argyris et al. [13] introduisent la notion d'énergie dans l'analyse des structures. A partir des années 60, le grand intérêt porté à cette méthode va permettre son développement rapide. Dès lors, sa formulation s'appuie sur des considérations énergétiques et variationnelles, sous la forme générale des résidus pondérés¹ ou d'écritures faibles² [14,15,16]. De nombreux travaux portent sur le développement d'éléments spécifiques de haute précision [17] et d'éléments à côtés curvilignes ou isoparamétriques [18,19]. Depuis la fin des années 60, de nombreux auteurs ont publié un nombre impressionnant d'ouvrages, en langue anglaise mais aussi française [20,21], sur la méthode des éléments finis. A titre d'exemple, Zienkiewicz [22] propose trois tomes sur le sujet.

II.2 - Intérêts et limites de la méthode des éléments finis

En mécanique des solides, un des plus grands intérêts de la méthode des E.F. réside sans nul doute dans l'étendue des domaines pouvant être abordés :

- ❖ problèmes statiques en petites et grandes transformations ;
- ❖ problèmes transitoires et/ou dynamiques (crash, vibrations ...) ;
- ❖ problèmes thermiques et/ou thermomécaniques couplés.

Le grand nombre de lois de comportement disponibles (linéaires et non-linéaires) est également un des points forts de la méthode.

Celle-ci rend possible l'étude de toutes les géométries de taille et de forme quelconques. Seul un surcoût du temps de calcul intervient pour les géométries les plus complexes et la limite est souvent liée aux performances des outils informatiques disponibles. Cependant, une attention

¹ La méthode des résidus pondérés consiste à approcher partiellement l'annulation du résidu d'une équation différentielle pour trouver une solution discrète approximative.

² L'écriture faible est la transformation de l'intégrale d'un problème donné en intégrales par parties afin de diminuer les conditions imposées aux fonctions admissibles.

particulière doit être apportée aux résultats en fin de calcul, ceux-ci étant des solutions approchées du problème réel traité.

Une des limites de la méthode réside sans doute dans sa complexité de mise en œuvre, laquelle augmente avec la difficulté du problème à résoudre.

III - Grandes lignes de la méthode

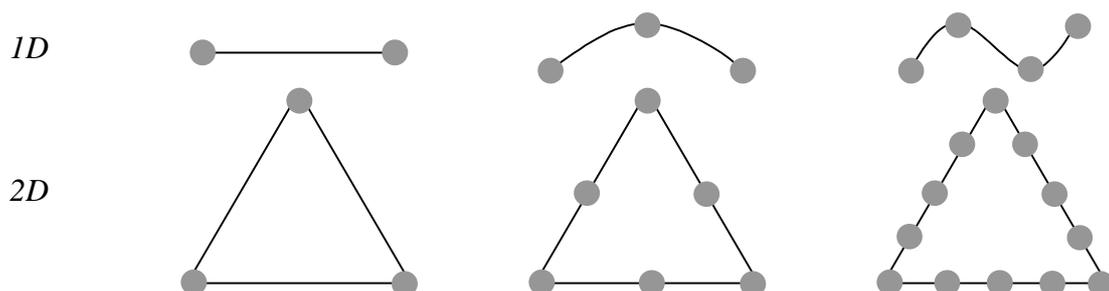
La méthode consiste à rechercher une forme approchée de la solution exacte sous la forme d'un champ $\tilde{F}(M, t)$ défini par morceaux sur n sous domaines Ω_i du domaine Ω tels que :

$$\bigcup_{i=1}^n \Omega_i = \Omega \text{ et } \tilde{\Omega}_i \cap \tilde{\Omega}_j = \emptyset \quad \forall i \neq j \quad \text{III-8}$$

où $\tilde{\Omega}_i$ représente la partie intérieure de Ω_i .

Les champs $\tilde{f}_i(M, t)$ définis sur chaque sous domaine sont des champs choisis parmi une famille arbitraire de champs (généralement polynômiaux). La famille de champs locaux est appelée espace des fonctions d'interpolation de l'élément. La famille de champs globaux $\tilde{F}(M, t)$ obtenue par juxtaposition des champs locaux est appelée espace des fonctions d'interpolation du domaine Ω .

La méthode consiste donc à déterminer les champs locaux $\tilde{f}_i(M, t)$ admissibles pour chaque sous domaine afin d'obtenir un champ global $\tilde{F}(M, t)$ proche de la solution exacte du problème. La qualité de la solution est directement liée à la pertinence du modèle (2D, 2D1/2, 3D), et à la taille des sous domaines (nombre d'éléments), au choix de la famille de champs locaux (linéaire, quadratique ou cubique, Figure III-5) et aux conditions de continuité imposées aux sous domaines (C_0, C_1, \dots).



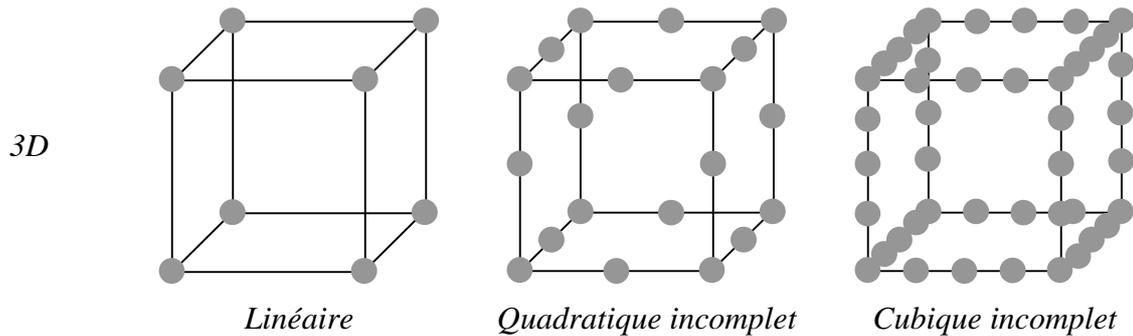


Figure III-5 : illustration de quelques familles de champs locaux

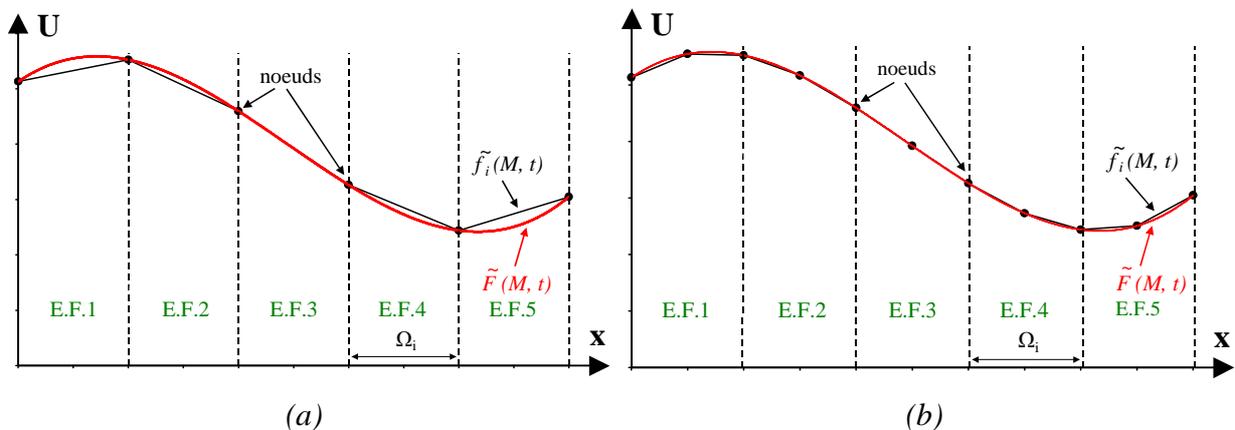


Figure III-6 : approximations linéaire (a) et quadratique (b) et erreurs induites (cas 1D)

La Figure III-6 décrit les approximations obtenues en fonction du type d'élément choisi : linéaire (a) ou quadratique (b). Cet exemple permet d'illustrer une règle (presque) générale de la méthode E.F. : l'augmentation du nombre de noeuds, permet à partir de l'approximation $\tilde{f}_i(M, t)$ d'approcher plus finement la solution exacte $\tilde{F}(M, t)$.

Résoudre manuellement un problème par la méthode des E.F. repose sur une succession d'étapes :

- ❖ formulation du problème sous la forme d'une équation différentielle ou aux dérivés partielles à satisfaire en tout point du domaine Ω avec des conditions aux limites aux frontières $\partial\Omega$;
- ❖ construction de la formulation variationnelle du problème (formulation du système différentiel à résoudre et des conditions aux limites associées) ;
- ❖ découpage du domaine Ω en sous domaines ;

- ❖ choix de la position des nœuds pour les sous domaines (maillage de la géométrie) ;
- ❖ discrétisation du problème (écriture des fonctions d'interpolation) ;
- ❖ résolution du problème discret.

Les outils d'application pratique de la méthode, que sont les codes E.F., utilisent les ressources des machines de calcul numérique et fonctionnent donc différemment (formulation matricielle et non analytique). Toutefois la compréhension des fondements de la méthode est indispensable pour une bonne utilisation de tels outils.

IV - Fonctionnement du code E. F. ABAQUS

Les codes E.F. ont tous une architecture de fonctionnement semblable, qui s'articule autour de 3 modules distincts correspondant à 3 fonctionnalités complémentaires :

- ❖ le module d'entrée des données : pré-traitement ;
- ❖ le module de calcul : traitement ;
- ❖ le module de sortie des résultats : post-traitement.

La Figure III-7 décrit le fonctionnement chronologique d'un code E.F. pour un problème quelconque.

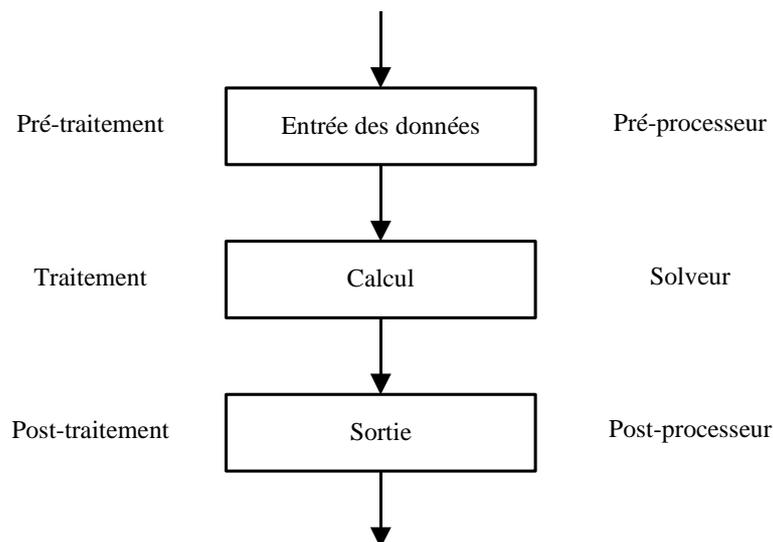


Figure III-7 : diagramme des opérations pour le traitement par E.F. d'un problème

IV.1 - Module de pré-traitement

Le module de pré-traitement permet de définir le problème de façon interactive :

- ❖ description de la géométrie de la pièce ;
- ❖ discrétisation du domaine (maillage) ;
- ❖ garnissage des régions et des frontières.

L'étape de maillage du domaine consiste à déterminer le nombre de nœuds et d'éléments formant une discrétisation acceptable de la géométrie initiale (Figure III-8). Une attention particulière doit être apportée au choix des éléments du maillage (en particulier lors d'un maillage automatique), afin d'identifier la présence éventuelle d'éléments distordus (Figure III-9).

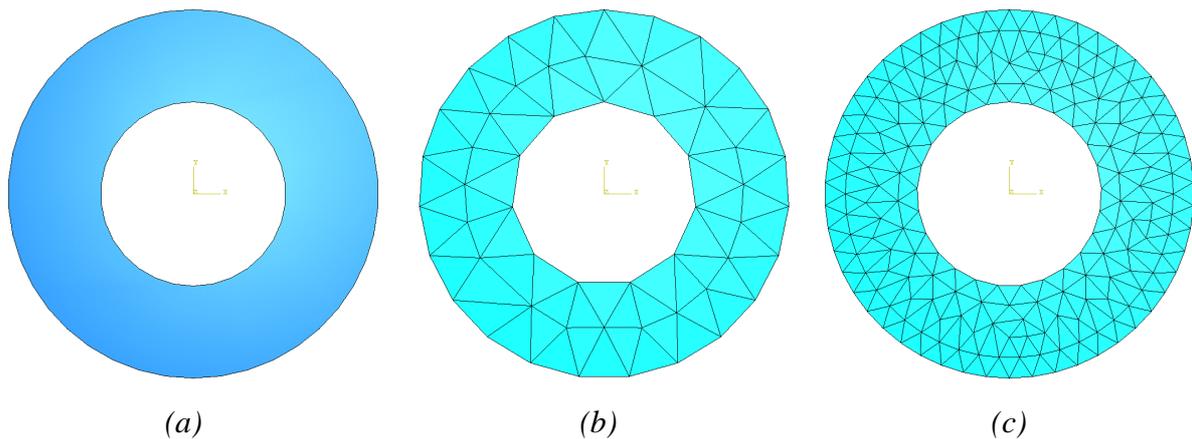
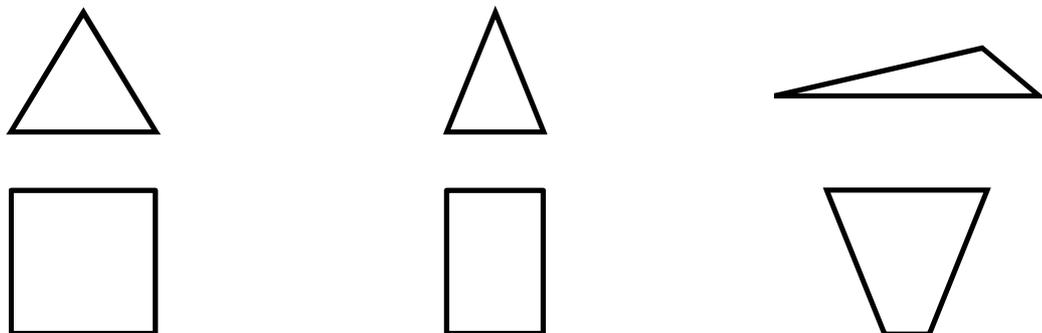
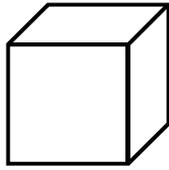
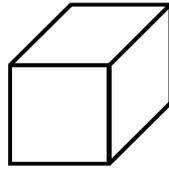


Figure III-8 : exemples de discrétisation d'une géométrie circulaire (a) géométrie initiale de la pièce, (b) géométrie avec un maillage grossier, (c) géométrie avec un maillage plus fin

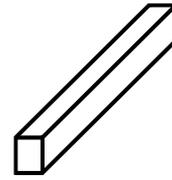




éléments de références



utilisation acceptable



utilisation inacceptable

Figure III-9 : validité de la géométrie des éléments 2D et/ou 3D du maillage

L'étape de garnissage définit les propriétés physiques associés aux éléments géométriques :

- ❖ caractéristiques physiques du ou des matériaux ;
- ❖ chargements (mécanique, thermique, ...) ;
- ❖ conditions aux limites (symétrie, encastrement, ...) ;
- ❖ conditions initiales (température de la pièce, ...).

IV.2 - Module de traitement

Le module de traitement va résoudre le système d'équations $\{F\} = \{k\}\{U\}$ où $\{F\}$ représente le vecteur généralisé des sollicitations imposées et $\{U\}$ vecteur généralisé des variables inconnues (déplacements, vitesses, températures, contraintes...), $\{k\}$ étant une matrice, symétrique ou non, dépendante ou non de $\{U\}$ caractérisant le système. A partir des données du module de pré-traitement, il va générer en sortie les valeurs aux nœuds ou aux points d'intégration³ des grandeurs recherchées. ABAQUS étant un code propriétaire, il est difficile de connaître les méthodes qu'il utilise pour résoudre un problème linéaire. Il a recours à des méthodes directes de type Gauss, Cholesky ou Crout. La première étant relativement peu performante pour des problèmes importants, il semble raisonnable de penser qu'il utilise celle de Cholesky ou celle de Crout.

Dans le cas des problèmes non linéaires le module utilise le schéma itératif de Newton-Raphson. La Figure III-10 illustre la succession d'opérations nécessaires pour traiter un problème statique linéaire (a) et non linéaire (b).

³ Les points d'intégration ou points de Gauss sont des points particuliers dont le positionnement dans l'élément est connu avec précision et où certaines grandeurs sont calculées (contrainte, flux de chaleur ...)

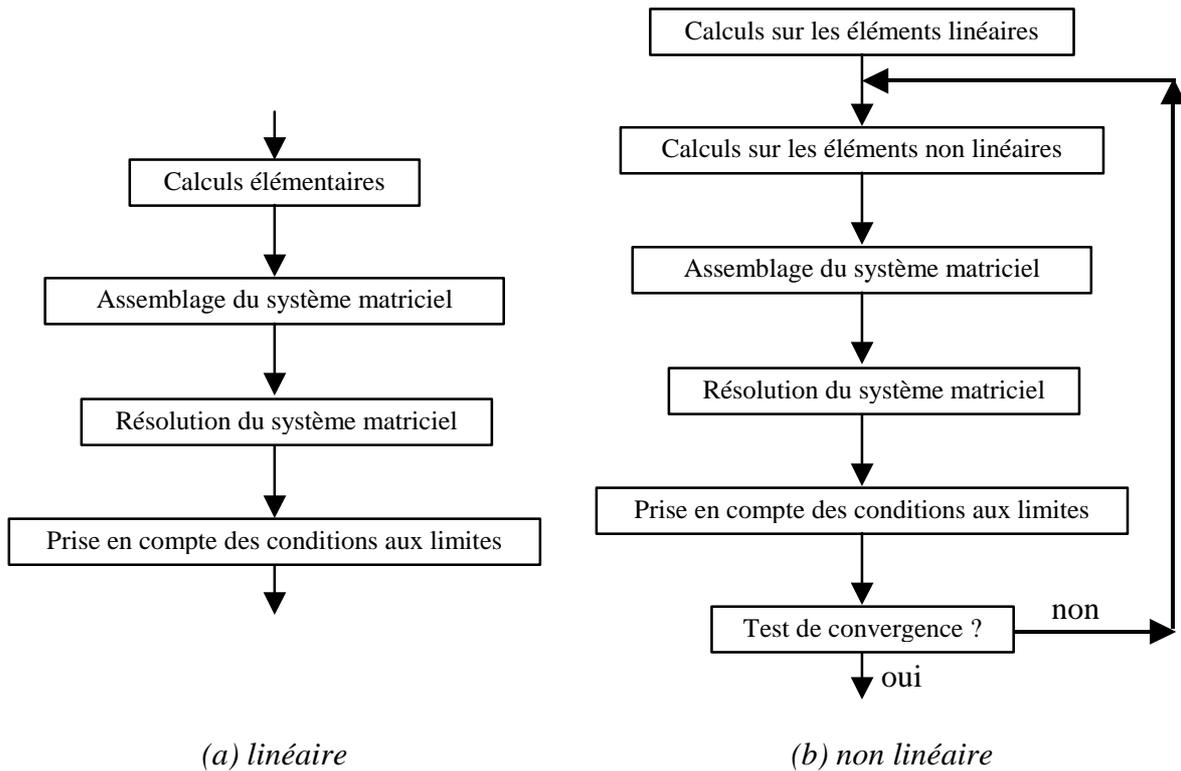


Figure III-10 : schéma opérationnel du module de traitement pour un problème statique

La résolution des problèmes instationnaires (évolutifs dans le temps) suppose la répétition, à chaque pas de temps, du processus de calcul (Figure III-11) : méthodes explicites, implicites, Crank-Nicholson, prédiction-correction.

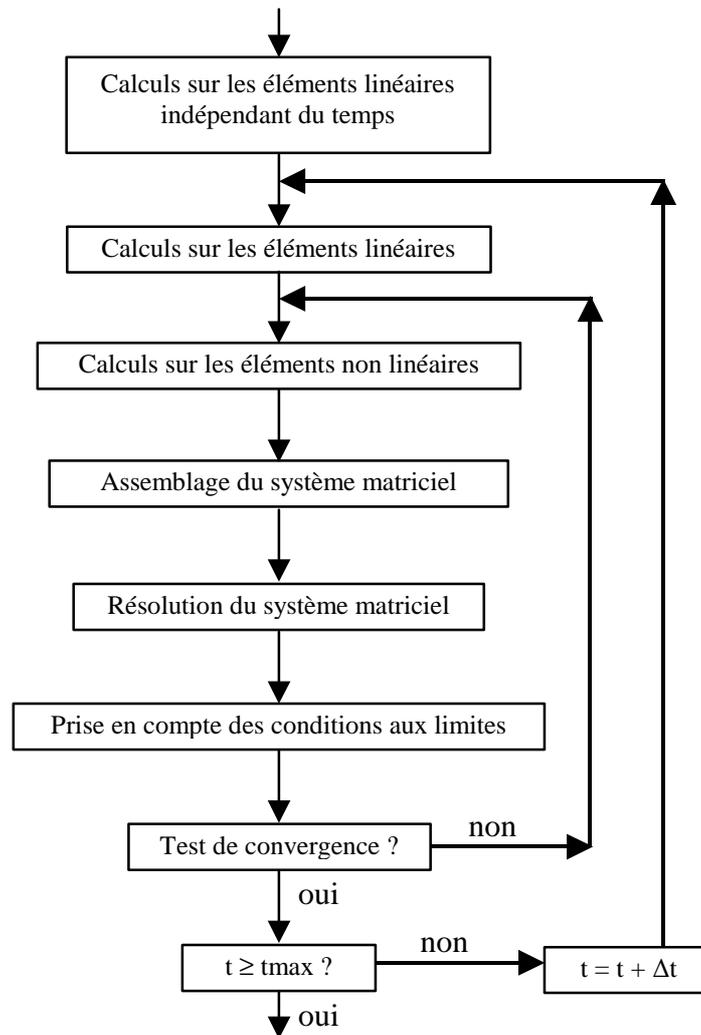


Figure III-11 : schéma opérationnel du module de traitement pour un problème non linéaire dynamique

IV.3 - Module de post-traitement

Bien que la solution obtenue par le module de traitement peut être directement exploitée par l'utilisateur, pour des considérations de confort d'utilisation, le module de post-traitement extrait les résultats numériques du module de traitement et effectue une présentation graphique de la solution globale (cartographie des isovaleurs, graphes des variations en fonctions du temps et/ou de l'espace).

En effet, le nombre de données numériques brutes du module de calcul (plusieurs milliers de valeurs nodales pour des problèmes simples) est très important. Dès lors, l'analyse de ces données devient très rapidement fastidieuse pour l'utilisateur.

V - Outils de liaison entre deux entités dans le code E.F. ABAQUS

La simulation numérique du comportement de matériaux modèles multiphasés implique la gestion des surfaces de contact des différentes phases. Melander *et al.* [23] (1996) ont étudié, lors d'un choc thermique, l'endommagement interfacial d'un composé biphasé (acier martensitique et billes d'alumine) présentant un désaccord dilatométrique entre ses constituants. La gestion de l'interface matrice/inclusions a été réalisée grâce à des éléments de contact internes au code E.F. Une autre approche consiste à considérer l'interphase comme une phase à part entière du matériau. Ces phases, périphériques aux inclusions, sont généralement de faibles dimensions et nécessitent donc un maillage local très fin générant un nombre d'éléments considérable pour obtenir des résultats de bonne qualité (Wu *et al.* [24], 1995). Pour résoudre ces problèmes, il est courant de définir des éléments spécifiques, appelés super-éléments, capables de décrire le comportement de l'interphase. Cette technique a été appliquée par Liu *et al.* [25] (2004) pour des matériaux hétérogènes. Toutes ces méthodes présentent le même inconvénient : les paramètres (E , ν , ...) de l'interphase doivent être connus. L'autre possibilité est d'ignorer l'interphase et de relier directement la matrice aux inclusions par un contact spécifique (Guild *et al.* [26], 1995, Balac *et al.* [27], 2002). C'est cette dernière méthode que nous avons retenue pour notre étude.

L'outil numérique dont nous avons besoin doit répondre à trois préoccupations :

- ❖ éviter l'interpénétration des deux entités (matrice et inclusions) ;
- ❖ être capable de conserver le contact (transfert des efforts) entre les deux corps tant que le niveau de contrainte à la rupture en un point donné n'est pas atteint ;
- ❖ être capable d'ouvrir le contact (aucun transfert des efforts) entre les deux corps quand ce niveau de contrainte local est atteint ;

V.1 - Outils disponibles dans le code Abaqus

V.1.1 - Les éléments de liaison

Un des outils permettant de lier deux entités sont des éléments de liaison appelés connecteurs. Ils assurent la liaison entre deux nœuds appartenant respectivement à chacun des corps dissociés. Les déplacements et les rotations relatifs sont évalués dans des repères locaux liés aux éléments. En 3D, ils nécessitent 12 degrés de liberté (ddl) pour définir les 6 mouvements : 3 déplacements et 3 rotations. En 2D, 6 ddl suffisent pour décrire les 2 déplacements et la rotation. Différents types de comportement peuvent être attribués aux connecteurs qui permettent de les utiliser comme ressorts, amortisseurs, butées fixes ou élastiques, ou de leur donner des propriétés de friction ou de rupture. Ces comportements individuels peuvent être associés pour décrire des liaisons complexes.

V.1.2 - Les éléments de contact

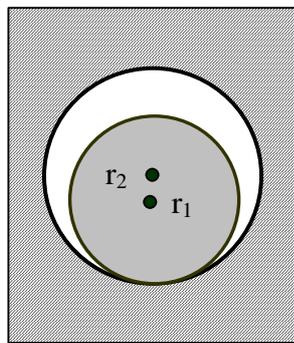
Une autre famille d'éléments appelée éléments Gap permet d'assurer le contact entre deux entités. Ils permettent la gestion du contact entre 2 nœuds et la mise en contact ou la séparation des nœuds en respectant des directions particulières ou des conditions de séparation spécifiques.

Les différents éléments Gap sont au nombre de cinq :

- ❖ *GAPUNI* : élément de contact entre 2 nœuds lorsque la direction de contact est fixée dans l'espace ;
- ❖ *GAPCYL* : élément de contact entre 2 nœuds lorsque la direction de contact est orthogonale à un axe ;
- ❖ *GAPSPHER* : élément de contact entre 2 nœuds lorsque la direction de contact est arbitraire dans l'espace ;
- ❖ *GAPUNIT* : élément de contact et d'interaction thermique entre 2 nœuds lorsque la direction de contact est fixée dans l'espace ;
- ❖ *DGAP* : élément d'interaction thermique entre 2 nœuds pour les analyses de transfert thermique.

Les éléments Gap sont définis en spécifiant le numéro du nœud 1 et celui du nœud 2 sur lesquels l'élément s'appuie au temps initial.

Les éléments de contact *GAPSPHER* peuvent être utilisés pour modéliser deux types de contact : un contact entre 2 sphères rigides où la plus petite sphère est à l'intérieur de la plus grande (Figure III-12) ou un contact entre deux sphères rigides sur une partie de leurs surfaces extérieures. Le comportement de l'élément *GAPSPHER* est défini par la distance de séparation entre les deux nœuds, notée d , et la position au cours du temps de ces deux nœuds. La valeur $d = 0$ n'est pas admise car cela reviendrait à dire que le problème n'est plus un problème de contact, par contre $d=0+\epsilon$ est la limite à partir de laquelle les nœuds sont autorisés à se séparer. Chaque sphère est représentée par un nœud en son centre. L'élément *GAPSPHER* connecte les deux sphères en reliant ces nœuds centraux.



$$d = r_2 - r_1$$

$$h = d - |\bar{X}_2 - \bar{X}_1| \geq 0$$

X_i : position du nœud i

d : critère de séparation spécifié

h : distance entre les 2 rayons (r_1 et r_2) des sphères.

Figure III-12 : éléments de contact *GAPSPHER*

Si la position initiale des deux sphères est telle que $h > d$, l'élément *GAPSPHER* est ouvert ; si cette distance est $h = d$, l'élément est initialement fermé ; si la position initiale est $h < d$ l'interférence intersphères (pénétration) est appliquée.

V.1.3 - Contact défini par le mouvement relatif de deux surfaces

Le code E.F. ABAQUS possède différents outils permettant de simuler un ou plusieurs contacts entre des corps dissociés. La modélisation du contact s'appuie sur deux méthodes : utilisation des surfaces, utilisation des éléments.

La plupart des problèmes de contact sont traités en utilisant des surfaces de contact, c'est-à-dire que le contact est créé par le mouvement et la pénétration de deux surfaces. ABAQUS

possède trois familles pour ces surfaces de contact : des surfaces déformables ou rigides définies sur des éléments, des surfaces définies sur des nœuds et des surfaces rigides analytiques.

Plusieurs types de problèmes n'autorisent pas l'utilisation de la méthode basée sur les surfaces de contact (impossibilité de définir une surface de contact). Pour ces cas spécifiques, le code E.F. dispose d'une bibliothèque d'éléments de contact (§ V.1.2).

Le type de contact décrit dans cette partie est défini à partir des surfaces. Ce contact classique est basé sur le principe de surfaces maître et esclave. Le contact est défini entre deux corps par deux surfaces qui peuvent agir l'une sur l'autre, il est nommé « contact pair ». Pour chaque nœud de la première surface (surface esclave), le code E.F. cherche le point le plus proche de la deuxième surface (surface maître) et projette perpendiculairement en ce point la surface maître sur la surface esclave (Figure III-13). L'interaction est alors discrétisée entre le point de la surface maître et le nœud esclave. Les conditions de contact entre deux corps sont définies en utilisant un algorithme du type « maître/esclave » strict. Dans les problèmes mécaniques, chaque état du potentiel de contact est défini en termes de nœuds dits « esclaves » et de surface dite « maître ». La règle consiste à interdire toute pénétration des nœuds esclaves dans la surface maître et d'autoriser si nécessaire la pénétration des nœuds maîtres dans la surface esclave (Figure III-14).

Généralement, les interactions de contact se produisent entre deux surfaces. Cependant, dans la formulation de contact maître/esclave strict utilisée dans ABAQUS, seule la surface maître est utilisée comme surface, dont la géométrie et l'orientation sont prises en compte. Les seules données nécessaires pour la surface esclave sont la position des nœuds et la surface liée à chaque nœud. Ainsi, la surface esclave est définie comme un groupe de nœuds formant une surface.

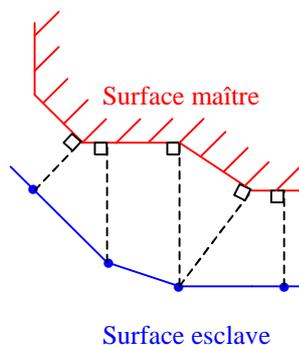


Figure III-13 : discrétisation des interactions et du contact

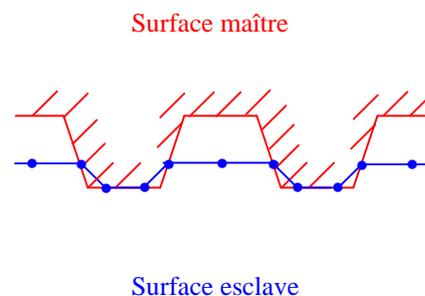


Figure III-14 : pénétration de la surface maître dans la surface esclave

Dans le code, trois approches permettent de décrire le mouvement relatif des deux surfaces formant un contact pair. La première appelée « glissement fini » autorise tous les mouvements des surfaces en contact. Dans la seconde approche, dite « glissement petit » les surfaces en contact ne peuvent se déplacer que légèrement. La troisième, intitulée « glissements et rotations infinitésimales » suppose que le mouvement relatif des surfaces et le mouvement absolu des corps entrant en contact sont faibles.

Pour modéliser le contact, il est nécessaire de définir les propriétés mécaniques et/ou thermiques souhaitées entre les corps. De nombreuses propriétés physiques peuvent être prises en compte dans ABAQUS ; seules celles pouvant décrire l'évolution décohésive du matériau biphasé (un contact capable de résister sous une sollicitation de traction et de se rompre pour une contrainte donnée à l'interface) seront décrites dans la suite.

Dans le code, la pression de contact en fonction de la pénétration des deux surfaces peut être définie pour suivre différentes évolutions. Par défaut, le contact de type « Hard Contact » permet de minimiser la pénétration des nœuds esclaves dans la surface maître⁴ et de transmettre les efforts de compression à travers la surface de contact. Une formulation modifiée de ce contact, appelée « Modified Hard Contact », rajoute la transmission d'efforts même en traction. Le contact appelé « Softened Contact » peut aussi être introduit de manière linéaire en fonction de la distance des nœuds par rapport à la surface. Une variante utilisant une fonction linéaire peut également être utilisée ainsi qu'un comportement imposé par l'utilisateur sous forme d'une saisie de données dans un tableau.

a - Contact Tied

Le contact « Tied » est un contact permanent entre une partie esclave et une partie maître. Durant le calcul, les nœuds des entités reliées par ce contact vont transmettre de part et d'autre de l'interface les contraintes et les déplacements. Ce contact sera particulièrement utilisé pour modéliser l'interface des matériaux modèles cohésifs.

⁴ En effet, au cours de chaque pas de temps, les nœuds esclaves pourront être amenés à pénétrer la surface maître mais à la fin du pas de temps, ceux ayant pénétrés la surface maître seront rejetés à la surface maître et donc aucun nœud esclave ne sera dans la surface maître.

b - Hard Contact classique

Le contact le plus courant est de type Hard Contact : lorsque les surfaces sont en contact, les efforts sont transmis de part et d'autre de la surface de contact. Les surfaces se séparent dès que la pression de contact est nulle (Figure III-15). Deux méthodes d'application de contraintes peuvent être utilisées : la méthode classique des multiplicateurs de Lagrange ou la méthode du Lagrangien augmenté.

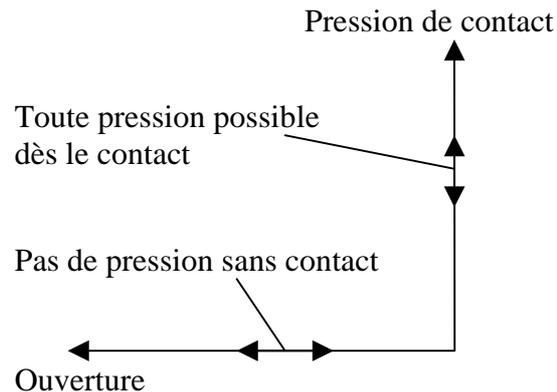


Figure III-15 : relation entre la pression de contact et la distance des deux surfaces avec le Hard Contact par défaut

c - Hard Contact Modified

Dans le code, une option permet de modifier la relation entre la pression de contact et la distance inter-surfaces du contact de type « Hard Contact ». La modification de ce contact permet à un point N sur une surface de pénétrer jusqu'à une distance h_{max} sous cette surface avant de transmettre un effort de contact. Si la pénétration est supérieure à la distance h_{max} , la nature du contact change, passant d'un état ouvert (pas de transmission) à un état fermé (transmission) : les nœuds esclaves sont alors rejetés à la surface maître et un contact de type Hard Contact s'applique entre les deux corps. Il est également possible de modifier la relation pour permettre aux surfaces de transmettre une pression de contact en « traction » (permettant de retarder l'ouverture des deux surfaces de contact) jusqu'à une valeur particulière notée P_{max} (Figure III-16).

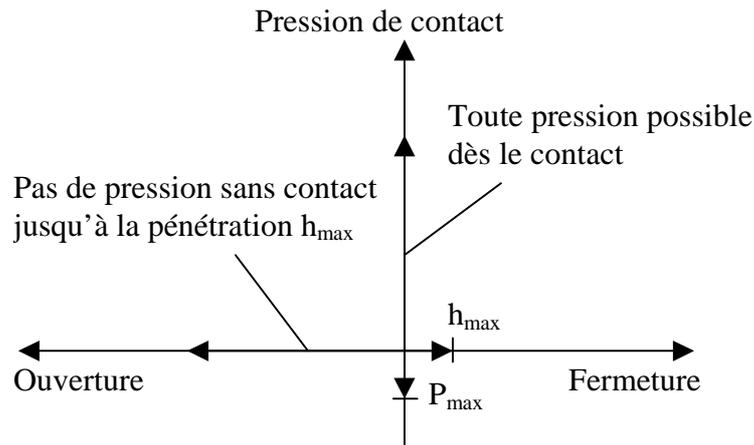


Figure III-16 : relation entre la pression de contact et la distance des deux surfaces avec le Hard Contact Modified

A chaque incrément t où le contact est détecté, ABAQUS utilise par défaut les critères du Hard Contact pour vérifier si les conditions respectent les consignes de la forme modifiée. En d'autres termes, si l'état ouvert ou fermé du contact doit être appliqué pour cet incrément, la variation de pression de contact ($\Delta P = P_{\max} - P_t$) doit rester positive pour que l'état soit conservé. Dans les incréments suivants, le point de contact peut encore subir des pressions jusqu'à la valeur P_{\max} , limite pour laquelle les surfaces se séparent. Cette relation de contact est utile pour des cas où l'on peut admettre des valeurs « négatives » de pression comme dans le cas de modélisation de surfaces adhésives. Elle peut également être utile pour surmonter des problèmes numériques dans des simulations de contact difficiles (limite les itérations inopportunes).

V.1.4- L'outil de propagation de fissure : Debond

Une autre approche, pour modéliser la décohésion, consiste à gérer l'interface matrice/inclusions à l'aide d'outils de propagation de fissure. L'étude de la propagation de fissure s'applique à des modèles quasi-statiques en 2D (2D ou 2D1/2). Elle exige que l'utilisateur définisse deux surfaces de contact distinctes, initialement liées, entre lesquelles la fissure se propagera. Enfin, elle utilise trois critères de rupture reposant sur :

- ❖ la contrainte atteinte à une certaine distance du front de fissure ;
- ❖ le déplacement critique de la surface de fissure ;
- ❖ la taille de la fissure en fonction du temps.

Les surfaces potentielles de fissuration sont simulées par des surfaces de contact maître/esclave classiques (Hard Contact par défaut). Ces surfaces sont supposées initialement en liaison partielle, de sorte que la direction de fissuration puisse être identifiée explicitement par le code. La mise en place de l'outil s'effectue en 2 étapes.

a - Définition des surfaces initialement liées

Dans cette première partie, la surface esclave, la surface maître et un ensemble de nœuds (correspondant aux nœuds de la surface esclave de la partie initialement liée) sont définis. La partie non liée (pré-fissure) de la surface (nœuds de la surface esclave non pris dans le set défini précédemment) se comportera comme une surface de contact classique. Si aucun ensemble de nœuds n'a été défini, aucune propagation de fissure n'aura lieu puisque, dans ce cas, l'ensemble des nœuds appartenant au contact sera lié et aucun front de fissure ne pourra être identifié par le code. Par défaut, les nœuds de l'ensemble sont considérés initialement liés dans toutes les directions (contact de type Tied).

b - Définition du critère de rupture

Parmi les trois critères de propagation de fissure utilisables, un seul est autorisé pour un même contact. L'analyse de propagation de fissure est effectuée sur une base nodale (ensemble de nœuds). L'ouverture des nœuds du front de fissure a lieu lorsque le critère de rupture f atteint la valeur de 1,0 avec la tolérance associée :

$$1 - f_{tol} \leq f \leq 1 + f_{tol} \quad \text{III-9}$$

où f_{tol} représente la tolérance.

Si $f > 1 + f_{tol}$, l'incrément de temps est réduit de façon telle que le critère de propagation de fissure soit satisfait. Par défaut la valeur de f_{tol} est de 0,1.

Dans notre étude, le critère de rupture retenu est un critère en contrainte. Il permet de « déboutonner » les surfaces avec un critère de contrainte critique à une distance d du front de fissure. Les nœuds en front de fissure se séparent lorsque la contrainte locale à l'interface, à la distance d du fond de fissure, atteint la valeur critique f . Ce critère est typiquement utilisé pour faire propager des fissures dans un matériau fragile. La valeur critique f est définie par la relation III-10 :

$$f = \sqrt{\left(\frac{\sigma_n^{\max}}{\sigma^f}\right)^2 + \left(\frac{\tau_1}{\tau_1^f}\right)^2 + \left(\frac{\tau_2}{\tau_2^f}\right)^2}, \quad \sigma_n^{\max} = \max(\sigma_n, 0) \quad \text{III-10}$$

où σ_n est la composante normale de la contrainte à l'interface à la distance d , τ_1 et τ_2 les composantes de cisaillement à l'interface, σ^f et τ_1^f des contraintes normales et de cisaillement spécifiées par l'utilisateur. La seconde composante de la contrainte de cisaillement τ_2 n'est pas utilisée dans une analyse bidimensionnelle (la valeur τ_2^f n'a pas lieu d'être spécifiée dans la ligne de commande). Si la valeur τ_1^f n'est pas spécifiée par l'utilisateur, le code pourra définir une valeur très grande, telle que la contrainte de cisaillement n'influe pas sur le critère de rupture.

La distance d en tête de fissure est mesurée le long de la surface esclave (Figure III-17). Les contraintes calculées à la distance d du front de fissure sont obtenues par interpolation des valeurs aux nœuds adjacents. L'interpolation dépend des éléments (linéaires ou quadratiques) utilisés pour discrétiser la surface esclave.

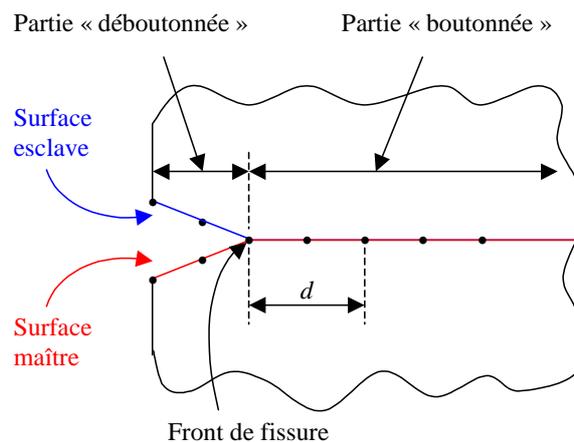


Figure III-17 : définition des paramètres du critère *TYPE=CRITICAL STRESS*

V.2 - Outils testés dans le cadre de cette étude

De nombreux outils sont disponibles dans le code mais seuls quelques-uns sont, a priori, aptes à répondre à nos besoins. Le contact recherché doit être capable de rester fermé sous une sollicitation en traction d'intensité inférieure à une valeur seuil et de s'ouvrir dès que le niveau de contrainte calculé au voisinage du contact atteint cette consigne (résistance à la rupture en traction du matériau). Cette partie, présente les tests qui ont été effectués sur les outils les plus pertinents pour notre problème.

V.2.1 - Contact Tied

Le contact Tied a été testé sur un modèle numérique simple en 2D représentant un assemblage en série de deux matériaux, sur lequel des essais de traction et de compression ont été simulés. Les résultats obtenus (non présentés ici) ont permis de démontrer que ce contact permanent est bien approprié pour l'étude des matériaux cohésifs.

V.2.2 - Hard Contact

Un modèle numérique en 2D (état de contraintes planes) a été développé afin d'étudier le Hard Contact. Il représente un matériau biphasé de type lamellaire où l'interface entre les deux corps est gérée par un Hard Contact classique. Un essai de compression (déplacement imposé de 10% de la hauteur totale de l'échantillon) puis de traction (déplacement similaire mais de sens opposé au précédent) sont effectués sur l'assemblage. Les conditions aux limites sont représentées sur la Figure III-20. Le maillage utilise des éléments de type quadrangles linéaires avec un point d'intégration unique placé au centre du quadrangle (CPS4R, Figure III-18). La Figure III-19 montre le maillage appliqué au modèle pour étudier le Hard Contact.

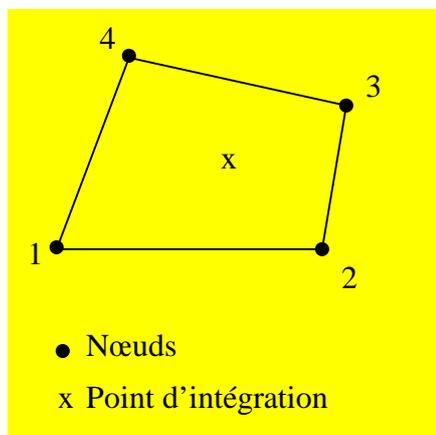


Figure III-18 : représentation du type d'élément quadrangle CPS4R

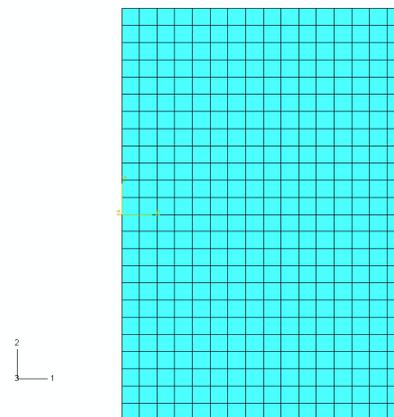


Figure III-19 : maillage utilisé pour étudier le Hard Contact

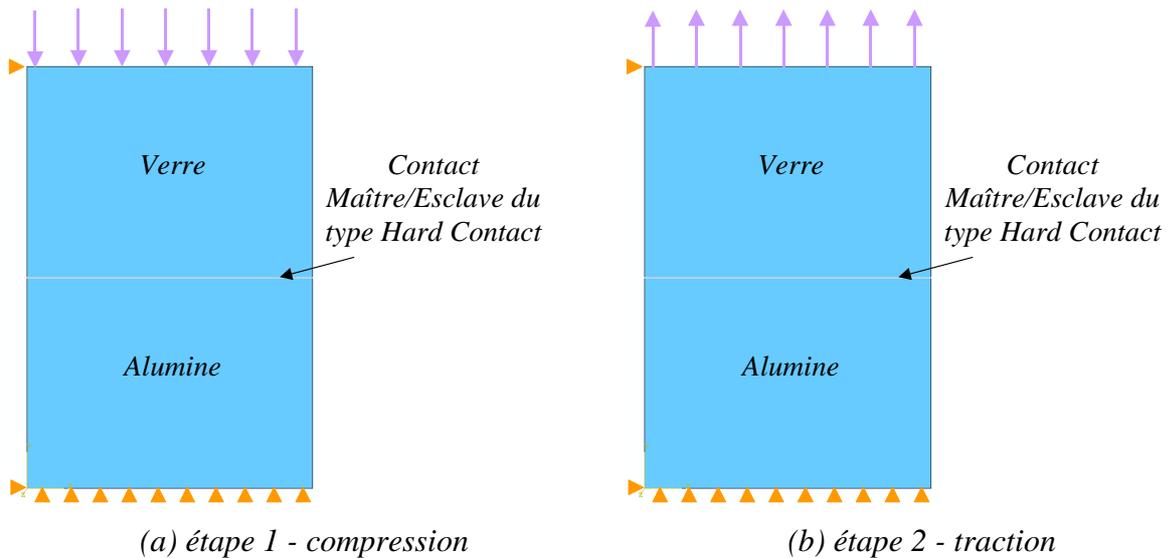


Figure III-20 : chargement et conditions aux limites du modèle avec une interface de type Hard Contact

Conformément à sa définition, ce contact permet de transmettre des contraintes d'un corps à l'autre lorsque l'ensemble est sollicité en compression mais ne transmet rien en traction. On remarque sur la Figure III-21 la continuité des déplacements et l'écart des valeurs de contraintes (10% dans notre cas) d'un corps à l'autre (définition des E.F.). Ce contact ne répond pas à nos attentes ; toutefois, il sera employé dans certains modèles décohésifs pour éviter la pénétration des parties décohésives lors de leurs déplacements.

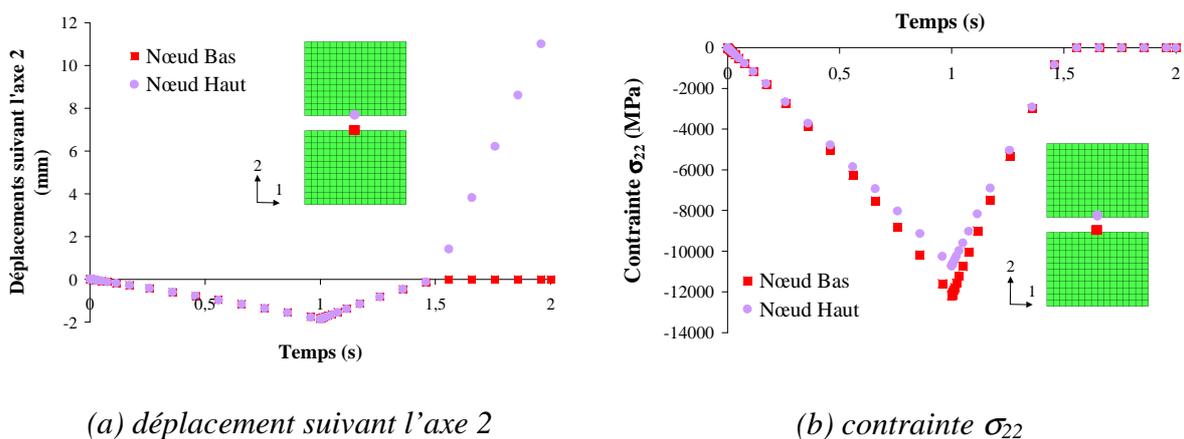


Figure III-21 : évolution du déplacement suivant l'axe 2 et de la contrainte σ_{22} en fonction de la sollicitation appliquée (compression du temps 0 à 1 et traction de 1 à 2)

V.2.3 - Hard Contact Modified

Un modèle en 2D, similaire au modèle décrit au paragraphe précédent (géométrie, C.L., type d'éléments et maillage), constitué de deux solides (verre et alumine) reliés par un contact de type « Hard Contact Modified » a été utilisé pour appréhender ce contact. La sollicitation est un déplacement imposé simulant un essai de traction (Figure III-20.b). Le contact doit se comporter comme un « Tied » jusqu'à ce que la contrainte aux éléments voisins de l'interface atteigne la consigne de 100 MPa. Les résultats montrent bien que le contact entre les nœuds des deux corps reste fermé jusqu'à la valeur de 94 MPa (en diminuant le pas de temps il est possible de se rapprocher de la valeur demandée) ; au-delà de 100 MPa, il s'ouvre, laissant la partie supérieure s'éloigner de la partie inférieure (Figure III-22).

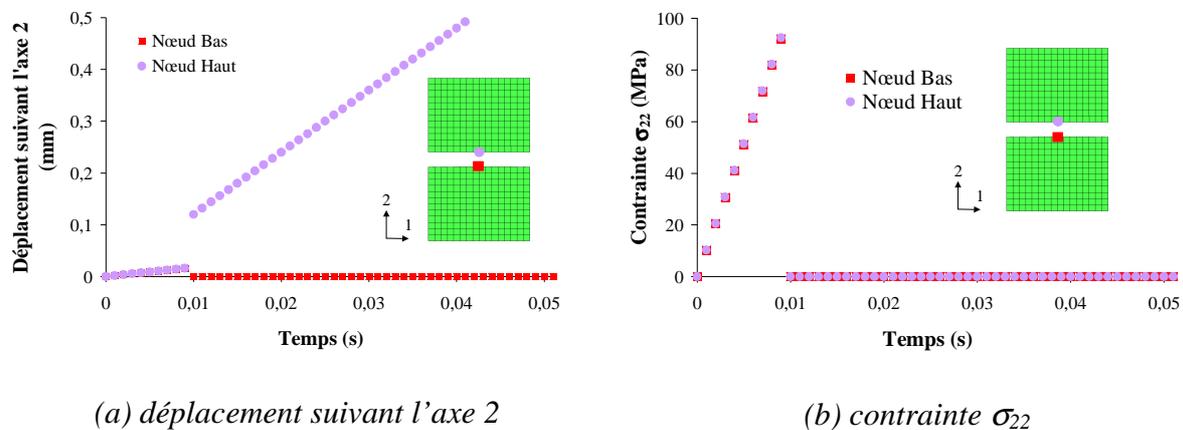


Figure III-22 : évolution du déplacement suivant l'axe 2 et de la contrainte σ_{22} en fonction de la sollicitation de traction appliquée

Au vu de ces premiers résultats encourageants, un second modèle a été réalisé pour tester l'aptitude du contact à « déboutonner » nœud par nœud une interface initialement liée. Dans cette seconde étude, le chargement est un déplacement imposé, non plus constant sur toute la surface de chargement mais avec un gradient le long de celle-ci, conformément à la représentation de la Figure III-24. Le type d'élément reste identique à celui des modèles précédents (CPS4R). Le maillage est plus raffiné afin de permettre un bon suivi de l'ouverture du contact (Figure III-23).

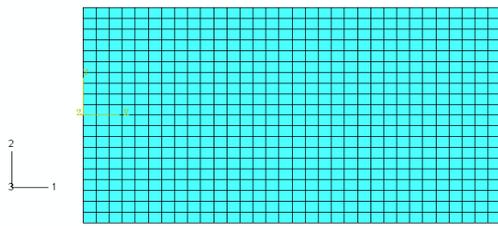


Figure III-23 : maillage utilisé pour étudier le Hard Contact Modified

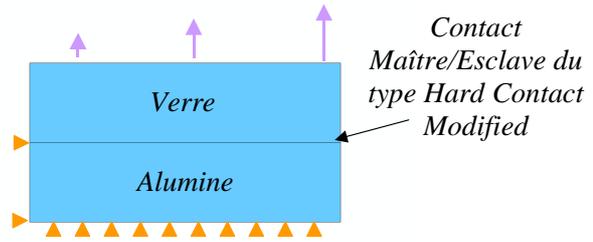


Figure III-24 : chargement et conditions aux limites du Modèle avec une interface de type Hard Contact Modified

Les conditions aux limites sont légèrement modifiées afin de permettre au contact de s'ouvrir facilement. Le pas de calcul est choisi constant et suffisamment petit pour observer le « déboutonnage » progressif des nœuds. La Figure III-25 illustre l'évolution de la contrainte σ_{22} pour les éléments de contact. Sur ces cartographies, le maximum de contrainte est localisé en front de fissure et se déplace avec l'avancement de la fissure sur toute la longueur de l'interface.

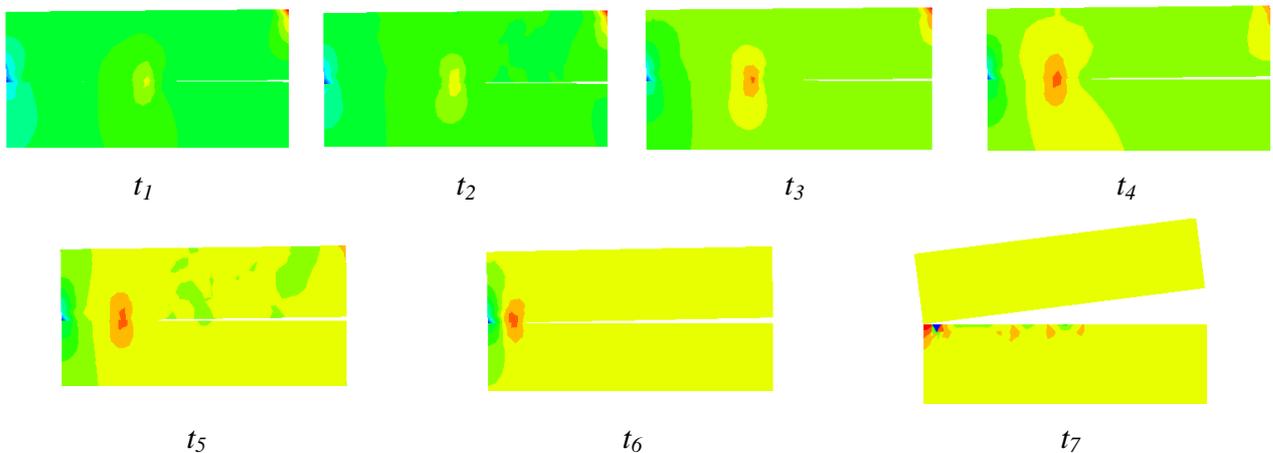


Figure III-25 : évolution de la contrainte σ_{22} en fonction du temps

D'autres modèles, avec un chargement non plus perpendiculaire à l'interface mais incliné d'un angle de $22,5^\circ$ puis de 45° de la sollicitation, ont mis en évidence les faiblesses de cet outil. Ces modèles (toujours dans l'hypothèse d'un état de contraintes planes) utilisent des éléments de type triangulaire (CPS3, Figure III-26) plus appropriés pour mailler cette nouvelle géométrie. La Figure III-27 montre le maillage réalisé pour ces modèles.

Les résultats obtenus montrent que l'alignement des nœuds de part et d'autre des surfaces de contact joue un rôle important dans la gestion de ce contact. En effet, le glissement des nœuds et, par conséquent, la perte de l'alignement des nœuds appartenant respectivement aux surfaces maître et esclave tend à ouvrir le contact, quelle que soit la valeur de la contrainte. La Figure III-28 illustre ce phénomène : les nœuds où les conditions aux limites fixent le déplacement suivant la direction 1 respectent les règles imposées par le contact, alors que les nœuds libres à l'autre extrémité ignorent les conditions de contact. Le rajout de conditions aux limites sur ces nœuds permet de résoudre le problème (Figure III-29).

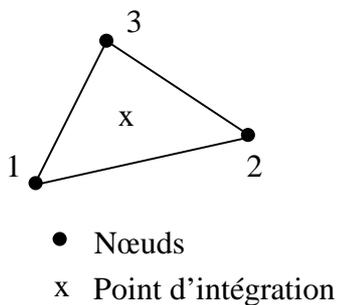


Figure III-26 : représentation du type d'élément quadrangle CPS3

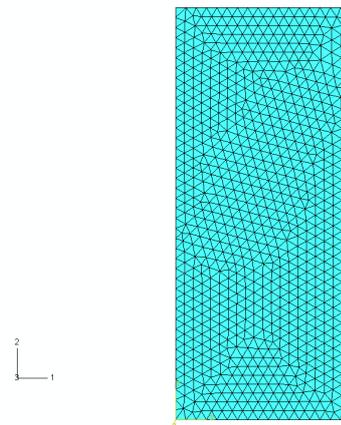


Figure III-27 : maillage utilisé pour étudier le Hard Contact lorsque est non perpendiculaire à la direction de sollicitation

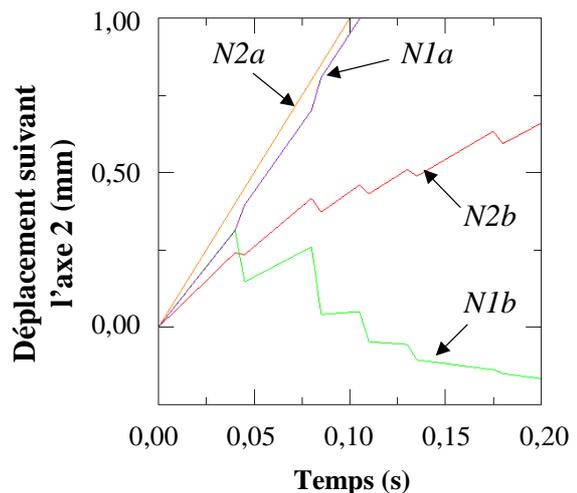
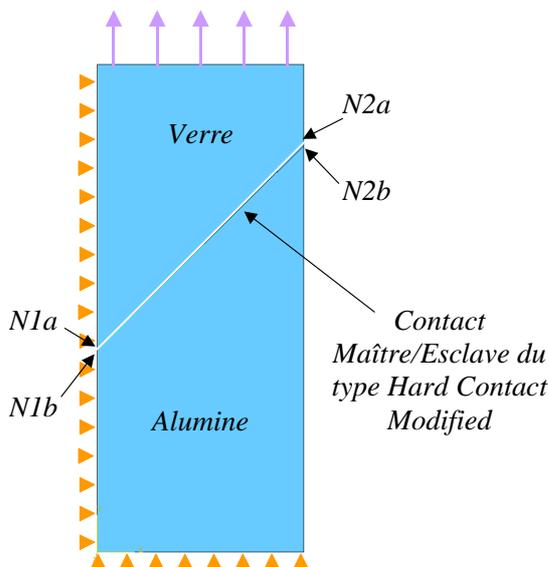


Figure III-28 : comportement de nœuds aux extrémités de l'interface

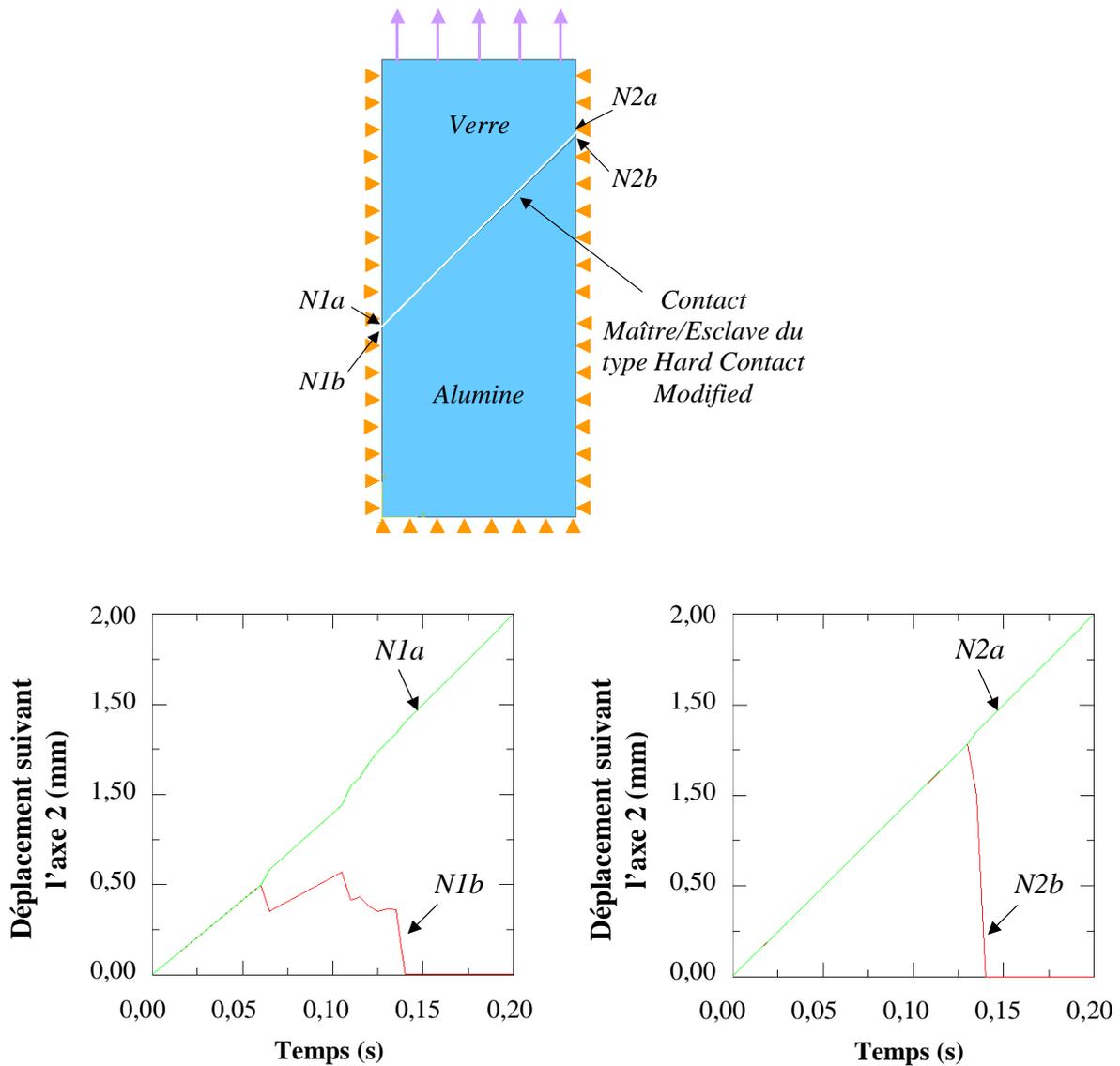


Figure III-29 : comportement de nœuds aux extrémités de l'interface

Pour confirmer cette hypothèse, un dernier modèle avec une interface inclinée à 45° et une sollicitation perpendiculaire à celle-ci a permis de retrouver le bon fonctionnement de l'outil. Cet outil de contact ne pourra être donc pas être utilisé pour des surfaces courbes. Il semble en effet difficile de maîtriser la conservation de l'alignement des nœuds de part et d'autre de l'interface lors du calcul. Si ces nœuds glissent, le contact sera alors ouvert quelle que soit la valeur de la contrainte au voisinage de l'interface.

V.2.4 - Outil Debond

a - Ouverture de fissure perpendiculaire à la direction de sollicitation

Le modèle est constitué de deux pièces, l'une en verre l'autre en alumine, et il est sollicité en traction par déplacement imposé de la face supérieure de l'ensemble. Une préfissure est définie à l'interface des deux solides. Les conditions aux limites et le chargement sont décrits à la Figure III-31.

Les résultats (Figure III-32) montrent que les déplacements de l'ensemble des nœuds appartenant au set et ceux de leurs homologues de la surface maître sont identiques. Les autres nœuds (nœuds de la préfissure) sont détachés et décrivent une évolution différente. En s'intéressant à un couple de nœuds en vis à vis (nœud esclave et nœud maître), on se rend bien compte des durées pendant lesquelles ils sont liés ou « déboutonnés ». La Figure III-32.d, représentant l'évolution de la contrainte σ_{22} pour ce même couple de nœuds, montre que la contrainte limite est de 97 MPa (la consigne était de 100 MPa ; l'écart provient du pas de temps choisi). Ces bons résultats nous ont poussés à étudier le comportement de l'outil dans un cas plus complexe : interface inclinée par rapport à la sollicitation.

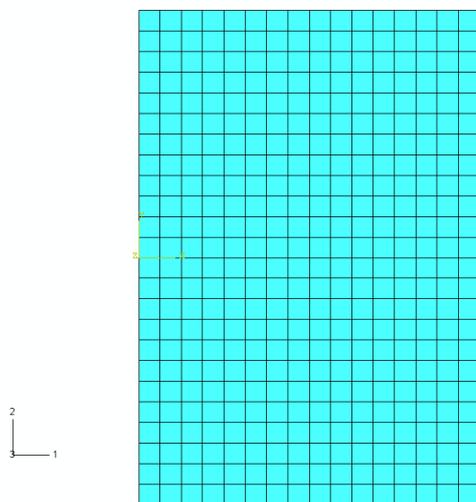


Figure III-30 : maillage utilisant les éléments CPS4R appliqué au modèle1

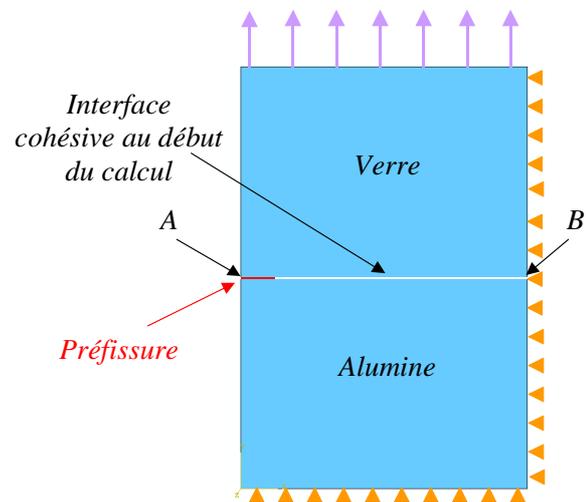
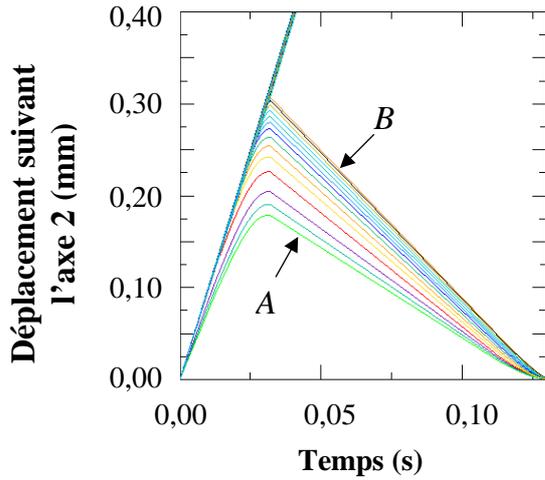
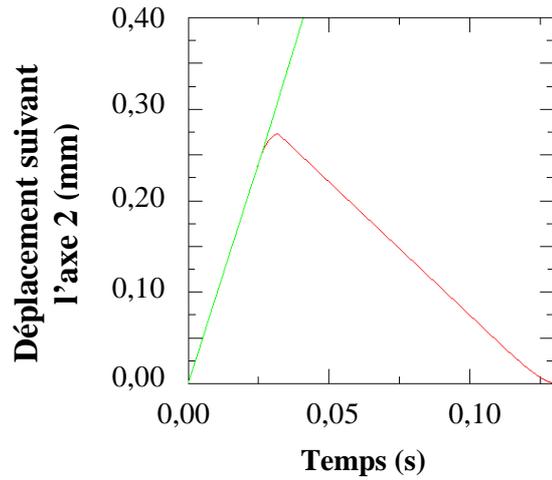


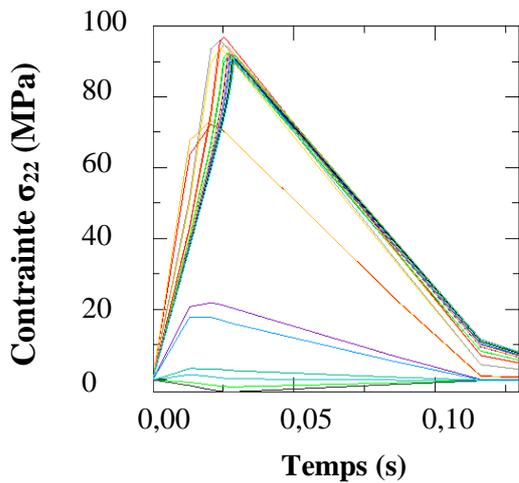
Figure III-31 : description du modèle1



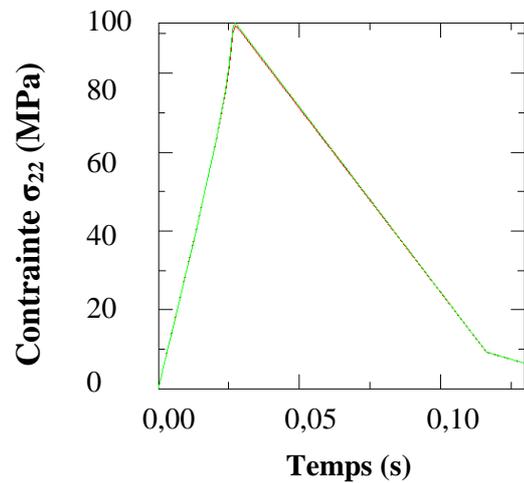
(a) : déplacement de l'ensemble des nœuds de part et d'autre de l'interface



(b) : déplacement d'un nœud au milieu du segment de fissuration de part et d'autre de l'interface



(c) : σ_{22} pour l'ensemble des nœuds de part et d'autre de l'interface



(d) : σ_{22} pour un nœud au milieu du segment de fissuration de part et d'autre de l'interface

Figure III-32 : évolution des déplacements et des contraintes le long de la surface de fissure du modèle I

b - Ouverture de fissure inclinée à 45° par rapport à la direction de sollicitation

Le modèle est similaire au précédent, seule l'orientation de la fissure change. Celle-ci est inclinée à 45° de la sollicitation (Figure III-34).

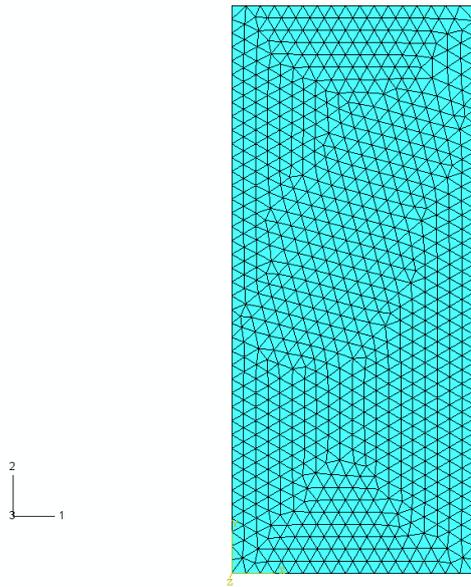


Figure III-33 : maillage utilisant les éléments CPS3 appliqué au modèle2

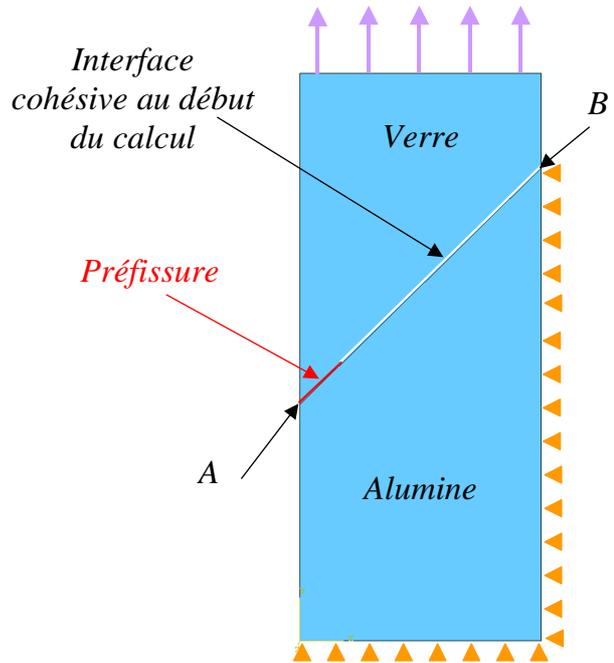
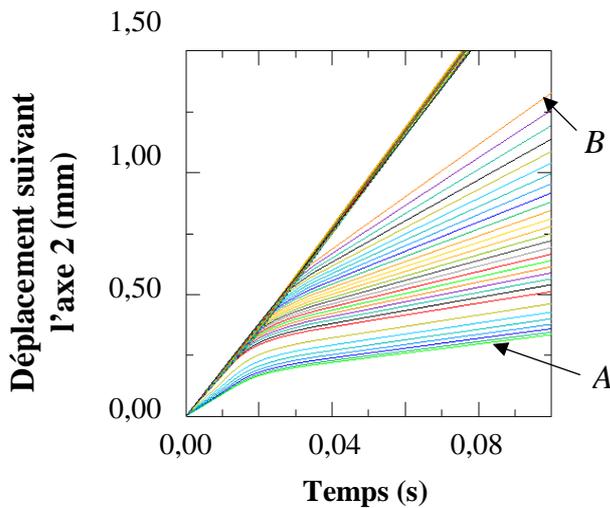
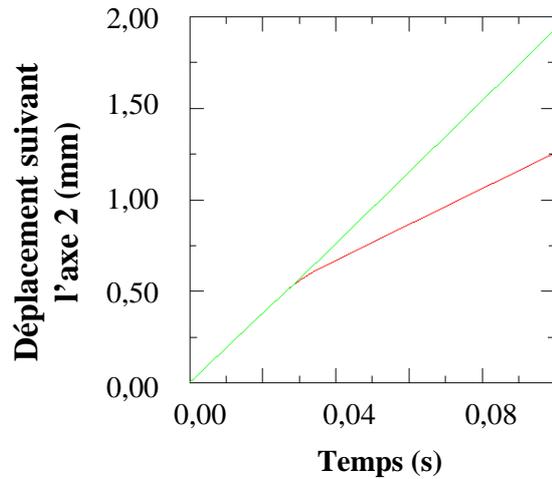


Figure III-34 : description du modèle2



(a) : déplacement de l'ensemble des nœuds de part et d'autre de l'interface



(b) : déplacement d'un nœud au milieu de segment de fissuration de part et d'autre de l'interface

Figure III-35 : Evolution des déplacements le long de la surface de fissure du modèle2

Les résultats illustrant le déplacement des nœuds se trouvant respectivement sur la surface esclave et sur la surface maître (Figure III-35) montrent un comportement conforme aux consignes : les nœuds restent liés jusqu'à ce que la contrainte seuil soit atteinte.

Pour valider le respect de la consigne de distance, plusieurs valeurs de d ont été testées. Pour la distance $d=0$, les deux corps ont pu se séparer alors que dans les autres cas, le calcul s'est arrêté pour les valeurs de d inférieures à la consigne. Le calcul s'est arrêté parce qu'à l'itération temporelle suivante, la consigne de distance n'était plus respectée.

c - Ouverture de fissure circulaire

Dans cette troisième étude, la fissure est de type radial et les conditions imposées au modèle sont de même nature que pour les modèles précédents (Figure III-37).

Les résultats sont cohérents avec les consignes (Figure III-38) et l'outil semble bien approprié pour traiter notre problème ; toutefois, un test correspondant plus précisément aux conditions de notre étude doit être effectué : faire propager une fissure le long de l'interface matrice/inclusion sous une sollicitation thermique (abaissement de la température du matériau).

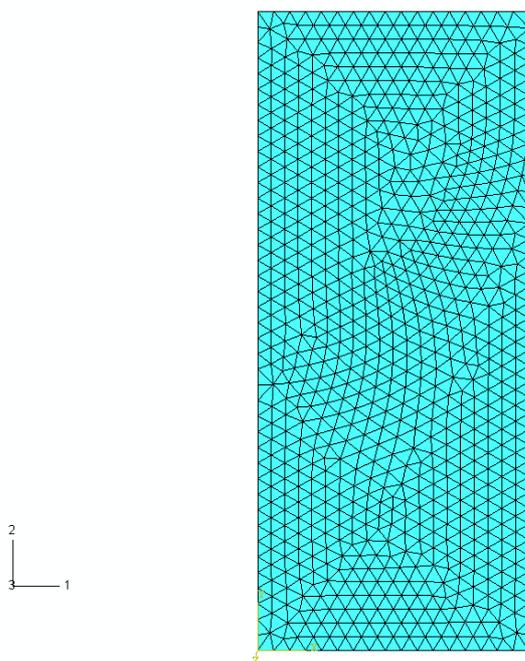


Figure III-36 : maillage utilisant les éléments CPS3 appliqué au modèle3

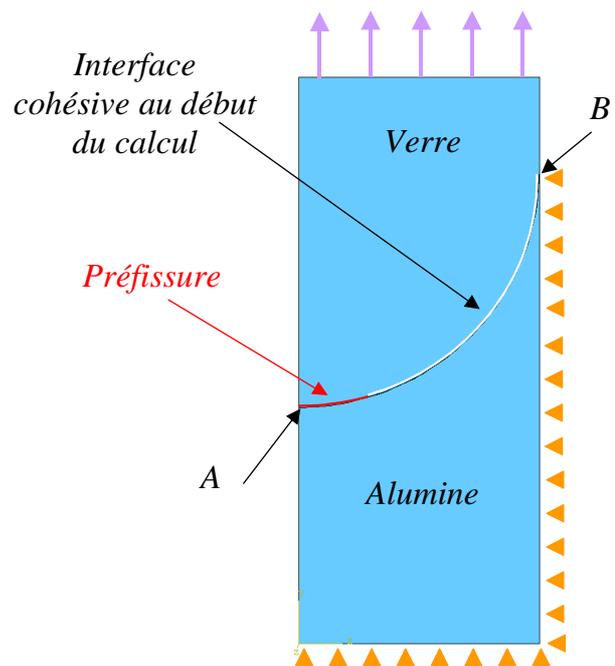
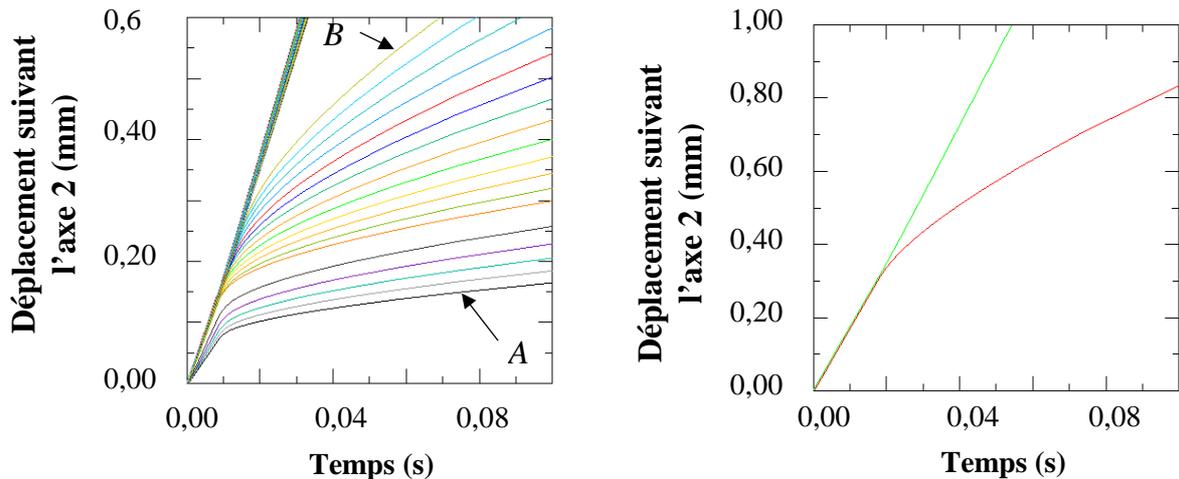


Figure III-37 : description du modèle3



(a) : déplacement de l'ensemble des nœuds de part et d'autre de l'interface

(b) : déplacement d'un nœud au milieu du segment de fissuration de part et d'autre de l'interface

Figure III-38 : évolution des déplacements le long de la surface de fissure du modèle3

d - Ouverture d'une décohésion sous une sollicitation thermomécanique

Ce quatrième et dernier modèle est soumis à des conditions proches des conditions réelles de chargement : abaissement de la température isotherme à chaque pas de temps. Une inclusion sphérique en alumine est placée au centre d'une matrice vitreuse et la pièce est refroidie de 620°C à 20°C ($\Delta T=600^\circ\text{C}$). Une préfissure est introduite à l'interface et le chemin de propagation (interface entre la matrice et la particule) est imposé (Figure III-41). Le critère de rupture reste inchangé par rapport aux autres modèles.

Les résultats calculés respectent les consignes imposées (Figure III-42). On remarque toutefois que lorsque le nœud se « déboutonne », une oscillation numérique apparaît. Cet outil sera utilisé par la suite comme première approche de l'étude du comportement en température des matériaux décohésifs.

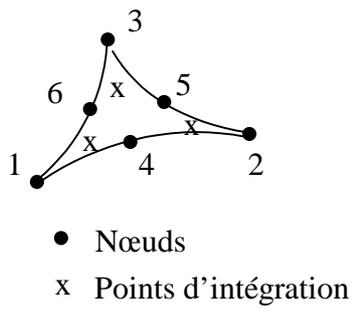


Figure III-39 : représentation du type d'élément triangulaire CPS6MT

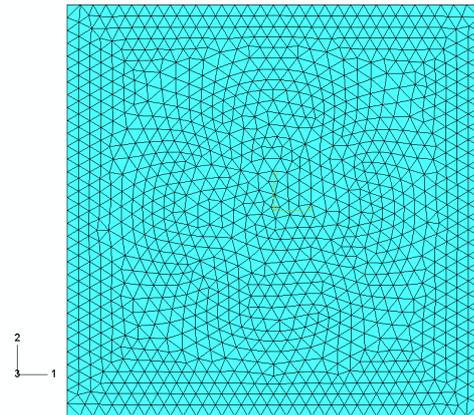


Figure III-40 : maillage utilisé pour étudier la performance de l'outil Debond appliqué à un problème thermomécanique avec une interface courbe

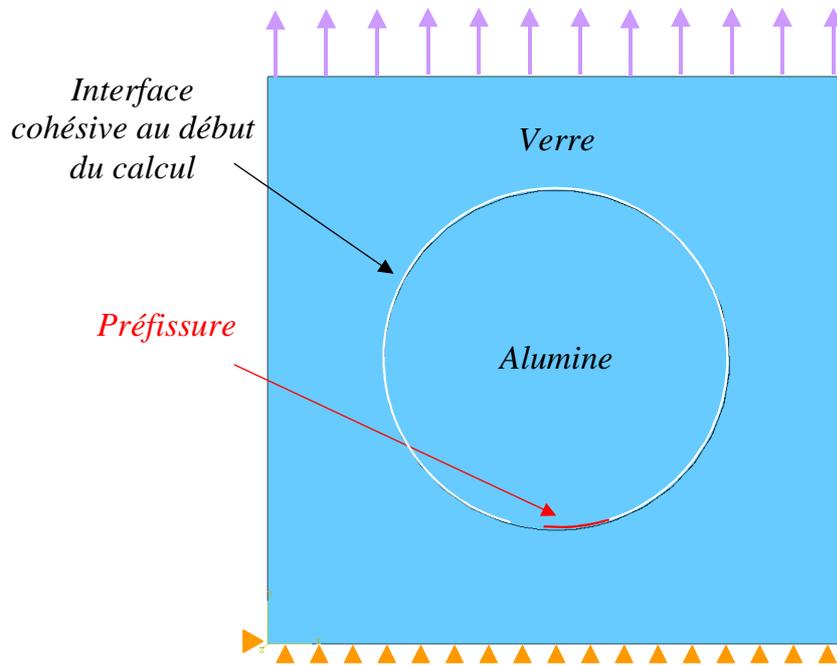
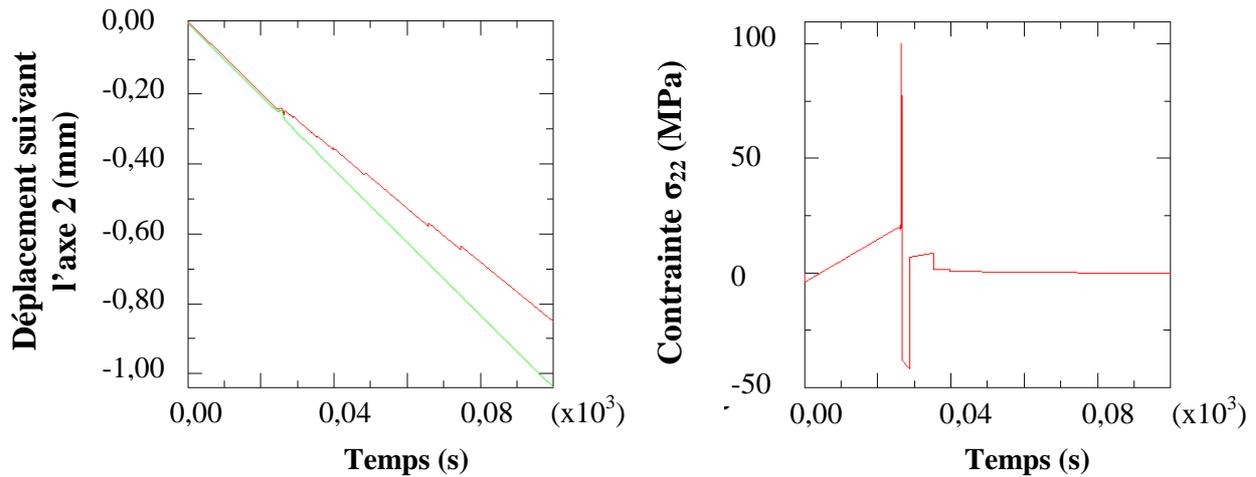


Figure III-41 : description du modèle4



(a) : déplacement d'un nœud au milieu du segment de fissuration de part et d'autre de l'interface

(b) : σ_{22} d'un nœud au milieu du segment de fissuration de part et d'autre de l'interface

Figure III-42 : évolution des déplacements et des contraintes pour un nœud de l'interface de fissure du modèle 4

Nature de l'outil	Avantages	Inconvénients
Connecteurs	<ul style="list-style-type: none"> facile à mettre en œuvre pour quelques éléments 	<ul style="list-style-type: none"> réalisation nœud par nœud action dans une seule direction risque de déformation localisée en cas de maillage grossier paramètre de rupture : force subie par le connecteur
Eléments de contact GAPSPHER	<ul style="list-style-type: none"> travaille dans toutes les directions facile à mettre en œuvre pour quelques éléments 	<ul style="list-style-type: none"> inconvénients des connecteurs paramètre de rupture : distance d
Tied	<ul style="list-style-type: none"> facile à mettre en œuvre. 	<ul style="list-style-type: none"> contact permanent pendant toute la durée du calcul.
Hard Contact classique	<ul style="list-style-type: none"> facile à mettre en œuvre 	<ul style="list-style-type: none"> impossibilité de conserver le contact si les deux corps s'éloignent

Nature de l'outil	Avantages	Inconvénients
Hard Contact Modified	<ul style="list-style-type: none">▪ facile à mettre en œuvre▪ transmet un effort de traction▪ paramètre de rupture : σ à l'interface	<ul style="list-style-type: none">▪ détermination des paramètres du contact▪ validité des résultats obtenus
Debond	<ul style="list-style-type: none">▪ seul capable de faire propager une fissure▪ rupture pour une contrainte donnée en front de fissure	<ul style="list-style-type: none">▪ utilisation uniquement en 2D▪ nécessité d'une fissure initiale▪ nécessité d'une direction et d'un chemin de propagation définis en début de calcul

Tableau III-1 : avantages et inconvénients des outils de gestion de contact disponibles dans ABAQUS

V.3- Outils retenus pour notre étude

Le code ABAQUS dispose donc d'un grand nombre d'outils permettant la gestion du contact entre deux entités mais peu d'entre eux apparaissent capables de gérer le contact entre deux sphères (cavité de la matrice et inclusion sphérique) dans les conditions de chargement qui nous préoccupent. Le Tableau III-1 résume les avantages et inconvénients observés lors d'essais sur des tests simples afin de choisir l'outil le plus performant pour la suite.

De cette analyse, il ressort qu'il n'y a pas d'outil universel capable de traiter les différents cas de notre étude. Nous allons donc utiliser le contact Tied pour l'étude des échantillons complètement cohésifs à température ambiante et en température. Les éprouvettes partiellement décohésives seront gérées par un contact Tied pour la portion d'interface cohésive et par un contact Hard Contact classique pour la portion décohésive à température ambiante. Lorsque la température varie, l'outil Tied sera utilisé pour décrire l'état cohésif et l'outil Debond pour décrire l'état décohésif et la propagation de cette décohésion lors du refroidissement des échantillons. Le Tableau III-2 récapitule les outils associés aux éprouvettes étudiées.

	Echantillon cohésif	Echantillon décohésif
Température ambiante	▪ Tied	▪ Tied (portion cohésive) ▪ Hard contact classique (portion décohésive)
Température variable	▪ Tied	▪ Tied ▪ Debond

Tableau III-2 : outils associés aux problèmes étudiés

VI - Description des modèles numériques représentatifs des matériaux modèles

VI.1 - Modeleur d'Objets Aléatoire (M.O.A.)

Le Modeleur d'Objet Aléatoire (M.O.A.) développé au sein du laboratoire est un outil permettant la génération d'objets répartis aléatoirement dans un volume fini. Ce projet de recherche a débuté en 2001 avec des objets de géométrie simple : sphères en 2D et en 3D (Figure III-43 a et b). Dans sa version actuelle, il peut créer des géométries bien plus complexes, en 2D et en 3D, avec interpénétration des objets et intersection de ceux-ci avec les faces du conteneur. Les fichiers géométriques peuvent être écrits sous divers formats : IGES, STEP.... Pour une importation dans le code E.F. ABAQUS, le format en STEP est le plus performant.

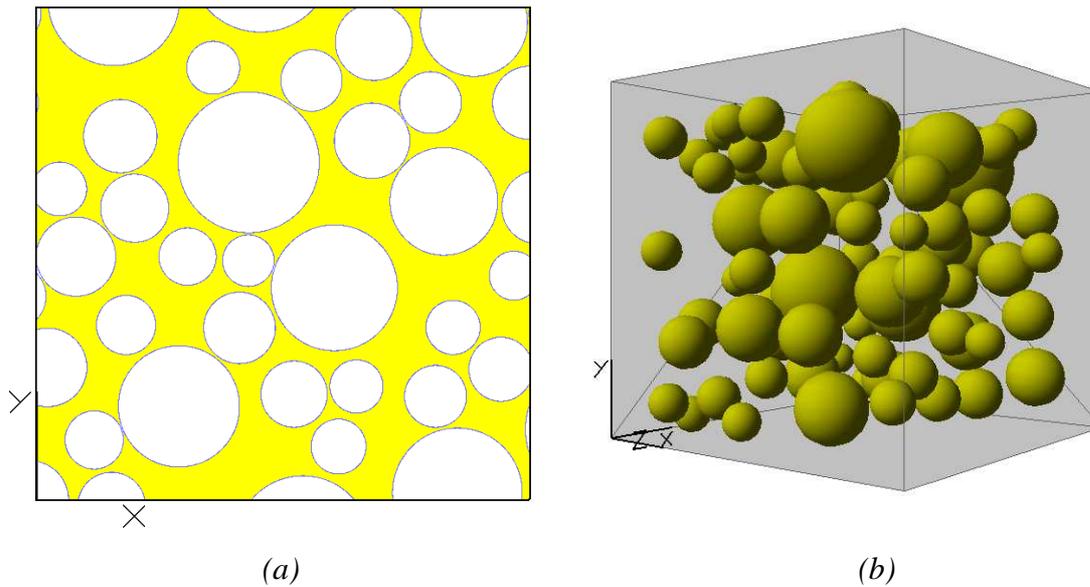


Figure III-43 : exemples de génération d'objets avec M.O.A.

La partie la plus aboutie du modéleur est celle utilisant des sphères. Il est possible d'assembler des sphères mono ou multi-diamètres dans un conteneur parallélépipédique ou cylindrique. Les objets peuvent être soit séparés (aucune pénétration possible), soit interconnectés (pénétration autorisée). Dans le cas d'objets séparés, une distance inter-objets minimale, égale au dixième du plus petit rayon admissible, est imposée pour éviter tout problème numérique lors de l'importation dans le code Abaqus. Une option permet également l'intersection entre la surface externe du conteneur et les objets.

VI.2 - Modèles numériques

Deux grandes familles de modèles ont été développées pour décrire les matériaux modèles réels : modèles en 2D et en 3D. Les premiers ont l'avantage de simplifier le travail et donc d'obtenir plus rapidement des résultats et les seconds d'être plus proches des matériaux réels.

Dans un premier temps, compte tenu de la complexité inhérente à la mise en œuvre des outils de contact, des modèles mono-inclusion ont été considérés, d'abord en 2D puis en 3D. Pour une meilleure représentation de nos matériaux, lorsque cela était possible, des modèles multi-inclusions ont ensuite été étudiés. Selon le type d'interface souhaitée entre les inclusions et la matrice, différents outils de contact ont été mis en œuvre.

VI.2.1 - Modèles mono-inclusion

Les modèles mono-inclusion utilisés dans le cas d'échantillons complètement cohésifs sont représentés en Figure III-44. L'inclusion est placée au centre du parallélépipède et le contact entre les deux corps est de type Tied. Les teneurs volumiques varient de quelques pour cent jusqu'à 40% pour les modèles en 2D et jusqu'à 30% pour ceux en 3D.

Pour traiter les échantillons partiellement décohésifs à température ambiante, les modèles géométriques sont similaires, seule l'interface entre les deux corps est modifiée (Figure III-45). La partie de l'interface décohésive (zone en blanc sur la Figure III-45) est gérée par un contact de type Hard Contact classique alors que la partie restante est gérée par un contact Tied. Une seule teneur volumique a été considérée (20%), pour des taux de décohésion variant de 0% à 100%.

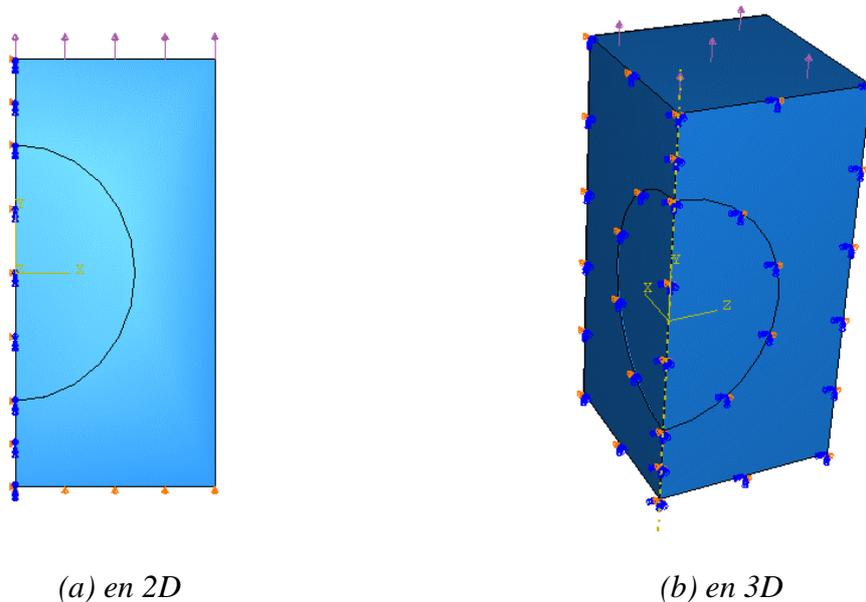


Figure III-44 : exemples de modèles mono-inclusion cohésifs en 2D et en 3D

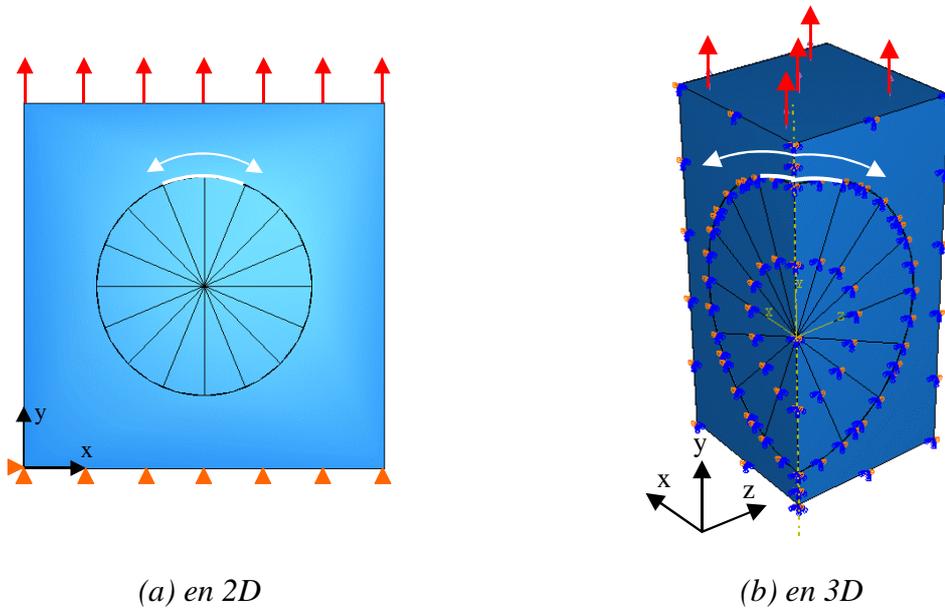


Figure III-45 : exemples de modèles mono-inclusion décohésifs en 2D et en 3D

Un dernier modèle mono-inclusion a été réalisé (Figure III-46) pour étudier les propriétés d'élasticité en fonction de la température des échantillons décohésifs. Il utilise l'outil Debond pour faire propager la décohésion à l'interface matrice/inclusion d'un échantillon dont la teneur inclusionnaire est voisine de 30% vol.

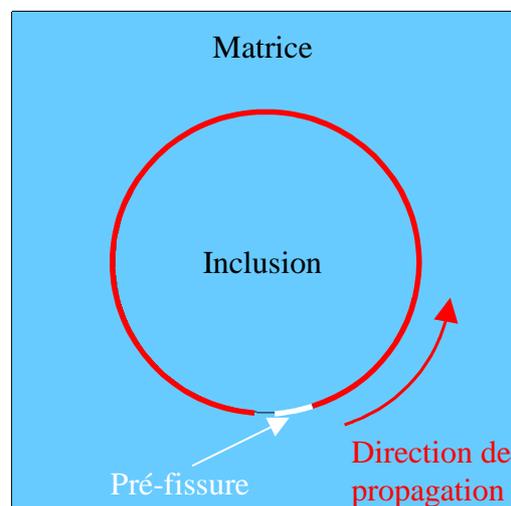


Figure III-46 : schématisation du modèle numérique mono-inclusion utilisé pour l'étude des échantillons décohésifs en fonction de la température

VI.2.2 - Modèles multi-inclusions

Deux types de modèles multi-inclusions ont été réalisés. Le premier en 2D est un assemblage « pseudo » périodique du modèle mono-inclusion décrit à la Figure III-46. Il va permettre d'approcher la réalité avec un placement « pseudo-aléatoire » des pré-fissures aux interfaces (Figure III-47). La teneur volumique en inclusions du modèle est voisine de 30%.

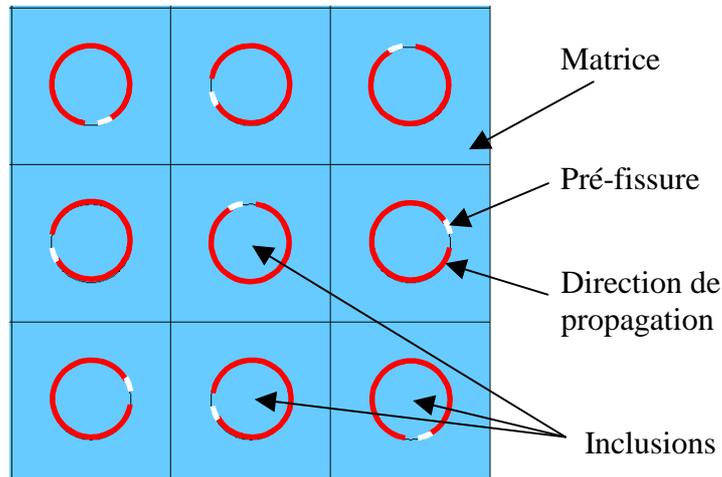


Figure III-47 : schématisation du modèle numérique multi-inclusion utilisé pour l'étude des échantillons décohésifs en fonction de la température

L'utilisation du modèleur M.O.A (§ VI-1) a permis de générer des géométries plus proches de la réalité où les inclusions sont réparties aléatoirement dans la matrice. Ces modèles ont été utilisés pour décrire les échantillons cohésifs (contact Tied) à température ambiante et en température. Ils seront également appliqués à la description des échantillons décohésifs (Tied + Hard contact classique) à température ambiante uniquement. Les teneurs en inclusions des modèles numériques sont comprises entre 0 et 35 % vol. La Figure III-48 illustre un modèle à forte teneur (35%).

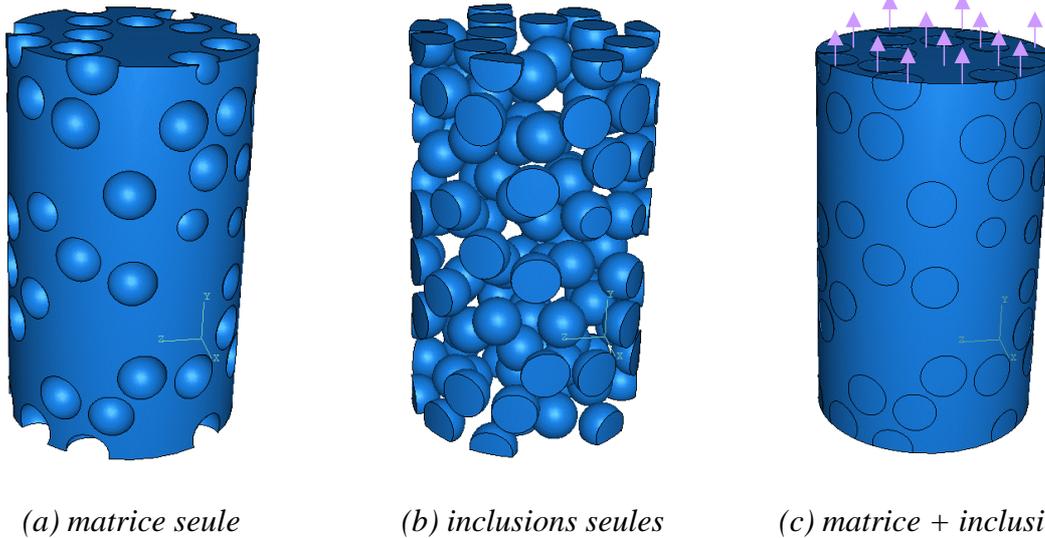


Figure III-48 : exemple de modèle géométrique cohésif généré à l'aide du modelleur M.O.A. et importé dans le code Abaqus

VI.2.3- Tableau de synthèse des modèles

Pour une meilleure vision des différents cas de figure traités, une synthèse est proposée dans le Tableau III-3.

Outils de contact	Mono-inclusion		Multi-inclusions	
	2D	3D	2D	3D
Interface(s) complètement cohésive(s)				
<i>Autre</i> * [28]			X	
<i>Tied</i>	X	X	X	X
Interface(s) partiellement cohésive(s)				
<i>Tied + Hard Contact</i>	X	X		X
<i>Tied + Hard Contact Modified</i>	X	X		X
<i>Debond</i>	X		X	

* outils de contact des codes RDM LeMans, ALGOR, NISA

Tableau III-3 : synthèse des différents modèles utilisés pour l'étude

VII - Conclusion

La simulation numérique du contact entre deux corps est une opération délicate qui peut, dans certains cas, poser des problèmes de convergence. Les codes E.F. proposent cependant différents outils pour traiter ce problème. Dans le cadre de cette étude, nous avons testé les différentes possibilités offertes par le code Abaqus afin de choisir, parmi les outils disponibles, ceux qui semblent les plus appropriés à notre étude spécifique.

Pour les matériaux modèles cohésifs, le contact entre la matrice et les inclusions doit être permanent pendant toute la durée du calcul : le contact Tied est un outil parfaitement adapté à cette situation.

Pour les matériaux décohésifs, le choix est plus difficile. Avant tout, un outil de gestion de contact a pour fonction d'empêcher deux corps de s'interpénétrer. De plus, dans cette étude, il doit également prendre en compte l'adhésion des surfaces, c'est-à-dire retarder l'ouverture de l'interface matrice/inclusion. Peu d'outils peuvent décrire ce comportement. Le Hard Contact Modified est l'un d'entre eux, mais il montre rapidement ses limites lorsque les nœuds de l'interface glissent les uns sur les autres : dès lors, il semble délicat de l'appliquer à des surfaces courbes comme celles des inclusions. L'autre solution est d'utiliser des outils développés pour gérer la propagation de fissure. L'outil Debond permet de décrire le phénomène souhaité et ce, quelles que soient la géométrie et la sollicitation. Cependant, cet outil comporte l'inconvénient de n'être utilisable que pour des géométries en 2D.

Les résultats des simulations numériques, obtenus par l'application de ces différents outils de gestion de contact, à température ambiante et en fonction de la température, seront détaillés dans le chapitre 4.

Références bibliographiques du chapitre III

- [1] W. Voigt, Lehrbuch der kridtallphysik, B. G. Teubner, Berlin, 1910.
- [2] A. Reuss, Berechnung der fliessgrenze von mischkristallen auf grund der plastizitätsbedingung für einkristalle, Z. angew. Math. U. Mech., 1929, 9, 49-58.
- [3] Z. Hashin, The elastic moduli of heterogeneous materials, J. Appl. Mech., 1962, 29, 143-150.
- [4] Z. Hashin and S. Shtrikman, On some variational principles in anisotropic and nonhomogeneous elasticity, J. Mech. Phys. Solids, 1962, 10, 335-342.
- [5] Z. Hashin and S. Shtrikman, A variational approach to the theory of the elastic behaviour of polycrystals, J. Mech. Phys. Solids, 1962, 10, 343-352.
- [6] Z. Hashin and S. Shtrikman, A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials, J. Mech. Phys. Solids, 1963, 11, 127-140.
- [7] C. H. Husueh, P. F. Becher, E. Y. Sun, Analyses of thermal expansion behaviour of intergranular two-phase composites composites, J. Mat. Sci., 2001, 36, 255-261.
- [8] L. Dean-Mo, E. Jenny Winn, Microstresses in particulate-reinforced brittle composites, J. Mat. Sci., 2001, 36, 3487-3495.
- [9] C. H. Hsueh, P. F. Becher, Residual thermal stresses in ceramic composites. Part II : with short fibers, Mat. Sci. and Eng., 1996, A212, 29-35.
- [10] B. Lauke, T. Schüller, W. Beckert, Calculation of adhesion strength at the interface of a coated particle embedded within matrix under multiaxial load, Comp. Mat. Sci., 2000, 18, 362-380.

- [11] R. Courant, Variational methods for the solution of problems of equilibrium and vibrations, Bull. Am. Math. Soc., Vol. 49, 1-23, 1943.
- [12] M. J. Turner, R. W. Clough, H. C. Martin, L. J. Topp, Stiffness and deflection analysis of complex structures, Journals of Aeronautical Science, Vol. 23, 805-823, 1956.
- [13] H. Argyris, S. Kelsey, Energy theorem and structural analysis, Butterworth, London, 1960.
- [14] O. C. Zienkiewicz, G. S. Holister, Stress Analysis, Wiley, New-York, 1965.
- [15] R. E. Greene, R. E. Jones, R. W. McLay and D. R. Strome, Generalised variational principles in the Finite-Element Method, AIAA J., N°7, July, 1254-160, 1969.
- [16] B. A. Finlayson, Weight residual methods and their relation to Finite Element Methods in flow problems, Finite Element I Fluid, Vol. 2, p.1-34, Wiley, 1975.
- [17] C. A. Felippa, Refined Finite Element analysis of linear and non-linear two-dimensional structures, report UC SESM 66-22n Department of Civil Engineering, University of California, Berkeley, Oct. 1966.
- [18] J. G. Ergatoudis, B. M. Irons, O. C. Zienkiewicz, Three-dimensional analysis of arch dams and their foundations, Symposium on Arch Dams, Institute of Civil Engineering, London, March 1968.
- [19] B. M. Irons, O. C. Zienkiewicz, The isoparametric Finite Element system – a new concept in Finite Element analysis, Proceeding, Conference of Recent Advances in Stress Analysis, Royal Aeronautical Society, London, 1968.
- [20] J. F. Imbert, Analyses de structures par Eléments Finis, Cépaduès, 3ième Edition, 1991.
- [21] G. Dhatt, G. Touzot, E. Lefrançois, Méthode des éléments finis, Hermès Science, 2005.
- [22] O. C. Zienkiewicz, The Finite Element Method : The basis (Vol.1), Solids mechanics (Vol.2) and Fluid mechanics (Vol.3), Butterworth Heinemann, 5th Edition, 2000.

- [23] A. Melander, A. Gustavson, An FEM study of driving forces of short cracks at inclusions in hard steels, *Int. J. Fatigue*, 1996, 18, 389-399.
- [24] Y. Wu, Z. Dong, Three-dimensional finite analysis of composites with coated spherical inclusions, *Mat. Sci. and Eng.*, 1995, 203, 314-323.
- [25] D. S. Liu, D. Y. Chiou, Modeling of inclusions with interphases in heterogeneous material using the infinite element method, *Comp. Mat. Sci.*, 2004, 31, 405-420.
- [26] F. J. Guild, A. J. Kinloch, Modelling the properties of rubber-modified epoxy polymers, *J. Mat. Sci.*, 1995, 11, 127-140.
- [27] I. Balac, P. S. Uskikovic, R. Aleksic, D. Uskikovic, Predictive modeling of the mechanical properties of particulate hydroxyapatite reinforced polymer composites, *J. Biomed. Mat. Res.*, 2002, 63, 793-799.
- [28] N. Tessier-Doyen, Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles, Thèse, Université de Limoges, 2003.

Chapitre IV :

*Résultats numériques, expérimentaux et
analytiques*

Chapitre IV

Résultats numériques, expérimentaux et analytiques

Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats numériques des différents modèles détaillés précédemment, ainsi qu'à leur confrontation aux valeurs expérimentales et analytiques.

Au chapitre II, il a été montré que l'élaboration des matériaux modèles décohésifs conduit à des échantillons présentant une décohésion partielle de l'interface matrice/inclusions mais également des microfissures dans la matrice. Les observations au microscope optique permettent de distinguer deux types d'endommagement matriciel : des fissures circonférentielles et des fissures médianes.

La première partie de ce chapitre s'intéresse à l'identification des causes possibles de la présence de ces défauts inattendus dans la phase matricielle. La seconde est consacrée à l'étude du module d'Young effectif des matériaux modèles (cohésifs et décohésifs) à température ambiante et en fonction de la température. Les valeurs expérimentales sont comparées à celles obtenues à l'aide des modèles analytiques (Hashin et Shtrikman) et à celles estimées par simulation numérique.

I - Causes possibles de la présence de microfissures au sein de la matrice

Les différents types de microfissures susceptibles d'exister dans une céramique polycristalline, principalement liées au procédé d'élaboration, ont été recensés par Evans [1] en 1982. Cependant, le cas des fissures délocalisées dans la matrice n'est pas traité par l'auteur. Dans nos matériaux biphasés, les microfissures, déjà présentes avant l'étape de thermocompression, résultent des étapes de pressage et/ou de frittage naturel. L'étape finale de thermocompression a tendance à refermer partiellement ces défauts matriciels.

Dans le but d'identifier et de comprendre l'origine de ces défauts inattendus au sein de la matrice, nous avons utilisé des résultats expérimentaux, analytiques et numériques. En particulier, l'outil numérique a été mis en œuvre pour simuler :

- ❖ l'étape de mise en forme par pressage unidirectionnel de la fritte de verre avec des inclusions sphériques rigides ;
- ❖ l'étape de frittage naturel (uniquement le refroidissement).

I.1 - Influence du procédé

I.1.1 - Etape de compactage de la fritte de verre par pressage uniaxial

Le pressage uniaxial d'une poudre entraîne toujours une hétérogénéité de compaction dans la pièce [2]. Dans notre cas, il semble raisonnable de penser que l'ajout d'inclusions rigides va augmenter l'hétérogénéité du champ de pressions dans la poudre de verre pendant l'étape de pressage. Pour valider cette hypothèse, une étude numérique en 2D du champ des contraintes autour des inclusions a été réalisée en utilisant la méthode des éléments finis (Abaqus). Les

calculs réalisés dans ce paragraphe sont de type statique et les maillages sont réalisés à l'aide d'éléments tétraèdres linéaires (3 nœuds, 1 point d'intégration). Dans le cas d'un pressage uniaxial (Figure IV-1.a, $p_{\text{comp}} = 45 \text{ MPa}$) d'une matrice complaisante ($E_{\text{Matrice complaisante}} = 10 \text{ GPa}$) contenant en son centre une inclusion rigide ($E_{\text{Inclusion rigide}} = 340 \text{ GPa}$), le calcul des niveaux de contrainte montre une distribution non uniforme de la pression dans le moule (Figure IV-2.a). Comme prévu, l'utilisation d'une matrice flottante (Figure IV-1.b) améliore le pressage en symétrisant le gradient de pression mais ne permet pas d'uniformiser celle-ci autour des inclusions (Figure IV-2.b). De nombreux travaux ont montré l'impact du procédé de pressage sur la microstructure après frittage. Chartier *et al.* [3] ont étudié l'évolution de la microstructure lors du traitement thermique d'une poudre de zirconie partiellement stabilisée, mise en forme par pressage à sec et par coulage en bande. Ils ont observé une meilleure homogénéité des échantillons obtenus par le procédé de coulage en bande qui conduit à une meilleure densification. Plus récemment, Mei *et al.* [4], dans une étude similaire relative à l'élaboration d'une céramique (verre à base de cordiérite) par coulage en bande et par pressage à sec, sont arrivés aux mêmes conclusions. Il apparaît donc que, quelle que soit la technique de pressage, la densification du matériau cru contenant des inclusions rigides sera inévitablement hétérogène parce que le pressage génère une forte dispersion des pressions au voisinage des inclusions.

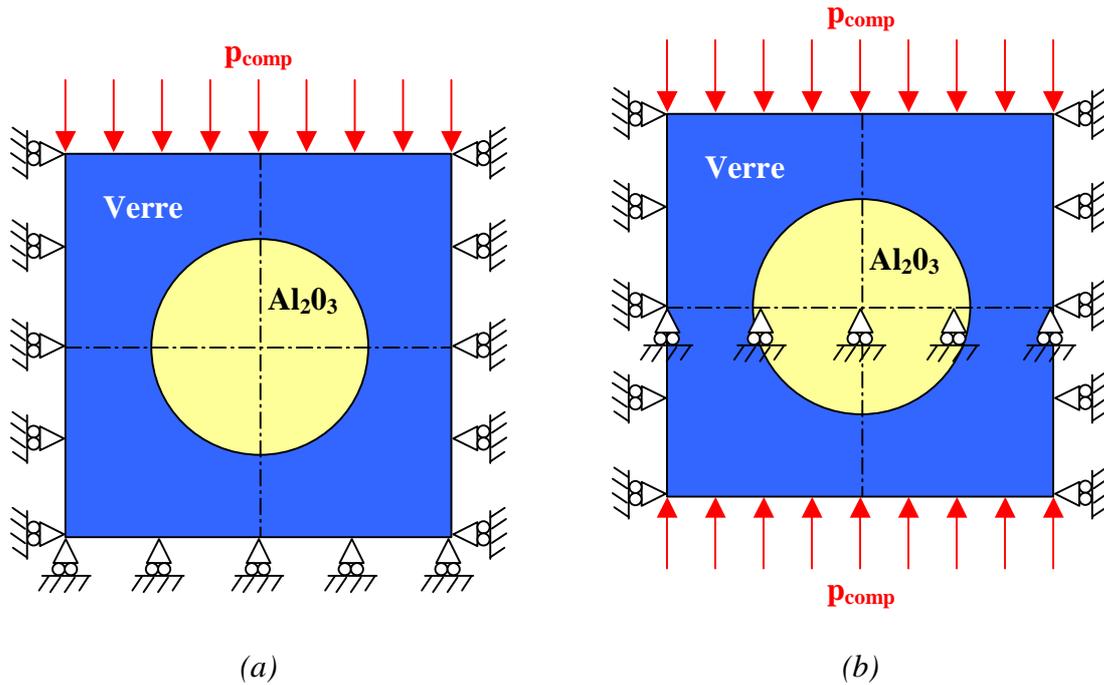


Figure IV-1 : conditions aux limites des modèles 2D utilisés pour simuler le pressage d'une inclusion rigide dans une matrice complaisante ; pressage uniaxial avec matrice fixe (a) et flottante (b)

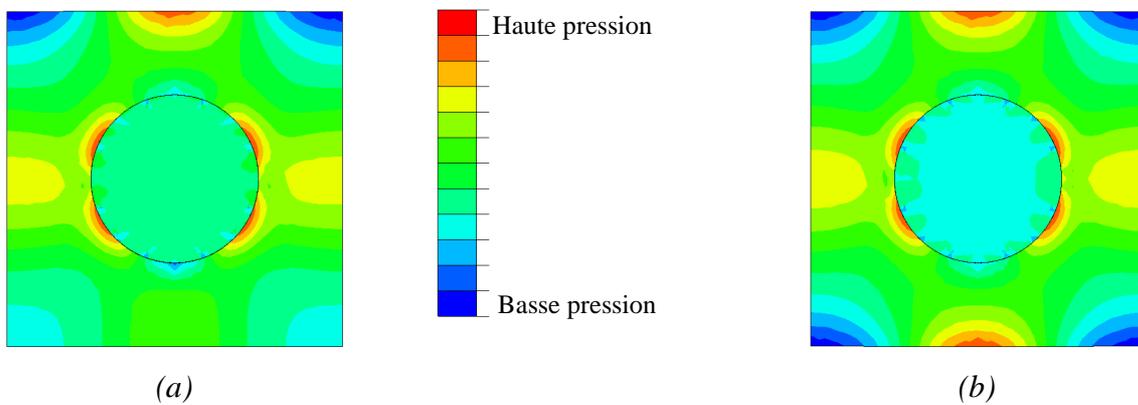


Figure IV-2 : cartographies des pressions obtenues par simulation du pressage d'une inclusion rigide dans une matrice complaisante ; pressage uniaxial avec matrice fixe (a) et flottante (b)

Afin de comprendre les interactions entre des inclusions proches lors du pressage uniaxial, plusieurs modèles numériques similaires au précédant mais contenant deux inclusions rigides ont été développés (Figure IV-3). Les résultats montrent une distribution hétérogène des contraintes principales maximales qui varie en fonction de la distance inter-inclusions

(Figure IV-4). Dans la matrice, un fort gradient de contrainte existe au voisinage des inclusions rigides, ce qui conduira vraisemblablement à un gradient de compaction de la poudre. Les cartographies d'isovaleurs montrent des zones proches des interfaces matrice/inclusions où le niveau de contrainte est trois fois inférieur à la pression appliquée ($p_{comp} = 45$ MPa). La taille de cette zone, petite lorsque les inclusions sont éloignées (Figure IV-4.a), augmente quand la distance inter-inclusions diminue (Figure IV-4.d). De plus, la pression à mi distance entre les deux inclusions chute fortement (d'environ 43 MPa pour le Modèle 1 à 21 MPa pour le Modèle 4, Figure IV-5). En outre, le gradient de contrainte entre les deux inclusions diminue également quand la distance inter-inclusions diminue ($\Delta\sigma = 29$ MPa pour le Modèle 1 ; $\Delta\sigma = 7$ MPa pour le Modèle 4, Figure IV-5). Tous ces résultats montrent qu'en présence d'inclusions rigides, le pressage uniaxial crée un fort gradient de compaction de la poudre, pouvant entraîner une densification hétérogène de la matrice lors de l'étape de frittage.

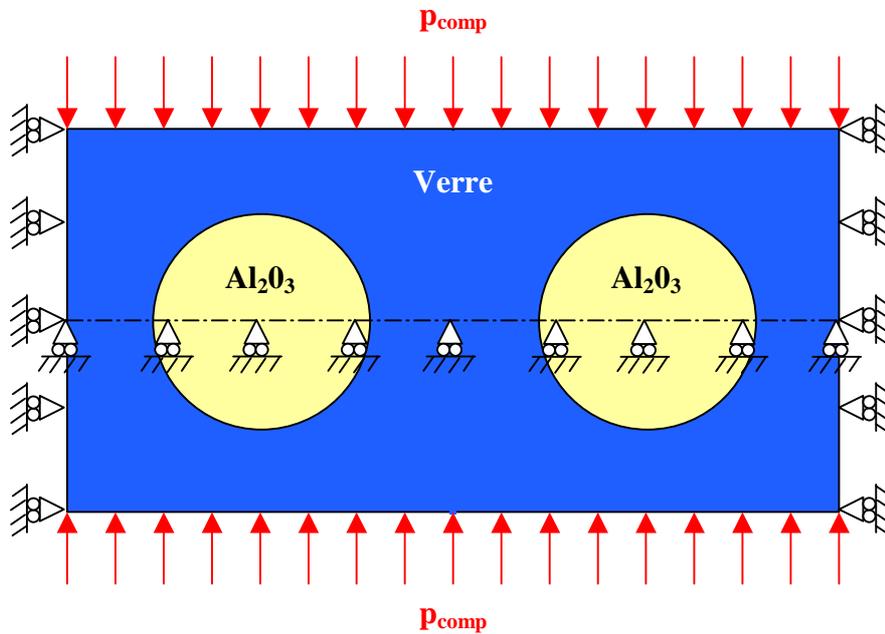


Figure IV-3 : conditions aux limites des modèles 2D utilisés pour simuler le pressage de deux inclusions rigides dans une matrice complaisante ; pressage uniaxial avec matrice flottante

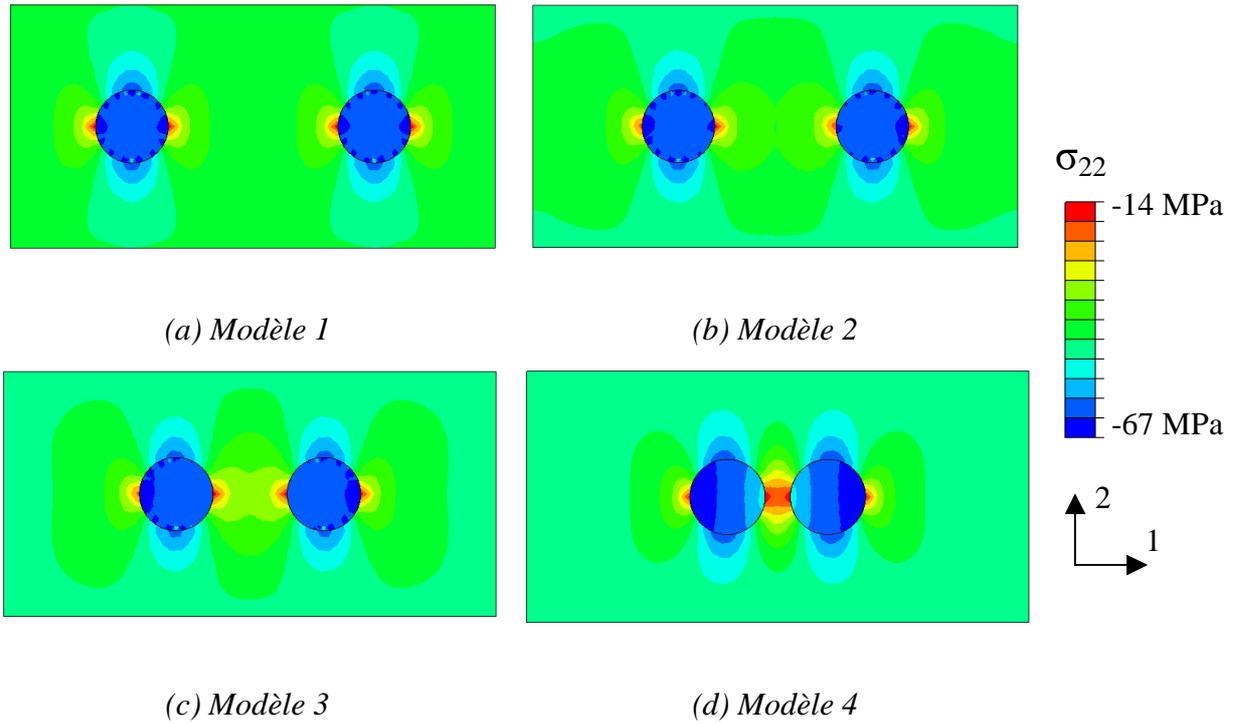


Figure IV-4 : contraintes de compaction (σ_{22}) dans une matrice compliant contenant deux inclusions rigides et soumise à un pressage uniaxial pour 4 valeurs de la distance inter-inclusions

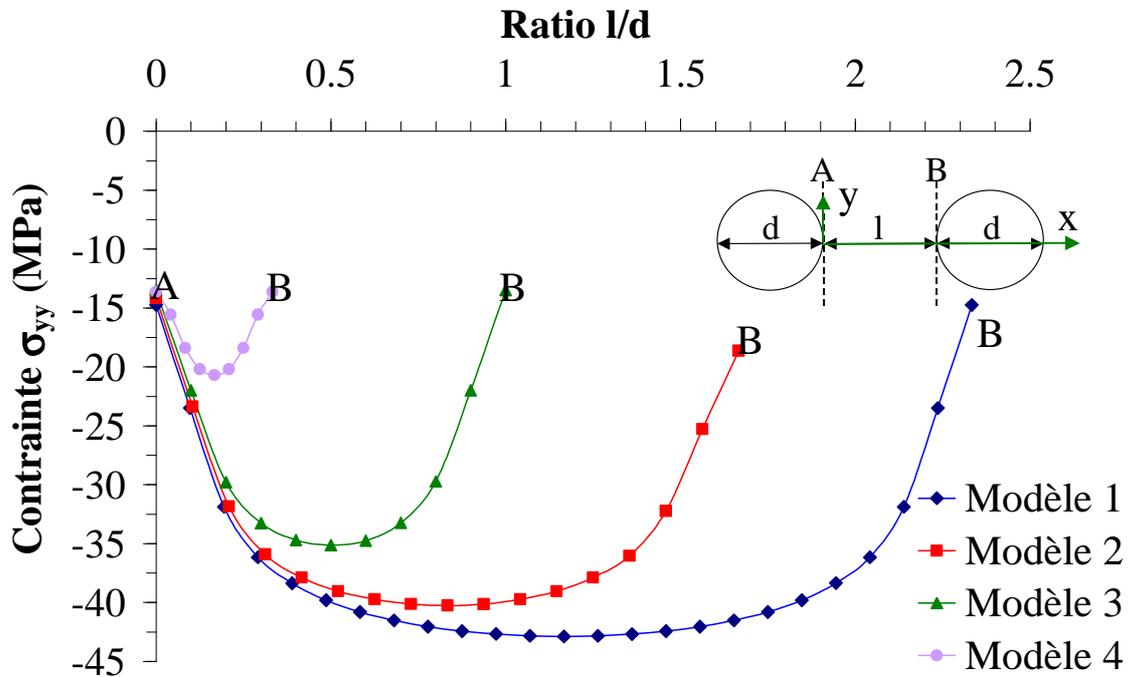


Figure IV-5 : contraintes de compaction ($\sigma_{max.}$) dans la matrice entre deux inclusions en fonction du rapport l/d

Des modèles numériques contenant plusieurs inclusions aléatoirement réparties dans la matrice ont permis de généraliser ces observations. En effet, comme le montre la Figure IV-6, le phénomène observé précédemment (déficit de pression localisée) dans le cas de deux inclusions n'est pas significativement perturbé par la présence de nouvelles inclusions au voisinage.

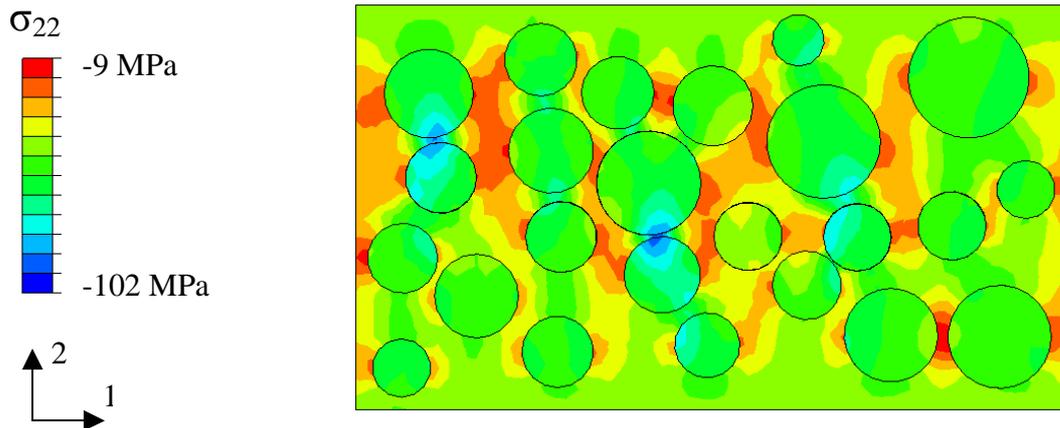


Figure IV-6 : contraintes de compaction (σ_{22}) dans une matrice complaisante contenant plusieurs inclusions rigides et soumise à un pressage uniaxial

I.1.2 - Etape de refroidissement lors du frittage naturel

De nombreux travaux traitent du frittage d'échantillons, avec ou sans inclusions, compactés de façon non homogène. En 1982, Evans [5] a proposé une méthode pour estimer les contraintes survenant lors du frittage de matériaux crus inhomogènes (en densité). Plus tard Scherer [6] et Rahaman *et al.* [7] ont étudié la fiabilité des outils de prédiction des contraintes générées lors du frittage d'un matériau biphasé avec des inclusions rigides. Ces résultats montrent que les niveaux de contrainte peuvent être fidèlement prédits pour des teneurs en inclusions inférieures à 10% (en volume). Au-delà de cette valeur critique, les interactions entre les inclusions rigides ne peuvent plus être négligées et un écart significatif est observé entre les valeurs expérimentales et analytiques. En 1995, Hong *et al.* [8] ont étudié, par la méthode des éléments finis, le frittage d'une poudre non compactée contenant des inclusions

rigides afin d'observer son impact sur la densification du matériau. Ils ont montré que la présence des inclusions rigides proches les unes des autres tend à retarder la densification du matériau. Plus récemment, Boccaccini *et al.* [9] ont observé que le frittage d'une pièce crue contenant des particules rigides conduit à un matériau présentant un gradient de densité.

La présente étude est principalement focalisée sur l'étape de refroidissement du cycle de frittage. En effet, c'est lors de cette étape que la fissuration se développe, du fait de la non-homogénéité de densification de la pièce crue. La littérature [10,11,12,13] propose de nombreux modèles analytiques pour prédire les niveaux de contrainte induits par le refroidissement d'une particule unique dans une matrice dont le coefficient de dilatation thermique est différent de celui de la particule. Tous prédisent un niveau de contrainte maximum localisé à l'interface matrice/inclusion. Cependant, dans le cas d'un solide biphasé mono-inclusion sollicité en traction, Tirosh [14] émet la possibilité d'une fissuration circonférentielle dans la matrice, au-delà de l'interface (Figure IV-7), et propose une formule empirique (Equation IV-1) pour calculer le rayon moyen de cette fissure (Figure IV-7), à partir des propriétés d'élasticité des constituants et de la taille R de l'inclusion. Les distances des fissures dans la matrice mesurées sur nos échantillons sont proches de celles calculées par le modèle de Tirosh.

$$\frac{\bar{r}}{R} = \sqrt{\frac{-6 \delta}{2 \beta + \gamma}} \quad \text{IV-1}$$

avec \bar{r} étant le rayon moyen de courbure de la fissure délocalisée, R le rayon de la particule, δ , β et γ des paramètres fonction de E_m , E_p , ν_m et ν_p .

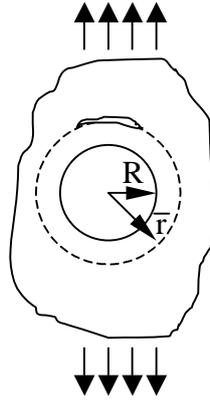


Figure IV-7 : zone de fissuration circonférentielle selon l'analyse de Tirosh [14]

Afin de comprendre ces phénomènes d'endommagement, nous avons réalisé une étude numérique du refroidissement uniforme (de 600°C à 20°C) d'une matrice vitreuse contenant deux inclusions d'alumine dense (propriétés de nos échantillons) plus ou moins distantes l'une de l'autre. Le calcul numérique est de type thermomécanique couplé. Les conditions limites appliquées à ces modèles sont présentées à la Figure IV-8.a, le maillage utilise des éléments trièdres quadratiques (un exemple est donné à la Figure IV-8.b). Les cartographies présentées à la Figure IV-9 illustrent les contraintes σ_{22} à 20°C pour deux modèles (inclusions très proches et relativement distantes). Les résultats, utilisant la variable addimensionnelle l/d (l étant la distance entre les deux inclusions et d le diamètre des inclusions), montrent (Figure IV-10 et Figure IV-11) qu'entre deux inclusions, la contrainte maximale est localisée à l'interface matrice/inclusion, quelle que soit la distance inter-inclusions. Les résultats numériques ont été confrontés à ceux du modèle analytique décrit à l'équation IV-2.

$$\sigma_{rr}^m = \frac{1}{(r/n)^3} \frac{12G_m K_p (\alpha_m - \alpha_p) \Delta T}{4G_m + 3K_p} \quad [10] \quad \text{IV-2}$$

où G , K et α , représentent le module de cisaillement, le module de compressibilité et le coefficient de dilatation, les indices m et p faisant respectivement référence à la matrice et à la particule. ΔT représente la variation de température entre le temps initial et le temps courant.

Ce modèle décrit pour une inclusion unique le niveau des contraintes radiales en fonction de la distance du centre de l'inclusion. Afin de prendre en compte les effets de proximité dus à la présence d'une seconde inclusion, nous avons superposé les résultats calculés pour chacune des inclusions supposée seule. Il en résulte un bon accord entre les résultats numériques et analytiques tant que la distance inter-inclusions est suffisamment grande (Figure IV-10) ; dès que cette dernière devient inférieure au diamètre des inclusions (Figure IV-10), l'hypothèse d'une particule isolée postulée par les modèles analytiques n'est plus valide. Dans ce cas, le calcul numérique, capable de prendre en compte l'environnement et les interactions entre deux inclusions proches, mène à des valeurs de contraintes plus réalistes que celles déterminées par les modèles analytiques.

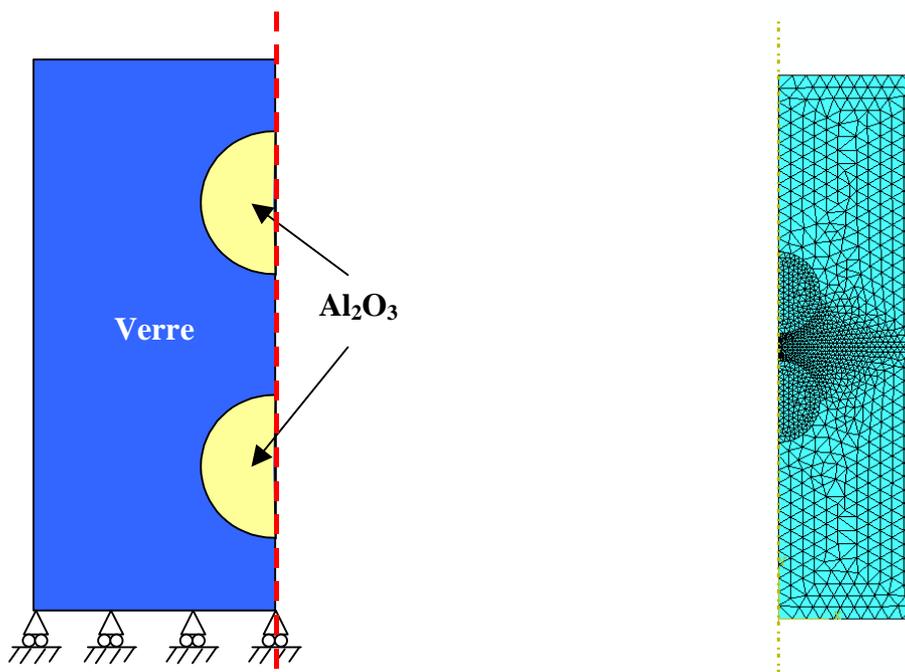


Figure IV-8 : conditions limites et maillage d'un des modèles axi-symétrique développé pour simuler le refroidissement uniforme (de 600°C à 20°C) d'une matrice vitreuse contenant deux inclusions d'alumine dense plus ou moins distantes l'une de l'autre (chargement thermique)

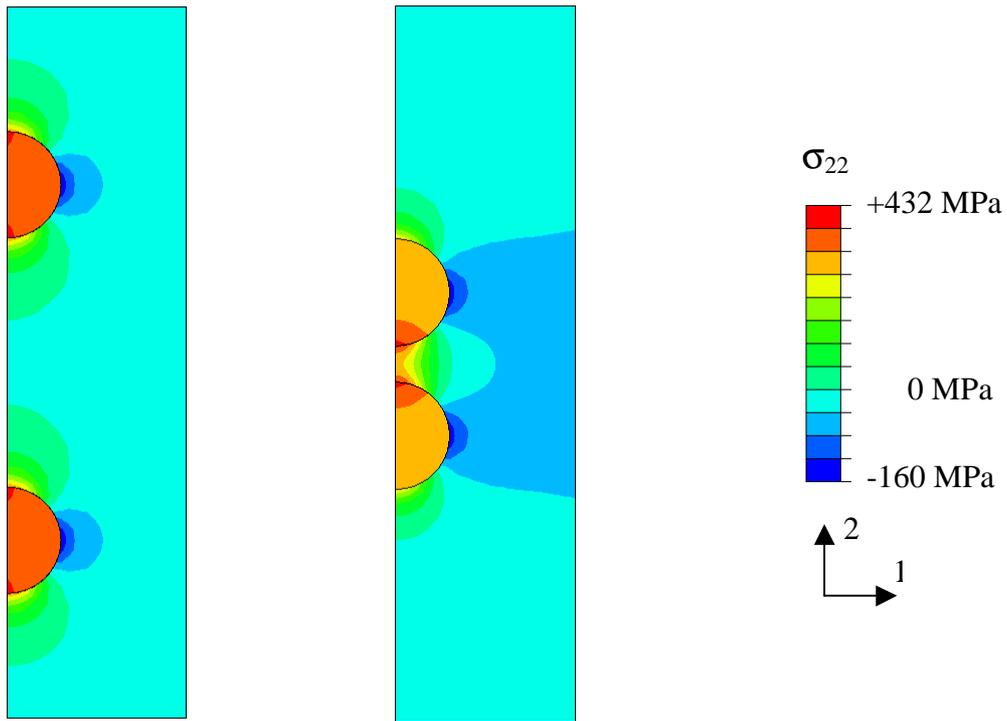


Figure IV-9 : contraintes σ_{22} pour deux modèles numériques (chargement thermique)

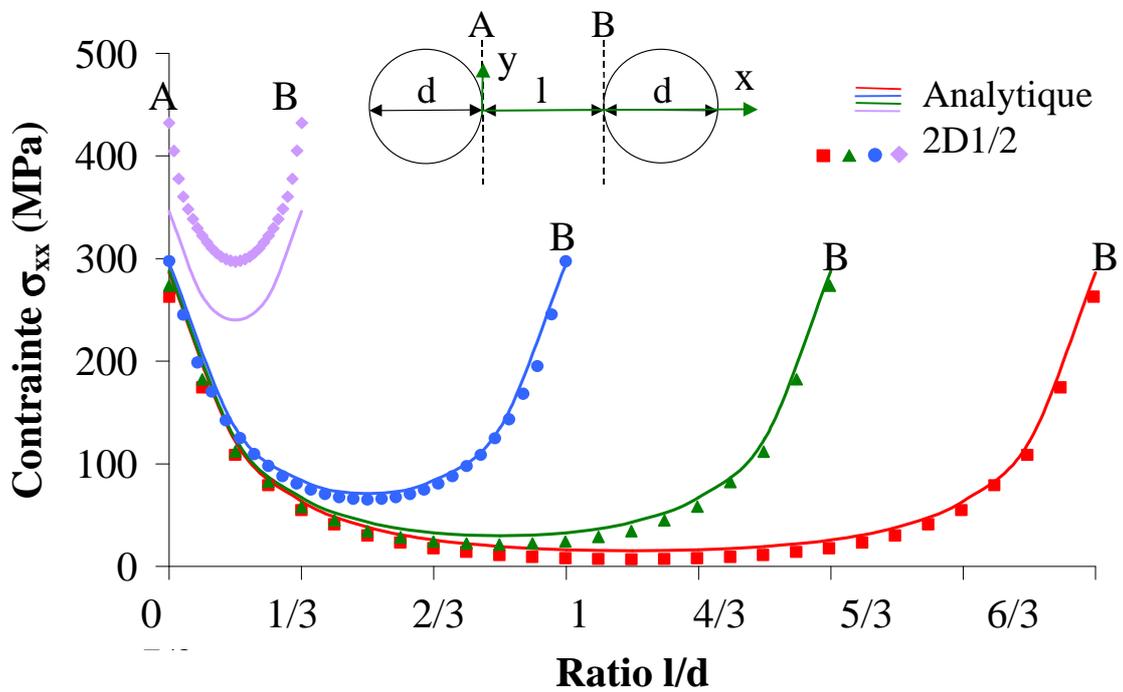


Figure IV-10 : contraintes thermiques σ_{xx} dans la matrice entre deux inclusions en fonction du rapport l/d

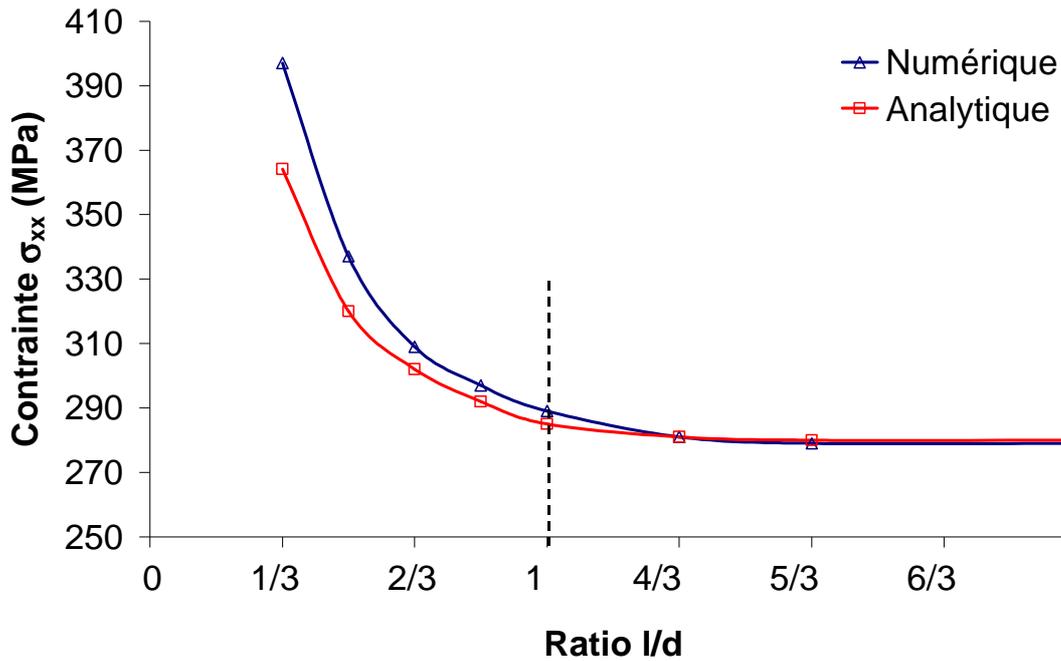


Figure IV-11 : valeurs analytique et numérique des contraintes thermiques à l'interface en fonction du rapport l/d

I.2 - Microfissuration médiane entre deux inclusions proches

La microfissure médiane observée sur la Figure II-10.c (Chapitre II) peut être expliquée par la combinaison des deux résultats précédents. Lorsque deux inclusions sont suffisamment éloignées l'une de l'autre (Modèle 1, Figure IV-4.a), la contrainte de compaction dans la zone médiane entre les deux objets est approximativement égale à la pression externe (dans le cas présent, $\sigma_{\text{comp}} = 43$ MPa pour $p_{\text{ext}} = 45$ MPa). Dès lors, on peut penser que le compactage de cette zone est quasi maximal et, qu'après frittage, la pièce devrait présenter un faible taux de porosité. Par conséquent, aucune fissure ne peut s'y développer si le niveau de contrainte n'atteint pas la contrainte à la rupture de la matrice. Part contre, si la distance entre les inclusions diminue pour atteindre la configuration décrite par le Modèle 4 (Figure IV-4.d), la contrainte de compaction dans la zone médiane entre les inclusions devient inférieure de moitié à la pression externe (ici, $\sigma_{\text{comp}} = 21$ MPa pour $p_{\text{ext}} = 45$ MPa). On peut alors supposer

qu'après frittage, cette zone faiblement compactée aura un taux de porosité significatif qui entraînera une chute locale des propriétés mécaniques, en particulier de la contrainte à la rupture. Ainsi, la fissuration pourra se développer pour un niveau de contrainte plus faible que la contrainte à la rupture de la matrice dense. Parmi les différentes relations utilisables pour estimer la contrainte σ_R en fonction du taux de porosité dans l'échantillon, on peut citer :

- la loi puissance [15] :
$$\sigma_R = \sigma_0 (1 - P_T)^m \quad \text{IV-3}$$

- la loi exponentielle [16] :
$$\sigma_R = \sigma_0 \exp(-n.P_T) \quad \text{IV-4}$$

- la loi homographique [17] :
$$\sigma_R = \sigma_0 \frac{1 - P_T}{1 + a.P_T} \quad \text{IV-5}$$

avec : σ_R : contrainte à la rupture du matériau poreux ;

σ_0 : contrainte à la rupture du matériau dense ;

P_T : taux de porosité totale du matériau ;

m, n, a : paramètres expérimentaux fonctions du matériau.

En outre, lors du refroidissement de l'étape de frittage, la distribution des contraintes entre deux inclusions est fortement dépendante de leur distance, comme le montre la Figure IV-10 qui représente les contraintes engendrées par un refroidissement uniforme. La contrainte qui se développe dans la zone médiane est toujours plus faible que la contrainte à l'interface, mais la résistance du matériau est également plus faible dans cette zone. Ainsi, la fissuration peut s'initier dans cette zone si la résistance à la rupture décroît plus rapidement que la contrainte maximale.

Le problème est de connaître le taux de porosité résiduelle dans cette région afin de pouvoir estimer la résistance à la rupture locale du matériau. A cet effet, nous avons mis en oeuvre une méthode expérimentale indirecte basée sur la mesure du module d'Young par une série d'essais de nano-indentation le long d'une ligne entre deux inclusions. A partir des résultats de module obtenus, il est envisageable d'estimer la porosité en utilisant la relation [18] :

$$\frac{E}{E_0} = \exp(-s.P_T) \quad \text{IV-6}$$

où E : module d'Young du matériau poreux ;

E_0 : module d'Young du matériau dense ;

P_T : porosité totale ;

s : paramètre expérimental fonction du matériau.

Les valeurs de E ainsi mesurées sont approximativement décrites par une courbe en U (Figure IV-12), qui valide qualitativement les hypothèses postulées. Malheureusement, ces résultats sont entachés d'un bruit trop important pour permettre de calculer la porosité locale avec une précision satisfaisante. Une amélioration de la technique expérimentale est donc indispensable afin d'obtenir des valeurs suffisamment fiables pour permettre de valider quantitativement l'origine supposée de la fissuration médiane.

Avec les valeurs généralement admises pour m , n , a et s , les résultats expérimentaux obtenus ici ne valident pas l'hypothèse de départ. Cependant, à partir de résultats moins bruités, conduisant à une estimation plus fiable de la porosité, on peut envisager de la crédibiliser par un ajustement optimal de ces paramètres expérimentaux.

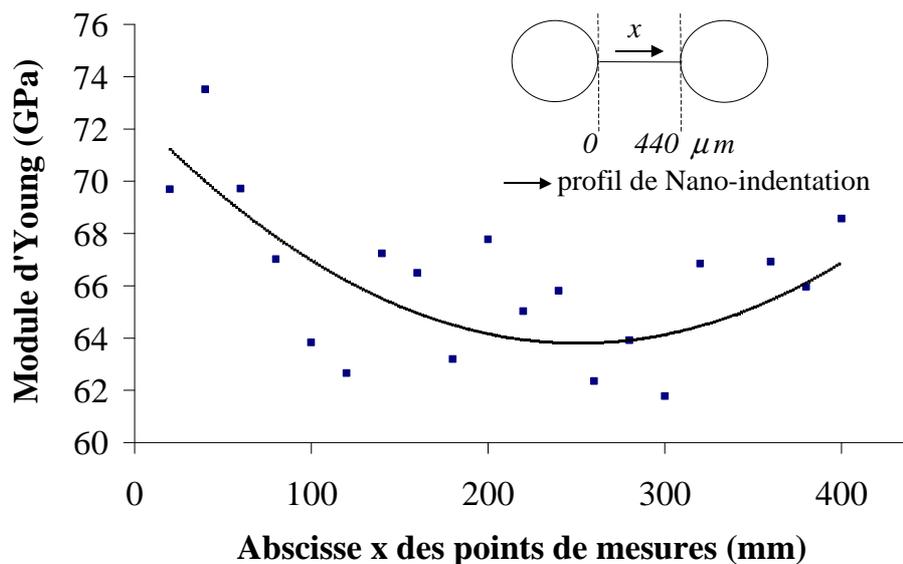


Figure IV-12 : module d'Young en fonction de la distance entre deux inclusions proches

I.3 - Microfissuration circonférentielle proche des inclusions

Dans le but d'expliquer l'origine des fissures circonférentielles proches des inclusions (Figure II-10.b), un modèle numérique simple (une inclusion sphérique unique placée au centre d'un cube de verre) a été développé pour décrire le champ des contraintes induites par le refroidissement lors de l'étape de frittage. L'échantillon est soumis à un refroidissement uniforme (calcul numérique de type thermomécanique couplé) de la température de transition vitreuse ($T_g = 600^\circ\text{C}$) à la température ambiante ($T_{\text{amb}} = 20^\circ\text{C}$). Au début de la simulation ($T = T_g$), le contact matrice/inclusion est complètement cohésif (Tied sur toute l'interface). Les conditions limites imposées au modèle sont présentées à la Figure IV-13.a. Des éléments tétraèdres quadratiques (6 nœuds, 3 points d'intégrations) ont été choisis pour mailler la géométrie (Figure IV-13.b).

A la fin de la première étape de calcul, la contrainte maximale est située à l'interface matrice/inclusion (Figure IV-14.a). Pour une baisse de température suffisante ($\Delta T \approx 300^\circ\text{C}$), le niveau de contrainte à l'interface atteint la contrainte à la rupture de la matrice de verre ($\sigma_R = 45\text{MPa}$) : la première rupture (pour une matrice correctement densifiée) correspond alors à une décohésion entre la matrice et les inclusions, due aux contraintes radiales de traction à l'interface (Figure IV-14.b). L'inhomogénéité apparente des niveaux de contrainte, observée au cœur de l'inclusion, est consécutive à l'utilisation du maillage automatique dans le code E. F..

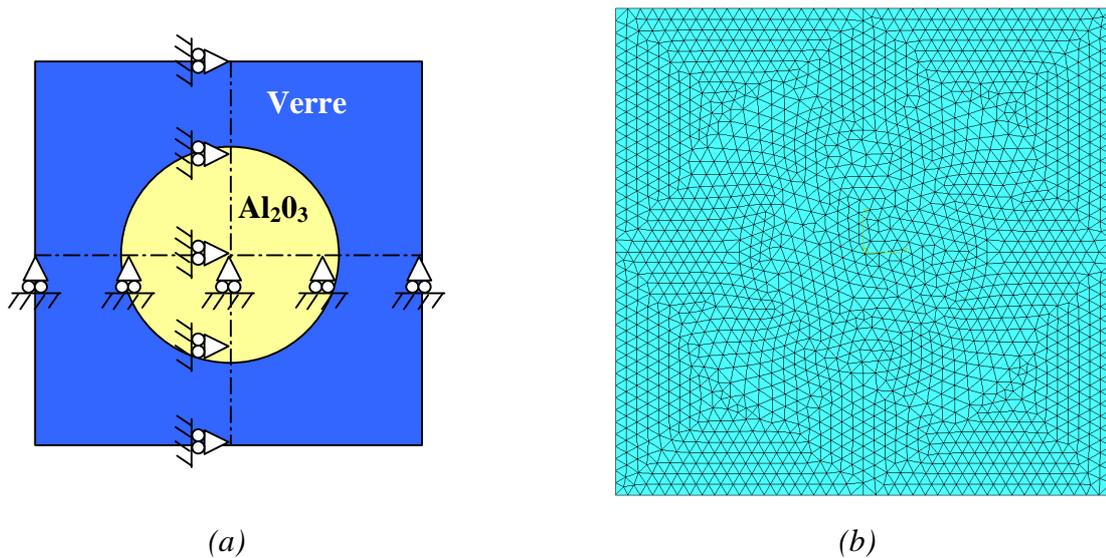


Figure IV-13 : conditions limites (a) et maillage (b) du modèle numérique exempt de fissure

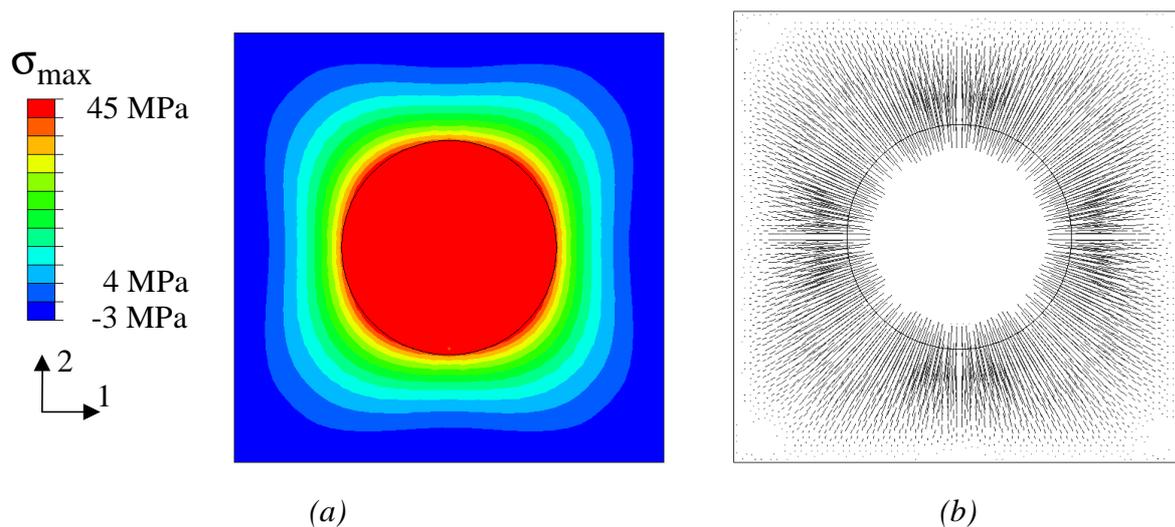


Figure IV-14 : isovaleurs (a) et directions (b) des contraintes principales maximales

Une fissure représentant cette décohésion est donc introduite dans le modèle numérique par modification de la nature du contact à l'interface : une portion de la périphérie (modélisant la décohésion) est gérée par un Hard Contact classique, le reste de l'interface (modélisant la cohésion) est lié par un contact Tied comme précédemment. Le même chargement qu'à l'étape précédente est appliqué à ce nouveau modèle.

A cause de la décohésion introduite, une concentration de contraintes se développe aux extrémités de la fissure (Figure IV-15) et les directions des contraintes principales en ces points s'orientent d'environ 55° par rapport à la normale de l'interface (Figure IV-16) : la contrainte maximale de traction ne reste pas perpendiculaire à l'interface et peut donc donner naissance à une microfissuration matricielle.

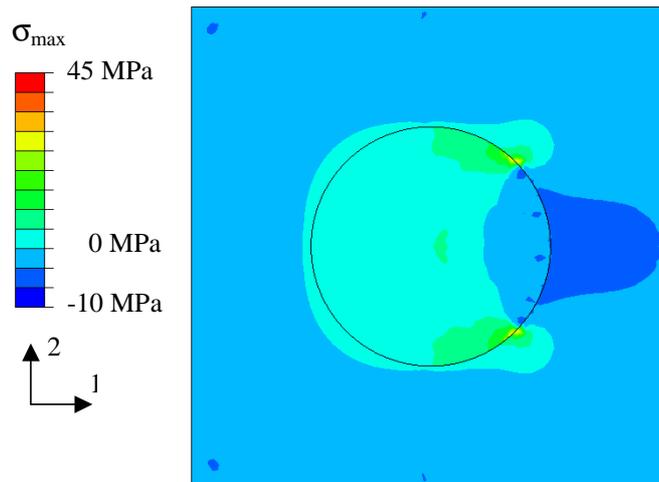


Figure IV-15 : cartographie des contraintes principales maximales

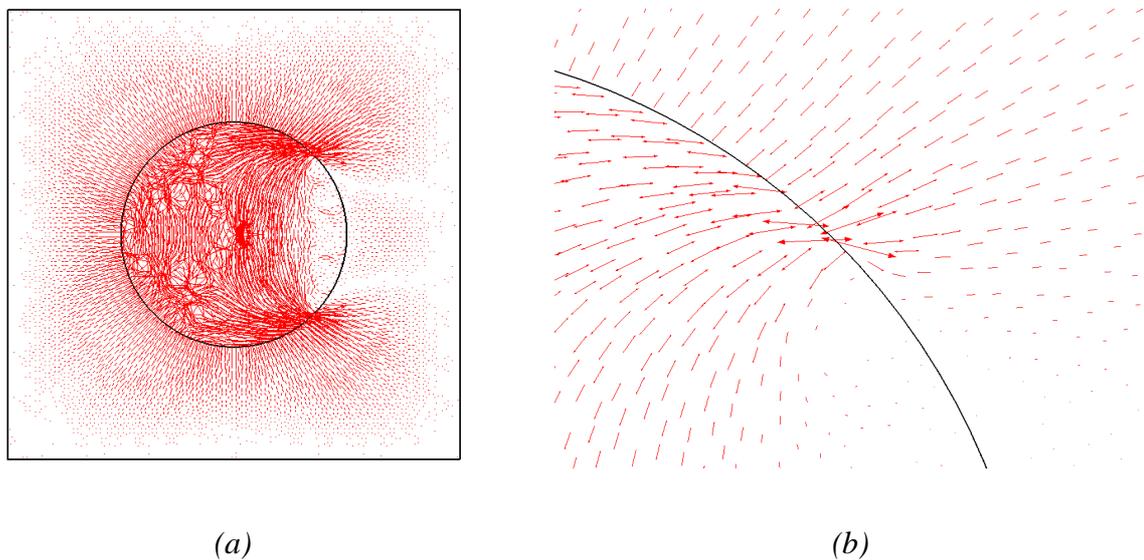


Figure IV-16 : directions des contraintes principales maximales dans le modèle (a) et au voisinage du front de fissure (b)

Ces résultats montrent que la décohésion initiale est capable de générer une fissure qui peut ensuite se propager dans la matrice en décrivant un arc autour des inclusions. Effectivement, les observations au microscope n'ont pas permis d'observer une fissure circonférentielle isolée, sans décohésion interfaciale associée. Ce constat a donc été intégré dans les modèles numériques et l'étude de l'influence mutuelle de ces deux défauts a été réalisée. Dans un premier temps, la fissure périphérique, voisine de la décohésion interfaciale, tend à augmenter l'instabilité des deux fissures et, par conséquent, à augmenter l'endommagement. Toutefois, lorsque la fissure matricielle est suffisamment éloignée de l'interface matrice/inclusion, son influence sur la propagation de la décohésion est négligeable. Le calcul de la contrainte maximale présenté à la Figure IV-17 a été effectué en front de fissure circonférentielle à une distance d équivalente à la taille d'un élément du maillage. La Figure IV-17, qui représente la contrainte maximale calculée en fonction de la distance relative entre les deux fronts de fissures pour un ΔT donné ($\Delta T = 100^\circ\text{C}$), montre que lorsque cette distance devient supérieure au quart du rayon de l'inclusion, les deux fissures peuvent être considérées comme indépendantes l'une de l'autre. Loin de l'interface matrice/inclusion, la contrainte calculée en front de fissure circonférentielle est inférieure à la contrainte à la rupture du verre et la propagation de la fissure s'arrête.

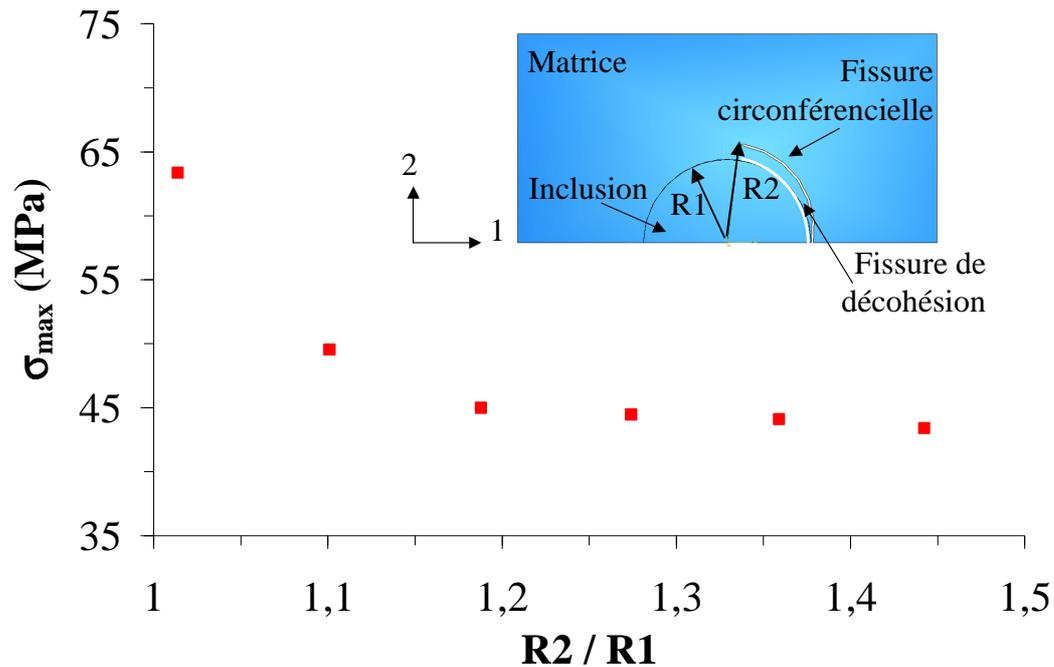


Figure IV-17 : contrainte principale maximale

II - Représentativité des modèles numériques

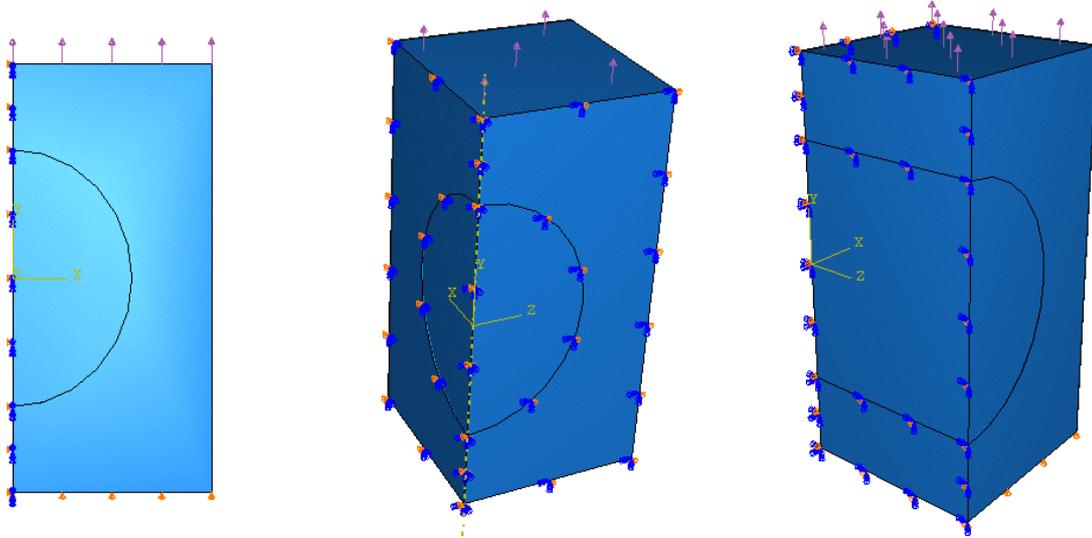
Avant toute mise en œuvre systématique, et afin d'accroître la fiabilité des résultats obtenus par simulation numérique, nous avons cherché à valider la pertinence des modèles utilisés en étudiant, à l'aide de modèles simples (mono-inclusion), les valeurs du module d'Young obtenues pour des matériaux cohésifs et décohésifs avec une représentation en 2D et en 3D.

II.1 - Influence de la représentation 2D ou 3D sur la valeur du module d'Young effectif

Une modélisation en 2D simplifie le travail numérique, mais pose la question de la pertinence d'une telle représentation pour prédire le comportement élastique de nos matériaux modèles.

En effet, la représentation 2D (en contraintes planes ou en déformations planes) comme celle illustrée par la Figure IV-18.a représente un motif supposé infini de part et d'autre du plan qui, par conséquent, correspond à une structure contenant une inclusion cylindrique (fibre). Par ailleurs, le même modèle géométrique considéré en 3D correspond à une structure contenant une inclusion sphérique (Figure IV-18.b). La teneur décrite par la représentation 2D ne sera pas la même que celle exprimée par le modèle 3D, d'où la nécessité d'ajuster la taille de l'inclusion, sur le modèle 2D par exemple, afin de permettre une comparaison directe des résultats des deux simulations.

Dans le but d'évaluer cet écart, nous avons étudié ces deux modèles numériques (Figure IV-18.a et Figure IV-18.b) dans lesquels l'interface entre la matrice et l'inclusion est gérée par un contact Tied imposé sur la totalité de l'interface. Un essai mécanique de traction a été simulé pour déterminer le module d'Young correspondant aux deux modèles : comme supposé, les résultats respectifs diffèrent. Afin de confirmer ce point, un troisième modèle constitué d'une matrice parallélépipédique contenant une inclusion cylindrique en son centre a été construit (Figure IV-18.c). Ce modèle conserve le même type de contact à l'interface et, conformément aux hypothèses, donne des résultats en parfait accord avec ceux du modèle 2D. Evidemment, ces résultats sont différents de ceux obtenus par le modèle analytique de Hashin et Shtrikman (Figure IV-19), le premier décrivant une structure contenant une inclusion fibreuse et le second une structure contenant une inclusion sphérique. Cependant, cette différence reste inférieure à 8% pour les modèles dont la teneur volumique en inclusion n'excède pas 30%. Au delà, la pertinence du modèle est discutable puisque l'inclusion est alors très proche des bords de l'échantillon ce qui risque de perturber les résultats (effets de bord). La représentation en 2D reste cependant attrayante, surtout pour des teneurs inférieures à 25% (écart avec la description 3D inférieur à 5%).



(a) modélisation 2D d'une inclusion sphérique ou cylindrique

(b) modélisation 3D d'une inclusion sphérique

(c) modélisation 3D d'une inclusion cylindrique

Figure IV-18 : modèles numériques mono-inclusion en 2D (a) et en 3D (b, c)

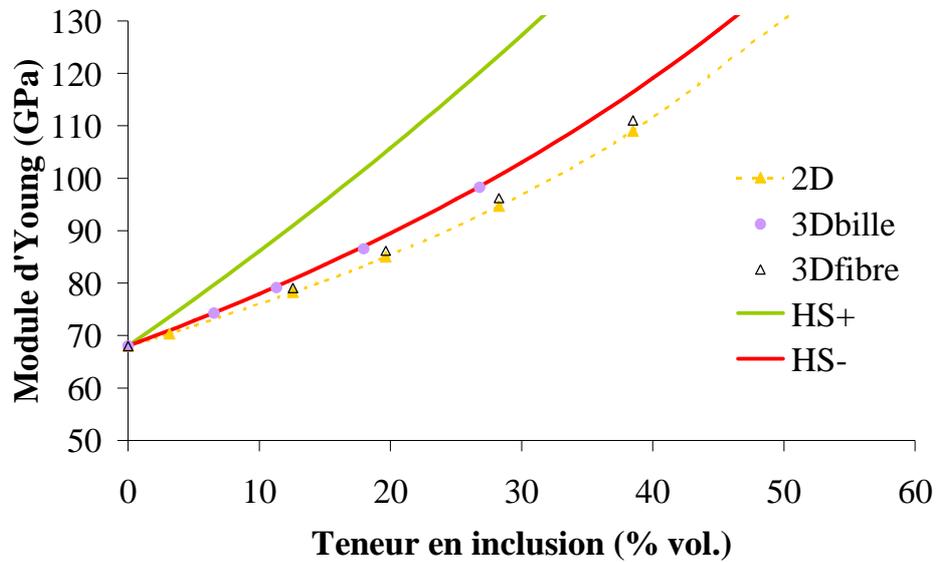


Figure IV-19 : valeurs du module d'Young calculées à partir de modélisations mono-inclusion en 2D et en 3D

II.2 - Influence de la localisation de la zone de décohésion sur la valeur du module d'Young effectif

On peut supposer que la localisation de la décohésion, par rapport à la direction du chargement externe, peut avoir une influence sur la valeur estimée du module d'Young. Pour valider cette hypothèse, plusieurs essais de traction ont été simulés sur un modèle 2D représentant une inclusion sphérique placée au centre d'une matrice parallélépipédique (Figure IV-20.a et Figure IV-20.b). Dans un cas, la décohésion est perpendiculaire à la direction de chargement et, dans un autre, elle est parallèle à cette même direction (Figure IV-20.b). Lors des simulations successives, la zone décohésive varie depuis l'état complètement cohésif jusqu'à l'état complètement décohésif et, pour chaque état de décohésion, le module d'Young effectif de l'échantillon est calculé. Les résultats ainsi obtenus (Figure IV-21) montrent une évolution du module d'Young avec l'avancement de la décohésion et une influence significative de la localisation initiale de la zone décohésive.

Un troisième modèle en 3D (Figure IV-20.c) ayant une teneur voisine (20% vol.) de celles des descriptions 2D précédentes a été réalisé. La Figure IV-22 montre que les valeurs de module d'Young calculées à partir des modèles 2D et 3D sont proches pour des taux de décohésion¹ allant de 0% à 50%. Au-delà, les résultats entre les deux descriptions divergent, traduisant à nouveau l'écart constaté au § II.1 : si la représentation 2D est bien appropriée pour décrire les structures contenant des inclusions cylindriques, elle l'est moins pour celles contenant des inclusions sphériques (surtout pour de forts taux de décohésion). Comme le montre la Figure IV-23.a, la fissure à l'interface décrite par une représentation 2D modélise une décohésion qui se développe le long du cylindre traversant l'échantillon. Dès lors, la zone décohésive est surestimée, puisqu'en réalité, elle n'intéresse qu'une portion de la surface périphérique de l'inclusion sphérique (Figure IV-23.c).

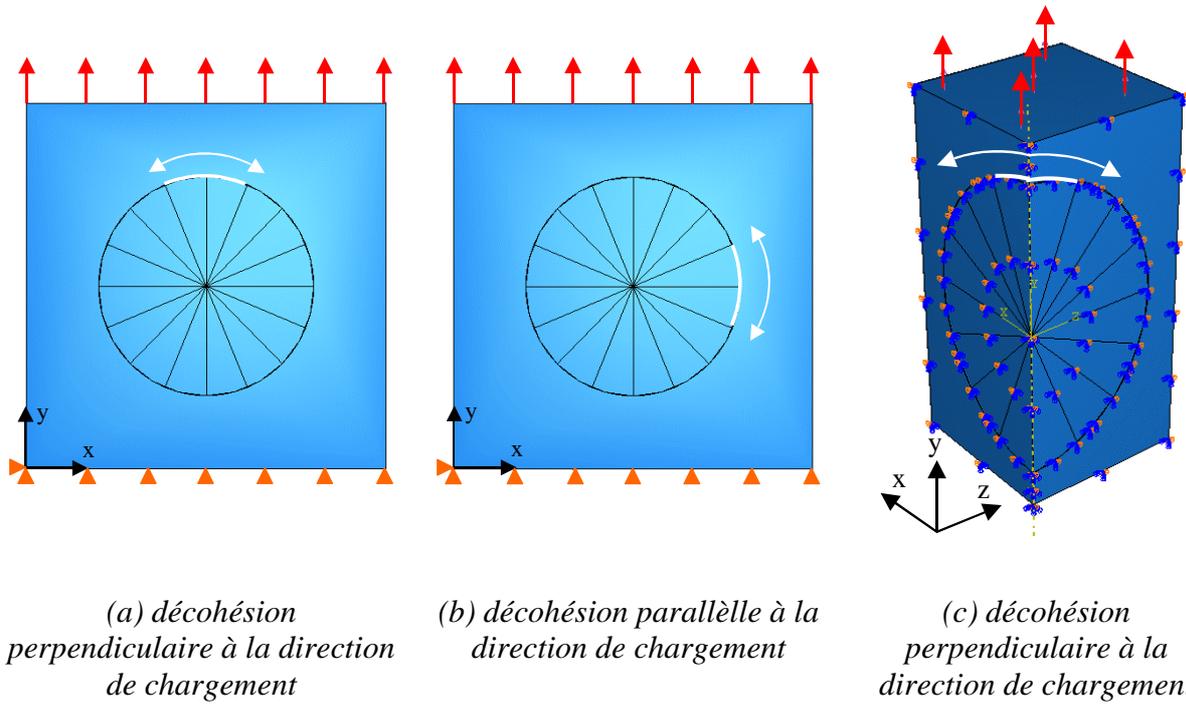


Figure IV-20: modèles numériques avec interface partiellement décohésive (ligne blanche) en 2D (a, b) et en 3D (c)

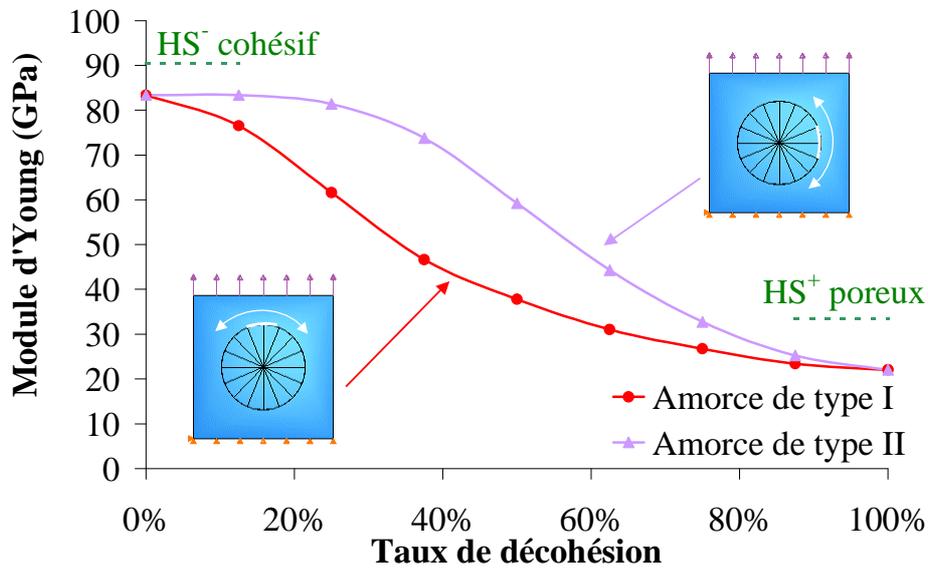


Figure IV-21 : : évolution du module d'Young d'un échantillon mono-inclusion (20% vol.) en fonction du taux de décohésion pour deux localisations de la zone d'initiation de cette décohésion

¹ Le taux de décohésion est le rapport entre la surface décohésive et la surface totale de l'inclusion (en 3D) ou le rapport entre la portion de périmètre décohésif et le périmètre total du cercle représentant l'inclusion (en 2D).

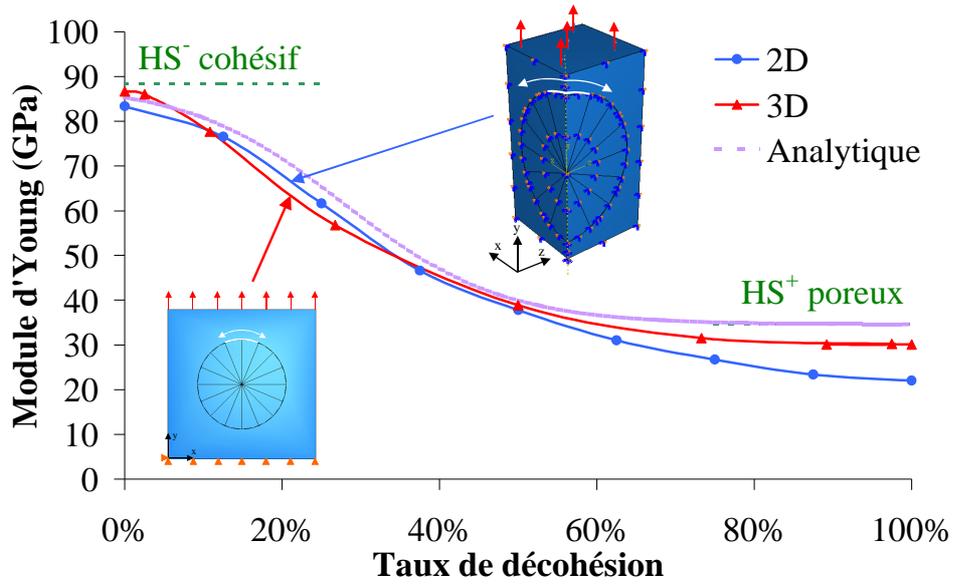


Figure IV-22 : impact de la modélisation mono-inclusion (20% vol.) en 2D et en 3D de la propagation d'une fissure sur les valeurs de module d'Young

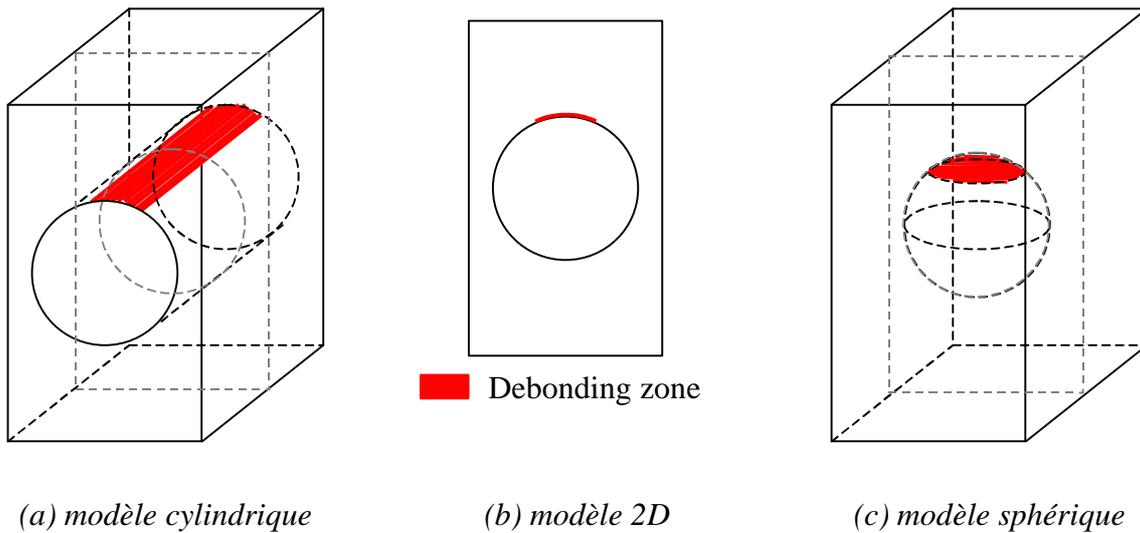


Figure IV-23 : différents modèles en 2D et en 3D contenant une interface matrice/inclusion partiellement cohésive

L'évolution du module d'Young, dans le cas de la borne basse du modèle analytique de Hashin, est illustrée par la Figure IV-22 et peut être décrite par la relation IV-3 :

$$E_a = \frac{E_{HScohesif} + E_{HSporeux}}{2} - \frac{E_{HScohesif} - E_{HSporeux}}{2} \cdot \tanh(r \cdot (x - x_{0,5})) \quad \text{IV-3}$$

où $E_{HScohesif}$: module d'Young calculé à partir du modèle prédictif de Hashin et Shtrikman pour un matériau aux interfaces complètement cohésives ;

$E_{HSporeux}$: module d'Young calculé à partir du modèle prédictif de Hashin et Shtrikman pour le même matériau où les inclusions ont les caractéristiques de l'air (matériau poreux) ;

x : longueur relative de la zone décohésive ;

$x_{0,5}$: abscisse du point d'inflexion de la courbe ;

r : paramètre d'inflexion de la courbe.

Le seul objet de cette relation, purement empirique, est de proposer un outil donnant une bonne interpolation des valeurs de E_a estimées par simulation (écart inférieur à 10%). Cette expression traite du cas le plus défavorable (borne basse), mais un travail similaire peut être effectué pour le cas le plus favorable (borne haute).

II.3 - Influence du maillage sur la valeur du module d'Young effectif

L'outil Debond va être utilisé dans la suite de ce travail pour traiter l'évolution du taux de décohésion au cours d'un chargement thermique (ascendant ou descendant). Comme il est basé sur une méthode de « déboutonnage » des nœuds du maillage, il apparaît judicieux de regarder l'impact du maillage sur les résultats (dans notre cas le module d'Young). Nous avons appliqué différents maillages, plus ou moins raffinés, à l'interface matrice/inclusion du modèle mono-objet 2D. Pour déterminer le module d'élasticité, une variation de température donnée ($\Delta T = 300^\circ\text{C}$) est imposée au modèle et un essai de compression (1 MPa) est simulé à la fin du chargement thermique. Un chargement en compression a été choisi pour éviter toute

augmentation de la décohésion lors de l'évaluation du module : un tel épiphénomène était en effet inévitable avec un essai de traction (augmentation de la contrainte de traction radiale à l'interface). Une attention particulière a été portée à la valeur de la pression appliquée afin que celle-ci soit d'intensité suffisamment faible pour ne pas générer un endommagement supplémentaire lors de l'essai et suffisamment forte pour générer une déformation compatible avec la résolution géométrique du code E. F. utilisé.

Les résultats présentés à la Figure IV-24 montrent que le choix du maillage a effectivement une influence significative sur le résultat final. Pour un taux de discrétisation interfaciale donné (rapport entre la taille d'un élément à l'interface et le périmètre de celle-ci), l'écart entre les valeurs de module calculé à partir des deux modèles extrêmes (taux de discrétisation de 0,017 et 0,133) est supérieur à 30%. Au vu de ces résultats, il a été choisi pour la suite de l'étude d'appliquer un taux de discrétisation de 0,033 (maillage offrant le meilleur compromis entre le temps de calcul et la qualité des résultats) à l'interface lorsque l'outil Debond est utilisé dans la simulation.

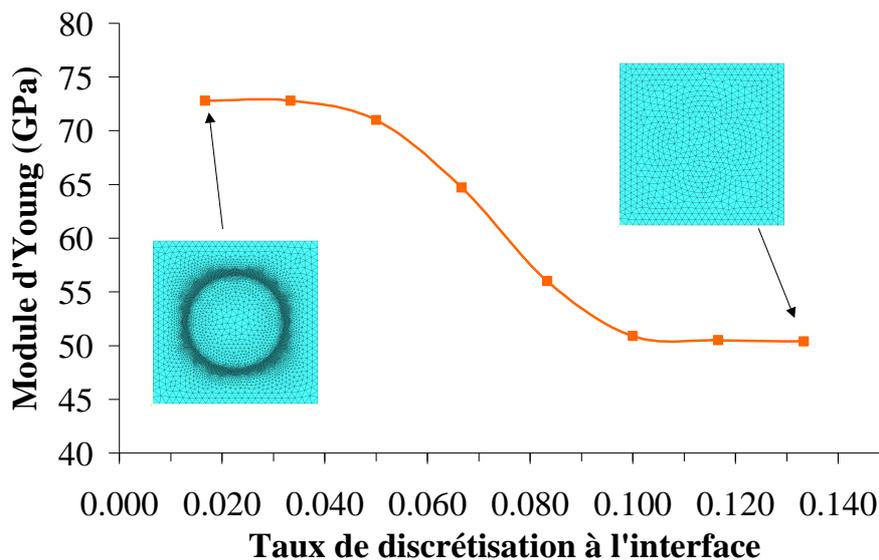


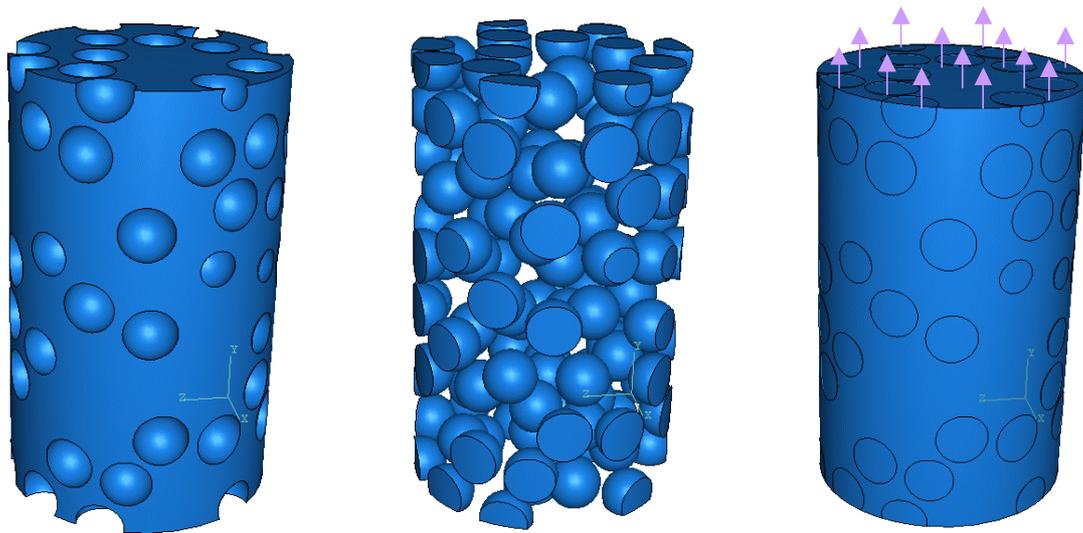
Figure IV-24 : influence du maillage à l'interface matrice/inclusions sur la valeur estimée du module d'Young

III - Module d'Young à température ambiante

III.1 - Matériaux cohésifs

Il a été vu au chapitre III que le contact Tied est bien approprié pour simuler le comportement de matériaux complètement cohésifs. Les modèles numériques en 3D utilisés ici sont constitués de plusieurs inclusions réparties aléatoirement comme le montre la Figure IV-25.

Les valeurs de module d'Young obtenues par les trois techniques (expérimentale, analytique et numérique) ont été reportées sur la Figure VI-26 qui montre que les prédictions analytiques et numériques sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. Par ailleurs, on peut constater que les résultats obtenus avec des représentations multi-inclusions en 3D sont plus proches des résultats du modèle analytique de Hashin que ceux donnés par les modèles mono-inclusion en 2D ou en 3D (Figure IV-19). Les modèles numériques développés sont donc bien adaptés au propos de la présente étude. Les oscillations que l'on constate sur la figure pour les valeurs numériques proviennent du tirage aléatoire des positions des inclusions dans la matrice. En effet, il est possible que les inclusions occupent des positions tendant à accroître (typiquement alignement parallèle à la direction de sollicitation, Figure IV-27.a) ou à abaisser la rigidité du modèle (alignement, perpendiculaire à la direction de sollicitation, Figure IV-27.b).



(a) matrice seule

(b) inclusions seules

(c) matrice + inclusions

Figure IV-25 : exemple de modèle géométrique cohésif (30% vol.) importé dans le code Abaqus

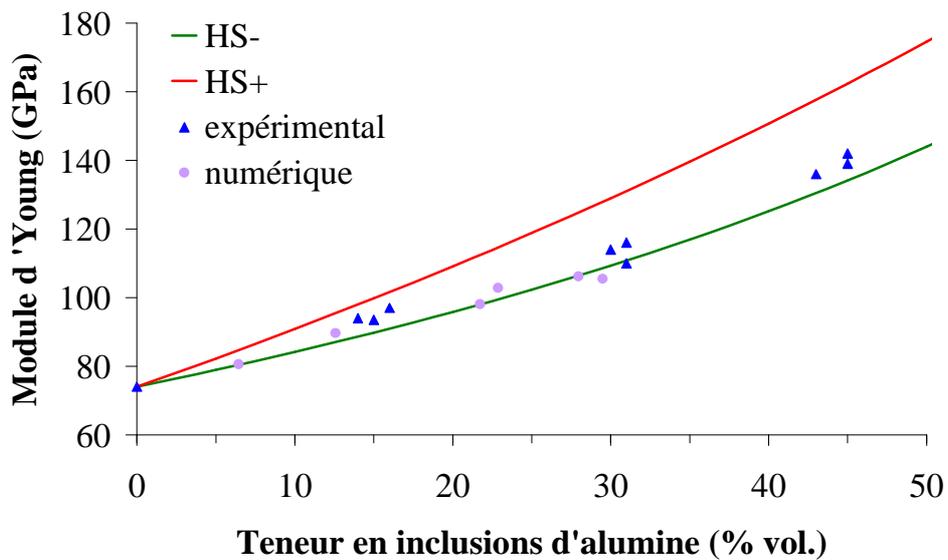


Figure VI-26 : comparaison entre les valeurs de module d'Young à température ambiante issues des approches expérimentale, analytique et numérique pour des échantillons complètement cohésifs

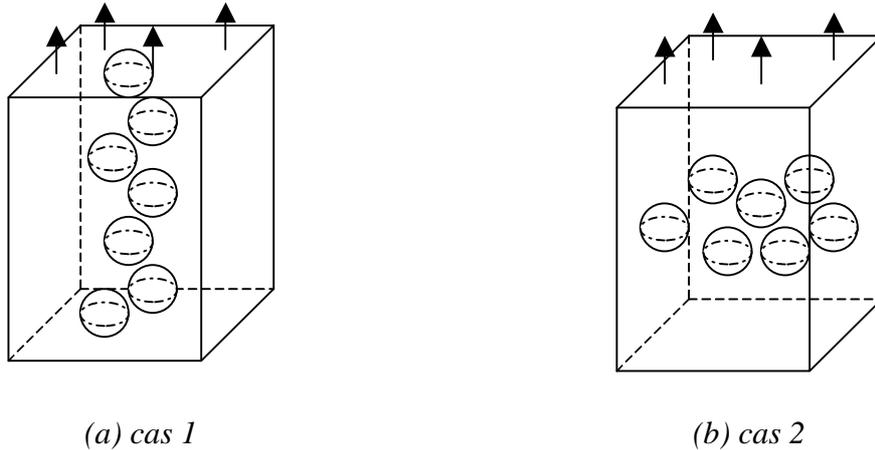


Figure IV-27 : exemple de positionnement des inclusions tendant à accroître ou à abaisser la rigidité de l'échantillon.

III.2 - Matériaux décohésifs

Les modèles géométriques utilisés pour prédire le module d'Young des échantillons partiellement décohésifs sont les mêmes que ceux utilisés précédemment (Figure IV-25) ; au plan numérique, seule la nature du contact aux interfaces matrice/inclusions a été modifiée. Le contact Tied est conservé pour la portion de surface cohésive et le contact maître/esclave est utilisé pour gérer les interactions matrice/inclusions sur la portion de surface décohésive.

Les deux premiers modèles (Cas 1 et Cas 2) décrivent des échantillons ayant un taux de décohésion de 50%. Dans le Cas 1, les décohésions sont toutes orientées perpendiculairement à direction de sollicitation externe (Figure IV-28.a) et dans le Cas 2, elles sont toutes orientées parallèlement à cette direction (Figure IV-28.b). Un troisième modèle (Cas 3) représente un échantillon dans lequel le taux de décohésion est de 25 % (Figure IV-28.c). Enfin, dans un dernier modèle (Cas 4), les cavités matricielles ne sont plus occupées par les inclusions d'alumine afin de décrire un échantillon poreux.

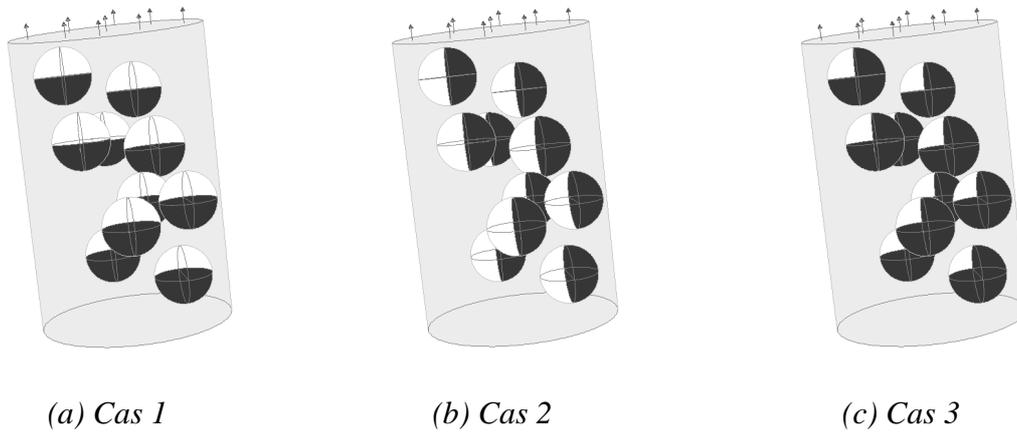


Figure IV-28 : illustration des zones de contact cohésif (en noir) et des zones de contact décohésif (en blanc) considérées pour les modèles numériques multi-objets

La Figure IV-29 montre que les valeurs obtenues par mesures ultrasonores sur des échantillons contenant des inclusions à interfaces partiellement cohésives sont inférieures à celles du modèle prédictif de Hashin et Shtrikman appliqué à un état complètement cohésif (Figure IV-29, HS- cohésif) et supérieures à celles du même modèle appliqué à un état poreux (Figure IV-29, HS+ poreux). De plus, quand le taux de décohésion interfaciale augmente, les valeurs de module d'Young apparent calculées par simulation numérique chutent et tendent vers celles des échantillons poreux. Les résultats numériques pour les éprouvettes poreuses (Cas 4) sont légèrement inférieurs à ceux correspondant à la borne HS+ poreux. Dans les deux cas (Cas 1 et Cas 2, Figure IV-28.a et Figure IV-28.b), 50% des interfaces matrice/inclusions sont cohésives. Les résultats des simulations sont inférieurs aux valeurs expérimentales : il semble alors raisonnable de penser que l'endommagement réel (taux de décohésion) est inférieur à 50%. Par contre, le modèle numérique comportant un taux de décohésion de 25% (Cas 3), conduit à des valeurs de module calculées proches des valeurs mesurées. Ce résultat, important pour la suite de l'étude, permet d'estimer le taux de décohésion effectif des échantillons à température ambiante.

Ces résultats confirment l'influence de la localisation de la zone de décohésion sur la valeur du module d'Young. A titre d'exemple, pour des modèles contenant plus de 20% d'inclusions

et pour lesquels le taux de décohésion est de 50%, le module d'Young varie de plus de 20% en fonction de la localisation de l'endommagement. Cependant, il faut souligner que l'orientation arbitraire imposée dans les modèles virtuels (*Cas 1* et *Cas 2*) ne peut, en aucun, être cas représentative de la réalité de l'échantillon dans lequel l'initiation des décohésions intervient aléatoirement aux interfaces des inclusions (amorçage au voisinage d'un défaut initial présent dans l'échantillon).. Dès lors, on peut penser que les deux modèles précédemment décrits (*Cas 1* et *Cas 2*) peuvent être considérés comme les limites haute (*Cas 2*) et basse (*Cas 1*) encadrant les valeurs du module d'Young apparent de matériaux partiellement cohésifs présentant un taux de décohésion de 50%.

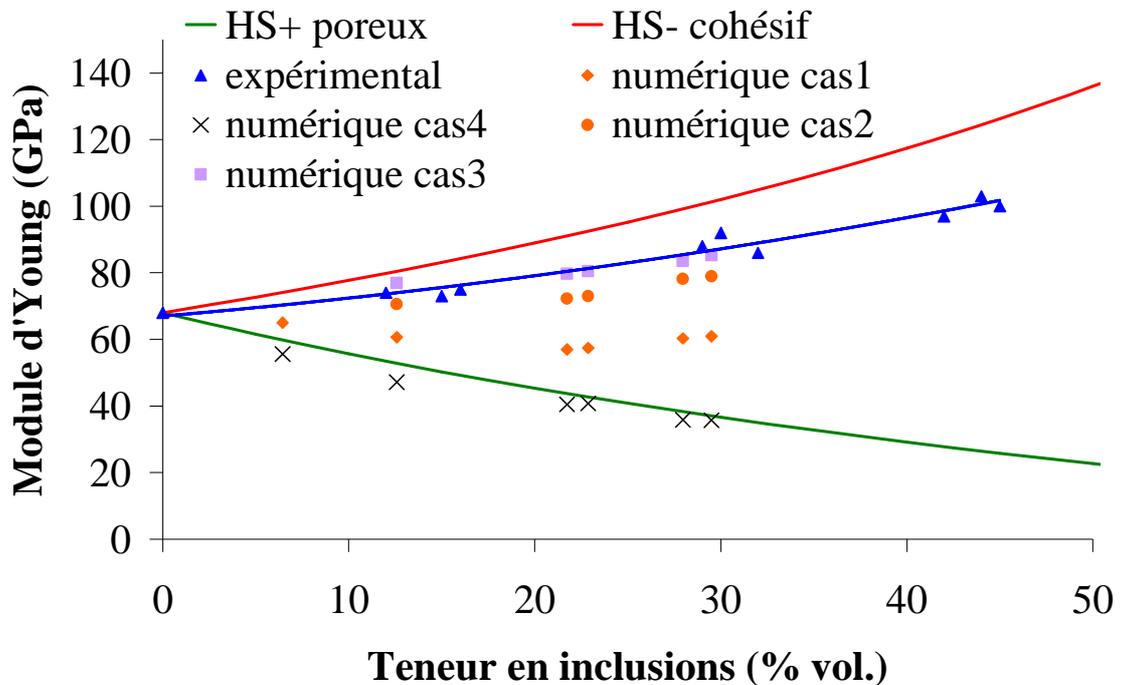


Figure IV-29 : comparaison entre les valeurs de module d'Young à température ambiante obtenues à l'aide des approches expérimentale, analytique et numérique pour des échantillons partiellement cohésifs

IV - Module d'Young en fonction de température

IV.1 - Matériaux cohésifs

L'estimation du module en température a été effectuée à partir de modèles numériques mono-inclusion dont la teneur est voisine de 30% vol. La gestion des interfaces est assurée par un contact de type Tied. Au Chapitre II, l'influence de la température sur le module d'Young de chacun des constituants des matériaux modèles a été caractérisée. Pour traduire aussi fidèlement que possible le comportement de nos échantillons, il est nécessaire de prendre en compte ces résultats dans les modèles numériques des éprouvettes qui vont subir des sollicitations thermiques.

La Figure IV-30 illustre les résultats obtenus pour un échantillon contenant 30% d'inclusions en volume. Sur la première partie de la courbe (de T_{amb} jusqu'à T_g), le module d'Young décroît très faiblement. L'écart entre les valeurs expérimentales et les valeurs analytiques est de l'ordre de 2% et il reste inférieur à 4% entre les valeurs expérimentales et les valeurs numériques dans cette gamme de température. Au-delà de T_g , la matrice vitreuse voit son module d'Young décroître plus rapidement. L'écart entre les valeurs expérimentales et celles données par les modèles prédictifs augmente pour atteindre 9% à 900°C.

Dans tous les cas, les outils de prédiction (analytique et numérique) permettent une bonne estimation de l'évolution du module d'Young pour des échantillons biphasés présentant un accord dilatométrique entre les deux phases.

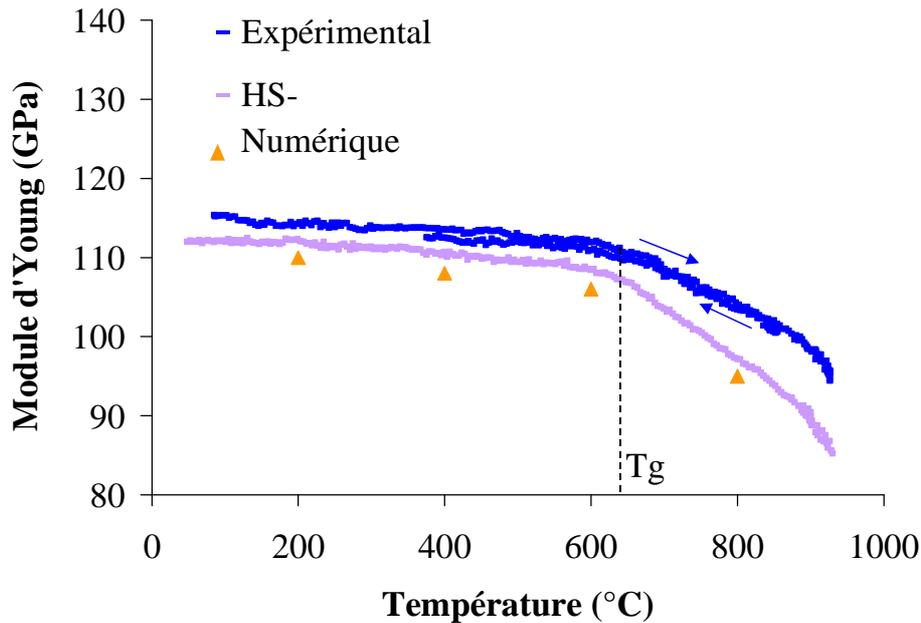


Figure IV-30 : comparaison des valeurs prédictives (analytiques et numériques) et expérimentales du module d'Young apparent pour un échantillon contenant une teneur en inclusions de 30% en volume.

IV.2- Matériaux décohésifs

IV.2.1 - Matériaux mono-objet

Comme dans le cas précédent, nous avons traité dans une première approche le cas simple d'une structure mono-objet. Pour l'étude des propriétés d'élasticité en fonction de la température, nous utilisons plusieurs modèles faisant intervenir différents outils de contact (Tied et maitre/esclave) et l'outil Debond. Ce dernier permet de faire propager une fissure initiale selon une direction pré-définie (Figure IV-31). Le critère choisi pour gouverner la propagation est le niveau de contrainte calculé en front de fissure à une distance d de celui-ci. L'inconvénient de cette approche simplificatrice est de ne considérer qu'une seule inclusion et, par conséquent, une seule décohésion dont le point d'amorçage aura une forte influence sur les résultats obtenus. De plus cette étude ne traite que de la phase de refroidissement de l'échantillon. Ce choix a été motivé en un premier lieu par des raisons physiques et

techniques. En effet, l'outil Debond ne peut traiter que des problèmes évoluant d'un état « boutonné » vers un état « déboutonné » ; en aucun cas, il n'est capable de « reboutonner » un système initialement ouvert.

L'étude de ce problème, dont le point de départ est la température T_g , a été décomposée en trois étapes :

❖ montée en température

Au-delà du T_g l'échantillon est supposé dans un état complètement cohésif d'où l'utilisation d'un contact Tied entre la matrice et l'inclusion pour gérer le contact lors de la montée en température.

❖ descente en température (de T_g à T_C)

Au début du refroidissement, l'échantillon est dans un état complètement cohésif et l'outil Tied est donc conservé pour gérer le contact. La baisse de température génère à l'interface des contraintes de traction dont l'intensité augmente progressivement avec la baisse de la température et le calcul est arrêté dès que la contrainte maximale atteint la résistance à la rupture du verre (45 MPa). Il est ainsi possible d'estimer la température T_C à laquelle s'initie la décohésion ;

❖ descente en température (de T_C à T_{ambiante})

A partir de T_C , la décohésion à l'interface est supposée effective. Pour traduire cet endommagement, une fissure de faible dimension est introduite dans le modèle numérique et la gestion du contact entre la matrice et l'inclusion est assurée par l'outil Debond. Ensuite, la fissure se propage le long de l'interface en fonction du niveau de contrainte existant à la distance d du front de fissure.

Le module d'Young a été estimé par un essai de compression virtuel (1MPa), réalisé à différentes températures.

La Figure IV-32 présente les résultats expérimentaux, analytiques et numériques pour un échantillon contenant 30% vol. d'inclusions. Quelle que soit la méthode utilisée (expérimentale, analytique ou numérique), on constate lors du refroidissement que, sur la plage s'étendant des hautes températures jusqu'à T_g , le module d'Young varie linéairement avec la température. Dans la gamme de température comprise entre T_g et T_C , le module est stable. Le niveau de contrainte calculé reste inférieur à la contrainte à la rupture qui est atteinte pour $T_C = 300^\circ\text{C}$. En dessous de T_C la baisse de module résulte de l'amorçage et de la propagation de la décohésion à l'interface.

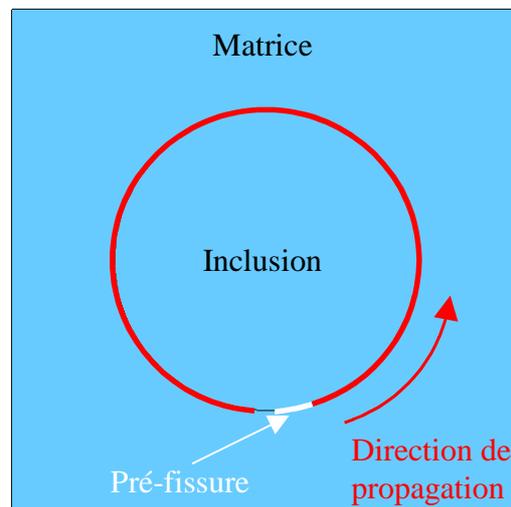


Figure IV-31 : illustration du modèle numérique mono-inclusion utilisé pour l'étude du module d'Young en fonction de la température.

Les résultats numériques obtenus décrivent bien l'allure du comportement en température du module d'Young (Figure IV-32). L'écart par rapport aux valeurs expérimentales peut s'expliquer par la représentation en 2D ainsi que par l'utilisation d'une inclusion unique où la pré-fissure a été placée dans la situation la plus critique (chute rapide du module). L'écart maximal est de l'ordre de 5% par rapport aux valeurs expérimentales. Le modèle analytique de Hashin décrit bien la partie cohésive ($T > T_g$) ; en revanche, dans le domaine des basses

températures, dès que l'endommagement de l'échantillon se manifeste, le modèle analytique, qui n'est pas en mesure de prendre en compte la décohésion, conduit à des valeurs différentes des résultats expérimentaux et numériques. Ainsi, malgré sa « simplicité », le modèle mono-inclusion rend compte assez fidèlement de l'évolution du module d'Young lors du refroidissement.

L'analyse séquentielle des incréments de temps successifs de la simulation numérique permet d'identifier l'instant à partir duquel la décohésion se propage dans le second modèle. Lorsqu'un nœud est « déboutonné » nous avons imposé au calcul de prendre en compte une valeur faible ($t = 10^{-4}$ s) pour le pas de temps suivant. Ce choix a pour objet de faciliter la convergence du calcul en permettant, à chaque « déboutonnage », de limiter les grands déplacements qu'induirait un grand pas de temps. De cette analyse, il ressort que le premier « déboutonnage » se produit très rapidement ($\Delta T < 10^\circ\text{C}$).

Les valeurs de module calculées pour $T = T_C$ à partir du modèle cohésif (Tied) et du modèle décohésif (Debond) sont identiques (écart de 0,02%). La taille de la préfissure introduite dans le modèle décohésif est suffisamment faible pour ne pas modifier les propriétés d'élasticité.

L'inconvénient lié au passage du modèle cohésif (Tied) au modèle décohésif (Debond) pour $T = T_C$ est la perte des informations de type déplacements et contraintes. En effet, la contrainte en début de calcul dans le modèle décohésif est nulle. Cet inconvénient n'a pourtant pas une grande influence sur les résultats puisque l'introduction de la pré-fissure favorise localement l'augmentation de la contrainte en front de fissure. Dès lors la démarche mise en place semble acceptable.

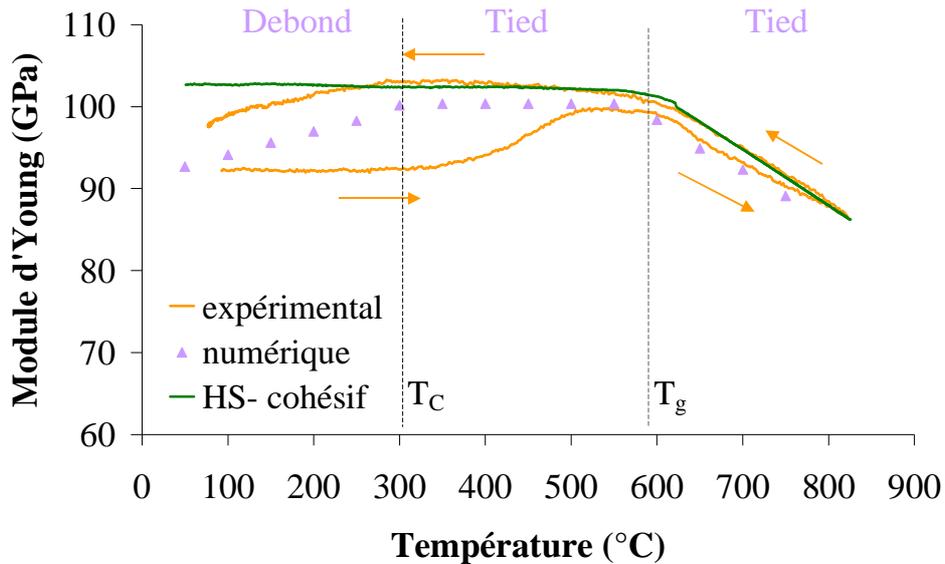


Figure IV-32 : comparaison des valeurs calculées (analytiques et numériques) et mesurées du module d'Young apparent en fonction de la température pour un échantillon contenant une seule inclusion correspondant à une teneur de 30% en volume.

IV.2.2 - Matériaux multi-objets

Cette seconde approche tend à être plus proche du cas réel où, a priori, les fissures vont s'amorcer aléatoirement (en fonction des défauts présents au voisinage de l'interface). Le modèle, basé sur la répétition du motif mono-inclusion précédent, est composé de plusieurs inclusions dont les zones pré-fissurées (gérées par l'outil Debond) ont été réparties de manière « aléatoire » (Figure IV-33). Le calcul numérique comporte quatre étapes : les trois étapes décrites au paragraphe précédent et une quatrième qui traite de la montée en température de la température ambiante (T_{ambiante}) jusqu'aux hautes températures. Cette dernière étape fait suite à la descente en température de T_c à T_g . A la fin du refroidissement ($T=T_{\text{ambiante}}$), une remontée en température est simulée, au cours de laquelle le contact interfacial est toujours gouverné par l'outil Debond qui, dans ce cas, se comporte comme un contact maître/esclave standard. Comme précédemment, le module d'Young est estimé par un essai de compression.

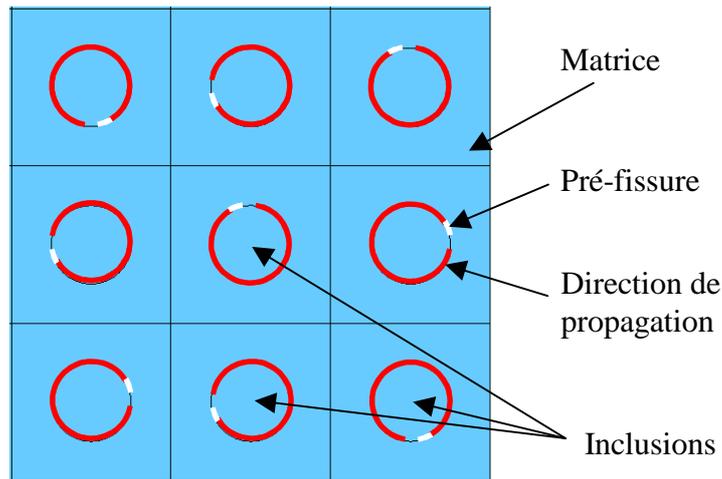


Figure IV-33 : illustration du modèle numérique multi-inclusion avec répartition « aléatoire » des pré-fissures utilisé pour l'étude du module d'Young en fonction de la température.

Au refroidissement, pour $T > T_g$, les résultats des modèles multi-inclusions, représentés à la Figure IV-34 sont similaires à ceux des modèles mono-inclusion de la Figure IV-32 ; en revanche, pour la gamme des basses températures, les résultats diffèrent de ceux obtenus avec la représentation mono-objet. Dans la phase de décroissance du module d'Young, les valeurs obtenues avec les modèle multi-inclusions sont plus proches des valeurs expérimentales obtenues par mesures ultrasonores (écart maximal inférieur à 3% par rapport aux valeurs expérimentales). Ce résultat était prévisible puisque la configuration décrite à la Figure IV-31 est le cas le plus critique. Le recours au modèle multi-inclusions permet de placer volontairement les décohésions dans la position la plus critique (4 inclusions) et la plus favorable (5 inclusions).

Lors de la montée en température, les valeurs de module d'Young calculées restent sensiblement constantes jusqu'à 100°C puis elles augmentent (traduisant la fermeture progressive des décohésions). Toutefois, cette remontée est plus rapide que celle observée expérimentalement et le "plateau" est atteint aux environs de 300°C contre 600°C. Cette différence est strictement imputable à la perte des informations de type déplacements et contraintes lors du passage du modèle cohésif (Tied) au modèle décohésif (Debond) pour

$T = T_C$ au refroidissement, qui conduit inévitablement à définir T_c (ici égal à 300°C) comme l'état de contrainte nulle alors que celui serait plus situé expérimentalement autour de T_g (ici égal à 600°C). Ce dernier résultat met en évidence les limites de la démarche adoptée pour décrire un cycle thermique complet mais permet toutefois de retrouver une évolution du module d'Young en forme de boucle d'hystérésis, rejoignant ainsi qualitativement les observations expérimentales.

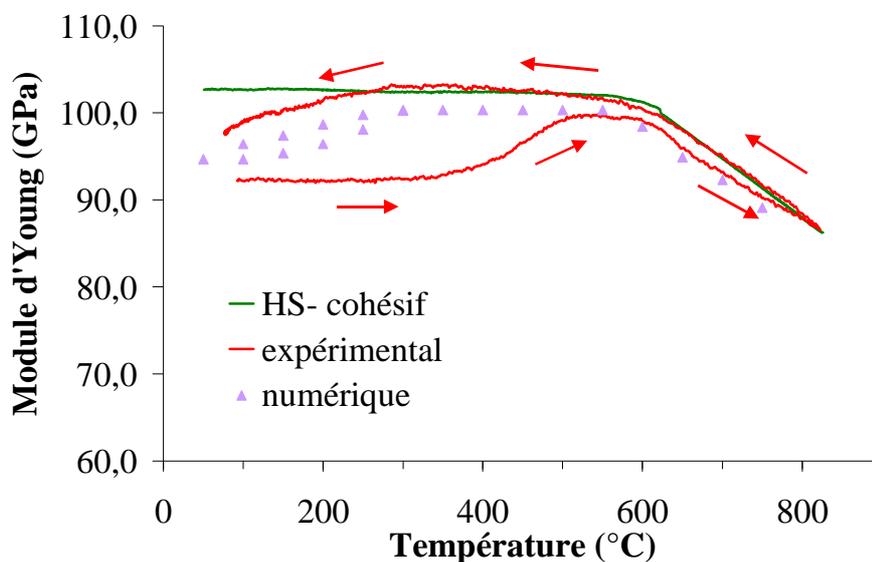


Figure IV-34 : comparaison des valeurs calculées (analytiques et numériques) et mesurées du module d'Young apparent en fonction de la température pour un échantillon contenant plusieurs inclusions correspondant à une teneur de 30% en volume.

V - Conclusion

Dans cette partie de l'étude, un certain nombre de résultats a été décrit et commenté. Au chapitre II, deux types de fissures inattendues avaient été observés dans les échantillons partiellement décohésifs : les premières, médianes entre deux inclusions proches et les

secondes, circonférentielles, à proximité des inclusions. Pour comprendre l'origine de ces fissures nous avons utilisé des modèles numériques car les modèles analytiques permettant de calculer la contrainte au voisinage d'une particule isolée dans une matrice prédisent systématiquement un maximum de contrainte à l'interface matrice/inclusion. Ces artefacts ne pouvant être liés qu'au procédé, nous avons choisi de simuler l'étape de pressage puis celle de refroidissement post-frittage dont on sait qu'elle peut générer des contraintes résiduelles non négligeables. Les simulations réalisées montrent que l'étape de compactage crée des hétérogénéités de compacité dans le matériau cru, liées, en particulier, à la présence des inclusions. Après frittage, les zones peu compactées, présenteront vraisemblablement une porosité plus importante que le reste de l'échantillon et, par conséquent, des propriétés mécaniques (comme la contrainte à rupture) plus faibles. Lors du refroidissement post-frittage, le niveau de contrainte résiduel augmente avec la baisse de la température de l'échantillon ; lorsqu'il devient égal à la contrainte à la rupture des zones les moins denses, les fissures médianes se développent et se propagent jusqu'à ce qu'elles atteignent des zones plus compactes de l'échantillon. Ces hypothèses sont qualitativement confirmées par les résultats des simulations numériques et ceux d'une série d'essais en nano-indentation sur les zones supposées faiblement densifiées.

Plusieurs études préliminaires ont également été réalisées pour juger de la pertinence des modèles utilisés dans ce travail. Par commodité, il est courant en simulation de travailler en 2D ; cependant, dans notre cas, l'analyse en 2D n'est qu'approchée dans la mesure où elle décrit un motif supposé infini de part et d'autre du plan et représente donc une matrice parallélépipédique contenant en son centre une inclusion cylindrique et non sphérique. Toutefois, cette approximation n'est pas critique dans la mesure où elle n'induit qu'un écart assez faible avec les modèles 3D (< 8%). Ce problème de représentativité se retrouve pour les

modèles décohésifs où la fissure réelle, en forme de calotte sphérique, est remplacée par une surface cylindrique concave.

La dernière étude préliminaire présentée dans ce chapitre porte sur l'impact du maillage sur les modèles numériques utilisant l'outil Debond pour faire propager une fissure pré-existante dans une direction donnée. Cet outil étant basé sur le « déboutonnage » des nœuds d'interface pour un niveau de contrainte défini, le maillage joue un rôle prépondérant sur la qualité des résultats : un maillage grossier aura tendance à accélérer l'ouverture de l'interface.

Une fois ces pré-études achevées, nous avons appliqué les modèles retenus à la prédiction de l'évolution du module d'Young de nos matériaux modèles. Ce sujet a été traité en deux volets : le premier porte sur les mesures à température ambiante et le second sur celles en fonction de la température. Dans les deux cas nous avons étudié les deux familles de matériaux modèles : échantillons complètement cohésifs et échantillons partiellement décohésifs.

A température ambiante, les résultats analytiques (borne inférieure de Hashin), numériques et expérimentaux sont confondus pour les matériaux complètement cohésifs : ce constat a permis de valider la bonne qualité de nos modèles numériques. Pour les échantillons partiellement décohésifs, le modèle analytique est inutilisable puisqu'il ne peut prendre en compte l'endommagement lié à la décohésion. En revanche, les résultats obtenus avec les modèles numériques sont proches des valeurs expérimentales, ce qui nous a permis de conclure qu'à température ambiante les échantillons présentent un taux de décohésion d'environ 25%.

Un travail similaire a ensuite été effectué en faisant varier la température pour des échantillons complètement cohésifs et partiellement décohésifs. Pour les éprouvettes cohésives, la confrontation des résultats des modèles numériques et analytiques avec les valeurs expérimentales a permis d'observer un bon accord entre ces trois techniques. L'allure

du comportement au refroidissement révélé par les mesures ultrasonores a pu être reproduite en simulation numérique : bien que les résultats soient légèrement plus faibles l'allure générale est relativement bien décrite. Le modèle analytique n'est ici applicable que dans la gamme de températures (hautes températures) où les échantillons sont dans un état cohésif.

En revanche, la simulation de la montée en température n'a pas pu être correctement décrite à cause de la démarche mise en place à partir de l'outil Debond pour décrire le refroidissement.

Malgré cela, le cycle thermique simulé a permis de décrire une évolution du module d'Young sous la forme d'une boucle d'hystérésis comme dans le cas des essais expérimentaux.

L'amélioration des modèles numériques devraient permettre l'obtention de meilleurs résultats (en particulier lors de la montée en température) et ainsi de s'approcher du cas réel.

Références bibliographiques du chapitre IV

- [1] A. G. Evans, Structural reliability: a processing-dependent phenomenon, *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 65, 1982, 127-137.
- [2] P. Boch, *Matériaux et Processus Céramiques*, Hermès Science, Paris, 2001, pp. 109-139.
- [3] T. Chartier, T. Gervais, L. Chermant, J. L. Chermant, M. Coster, Effect of powder processing on microstructure of zirconia during sintering, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 10, 1992, 299-305.
- [4] S. Mei, J. Yang, J. M. F. Ferreira, Cordierite-based glas-ceramics processed by slip casting, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 21, 2001, 185-193.
- [5] A. G. Evans, Considerations of inhomogeneity effects in sintering, *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 65, 1982, 497-501.
- [6] G. W. Scherer, Sintering with rigid inclusions, *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 70, 1987, 719-725.
- [7] M. N. Rahaman, L. C. Jonghe, Effect of rigid inclusions on the sintering of glass powder compacts, *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 70, 1987, C348-C351.
- [8] W. Hong, L. R. Dharani, Pressurless sintering of a ceramic matrix with multiple rigid inclusions: Finite Element Model, *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 78, 1995, 1593-1600.
- [9] A. R. Boccaccini, E. A. Olevsky, Processing of platelet-reinforced glass matrix composites: effect of inclusions on sintering anisotropy, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 96, 1999, 92-101.
- [10] C. H. Hsueh, P. F. Becher, E. Y. Sun, Analyses of thermal expansion behaviour of intergranular two-phase composites, *JMS*, vol. 36, 2001, 255-261.
- [11] L. Dean-Mo, E. Jenny Winn, Microstresses in particulate-reinforced brittle composites, *JMS*, vol. 36, 2001, 3487-3495.
- [12] C. H. Hsueh, P. F. Becher, Residual thermal stresses in ceramic composites. Part II: with short fibers, *Materials Science and Engineering*, vol. A212, 1996, 29-35.

- [13] B. Lauke, T. Schüller, W. Beckert, Calculation of adhesion strength at the interface of a coated particle embedded within matrix under multiaxial load, *Computational Materials Science*, vol. 18, 2000, 362-380.
- [14] J. Tirosh, W. Nachlis, D. Hunston, Strength behaviour of toughened polymers by fibrous (or particulate) elastomers, *Mechanics of Materials*, vol. 19, 1995, 329-342.
- [15] M. Yu. Bal'shin, Relation of mechanical properties of powder metals and their porosity and the ultimate properties of porous metal-ceramic materials, *Doklady Akad. Sci. USSR*, vol. 67, 1949, 831-334.
- [16] W. Duckworth, Discussion of Ryshkewich paper, *Journal of the American Ceramic Society*, vol 36, 1953, 68;
- [17] J. B. Wachtman, *Journal of the American Ceramic Society*, vol 46, 1967, 756.
- [18] R. M. Spriggs, Expression for effect of porosity on elastic modulus of polycrystalline refractory materials, particularly Aluminium Oxide, *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 44, 1961, 628.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

La prédiction du comportement thermomécanique des réfractaires, matériaux hétérogènes par excellence, se révèle une tâche généralement délicate, compte tenu de leur microstructure complexe. Ce problème a pu être abordé de façon plus simple en étudiant des matériaux modèles biphasés en lieu et place de ces réfractaires. En s'intéressant plus particulièrement à l'évolution du module d'Young avec la température, le rôle des changements microstructuraux a été étudié. Les résultats expérimentaux obtenus avec des réfractaires industriels montrent que l'évolution du module d'Young en fonction de la température est caractérisée par une boucle d'hystérésis, révélatrice d'un endommagement d'origine thermique lié aux différentiels de dilatation entre les phases. Des modèles analytiques et numériques ont été exploités et les résultats auxquels ils conduisent ont été comparés aux valeurs expérimentales.

Deux types de matériaux ont été élaborés : les uns à interfaces matrice/inclusions cohésives ($\Delta\alpha \approx 0$), les autres à interfaces matrice/inclusions décohésives ($\Delta\alpha \neq 0$, $\alpha_{\text{matrice}} < \alpha_{\text{inclusion}}$). La première famille ayant été largement étudiée dans le cadre d'une étude précédente, nous avons essentiellement porté notre attention sur la seconde. Néanmoins, les résultats obtenus ici dans le cas des matériaux cohésifs sont, tant au plan analytique que numérique, en bon accord avec ceux trouvés antérieurement.

Conformément aux prévisions analytiques et numériques, des décohésions ont été observées aux interfaces matrice/inclusions dans les échantillons décohésifs. Toutefois, deux autres types d'endommagement inattendus ont été mis en évidence dans la matrice :

- ❖ des fissures médianes entre deux inclusions voisines, dont nous avons attribué l'origine à la non-uniformité du pressage de la pièce crue qui entraîne dans les zones concernées des domaines de plus faible compaction, et donc de moindre résistance ;

Conclusion générale

- ❖ des fissures circonférentielles autour des inclusions, dont nous avons montré qu'elles sont induites par l'initiation et la propagation de la décohésion interfaciale.

Une étape de post frittage par thermocompression permet néanmoins d'améliorer la densité globale des échantillons et de résorber partiellement ces deux types de défauts inattendus.

Afin de modéliser, par la méthode des éléments finis, le comportement des matériaux biphasés élaborés, la mise en œuvre d'outils de contact capables de relier les phases matricielle et inclusionnaire s'est avérée incontournable. Une part importante de ce travail a donc été consacrée au test des différents outils disponibles dans le code E. F. Abaqus afin d'en retenir les plus pertinents. Pour les matériaux cohésifs, il s'agit de traduire l'absence d'endommagement d'origine thermique, quelle que soit la température. Cette préoccupation a été prise en compte par l'utilisation du contact Tied qui permet d'établir un contact permanent parfaitement adapté à la description de cohésion aux interfaces. Dans le cas des matériaux décohésifs, deux outils ont été retenus :

- ❖ *à température ambiante*, le contact est géré par un outil Tied pour la partie cohésive de la surface matrice/inclusions et par un outil Maître/Esclave de type Hard Contact classique pour la portion de surface décohésive ;
- ❖ *lorsque la température varie*, le contact doit autoriser l'ouverture et/ou la fermeture des décohésions. L'outil retenu est un de ceux généralement utilisés pour faire propager une fissure (Debond), le critère d'ouverture/fermeture étant basé sur la valeur de contrainte calculée en front de fissure.

Les différentes études menées sur des modèles mono ou multi-objets en 2D ou en 3D ont montré que :

pour les matériaux cohésifs :

- ❖ les résultats expérimentaux, analytiques (borne inférieure de Hashin et Shtrikman) et numériques sont en bon accord quelle que soit la température ;

pour les matériaux décohésifs :

- ❖ le taux de décohésion à température ambiante est voisin de 25% ;
- ❖ les modèles prédictifs analytiques ne sont plus utilisables lorsque l'endommagement se développe (à partir de T_c lors du refroidissement) ;

- ❖ les prédictions numériques sont en bon accord avec les résultats expérimentaux depuis les hautes température jusqu'à la température ambiante ;
- ❖ l'outil Debond permet de décrire assez fidèlement la chute des propriétés d'élasticité lors du refroidissement (de T_c à T_{ambiante}) ;
- ❖ le comportement d'hystérésis observé expérimentalement ne peut pas, pour l'instant, être complètement décrit par l'outil Debond.

Un nouvel outil dénommé Virtual Crack Closure Technique (VCCT) a été récemment introduit dans le code Abaqus. Il s'agit d'une technologie originale d'analyse, dédiée aux utilisateurs de composites à hautes performances, en particulier ceux travaillant dans le domaine de l'aéronautique. Cet outil permet de simuler la délamination d'un composite, d'identifier le chargement maximal à partir duquel les fissures s'initient et de prédire le comportement de la structure lorsque les fissures se propagent. Il semble utilisable pour traiter la rupture d'interfaces fragiles simulant la décohésion dans un matériau multiphasé.

Un des avantages du VCCT, par rapport au Debond, serait de pouvoir initier la ou les première(s) fissure(s) et ainsi, sans doute, de décrire l'hystérésis du module d'Young observé expérimentalement sur les matériaux modèles décohésifs. Au plan pratique, son utilisation permettrait donc de n'avoir recours qu'à un seul outil pour décrire un cycle thermique complet (montée et descente).

Les études entamées au laboratoire pour faire suite à ce travail feront donc appel aux ressources de ce nouvel outil prometteur.

Annexes

Annexes

Annexe I : coefficient de dilatation thermique

La thermodilatométrie consiste à mesurer la variation de longueur d'une éprouvette massive parallélépipédique dans une direction donnée en fonction de l'évolution de la température. Cette technique permet de déterminer le coefficient de dilatation thermique pour une gamme de température donnée et d'obtenir des informations sur des phénomènes physico-chimiques (par exemple : points caractéristiques pour un verre). Le dilatomètre à contact utilisé (ADAMEL, DI24) est constitué d'un four horizontal, d'une canne support en alumine et d'un poussoir également en alumine relié à un capteur de déplacement (Figure A-1). L'acquisition informatisée enregistre les couples de données : température et variation de longueur totale (tige d'alumine + échantillon). Une correction est apportée à ces mesures afin de déduire l'allongement relatif $\Delta L/L_0$ de l'échantillon seul de l'allongement total mesuré. Pour des échantillons massifs, les barreaux ont une longueur de 20 mm et une section de $3 \times 3 \text{ mm}^2$.

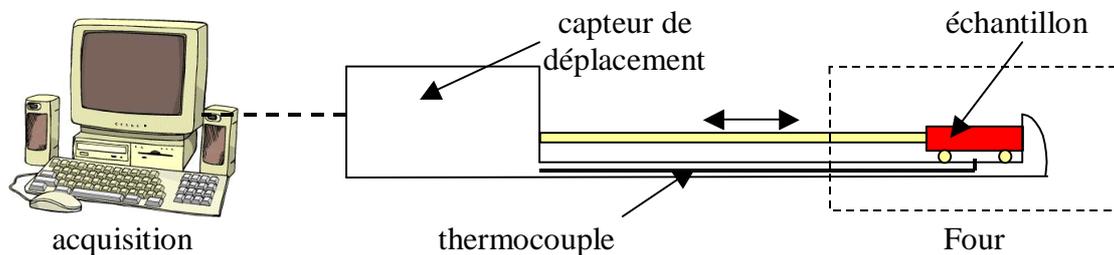


Figure A-1 : dispositif de mesure du coefficient de dilatation thermique

Annexe II : détermination des coefficients de dilatation thermique par la méthode d'Appen [1]

I.1 - Calcul des coefficients partiels

Les coefficients partiels des oxydes sont récapitulés dans le Tableau ci-dessous.

Al ₂ O ₃	-30	B ₂ O ₃	Variable ⁽²⁾
SiO ₂	38- ([NSiO ₂]-67) ⁽¹⁾	PbO	Variable ⁽³⁾
CaO	130	TiO ₂	30-1,5x([NSiO ₂]-50) ⁽⁴⁾
MgO	60	ZrO ₂	-60
K ₂ O (siR20=K ₂ O)	425	SnO ₂	-45
K ₂ O (siR20=K ₂ O+Na ₂ O)	465	SrO	160
Na ₂ O	395	Li ₂ O	270
ZnO	50	BaO	200

Certains de ces coefficients sont fixes et d'autres (comme SiO₂, B₂O₃, PbO et TiO₂) dépendent de la composition du verre.

(1) Le coefficient partiel de la silice dépend du nombre de moles dans la formule molaire.

(2) Pour le bore, le calcul est plus complexe. Il faut tout d'abord calculer un rapport d'oxydes :

$$R = (N_{M20} + N_{M0} - N_{Al2O3}) / N_{B2O3}$$

où N_{M20} désigne la somme des pourcentages molaires des oxydes de type M₂O (K₂O, Na₂O, Li₂O), N_{M0} la somme des pourcentages molaires des oxydes de type M₀ (BaO, CaO, etc...) et N_{Al2O3} le pourcentage molaire d'alumine et N_{B2O3} celui d'oxyde de bore.

La valeur du coefficient partiel à considérer pour B₂O₃ dépend de la valeur du rapport R : si R est supérieur ou égal à 4, le coefficient partiel vaut -50 ; si R est inférieur à 4, le coefficient se calcule par la formule : 12,5x(4-R)-50.

(3) Le calcul du coefficient partiel de PbO dépend de la teneur en alcalins incorporés : si le verre contient très peu d'alcalins, le coefficient vaut 130 ; sinon, il se calcule à l'aide de la relation: 130+5x ([NM20]-3).

[1] A. A. Appen, Chimie du verre, 2nd ED. Leningrad, 1974.

(4) Pour l'oxyde de titane. On calcule en effet la valeur du coefficient partiel grâce à la formule : $30-1,5x$ ($[NSiO_2]-50$).

I.2 - Calcul du coefficient de dilatation

Le calcul du coefficient de dilatation du composé se fait très simplement en multipliant chacun des coefficients partiels avec le pourcentage molaire des oxydes correspondants, en additionnant les résultats et en divisant par 100.

Par exemple, pour le verre Ba dont la composition en pourcentage molaire est :

$SiO_2 = 56\%$, $B_2O_3 = 24\%$, $Al_2O_3 = 13\%$, $BaO = 6\%$, Autres = 1%.

les coefficients partiels d'Appen sont les suivantes :

$SiO_2 = 49$, $B_2O_3 = 3,65$, $Al_2O_3 = -30$, $BaO = 200$,

Le coefficient de dilatation vaut donc :

$$\alpha = (56 \times 49 + 24 \times 3,65 + 13 \times (-30) + 6 \times 200)/100 = 3,6 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$$

Cette méthode permet d'approcher assez précisément le coefficient de dilatation d'un verre donné. Elle permet surtout de prévoir les tendances d'évolution du coefficient de dilatation lorsqu'on souhaite modifier la composition du matériau.

Annexe III : techniques ultrasonores [2, 3, 4]

Ces techniques présentent l'avantage d'être utilisables pour une large gamme de matériaux et de ne laisser aucun dommage sur l'échantillon après la mesure. En particulier, les techniques ultrasonores sont devenues l'un des outils de prédiction privilégié pour le contrôle et l'évaluation des propriétés d'élasticité des matériaux. Pour des matériaux hétérogènes, comme les réfractaires, les techniques ultrasonores permettent de caractériser les propriétés d'élasticité à l'échelle macroscopique du matériau.

Les ondes ultrasonores sont des vibrations mécaniques qui se propagent dans les milieux élastiques à des fréquences supérieures à 20 kHz [5]. Comme toutes les ondes acoustiques, elles constituent un mode de propagation de l'énergie mécanique dans un milieu matériel sans transport de matière. La vitesse de propagation des ondes est directement liée aux propriétés d'élasticité et à la masse volumique du milieu caractérisé.

Pour la détermination du module d'Young, le principe de base des techniques ultrasonores consiste à déterminer la vitesse de propagation des ondes à travers le milieu considéré. Une onde élastique générée par un transducteur (qui reçoit périodiquement une impulsion d'excitation d'un générateur) traverse l'échantillon et le temps qu'il lui faut pour effectuer un aller ou un aller retour (montage émetteur/récepteur) est mesuré. A partir de cette valeur de "temps de vol" on calcule le module d'élasticité du matériau.

I.3 - Mesure ultrasonore à température ambiante en milieu infini

Le transducteur est ici directement en contact avec l'échantillon. Ce contact est assuré par un agent couplant (graisse ou fluide plus ou moins visqueux : résine ou eau).

Dans les méthodes par réflexion, le transducteur ultrasonore joue le rôle d'émetteur et de récepteur (Figure A-2).

[2] W. P. Mason et al., *Physical acoustics: principles and methods* W. P. Mason, Vol. I, Part A (New York and London: Academic Press, 1964).

[3] A. Fouillé et Y. Rocard, *Physique des vibrations à l'usage des ingénieurs* 2eme éd., Paris: Dunod, 1960.

[4] P. Fleury et J.-P. Mathieu, *Vibrations mécaniques, acoustique*, Paris: Eyrolles, 1955.

[5] J. Slizard, *Physical principles of ultrasonic testing*, in *Ultrasonic testing, Non-conventional testing techniques*, Wiley-Interscience Publication, 1982, 1-24.

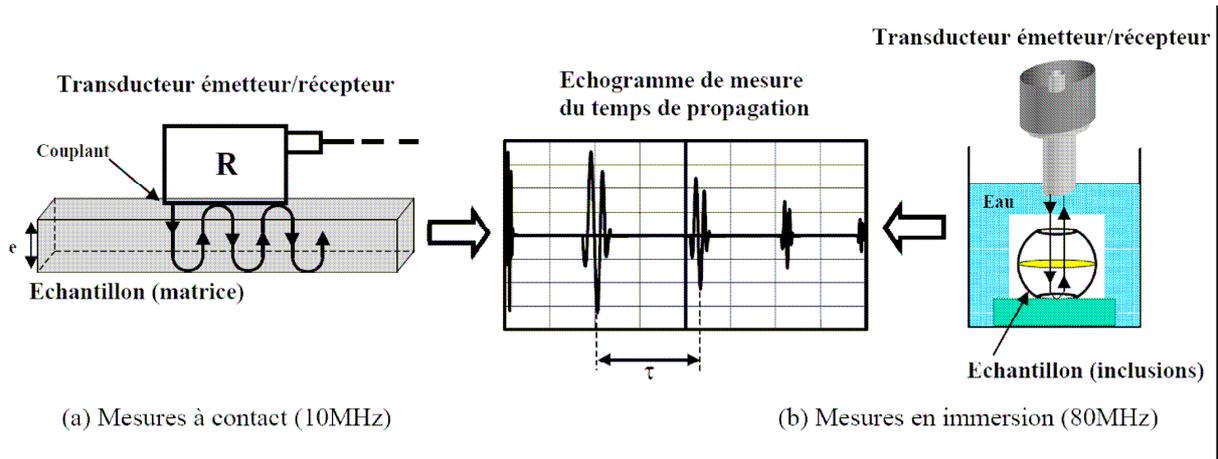


Figure A-2 : principe de la mesure par ultrasons en réflexion

Les réflexions successives de l'onde sur les faces supérieure et inférieure de l'échantillon permettent d'obtenir une succession d'échos d'amplitudes décroissantes. La vitesse de propagation de l'onde ultrasonore en mode longitudinal (V_L) ou transversal (V_T) est alors déterminée à partir du temps de vol (τ) entre deux échos successifs par la relation A-1 dans laquelle le paramètre τ est déterminé par intercorrélation [6].

$$V_i = \frac{2 \cdot e}{\tau_i} \quad \text{A-1}$$

La mesure des propriétés d'élasticité pour des matériaux hétérogènes (dans notre cas : une matrice vitreuse avec des inclusions sphériques d'alumine) est plus délicate avec la technique par réflexion, les échos étant fortement atténués par les inclusions. Une des solutions consiste à travailler à plus basse fréquence (1 MHz) avec deux transducteurs (l'un émetteur, l'autre récepteur) : méthode par transmission. En pratique, on utilise en plus une cale « référence » (ici en plexiglas) pour s'éloigner du champ proche du transducteur. La Figure A-3 illustre le processus utilisé pour déterminer le module d'Young d'un échantillon.

[6] T. Cutard, D. Fargeot, C. Gault, M. Huger, Time delay and phase shift measurements for ultrasonic pulses using autocorrelation methods, *J. Appl. Phys.*, 1994, 75, 1909-1913.

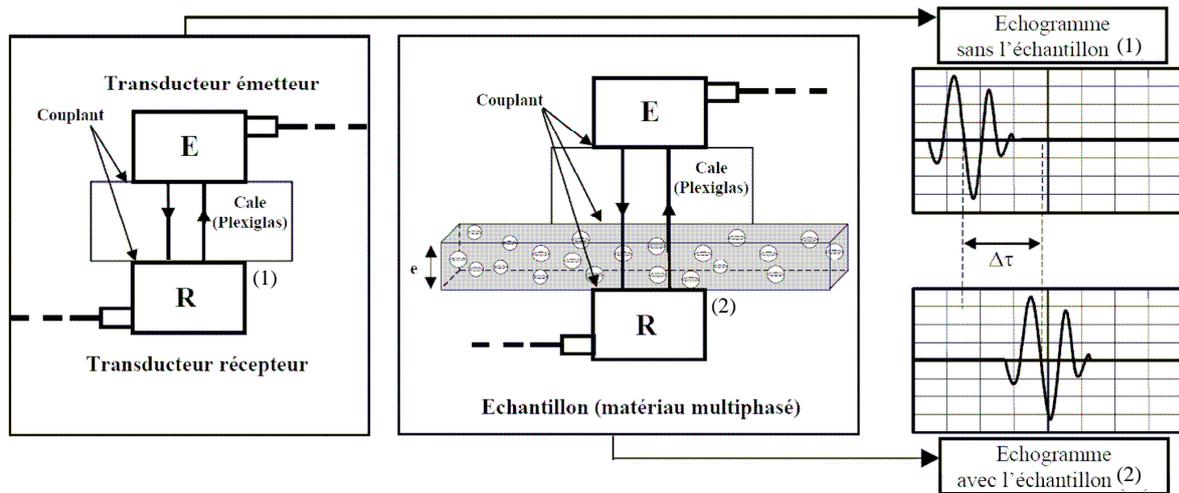


Figure A-3 : principe de la mesure en milieu infini par transmission

La première mesure, appelée « mesure de référence », correspond au signal transmis à travers la cale seule : il en résulte l'échogramme (1) qui peut être considéré comme l'échogramme d'étalonnage. La seconde mesure, qui fait intervenir la cale et l'échantillon, conduit à l'échogramme (2). Une correction doit être apportée à ces deux échogrammes afin de décompter le temps mis pour traverser l'agent couplant. Les vitesses longitudinales (V_L) et transversales (V_T) peuvent être calculées à l'aide de la relation A-2.

$$V_i = \frac{e}{\tau_i} \quad \text{A-2}$$

En milieu infini, les relations A-3 et A-6 permettent de relier les vitesses de propagation aux modules d'élasticité [7] :

$$E_{\text{exp}} = \rho \cdot \frac{(3V_L^2 - 4V_T^2)}{\left(\frac{V_L^2}{V_T^2} - 1\right)} \quad \text{A-3} \quad G_{\text{exp}} = \rho \cdot V_T^2 \quad \text{A-4}$$

$$\nu_{\text{exp}} = \frac{E}{2G} - 1 \quad \text{A-5} \quad k_{\text{exp}} = \rho \cdot V_L^2 - \frac{3}{4} V_T^2 \quad \text{A-6}$$

Ces expressions restent valides tant que les ondes considérées se propagent en milieu infini, c'est-à-dire, lorsque les dimensions transversales d de l'échantillon sont très grandes face à la

[7] M. Huger, Oxydation et endommagement d'origine thermique, évalués par techniques ultrasonores à haute température, de composites SiC/C/SiC non protégés Thèse de Doctorat Université de Limoges, 1992.

longueur d'onde λ . Pour garantir la qualité des résultats, les hétérogénéités contenues dans l'échantillon doivent avoir une taille faible par rapport aux dimensions de l'échantillon et à la longueur d'onde.

Pour des échantillons homogènes ayant une épaisseur suffisante (minimum 3 mm), les mesures de module d'élasticité sont réalisées en réflexion (10 MHz) avec une précision de l'ordre de 2%. En revanche, lorsqu'il s'agit de caractériser des échantillons de petite taille (billes d'alumine de diamètres inférieurs à 2 mm), la qualité des mesures se dégrade, les échos se superposant de plus en plus avec la diminution du diamètre. L'augmentation de la fréquence des ondes acoustiques (80 MHz) permet de dissocier les échos successifs. Pour ces hautes fréquences, les transducteurs disponibles imposent de travailler en immersion dans l'eau. L'équation A-1 permet alors de déterminer la vitesse de propagation en mode longitudinal (ondes de traction-compression, où les directions de vibration et de propagation sont parallèles, Figure A-4.a) ; par contre, dans un milieu liquide peu visqueux (comme l'eau) le mode transverse (ondes de cisaillement où les directions de vibration et de propagation sont perpendiculaires, Figure A-4.b) ne peut pas se propager et il est donc impossible, dans de telles conditions, de déterminer la vitesse de propagation en mode transversal. Or, la détermination des deux constantes d'élasticité E et ν du matériau supposé continu, homogène et isotrope n'est envisageable que si les deux valeurs V_L et V_T sont connues (2 équations pour deux inconnues). Seule une détermination approchée du module d'Young E est alors possible, à partir de la relation A-7, dérivée de l'expression A-3, en postulant la valeur du coefficient de Poisson ν .

$$E_{\text{exp}} = \rho \cdot V_L^2 \frac{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)} \quad \text{A-7}$$

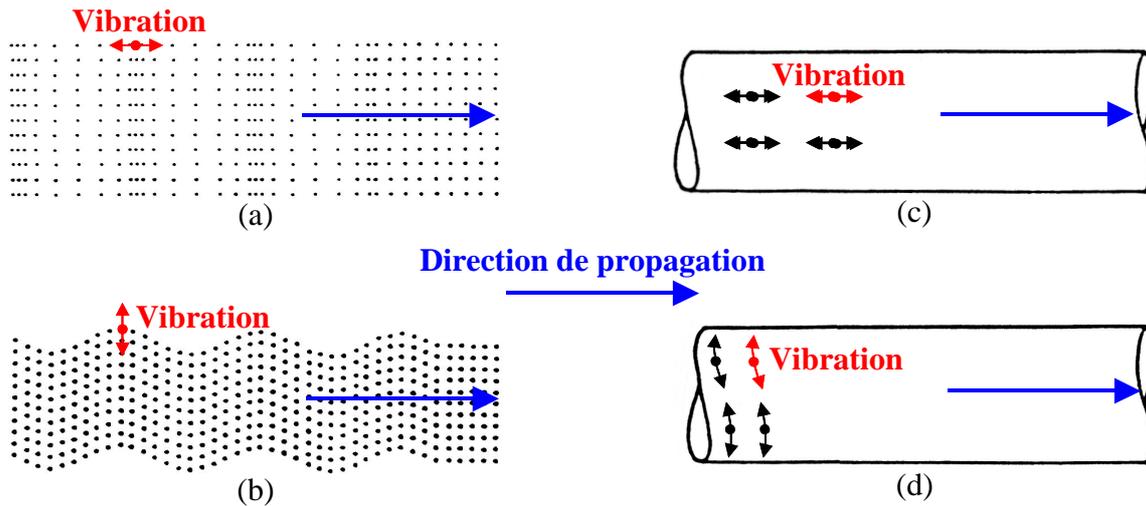


Figure A-4 : principaux modes de propagation des ondes acoustiques dans un milieu continu, ondes longitudinales (a) et transversales (b) dans un milieu infini, ondes longitudinales (c) et de torsion (d) de type "barre longue" dans un milieu borné

I.4 - Mesure ultrasonore en mode barre longue en température

Cette technique, développée au laboratoire, permet de suivre in-situ l'évolution du module d'Young en fonction de la température [8]. La condition essentielle imposée par une configuration de type « barre longue » repose sur les dimensions transversales de l'échantillon, qui doivent être faibles vis à vis de la longueur d'onde λ (rapport $d/\lambda \leq 0,2$). Le dispositif expérimental, inspiré des travaux de Papadakis [9], est présenté sur la Figure A-5. La source ultrasonore est constituée d'un transducteur magnétostrictif, placé en zone froide du système, et excité par un générateur. La propagation de l'onde ultrasonore depuis le transducteur jusqu'à l'échantillon se fait par l'intermédiaire d'un guide d'onde en alumine. Les conditions expérimentales particulières liées à cette technique impliquent le respect de plusieurs impératifs [7] :

- ❖ adaptation d'impédance entre le guide et l'échantillon ;
- ❖ fréquence d'utilisation ;
- ❖ dimensions de l'échantillon ;

[8] M. Huger, D. Fargeot, C. Gault, High temperature measurement of ultrasonic wave velocity in refractory materials, *High Temp. – High Press.*, 2002, 34, 193-201.

[9] E. P. Papadakis, K. A. Fowler, L. C. Lynnworth, Ultrasonic measurements of Young's modulus and extensional wave attenuation in refractory metal wires at elevated temperature with application to ultrasonic thermometry, *J. Appl. Phys.*, 1974, 45, 2409-2420.

❖ section du guide optimale (en fonction de la taille des hétérogénéités).

Afin que l'échantillon puisse être considéré comme homogène, ses dimensions sont ajustées en fonction de la taille de ses plus grosses hétérogénéités. Le couplage entre le guide d'alumine et l'échantillon est assuré par un ciment réfractaire à base d'alumine. La mesure de la vitesse est alors calculée à l'aide de la relation A-1 où e est remplacé par la longueur (L) de l'échantillon et le module d'Young est déterminé à l'aide de la relation A-8.

$$E_{\text{exp}} = \rho \cdot \left(\frac{2L}{\tau} \right)^2 \quad \text{A-8}$$

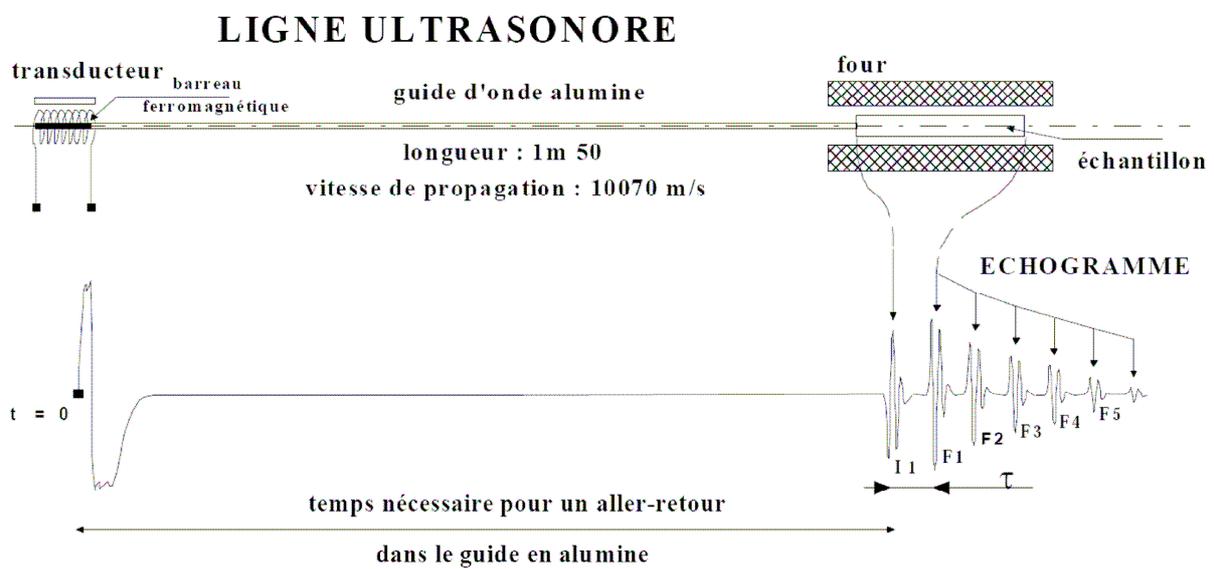


Figure A-5 : schéma de principe de mesure du module d'Young en température (configuration « barre longue »)

Annexe IV : essais d'indentation

I.5 - Essai de microindentation

La notion de dureté est très ancienne ; elle a été introduite en remarquant que certains corps ont la possibilité d'en rayer d'autres : un corps est plus dur qu'un autre s'il peut le rayer. On doit à Mohs (1812) la première échelle de dureté par rayure des minéraux, échelle toujours utilisée par les minéralogistes.

Il est logique d'adopter la même notion au niveau des matériaux en étudiant leur résistance à la pénétration d'un corps dur se déplaçant parallèlement à la surface (scléromètres à rayure), ou perpendiculairement à celle-ci (dispositifs d'indentation). Dans cette dernière catégorie, on peut citer les indenteurs de Brinell (1901), Vickers (1922), Knoop (1939), Rockwell ... La Figure A-6 donne la forme des indenteurs les plus courants.

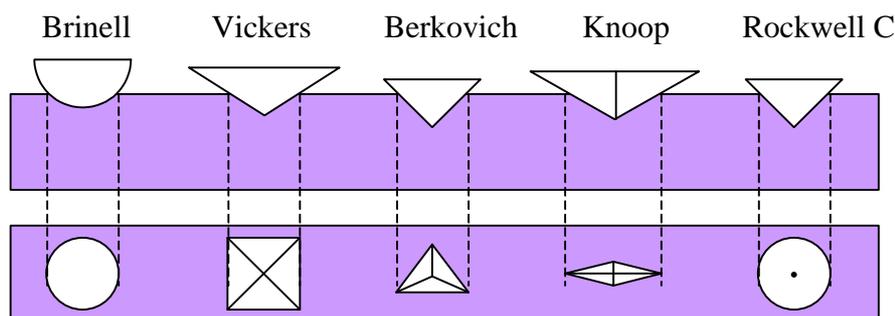


Figure A-6 : principaux indenteurs (vue de face et de dessus)

Contrairement à l'essai de Rockwell qui exprime la dureté en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur et permet donc une mesure directe de la dureté, les essais Brinell, Vickers et Knoop définissent cette propriété comme le quotient de la force exercée sur l'indenteur par l'aire développée de l'empreinte.

$$H = \frac{F}{S} \qquad \text{A-9}$$

Les différentes duretés doivent être considérées comme des nombres sans dimension, rapportés à une échelle spécifique (échelle HB, HV, HR pour, respectivement, les duretés Brinell, Vickers et Rockwell par exemple).

Dans le cas des matériaux étudiés, la dureté est mesurée à partir d'un essai Vickers. Il s'effectue à l'aide d'un indenteur pyramidal à base carrée (angle au sommet α) ; si d est la moyenne des diagonales, l'aire de l'empreinte et la dureté sont calculées à l'aide des relations A-10 et A-11 :

$$S = \frac{d^2}{2 \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \quad \text{A-10}$$

Pour l'essai Vickers normalisé, l'angle au sommet α est égal à 136° , d'où la relation :

$$HV = 0.102 \frac{F}{S} \quad \text{A-11}$$

F est exprimé en Newton, le coefficient 0,102 est dû au changement de système d'unités Vickers (initialement, dans le système MKpS, la force était exprimée en kgf).

En microdureté Vickers, la gamme de charges est de l'ordre de 0,1 N à 10 N. Dans notre étude, le choix de la charge a été guidé par la nécessité de créer des empreintes suffisantes afin de mesurer la dureté de l'alumine et du verre sans pour autant endommager le matériau. La taille des empreintes (environ 25 μm Al_2O_3 et 45 μm verre) est mesurée à l'aide d'un microscope optique. Pour un expérimentateur donné, la reproductibilité des mesures reste raisonnable.

Bien que les mesures de dureté soient considérées comme des essais technologiques, elles fournissent des informations très sensibles sur l'état des matériaux.

I.6 - Essai de nanoindentation

La nanoindentation est une technique de caractérisation mécanique permettant de déterminer, à l'échelle microscopique, la dureté d'un matériau par l'enfoncement d'un indenteur. Cette grandeur, mesurée en continu, est déduite des courbes représentant la charge en fonction du déplacement de l'indenteur au sein du matériau [10] : c'est le rapport entre la charge maximale d'indentation et l'aire du contact projeté. L'échantillon préalablement poli au micron est positionné sur une platine pilotée en déplacement. Les conditions relatives au cycle chargement/déchargement sont définies en fonction de la nature du matériau à caractériser.

[10] W. C. Oliver, Progress in development of a mechanical properties microprobe, *MRS Bull.*, 1986, 15-19.

L'appareil instrumenté utilisé (NanoXP™ commercialisé par la société MTS Instruments) est muni d'un indenteur en diamant de forme pyramidale à base triangulaire de type Berkovich [11]. Les dimensions de l'empreinte (2-5µm de profondeur et environ 8-12µm pour la longueur des diagonales) correspondent à une charge appliquée d'environ 500mN.

[11] W. C. Oliver, G. M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.*, vol. 7, 1564-1586, 1992.

Annexe V : essai de flexion 4 points

Comparé à l'essai de traction, l'essai de flexion présente l'avantage d'utiliser des éprouvettes géométriquement simples (barreaux de section carrée ou rectangulaire), sans dispositif d'amarrage. Cela permet, de tester des matériaux fragiles tels que les bétons, les verres et les céramiques. Il présente également l'avantage d'être souvent plus représentatif des conditions d'utilisation des matériaux. Par contre, c'est un essai qui ne permet pas d'atteindre la rupture des matériaux ductiles, car il n'aurait plus de signification physique au-delà d'une certaine flèche (d) : les formules ne seraient plus exploitables (contraintes, allongements, etc.) du fait de la trop grande courbure atteinte par l'éprouvette. Les contraintes normales varient linéairement en fonction de la distance à la fibre neutre, sur laquelle elles sont nulles : du côté concave de l'éprouvette, elles sont de compression alors que du côté convexe, elles sont de tension.

L'essai de flexion 4 points permet d'avoir, entre les appuis les plus proches, distants de d , et à distance donnée de la fibre neutre, une répartition uniforme des contraintes normales. La valeur maximale de la contrainte normale sur les faces de l'éprouvette est alors donnée par l'équation II-12.

$$\sigma_{\max} = \frac{3}{2} \frac{F(D-d)}{bh^2} \quad \text{II-12}$$

Les échantillons utilisés pour notre étude sont des barreaux parallélépipédiques de section $5 \times 5 \text{ mm}^2$ et de longueur (L) 50 mm ($D = 30 \text{ mm} = 2,6d$) sollicités jusqu'à la rupture des éprouvettes.

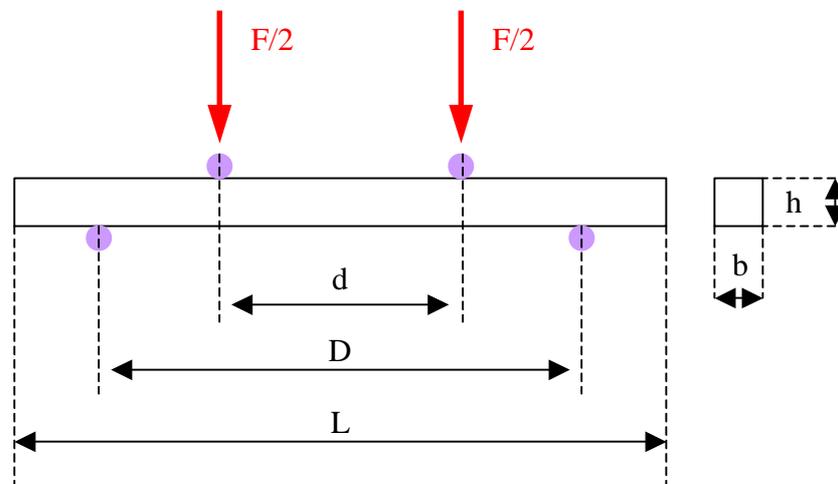


Figure A-7 : principe de l'essai de flexion 4 points