



Approche multi-échelle du comportement mécanique des matériaux composites SiC/SiC : comportement élastique à l'échelle du toron

C.Chateau^{1,2}, L.Gélébart¹, M.Bornert², J.Crépin³, D.Caldemaison²

¹ CEA Saclay
SRMA, BP49, 91191 Gif/Yvette Cedex
{camille.chateau, lionel.gelebart}@cea.fr

² LMS Ecole Polytechnique
91128 Palaiseau Cedex
{chateau, bornert, caldema}@lms.polytechnique.fr

³ Mines Paritech, Centre des matériaux (CNRS UMR 7633)
BP 87, 91003 Evry Cedex
{jerome.crepin}@ensmp.fr

Résumé – Une approche multi-échelle a été entreprise afin d'obtenir un modèle prédictif du comportement mécanique des composites SiC/SiC. L'étude du comportement élastique à l'échelle du toron (microstructure poreuse et hétérogène), réalisée sur des microstructures générées à partir des résultats de la caractérisation microstructurale, met en évidence un problème de séparabilité des échelles. Néanmoins, une estimation du comportement homogène équivalent est proposée en première approximation.

Mots clés – SiC/SiC, porosité, caractérisation microstructurale, homogénéisation numérique, volume élémentaire statistique.

1 Introduction

Les matériaux composites SiC_f/SiC_m, notamment grâce à leur bon comportement à haute température et sous irradiation, sont envisagés pour réaliser le gainage du combustible dans les réacteurs nucléaires du futur (génération IV). Une approche multi-échelle a été entreprise [2] afin d'obtenir un modèle prédictif du comportement mécanique du composite. Constitués d'un renfort tissé en fibres SiC et d'une matrice SiC déposée par CVI (Chemical Vapor Infiltration), les composites SiC/SiC présentent en effet un comportement macroscopique complexe (anisotropie, endommagement ...) qui résulte d'une microstructure très hétérogène. Le procédé de fabrication est notamment à l'origine d'une porosité résiduelle à morphologie complexe qui peut être décrite à deux échelles : la macroporosité à l'échelle du composite tissé (entre les torons) et la microporosité à l'échelle du toron (au sein de la microstructure, entre les constituants). L'étude se limite ici au premier changement d'échelle et à la modélisation du comportement élastique du toron à température ambiante, en portant une attention particulière à l'effet de la porosité résiduelle et à l'anisotropie créée par la répartition des constituants au sein de la microstructure. Une procédure d'homogénéisation numérique a été mise en place afin d'étudier le comportement mécanique du toron à partir de la génération de microstructures représentatives des microstructures caractérisées expérimentalement. Les résultats obtenus

permettent de mettre en évidence un problème de séparabilité des échelles. Néanmoins, le comportement homogène équivalent est estimé ainsi que ses variations en fonction de la fraction volumique de porosité et de la morphologie des pores.

2 Procédure d'homogénéisation

2.1 Génération de microstructures représentatives

2.1.1 Caractérisation microstructurale

Le matériau étudié est un composite 2D tissé constitué de fibres SiC de 3^{ème} génération (Hi-Nicalon S) sur lesquelles sont déposées une interphase de PyC puis la matrice SiC par CVI (Chemical Vapor Infiltration). Le procédé de dépôt de la matrice est à l'origine d'une porosité résiduelle au sein du toron (Figure 1a). Six torons ont été étudiés par analyse d'images à partir d'observations effectuées au MEB-FEG (Figure 1b), permettant d'obtenir des données statistiques sur différents paramètres caractéristiques de la microstructure : diamètre et répartition des fibres, surface et distribution des pores au sein du toron, épaisseur du dépôt de matrice.

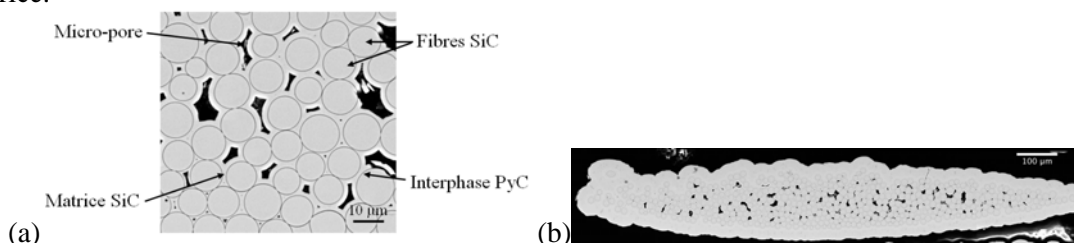


Figure 1 : (a) Microstructure d'un composite SiC/SiC (MEB); (b) Image MEB d'un toron (coupe transversale)

On observe ainsi que chaque toron est constitué d'environ 500 fibres réparties aléatoirement, dont le diamètre varie au sein du toron autour d'une valeur moyenne de 13 μm . La fraction surfacique de fibre varie entre 53% et 64% suivant le toron considéré, et la fraction surfacique de pores varie entre 3% et 5%. Notons que ces fractions surfaciques sont déterminées sans tenir compte de l'épaisseur importante de matrice périphérique. Le Tableau 1 ci-dessous résume les caractéristiques retenues pour la génération de microstructures.

Diamètre moyen des fibres	13 μm
Ecart type (distribution gaussienne des diamètres)	1,7 μm
Fraction volumique de fibres	55 %
Fraction volumique de porosité	~ 4,1%
Distance minimum entre fibres	~ 0 μm^*

Tableau 1 : Paramètres retenus pour la génération de microstructures (*les fibres sont souvent en contact les unes avec les autres)

2.1.2 Génération de microstructures

La caractérisation microstructurale permet de générer numériquement des microstructures représentatives des observations. On suppose ici que les microstructures sont invariantes dans la direction des fibres. Les fibres (de diamètre variable aléatoirement défini par la distribution gaussienne caractérisée précédemment, cf. Tableau 1) sont placées aléatoirement de manière à obtenir la fraction volumique désirée. Le dépôt de matrice est simulé par une couche d'épaisseur constante autour des fibres (Figure 2). Cette épaisseur (3,6 μm) a été identifiée de manière à obtenir une fraction volumique de porosité conforme aux observations. Un grand nombre de microstructures, de taille variable, peuvent être ainsi générées. Les procédures pour réaliser et

mailler ces microstructures sont développées avec le modèleur disponible au sein de la plateforme informatique SALOME¹.

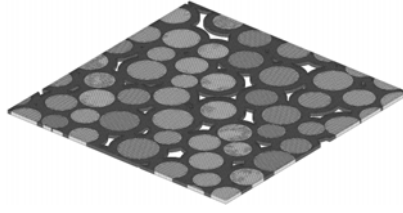


Figure 2 : Exemple de microstructure simulée

2.1.3 Propriétés matériau

Les fibres et la matrice sont représentées par des modèles élastiques isotropes, de modules d'Young respectifs de 372 et 400 GPa, et un coefficient de Poisson de 0,18. En effet, même s'il existe probablement une texture cristallographique locale due à la croissance du SiC lors du dépôt par CVI, on considère l'anisotropie créée très négligeable par rapport à l'influence de la porosité.

2.2 Calcul mécanique et conditions aux limites (calcul du comportement apparent)

Le tenseur des modules *apparent* (K^{app}) d'un volume élémentaire d'une microstructure correspond au tenseur du 4^{ème} ordre qui relie la déformation et la contrainte moyennes sur le volume hétérogène (Eq.1). Le comportement *homogène équivalent* (ou comportement effectif K^{eff}) correspond alors au comportement apparent pour un volume suffisamment grand (le VER, Volume Élémentaire Représentatif). Pour pouvoir utiliser ce comportement homogène équivalent, la taille du VER doit être petite devant la structure considérée (condition de séparabilité des échelles).

$$\underline{\underline{\underline{\underline{\sigma}}}} = \underline{\underline{\underline{\underline{K^{app}}}}} : \underline{\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}} \quad (1)$$

Le comportement apparent peut également être défini comme le tenseur du 4^{ème} ordre reliant la déformation moyenne à la *densité moyenne d'énergie* (Eq.2):

$$\underline{\underline{\underline{\underline{e}}}} = \frac{1}{2} \underline{\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}} : \underline{\underline{\underline{\underline{K^{app}}}}} : \underline{\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}} \quad (2)$$

On peut donc déterminer un à un les 36 coefficients du tenseur en appliquant 6 chargements indépendants et en couplant les résultats obtenus. L'identification des coefficients de K^{app} consiste donc à résoudre le système suivant, où I et J représentent deux chargements (Eq.3) :

$$\underline{\underline{\underline{\underline{e}}}}^{IJ} = \frac{1}{2} \underline{\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}}^{I-} : \underline{\underline{\underline{\underline{K^{app}}}}} : \underline{\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}}^{-J}, \forall (I, J) \in [1,6]^2 \quad (3)$$

Le lemme de Hill (Eq.4), qui traduit l'égalité du travail macroscopique et de la moyenne spatiale du travail microscopique permet d'établir, s'il est satisfait, l'équivalence entre les deux définitions [1].

$$\underline{\underline{\underline{\underline{\sigma}}}} : \underline{\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}} = \underline{\underline{\underline{\underline{\sigma}}}} : \underline{\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}}} \quad (4)$$

Le calcul numérique effectué sous CAST3M² sur les microstructures générées consiste donc à déterminer par la méthode des éléments finis (éléments prismatiques, un élément dans l'épaisseur) la contrainte et la déformation locale au sein du volume élémentaire soumis à un chargement, puis à en déduire les déformations (ou contraintes) et énergie moyennes. Les microstructures considérées ici, aléatoires et à porosité débouchante, ne permettent pas l'utilisation des conditions aux limites périodiques ou en contraintes homogènes. Le choix des conditions aux limites s'est donc porté sur les conditions aux limites en déformations

¹ <http://www.salome-platform.org/home/presentation/overview/>

² <http://www-cast3m.cea.fr/cast3m/index.jsp>

homogènes (Eq.5), qui donnent une borne supérieure du comportement apparent [1], et un jeu de conditions aux limites mixtes proposé par Pahr [5] (Eq.6), qui permet d'obtenir une estimation du comportement apparent.

$$U = \bar{\varepsilon} \cdot X, \forall x \in \partial\Omega \text{ (CLDH)} \quad (5)$$

$$(t - \bar{\sigma} \cdot n) \cdot (U - \bar{\varepsilon} \cdot X) = 0, \forall x \in \partial\Omega \text{ (CLMI)} \quad (6)$$

3 Fluctuations et comportement homogène équivalent

L'étude des fluctuations du comportement apparent de volumes de différentes tailles va mettre en évidence les problèmes de séparabilité des échelles inhérents à cette microstructure. Toutefois, en première approximation, nous allons étudier la moyenne des comportements apparents de plusieurs microstructures afin d'estimer le comportement homogène équivalent.

3.1 Fluctuations du comportement apparent

Des simulations de microstructures de quatre tailles différentes (Figure 3) ont été effectuées afin d'étudier les fluctuations du comportement apparent.

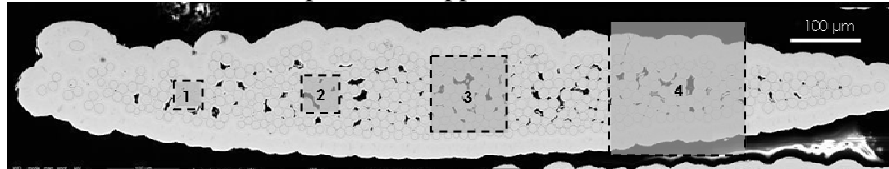


Figure 3 : Tailles des microstructures simulées (35,6 μm; 40,5 μm; 110,5 μm; 192 μm de côté)

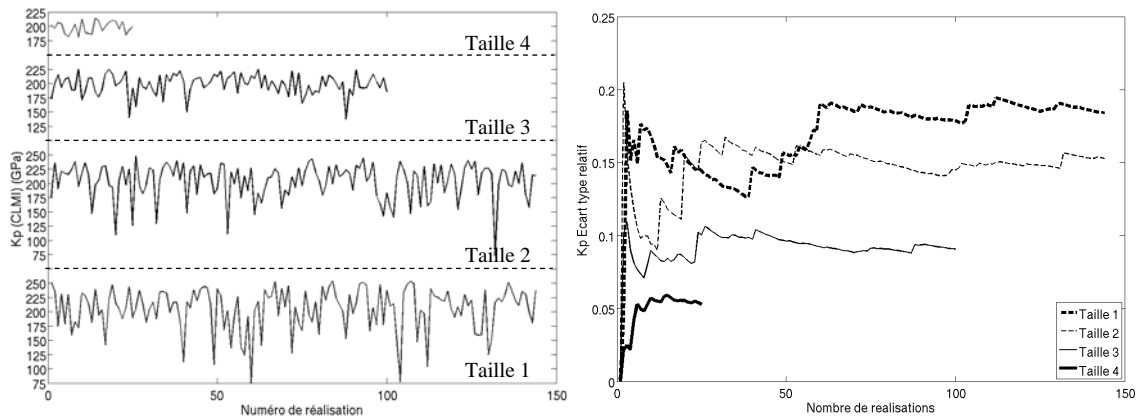


Figure 4 : Fluctuations du coefficient de compressibilité plane K_p (CLMI) et écart type relatif (rapport écart-type/moyenne) sur K_p en fonction du nombre de microstructures considérées.

La Figure 4 ci-dessus rend compte des fluctuations du comportement apparent pour les quatre tailles de volume considérées. Il apparaît que ces fluctuations sont très marquées pour les trois plus petits volumes, et elles le sont d'autant plus que les volumes sont petits. De plus, les volumes de taille 3 étant déjà grands par rapport aux dimensions du toron, ces résultats montrent que *ce type de microstructure ne remplit pas les conditions de séparabilité des échelles*: en toute rigueur, un comportement homogène équivalent ne peut être défini pour le toron.

3.2 Estimation du comportement homogène équivalent

La prise en compte des fluctuations observées au paragraphe précédent étant encore un problème ouvert, nous proposons en première approximation de ne pas en tenir compte et d'évaluer le comportement homogène équivalent en réalisant une moyenne des comportements *apparents* de plusieurs microstructures plus petites que le VER. On parle alors de *Volume Élémentaire Statistique* (VES). Un VES rend compte d'une partie de l'hétérogénéité et du caractère aléatoire de la microstructure [4, 6]. L'utilisation de volumes plus petits que le VER

doit être compensée en réalisant la moyenne du comportement apparent de plusieurs VES afin d'obtenir une estimation du comportement homogène équivalent. Il apparaît cependant que l'estimation obtenue sera d'autant plus éloignée de celle issue du VER que la taille du VES sera petite [3].

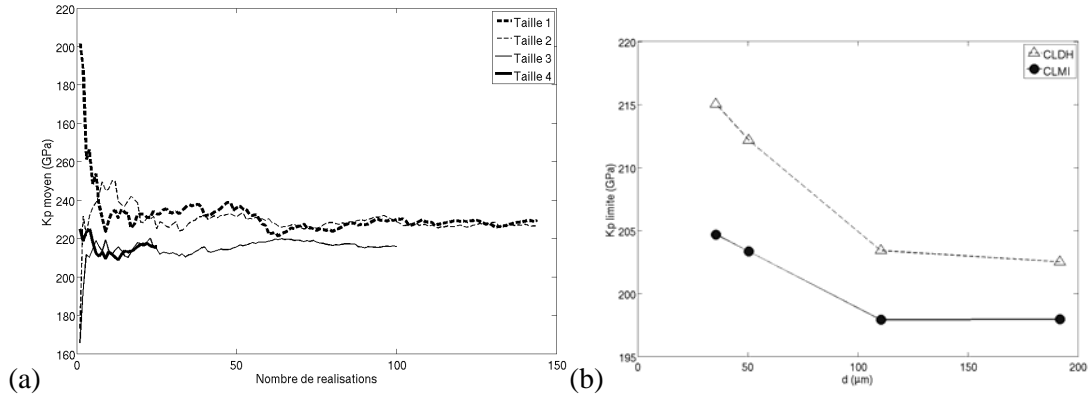


Figure 5 : (a) Evolution de la moyenne du coefficient de compressibilité plane en fonction du nombre de volumes considérés, (b) Evolutions de la valeur à convergence de la moyenne de K_p en fonction de la taille du volume, en CLDH et CLMI.

On observe Figure 5a la convergence de la moyenne du coefficient de compressibilité plane avec le nombre de volumes considérés, vers des valeurs distinctes selon la taille ou les conditions aux limites utilisées (Figure 5b). De plus, la vitesse de convergence augmente avec la taille des volumes. On s'intéresse donc à la valeur de convergence de la moyenne des comportements apparents pour chaque taille (Figure 5b) : la valeur du coefficient de compressibilité plane moyen se stabilise à partir de la taille 3, ainsi que l'écart entre les deux types de conditions aux limites ($<3\%$ pour la taille 4).

Une étude analogue a été menée sur tous les coefficients du tenseur. Elle mène à des résultats similaires, avec une dépendance aux conditions aux limites et à la taille du volume plus ou moins marquée suivant le coefficient considéré. *La moyenne du tenseur des modules apparent sur cinq microstructures de la taille 4 (192 μm de côté) permet d'obtenir une estimation du comportement homogène équivalent.* Les microstructures de taille 3 permettent également d'obtenir une bonne estimation, mais le nombre de réalisations à moyenner pour converger sur tous les coefficients est plus important (~ 40).

4 Sensibilité à la porosité

4.1 Effet de la morphologie des pores

La présence de vide (les pores) dans la microstructure est la cause principale à ce comportement complexe et anisotrope. Il est donc intéressant de voir si seule la présence de pores a une influence, ou si la morphologie très particulière de ces pores intervient également. Des simulations ont donc été effectuées sur 9 microstructures de taille 4 et sur 9 autres microstructures à pores circulaires correspondant exactement aux pores des microstructures classiques (CVI) (Figure 6).

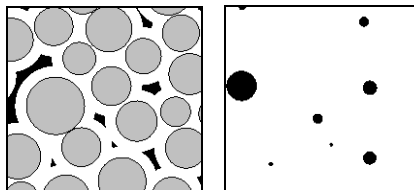


Figure 6 : Exemple d'une microstructure CVI et de la microstructure à pores circulaires correspondante

L'étude des fluctuations et de la moyenne du coefficient de compressibilité plane montre que les problèmes de séparabilité des échelles sont moins marqués pour des pores circulaires: les fluctuations, bien que très faibles, sont plus importantes sur les microstructures classiques et les écarts entre les deux types de conditions aux limites sont également plus marqués. De même le comportement homogène équivalent estimé est plus rigide pour les microstructures à pores circulaires ($K_p \approx 230$ GPa) que pour les microstructures réelles ($K_p \approx 200$ GPa).

4.2 Effet de la fraction volumique de porosité

La fraction volumique de porosité est principalement liée à la qualité de l'infiltration de la matrice (CVI). Afin de quantifier l'impact du procédé le comportement homogène équivalent, des simulations ont été réalisées sur 9 microstructures de taille 4 en modifiant l'épaisseur de matrice de manière à obtenir des fractions volumiques de porosité de 1% et 7%. On observe alors qu'une fraction très faible (1%) atténue les problèmes de séparabilité des échelles (fluctuations moins marquées, écart entre conditions aux limites presque nul), tandis qu'une fraction très importante (7%) les accentue. De plus, le comportement homogène équivalent estimé est plus rigide pour une porosité de 1% ($K_{p(1\%)} \approx 240$ GPa, $K_{p(7\%)} \approx 150$ GPa).

5 Conclusion

La caractérisation microstructurale de plusieurs torons du composite a permis de générer des microstructures représentatives du matériau. Les calculs mécaniques par éléments finis ont mis en évidence un problème de séparabilité des échelles : les fluctuations observées sur ces calculs montrent que le toron ne peut pas, en toute rigueur, être considéré comme homogène. Néanmoins, en première approximation, une estimation du comportement homogène équivalent est proposée en moyennant le comportement apparent de plusieurs microstructures (VES). Il a alors été possible de mettre en évidence l'impact de la morphologie des pores sur le comportement homogène équivalent. Il faudra par la suite s'intéresser au comportement local. Enfin, l'effet d'une variation de fraction volumique de porosité, conséquence d'une infiltration (CVI) différente, devra être quantifié sur le comportement à l'échelle supérieure.

Références

- [1] M.Bornert, T.Bretheau, P.Gilormini. *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1*, Hermès, 2001.
- [2] L.Gélébart, C.Colin. Effects of porosity on the elastic behaviour of CVI SiC/SiC composites. *Journal of Nuclear Materials*, Elsevier, Accepté pour publication avril 2008 (disponible en ligne).
- [3] T.Kanit, S.Forest, I.Galliet, V.Mounoury, D.Jeulin. Determination of the size of the representative volume element for random composites: statistical and numerical approach, *International Journal of Solids and Structures* 40, 3647-3679, 2003.
- [4] M.Ostaja-Starzewski. Material spatial randomness: From statistical to representative volume element, *Probabilistic Engineering Mechanics* 21, 112-132, 2006.
- [5] D.Pahr, P.Zysset. Influence of boundary conditions on computed apparent elastic of cancellous bone, *Biomechanics and Modeling in Mechanobiology* 7, Springer, 463-476, 2007.
- [6] X.Yin, W.Chen, A.To, C.McVeigh, W.Liu. Statistical volume element method for predicting microstructure-constitutive property relations, *Computer methods in applied mechanics and engineering* 197, Elsevier, 3516-3529, 2008.