

THÈSE DE DOCTORAT

Identification de comportements mécaniques et à rupture par corrélation d'images 2D et 3D - Application aux filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium

Présentée devant

l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

pour obtenir

le grade de Docteur

École doctorale :

Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique

Spécialité :

Mécanique

par

Paul LEPLAY

Ingénieur INSA

Thèse soutenue le 20 septembre 2011 devant la Commission d'examen

Jury

Stéphane ROUX	Directeur de recherches (ENS Cachan)	Rapporteur
Michel BOUSSUGE	Maître de recherches (ENSMP Paris)	Rapporteur
Rafaël ESTEVEZ	Professeur (UNIVERSITE Grenoble)	Président
Jean-José ORTEU	Professeur (EMAC Albi)	Examineur
Marie-Christine BAIETTO	Directrice de recherches (INSA Lyon)	Directrice de thèse
Julien RETHORE	Chargé de recherches (INSA Lyon)	Co-encadrant
Sylvain MEILLE	Maître de conférences (INSA Lyon)	Co-encadrant
Fabiano RODRIGUES	Docteur Ingénieur (Saint-Gobain CREE)	Invité

Université de Lyon

LaMCoS - UMR CNRS 5259 - INSA de Lyon

MATEIS - UMR CNRS 5510 - INSA de Lyon

20, avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex, France

**INSA Direction de la Recherche - Ecoles Doctorales - Quinquennal
2011-2015**

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	<u>CHIMIE DE LYON</u> http://www.edchimie-lyon.fr Insa : R. GOURDON	M. Jean Marc LANCELIN Université de Lyon – Collège Doctoral Bât ESCPE 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 13 95 directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	<u>ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE</u> http://edeea.ec-lyon.fr Secrétariat : M.C. HAVGOUDOUKIAN eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60 97 Fax : 04 78 43 37 17 Gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	<u>EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION</u> http://e2m2.universite-lyon.fr Insa : H. CHARLES	Mme Gudrun BORNETTE CNRS UMR 5023 LEHNA Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Forel 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 04.72.43.12.94 e2m2@biomserv.univ-lyon1.fr
EDISS	<u>INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTE</u> http://ww2.ibcp.fr/ediss Sec : Safia AIT CHALAL Insa : M. LAGARDE	M. Didier REVEL Hôpital Louis Pradel - Bâtiment Central 28 Avenue Doyen Lépine 69677 BRON Tél : 04.72.68 49 09 Fax : 04 72 35 49 16 Didier.revel@creatis.uni-lyon1.fr
INFOMATHS	<u>INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES</u> http://infomaths.univ-lyon1.fr	M. Johannes KELLENDONK Université Claude Bernard Lyon 1 LIRIS – INFOMATHS- Bâtiment Nautibus 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 43.19.05 Fax 04 72 43 13 10 infomaths@bat710.univ-lyon1.fr
Matériaux	<u>MATERIAUX DE LYON</u>	M. Jean-Yves BUFFIERE INSA de Lyon - École Doctorale Matériaux Secrétariat Mériem LABOUNE Bâtiment Antoine de Saint-Exupéry 25bis Avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Tel : 04 72 43 71 70 Fax : 04 72 43 72 37 ed.materiaux@nsa-lyon.fr
MEGA	<u>MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE (ED n°162)</u>	M. Philippe BOISSE INSA de Lyon - École Doctorale MEGA Secrétariat Mériem LABOUNE Bâtiment Antoine de Saint-Exupéry 25bis Avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Tel : 04 72 43 71 70 Fax : 04 72 43 72 37 mega@nsa-lyon.fr Site web : http://www.ed-mega.com
ScSo	<u>ScSo*</u> M. OBADIA Lionel Sec : Viviane POLSINELLI Insa : J.Y. TOUSSAINT	M. OBADIA Lionel Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Tél : 04.78.69.72.76 Fax : 04.37.28.04.48 Lionel.Obadia@univ-lyon2.fr

* ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Remerciements

Au moment d'écrire les traditionnels remerciements, je me rends compte des nombreuses personnes qui ont participé à ce projet !

En premier lieu, je tiens à remercier mes trois encadrants : Marie-Christine, Julien et Sylvain. Ils m'ont permis de réaliser cette thèse, m'ont accompagné et m'ont apporté chacun leurs compétences et expériences. Ce fut pour moi un privilège d'avoir un tel trio d'encadrement si disponible, concerné, impliqué et complémentaire. Ayant toujours pu compter sur eux, ils ont toute ma gratitude.

Du côté industriel, je souhaite remercier Fabiano Rodrigues. Après avoir initié ce projet entre l'INSA et Saint-Gobain, il a conservé un intérêt constant pour mes travaux ; mes discussions avec lui ont toujours été enrichissantes et constructives, d'un point de vue professionnel comme personnel. Merci également à ses différents collègues au CREE qui ont travaillé à l'élaboration des échantillons et ont su m'aider pour les essais mécaniques réalisés là-bas.

Ensuite, je tiens à remercier les différents membres du jury de thèse. Merci à Stéphane Roux et Michel Boussuge. Ils ont tout deux accepté d'être rapporteurs pour ce mémoire de thèse, je suis conscient que c'est une tâche importante. Merci ensuite à Jean-José Orteu et Rafaël Estevez pour m'avoir accordé leur intérêt et leur temps en participant à ce jury.

Ces travaux ont été financés à travers une convention CIFRE avec l'ANRT sous le contrat n°2008/501 ; je suis reconnaissant pour ce soutien et ce cadre de travail entre recherche et industrie.

Que ce soit au LaMCoS ou au MATEIS, de nombreuses personnes ont suivi et contribué à ces travaux de thèse. Je pense à Jérôme Chevalier et Christian Olagnon avec qui j'ai pu échanger à de nombreuses reprises et dont j'ai bénéficié de leur grande expérience dans le domaine des essais mécaniques sur matériaux céramiques ; cela leur a rappelé des bons souvenirs ! Merci également à Eric Maire, Jérôme Adrien, Pierre Michaud et Christian Touboulic. Ils ont tous grandement contribué à la réalisation du prototype de double-torsion par tomographie ; leurs différents savoir-faire m'ont été précieux. Je pense ensuite à Philippe Chaudet qui a toujours su mettre à disposition et m'expliquer le fonctionnement du matériel de corrélation d'images. Merci également à Frédéric Godoy de l'atelier ; son enthousiasme et son efficacité m'ont à chaque fois permis d'adapter rapidement les machines en salle essais mécaniques, entre autres pour faire de la corrélation d'images à haute température.

Il est temps à présenter de remercier mes différents collègues avec qui j'ai partagé mon quotidien, mes réussites et mes galères. Du côté du LaMCoS, je tiens à citer dans le désordre : Emilien (tu finiras bien par craquer pour le D7000... à moins que tu attendes le D400 ?), Aline (de Riorges à Washington et bientôt à Munich... parce que tu le vaux bien !), David (tu deviendras

bientôt un expert de Paint et de Champions3D, j'en suis sûr!), Fabien (bientôt finis nos complexes d'insaliens et à nous les publications high-performance-non-linear-nurbs-3D...!), Loane (bon courage pour la suite, entre enseignement et puériculture!), Cédric (ce midi, c'était carpaccio de bison avec ses petits légumes rissolés!), Lucas, Romain, Caroline, Alexandre, Benoît, Benjamin, Nicolas, Pierre, Thibaut, Fabien, Sylvain, Adrien, Jérôme... Du côté de MATEIS, je pense en particulier à l'équipe marocaine : Nicolas, Katia, Nathalie, Arnaud, Mira et Aurélien (que de bons souvenirs, que ce soit chez Momo à discuter ou au souk de Ouarzazate à négocier!).

Pour finir, je tiens à adresser une pensée toute particulière à ma famille et à mes amis, à commencer par mes chers parents et soeurs. Cette soutenance de thèse vous aura demandé moins d'énergie que le mariage, n'est-ce pas? Et comme dirait un certain jury pharmaceutique : merci, merci et encore merci. Je tiens également à faire un petit clin d'oeil à la Team Ranch et à l'ex-kollok', merci pour votre amitié et vos encouragements ; je compte sur vous pour descendre à Cavaillon! Pour finir, en beauté s'il vous plaît, je souhaiterai dédier cette thèse à ma petite femme Eléonore. Son soutien et son amour indéfectibles m'ont été plus que précieux, pour ne pas dire indispensables, en particulier lors de ces derniers mois de rédaction.

Enfin, je souhaite également rendre hommage à Jésus-Christ, mon Dieu, mon sauveur et mon ami. Ces travaux ont en effet été pour moi l'occasion de m'émerveiller - et de galérer - devant la grande complexité de son oeuvre ; "un peu de science éloigne de Dieu, beaucoup y ramène" (Louis Pasteur). C'est donc reconnaissant et en toute humilité que je me présente devant vous à travers ce mémoire de thèse.

Bonne lecture !

Paul

Les filtres céramiques représentent une solution efficace pour capturer et retenir les particules carbonées émises par les moteurs automobiles Diesel. En cas de choc thermique dû à une régénération sévère, la résistance thermomécanique de ces filtres est primordiale pour assurer une bonne efficacité de filtration pendant toute la durée de vie du véhicule. Pour cette raison, la conception de filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium est une innovation prometteuse au sein de la gamme du groupe Saint-Gobain. A température ambiante comme à haute température, l'étude des comportements mécanique et à rupture est l'objectif principal de ces travaux de thèse. Face à ces objectifs, les méthodes intégrées de corrélation d'images présentent un fort potentiel pour mesurer des champs de déplacement, analyser plus précisément des essais afin d'identifier des propriétés mécaniques du matériau étudié. Basée sur différents essais mécaniques analysés par corrélation d'images 2D et 3D, une méthodologie d'identification est ainsi développée et appliquée sur la céramique à base de titanate d'aluminium pour les filtres à particules Diesel.

Tout d'abord, des essais de flexion effectués à température ambiante permettent de mettre en évidence le comportement endommageable de cette céramique microfissurée fortement poreuse. Des fonctions de forme spécifiques à la flexion quatre points sont construites pour mesurer, par corrélation d'images 2D, la cinématique globale, ainsi que la position de l'axe neutre durant l'essai. Une loi d'endommagement est identifiée pour représenter la dissymétrie entre les comportements en traction et en compression. Cette approche d'identification est ensuite appliquée à haute température, où le comportement mécanique du matériau est également non-linéaire en raison du réseau de microfissures et de la viscosité de la phase secondaire.

Une seconde approche de corrélation d'images 2D, basée sur les séries de Williams, est appliquée pour analyser des essais de flexion entaillée et identifier les grandeurs gouvernant la fissuration quasi-fragile du matériau à température ambiante. Les différents modes d'endommagement sont quantifiés énergétiquement à travers l'application d'une troisième méthode de corrélation d'images, basée sur la méthode de l'écart à l'équilibre. A haute température, la propagation de fissure apparaît également comme stable, entre autres en raison d'importants mécanismes de renforcements vers 800°C.

Parallèlement aux essais de flexion, l'essai de double-torsion est analysé car il permet de contrôler la propagation de fissures sur de longues distances dans des échantillons fins et fragiles. Un prototype original est conçu pour réaliser des essais *in situ* dans un tomographe aux rayons X. Par corrélation d'images 3D, il est possible d'observer l'évolution du front curviligne de la fissure dans l'épaisseur du matériau. A l'aide d'une simulation X-FEM, la répartition des facteurs d'intensité des contraintes le long du front de fissure est calculée pour en expliquer sa propagation.

Ces travaux ont permis de caractériser les fortes déformabilité et la résistance à la propagation de fissure du matériau à haute température. Ces propriétés jouent vraisemblablement un rôle clef dans la résistance thermomécanique des filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium. Les lois de comportement identifiées à haute température peuvent désormais être utilisées pour simuler numériquement un filtre subissant une régénération sévère.

Mots clés: Identification, Corrélation d'images, Endommagement, Rupture, Flexion, Double-torsion, Haute température, Tomographie X, Titanate d'aluminium, Filtres à particules Diesel

Abstract

Ceramic filters are an efficient solution to capture and retain the carbon particulates that are emitted by Diesel engines. In case of thermal shock due to a severe regeneration, the thermomechanical resistance of these filters is essential to ensure high filtration efficiency during the whole life time of the vehicle. For this reason, the conception of filters made of aluminium titanate is a promising innovation for the group Saint-Gobain. The main objective of this thesis is the characterization of mechanical and fracture behaviours, at both room and high temperature. To reach these goals, integrated techniques of Digital Image Correlation (DIC) present a strong potential to measure displacement fields, analyze tests and identify mechanical properties. Based on different mechanical tests analyzed by 2D and 3D-DIC, an identification methodology is developed and applied on the porous ceramic made of aluminium titanate for Diesel particulate filters.

First, bending tests at room temperature highlight the damageable behaviour of this microcracked ceramic. Some specific basis functions for bending tests are built to measure by 2D-DIC the global kinematics and the neutral axis position. A damage law is identified to describe the asymmetry between behaviours in tension and compression. This identification approach is also applied at high temperature, where the mechanical behaviour is non-linear because of the microcracks and the silicate secondary phase.

A second approach of 2D-DIC, based on the Williams series, is applied to analyze notched bending tests and to identify the parameters governing the quasi-brittle fracture of the material at room temperature. The energies dissipated by the different damage modes are quantified thanks to a third 2D-DIC method based on the equilibrium gap method. At high temperature, the behaviour is also non-brittle, because of numerous toughening mechanisms near 800°C, among others reasons

The double-torsion test is also analyzed since it enables to control the propagation of long cracks for thin and brittle specimens. A prototype is built to perform *in situ* tests analyzed by tomography X. Using 3D-DIC, it is possible to observe the evolution of the curvilinear crack front in the specimen thickness. Thanks to a X-FEM simulation, the stress intensity factors are calculated along the crack front to explain its propagation.

These works have highlighted the important deformability and crack propagation resistance of this material at high temperature. These two properties might be the main reasons for the high thermomechanical resistance of Diesel particulate filters made of aluminium titanate. The identified laws at high temperature can be used for numerical simulations of filters during severe regenerations. More generally, techniques used in these works present a strong interest for the development of new ceramics made of aluminium titanate for filtration applications.

Key words: Identification, Digital Image Correlation, Damage, Fracture, High temperature, Bending tests, Double-torsion, Tomography X, Aluminium titanate, Diesel particulate filters

Sommaire général

Sommaire général	v
Introduction et contexte	1
1 Etude bibliographique et théorique	5
1.1 Une céramique microfissurée : le titanate d'aluminium	6
1.1.1 Microstructure et dilatation thermique	6
1.1.2 Un matériau stabilisé et renforcé	8
1.1.3 Comportement et propriétés thermomécaniques	9
1.1.4 Rupture et propagation de fissure	11
1.2 Modélisation de comportements à la rupture	15
1.2.1 Endommagement des matériaux	15
1.2.2 Mécanique Linéaire Elastique de la Rupture	17
1.2.3 Approches de la rupture quasi-fragile	21
1.3 Différents essais mécaniques pour les céramiques	26
1.3.1 Un essai courant : la flexion	26
1.3.2 Un essai spécifique : la double-torsion	30
1.4 Techniques de corrélation d'images	37
1.4.1 Une méthode de mesure de champs	37
1.4.2 Corrélation avec hypothèses cinématiques et mécaniques	38
1.4.3 Application à haute température et extension en 3D	42
1.5 Synthèse	44
2 Matériau, méthodes et moyens expérimentaux	47
2.1 Description du matériau quasi-fragile étudié	48
2.1.1 Une céramique poreuse à base de titanate d'aluminium	48
2.1.2 Premières caractérisations de la microstructure	48
2.1.3 Dilatation thermique et rigidité à haute température	51
2.2 Un matériau élastique fragile : le carbure de silicium	55
2.3 Dispositifs expérimentaux à température ambiante	55
2.3.1 Essais mécaniques avec corrélation d'images 2D	55
2.3.2 Essais mécaniques avec corrélation d'images 3D	58
2.4 Dispositifs expérimentaux à haute température	61
2.4.1 Essais mécaniques sans corrélation d'images	61
2.4.2 Essais mécaniques avec corrélation d'images 2D	63
2.5 Conclusion	65

3	Identification de lois de comportement par corrélation d'images 2D	67
3.1	Comportement mécanique à température ambiante	68
3.1.1	Analyse des essais de flexion avec l'approche FE-DIC	68
3.1.2	Développement et application en flexion de l'approche BEAM-DIC	72
3.1.3	Développement et application en traction de l'approche UNI-DIC	77
3.1.4	Application en compression de l'approche UNI-DIC	82
3.1.5	Identification d'une loi d'endommagement à température ambiante	86
3.2	Comportement mécanique à haute température	90
3.2.1	Essais de flexion et évolution des propriétés mécaniques	90
3.2.2	Essais de compression à haute température	95
3.2.3	Essais de flexion à haute température avec l'approche BEAM-DIC	96
3.2.4	Identification de lois de comportement en fonction de la température	104
3.3	Conclusion	108
4	Identification de comportements à rupture par corrélation d'images 2D	111
4.1	Comportement à rupture à température ambiante	112
4.1.1	Analyse des essais de flexion entaillée avec l'approche FE-DIC	112
4.1.2	Présentation et application de l'approche de corrélation d'images I-DIC	115
4.1.3	Application de l'approche R-DIC en flexion entaillée	121
4.2	Comportement à rupture à haute température	128
4.2.1	Essais de flexion entaillée à haute température	128
4.2.2	Observations de fissures <i>post-mortem</i> au MEB	130
4.2.3	Application en flexion entaillée à haute température avec l'approche I-DIC	132
4.3	Conclusion	137
5	Analyse de l'essai de double-torsion par corrélation d'images 2D et 3D	139
5.1	Essais de double-torsion à température ambiante	140
5.1.1	Résultats des essais de double-torsion à température ambiante	140
5.1.2	Suivi de la propagation par corrélation d'images FE-DIC en 2D	142
5.2	Analyse <i>in situ</i> par tomographie X et corrélation d'images 3D	144
5.2.1	Résultats des essais <i>in situ</i> de double-torsion	144
5.2.2	Application en double-torsion de l'approche FE-DIC en 3D	146
5.2.3	Evolution du front de fissure 3D en double-torsion	152
5.3	Simulation X-FEM en 3D d'un essai de double-torsion	155
5.3.1	Présentation des outils numériques utilisés	155
5.3.2	Modélisation 3D d'un essai de double-torsion	158
5.4	Développement envisagé pour une approche intégrée I-DIC en 2D	162
5.5	Conclusion	163
	Conclusion générale	165
A	Essais de régénération sur filtres à particules Diesel	169
B	Caractérisation physico-chimique de la microstructure	171
C	Caractéristiques expérimentales des essais mécaniques	173
D	Mesures en double-torsion par corrélation d'images 3D	177
	Bibliographie	179

Introduction et contexte

Les questions de protection de l'environnement et de santé publique sont aujourd'hui au centre de nos sociétés, principalement en Europe, au Japon et aux Etats-Unis. Il en résulte des normes internationales de plus en plus drastiques, concernant notamment la pollution des moteurs automobiles. Par exemple, les prochaines normes européennes prévoient de réduire, en particulier pour les classes granulométriques les plus basses, la quantité de particules émises par les moteurs Diesel. Créées à la suite de réactions d'oxydations incomplètes dans la chambre de combustion du moteur, ces particules carbonées ont des répercussions négatives d'un point de vue environnemental et surtout sanitaire.

Pour réduire l'émission de telles particules et respecter les réglementations en vigueur, la filtration apparaît à l'heure actuelle la solution la plus efficace, avec des taux d'efficacité allant jusqu'à 99% [OXA 04]. Cette technologie consiste à faire circuler les gaz d'échappement à travers une structure multi-échelle de type nids d'abeilles (Fig.i et ii). La capture et la rétention des particules est réalisée en forçant les gaz à traverser des parois fortement poreuses. La conception et le développement des filtres à particules Diesel représentent un véritable défi scientifique et industriel pour atteindre des cahiers de charge de plus en plus exigeants en termes d'efficacité de filtration, de perte de charge et également de tenue thermomécanique.

La compréhension et la caractérisation de la résistance thermomécanique des filtres à Particules Diesel sont à l'origine de ces travaux de thèse financés dans le cadre d'une collaboration avec le Centre de Recherches et d'Etudes Européen (CREE) du groupe Saint-Gobain. En utilisation, les particules carbonées s'accumulent au sein des canaux poreux du filtre (Fig.ii). Afin de garantir un fonctionnement optimal du moteur Diesel, il convient régulièrement d'évacuer ces particules du filtre pour minimiser la perte de charge occasionnée. Pour cela, la combustion et l'oxydation des particules génèrent des produits de réaction gazeux, notamment du CO_2 , ce qui permet de nettoyer les filtres [OXA 04]. Cette étape essentielle est appelée "régénération".

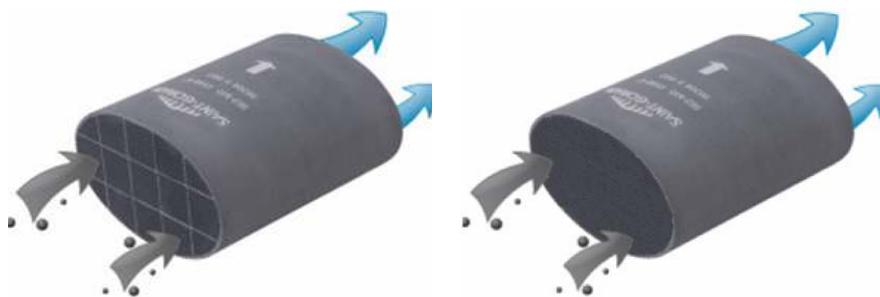


Figure i: Filtration des particules émises par les moteurs Diesel
Schémas de filtres segmenté (gauche) et monobloc (droite).

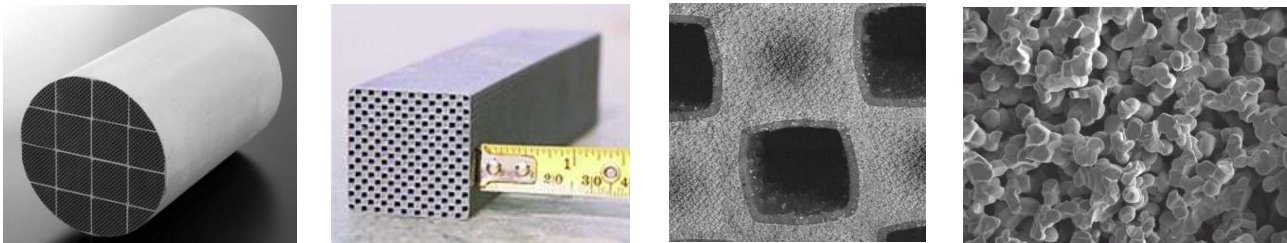


Figure ii: Les filtres à particules Diesel, des structures multi-échelles à forte valeur ajoutée - Exemple d'un filtre segmenté en carbure de silicium de Saint-Gobain (sur la troisième image, on peut noter la présence d'une couche de suie sur les parois des canaux d'entrée).

Proche de 300°C en conditions normales, la température des gaz d'échappement est néanmoins trop faible pour déclencher l'auto-inflammation et la disparition des particules. La régénération du filtre est amorcée automatiquement dès que la perte de charge, mesurée par des capteurs *in situ*, devient trop importante. Pour ce faire, des techniques spécifiques de contrôle moteur engendrent un apport supplémentaire de chaleur pour déclencher la combustion des suies. De plus, des catalyseurs d'oxydation, ajoutés dans le filtre ou dans le carburant, abaissent la température à laquelle cette réaction se produit.

Lorsque bien contrôlée, cette phase de régénération dure entre 10 et 30 minutes et ne sollicite que faiblement le filtre d'un point de vue thermomécanique. Cependant, dans certaines conditions de fonctionnement, telles une trop grande accumulation de particules ou une soudaine arrivée d'oxygène, la régénération peut être sensiblement plus rapide et violente. On parle alors de régénération "sévère". Longue de quelques minutes, la régénération sévère est sans conteste la plus critique pour le bon fonctionnement des filtres à particules Diesel [ADL 05]. La soudaine augmentation de la température, jusqu'à plus de 1000°C localement, conduit en effet à d'importants gradients thermiques dans les directions longitudinales et radiales du filtre. Les contraintes thermomécaniques alors générées peuvent conduire à la fissuration du filtre et à la détérioration de son efficacité de filtration. Ce risque de fissuration peut être minimisé en segmentant le filtre en différents blocs unitaires pour tolérer de plus grandes différences de dilatation thermique entre les parties centrales et périphériques [BEU 10]. Même avec cette technologie supplémentaire, le risque de rupture reste particulièrement important en cas de régénération sévère. Pour assurer la résistance du filtre en cas de régénération sévère, le choix du matériau est crucial pour le développement de produits capables d'assurer durablement leur fonction de dépollution. Parmi les critères de choix, la résistance sous sollicitations thermomécaniques et le comportement à la fissuration sont des aspects fondamentaux à prendre en compte.

Pour cette application industrielle, les céramiques sont la famille de matériaux la plus adaptée grâce à leurs résistance et stabilité à haute température [ADL 05]. Au sein de cette famille, la recherche d'un matériau aux caractéristiques optimales est essentielle. Si la cordiérite et le carbure de silicium sont aujourd'hui les céramiques les plus répandues sur ce marché [BAR 03], le titanate d'aluminium constitue une voie innovante et prometteuse pour la conception de filtres à particules Diesel, grâce à un rapport prix/performance très intéressant au sein de la gamme du groupe Saint-Gobain. Parmi les avantages de l'utilisation du titanate d'aluminium, citons la

possibilité de réaliser des filtres dits monoblocs en s'affranchissant d'une segmentation en blocs unitaires, étape délicate et coûteuse d'un point de vue industriel (Fig.i). En effet, le titanate d'aluminium est connu comme ayant une très haute résistance thermomécanique, entre autres grâce à un faible coefficient de dilatation thermique [THO 89a].

Des premiers essais sur banc moteur, réalisés en 2009 et en 2010 par le groupe Saint-Gobain, ont permis de confirmer le fort potentiel de ce matériau (Annexe A). Lors de ces essais, effectués avec différents niveaux de chargement en suies typiques des régénérations sévères, l'évolution du champ de température a été quantifiée : en moins de trente secondes, les parties centrales du filtre peuvent atteindre plus de 1100°C , tandis que celles en périphérie sont seulement comprises entre 600°C et 700°C (Fig.A.2 en annexe A). Pour les régénérations les plus sévères, ce type de choc thermique conduit effectivement à l'apparition de fissures au sein du filtre monobloc à base de titanate d'aluminium. Mais à l'inverse des filtres composés de carbure de silicium, il a été observé que ces fissures ne se propagent pas à travers toute la structure et s'arrêtent sur une courte longueur (Fig.A.3 en annexe A). Même fissuré partiellement, le filtre conserve ainsi ses excellentes propriétés de filtration des particules. Ce constat encourageant illustre la haute résistance thermomécanique du matériau à base de titanate d'aluminium et du filtre développés par le groupe Saint-Gobain.

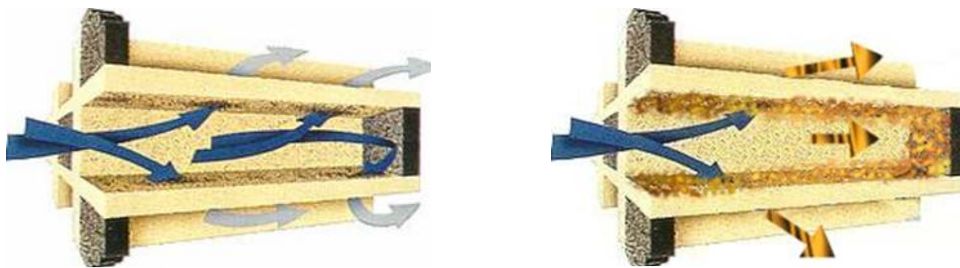


Figure iii: Filtration et régénération au niveau des parois internes d'un filtre en nids d'abeille [OXA 04].

Pour approfondir ce premier constat, il est nécessaire d'apporter une meilleure connaissance des mécanismes mis en jeu lors de la fissuration du titanate d'aluminium à haute température. Peu étudiés dans la littérature, les comportements mécaniques et à rupture de cette céramique doivent être précisément compris et identifiés. Cela est nécessaire pour pouvoir optimiser la conception des filtres à particules Diesel.

L'objectif de ces travaux de thèse est donc de proposer une méthodologie d'identification de comportement mécanique et de l'appliquer au matériau constitutif des filtres à base de titanate d'aluminium. A température ambiante comme à haute température, il est également nécessaire de caractériser la résistance à la propagation de fissure de ce matériau. Pour répondre à ces objectifs, la méthodologie proposée s'appuie sur des essais mécaniques analysés par des méthodes de mesure de champs, telle la corrélation d'images 2D et 3D [HIL 06]. Situées à la frontière du numérique et de l'expérimental, ces méthodes de mesure de champs présentent en effet un fort potentiel pour l'identification de propriétés mécaniques intrinsèques aux matériaux testés.

Dans une première partie (Chap.1 et 2), sont présentés les différents résultats bibliographiques ainsi que les outils théoriques et moyens expérimentaux sur lesquels s'appuient ces

travaux de thèse. Une synthèse présente plus particulièrement les choix méthodologiques effectués (Sec.1.5).

Dans une seconde partie (Chap.3, 4 et 5), est développée et appliquée la méthodologie d'identification de comportements mécaniques et à rupture sur le titanate d'aluminium pour filtres à particules Diesel. Par corrélation d'images 2D, la loi d'endommagement du matériau est identifiée à partir d'essais de flexion non entaillée(Chap.3) et le comportement à rupture à partir d'essais de flexion entaillée (Chap.4) à température ambiante et à haute température. La propagation de fissure en double-torsion est enfin analysée par corrélation d'images 2D et 3D (Chap.5).

1

Etude bibliographique et théorique

Ce premier chapitre a pour but de regrouper et de présenter les connaissances existantes concernant la céramique microfissurée étudiée ainsi que les théories de la rupture, les essais mécaniques et les méthodes de corrélation d'images utilisées. A travers l'exposé bibliographique et théorique de ces quatre points, l'objectif est de mettre en valeur le contexte et la pertinence des différents travaux effectués dans cette thèse.

Sommaire du chapitre 1

1.1	Une céramique microfissurée : le titanate d'aluminium	6
1.1.1	Microstructure et dilatation thermique	6
1.1.2	Un matériau stabilisé et renforcé	8
1.1.3	Comportement et propriétés thermomécaniques	9
1.1.4	Rupture et propagation de fissure	11
1.2	Modélisation de comportements à la rupture	15
1.2.1	Endommagement des matériaux	15
1.2.2	Mécanique Linéaire Elastique de la Rupture	17
1.2.3	Approches de la rupture quasi-fragile	21
1.3	Différents essais mécaniques pour les céramiques	26
1.3.1	Un essai courant : la flexion	26
1.3.2	Un essai spécifique : la double-torsion	30
1.4	Techniques de corrélation d'images	37
1.4.1	Une méthode de mesure de champs	37
1.4.2	Corrélation avec hypothèses cinématiques et mécaniques	38
1.4.3	Application à haute température et extension en 3D	42
1.5	Synthèse	44

1.1 Une céramique microfissurée : le titanate d'aluminium

1.1.1 Microstructure et dilatation thermique

La famille des céramiques regroupe l'ensemble des "matériaux inorganiques, non métalliques et généralement fragiles" [ALI 79]. Elaborées principalement par frittage ou par fusion, les céramiques sont connues pour leurs bonnes résistance mécanique, stabilité chimique et dureté à haute température, ce qui leur confère un avantage considérable pour la réalisation de pièces mécaniques amenées à être utilisées, par exemple, au-delà de 1000°C [FAN 09]. Par rapport aux autres familles de matériaux, les céramiques conservent généralement à haute température un module de Young élevé, un très faible coefficient de dilatation thermique, une contrainte à rupture en compression importante et une ténacité assez faible. La spécificité des céramiques peut être illustrée à travers différents diagrammes de propriétés thermomécaniques (Fig.1.1).

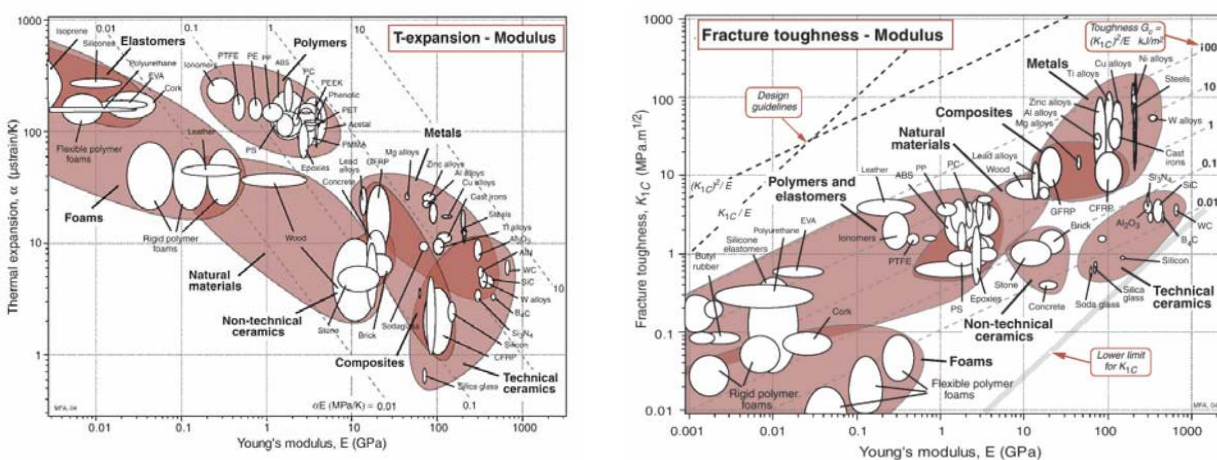


Figure 1.1: Diagrammes de propriétés thermomécaniques (module de Young, ténacité, coefficient de dilatation thermique) par famille de matériaux [ASH 05].

Faisant partie de la famille des céramiques, le titanate d'aluminium Al_2TiO_5 est aussi parfois appelé tialite. Il provient de la composition stoechiométrique de l'alumine Al_2O_3 et du dioxyde de titane TiO_2 [THO 89a]. Sa température de fusion étant égale à 1860°C, il peut être obtenu par frittage où la réaction suivante a lieu dès 1280°C :



La structure cristalline obtenue est orthorhombique [MOR 72]. Dans cette structure, chaque cation Al^{3+} ou Ti^{4+} est entouré par six ions oxygènes qui forment un octaèdre aux chaînes faiblement reliées les unes aux autres [SKA 08]. A cause de cette structure distordue, le titanate d'aluminium se caractérise par une forte anisotropie de dilatation thermique suivant les trois directions de maille [THO 89a, ZAB 95]. A l'échelle cristallographique, les trois coefficients de dilatation thermique sont donnés dans le tableau 1.1.

Lors du refroidissement après frittage, les grains se contractent anisotropiquement, générant d'importantes contraintes aux joints de grains. Cette contraction thermique anisotrope au niveau cristallographique aboutit à la formation d'un réseau de microfissures principalement intergranulaires dans le matériau [KIM 07, GIO 02]. Cette étape de microfissuration a principalement lieu quand la céramique refroidit de 700°C à 400°C [ONO 07]. Le titanate d'aluminium présente

α_a	α_b	α_c
$9,8.10^{-6}C^{-1}$	$20,6.10^{-6}C^{-1}$	$-1,4.10^{-6}C^{-1}$

Tableau 1.1: Coefficients de dilatation thermique selon les trois directions de maille du titanate d'aluminium [CHE 07b].

ainsi dès son origine un état microfissuré. Le frittage permet de contrôler la taille des grains et ainsi le réseau de microfissures créé. Pour des grains de taille inférieure à $2\mu m$, les microfissures formées sont trop petites pour être connectées les unes aux autres et avoir une influence notable sur le comportement macroscopique de la céramique [TSE 05, OIK 07]. A l'inverse, pour des tailles de grains supérieures à $6\mu m$, les fissures forment alors des réseaux très complexes [GIO 02]. L'évolution et le volume de ces microfissures peuvent être caractérisés de manière non destructive par ultrasons [BUE 08b, KIM 08], par dilatométrie [OHY 96] ou par émission acoustique [ONO 07].

Avantages et faiblesses du titanate d'aluminium pur

Ces nombreuses microfissures intergranulaires sont à l'origine d'une des propriétés les plus intéressantes du titanate d'aluminium : un très faible coefficient de dilatation thermique ($\alpha_{25-1000}C \approx 1.10^{-6}C^{-1}$) [TSE 05, OIK 07]. Lors d'une montée en température, la dilatation des grains est compensée dans un premier temps par la refermeture progressive des microfissures (Fig.1.2). Jusqu'à $750^\circ C$ environ, le coefficient de dilatation macroscopique est presque nul voir négatif [CHE 07b]. Les microfissures continuant de se refermer à plus haute température, le coefficient de dilatation thermique macroscopique tend vers la moyenne des trois coefficients à l'échelle cristallographique : $9,7.10^{-6}C^{-1}$. Il convient de souligner que les variations dimensionnelles du matériau suivent un comportement de type hystérésique lors d'un cycle de chauffe-refroidissement (Fig.1.3). Les microfissures s'étant refermées et parfois guéries à haute température, leur réouverture se fait de manière plus soudaine lors du refroidissement vers $500^\circ C$. Le rôle précis des microfissures sur la dilatation thermique est l'un des sujets les plus abordés et étudiés concernant le titanate d'aluminium dans la littérature [THO 89b, KIM 02, KIM 07, GIO 02]. C'est en effet la raison principale pour laquelle cette céramique est décrite comme ayant une bonne résistance aux chocs thermiques. Néanmoins, les microfissures sont aussi à l'origine de la faible résistance mécanique du titanate d'aluminium. Même quand les microfissures se referment à haute température, la contrainte à rupture du titanate d'aluminium reste relativement faible pour une céramique dite technique. Sa résistance mécanique est l'objet d'une prochaine section (Sec.1.1.3).

Le titanate d'aluminium pur est aussi connu pour sa grande instabilité à haute température [THO 89a, KIM 00, LOW 08, LIU 98]. Sa microstructure se décompose entre $750^\circ C$ et $1280^\circ C$ pour reformer du Al_2O_3 et du TiO_2 (Fig.1.4). Son module de Young augmentant, le titanate d'aluminium devient fragile et perd sa résistance aux chocs thermiques. De nombreux travaux ont été effectués pour comprendre cette instabilité thermodynamique [LOW 05, BUS 98, SEG 98, POP 02]. Les cations Al^{3+} sont positionnés de manière instable au sein de la maille initiale. Grâce à l'énergie thermique disponible à haute température, ils migrent alors vers certains vides présents et laissent leur place aux cations Ti^{4+} , qui migrent à leur tour [THO 89a, LOW 08, SKA 08]. Cette agitation engendre une décomposition en rutile et en corundum qui atteint son maximum vers $1150^\circ C$. Au-delà de $1280^\circ C$, le titanate d'aluminium est stable et peut se reformer [LOW 08]. Mais même si cette décomposition est réversible, il est évident qu'elle limite

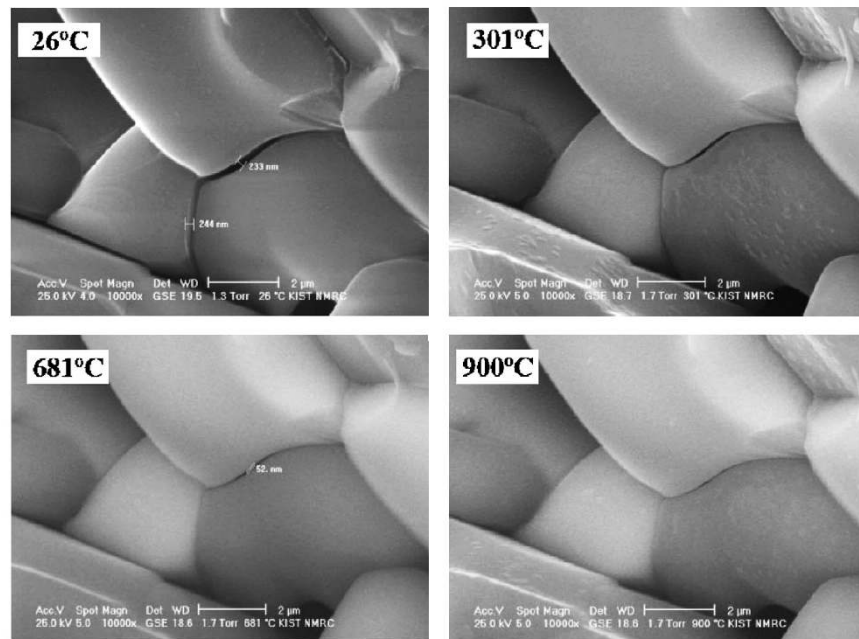


Figure 1.2: *Refermeture progressive des microfissures observée in situ par microscopie ESEM sur du titanate d'aluminium renforcé avec du $ZrTiO_4$ [KIM 07].*

les applications industrielles à haute température du titanate d'aluminium pur.

1.1.2 Un matériau stabilisé et renforcé

Le titanate d'aluminium pur est donc une céramique caractérisée par une dilatation thermique anisotrope à l'échelle cristallographique, qui engendre des microfissures lors du refroidissement après frittage. Malgré l'avantage que lui procure son faible coefficient de dilatation thermique, le titanate d'aluminium pur est difficilement utilisable en raison de sa trop faible résistance mécanique et de son instabilité thermodynamique à haute température. Pour bénéficier de tout son potentiel, il convient de limiter sa décomposition et d'augmenter sa résistance mécanique en le dopant avec différents additifs.

Concernant l'instabilité à haute température du titanate d'aluminium, différents oxydes simples peuvent être ajoutés lors de l'élaboration. Ces oxydes (MgO , Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , SiO_2) jouent le rôle de stabilisants en se logeant dans la maille du titanate d'aluminium et en évitant ainsi la migration des cations Al^{3+} . Le titanate d'aluminium est alors stabilisé thermodynamiquement et ne se décompose plus à haute température. La littérature est très riche concernant la nature et les propriétés des additifs stabilisants qui peuvent être ajoutés [TSE 05, OIK 07, LIU 98, LOW 05, NAG 99, THO 89b].

Concernant la faible limite à la rupture du matériau pur, une seconde phase peut aussi être ajoutée. A base par exemple de mullite $3Al_2O_3, 2SiO_2$, de feldspath $CaO, SrO, 3Al_2O_3, 2SiO_2$ ou d'oxyde de magnésium MgO ... sa présence permet d'augmenter les propriétés mécaniques du matériau par un facteur allant de un à quatre [ZHI 96, ANA 06, POP 02, THO 89b]. Il est cependant nécessaire de choisir une phase secondaire résistante mais aussi avec un coefficient de dilatation thermique assez faible [ZHI 96]. La dilatation thermique du matériau obtenu dépend en effet de la proportion des différentes phases et de leurs coefficients de dilatation thermique respectifs (Fig.1.3).

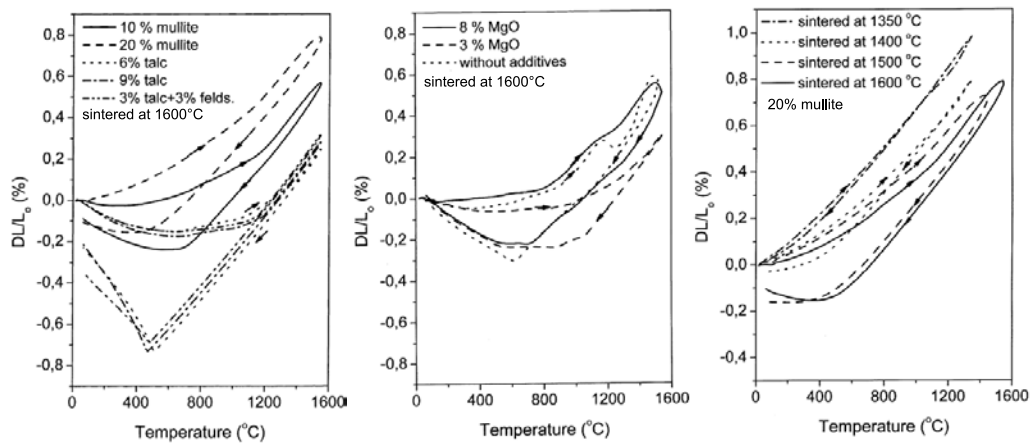


Figure 1.3: Courbes de dilatation thermique jusqu'à 1500°C de céramiques à base de titanate d'aluminium renforcé avec différents additifs [TSE 05].

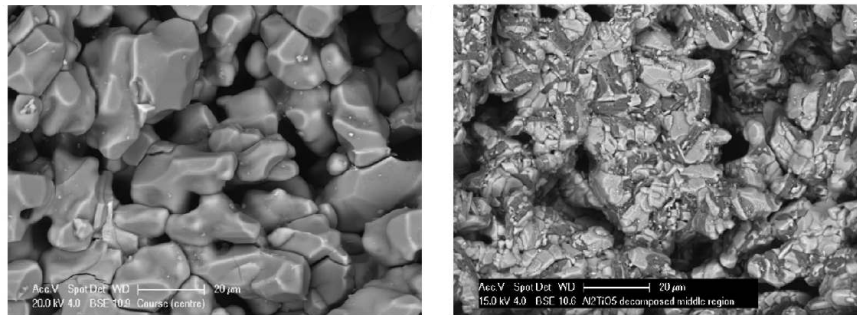


Figure 1.4: Décomposition du titanate d'aluminium pur après 22 heures à 1100°C - Images prises au MEB (mode BSE : imagerie en électrons rétrodiffusés) [LOW 08].

Stabilisé et renforcé par différents additifs, le titanate d'aluminium est un matériau innovant pour de nombreuses applications comme les filtres à particules Diesel [OGU 05, ADL 05]. Le titanate d'aluminium pur étant peu étudié et utilisé, les résultats bibliographiques désormais présentés concernent systématiquement des formulations auxquelles sont ajoutées une ou plusieurs phases secondaires. La section suivante 1.1.3 se concentre sur les aspects mécaniques du comportement du titanate d'aluminium.

1.1.3 Comportement et propriétés thermomécaniques

Il convient de souligner que relativement peu de travaux ont été menés sur les propriétés et les comportements thermomécaniques du titanate d'aluminium, ce dernier ayant été surtout étudié sur les aspects élaboration, microstructure, dilatation thermique et influence des additifs (Sec.1.1.1 et Sec.1.1.2).

Evolution des propriétés mécaniques à haute température

Le titanate d'aluminium, même dense et renforcé d'une phase secondaire, est peu rigide et peu résistant à température ambiante. Les microfissures étant alors ouvertes, son module de

Young et sa contrainte à rupture sont très faibles pour une céramique ($E_0 \approx 10 - 20 \text{ GPa}$ et $\sigma_r \approx 15 - 25 \text{ MPa}$) [THO 89b]. Lors d'une montée en température, ces propriétés augmentent progressivement au fur et à mesure que les microfissures se referment [OHY 88, DIE 08]. Entre 700°C et 1000°C , la contrainte à rupture et le module de Young peuvent être deux à trois fois plus importantes qu'à température ambiante (Fig.1.5). A partir de 800°C , il est également évoqué des mécanismes d'émoussement et de guérison des microfissures qui contribuent à l'augmentation des propriétés mécaniques mesurées [OHY 88]. A plus haute température, vers 1000°C , le matériau peut perdre en rigidité en cas de diminution du module de Young et de la viscosité de la phase secondaire (Fig.1.5). Les propriétés mécaniques macroscopiques de la céramique à base de titanate d'aluminium dépendent alors principalement de celles de la phase secondaire de plus en plus fluide [LIU 98]. Lors du premier cycle à haute température subi par le matériau, il faut noter une légère redistribution des contraintes résiduelles autour des microfissures conduisant à une augmentation de 10% à 20% de la résistance à rupture du matériau [CHE 07a].

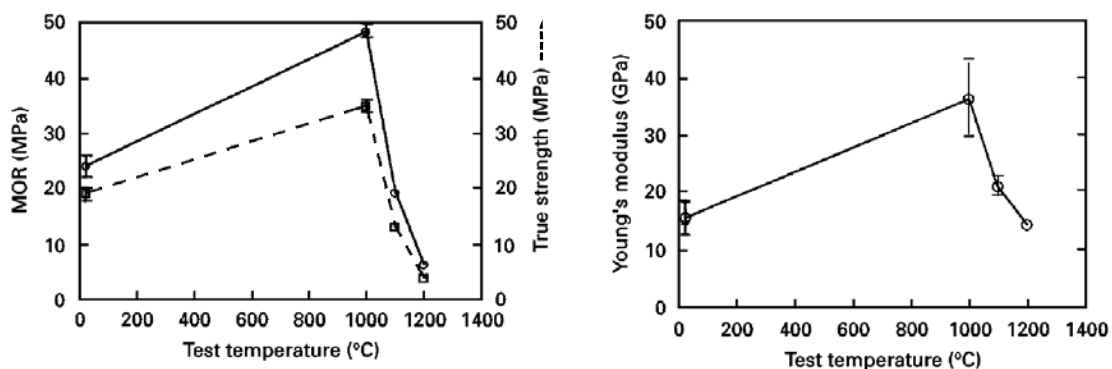


Figure 1.5: Evolution de la contrainte à rupture et du module de Young mesurés en flexion à haute température pour un titanate d'aluminium dense et renforcé avec du MgO [LIU 98].

Une céramique au comportement mécanique non-linéaire

Alors que les céramiques sont principalement élastiques fragiles, le titanate d'aluminium a la spécificité d'avoir un comportement quasi-fragile à température ambiante à cause de son réseau de microfissures [CHE 07b]. Se propageant de manière intergranulaire, les microfissures engendrent à température ambiante à l'échelle macroscopique un comportement endommageable. Ce dernier a été aussi remarqué sur des alumines faiblement chargées en titanate d'aluminium [BUE 05]. La température de frittage influe également sur le comportement endommageable du titanate d'aluminium. Plus la température de frittage est élevée, plus les microfissures générées lors du refroidissement sont grandes et plus le comportement macroscopique est non-linéaire à température ambiante [HAM 85].

A haute température, vers 700°C , les microfissures sont presque toutes refermées et le matériau peut retrouver un comportement élastique (Fig.1.6). A plus haute température, autour de 1000°C , la phase secondaire peut devenir visqueuse et conférer de nouveau un comportement non-linéaire au matériau [LIU 98]. Ces différentes températures de transition dépendent de la nature exacte de la phase secondaire ajoutée. Des essais de compression et de fluage ont déjà été réalisés à plus de 1300°C et ont permis de mettre en évidence le rôle de la phase secondaire sur la transition fragile-ductile du matériau et les phénomènes de glissements aux joints de grains

[MEL 01]. Ce comportement non-linéaire à haute température est aussi une des raisons pour lesquelles le titanate d'aluminium présente une bonne résistance aux chocs thermiques [SWA 91].

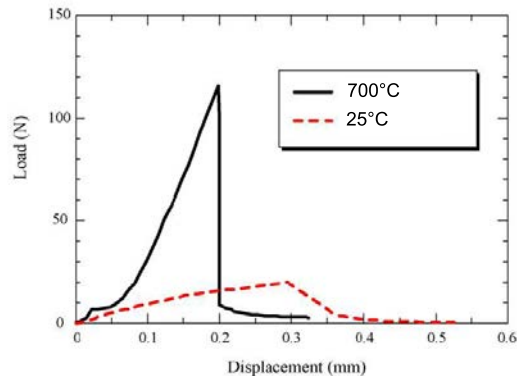


Figure 1.6: Courbes force-déplacement obtenues pour deux températures lors d'essais de flexion sur du titanate d'aluminium dense et renforcé avec du SiO₂ [CHE 07b].

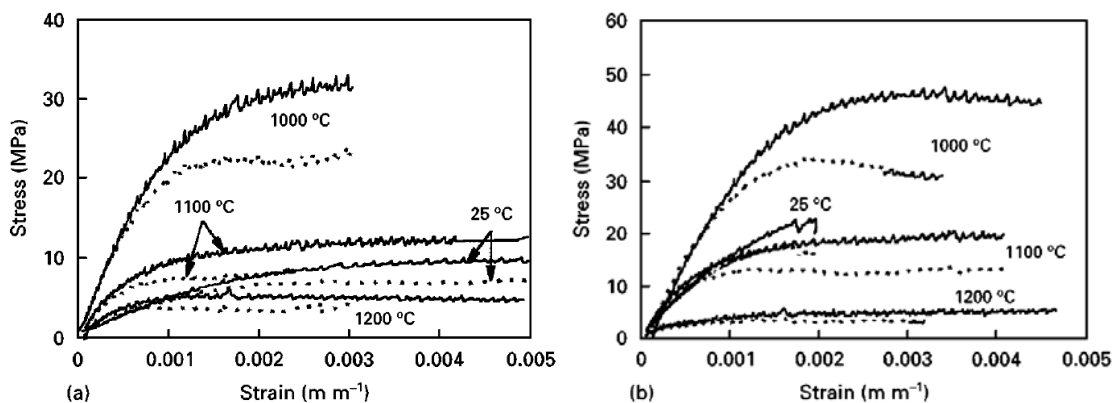


Figure 1.7: Courbes contrainte-déformation obtenues à différentes températures lors d'essais de flexion sur du titanate d'aluminium dense et renforcé avec du MgTi₂O₅ ou du Fe₂TiO₅ [LIU 98].

Il convient de préciser que ces propriétés mécaniques du titanate d'aluminium ont été majoritairement calculées dans le cadre élastique linéaire de la Résistance Des Matériaux ('RDM'), bien que cette céramique soit connue pour son comportement non-linéaire qui dépend de la température. La distinction entre différentes méthodes de calcul des contraintes ne semble avoir été faite qu'une seule fois [LIU 98]. De plus, à notre connaissance, il semble qu'aucune loi de comportement mécanique n'ait été identifiée pour le titanate d'aluminium à température ambiante ou à haute température. Quand des contraintes ou déformations à rupture ont été estimées, cela n'a jamais été suivi par l'identification d'un modèle constitutif capable de représenter les champs mécaniques du matériau.

1.1.4 Rupture et propagation de fissure

De nouveau, la propagation de fissure dans le titanate d'aluminium n'a été que très peu étudiée à notre connaissance. Cette section résume les travaux disponibles dans la littérature à

ce sujet.

A température ambiante, la ténacité du titanate d'aluminium est faible en raison des nombreuses microfissures ouvertes ($K^{Ic} \approx 0,5 - 1 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$). Tout comme le module de Young et la contrainte à rupture, la ténacité du matériau dépend fortement de la température [CHE 07b]. Avec des essais de flexion entaillée, il a été observé une augmentation linéaire de la ténacité avec la température jusqu'à 700°C (Fig.1.8). Il faut souligner que ces grandeurs ont été calculées dans le cadre de la Mécanique Linéaire Élastique Fragile ('MLER') bien que le matériau puisse être quasi-fragile en fonction de la température. Pour tenir compte du comportement non-linéaire du titanate d'aluminium, une approche plus complexe de sa rupture a été réalisée une seule fois à notre connaissance. Il s'agissait toutefois d'une étude sur l'influence de nanoparticules de titanate d'aluminium au sein d'une alumine dense [BUE 08a]. Le rôle de la phase secondaire qui vient émousser les pointes des microfissures a été mis en exergue à l'égard de la tenue en fatigue à haute température [MAT 04]. Enfin, une étude suivant une approche statistique de la rupture du titanate d'aluminium a également été réalisée [CHE 04]. Le module de Weibull calculé est assez élevé ($m \approx 25 - 35$) et s'expliquerait par l'homogénéité des très nombreuses microfissures au sein du matériau.

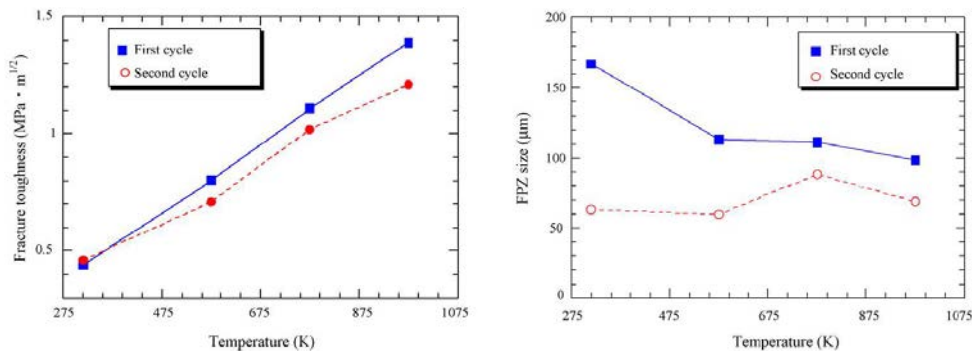


Figure 1.8: Ténacité et taille de la zone de process ('FPZ') mesurées sur du titanate d'aluminium dense et renforcé avec du SiO_2 . Certains échantillons sont testés lors de leur deuxième montée à haute température [CHE 07b].

Résistance à la propagation de fissure

La vitesse de propagation d'une fissure dans le titanate d'aluminium a déjà été étudiée à température ambiante [HAM 85]. Il a été explicité l'importance des microfissures qui interagissent avec la fissure principale. Au sein du titanate d'aluminium, la fissuration se fait principalement de manière intergranulaire, puisque des microfissures se situent déjà aux joints de grains. Les microfissures s'ouvrent et se développent autour de la pointe de la fissure, dévient son trajet et ralentissent sa propagation [HAM 85, LIU 98, CHE 07b]. Cette dissipation d'énergie explique le rôle significatif des microfissures vis à vis de la bonne résistance à la fissuration du titanate d'aluminium. De nombreux mécanismes de renforcement ont été observés en pointe de fissure à température ambiante (Fig.1.9). Au fur et à mesure que les microfissures se referment à haute température, il y a de moins en moins d'énergie dissipée en amont de la fissure dans la zone endommagée dite Fracture Process Zone ('FPZ') (Fig.1.8).

Cette résistance à la propagation de fissure a été confirmée par d'autres travaux soulignant aussi la microfissuration comme un des mécanismes principaux d'endommagement et de renfor-

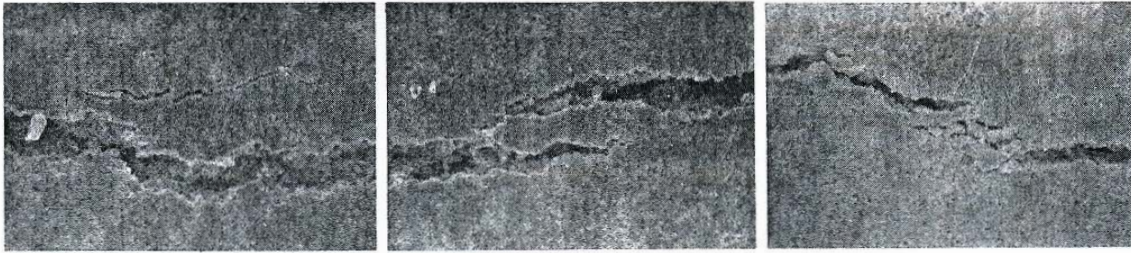


Figure 1.9: Mécanismes de renforcement (branchement, multifissuration, pontage) observés sur du titanate d'aluminium pur fissuré à température ambiante [HAM 85].

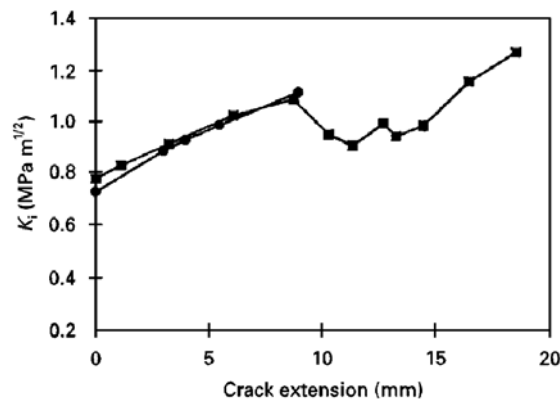


Figure 1.10: Résistance à la propagation de fissure (courbe-R) mesurée sur un essai de traction CT à température ambiante sur un titanate d'aluminium dense et renforcé avec du $MgTi_2O_5$ [LIU 98].

cement du titanate d'aluminium [LIU 98]. Sa résistance à la fissuration a été quantifiée avec une courbe-R explicitant sa résistance croissante au fur et à mesure que la fissure macroscopique se propage (Fig.1.10). Ces derniers travaux concernant la rupture et la fissuration du titanate d'aluminium ont tous été réalisés à température ambiante et, à notre connaissance, aucune étude détaillée n'a été réalisée à haute température.

Des problématiques communes avec d'autres céramiques quasi-fragiles

Les différentes problématiques évoquées précédemment à propos du titanate d'aluminium concernent également d'autres céramiques quasi-fragiles.

De nombreux mécanismes microstructuraux peuvent être en effet à l'origine d'un comportement mécanique non-linéaire. Principalement, il s'agit de microfissures qui se propagent et endommagent le matériau sollicité en traction. C'est le cas pour les céramiques à grains présentant une dilatation thermique anisotrope et un réseau de microfissures présent dès leur mise en œuvre [SWA 91, THO 89a]. Les microfissures peuvent également apparaître lors du chargement pour des matériaux composites présentant de forts gradients de propriétés mécaniques au sein de leurs microstructures, tels la roche naturelle [KAC 82] ou synthétique [LAT 01], les réfractaires [SIM 00], le béton [SHA 87], les matériaux fortement poreux tels le plâtre [MEI 03] et certaines céramiques pour applications piézoélectriques [FET 98]. D'autres mécanismes microstructuraux

peuvent être mentionnés, tels le cisaillement ou le flambage des parois osseuses [MER 06] et la transformation de phase dans les zircons [RAU 02]. La présence d'une phase secondaire de type visqueux peut aussi être à l'origine de comportements mécaniques non-linéaires à haute température [DAV 79, MUN 99].

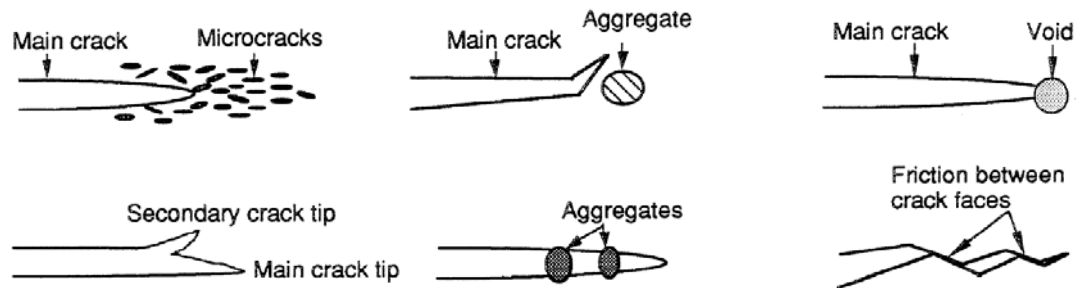


Figure 1.11: Différents mécanismes de renforcement habituellement observés au sein de la zone FPZ sur des céramiques [SHA 95].

Quant à la réponse non-linéaire d'un échantillon entaillé, elle peut également provenir soit d'un comportement macroscopique du matériau initialement déjà microfissuré, soit de l'apparition de mécanismes de renforcement locaux autour de la fissure. Comme évoqué pour le titanate d'aluminium, différents mécanismes permettent de dissiper progressivement de l'énergie au sein de la FPZ lors de l'amorçage puis de la propagation de la fissure. Répertoriés dans de nombreux ouvrages [DAV 79, SWA 90, MUN 99], les principaux mécanismes locaux de renforcement observés sur les céramiques sont le pontage, le branchement, la multifissuration, la friction, la déviation (Fig.1.11). La présence d'une phase secondaire visqueuse peut également émousser les pointes de fissure et augmenter la résistance à la fissuration [MAT 04]. Tout comme le titanate d'aluminium, de nombreux matériaux sont sujets à la présence de mécanismes de renforcement conduisant à une augmentation de résistance à la propagation de fissure. On peut citer, par exemple, les matériaux composites, tels les réfractaires [HOM 80], les matériaux carbonés [ARN 90] ainsi que les céramiques à grains comme les alumines [BOR 85, CHE 96a].

Ces différentes céramiques partagent les mêmes problématiques que celles évoquées plus précisément dans le cas du titanate d'aluminium. Présenté dans la section 2.1, le matériau étudié dans cette thèse a néanmoins la particularité d'être endommageable, fortement poreux ($\approx 50\%$) et associé à une phase secondaire spécifiquement développée par le groupe Saint-Gobain pour les applications de type filtres à particules Diesel. A notre connaissance, aucune étude n'a été réalisée dans un tel cas. Pour ces différentes raisons, il est difficile d'extraire de la littérature des informations quantitatives concernant le comportement mécanique et à rupture. Quoi qu'il en soit, pour bien comprendre les enjeux de la rupture de ces matériaux quasi-fragiles, il convient de replacer les précédents résultats bibliographiques dans le contexte théorique de l'endommagement et de la mécanique de la rupture.

1.2 Modélisation de comportements à la rupture

1.2.1 Endommagement des matériaux

Problème élastique de référence

Les céramiques sont dans leur majorité des matériaux élastiques fragiles. Pour décrire leur comportement mécanique, l'hypothèse formulée est celle de la déformation statique d'un corps élastique, linéaire, homogène, isotrope et isotherme. Les variables internes sont les champs de contrainte σ_{ij} et de déformation ϵ_{ij} reliés par les équations d'équilibre locales, la loi de comportement et les conditions aux limites [LEM 88]. En élasticité, la loi de comportement est connue sous le nom de loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu} \left(\epsilon_{ij} + \frac{\nu}{1-2\nu} \text{Tr}(\epsilon_{ij}) \delta_{ij} \right) \quad (1.2)$$

où E et ν sont respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson du matériau, δ_{ij} le symbole de Kronecker (égal à 1 quand $i = j$ et à 0 quand $i \neq j$). Dans le cas de déformations ϵ_{ij} infinitésimales, celles-ci sont obtenues à partir du champ de déplacement u_i :

$$\epsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (1.3)$$

Si les paramètres matériaux E et ν sont principalement utilisés en élasticité, les coefficients de Lamé le sont aussi parfois pour simplifier certaines expressions :

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad (1.4)$$

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (1.5)$$

Pour une description complète de la mécanique linéaire élastique, on se référera aux nombreux ouvrages disponibles dans la littérature [TIM 70, LEM 88].

Microfissuration et endommagement

En cas d'une relation non-linéaire entre σ_{ij} et ϵ_{ij} , différents outils théoriques ont été mis en place. Citons et détaillons ici les concepts qui ont été les plus utilisés quant à l'endommagement des céramiques [KAC 92, GAM 92].

De manière générale, il est possible de définir un modèle d'endommagement comme alternative au modèle élastique précédemment décrit. Introduit à l'origine pour des problématiques de fluage [KAC 58], la prise en compte de l'endommagement se fait par l'apport d'une nouvelle variable interne D . Dans sa forme la plus simple, cette variable D est un scalaire qui représente la diminution de rigidité E du matériau par rapport à sa valeur initiale E_0 :

$$E = (1 - D)E_0 \quad (1.6)$$

Cette définition du module de Young est introduite dans l'équation générale 1.2 pour obtenir une loi de comportement endommageable. Au-delà de cette définition scalaire de D souvent utilisée [LEM 88], il a été proposé d'autres définitions de l'endommagement à travers de tenseurs

d'ordre plus élevé et éventuellement anisotropes [DRA 00, CAZ 10]. Quel que soit le choix de sa définition, l'endommagement D du matériau augmente au fur et à mesure que le matériau est sollicité. $D = 0$ correspond à un matériau sain, $D = 1$ à un matériau complètement endommagé avec une raideur nulle. La rupture intervient quand D atteint la valeur D_{max} [SWA 90, PER 09]. Cette dernière correspond à la transition de l'endommagement d'un état stable à instable. D_{max} peut ainsi être inférieur à 1 (Fig.1.12). La notion de transition entre un matériau continu endommagé et l'apparition d'une fissure macroscopique est l'objet de nombreux travaux [RAG 00, CAZ 10].

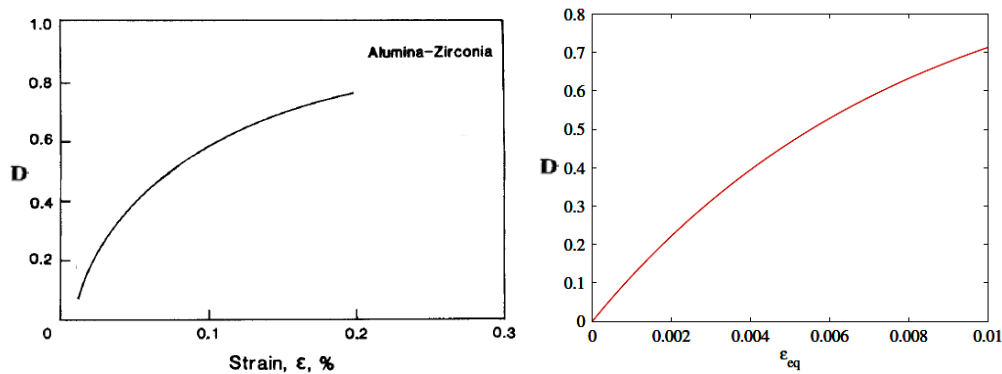


Figure 1.12: Lois exponentielles d'endommagement D en fonction de la déformation ϵ en traction pour une céramique Alumine-Zircone [SWA 90] et pour un composite anisotrope [PER 09].

Si la notion d'endommagement précédemment décrite est très répandue, il existe aussi des outils utilisés de manière plus spécifique pour les céramiques microfissurées. Par exemple, différents indices permettent de quantifier la non-linéarité d'une courbe contrainte-déformation en la comparant à un cas élastique linéaire [BAZ 95, GOG 98]. Citons aussi les nombreux travaux réalisés concernant l'analyse et l'interprétation des phénomènes hystérésiques observés sur des matériaux microfissurés [LAW 98, RAG 00]. Lors de cycles, la décharge du matériau peut être différente de la charge en raison des frottements qui ont lieu entre les lèvres des différentes microfissures.

Les différentes propriétés mécaniques sont également affectées par la présence de microfissures au sein d'un matériau. Il a été étudié d'un point de vue analytique l'influence de la densité d'un réseau de microfissures sur les propriétés macroscopiques du matériau [HAS 79]. Les propriétés tels le module de Young, la contrainte à rupture et la conductivité augmentent significativement quand la densité de microfissures diminue. Il est intéressant de noter que ces propriétés S_i évoluent avec la densité d de microfissures selon des lois de type $S_i = f_i(1/d)$. Macroscopiquement, les propriétés du matériau diminuent dès la présence de quelques microfissures (Fig.1.13).

Si l'endommagement dû aux microfissures peut être considéré *a priori* comme pénalisant quant à l'utilisation des céramiques quasi-fragiles, il s'avère finalement être un atout en termes de résistance au choc thermique [SWA 91, SCH 93]. En diminuant les contraintes thermomécaniques et l'énergie élastique emmagasinée, le risque de rupture du matériau est grandement amoindri lors d'un choc thermique. Une deuxième conséquence bénéfique de la présence de microfissures est aussi la bonne résistance à la propagation de fissures pour ces matériaux.

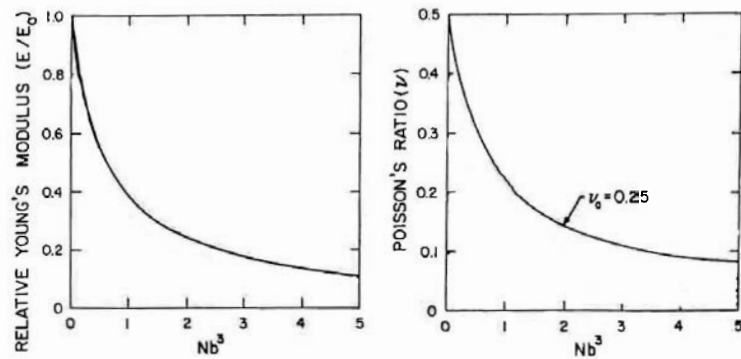


Figure 1.13: Evolution théorique des propriétés élastiques en fonction de la densité de microfissures [HAS 79]. La densité d est égale à Nb^3 où N est le nombre de microfissures par unité de volume et b leur rayon de révolution.

Avant d'aborder ce point, il convient d'abord de revenir sur le cadre général de la Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture.

1.2.2 Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture

Il existe deux approches complémentaires de la Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture ('MLER'), une approche énergétique globale et une approche asymptotique locale. Elles décrivent toutes deux le comportement d'une fissure au sein d'un matériau élastique.

Approche énergétique globale de la rupture fragile

Ce sont les travaux de Griffith qui ont donné naissance à la mécanique de la rupture [GRI 21]. L'idée de base de cette approche globale est qu'une fissure avance d'une longueur da uniquement si l'énergie libérée par le système lors de la propagation est 2 fois supérieure à l'énergie γ_s nécessaire à la création d'une nouvelle surface. Cette approche globale se résume comme suit.

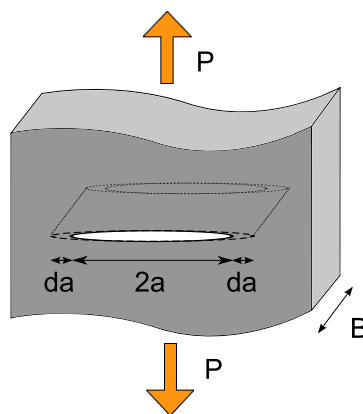


Figure 1.14: Propagation d'une fissure elliptique dans un matériau [GRI 21].

Dans le cas d'un matériau élastique contenant une fissure (Fig.1.14), l'énergie potentielle

totale Π est égale à :

$$\Pi = W_e - W_P + W_f \quad (1.7)$$

où W_e est l'énergie de déformation du système, W_P le travail effectué par les forces extérieures P et W_f l'énergie nécessaire à la fissuration. Pour un accroissement infinitésimal da de la fissure, le système est en équilibre lorsque $\partial\Pi/\partial a = 0$. Un taux de restitution d'énergie G est introduit comme étant égal à l'énergie nécessaire à la création d'une nouvelle surface fissurée par unité de longueur da et de largeur B :

$$G = \frac{1}{B} \frac{\partial}{\partial a} (W_P - W_e) = \frac{1}{B} \frac{\partial W_f}{\partial a} \quad (1.8)$$

Ce taux de restitution d'énergie G peut aussi être calculé à partir de la complaisance C (inverse de la raideur) du système. L'énergie de déformation s'écrit en effet :

$$W_e(a, P) = \frac{1}{2} P u = \frac{1}{2} C P^2 \quad (1.9)$$

Il est alors possible de montrer que :

$$G = \frac{1}{B} \left[\frac{\partial W_e(a, P)}{\partial a} \right] = \frac{P^2}{2B} \frac{\partial C}{\partial a} \quad (1.10)$$

Pour qu'il y ait propagation lorsque le matériau est sollicité mécaniquement, la grandeur G , calculée avec l'équation 1.10, doit donc être supérieure au paramètre matériau G_{Ic} égal à 2 fois l'énergie de création d'une nouvelle surface γ_s :

$$G_{Ic} = 2\gamma_s \quad (1.11)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial G}{\partial a} < 0 &\Leftrightarrow G < G_{Ic} \rightarrow \text{pas de propagation} \\ \frac{\partial G}{\partial a} = 0 &\Leftrightarrow G = G_{Ic} \rightarrow \text{propagation stable} \\ \frac{\partial G}{\partial a} \geq 0 &\Leftrightarrow G \geq G_{Ic} \rightarrow \text{propagation instable} \end{aligned} \quad (1.12)$$

Cette approche énergétique globale conduit à un critère de propagation pour une fissure existante.

Approche asymptotique locale de la rupture fragile

En complément de l'approche énergétique précédente, une approche asymptotique permet de décrire les champs de déplacement et de contrainte au voisinage du front de fissure. Il convient de distinguer trois modes de sollicitation du front de fissure (Fig.1.15).

La distinction de ces différents modes permet de décrire précisément les champs mécaniques en pointe de fissure. En s'appuyant sur les travaux de Griffith, Irwin a montré que les composantes des différents champs σ_{ij} et u_i pouvaient s'écrire sous la forme suivante [IRW 54, IRW 57] :

$$\sigma_{ij} = \frac{K^I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^I(\theta) + \frac{K^{II}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{II}(\theta) + \frac{K^{III}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{III}(\theta) \quad (1.13)$$

$$u_i = \frac{K^I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} g_i^I(\theta, \kappa) + \frac{K^{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} g_i^{II}(\theta, \kappa) + \frac{K^{III}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} g_i^{III}(\theta, \kappa) \quad (1.14)$$

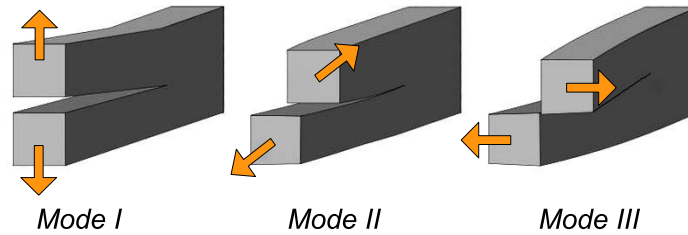


Figure 1.15: Trois modes de sollicitation d'une fissure.

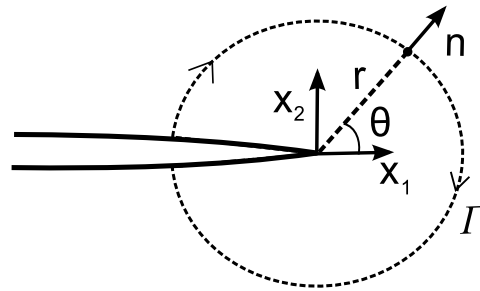


Figure 1.16: Repère et notations pour une fissure en 2D

où $(r; \theta)$ sont les coordonnées polaires par rapport à la pointe de la fissure (Fig.1.16), κ est la constante de Kolossov ($\kappa = (3 - 4\nu)$ en déformations planes et $\kappa = (3 - \nu)/(1 + \nu)$ en contraintes planes), μ le coefficient de Lamé parfois aussi appelé module de cisaillement (Eq.1.5). Les fonctions f_{ij}^k et g_i^k seront explicitées en 2D dans les équations 1.16 et 1.17.

Dans les expressions précédentes 1.13 et 1.14, on observe premièrement la singularité du champ de contrainte qui tend vers l'infini quand le rayon r tend vers zéro. Deuxièmement, ces champs sont proportionnels à trois facteurs K^I , K^{II} et K^{III} . Ces derniers sont appelés facteurs d'intensité des contraintes et représentent l'intensité de la singularité des contraintes générées par des sollicitations respectivement en mode I, II et III. L'équation 1.15 donne leur définition pour chacun des trois modes dans le repère défini selon la figure 1.16. Troisièmement, il convient de souligner que ce sont les mêmes facteurs d'intensité des contraintes dans les expressions 1.13 et 1.14. Dans le cas élastique, la relation entre les champs de déplacement et de contrainte est en effet linéaire [IRW 57].

$$\begin{aligned}
 K^I &= \lim_{r \rightarrow 0} \sqrt{2\pi r} \sigma_{22}(\theta = 0) \\
 K^{II} &= \lim_{r \rightarrow 0} \sqrt{2\pi r} \sigma_{21}(\theta = 0) \\
 K^{III} &= \lim_{r \rightarrow 0} \sqrt{2\pi r} \sigma_{23}(\theta = 0)
 \end{aligned} \tag{1.15}$$

Dans le cas particulier d'une fissure située dans un domaine infini en 2D, Westergaard a exprimé les solutions des champs de contrainte et de déplacement au voisinage du front de fissure

[WES 39, BUI 78] :

$$\begin{cases} \sigma_{11} = \frac{K^I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} (1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}) + \frac{K^{II}}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} (2 + \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}) \\ \sigma_{12} = \frac{K^I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} + \frac{K^{II}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} (1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}) \\ \sigma_{22} = \frac{K^I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} (1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}) + \frac{K^{II}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \end{cases} \quad (1.16)$$

$$\begin{cases} u_1 = \frac{K^I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} (\kappa - \cos \theta) + \frac{K^{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} (\kappa + \cos \theta + 2) \\ u_2 = \frac{K^I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} (\kappa - \cos \theta) - \frac{K^{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} (\kappa + \cos \theta - 2) \end{cases} \quad (1.17)$$

Irwin a montré qu'il est possible de relier les facteurs d'intensité des contraintes de cette approche asymptotique au taux de restitution d'énergie introduit dans l'approche énergétique globale [IRW 57, BUI 78]. En mode mixte pour un matériau élastique, la formule d'Irwin est définie comme suit :

$$G = \frac{f(\nu)}{E} ((K^I)^2 + (K^{II})^2) + \frac{1}{2\mu} (K^{III})^2 \quad (1.18)$$

où $f(\nu)$ est égal à 1 en contraintes planes et à $(1 - \nu^2)$ en déformations planes. En mode I pur, cette formule se simplifie et permet de réécrire le critère de propagation de Griffith (Eq.1.11) en termes de facteur d'intensité des contraintes critique K^{Ic} :

$$G = \frac{f(\nu)}{E} (K^I)^2 \quad (1.19)$$

$$K^{Ic} = \sqrt{\frac{2\gamma_c E}{f(\nu)}} \quad (1.20)$$

Cette valeur critique du facteur d'intensité des contraintes, appelée ténacité, est un paramètre intrinsèque à chaque matériau. En mode I pur, une fissure existante se propage dès que son facteur d'intensité des contraintes atteint la valeur K^{Ic} . En mode mixte, les valeurs des facteurs d'intensité des contraintes permettent de calculer le taux de restitution d'énergie équivalent G à partir de l'équation 1.18, pour le comparer au paramètre G^c propre au matériau. C'est le critère de propagation de cette approche asymptotique locale.

Calcul des facteurs d'intensité des contraintes

Les facteurs d'intensité des contraintes peuvent être obtenus soit de manière analytique soit de manière numérique.

Pour une géométrie donnée dans le repère 1.16, le facteur K^I peut se calculer de manière analytique à partir de la contrainte exercée sur le matériau à travers la relation suivante :

$$K^I = \sigma_{22} \chi_g \sqrt{\pi a} \quad (1.21)$$

où σ_{22} est la contrainte homogène loin de la fissure, a la longueur de la fissure et χ_g un facteur qui dépend des conditions d'essais et de la géométrie du corps sollicité. Les valeurs analytiques de χ_g sont disponibles dans la littérature pour différents chargements et géométries de fissure [TAD 85, MUR 87].

Numériquement, il est souvent plus commode d'estimer la valeur de K^I par différentes intégrales de contour basées sur les champs de déplacement et de contrainte. L'intégrale J a été développée par Rice [RIC 68] et est définie par :

$$J = \int_{\Gamma} P_{1j} n_j d\Gamma \quad (1.22)$$

où n est le facteur unitaire normal extérieur au contour d'intégration Γ (Fig.1.16), et P_{ij} le tenseur d'Eshelby défini comme suit :

$$P_{ij} = \frac{\sigma_{ij} \epsilon_{ij}}{2} \delta_{ij} - \sigma_{kj} \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \quad (1.23)$$

où δ_{ij} sont les indices de Kronecker. En élasticité, l'intégrale J correspond directement au taux de restitution d'énergie G et permet, par exemple, en mode I pur, d'estimer le facteur d'intensité des contraintes K^I avec l'équation 1.19. En cas de sollicitations en mode mixte, cette intégrale ne permet pas de distinguer l'influence des différents modes. A l'inverse, les intégrales d'interaction I permettent de calculer indépendamment chaque facteur d'intensité des contraintes en se basant sur différents champs analytiques [GOS 02].

Transformées en intégrales de surface ou de volume sur des champs obtenus par exemple avec une simulation numérique de type éléments finis, ces différentes intégrales J et I permettent ainsi d'obtenir numériquement les valeurs des facteurs d'intensité des contraintes et ainsi de prédire l'éventuelle propagation de la fissure. Il a été montré que ces intégrales sont indépendantes du contour Γ sous certaines conditions (pas de chargement sur les lèvres de la fissure, aucune force volumique, etc.) [BUI 78].

Hypothèses de la Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture

Ces deux approches, globale et locale, sont complémentaires et s'appuient sur les mêmes hypothèses qu'il convient de rappeler ici.

Le matériau est considéré comme isotrope, élastique, homogène, infini et continu d'un point de vue macroscopique. Ce matériau se déforme en petites déformations. L'existence d'une fissure est alors supposée puisqu'aucune des deux approches n'est capable de prédire l'initiation d'une fissure à l'intérieur d'un matériau sain. Tous les phénomènes non-linéaires sont supposés concentrés à la pointe de fissure. Au voisinage de la fissure, il existe une zone plastique qui est supposée suffisamment petite et ayant peu d'influence par rapport à celle de la singularité élastique en facteur d'intensité des contraintes ('K-dominance'). On parle alors d'hypothèse de plasticité confinée. Enfin, les éventuels transferts d'énergie chimique ou thermique en pointe de fissure sont négligés.

Les céramiques étant une famille de matériaux aux comportements majoritairement linéaires élastiques, les hypothèses précédentes sont satisfaites. A basse température en particulier, la forte énergie des liaisons iono-covalentes des céramiques empêche le mouvement des dislocations et donc toute forme de plasticité. La rupture fragile intervient à partir de défauts préexistants dans la microstructure [LAW 93].

1.2.3 Approches de la rupture quasi-fragile

Pour de nombreuses céramiques quasi-fragiles (Sec.1.1.4), les hypothèses précédentes de la Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture ne sont pas satisfaites. Des approches alternatives ont été proposées afin de modéliser leur rupture.

Approche énergétique de la rupture quasi-fragile

Pour décrire et quantifier les différentes sources de dissipation d'énergie lors de la fissuration, il existe différentes approches analytiques et expérimentales.

De manière générale, il est possible de définir différentes énergies mises en jeu lors de la fissuration : W_{tot} qui correspond à l'énergie totale dissipée, W_f à l'énergie dissipée par la fissuration et la création de nouvelles surfaces et W_d l'énergie dissipée de manière diffuse à travers l'endommagement du matériau (Fig.1.17). A partir de ces différentes grandeurs énergétiques, la résistance de la fissure R est définie par [EFT 75] :

$$R = \frac{1}{B} \left(\frac{\partial W_f}{\partial a} + \frac{\partial W_d}{\partial a} \right) = \frac{1}{B} \frac{\partial W_{tot}}{\partial a} \quad (1.24)$$

Cette définition de R est une généralisation de l'équation 1.8 pour le taux de restitution d'énergie G . Dans le cas linéaire élastique fragile, cette grandeur R est égale tout au long de la fissuration au taux G .

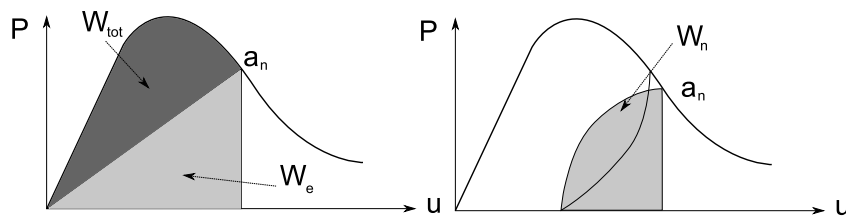


Figure 1.17: Méthodes d'estimation des différentes énergies mises en jeu lors de la fissuration quasi-fragile.

Plus couramment, l'intégrale J est utilisée pour décrire la rupture non fragile de nombreux matériaux. Son principe a été généralisé par Rice [RIC 73]. Si cette intégrale J est égale en élasticité linéaire au taux de restitution d'énergie G , elle correspond, dans le cas non fragile, à un nouveau paramètre J^{Ic} utilisable comme critère de propagation. Calculer numériquement cette intégrale avec l'équation 1.22 est délicat car sa valeur n'est plus indépendante du choix du contour Γ comme c'est le cas en élasticité linéaire. Expérimentalement, il est possible de calculer J à partir de la courbe force-déplacement $P-u$ enregistrée lors d'un essai. La valeur J est alors égale à :

$$J = \frac{2W_n}{B(H - a_n)} \quad (1.25)$$

où W_n est l'aire sous la courbe $P-u$ d'une éprouvette en train de se fissurer (Fig.1.17), $H - a_n$ la longueur du ligament non fissuré au cycle n et B l'épaisseur de l'éprouvette. A partir de cycles de charge-décharge, on considère qu'à chaque cycle n il s'agit d'une nouvelle éprouvette comportant une fissure de longueur a_n et nécessitant l'énergie W_n pour que la propagation continue. Il convient de citer les méthodes de Sakai [SAK 83] et de Garwood [GAR 75] qui proposent d'autres manières de calculer ces grandeurs énergétiques à partir de la réponse force-déplacement d'une éprouvette fissurée. Quelle que soit la méthode utilisée, il est nécessaire de connaître précisément la position de la pointe de fissure au cours de l'essai.

Pour certaines applications très spécifiques, des auteurs ont parfois proposé des modifications quant à la définition de ces quantités énergétiques [HAS 94, SHA 95]. De nouveau, comparer les

valeurs de J ou de R à celle de G permet de préciser dans quelle mesure le comportement à rupture du matériau est éloigné de la MLER. Enfin, il existe également pour la rupture quasi-fragile des techniques basées sur l'analyse de l'ouverture de la fissure (CTOD, 'Crack Tip Opening Displacement'; CMOD, 'Crack Mouth Opening Displacement'). Ceci a été développé dans le cadre, entre autres, de la rupture du béton [SHA 95].

Approche asymptotique de la rupture quasi-fragile

De nombreux auteurs ont constaté que l'approche en facteurs d'intensité des contraintes n'était pas directement appropriée à la rupture non-fragile [BOR 85, BUE 08a]. Le matériau n'étant plus élastique fragile, son comportement à rupture sort du cadre de la MLER et de ses hypothèses (Sec.1.2.2).

Il est alors possible de proposer une nouvelle définition des facteurs d'intensité des contraintes classiquement définis à partir de l'intensité de la singularité des champs de contrainte (Eq.1.15). Les valeurs des facteurs K^I , K^{II} et K^{III} peuvent également être obtenues à partir des champs de déplacement (Eq.1.14). Il apparaît alors deux types de facteurs à partir des équations 1.16 et 1.17 [BUI 78].

Les facteurs d'intensité des contraintes statiques, K_σ^j , représentent l'intensité du champ de contrainte en pointe de fissure. Ils correspondent à ceux décrits dans l'équation 1.15 :

$$\begin{aligned} K_\sigma^I &= \lim_{r \rightarrow 0} \sqrt{2\pi r} \sigma_{22}(\theta = 0) \\ K_\sigma^{II} &= \lim_{r \rightarrow 0} \sqrt{2\pi r} \sigma_{21}(\theta = 0) \end{aligned} \quad (1.26)$$

Les facteurs d'intensité des contraintes cinématiques, K_u^j , représentent l'intensité du champ de déplacement en pointe de fissure :

$$\begin{aligned} K_u^I &= \lim_{r \rightarrow 0} \frac{\mu}{\kappa + 1} \sqrt{\frac{2\pi}{r}} u_2(\theta = 0) \\ K_u^{II} &= \lim_{r \rightarrow 0} \frac{\mu}{\kappa + 1} \sqrt{\frac{2\pi}{r}} u_1(\theta = 0) \end{aligned} \quad (1.27)$$

En élasticité, les champs de contrainte et de déplacement sont proportionnels aux mêmes facteurs K^j . Les deux types de facteurs d'intensité des contraintes statiques et cinématiques sont équivalents (Sec.1.2.2). Il convient aussi de remarquer que ces facteurs ne sont pas sensibles aux mêmes échelles. Les K_σ^j s'expriment en \sqrt{r} (Eq.1.13) et les K_u^j en $1/\sqrt{r}$ (Eq.1.14). Les facteurs d'intensité des contraintes statiques K_σ^j représentent surtout les champs mécaniques au voisinage du front de fissure. A l'inverse, les facteurs d'intensité des contraintes cinématiques K_u^j reflètent principalement les champs loin de la fissure. En mode mixte, une nouvelle définition du taux de restitution d'énergie G est proposée [BUI 78] :

$$G = \frac{1}{E} (K_u^I K_\sigma^I + K_u^{II} K_\sigma^{II}) \quad (1.28)$$

Si cette distinction entre K_σ^j et K_u^j est communément admise et utilisée en rupture dynamique [RÉT 05, GRE 08], il semble qu'elle n'ait jamais été employée dans le cadre de la rupture quasi-fragile.

Résistance à la propagation de fissure : les courbes-R

Le paramètre J proposé par Rice permet, entre autres, de modéliser le comportement à rupture des céramiques non-linéaires. Un autre outil est largement utilisé pour quantifier la résistance à la propagation de fissure des céramiques : les courbes-R. Elles correspondent à une augmentation des paramètres K , G , J ou R en fonction de l'avancée de la fissure da . Dans la littérature, ces courbes sont majoritairement tracées en termes de facteur d'intensité des contraintes K^r en fonction de a . Les courbes-R permettent d'illustrer très facilement l'influence des différents mécanismes de renforcement au sein du matériau [SWA 90, MUN 07].

Pour un matériau fragile, la courbe-R est constante puisqu'il n'y a aucune augmentation de la résistance lors de la propagation (Eq.1.24). Dans ce cas, le seuil critique pour le facteur d'intensité des contraintes K^r est constant et égal à la ténacité K^{Ic} [TAN 03, XAV 08].

Si des mécanismes de renforcement se développent au sein de la FPZ, la valeur du facteur critique K^r augmente et correspond à une dissipation d'énergie supplémentaire. On parle alors de courbe-R croissante (Fig.1.10 et 1.18). Au tout début de la propagation de la fissure, le seuil K^r est faible puisque les deux faces de l'entaille ne peuvent interagir. Quand la fissure commence à se propager, une zone endommagée se développe à la pointe de la fissure. A l'intérieur de cette zone ainsi qu'au niveau des lèvres de la fissure qui viennent d'être créées, des mécanismes de renforcement et de dissipation d'énergie peuvent apparaître : le seuil K^r à franchir augmente. Cela peut conduire au ralentissement voir même à l'arrêt de la propagation de la fissure [SHA 95]. A partir d'une certaine longueur de fissure, les mécanismes atteignent un régime permanent pour lequel la zone FPZ n'augmente plus mais se translate simplement avec l'avancée de la fissure. Le seuil K^r atteint alors sa valeur maximale K^r_{max} et la courbe-R atteint un plateau (Fig.1.18).

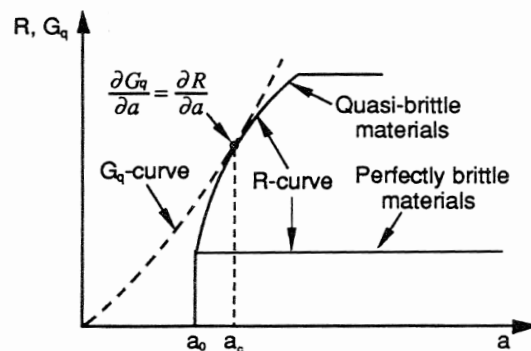


Figure 1.18: Différentes courbes-R selon la fragilité du matériau [SHA 95].

Pour obtenir ces courbes-R, la méthode la plus courante consiste à utiliser l'équation 1.21 pour calculer l'évolution du facteur d'intensité des contraintes K^r lors de la propagation. Une nouvelle fois, il est nécessaire de connaître la longueur de la fissure tout au long de l'essai.

Ces courbes-R ont été obtenues et analysées pour de nombreux matériaux, permettant de caractériser l'influence d'éventuels mécanismes de renforcements [MUN 07]. Citons l'analyse de l'évolution des phénomènes de dissipation d'énergie dans la FPZ qui a été faite dans le cas des céramiques poreuses [CHE 04, CHE 06]. A notre connaissance, aucune courbe-R n'a été calculée en utilisant la distinction entre facteurs d'intensité des contraintes statiques et cinématiques.

L'un des inconvénients principaux des courbes-R est leur dépendance aux effets de taille et de géométrie. Il est en effet possible d'obtenir une différence entre deux courbes-R mesurées sur deux échantillons réalisés à partir du même matériau mais avec une géométrie différente [COT 87].

Estimation de longueurs de fissure

Que ce soit pour les méthodes de Rice, de Sakai ou de courbes-R, la détermination de paramètres adaptés à la mécanique de la rupture non-linéaire nécessite de connaître précisément la longueur de fissure au cours d'un essai. L'accroissement de la fissure Δa peut être estimé de différentes manières.

De manière intuitive, des méthodes optiques ont été utilisées pour suivre la position de la pointe de la fissure sur la surface polie d'un échantillon en utilisant un microscope ou un objectif [GRE 02, BOR 85]. L'utilisation de telles méthodes visuelles peut s'avérer subjective en cas, soit de faibles ouvertures au niveau des lèvres de la fissure, soit de microstructures complexes. Dans le cas de matériaux fortement poreux, il est délicat de polir suffisamment la surface pour localiser la pointe de la fissure. Dans ces différents cas, il est préférable d'utiliser des méthodes indirectes pour estimer l'accroissement de fissure.

L'une des techniques les plus utilisées est la méthode des complaisances. Elle consiste à estimer l'accroissement de la fissure à partir de la variation de la complaisance C de l'éprouvette [TAD 85]. La longueur de fissure a_n est calculée de manière itérative à partir de sa longueur initiale a_0 et de la hauteur H de l'échantillon :

$$C_n = \frac{u_n}{P_n}, \quad (1.29)$$

$$a_n = a_{n-1} + \left(\frac{H - a_{n-1}}{2}\right) \left(\frac{C_n - C_{n-1}}{C_n}\right) \quad (1.30)$$

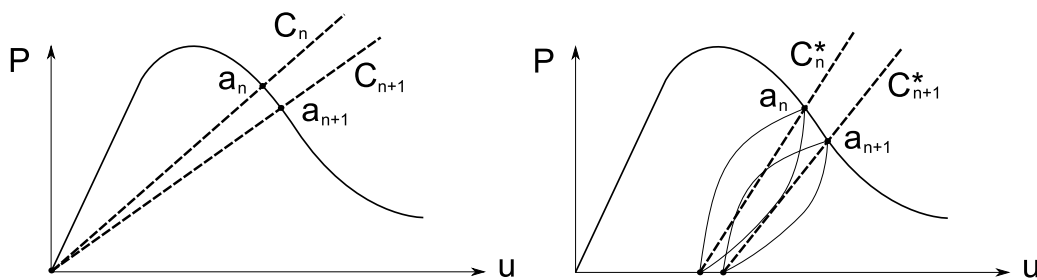


Figure 1.19: Définitions de la complaisance, avec ou sans cycles de charge-décharge.

L'hypothèse majeure de cette méthode est que toute réponse non-linéaire de la courbe force-déplacement $P - u$ provient de l'accroissement de la longueur de la fissure principale. Cette méthode est adaptée aux matériaux élastiques [KNI 86a, KNI 86b, TAN 03, XAV 08] mais ne peut pas tenir compte de phénomènes non-linéaires d'endommagement dans la FPZ d'un matériau. En cas d'endommagement diffus ou de mécanismes de renforcement, il apparaît une raideur supplémentaire à l'ouverture de la fissure, la longueur estimée à partir de la complaisance globale est donc faussée. C'est pourquoi il a été proposé de calculer la variation de complaisance à partir d'un essai de cycle et de décharge (Fig.1.19). La complaisance C^* est alors recalculée à chaque cycle et remplace la quantité C dans les équations 1.29 et 1.30. Si cette approche

cyclée a été utilisée par exemple pour des matériaux carbonés [ARN 90], elle a néanmoins été remise en cause lors de l'analyse de composites à matrice céramique [BOU 90, YOT 99]. Dans le cas où ce sont des débris de matériaux qui gênent la refermeture des lèvres de la fissure à la décharge, le calcul de complaisance apparente C^* est effectivement faussé et il convient alors de conserver la définition initiale de C (Eq.1.29). L'utilisation de C^* permet certes d'éviter que la fissure soit détectée trop tôt en cas d'endommagement diffus mais conduit ensuite à des longueurs très fortement sous-estimées puisque la quantité C^* varie peu d'un cycle à l'autre.

L'utilisation de méthodes indirectes pour estimer des longueurs de fissures sur des matériaux quasi-fragiles est une problématique importante dont dépend la caractérisation précise de leur comportement à rupture.

Pour appliquer au mieux les théories et méthodes de la rupture décrites dans cette section 1.2, il est nécessaire de connaître les spécificités des différents essais mécaniques habituellement utilisés sur les matériaux céramiques.

1.3 Différents essais mécaniques pour les céramiques

1.3.1 Un essai courant : la flexion

Il existe de nombreux types d'essais pour caractériser le comportement mécanique et à rupture des céramiques. Parmi les plus courants se trouvent les essais de flexion (SENB, 'Single Edge Notched Beam'; DCB, 'Double Cantilever Beam'), de traction (CT, 'Compact Tension'), de compression, d'indentation, de type brésilien (BD, 'Bresilian Disk') et de double-torsion (DT, 'Double-Torsion').

L'essai de flexion quatre points

L'essai de flexion est de loin le plus populaire pour les matériaux fragiles. En flexion, les échantillons ne sont pas fixés (ni collage ni serrage) et l'application du chargement se fait par de simples rouleaux. Pour ces différentes raisons, les essais de type flexion sont accessibles et devenus courants à température ambiante comme à haute température [QUI 91]. L'essai de flexion quatre points se distingue de celui en trois points par son plus grand volume de matériau sollicité de manière homogène, ce qui améliore la représentativité des propriétés mécaniques obtenues.

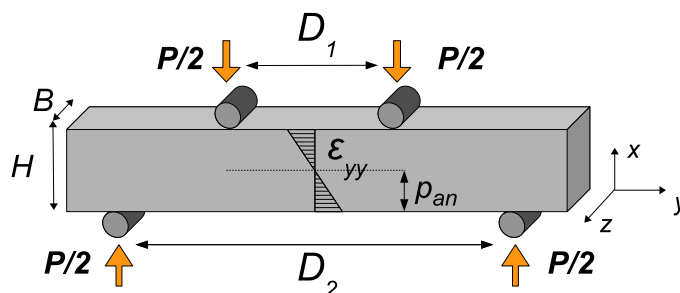


Figure 1.20: Schéma et notations pour un essai de flexion quatre points.

Les hypothèses de Bernoulli permettent de décrire la cinématique d'un tel essai [TIM 30]. Durant l'essai, ces hypothèses stipulent que les sections dans le plan xz restent planes et perpendiculaires à l'axe neutre (Fig.1.20). Ce dernier est défini comme une section dans le plan yz constituée par l'ensemble des points qui ne subissent aucune déformation axiale $\epsilon_{yy} = 0$. Les essais de flexion ont néanmoins la particularité de combiner au sein du même matériau des sollicitations de traction et de compression. Pour obtenir la contrainte à rupture en traction, l'hypothèse supplémentaire usuellement retenue est celle d'une symétrie entre les comportements en traction et en compression. Dans ce cas, l'axe neutre est situé au niveau de la moitié de la section H de l'échantillon (Fig.1.20). Sur une même section dans le plan xz , les déformations ϵ_{yy} évoluent linéairement de part et d'autre de l'axe neutre. En élasticité, les déformations et contraintes du matériau au sein de la zone centrale en flexion quatre points sont alors :

$$\epsilon_e = \frac{12u_c H}{2D_1^2 + 2D_1 D_2 - D_2^2} \quad (1.31)$$

$$\sigma_e = \frac{3P(D_1 - D_2)}{2BH^2} \quad (1.32)$$

où P est le chargement appliqué et u_c est la flèche verticale mesurée au centre de l'éprouvette. Le module de Young E du matériau est défini à partir de la pente initiale de la courbe $\sigma_e - \epsilon_e$.

Cette approche en élasticité de la flexion est largement répandue pour les céramiques, même pour celles qui pourtant ont un comportement non-linéaire. Si le matériau est sujet à l'endommagement lorsqu'il est sollicité en traction, l'essai de flexion qui combine traction et compression ne peut pourtant plus être analysé avec l'hypothèse d'un axe neutre situé à mi-hauteur de l'échantillon.

Ne connaissant pas la position de l'axe neutre au sein d'un matériau endommageable (donc potentiellement avec une dissymétrie entre traction et compression) sollicité en flexion, il n'est pas possible d'obtenir directement à partir de formules analytiques une propriété mécanique uniaxiale, telle la contrainte à rupture en traction. Obtenir correctement des propriétés mécaniques à partir d'essais de flexion n'est pourtant pas une idée nouvelle [NÁD 31]. Pour tenir compte de cette dissymétrie de comportement, des approches phénoménologiques sont le plus souvent utilisées [FET 98, LAW 81, MAY 82, SCH 09]. A partir d'un essai de flexion instrumenté avec des jauges de déformation sur les différentes faces de l'éprouvette, ces méthodes inverses permettent de tracer deux courbes $\sigma - \epsilon$ en traction et en compression (Fig.1.21).

Ces méthodes inverses phénoménologiques requièrent d'importantes régularisations numériques, telle celle de Tikhonov, pour éviter toute amplification des erreurs de mesures des jauges de déformations [SCH 09]. Cette sensibilité des méthodes inverses est particulièrement délicate lorsqu'il s'agit d'étudier des matériaux qui se déforment peu avant rupture comme les céramiques. De plus, à notre connaissance, aucune de ces méthodes n'a été associée à l'identification d'un modèle mécanique représentant la dissymétrie de comportements. Identifier le modèle d'endommagement correspondant à la courbe $\sigma - \epsilon$ permet de s'assurer de son fondement thermodynamique. De plus, une telle identification est indispensable en vue d'une éventuelle simulation numérique pour vérifier la pertinence du comportement quasi-fragile identifié.

L'essai de flexion quatre points sur éprouvette entaillée

L'essai de flexion entaillée est souvent utilisé pour les mêmes raisons que l'essai non entaillé : simplicité et facilité de mise en œuvre. Une entaille droite de longueur a_0 est préalablement réalisée dans la partie centrale de l'éprouvette (Fig.1.22).

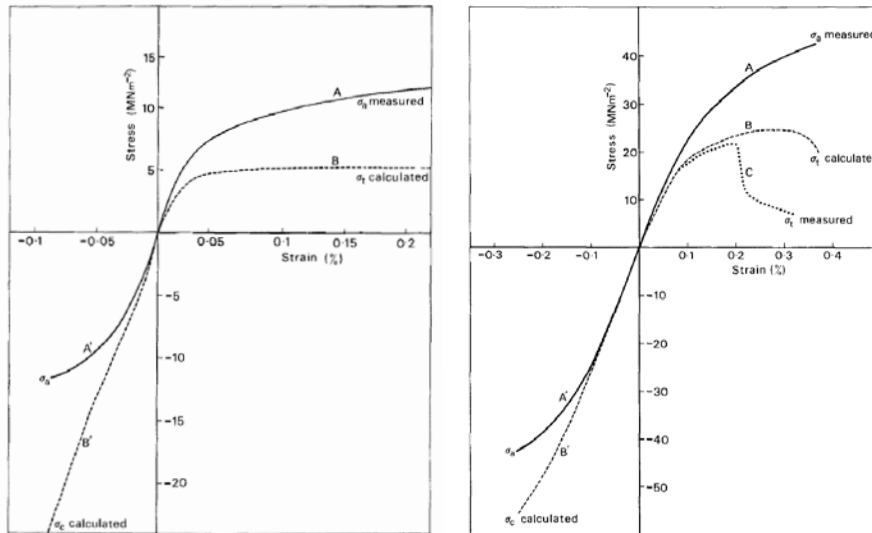


Figure 1.21: Courbes $\sigma - \epsilon$ en traction/compression identifiées à partir d'un essai de flexion intrusément avec plusieurs jauges de déformation [LAW 81].

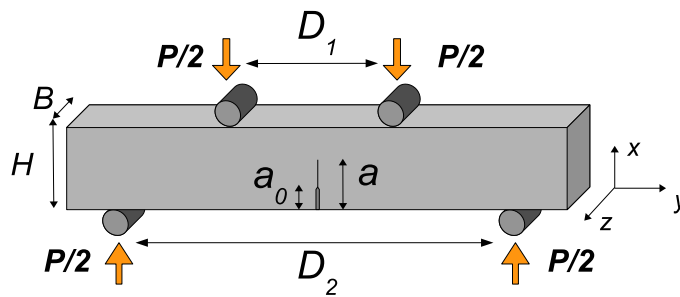


Figure 1.22: Schéma et notations pour un essai de flexion quatre points entaillée.

Au cours du chargement, la fissure est sollicitée en mode I. Dans la littérature, la longueur de fissure est majoritairement estimée avec la méthode des complaisances (Sec.1.2.3). Le facteur d'intensité des contraintes est alors calculé à partir des équations 1.21 et 1.32. Pour la flexion quatre points entaillée, le facteur géométrique χ_g de l'équation 1.21 dépend du rapport $\alpha = (a/H)$ [TAD 85] :

$$\chi_g(a/H) = \sqrt{\frac{2H}{\pi a} \tan\left(\frac{\pi a}{2H}\right)} \left(\frac{0.923 + 0.199(1 - \sin(\frac{\pi a}{2H}))^4}{\cos(\frac{\pi a}{2H})} \right) \quad (1.33)$$

A partir de l'équation 1.33, il est possible de mesurer la ténacité K^{Ic} d'un matériau ainsi que l'évolution du seuil K^r de la courbe-R en cas de résistance à la propagation de fissure [LIU 98, MEI 03]. A partir de cet essai entaillé, différentes méthodes ont été proposées pour estimer la taille de la zone FPZ autour de la pointe de fissure [CHE 04, CHE 06].

Quant aux différentes grandeurs de la MLER, elles ne peuvent pas s'appliquer directement en cas de dissipation d'énergie autre part qu'au niveau de la fissure principale [KRO 83, BOR 85]. La longueur de fissure étant obtenue par la méthode des complaisances, la corriger par le rayon de la zone FPZ ne suffit pas à obtenir des valeurs K^I cohérentes (Figure 1.23). Dans ces travaux

[BOR 85], il faut souligner que les facteurs d'intensité des contraintes K^I avaient été calculés à partir des équations de la MLER sans faire la distinction entre facteurs statiques et cinématiques (Sec.1.2.3). A l'inverse, il est montré que l'utilisation de l'intégrale J permet d'appréhender correctement les effets non-linéaires dus à la phase secondaire à haute température. L'évaluation du champ d'endommagement ou de plasticité sur l'ensemble de l'éprouvette en flexion reste néanmoins un défi important dans la compréhension de la rupture quasi-fragile.

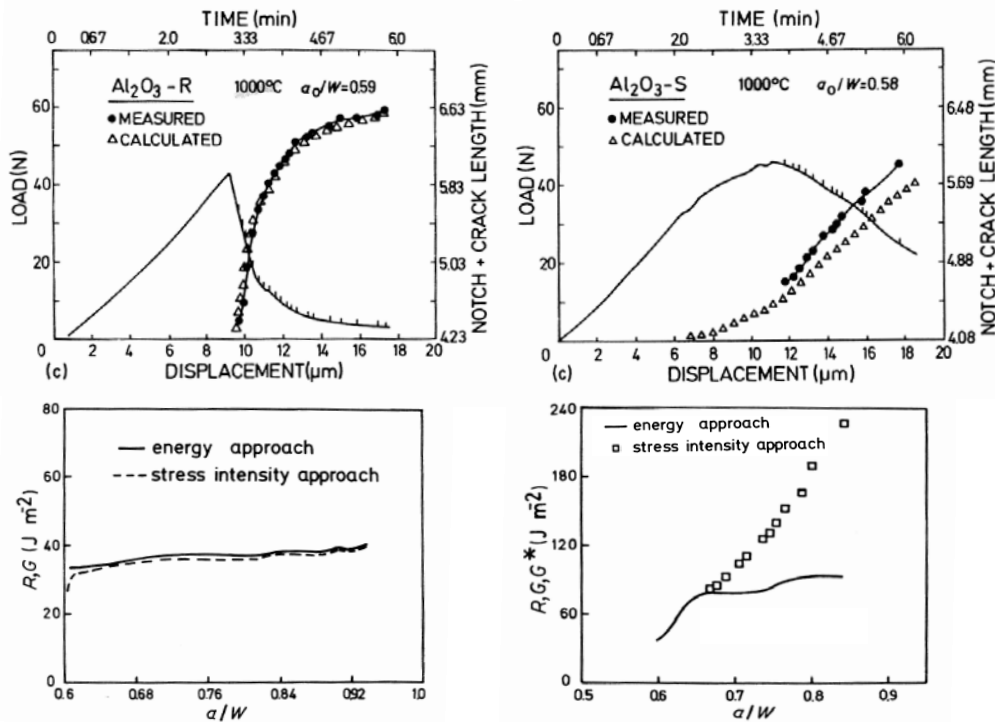


Figure 1.23: Longueurs de fissure et grandeurs énergétiques de rupture obtenues en flexion entaillée pour un matériau fragile (droite) et quasi-fragile (gauche) [BOR 85].

L'essai de flexion entaillée présente quelques inconvénients quant à l'étude de la propagation de fissure. Si le matériau est fragile ou présente peu de mécanismes de renforcement, il est très difficile de contrôler la propagation de la fissure. En effet, le facteur d'intensité de contrainte augmente proportionnellement avec le chargement (Eq.1.21). Dès que la ténacité K^{Ic} est atteinte, la rupture est soudaine et la vitesse de propagation est très importante. Une solution consiste à considérer une très longue entaille pour diminuer l'accumulation d'énergie élastique dans le matériau. Néanmoins, la distance sur laquelle la fissure peut se propager est très courte avant que cette dernière interagisse avec le ligament en compression vers la face supérieure de l'éprouvette. Par exemple, dans le cas du plâtre poreux, il a été observé une augmentation des mécanismes de branchement dans le cas d'une fissure approchant de la face sollicitée en compression [MEI 03]. Mesurer des vitesses de propagation sur de longues distances est pourtant primordial pour pouvoir simuler numériquement la propagation de fissures. De plus, il a déjà été souligné la limitation de la méthode des complaisances pour les matériaux endommageables. Sans connaître précisément la longueur de fissure lors d'un essai de flexion entaillée, il est difficile par exemple d'identifier à haute température le mode d'endommagement d'une céramique [BOU 85].

Pour ces différentes raisons, l'essai de double-torsion est parfois privilégié pour l'étude de la propagation de fissures dans les matériaux céramiques.

1.3.2 Un essai spécifique : la double-torsion

Description de l'essai de double-torsion

Comme les essais de flexion, l'essai de double-torsion permet de caractériser le comportement à rupture des matériaux mais est plus spécifique à la famille des céramiques. Avec cet essai, il est en effet possible de mesurer des vitesses de propagation de fissure pour des matériaux fragiles (Fig.1.24).

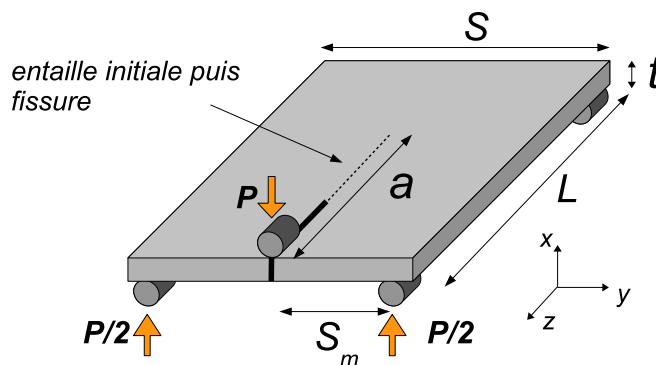


Figure 1.24: Schéma et notations pour un essai de double-torsion.

L'essai de double-torsion a été introduit à la fin des années 1960 [OUT 69] mais est devenu populaire avec les nombreux travaux d'Evans [EVA 72, EVA 73, EVA 74]. Son utilisation a été ensuite largement répandue pour caractériser à différentes températures la rupture de nombreuses céramiques telles que l'alumine [QUI 87], la mullite [RHA 97], la zircone [GRE 00] et la cordiérite [BAS 85]. L'essai de double-torsion a été également utilisé pour étudier la fissuration de céramiques poreuses pour filtres à particules Diesel [SHY 08b, SHY 08a, GOR 10]. Les échantillons testés ont été directement prélevés du sein de la structure alvéolaire des filtres (Fig.1.25). Parallèlement à ces nombreuses applications, l'essai de double-torsion a été l'objet de plusieurs synthèses bibliographiques ces dernières décennies [FUL 79, PLE 79, TAI 87, SHY 06].

Si l'essai de double-torsion s'est rapidement répandu, c'est en raison de sa facilité de mise en œuvre [PLE 79]. Il consiste en effet en un chargement symétrique de part et d'autre d'une entaille située à l'extrémité d'une plaque rectangulaire (Fig.1.24). Ce chargement est relativement proche de celui appliqué lors d'un essai de flexion quatre points. Il entraîne une sollicitation en compression et en traction respectivement pour les faces inférieure et supérieure de l'éprouvette. La fissure se propage alors en ligne droite depuis l'entaille jusqu'à l'autre extrémité de la plaque. Une rainure est parfois usinée au préalable pour guider une propagation droite de la fissure [FRA 88, BOU 85]. Le deuxième avantage de cet essai réside dans sa haute stabilité lors de la propagation de la fissure depuis l'entaille. En effet, le comportement en pointe de fissure étant indépendant, en première approximation, de la longueur de fissure, il devient possible de mesurer des vitesses de propagation de fissure même pour les matériaux les plus fragiles [FUL 79]. Par rapport à d'autres types d'essais, l'avantage principal de la double-torsion est de pouvoir construire des diagrammes $v - K^I$ reliant la vitesse de propagation de la fissure en fonction du

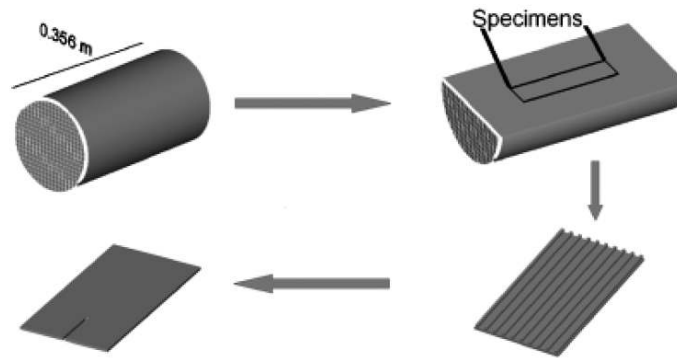


Figure 1.25: Echantillon de double-torsion prélevé directement sur un filtre à particules Diesel [SHY 08b].

facteur d'intensité des contraintes (Fig.1.27). Définissant différents seuils et paliers, ces diagrammes sont très utiles pour à la caractérisation de l'interaction entre la propagation d'une fissure et son environnement [CHE 96a].

Hypothèses pour le calcul du facteur d'intensité des contraintes

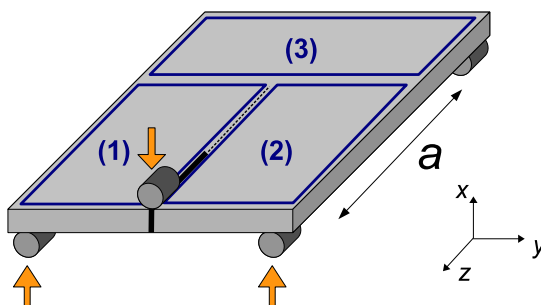


Figure 1.26: Définition des différentes parties pour un échantillon sollicité en double-torsion

Lors d'un essai de double-torsion, la plaque fissurée peut être sous-découpée en trois différentes parties pour estimer le champ de contrainte au sein du matériau (Fig.1.26). Tandis que la partie (3) est considérée comme indéformable, les parties (1) et (2) sont assimilées à deux plaques individuelles sollicitées en torsion indépendamment l'une de l'autre [EVA 72]. La fissure de longueur a est alors supposée débouchante avec un front droit selon l'axe x .

A partir de ces hypothèses, il est possible d'estimer la complaisance C en fonction de la géométrie de l'échantillon, des paramètres matériau et du chargement appliqué [SHY 06] :

$$C \approx \frac{\Delta x}{P} \approx \frac{6(1+\nu)S_m^2 P a}{SEt^3} \quad (1.34)$$

Pour tenir compte des proportions géométriques de l'échantillon, la complaisance C est corrigée par un coefficient égal à $1/\psi$ [FUL 79]. Ce facteur de correction géométrique $\psi(\tau)$ est issu

à l'origine d'une série analytique [TIM 70] et est calculé de manière simplifiée avec la relation suivante :

$$\psi(2t/S) = \psi(\tau) = 1 - 0.6302\tau + 1,20\tau \exp(-\pi/\tau) \quad (1.35)$$

Dans le cadre de la Mécanique Linéaire Elastique de la Rupture (Sec.1.2), le taux de restitution d'énergie G est directement lié à la variation de complaisance en fonction de la longueur de fissure (Eq.1.10). Dans le cas de l'essai de double-torsion, le taux G est donc égal à :

$$G = \frac{P^2}{2t} \left(\frac{dC}{da} \right) = \frac{3(1+\nu)S_m^2 P^2}{SE\psi t^4} \quad (1.36)$$

Le mode I étant largement prédominant pour cette configuration [EVA 72, TSE 79] en supposant un état de contraintes planes dans la formule d'Irwin (Eq.1.19), le facteur K^I s'écrit :

$$K^I = S_m P \left(\frac{3(1+\nu)}{\psi S t^4} \right)^{1/2} \quad (1.37)$$

Il convient de souligner que, dans l'équation 1.37, la valeur du facteur K^I dépend de la géométrie de la plaque et du chargement mécanique appliqué mais reste indépendante de la longueur de fissure a . Une fois initiée, la fissure reste stable, ce qui ne risque pas de conduire à une rupture catastrophique de l'échantillon comme c'est le cas en flexion ou en traction. C'est cette caractéristique de l'essai de double-torsion qui rend possible l'étude de la propagation pour les matériaux fragiles.

Mesures de vitesses de propagation de fissures par double-torsion

Trois techniques principales existent pour déterminer le diagramme $v - K^I$ qui représente l'évolution de la vitesse de propagation d'une fissure v en fonction de la valeur du facteur d'intensité des contraintes K^I (Fig.1.27) :

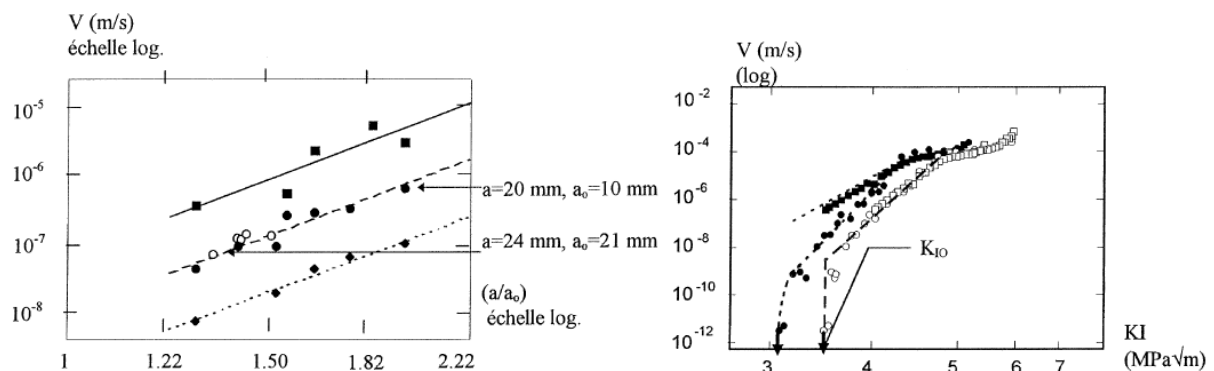


Figure 1.27: Diagrammes $v - K^I$ obtenus en double-torsion par relaxation pour une zircone à température ambiante [CHE 96a].

- Il existe la technique à charge constante où l'on maintient appliquée une certaine charge et donc une certaine valeur de K^I pendant une durée Δt . A la fin de l'essai, un microscope optique est utilisé pour estimer l'avancée Δa de la fissure, ce qui permet d'estimer la vitesse moyenne de propagation [PLE 79, RHA 97]. Cette technique, adaptée à la mesure de faibles

vitesse ($\approx 10^{-8} m/s$), présente l'inconvénient de n'apporter qu'un seul point par essai sur le diagramme $v - K^I$ puisque K^I est maintenu constant. Être capable de mesurer la longueur de fissure en continu pendant l'essai permettrait de mieux utiliser le potentiel de cette technique de caractérisation [SAA 00].

- Il est également possible de caractériser la fissuration lente d'un matériau par la technique à vitesse de déplacement constante [EVA 72]. L'essai est piloté en déplacement à une vitesse donnée jusqu'à ce que la force P atteigne un plateau. En faisant varier cette vitesse de déplacement, différentes vitesses de propagation peuvent être mesurées [QUI 87]. Cette approche, adaptée aux vitesses très élevées ($\geq 10^{-5} m/s$), conduit à un seul point sur le diagramme $v - K^I$ par essai.

- Enfin, la technique de relaxation consiste à atteindre un effort suffisant pour amorcer une propagation rapide de la fissure puis à bloquer le déplacement Δx . L'effort P diminue alors progressivement au fur et à mesure de la propagation lente [SAN 88]. La longueur de fissure a est estimée tout au long de la relaxation avec la variation de complaisance. Pour chaque géométrie et chaque matériau, un premier essai de calibration est nécessaire pour établir une relation entre les valeurs de complaisance et de longueur de fissure (Fig.1.28). A plusieurs reprises, l'échantillon est déchargé pour différentes valeurs de complaisance afin que l'avancée de la fissure puisse être estimée avec un microscope optique. Estimer par microscopie la position de la pointe de la fissure nécessite d'avoir des échantillons parfaitement polis [GRE 02], ce qui est impossible pour des matériaux poreux ou microfissurés. L'utilisation de cette technique de relaxation est assez répandue et permet de construire toute une partie du diagramme $v - K^I$ [BOU 85, CHE 96a, SHY 06]. Toutefois, cette méthode n'est pas adaptée pour mesurer des faibles vitesses ($\leq 10^{-7} m/s$). Une mesure de la longueur de fissure en continu pendant l'essai de relaxation permettrait de s'affranchir de l'étape de calibration.

Ces différentes méthodes pour mesurer des vitesses de propagation ont été appliquées à de nombreux matériaux (Sec.1.3.2). L'analyse de l'essai de double-torsion s'appuyant sur de nombreuses hypothèses, elle présente également des limitations et des problématiques qui lui sont spécifiques.

Limitations et problématiques de l'essai de double-torsion

Différentes hypothèses ont été formulées dans la section précédente : la présence dans l'échantillon de trois parties indépendantes, la correction géométrique ψ , le comportement élastique linéaire du matériau, l'état de contraintes planes en avant du front de fissure, la forme du front de fissure et l'indépendance du facteur d'intensité des contraintes en fonction de la longueur de la fissure.

L'hypothèse de l'invariance de K^I a initialement été remise en cause avec la non correspondance entre la complaisance mesurée et celle obtenue par l'équation 1.34. Expérimentalement, la complaisance est proportionnelle à la longueur de fissure uniquement dans un domaine spatial où la pointe de fissure se situe vers la moitié de l'échantillon (Fig.1.28). En dehors de cet intervalle de validité, des explications ont été apportées pour justifier cette non-proportionnalité [WIL 73, FUL 79, CIC 00b]. Pour de petites longueurs de fissure, les parties (1) et (2) sont encore en contact et ne se déforment pas indépendamment l'une de l'autre (Fig.1.26). A l'inverse, la déformation de la partie (3) n'est plus négligeable quand la fissure a presque atteint l'autre extrémité de l'échantillon. Par conséquent, le facteur d'intensité des contraintes n'est *a priori* indépendant de la longueur de fissure que dans ce domaine central de l'échantillon. De nombreux

auteurs ont effectivement quantifié la légère évolution du facteur d'intensité des contraintes lors de la propagation de la fissure [CHE 96b, CIC 00b, EBR 03]. L'approche analytique décrite dans la section 1.3.2 est valide pour une fissure située dans l'intervalle suivant [TRA 77] :

$$0,55S < a < L - 0.65S \quad (1.38)$$

La taille de cet intervalle de validité peut être légèrement différente selon les auteurs [SHE 78, TSE 79, CIC 00b]. Pour obtenir la valeur de K^I quand la fissure est hors de cet intervalle, de nombreux coefficients de correction supplémentaires ont été proposés en fonction de la configuration géométrique de l'essai [CIC 00b]. Malgré cela, il est toujours observé expérimentalement une légère dépendance de K^I par rapport à la longueur de fissure. Cela peut s'expliquer par la forme du front de fissure et le ligament non fissuré sur la face en compression [CHE 96a]. En tenant compte de ce ligament, il est possible de corriger de nouveau le facteur d'intensité des contraintes et les diagrammes $\nu - K^I$ (Fig.1.27) au travers une relation du type :

$$K^I = S_m P \left(\frac{a}{a_0} \right)^{m/k} \left(\frac{3(1+\nu)}{\psi S t^4} \right)^{1/2} \quad (1.39)$$

où a_0 est la longueur de l'entaille initiale, m et k les nouveaux facteurs correctifs. Grâce à toutes ces corrections, la précision des lois de propagation peut être améliorée mais cette dépendance de K^I reste une limitation significative de l'essai de double-torsion [SHY 06]. La longueur de la fissure s'avère finalement être une donnée nécessaire pour une utilisation approfondie de l'essai de double-torsion.

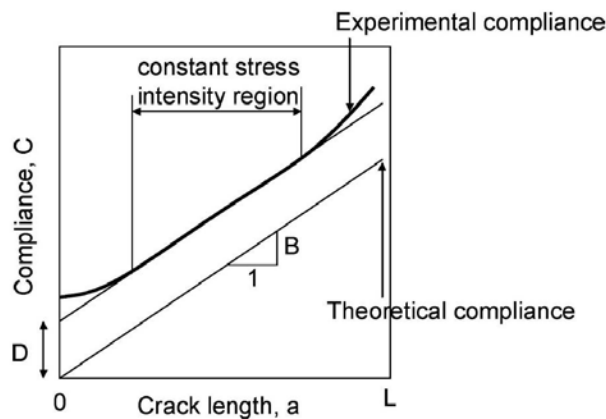


Figure 1.28: Variation expérimentale de la complaisance en fonction de la longueur de fissure [SHY 06].

Une deuxième problématique caractéristique de cet essai concerne la forme du front de fissure. Modélisée initialement avec un front droit selon l'axe x , il est évident que cette forme évolue lors de la propagation de la fissure, en particulier du côté de la face sollicitée en traction. Rapidement, il a été ainsi observé un front de fissure curviligne [VIR 75, LEE 82, FRA 88]. La forme du front de fissure peut être correctement approchée par un quart d'ellipse [TSE 79], mais dépend du matériau testé [VIR 75] et de la géométrie de l'échantillon [LEE 85]. Il est possible de l'observer soit en continu pour des matériaux transparents (Fig.1.29), soit *a posteriori* par microscopie optique si des cycles de fatigue ont été effectués pour 'marquer' le front de fissure

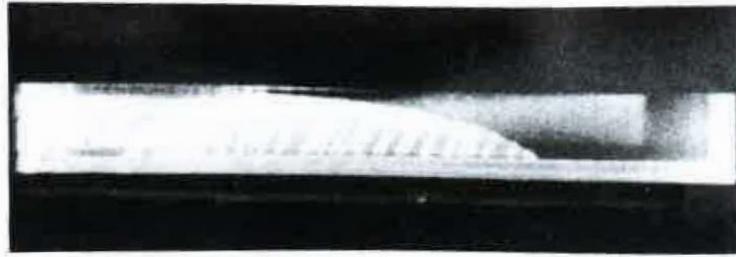


Figure 1.29: *Front de fissure curviligne pour un polymère transparent [FRA 88].*

à différentes étapes. Il convient de souligner que de telles observations sont impossibles pour une céramique opaque, fortement poreuse et, de plus, peu sensibles à la fatigue.

Cette réalité du front de fissure curviligne soulève plusieurs questions, telle la répartition des facteurs d'intensité des contraintes le long du front de fissure. Il a été montré qu'un front de fissure en quart d'ellipse [TSE 79] ou composé de deux segments inclinés [TRA 77] conduisait à une répartition quasi homogène des facteurs K_I . Deuxièmement, la vitesse de fissuration apparente sur la face inférieure ne correspond pas systématiquement à la vitesse de fissuration réelle localement orthogonale au front de fissure. C'est ainsi que de nombreux auteurs ont proposé de nouveaux coefficients de correction dans le calcul des vitesses de propagation pour tenir compte de la courbure du front [POL 79, LEE 82].

Enfin, une dernière limitation de l'approche analytique décrite dans la section 1.3.2 est liée à l'hypothèse du comportement élastique fragile du matériau. Si cette hypothèse est en effet valide pour la majorité des céramiques, l'essai de double-torsion a néanmoins été utilisé pour caractériser la fissuration à haute température de céramiques alors viscoplastiques [EVA 74, CAR 98]. A notre connaissance, une approche analytique de la double-torsion a été appliquée aux matériaux avec des comportements non-linéaires dans un seul cas [BOU 85]. Un modèle viscoplastique dédié à l'étude de l'endommagement lent à haute température a permis la prédiction des déformations plastiques de l'éprouvette en vue de corriger les expressions analytiques habituellement utilisées pour identifier des lois de propagation.

Etude mécanique par éléments finis

Les limitations et questions précédemment soulevées ont empêché la normalisation de l'essai de double-torsion. Pour tenter de répondre clairement à ces problématiques, des approches numériques de type éléments finis ont parfois été utilisées. A notre connaissance, seuls quatre auteurs ont étudié l'essai de double-torsion par des méthodes éléments finis.

Les premiers travaux menés par Trantina [TRA 77] ont consisté à modéliser cet essai comme deux poutres DCB ('Double Cantilever Beam') pour lesquelles différentes formules analytiques permettent d'accéder à la répartition des facteurs d'intensité des contraintes le long d'un front de fissure donné. Un front composé de deux segments inclinés à 30° et 40° a été ainsi proposé pour respecter l'hypothèse d'une répartition homogène des facteurs d'intensité des contraintes le long du front d'une fissure ayant atteint son régime stationnaire. Cette approche a permis de déterminer un intervalle de validité pour l'approche analytique (Eq.1.38). Les éléments 2D utilisés ont la caractéristique d'être à déformation constante malgré la singularité des champs de contrainte.

Une des études les plus approfondies a été réalisée par Tseng [TSE 79]. Un type d'élément fini dédié à la fissuration en 3D a été utilisé pour l'étude d'un matériau élastique sollicité en double-torsion. La forme du front de fissure était un quart d'ellipse dépendant de différents paramètres géométriques. Les facteurs d'intensité des contraintes ont été obtenus à partir de l'ouverture de la fissure (COD, 'Crack Opening Displacement') dans différents plans normaux au front. La répartition des K^I le long du front s'est avérée dépendre assez fortement des paramètres géométriques de la fissure, ainsi que de la présence d'une éventuelle rainure de guidage sur la face en traction (Fig.1.30). Il a aussi été proposé un nouvel intervalle dans lequel le facteur K^I maximal est relativement constant. Les contraintes de cisailage étant largement inférieures aux contraintes de traction en pointe de fissure, cela a permis de légitimer de nouveau l'hypothèse de rupture en mode I pur pour cet essai. Enfin, de nombreuses recommandations géométriques concernant l'éprouvette et la fissure ont été données pour une utilisation fiable de l'essai de double-torsion.

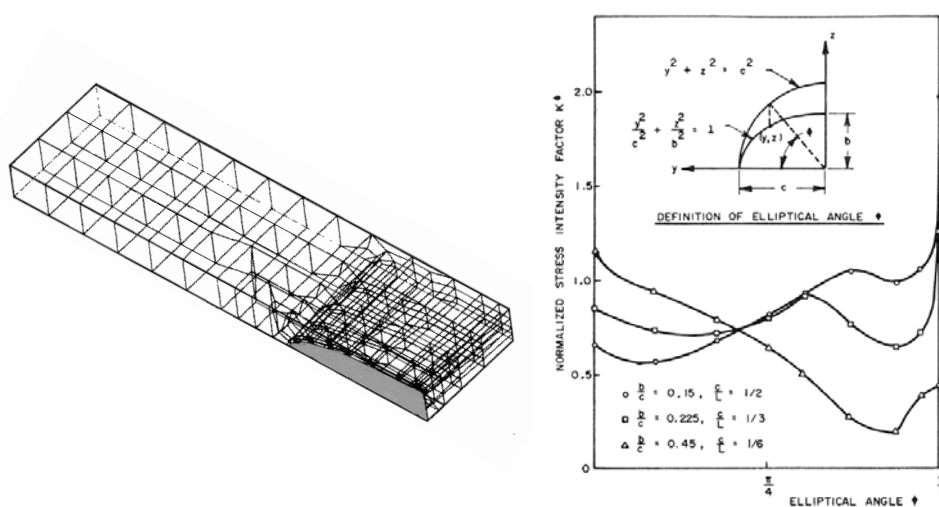


Figure 1.30: Variation des K^I normalisés le long du front de fissure en quart d'ellipse [TSE 79].

Une autre approche numérique a été développée par Bousuge pour cet essai à haute température sur un matériau viscoplastique [BOU 85]. Ces travaux avaient comme objectif de distinguer fluage et endommagement lent dans les céramiques étudiées. Tenant compte du fluage dans les différentes zones de l'échantillon, le modèle 2D viscoplastique utilisé permet de prédire les déformations plastiques, en vue de corriger les expressions de calcul des paramètres de fissuration à partir des données enregistrées en cours d'essais.

Plus récemment, Cicotti a utilisé un modèle éléments finis dans l'objectif de proposer une nouvelle méthodologie pour les techniques dites de relaxation et à vitesse de déplacement constante [CIC 00a, CIC 01]. Les facteurs K^I n'ont pas été estimés numériquement, le modèle éléments finis ayant servi uniquement à calculer la complaisance d'une éprouvette fissurée. En fonction de la géométrie de l'éprouvette, de la taille de la fissure, de la présence d'une rainure, des nouveaux coefficients de correction sont proposés pour corriger le calcul de la complaisance (Eq.1.34) et ainsi estimer correctement la valeur du K^I maximal (Eq.1.37). Il est néanmoins difficile de tirer de ces travaux un enseignement général sur l'essai de double-torsion [SHY 06].

Les différents essais de flexion et de double-torsion présentés dans la section 1.3 sont habituellement analysés à partir de mesures faites par des capteurs de force ou de déplacement ou des

jauges de déformation [MER 06, SIM 00, SCH 09]. Une exploitation de ces essais mécaniques est également possible à partir de méthodes de mesure de champs telle la corrélation d'images [BEC 11]. La section 1.4 présente les fondements et développements des différentes techniques de corrélation d'images.

1.4 Techniques de corrélation d'images

1.4.1 Une méthode de mesure de champs

Méthodes de mesure de champs et identification

Les méthodes de mesure de champs sont aujourd'hui de plus en plus utilisées en mécanique expérimentale. En effet, les techniques disponibles sont désormais nombreuses pour visualiser la surface d'un matériau lors d'un essai mécanique, comme par exemple l'interférométrie de Moiré, les méthodes de grilles et la corrélation d'images [SUR 04, AVR 08]. Il est alors possible de mesurer des déplacements ou des déformations. Parmi toutes ces techniques, la corrélation d'images est une des méthodes de mesure de champs les plus répandues. Elle nécessite en effet des moyens expérimentaux raisonnables pour obtenir des mesures de champs de déplacement avec une résolution facilement ajustable. Cette méthode peut trouver des applications aussi diverses que le contrôle d'une machine en fatigue [FAY 07, DUR 11], l'étude de la dégradation d'œuvres d'art [DUR 10] ou l'analyse de l'emboutissage de pièces mécaniques [MGU 97, VAC 99]. Au centre de toutes ces applications se trouve l'identification de grandeurs intrinsèques aux matériaux par corrélation d'images [HIL 06]. La mesure des déplacements à la surface d'une structure est en effet rarement une fin en soi, l'objectif d'un essai mécanique est le plus souvent d'identifier des grandeurs intrinsèques au matériau, tels le module de Young, la contrainte à rupture, l'endommagement ou la résistance à la propagation de fissure. Comme toutes les autres méthodes de mesure de champs, la corrélation d'images trouve son plein potentiel lorsqu'elle est associée à des techniques d'identification [AVR 08]. Utiliser la corrélation d'images comme méthode d'identification de paramètres matériaux offre une nouvelle exploitation des essais mécaniques décrits dans la section 1.3.

Approche classique de la corrélation d'images

La corrélation d'images (DIC, 'Digital Image Correlation') est une méthode pour mesurer les variations globales et locales du champ de déplacement d'une structure. Introduite par Peters *et al.* et Sutton *et al.* il y a presque 30 ans, [PET 82, SUT 83], la corrélation d'images s'appuie sur l'équation du flot optique et permet de mesurer un déplacement à partir de deux images prises pour deux états différents de sollicitation mécanique. On appelle f l'image de référence, g l'image déformée, u le champ de déplacement et x les coordonnées des pixels. Il est supposé que la texture en surface de la structure est passive et ne change pas lors de l'essai. Les deux images étant prises dans les mêmes conditions, toute différence entre f et g provient uniquement de l'effet du déplacement u d'après le principe de conservation du flot optique. L'image de référence est alors découpée en petites zones Ω , composées chacune d'un certain nombre de pixels et de niveaux de gris associés. Chaque zone contient un motif supposé unique. Ceci peut être obtenu, par exemple, par l'application au préalable d'un mouchetis aléatoire (à la peinture) sur la surface de l'échantillon. L'objectif est donc de retrouver la position de chaque zone Ω de l'image de référence sur l'image déformée [VAC 99, PAN 09].

L'approche la plus classique de la corrélation d'images considère un déplacement constant ou bilinéaire à l'intérieur de zones indépendantes les unes des autres [SUT 83, CHU 85, MGU 97]. La recherche du motif d'une zone Ω de l'image de référence est réalisée à partir d'un coefficient de corrélation C_{cor} qui atteint son maximum lorsque le motif est identifié sur l'image déformée (Fig.1.31) :

$$C_{cor} = 1 - \frac{\iint_{\Omega} f(x)g(x^*)dx}{\sqrt{\iint_{\Omega} f(x)f(x)dx \cdot \iint_{\Omega} g(x^*)g(x^*)dx}} \quad (1.40)$$

où x^* sont les coordonnées des pixels dans le nouveau repère associée à la zone déformée. Une fois que les coordonnées x^* ont été identifiées en cherchant de manière itérative à maximiser le coefficient C_{cor} pour chaque zone, une valeur de déplacement u est associée à un point situé au centre de la zone. La maximisation du coefficient pour chaque zone aboutit à l'estimation du champ de déplacement u sur l'ensemble de la surface de la structure étudiée.

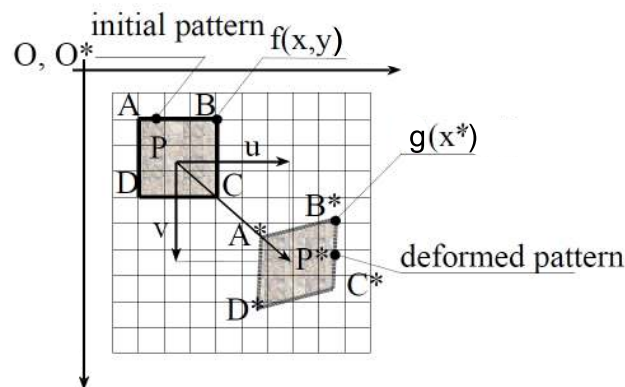


Figure 1.31: Suivi du déplacement d'une zone Ω par corrélation d'images [MGU 97].

Cette approche classique de la corrélation d'images permet de mesurer le déplacement de chaque zone Ω , mais la solution est discontinue d'une zone à l'autre puisqu'elles sont analysées de manière indépendante. Pour estimer le déplacement sur une partie de la structure, il convient parfois de moyenner la solution [EBE 10, ROB 07]. Dans notre cas, il se pose aussi la question de la précision de cette approche pour des matériaux qui se déforment très peu comme les céramiques. Cette approche de la corrélation d'images s'appuie surtout sur des concepts mathématiques pour obtenir le champ de déplacement ; il existe une autre approche basée sur la décomposition du champ de déplacement et qui permet d'ajouter des hypothèses cinématiques ou mécaniques.

1.4.2 Corrélation avec hypothèses cinématiques et mécaniques

Principe général

Basée sur des méthodes de détermination de flot optique [HOR 81], cette approche a été adaptée à la corrélation d'images récemment [BES 06]. De nouveau, il est supposé que toute différence entre les images f et g provient de l'effet du champ de déplacement u sur la structure. Il est alors possible d'écrire la relation suivante :

$$f(x) = g(x + u(x)) \quad (1.41)$$

La résolution de l'équation 1.41 étant un problème inverse, l'objectif est simplement d'obtenir la meilleure approximation possible v du champ de déplacement u . Ce problème inverse est résolu à l'intérieur d'une région Ω par minimisation de l'erreur globale du flot optique. La solution v est celle qui minimise au mieux la fonctionnelle φ_{cor}^2 :

$$v(x) = Arg Min (\varphi_{cor}^2) \quad (1.42)$$

$$\varphi_{cor}^2(x) = \iint_{\Omega} [f(x) - g(x + v(x))]^2 dx \quad (1.43)$$

Pour régulariser cinématiquement ce problème mal posé, le champ de déplacement v est décomposé sur une base de fonctions à l'intérieur de chaque région Ω . ψ_n sont les fonctions de forme et α_n les degrés de libertés associés aux fonctions ψ_n . Le champ v est décomposé comme suit :

$$v(x) = \sum_n \alpha_n \psi_n(x) \quad (1.44)$$

Le choix de la décomposition du champ de déplacement dans l'équation 1.44 est une étape essentielle de la technique de corrélation d'images pour laquelle il existe de nombreuses possibilités. Ces fonctions de forme ψ_n constituent en effet une bibliothèque de solutions analytiques pondérées par les degrés α_n pour obtenir la meilleure solution de déplacement v à l'intérieur de la zone Ω .

Choix de fonctions de forme ψ_n pour la décomposition du déplacement

Quant au choix de cette décomposition, il est possible par exemple d'utiliser des fonctions de forme de type éléments finis [SUN 05, BES 06]. Cette approche, nommée FE-DIC et présentée en détail dans la section 3.1.1, suppose un champ de déplacement continu sur l'ensemble de la surface étudiée Ω . Si la structure est fissurée, il est possible *a posteriori* de repérer la position des fissures. Plus les zones Ω sont grandes et contiennent d'informations en termes de niveaux de gris, plus les incertitudes de mesure sont réduites (Fig.1.33). C'est le rapport entre les nombres de pixels et de degrés de liberté qui conditionne la qualité de la mesure.

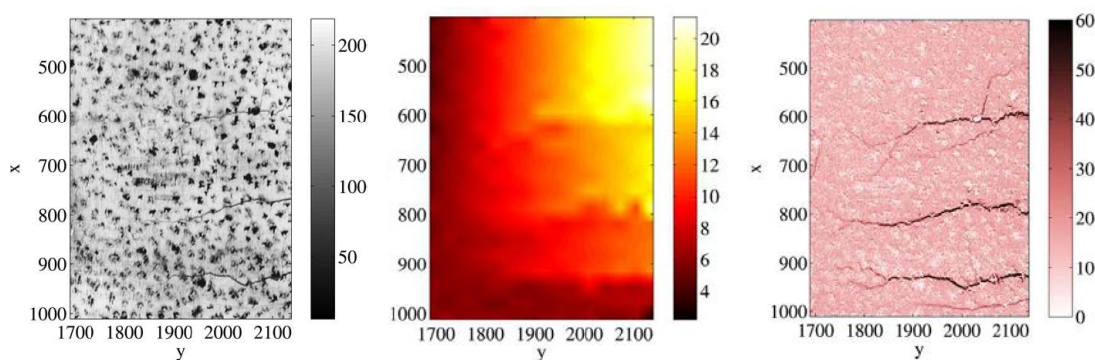


Figure 1.32: Image déformée, déplacement vertical et carte d'erreur avec l'approche FE-DIC en présence de fissures dans du béton [ROU 09].

L'avantage principal de cette approche FE-DIC est son formalisme de type éléments finis, qui permet une interface et un dialogue directs entre les simulations numériques et les techniques d'identification [CLA 04, HIL 06, ROU 08a, AVR 08, PER 09, LEC 09]. Même si cette méthode

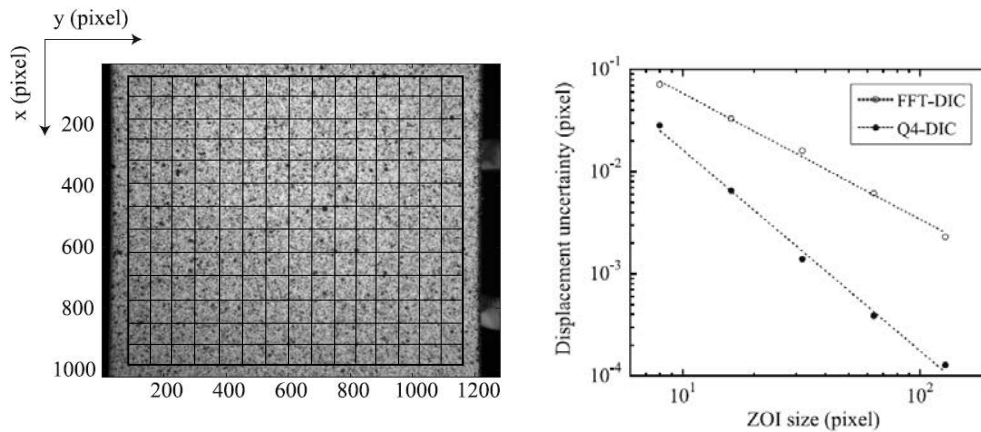


Figure 1.33: Incertitudes avec l'approche FE-DIC en fonction de la taille des éléments Q4 pour un essai de traction sur de l'aluminium [BES 06].

offre d'importantes réductions sur les incertitudes de mesures par rapport à l'approche classique de corrélation d'images, cela peut s'avérer encore insuffisant pour l'étude de matériaux qui se déforment peu ($\epsilon \leq 10^{-3} - 10^{-4}$). Une autre limitation de cette méthode réside paradoxalement dans le fait qu'elle soit générale et qu'elle s'adapte à de nombreux problèmes mécaniques. Pour extraire une quantité recherchée, il est alors nécessaire de post-traiter un champ de déplacement mesuré puisque cette méthode ne permet pas l'extraction directe de quantités mécaniques ou cinématiques précises tels le module de Young, le coefficient de Poisson, l'endommagement ou le facteur d'intensité des contraintes.

Il est donc possible d'utiliser d'autres fonctions de forme ψ_n qui introduisent des hypothèses cinématiques supplémentaires spécifiques à chaque type d'essai mécanique et de problématique. Les quantités recherchées sont introduites en tant que degrés de liberté de la mesure. On parle alors d'approche intégrée I-DIC ('Integrated-DIC'), dans le sens où la cinématique globale de l'essai est intégrée *a priori* dans les fonctions de forme choisies. Ces dernières années, de nombreuses bases de fonctions ψ_n ont été proposées : pour une cinématique de poutres en flexion de type Cantilever avec une courbure linéaire [HIL 09], pour des poutres en flexion basées sur des fonctions NURBS [RÉT 09a], pour un essai brésilien [HIL 06] ou pour une cinématique de fissuration basée sur les séries de Williams [ROU 06]. Cette dernière approche permet d'évaluer précisément sur une image la position d'une fissure ainsi que les facteurs d'intensité des contraintes associés. D'importantes réductions des incertitudes de mesure sont possibles avec ces méthodes dites intégrées. Par exemple, partant d'un maillage avec plusieurs milliers de degrés de liberté, il est possible de réduire le nombre d'inconnues à moins de quinze pour la mesure [ROU 06, HIL 09].

Ces approches spécifiques permettent d'obtenir les quantités mécaniques recherchées directement à partir des inconnues du problème de corrélation d'images. Le post-traitement étant minime, les incertitudes finales sont de nouveau réduites. Le potentiel de ces approches intégrées de la corrélation d'images est donc important pour la caractérisation et l'identification de comportements mécaniques.

La méthode d'écart à l'équilibre comme filtre mécanique

La section 1.4.2 a présenté différentes approches de la corrélation d'images et les hypothèses associées sur la décomposition de la cinématique globale de la structure. Une autre approche proposée dernièrement se base sur des hypothèses concernant le comportement mécanique du

matériau [RÉT 09b]. En supposant connue la loi de comportement du matériau, cette méthode filtre toutes les solutions à partir de la méthode d'écart à l'équilibre. Tout solide en équilibre satisfait l'équation locale suivante :

$$\text{div}(\sigma) = 0 \quad (1.45)$$

Transcrite dans un formalisme discret en éléments finis, l'équation 1.45 signifie que le vecteur des forces internes doit être égal à celui des forces externes appliquées :

$$\{F_{int}\} = \{F_{ext}\} \quad (1.46)$$

En l'absence de forces volumiques, le vecteur des forces extérieures $\{F_{ext}\}$ est nul partout sauf au niveau des frontières. On appelle $\{\bar{F}_{int}\}$ le vecteur des forces intérieures pour l'ensemble des noeuds où le vecteur $\{F_{ext}\}$ est nul. L'équilibre du solide est respecté si ce vecteur $\{\bar{F}_{int}\}$ est effectivement nul. Pour une solution du champ de déplacement v obtenue par l'approche FE-DIC (Sec.1.4.2), il est possible de calculer $\{\bar{F}_{int}\}$, puisque la loi de comportement reliant déformation et contrainte est connue. Il est donc proposé d'ajouter à la minimisation de la fonctionnelle φ_{cor}^2 celle d'une seconde basée sur l'écart à l'équilibre φ_{mec}^2 :

$$\varphi_{mec}^2 = \frac{1}{2} \{\bar{F}_{int}\}^T \{\bar{F}_{int}\} \quad (1.47)$$

Par rapport à la fonctionnelle φ_{cor}^2 , φ_{mec}^2 est utilisée comme pénalisation à travers le paramètre λ . Une fonctionnelle totale φ_{tot}^2 est alors construite :

$$\varphi_{tot}^2 = \varphi_{cor}^2 + \left(\frac{1}{\lambda} - 1\right) \varphi_{mec}^2 \quad (1.48)$$

Pour déterminer la meilleure solution du champ de déplacement v , l'objectif est désormais de minimiser le résidu de corrélation (Eq.3.6), pénalisé par celui de l'équation d'écart à l'équilibre (Eq.1.47). Pour cette approche, il a été montré que les solutions obtenues par l'approche R-DIC ne dépendent que très peu de la valeur de λ (Fig.1.34). Toutes les solutions v qui ne respectent pas l'équilibre du matériau sont pénalisées et disqualifiées par φ_{mec}^2 . Au final, la solution obtenue est dite régularisée au sens de la loi de comportement indiquée.

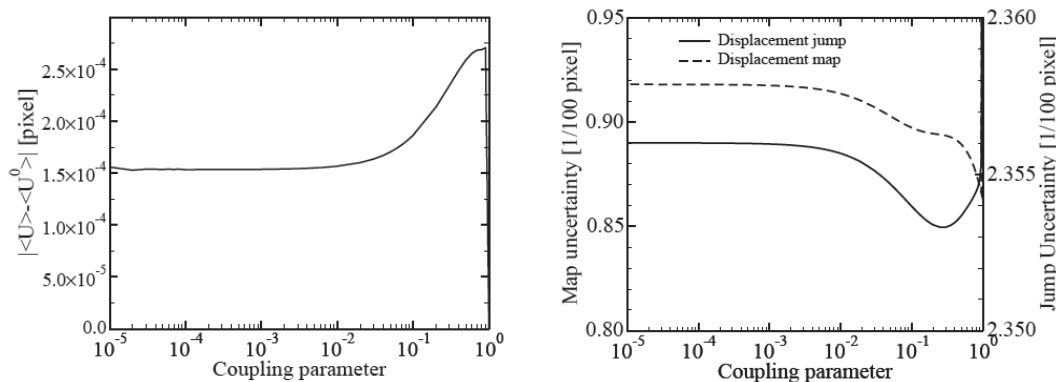


Figure 1.34: Influence du paramètre de pénalisation λ sur la solution obtenue avec l'approche R-DIC pour un essai de flexion entaillée [RÉT 09b].

Cette approche permet d'obtenir directement les champs de déplacement et de contrainte à la surface de la structure visualisée. Située à la frontière entre le numérique et l'expérimental, cette approche de corrélation d'images combinée à la régularisation mécanique est nommée dans ces travaux R-DIC ('Regularized Digital Image Correlation').

1.4.3 Application à haute température et extension en 3D

Application à des mesures à haute température

Bien que la corrélation d'images soit une méthode de mesure de champs innovante et performante, elle a été tardivement appliquée à l'étude des matériaux à haute température et les travaux effectués sur ce sujet sont assez rares dans la littérature.

La faisabilité de la corrélation d'images à haute température a été initialement testée à travers des mesures de déformations lors d'essais de traction [LYO 96]. Les échantillons en acier situés à l'intérieur d'un four chauffé à 650°C étaient visionnés grâce à une porte vitrée. Le premier problème rencontré est l'hétérogénéité de la température de l'air sur le trajet optique qui crée un effet "mirage" entre la structure et la caméra, ce qui a pour conséquence d'invalider le principe du flot optique (Eq.1.41). Les influences bénéfiques d'une vitre de haute qualité en saphir et d'un ventilateur pour homogénéiser la température de l'air ont pu être quantifiées (Fig.1.35). Le deuxième problème spécifique à la haute température est le rayonnement de type infrarouge que chaque matériau émet à partir de 600°C environ. Les capteurs numériques ne sont en effet pas adaptées à des longueurs d'ondes supérieures à 850 μm [PAN 11]. En ne dépassant pas cette température critique, il avait été possible de mesurer le champ de déformation de cet acier à haute température.

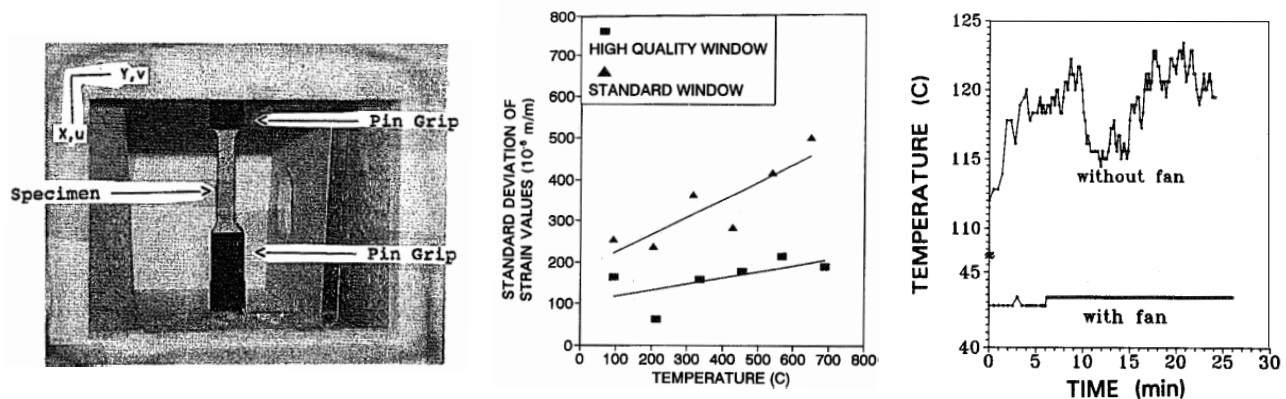


Figure 1.35: Incertitudes de corrélation en fonction du ventilateur et de la vitre pour un essai de traction à haute température suivi par corrélation d'images [LYO 96].

Ce rayonnement infrarouge est une des raisons pour laquelle la corrélation d'images a longtemps été appliquée à températures inférieures à 600°C. Sur différents échantillons en acier préalablement chauffés à 120°C ou à 600°C dans un four traditionnel, les coefficients de dilatation thermique ont été mesurés avec satisfaction par stéréo-corrélation lors de leur refroidissement à l'air libre [DES 10]. La même démarche a été effectuée avec des échantillons placés à 125°C dans un microscope électronique à balayage [LI 08]. Par l'intermédiaire de filtres optiques et d'éclairages spécifiques pour éliminer le rayonnement (Fig.1.36), il a été possible récemment de mesurer des valeurs de module de Young et de coefficients de dilatation thermique pour des aciers chauffés par induction jusqu'à 1000°C [GRA 09] et par infrarouge jusqu'à 1200°C [PAN 11].

Il convient de souligner quelques particularités des différents travaux effectués jusqu'ici sur la corrélation d'images à haute température :

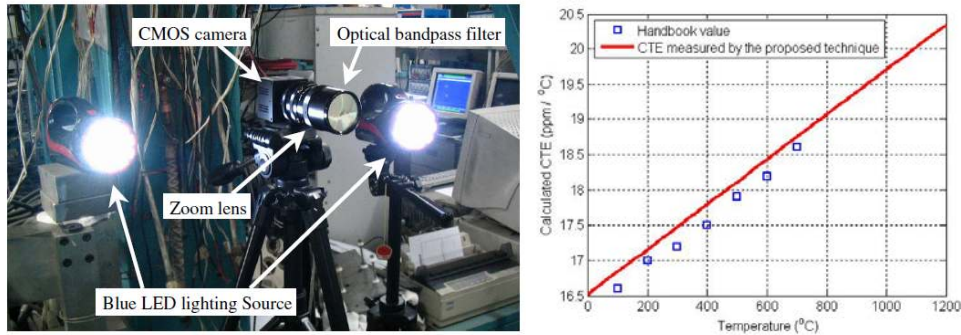


Figure 1.36: Montage expérimental et coefficients de dilatation thermique identifiés par corrélation d'images [PAN 11].

- Tout d'abord, les matériaux étudiés étaient systématiquement des alliages métalliques, principalement de l'acier. Par rapport aux céramiques, ces matériaux métalliques peuvent être chauffés par induction, ce qui est un avantage d'un point de vue expérimental puisqu'il est alors plus facile d'éclairer correctement l'échantillon (Fig.1.36). L'utilisation d'un chauffage à induction permet en effet un important gain de place par rapport à un four résistif. Les aciers se déformant de manière relativement importante en particulier à haute température (jusqu'à plus de 10% en plasticité), la précision requise de la mesure par corrélation d'images est moindre.
- Dans tous ces travaux, ce sont systématiquement des approches dites classiques de la corrélation d'images qui ont été utilisées (Sec.1.4.1). Pour faire face aux difficultés propres aux matériaux céramiques, il serait donc intéressant de tester et d'appliquer à haute température des méthodes de corrélation d'images intégrées et régularisées (Sec.1.4.2).

Corrélation d'images 3D

Si la corrélation d'images est principalement utilisée en 2D, elle a été étendue récemment à la 3D. Avant tout, il convient de préciser que, dans ces travaux, la corrélation d'images 3D, parfois appelée corrélation de volumes (DVC, 'Digital Volume Correlation'), est à différencier de la stéréo-corrélation qui consiste à utiliser deux caméras simultanément pour mesurer des déplacements dans le plan et hors plan [ORT 02, LOM 08]. Même si le déplacement final s'exprime dans un repère tridimensionnel, cela reste le déplacement à la surface d'une structure. Telle qu'utilisée dans ces travaux, la corrélation d'images 3D s'appuie, non sur des images, mais sur des données de volumes, la plupart du temps acquises par tomographie X. Le déplacement final 3D correspond alors véritablement à celui d'un volume 3D (Fig.1.37).

S'il existe aussi certaines approches classiques de corrélation d'images 3D [BAY 99, SUT 00, LEN 07, ROB 07, FOR 10, GAT 11], il est ici présenté seulement l'extension en 3D de la méthode décrite dans la section 1.4.2. En partant de nouveau du principe du flot optique, la fonctionnelle $\varphi_{cor}^2(x)$ est redéfinie sur l'ensemble des voxels x :

$$\varphi_{cor}^2(x) = \iiint_{\Omega} [f(x) - g(x + v(x))]^2 dx \quad (1.49)$$

La solution de déplacement v est celle qui minimise la fonctionnelle $\varphi_{cor}^2(x)$ écrite en 3D. En s'appuyant sur la décomposition du déplacement (Eq.1.44), il est possible de choisir pour ψ_n

par exemple des fonctions éléments finis. L'avantage de cette approche est de nouveau une meilleure précision de la mesure du champ de déplacement ainsi qu'un dialogue facilité avec les méthodes numériques habituelles (Fig.1.37).

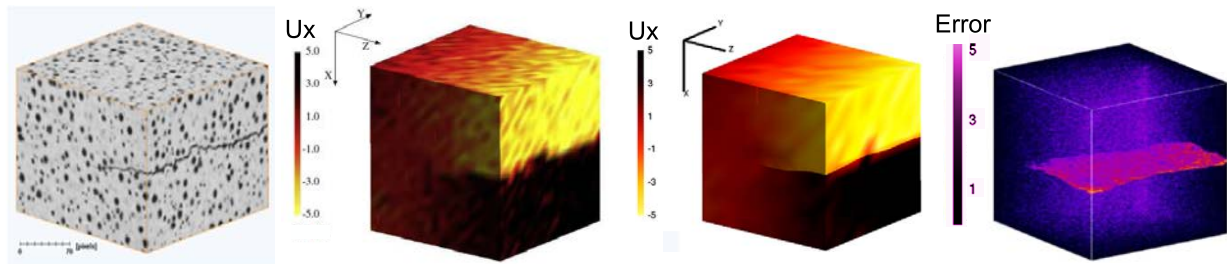


Figure 1.37: Mesure de corrélation d'images 3D pour la propagation en fatigue d'une fissure sollicitée en traction pour une fonte à graphite sphéroïdal [RAN 10].

Cette approche de la corrélation d'images en 3D a déjà été utilisée pour mesurer des déformations sur des os [BEN 09] ou des mousses solides [ROU 08b], pour identifier des propriétés mécaniques au sein d'une microstructure [LEC 10], pour détecter des fronts de fissure en 3D et calculer des facteurs d'intensité des contraintes [LIM 09, RAN 10]. Il faut souligner que tous les matériaux étudiés avaient une microstructure hétérogène avec différentes phases constitutives permettant d'avoir un mouchetis volumique naturel.

En 2D comme en 3D, la corrélation d'images est une méthode de mesure de champs qui permet de quantifier précisément des déplacements et d'identifier et accéder à différentes grandeurs intrinsèques aux matériaux lorsqu'ils sont sollicités mécaniquement.

1.5 Synthèse

A la suite de ce premier chapitre et de cette étude bibliographique et théorique, il convient de résumer et de souligner différents points concernant la céramique microfissurée étudiée ainsi que les théories de la rupture, les essais mécaniques et les méthodes de corrélation d'images présentés.

Le titanate d'aluminium est une céramique microfissurée au comportement endommageable à température ambiante (Sec.1.1). Peu étudié dans la littérature, son comportement mécanique dépend fortement de la densité de microfissures au sein de la microstructure, de la nature et de la quantité de phase secondaire, ainsi que de la température. A température ambiante, son comportement à la rupture est quasi-fragile. Cela semble résulter de la présence de mécanismes de renforcement qui, en dissipant de l'énergie supplémentaire, permettent une propagation stable de la fissure principale. A notre connaissance, il n'existe ni loi de comportement identifiée, ni étude détaillée de la rupture de ce matériau en fonction de la température.

Dans la littérature, de très nombreuses formulations ont été étudiées pour différentes microstructures, tailles de grains et de compositions de phase secondaire. A l'inverse, les travaux effectués sur la rupture du titanate d'aluminium sont relativement rares. Pour ces différentes raisons, il est difficile d'extrapoler et de prédire des informations quantitatives concernant du matériau fortement poreux pour filtres à particules Diesel. Pour caractériser précisément son

comportement mécanique, il est nécessaire de réaliser et d'analyser différents essais mécaniques à température ambiante comme à haute température (Sec.1.3).

Les essais de flexion quatre points sont assez répandus, mais en cas de comportements endommageables ou dissymétriques en traction et en compression, il est impossible d'obtenir directement des propriétés uniaxiales telle la contrainte à rupture (Sec.1.3.1). Si l'utilisation de méthodes inverses permet d'estimer la position de l'axe neutre et ainsi les contraintes mises en jeu sur les différentes faces d'un échantillon en flexion, il est préférable d'identifier une loi de comportement endommageable dont le fondement thermodynamique est assuré et qui peut représenter l'ensemble des champs mécaniques, quel que soit le type de chargement (Sec.1.2.1).

Pour les essais de flexion entaillée (Sec.1.3.1), la problématique est similaire en cas de comportement quasi-fragile. Ce type de comportement à la rupture ne peut être que partiellement caractérisé par la Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture (Sec.1.2.2 et 1.2.3). Pour pouvoir déterminer les valeurs des grandeurs asymptotiques et énergétiques associées à la rupture d'un matériau quasi-fragile, il est également nécessaire de connaître la position de la pointe de la fissure pendant l'essai. La méthode des complaisances est souvent utilisée mais présente de nombreuses limitations en présence de mécanismes de renforcement autour de la fissure. Être capable de déterminer la position de la pointe de la fissure, ainsi que le champ d'endommagement sur l'ensemble de la structure, permettrait une description plus précise de la rupture du matériau.

L'essai de double-torsion est quant à lui plus spécifique à l'étude de la fissuration des céramiques (Sec.1.3.2). Assez peu étudié dans la littérature, cet essai conduit pourtant à de nombreuses problématiques pouvant remettre en cause les hypothèses sur lesquelles s'appuie l'approche analytique élastique souvent utilisée. Parmi ces problématiques se trouvent par exemple la détermination de la forme exacte du front curviligne et la répartition des facteurs d'intensités des contraintes le long du front de fissure. La mesure de la longueur et de la forme de la fissure s'avère en effet délicate pour les matériaux non-transparents et fortement poreux.

Face à ces différents besoins et problématiques précédemment évoqués, les méthodes de mesure de champs permettent une nouvelle exploitation de ces essais et ainsi une caractérisation plus précise des matériaux étudiés (Sec.1.4). Parmi les méthodes de mesure de champs, la corrélation d'images présente un fort potentiel, en particulier lorsqu'elle s'appuie sur des hypothèses cinématiques, à travers le choix de fonctions de forme, pour la décomposition du champ de déplacement. Pour régulariser ce dernier, il est également possible de filtrer mécaniquement les solutions qui ne vérifient pas l'équilibre mécanique au sens d'une loi de comportement indiquée. Même pour les matériaux fragiles se déformant peu, les champs mécaniques mis en jeu lors des différents essais peuvent être mesurés et décrits très précisément grâce à ces techniques, autorisant alors l'identification de grandeurs mécaniques intrinsèques aux matériaux en cas d'endommagement ou de fissuration.

Ces différentes techniques de corrélation d'images 2D et 3D peuvent permettre une meilleure caractérisation des comportements mécaniques et à rupture. Il a été donc décidé de les appliquer à l'étude de la céramique à base de titanate d'aluminium développée par le groupe Saint-Gobain pour l'utilisation en tant que filtre à particules Diesel. Potentiellement, ces techniques de corrélation d'images et méthodologies d'identification concernent de nombreux matériaux, telles les autres céramiques quasi-fragiles dont les problématiques sont similaires (Sec.1.1.4).

Cette synthèse bibliographique et théorique explique le contexte des travaux et justifie les choix effectués et les techniques utilisées dans les chapitres suivants.

Dans le chapitre 2, la microstructure du matériau à base de titanate d'aluminium est présentée et caractérisée à l'aide de premières analyses physico-chimiques et thermomécaniques. Les dispositifs et protocoles expérimentaux des différents essais mécaniques utilisés dans les chapitres suivants sont également décrits. Dans le chapitre 3, le comportement endommageable du matériau est analysé à température ambiante et à haute température. A partir de mesures de champ de déplacement mis en jeu lors des essais de flexion, de compression ou de traction, différentes techniques de corrélation d'images 2D sont développées pour identifier directement différentes lois de comportement du matériau en fonction de la température. Dans le chapitre 4, des essais de flexion entaillée sont étudiés par corrélation d'images 2D, afin d'identifier les mécanismes de fissuration du matériau. L'objectif est d'appliquer cette méthodologie d'identification à température ambiante comme à haute température. Enfin, le chapitre 5 concerne l'analyse d'un essai *in situ* de double-torsion par tomographie X et corrélation d'images 3D. Une approche couplant aspects expérimentaux et numériques est proposée pour permettre une description plus précise et réaliste de cet essai de fissuration.

2

Matériau, méthodes et moyens expérimentaux

Dans ce second chapitre, la céramique quasi-fragile étudiée dans cette thèse est présentée et sa microstructure à base de titanate d'aluminium est décrite grâce à des premières caractérisations physico-chimiques. Le rôle des microfissures et de la phase secondaire est analysé à partir de mesures de dilatation thermique et de rigidité à haute température.

Les dispositifs, protocoles et caractéristiques des différents essais mécaniques sont ensuite détaillés, avec une attention particulière pour la haute température et la corrélation d'images 2D et 3D.

Sommaire du chapitre 2

2.1	Description du matériau quasi-fragile étudié	48
2.1.1	Une céramique poreuse à base de titanate d'aluminium	48
2.1.2	Premières caractérisations de la microstructure	48
2.1.3	Dilatation thermique et rigidité à haute température	51
2.2	Un matériau élastique fragile : le carbure de silicium	55
2.3	Dispositifs expérimentaux à température ambiante	55
2.3.1	Essais mécaniques avec corrélation d'images 2D	55
2.3.2	Essais mécaniques avec corrélation d'images 3D	58
2.4	Dispositifs expérimentaux à haute température	61
2.4.1	Essais mécaniques sans corrélation d'images	61
2.4.2	Essais mécaniques avec corrélation d'images 2D	63
2.5	Conclusion	65

2.1 Description du matériau quasi-fragile étudié

2.1.1 Une céramique poreuse à base de titanate d'aluminium

Le titanate d'aluminium étant une céramique microfissurée inutilisable pure, une phase secondaire est habituellement ajoutée pour la stabiliser thermodynamiquement et la renforcer mécaniquement (Sec.1.1.1). Pour les applications de filtres à particules Diesel, la composition étudiée est de 92% de titanate d'aluminium et de 8% de phase secondaire. Cette phase, qui est silicatée amorphe, contient des précipités riches en TiO_2 et ZrO_2 . Mesurée par microsonde, la composition de la phase secondaire est la suivante :

Composant	Al_2O_3	TiO_2	MgO	ZrO_2	SiO_2	Na_2O	K_2O	CaO	Fe_2O_3
% massique	26,1	2,95	10,08	1,45	51,25	1,23	4,55	2,40	0,1

Tableau 2.1: Composition de la phase secondaire des grains A82MTZS de Saint-Gobain pour filtres à particules Diesel.

Cette formulation A82MTZS a été brevetée par le Centre de Recherche et d'Etudes Européen de Saint-Gobain (Brevet n°FR200854582). De diamètre moyen $30\mu m$ environ, les grains d'A82MTZS sont obtenus par fusion et contiennent directement la phase de titanate d'aluminium et la phase secondaire vitreuse. Ils sont ensuite mélangés avec des porogènes, de l'eau et des additifs (liants, lubrifiants...). Extrudés sous forme de barreaux prismatiques, les échantillons sont ensuite frittés à $1450^\circ C$. Il convient ici de souligner que les échantillons testés dans la suite de ces travaux n'ont pas de structure en nids d'abeille de type filtre à particules Diesel.

La microstructure obtenue est observable par Microscopie Electronique à Balayage ('MEB') à partir d'une surface polie d'un échantillon (Fig.2.1). Les images MEB ayant été obtenues à température ambiante, on distingue clairement les nombreuses microfissures formées lors du refroidissement après le frittage. Il faut noter que si la plupart des microfissures sont intergranulaires, certaines sont aussi intragranulaires. Quant à la phase secondaire, elle se présente sous la forme de petits agglomérats, entre les grains et parfois même à l'intérieur des microfissures. La zircone est visible sous forme de petits précipités blancs situés à l'interface des grains de titanate d'aluminium.

2.1.2 Premières caractérisations de la microstructure

Mesure par porosimétrie mercure

Les observations au MEB illustrent la haute porosité du matériau étudié (Fig.2.1). En raison de son application de type filtre à particules Diesel, il est nécessaire d'avoir une porosité entre 35% et 50% pour bloquer correctement les particules polluantes tout en conservant une perte de charge dans le filtre la plus faible possible. Mesurée par porosimétrie mercure, la composition étudiée est poreuse à $42,3\pm 0,3\%$ et présente une masse volumique de $2,1g/cm^3$. Le diamètre d'interconnexion entre les pores est $14,8\mu m$ en moyenne (Fig.B.1 en annexe B). La porosité est telle qu'elle peut être considérée comme une troisième phase continue où tous les pores sont connectés les uns aux autres.

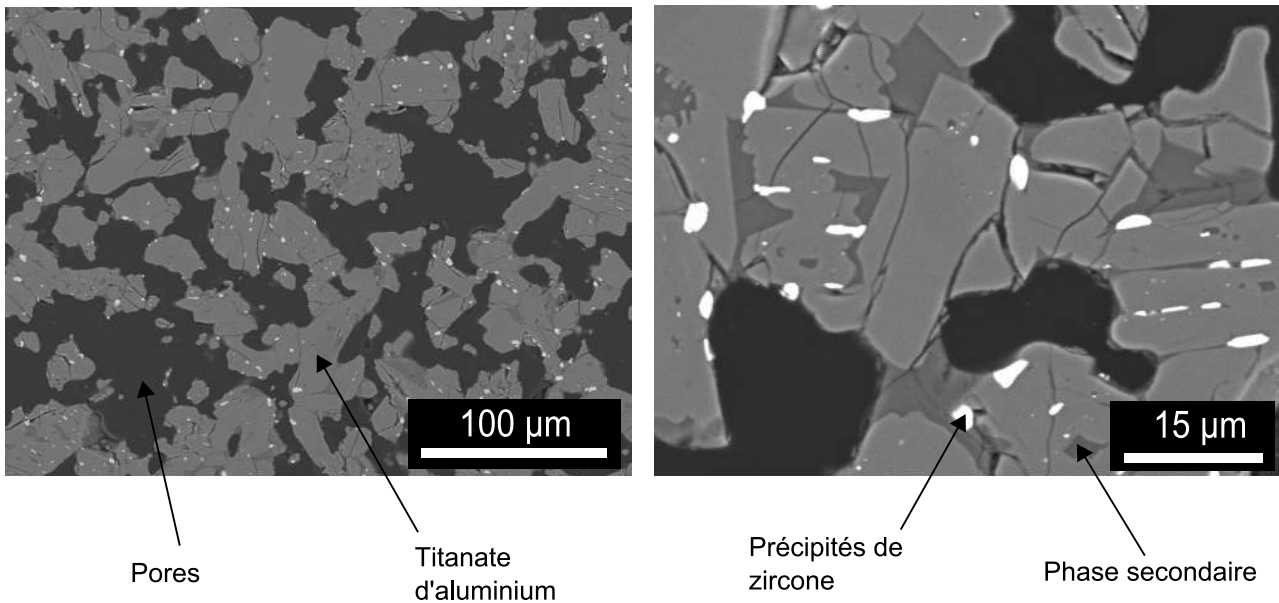


Figure 2.1: Observations de la microstructure au MEB (BSE) sur des sections polies à température ambiante.

Analyse physico-chimique à haute température par diffractométrie de rayons X

Un des objectifs de la présence d'une phase secondaire, ainsi que de certains dopants, est d'éviter la décomposition du titanate d'aluminium à haute température (Sec.1.1.2). Cette question est importante pour la représentativité des essais mécaniques à haute température qui seront réalisés. Pour vérifier que la phase secondaire stabilise correctement le matériau, celui-ci est étudié par diffractométrie de rayons X ('DRX') à haute température. Il s'agit d'une technique d'analyse physico-chimique qui permet de déterminer la composition d'une structure cristalline à partir des angles de diffraction des rayons X sur la surface à l'échantillon. Douze scans par DRX sont effectués lors d'un cycle thermique de 25°C à 1200°C (Tab.2.2 et Fig.B.2 en annexe B). Avec un diffractomètre de type Bruker D8 Advance, un balayage angulaire avec des pas de 0,02° est effectué dans une configuration ' $\theta - 2\theta$ '. La vitesse de chauffe est de 10°C/min. Pour tester la stabilité de la formulation, la durée totale à haute température est de 7 heures et est amplement suffisante au vu du nombre total de cycles de régénération que peut subir un filtre à particules Diesel en fonctionnement.

Scan DRX (n°)	1	2	3	4	5	6
Température (°C)	25	800	900	1000	1100	1100
Scan DRX (n°)	7	8	9	10	11	12
Température (°C)	1200	1200	1200	1200	1200	25

Tableau 2.2: Cycles et scans par DRX à haute température.

Le diffractogramme obtenu à température ambiante permet une identification des différents composants chimiques présents dans la composition étudiée (Fig.2.2). Les principaux pics correspondent au titanate d'aluminium Al_2TiO_5 . Les autres pics sont ceux de la phase secondaire

composée entre autres de MgO , ZrO_2 et de SiO_2 (Tab.2.1). N'étant pas au centre de ces travaux de thèse, les proportions respectives des composants chimiques de cette phase secondaire amorphe n'ont pas été vérifiées à partir de ces diffractogrammes.

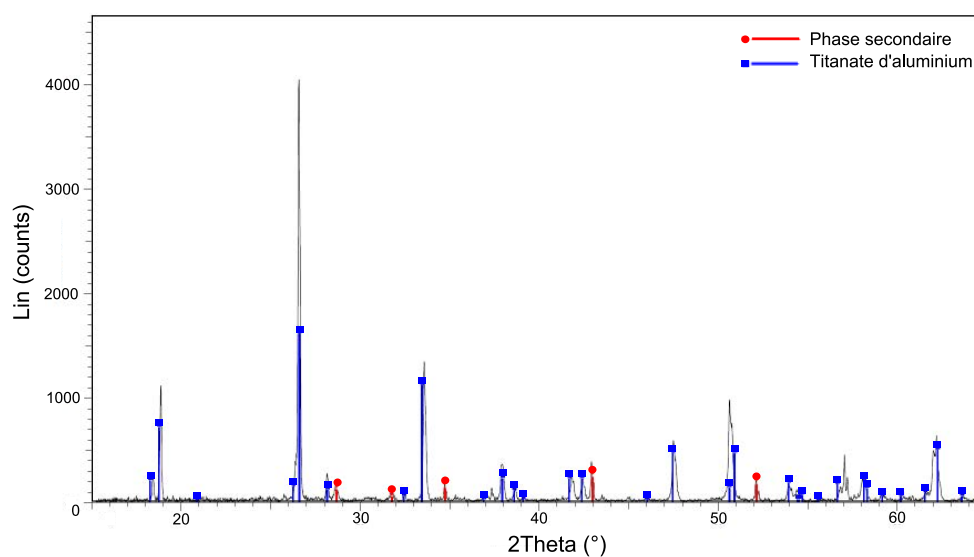


Figure 2.2: *Diffractogramme initial à température ambiante.*

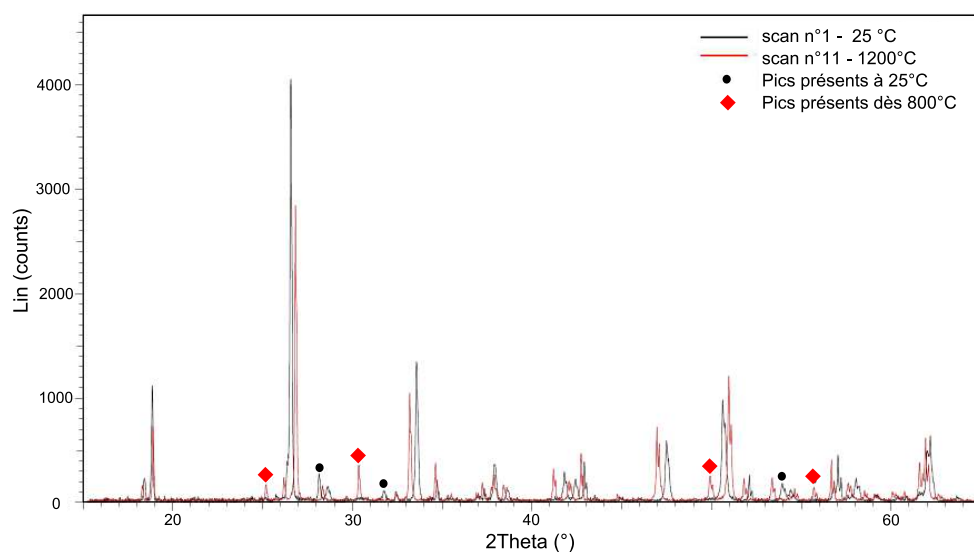


Figure 2.3: *Comparaison des diffractogrammes à 25°C et à 1200°C.*

En comparant les diffractogrammes obtenus à 25°C et à 1200°C, on observe peu de différences (Fig.2.3). Le léger décalage des pics provient de la dilatation thermique de l'échantillon. Même après 7 heures à très haute température, le titanate d'aluminium ne s'est pas décomposé grâce à la stabilité du matériau développé par le groupe Saint-Gobain. Cela est confirmé par la comparaison des diffractogrammes n°7 à n°11 à 1200°C. Ils sont tous identiques, ce qui traduit la non décomposition du titanate d'aluminium. Sur la figure 2.3, certains pics disparaissent à haute température tandis que d'autres apparaissent dès 800°C. Cela semble correspondre à la transformation de phase de la zirconie présente dans le matériau. La zirconie

est en effet sujette à une évolution cristallographique, la phase monoclinique devenant quadratique à haute température [LAN 82, HEC 92]. Cette transformation de phase est réversible, quasi instantanée et donc indépendante de la vitesse de montée en température. La réversibilité de cette transformation est confirmée par la comparaison entre les scans n°1 et n°12 qui sont identiques, les pics correspondants à la zircone apparus dès 800°C sont absents à la fin du cycle à température ambiante.

Ces mesures de diffractométrie par rayons X permettent de confirmer la stabilité à haute température du matériau grâce à la phase secondaire. Si une étude plus approfondie des diffractogrammes précédents est certes possible, l'objectif est ici surtout de s'assurer qu'il est possible de faire des essais mécaniques à haute température sans risquer une éventuelle évolution physico-chimique du matériau.

Mesure de température de transition vitreuse par ATG-ATD

Dans le but de caractériser la phase secondaire accompagnant le titanate d'aluminium, des analyses thermogravimétrique ('ATG') et thermodifférentielle ('ATD') sont réalisées avec un appareil de type Setaram. En comparant les transferts thermiques entre un corps témoin inerte et un matériau et en mesurant l'évolution de sa masse, ces méthodes permettent, entre autres, de déterminer la température de transition vitreuse, à partir de laquelle ce matériau passe d'un état solide à un état visqueux.

Le matériau étudié est chauffé jusqu'à 1200°C à la vitesse de 40°C/min. L'étude des courbes représentant l'évolution de la masse et des transferts thermiques permet de situer la température de transition vitreuse T_g de la phase secondaire à $600 \pm 20^\circ\text{C}$ (Fig.B.3 en annexe B). A partir de cette température, la viscosité de la phase secondaire diminue, mais il est souvent considéré que les effets macroscopiques sont visibles uniquement à partir de $1,2T_g$ environ [FAN 09]. Bien que des mesures plus précises de cette valeur soient nécessaires, il est déjà possible d'en appréhender l'ordre de grandeur. En effet, cette donnée est importante au moment d'interpréter les résultats des essais de flexion à haute température (Sec.3.2.1 et 4.2.1).

2.1.3 Dilatation thermique et rigidité à haute température

Mesure de dilatation thermique

Le titanate d'aluminium est caractérisé par un faible coefficient de dilatation thermique dû à un réseau de microfissures (Sec.1.1.1). La phase secondaire stabilise et renforce le titanate d'aluminium mais augmente également le coefficient de dilatation thermique du matériau en fonction de sa proportion dans la formulation.

La dilatation thermique est mesurée par une analyse thermomécanique ('TMA') avec un dilatomètre de type Setaram 92. Avec des vitesses de 15°C/min, les échantillons sont chauffés jusqu'à des températures maximales allant de 400°C à 1200°C. Si le coefficient de dilatation thermique est souvent moyenné entre 20°C et 1000°C dans la littérature, il est aussi possible de calculer un coefficient, dit tangent, à partir de la dérivée de la courbe $\Delta L(T)/L_0$ en fonction de la température.

Illustrée sur la figure 2.4, la dilatation thermique de cette céramique à base de titanate d'aluminium suit effectivement un comportement avec une hystérésis, comme souligné dans la littérature (Sec.1.1.1).

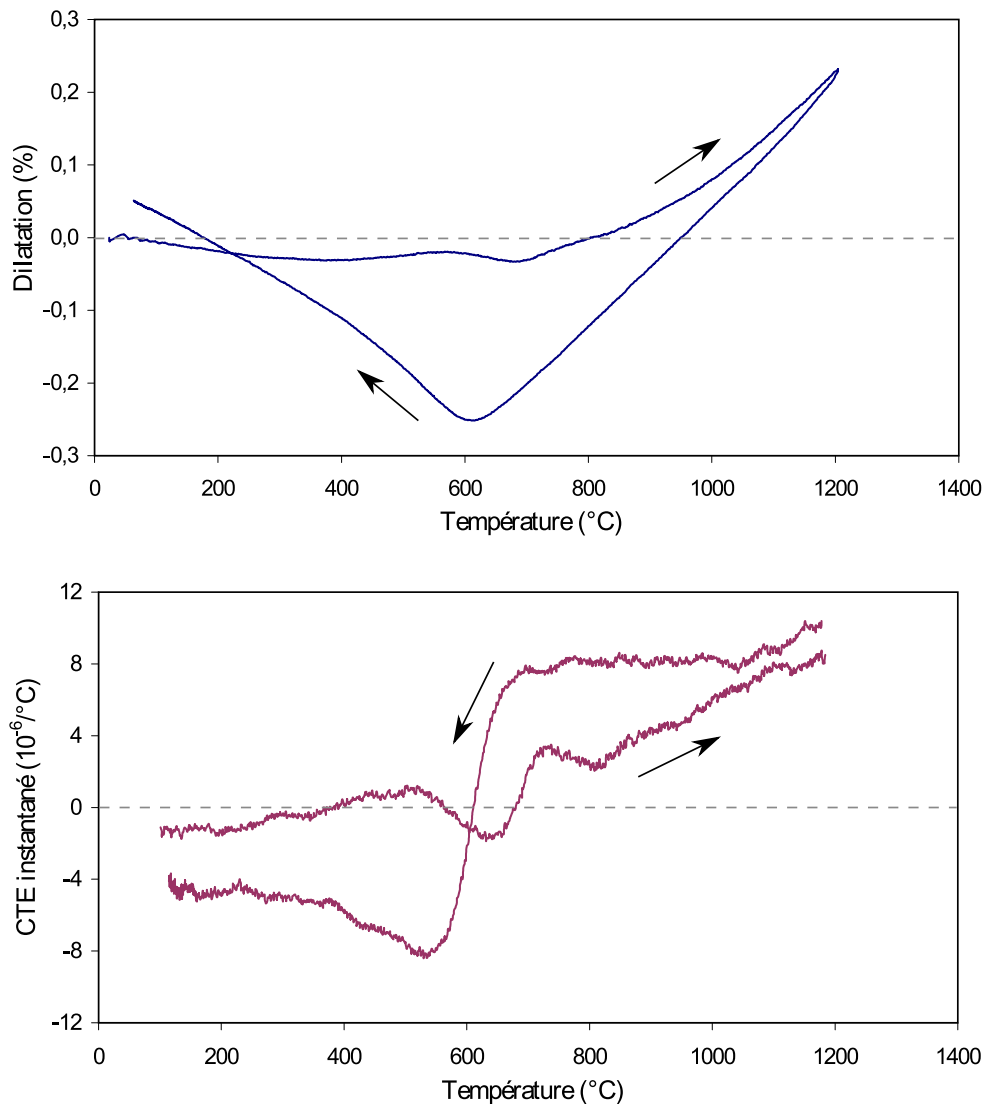


Figure 2.4: Dilatation thermique et coefficient tangent du matériau jusqu'à 1200°C.

Lors d'une montée en température jusqu'à 500°C, la dilatation thermique macroscopique est presque nulle car compensée par la refermeture progressive des microfissures. Entre 500°C et 600°C, elle commence à augmenter très légèrement : de plus en plus de microfissures sont refermées et ne peuvent plus accommoder la dilatation thermique du titanate d'aluminium et de la phase secondaire. A 600°C, on observe une légère baisse de la dilatation thermique, due probablement à la transformation de phase de la zirconie qui s'accompagne d'une légère diminution volumique [LAN 82]. Cette transformation cristallographique de la zirconie augmente la gamme de température pour laquelle le matériau ne se dilate pratiquement pas. Dans la gamme de température allant de 25°C à 700°C, ce matériau peut subir des chocs thermiques très sévères sans quasiment qu'aucune contrainte thermomécanique ne soit générée. A partir de 750°C environ, le matériau se dilate plus fortement avec l'augmentation de la température, les microfissures étant toutes refermées et les grains en contact les uns avec les autres.

Lors du refroidissement, le matériau se contracte linéairement jusqu'à 600°C. On observe que la différence entre la dilatation et la contraction thermique du matériau est d'autant plus im-

portante que la température maximale atteinte est élevée (Fig.B.4 en annexe B). La contraction linéaire est peu visible pour une température maximale de 800°C , alors qu'elle est très prononcée pour des valeurs de 1000°C et 1200°C . A ces dernières températures, les microfissures ont en effet été émoussées et éventuellement commencées à être guéries, soit par déplacement de matière de titanate d'aluminium, soit grâce à la viscosité de la phase secondaire comme déjà noté dans la littérature [OHY 88]. Plus la température atteinte est élevée et permet un potentiel début de guérison des microfissures, plus la contraction linéaire du matériau est prononcée. Dès que les grains de titanate d'aluminium ne peuvent plus se déformer pour compenser leur contraction thermique anisotrope, les microfissures se réouvrent soudainement vers 600°C . Quand la température diminue de 600°C à 25°C , le matériau se dilate macroscopiquement au fur et à mesure que les microfissures se réouvrent complètement.

Le coefficient de dilatation thermique moyenné entre 20°C et 1000°C est égal à $0,9.10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$, ce qui est effectivement faible pour une céramique au vu de la littérature (Fig.1.1). En calculant les coefficients de dilatation thermique tangents tout au long du cycle, le matériau étudié présente une dilatation thermique non négligeable à certaines températures. Entre 750°C et 1200°C , le coefficient tangent augmente en effet de 2.10^{-6} à près de $10.10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$ (Fig.2.4). Bien que le coefficient de dilatation thermique du titanate d'aluminium soit souvent décrit comme très faible dans la littérature (Sec.1.1.1), cela n'est valable que pour des températures inférieures à 700°C tant que les microfissures sont encore ouvertes. Cette valeur maximale de $10.10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$ semble proche de la moyenne des trois coefficients anisotropes des grains de titanate d'aluminium pur (Tab.1.1), mais cette similitude est à considérer avec précaution car le titanate d'aluminium est ici mélangé à une phase secondaire.

Il convient enfin de souligner que les coefficients de dilatation thermique tangents sont en valeur absolue bien plus importants lors du refroidissement ($\alpha_{700-1200^{\circ}\text{C}} \approx 9.10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$) que lors de la montée en température ($\alpha_{700-1200^{\circ}\text{C}} \approx 5.10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$). Ce comportement est bénéfique vis-à-vis de la résistance aux chocs thermiques du matériau, car les gradients thermiques sont souvent plus importants lors des montées en température. L'enseignement principal de cette mesure de dilatométrie est que la dilatation thermique est relativement importante à haute température au-delà de 700°C . Pour une structure soumise des températures supérieures à 700°C , l'influence de la dilatation thermique peut être conséquente et conduire d'importantes contraintes thermomécaniques. Les filtres à particules Diesel sont justement dans ce cas là. Lors d'une régénération, les températures dépassent aisément 500°C . Cette valeur correspond à la température de combustion des suies en présence des catalyseurs communément utilisés dans cette application. Les températures atteintes lors d'une régénération sévère sont comprises entre 600°C et 1100°C (Fig.A.2 en annexe A). La résistance thermomécanique des filtres à base de titanate d'aluminium ne semble donc pas provenir de la dilatation thermique du matériau utilisé.

Mesures vibratoires du module de Young

Lors d'essais statiques sur les céramiques, il est parfois délicat de mesurer des paramètres intrinsèques, car les déformations mises en jeu sont très faibles ($\approx 10^{-4}$). Les méthodes dynamiques permettent de contourner cet obstacle. Le module de Young E_0 d'un matériau peut se mesurer à partir de la période fondamentale du son émis par un barreau en flexion qui vibre sous l'impact d'un petit coup de marteau. Mesuré à l'aide d'un appareil de type Grindo Sonic MK35, le module de Young à température ambiante est égal à $6,0 \pm 0,2 \text{ GPa}$. Cette valeur est très faible pour un matériau appartenant à la famille des céramiques (Fig.1.1), mais la composition étudiée est microfissurée et hautement poreuse.

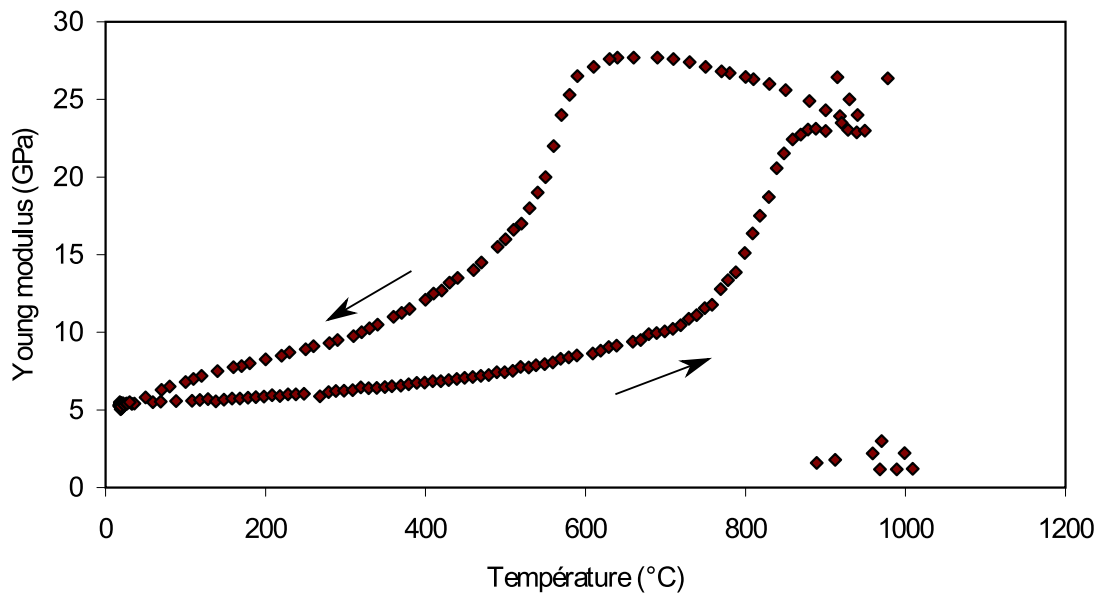


Figure 2.5: Mesure vibratoire du module de Young jusqu'à 1000°C.

A haute température, une approche similaire est possible en faisant vibrer un échantillon lors d'un cycle thermique [LAT 05]. L'évolution du module de Young est mesuré au CREE, sur un appareil fourni par la société ICME, pour des températures allant de 25°C à 1000°C (Fig.2.5). La vitesse de chauffe est de l'ordre de 5°C/min afin de s'assurer de l'homogénéité de la température au cœur du matériau.

Une nouvelle fois, l'évolution du module de Young du matériau à haute température suit un comportement de type hystérétique. L'analyse de cette mesure se rapproche de celle faite pour la dilatation thermique. Compris entre 5GPa et 6GPa à température ambiante, le module de Young augmente progressivement avec la refermeture des microfissures jusqu'à 750°C. La densité de microfissures ouvertes influence en effet directement la rigidité macroscopique d'un matériau (Sec.1.1.3). Puis, le module de Young du matériau augmente très fortement à partir de 750°C : à 1000°C, il vaut 23±1GPa, soit presque cinq fois plus qu'à température ambiante. Cette observation est cohérente avec l'approche analytique de Hasselman qui justifie le fait que la rigidité n'évolue significativement que lorsque les toutes dernières microfissures disparaissent [HAS 79]. Il est également probable que la phase secondaire visqueuse comble certaines singularités de la microstructure, augmentant ainsi la rigidité macroscopique au-delà de 800°C. Au dessus de 1000°C, la qualité de la mesure se détériore et il devient difficile d'analyser correctement les résultats vibratoires. A très haute température, en cas de comportement visqueux, l'amortissement du matériau augmente en effet fortement et le signal est difficile à analyser correctement.

Lors du refroidissement, le module de Young reste élevé, proche de 25GPa, tant que les microfissures sont refermées. Une nouvelle fois, la réouverture des microfissures se fait de manière assez soudaine vers 600°C et la rigidité chute alors fortement. Ces fortes variations sont cohérentes avec les observations précédemment faites à propos de la contraction thermique du matériau lors de son refroidissement.

La section 2.1 a présenté la composition de la céramique à base de titanate d'aluminium étudiée. Une caractérisation générale du matériau a été faite à travers la porosimétrie mercure,

la stabilité à haute température par diffractométrie, la température de transition vitreuse par analyse thermodifférentielle ainsi que l'évolution du coefficient de dilatation thermique et du module de Young en fonction de la température.

2.2 Un matériau élastique fragile : le carbure de silicium

Il convient de présenter brièvement un deuxième matériau utilisé pour certains essais mécaniques, en particulier ceux de double-torsion. Il s'agit d'une céramique pour filtre à particules Diesel composée de carbure de silicium recristallisé (R-SiC). Cette céramique n'est pas sujette à l'apparition de microfissures lors de son refroidissement après frittage. Son comportement élastique fragile a été étudié dans des travaux précédents [XAV 08]. Egalement élaborée par extrusion et frittage, ses propriétés mécaniques sont résumées dans le tableau 2.3. Jusqu'à plus de 1200°C, la microstructure de cette céramique ainsi que ses différentes propriétés peuvent être considérées comme constantes.

Taille des grains	30 μm
Porosité	47 \pm 1%
Diamètre d'interconnexion des pores	10 μm
Masse volumique	1,7g/cm ³
Module de Young	60 \pm 2GPa
Contrainte à la rupture	35,0 \pm 0,3MPa
Ténacité	0,64 \pm 0,02MPa.m ^{1/2}
Coefficient de dilatation thermique	4,5.10 ⁻⁶ °C ⁻¹

Tableau 2.3: Propriétés mécaniques du carbure de silicium RSiC – M3 de Saint-Gobain pour filtres à particules Diesel. Les propriétés mécaniques telles la contrainte à rupture et la ténacité ont été mesurées en flexion.

Utilisé seulement à température ambiante, ce matériau élastique sera parfois considéré comme matériau de référence dans le chapitre 5. Il n'est pas au centre de ces travaux mais permet une analyse plus fiable des essais de double-torsion suivis par corrélation d'images 2D et 3D.

2.3 Dispositifs expérimentaux à température ambiante

La suite de ce second chapitre détaille les dispositifs et protocoles expérimentaux qui sont utilisés pour caractériser et identifier précisément le comportement mécanique et à la rupture de la céramique quasi-fragile à base de titanate d'aluminium.

2.3.1 Essais mécaniques avec corrélation d'images 2D

Essais de flexion quatre points

Les essais mécaniques de flexion sont réalisés sur une machine hydraulique Instron 8502 avec une cellule de force de 5000N. Les échantillons sont des barreaux prismatiques de section

$B \times H = 5,3 \times 7 \text{ mm}^2$. Pour le montage de flexion quatre points, les entraxes sont égaux à $D_1 = 60 \text{ mm}$ et $D_2 = 20 \text{ mm}$ (Fig.2.6). Un capteur de type *linear variable differential transducer* ('LVDT') est utilisé pour mesurer la flèche verticale au centre de l'échantillon. L'essai est piloté en déplacement par la tige LVDT à la vitesse constante de $0,05 \text{ mm/min}$.

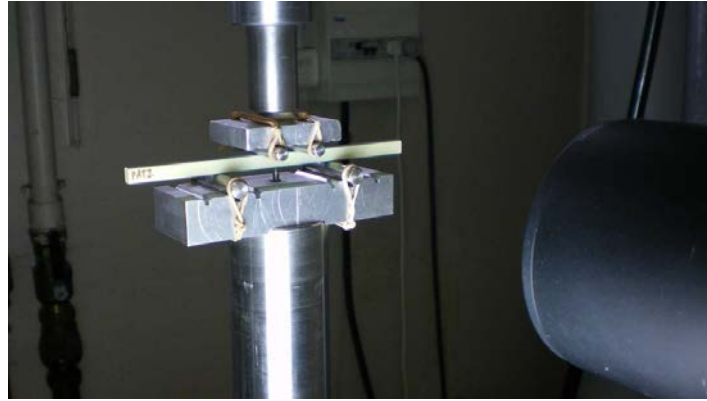


Figure 2.6: Montage pour les essais de flexion quatre points avec corrélation d'images.

Pour la corrélation d'images, des photos sont prises à intervalles de temps réguliers à l'aide d'un objectif télécentrique 200 mm (Vision&Control T201/0.42) et d'une caméra Bluefox de type *charge coupled device* ('CCD'). Il est choisi d'utiliser un objectif télécentrique car ce type d'optique permet de s'affranchir des problèmes d'alignement entre l'axe normal à la surface de l'échantillon et l'axe optique. De plus, les objectifs télécentriques ne sont pas sensibles aux mouvements hors plans qui risqueraient d'être interprétés comme des déformations par les techniques de corrélation d'images [SUT 08]. Dans cette configuration, la résolution des images est de $10,9 \mu\text{m}/\text{pixel}$. Pour ces essais, un très léger mouchetis est réalisé à la peinture noire sur les échantillons, car la microstructure poreuse est déjà suffisamment contrastée sur les images. Un éclairage diffus est utilisé pour améliorer la qualité des images. Le début de l'enregistrement des images est synchronisé avec le lancement de l'essai afin de pouvoir facilement mettre en parallèle les images avec les courbes force-déplacement. Les images sont enregistrées sur un ordinateur dédié à l'acquisition d'images.

Les échantillons prismatiques sont posés 'verticalement' ($H = 7 \text{ mm}$) afin d'avoir la plus grande surface possible suivie par corrélation d'images et d'engendrer des forces à rupture plus importantes vis à vis de la précision de la cellule de force utilisée. Toutes les caractéristiques de ces essais de flexion sont résumées dans le tableau C.1 en annexe C.

Essais de flexion quatre points entaillée

Les essais de flexion entaillée sont réalisés dans les mêmes conditions que l'essai non entaillé précédemment décrit. Une entaille de longueur $a_0 = 1 \text{ mm}$ est réalisée dans la partie centrale de l'échantillon à l'aide d'une lame de rasoir actionnée par un moteur électrique. L'entaille obtenue est très fine, avec une largeur de l'ordre de $180 \mu\text{m}$ et un rayon de courbure proche de $70 \mu\text{m}$. Si la largeur de l'entaille n'a que peu d'influence sur les matériaux hautement poreux [XAV 08], il a été ici observé qu'une entaille assez fine permettait d'améliorer la précision des mesures de corrélation d'images. Toutes les caractéristiques de ces essais de flexion entaillée sont résumées dans le tableau C.1 en annexe C.

Essais de compression

Les essais de compression à température ambiante sont réalisés sur la même machine hydraulique Instron 8502. En l'absence de capteur LVDT, ces essais sont pilotés en déplacement avec la traverse. Les échantillons parallélépipédiques sont de longueur $L_0=20\text{mm}$. Les surfaces d'appui des échantillons sont rectifiées et polies pour avoir le meilleur parallélisme. La configuration optique est faite d'une caméra CCD, d'un objectif Nikon 55mm et d'un éclairage diffus. C'est de nouveau la plus grande face des échantillons prismatiques qui est visionnée pour une meilleure utilisation de la corrélation d'images. Toutes les caractéristiques de ces essais de compression sont résumées dans le tableau C.2 en annexe C.

Essais de traction

Les essais de traction à température ambiante sont réalisés sur une machine électromécanique Instron 1195. Des cardans sont utilisés pour s'assurer que le chargement s'effectue selon l'axe vertical (Fig.2.7). Les échantillons sont collés sur les cardans à l'aide d'une colle de type Araldite prise lente. La porosité étant très importante, la colle a le temps de pénétrer sur un ou deux millimètres à l'intérieur du matériau.



Figure 2.7: Montage pour les essais de traction à température ambiante avec corrélation d'images.

L'essai est piloté avec une vitesse constante du déplacement de traverse de $0,02\text{mm}/\text{min}$. La configuration optique est de nouveau constituée d'une caméra Bluefox et d'un objectif télécentrique 200mm . Toutes les caractéristiques de ces essais de traction sont résumées dans le tableau C.2 en annexe C.

Essais de double-torsion

Les essais de double-torsion sont réalisés sur une machine hydraulique Instron 8502. Initialement, nous avons tenté d'usiner des échantillons directement à partir de filtres à particules Diesel comme mentionné dans la littérature (Fig.1.25), mais les résultats obtenus étaient trop peu fiables pour continuer l'étude. Il était en effet difficile d'obtenir une épaisseur relativement constante pour les échantillons en raison de la forme "sinusoïdale" des nids d'abeille utilisés pour

les filtres de Saint-Gobain (Fig.ii). Finalement, des échantillons spécifiques ont été extrudés sous forme de petites plaques de dimensions $22 \times 2,1 \times 41 \text{ mm}^3$, dont les différentes faces sont rectifiées pour s'assurer de leur planéité et leur parallélisme. Les plaques sont ensuite entaillées à l'aide d'une meule diamantée large de $500 \mu\text{m}$ environ. La longueur a_0 est déterminée sur la face sollicitée en traction.



Figure 2.8: Montage de double-torsion à température ambiante, sans et avec corrélation d'images.

Un soin tout particulier est accordé à la mise en place des échantillons sur le montage de double-torsion. Le cylindre supérieur de diamètre 3 mm doit être parfaitement aligné pour toucher les deux arêtes de l'entaille. Un capteur LVDT est utilisé pour mesurer la flèche verticale au niveau de l'entaille (Fig.2.8). Par l'intermédiaire du LVDT, l'essai est piloté en déplacement à vitesse constante de $0,1 \text{ mm/min}$. Un essai est considéré comme valable si la fissure se propage en ligne droite jusqu'à l'autre extrémité de l'échantillon. Un angle de $\pm 10^\circ$ est toléré [GOR 10].

La corrélation d'images est utilisée pour mesurer les déplacements sur la face en traction. Un porte-échantillon spécial, équipé d'un miroir incliné à 45° , permet de visualiser la face inférieure sollicitée en traction (Fig.2.8). Quant au miroir, il est réalisé à partir d'une lame de microscope sur laquelle est déposée une couche de 15 nm d'or. L'objectif télécentrique 200 mm est indispensable car les mouvements hors-plan sont très importants dans cette configuration.

Ces essais de double-torsion avec ou sans corrélation sont effectués sur des échantillons soit en céramique à base de titanate d'aluminium, soit en carbure de silicium R-SiC (Sec.2.1.1). Le R-SiC sert ainsi de référence et de validation pour ces essais innovants. Les caractéristiques de ces essais de double-torsion sont résumées dans le tableau C.3 en annexe C.

2.3.2 Essais mécaniques avec corrélation d'images 3D

Prototype de double-torsion in situ pour tomographie X

La corrélation d'images 3D nécessite de faire des essais mécaniques *in situ* dans des tomographes pour acquérir des scans 3D à différentes étapes du chargement. Un prototype a été conçu pour réaliser des essais de double-torsion à l'intérieur d'un tomographe de laboratoire, ce qui n'a jamais été vu dans la littérature. La conception a été réalisée avec la collaboration de Pierre Michaud et Christian Touboulic (Insa GMC) et de Jérôme Adrien et Eric Maire (Laboratoire Mateis). Les caractéristiques du tomographe v/Tome/xs utilisé sont indiquées en annexe C.

L'échantillon est placé verticalement pour pouvoir tourner devant le tomographe sans que le faisceau de rayons X ne soit perturbé par le porte-échantillon (Fig.2.9). Le prototype est constitué d'une pince qui vient coincer à sa base l'échantillon par l'intermédiaire de trois petits cylindres. Le cylindre central est en contact avec les deux arêtes de l'entaille située vers le bas de l'échantillon. Le mouvement de la pince est piloté grâce à un levier et un moteur électrique pas à pas permettant d'appliquer au niveau de l'échantillon des vitesses minimum de déplacement de $1\mu\text{m}/\text{min}$. Le canon du tomographe est refroidi afin de s'assurer de la stabilité du faisceau de rayons X pendant plusieurs heures. L'effort est mesuré grâce à un capteur miniature situé entre l'extrémité de la pince et les cylindres en contact avec l'échantillon. Ce capteur de compression est limité à des charges inférieures à 100N . Il est possible de régler la distance entre appuis S_m en changeant la pièce glissante qui supporte deux des cylindres.

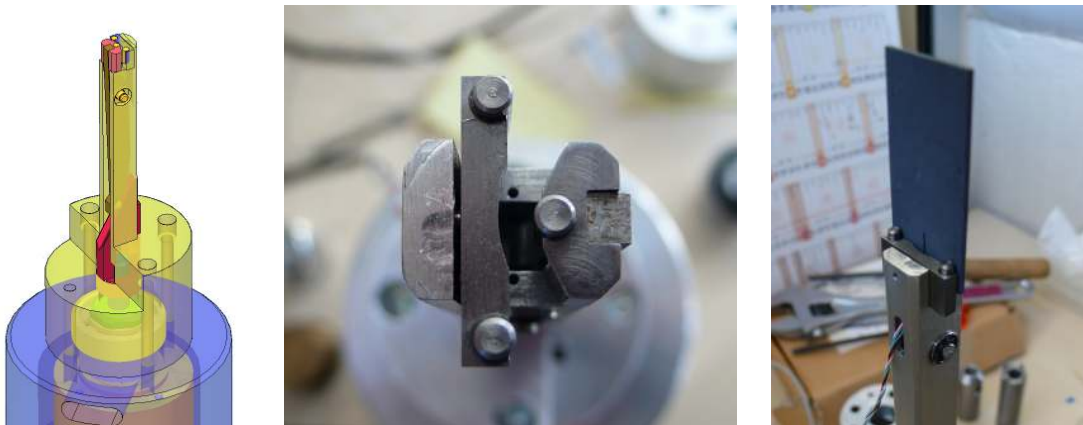


Figure 2.9: Prototype de double-torsion pour tomographie X : dessin de conception, vue de dessus sans échantillon, vue de côté avec échantillon

Essais de double-torsion avec corrélation d'images 3D

Des essais de double-torsion sont effectués avec le prototype précédemment décrit. La zone scannée par rayons X est située juste au dessus de l'entaille (Fig.2.10). En réglant la distance entre l'échantillon et la source du faisceau de rayons X, il est possible d'atteindre une résolution spatiale de $3\mu\text{m}/\text{voxel}$ sur une zone dont la hauteur est inférieure à 3mm . Des résolutions spatiales de 6 à $12\mu\text{m}/\text{voxel}$ sont préférées afin d'observer la fissure sur une zone haute de 1cm environ.

Le protocole expérimental est le suivant. Une fois l'échantillon mis en place verticalement, le scan initial est enregistré pour une charge appliquée proche de $0,5\text{N}$. Cette précharge est nécessaire pour éviter que l'échantillon bouge pendant les 40 minutes de durée d'un scan. Puis, le moteur est actionné pour refermer progressivement la pince sur la base de l'échantillon. Au début du chargement, le matériau se comporte de manière linéaire et la fissure ne se propage pas. Différents scans sont effectués pendant cette première phase pour vérifier *a posteriori* le comportement élastique du matériau. Dès que la réponse en force n'est plus linéaire, traduisant un début de propagation de fissure, l'échantillon est déchargé à 65% de la force maximale afin d'éviter tout risque de propagation lente de la fissure pendant la durée du scan [SHY 06]. Il a été vérifié dans notre cas qu'il est effectivement impossible de maintenir une charge proche de

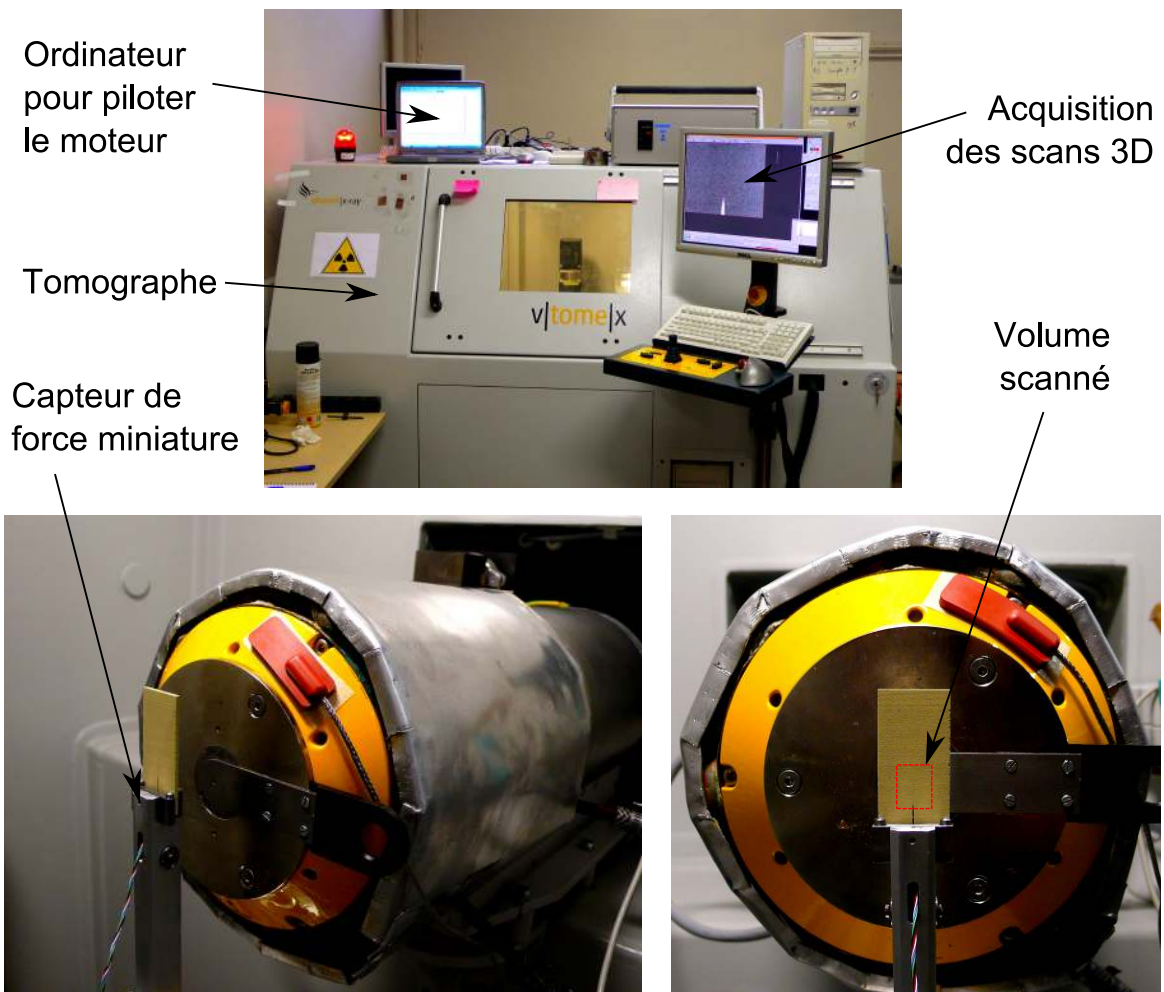


Figure 2.10: Montage pour les essais de double-torsion *in situ* par tomographie X.

$75\%F_{max}$ sans qu'il y ait une relaxation et une fissuration des échantillons en titanate d'aluminium et de carbure de silicium. Cette décharge est malheureusement préjudiciable pour la corrélation d'images 3D puisque les déplacements mesurés alors par rapport au scan initial sont de plus faible intensité et donc difficiles à quantifier.

La fissuration n'est pas observable pendant l'essai, la position de la fissure ne peut être connue qu'*a posteriori* avec la corrélation d'images 3D. Pour un scan, la fissure peut ne pas s'être suffisamment propagée pour se situer dans la zone scannée, ou à l'inverse s'être propagée trop loin. Observer une zone assez grande permet d'augmenter la probabilité d'avoir la fissure au centre. Plusieurs cycles de "charge-décharge" suivis d'un scan sont effectués jusqu'à rupture complète de l'échantillon. Un essai peut durer jusqu'à 10 heures mais n'est validé que si la fissure s'est propagée de manière droite jusqu'à l'autre extrémité de l'échantillon. Les scans sont alors reconstruits pour être analysés par corrélation d'images 3D. A l'instar du mouchetis de peinture en 2D, les marqueurs volumiques proviennent ici de la microstructure hautement poreuse.

Toutes les caractéristiques de ces essais de double-torsion *in situ* par tomographie X sont résumées dans le tableau C.4 en annexe C.

2.4 Dispositifs expérimentaux à haute température

2.4.1 Essais mécaniques sans corrélation d'images

Essais de flexion quatre points

Les essais mécaniques à haute température sont réalisés avec une machine électromécanique Instron 8562 équipée d'un four résistif. Le montage de flexion quatre points en alumine est plus compact que celui utilisé à température ambiante : $D_1=35mm$ et $D_2=10mm$. Il comporte des petites tiges de guidage pour s'assurer de la bonne mise en place de l'échantillon (Fig.2.11). Le pilotage de l'essai se fait grâce au capteur LVDT par lequel est imposée une vitesse constante de déplacement de $0,5mm/min$. Cette vitesse est choisie de telle sorte que la rupture soit atteinte entre 20 et 30 secondes. Cette durée est du même ordre de grandeur que celle du choc thermique subi par un filtre à particules Diesel lors d'une régénération sévère.

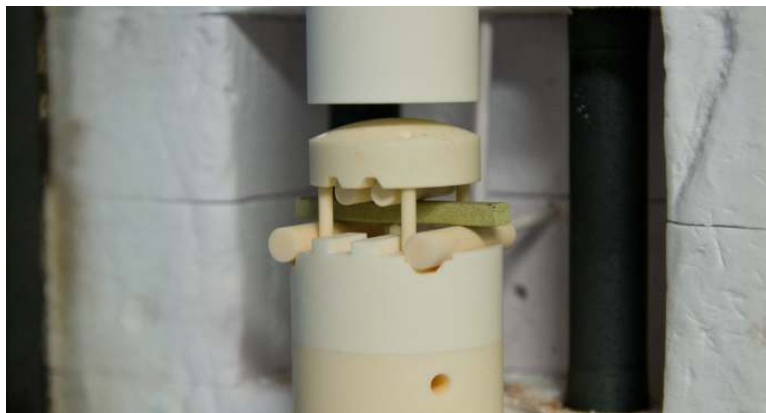


Figure 2.11: Montage de flexion quatre points à haute température.

Il est nécessaire de caractériser la rupture de la céramique à base de titanate d'aluminium pour des températures comprises entre $500^{\circ}C$ et $1000^{\circ}C$. Pour un filtre à particules Diesel en régénération sévère, ces températures correspondent à celles mesurées dans les parties présentant le plus grand risque de rupture thermomécanique (Fig.A.2 et A.3 en annexe A). Le four est instrumenté avec deux thermocouples de type R, l'un de régulation (th1) et l'autre de mesure (th2) (Fig.2.12). A pleine puissance, le four atteint en 20 minutes environ la température souhaitée au niveau du thermocouple de régulation, ce qui équivaut à une vitesse de presque $40^{\circ}C/min$. Le thermocouple de mesure est plus proche de l'échantillon. Dès qu'il atteint également la température ciblée, on considère que le champ de température à l'intérieur du four est homogène. Un temps de référence est alors défini et l'essai peut débuter. En fonction de la température cible, différents temps de référence sont définis, assurant ainsi une bonne reproductibilité des essais (Tab.2.4). Pour les essais dits standard, ces temps de référence sont par exemple de 50 minutes pour $700^{\circ}C$ et de 40 minutes pour $1000^{\circ}C$. Dans cette approche, l'incertitude sur la température de l'échantillon est estimée à $\pm 5^{\circ}C$.

Pour se rapprocher au mieux de l'application de type filtre à particules Diesel, il faudrait idéalement atteindre des vitesses de montée en température supérieures. Les chauffages à induction permettent d'atteindre des vitesses de l'ordre de $100^{\circ}C/s$, mais les matériaux céramiques non métalliques ne peuvent être chauffés directement par un tel dispositif. De plus, il est difficile de trouver un four résistif permettant d'atteindre des vitesses de montée

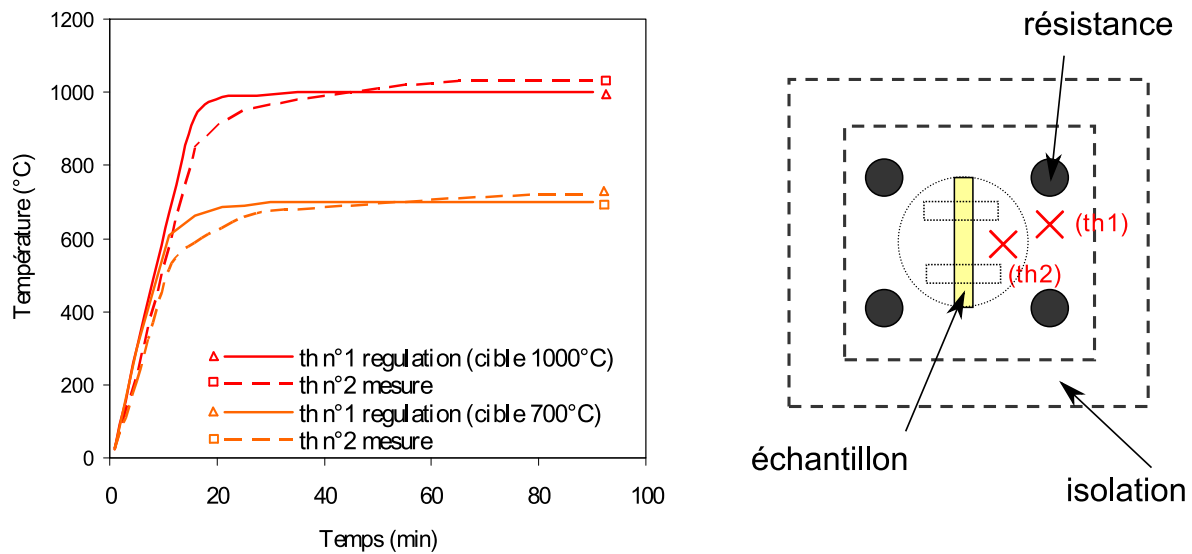


Figure 2.12: Cinétique thermique et schéma (vue de dessus) du four.

en température supérieures à $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Pour appréhender l'influence de l'histoire thermique subie par l'échantillon, il est choisi de faire des essais dits longs et rapides. Pour les essais longs, l'échantillon est maintenu presque deux heures à haute température avec que l'essai ne soit lancé. A l'inverse pour les essais rapides, le test débute après seulement 25 minutes de chauffe, bien que l'homogénéité de la température ne soit pas totalement assurée à ce moment là (Tab.2.4). La température associée à l'essai n'est pas la valeur cible mais celle du thermocouple de mesure au moment où débute l'essai.

Température cible ($^{\circ}\text{C}$)	500	600	700	800	900	1000
Essais standard (<i>min</i>)	90	60	50	45	40	40
Essais longs (<i>min</i>)	120	120	120	120	120	120
Essais rapides (<i>min</i>)	25	25	25	25	25	25

Tableau 2.4: Temps de référence pour la température du four.

L'ensemble des caractéristiques de ces essais de flexion à haute température est résumé dans le tableau C.5 en annexe C.

Essais de flexion quatre points entaillée

Les essais de flexion entaillée à haute température sont très similaires à ceux non entaillés décrits précédemment. Une entaille de longueur $a_0=3\text{mm}$ est réalisée dans la partie centrale des échantillons. Seuls les essais standard sont réalisés en flexion entaillée avec les mêmes temps de référence compris entre 40 et 90 minutes (Tab.2.4). Les caractéristiques de ces essais sont résumées dans le tableau C.6 en annexe C.

Essais de compression

L'objectif des essais de compression à haute température est d'appréhender le comportement mécanique au-delà de 1000°C. Les parties centrales d'un filtre à particules Diesel peuvent en effet atteindre des températures allant jusqu'à 1200°C lors d'une régénération sévère (Fig.A.2 en annexe A). Le différentiel de température entre la partie centrale au dessus de 1100°C et la partie périphérique à environ 600°C génère des contraintes de compression dans la première et de traction dans la deuxième. Par conséquent, les amplitudes de ces contraintes de traction/compression sont étroitement liées et dépendent du comportement mécanique du matériau sous ces deux types de sollicitation. Les températures testées en compression sont donc plus hautes, allant de 750°C à 1250°C. L'approche standard est choisie pour ces essais de compression, l'essai débute quand la température de mesure rejoint celle de régulation. Les échantillons sont de nouveau rectifiés pour assurer le meilleur parallélisme des surfaces d'appui. L'essai est piloté en déplacement traverse à la vitesse constante de 1mm/min.

Les caractéristiques de ces essais de compression à haute température sont résumées dans le tableau C.7 en annexe C.

2.4.2 Essais mécaniques avec corrélation d'images 2D

Essais de flexion quatre points

Pour effectuer des mesures de corrélation d'images à haute température, la solution la plus utilisée dans la littérature consiste à adopter un chauffage par induction (Sec.1.4.3). Or la plupart des céramiques ne peuvent pas être chauffées par induction sans l'utilisation d'un suscepteur métallique qui gênerait la visualisation de la surface des échantillons. La meilleure alternative possible est celle d'un four résistif doté d'une petite fenêtre de visualisation. Un trou de 30mm de diamètre a donc été percé dans un four traditionnel. Alignés grâce à des tubes en alumine, trois disques transparents ont été utilisés pour isoler au mieux l'intérieur du four (Fig.2.13). Ces disques sont en saphir connu pour ses bonnes propriétés optiques et de résistance à haute température [LYO 96]. La présence d'un trou dans l'isolation du four affecte forcément l'homogénéité de la température au sein de l'enceinte. A l'aide de plusieurs thermocouples, la température est mesurée de part et d'autre de l'échantillon, proche et loin de la fenêtre de visualisation (Fig.2.13). Il s'avère effectivement que la température est plus faible du côté proche de la fenêtre de visualisation. Même en allant au-delà des 45 minutes des temps de chauffe de l'approche standard, un gradient de 20°C persiste entre les deux faces de l'échantillon. De plus, pour atteindre une température cible, il convient de choisir comme régulation une température supérieure de 10°C à 25°C (Tab.2.5). Même en adaptant la procédure expérimentale, l'incertitude sur la température de l'échantillon est estimée à $\pm 20^\circ\text{C}$ avec le four avec visualisation.

Température cible (°C)	600	700	800	900
Température régulation (°C)	625	720	815	910
Essais standard (min)	70	55	55	50

Tableau 2.5: Temps de référence pour la température du four avec visualisation.

La procédure expérimentale adoptée pour ces essais de flexion reste très similaire à celle mise au point sur le four non percé. Un mouchetis est appliqué sur la surface des échantillons

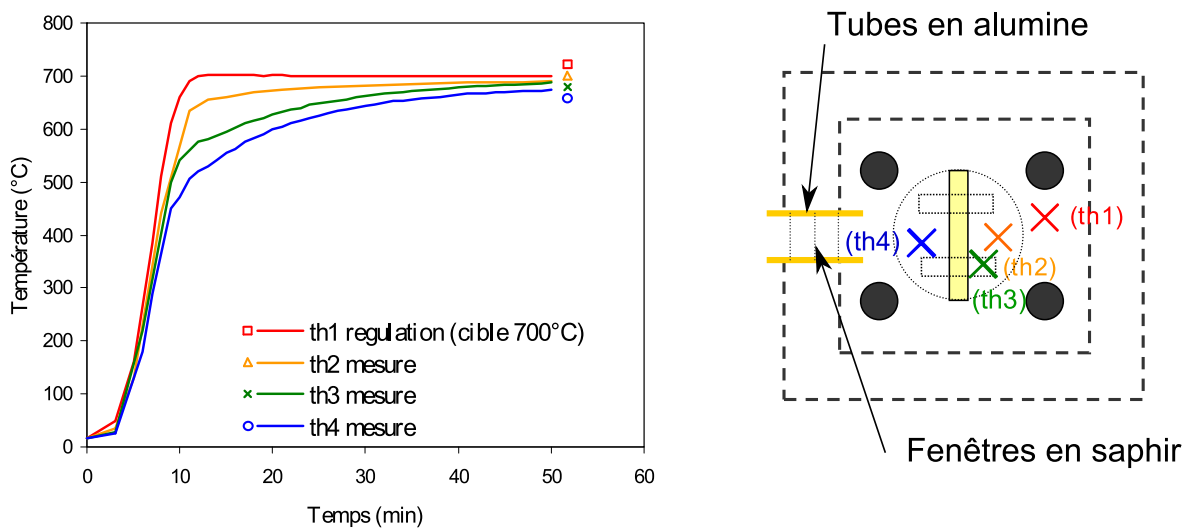


Figure 2.13: *Cinétique thermique et schéma (vue de dessus) du four avec visualisation.*

à l'aide d'une peinture noire résistant jusqu'à 900°C. Les échantillons prismatiques ne sont plus placés 'verticalement' sur le porte échantillon mais 'horizontalement' ($H=5,3\text{mm}$). Si la surface alors visualisée est certes plus petite, les déplacements mis en jeu sont plus importants, ce qui est jugé comme positif pour les techniques de corrélation d'images à haute température. Alors qu'un ventilateur est parfois utilisé dans la littérature pour homogénéiser la température entre la fenêtre de visualisation et l'objectif et ainsi limiter les effets 'mirage' [LYO 96], il est décidé de ne pas en utiliser en raison d'une détérioration de la qualité des mesures de corrélation dans notre cas. Lors de son utilisation, le ventilateur utilisé provoquait probablement plus une agitation de l'air qu'une homogénéisation de sa température. Un filtre passe-bas infrarouge a été ajouté pour limiter le rayonnement des échantillons à très haute température.

L'essai est piloté en déplacement à l'aide du capteur LVDT à une vitesse égale à $0,25\text{mm}/\text{min}$. Piloter l'essai plus lentement pour prendre soit plus d'images, soit des images plus lumineuses, est une alternative intéressante mais qui s'éloigne trop des précédents essais de flexion (Sec.2.4.1) et de l'application industrielle. Il est choisi de maintenir la vitesse $0,25\text{mm}/\text{min}$ au niveau du pilotage du capteur LVDT. Pour conserver une fréquence de $1\text{image}/\text{s}$, la durée maximale d'exposition ne peut être supérieure à 0,33s. Or les seules sources lumineuses dans notre cas sont les résistances du four puisqu'il n'a pas été possible d'ajouter un système d'éclairage comme réalisé dans la littérature (Sec.1.4.3). Plus le four chauffe, plus les résistances émettent de la lumière, plus les échantillons sont visibles à travers la fenêtre en saphir et plus les images sont de bonne qualité. Vers 600°C ou 700°C, le four chauffant peu et la luminosité étant trop faible, l'objectif télécentrique 200mm a été remplacé par un objectif Nikon 55mm F2,8. Si ce dernier objectif a l'inconvénient de ne pas être télécentrique et d'offrir un plus faible grossissement, son ouverture optique est plus grande et les images sont plus lumineuses pour des durées d'exposition équivalentes.

A haute température, les essais 'longs' et 'rapides' ne sont pas effectués dans le four avec visualisation (Sec.2.4.1). Des essais rapides ont certes été testés afin d'avoir plus de luminosité puisque le four chauffe encore très fortement après 25 minutes. Ayant estimé le gradient

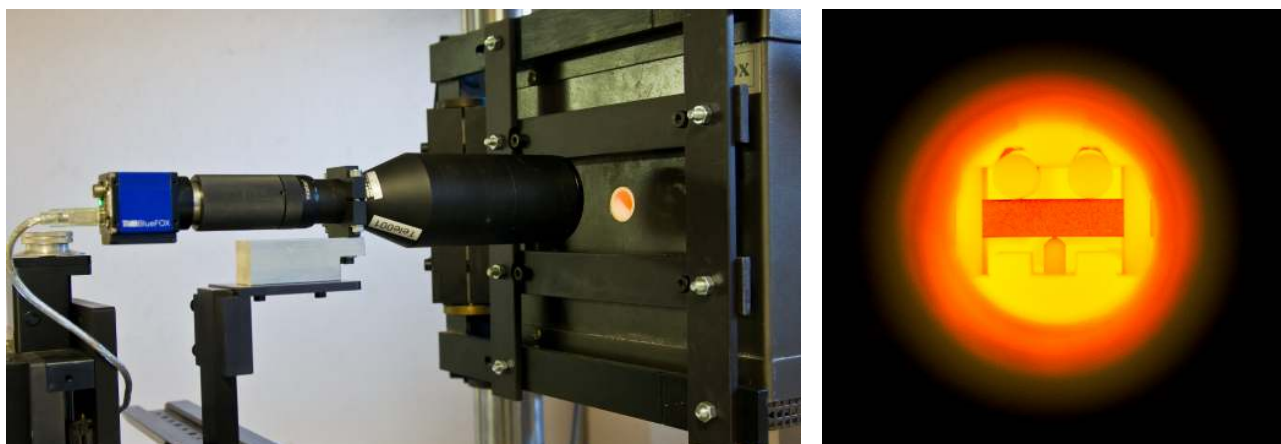


Figure 2.14: Flexion quatre points à haute température avec corrélation d'images. L'image de droite ne correspond pas à une image pour corrélation mais à une simple photo d'illustration.

thermique à plus de 80°C entre les deux faces de l'échantillon, il n'a pas été donné suite à ces essais rapides dans le four avec visualisation. L'approche standard avec des temps de référence proches de 45 minutes est donc privilégiée pour la corrélation d'images.

Les caractéristiques de ces essais de flexion à haute température avec corrélation d'images sont résumées dans le tableau C.8 en annexe C.

Essais de flexion quatre points entaillée

Deux essais de flexion entaillée sont réalisés à 700°C et 800°C avec corrélation d'images. Par rapport aux essais non entaillés précédemment décrits, la même approche standard est choisie (Tab.2.5). Une entaille de longueur $a_0=2\text{mm}$ est réalisée au centre des échantillons. A 700°C , l'objectif Nikon 55mm est préféré à celui télécentrique 200mm pour faire face au manque de luminosité dans le four. Les caractéristiques de ces essais de flexion entaillée à haute température avec corrélation d'images sont résumées dans le tableau C.8 en annexe C.

2.5 Conclusion

Dans ce second chapitre, nous avons tout d'abord présenté le matériau au centre de ces travaux, une céramique poreuse à base de titanate d'aluminium. Sa microstructure a été décrite de manière générale à l'aide de mesures de porosimétrie et d'analyse thermodifférentielle. Par diffractométrie, il a été montré que le matériau étudié présente une microstructure stable d'un point de vue chimique à haute température. Ce point est déterminant quant à la représentativité des essais mécaniques à haute température.

Les influences de la refermeture des microfissures et de la phase secondaire silicatée ont été observées sur deux grandeurs importantes que sont le coefficient de dilatation thermique et le module de Young. Si la dilatation thermique macroscopique est quasiment nulle jusqu'à 750°C , elle devient ensuite relativement importante une fois qu'elle n'est plus accommodée par la refermeture des microfissures ($\alpha_{1200^{\circ}\text{C}} = 10 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$). Des phénomènes d'émoussement, et probablement de début de guérison des microfissures, sont observés quand la température maximale atteinte dépasse 1000°C . Quant au module de Young, il est faible à température ambiante ($E_{25^{\circ}\text{C}} = 6\text{GPa}$) et croît quasiment de manière linéaire jusqu'à 750°C avant d'augmenter ensuite

très fortement à 1000°C ($E_{1000^{\circ}\text{C}} = 23\text{GPa}$). Ces fortes variations de rigidité s'expliquent par la refermeture des microfissures et probablement par la mobilité de la phase secondaire visqueuse.

Un deuxième matériau a été brièvement présenté dans ce chapitre. Il s'agit d'une céramique poreuse en carbure de silicium également utilisée pour les filtres à particules Diesel. Ce matériau élastique fragile sera utilisé comme matériau de référence pour les essais de double-torsion.

Dans ce second chapitre sont enfin présentés les différents essais qui seront utilisés pour caractériser précisément le comportement mécanique et à la rupture de la céramique à base de titanate d'aluminium. Les dispositifs et protocoles expérimentaux sont décrits en flexion, en compression ou en traction, à température ambiante comme à haute température, avec comme sans corrélation d'images. Les deux essais innovants que sont la flexion à haute température avec corrélation d'images 2D et la double-torsion *in situ* avec corrélation d'images 3D par tomographie X sont particulièrement détaillés.

Les bases bibliographiques et théoriques (Chap.1) et expérimentales (Chap.2) ayant été posées, il est désormais possible de caractériser par corrélation d'images cette céramique quasi-fragile à base de titanate d'aluminium. En utilisant différentes techniques de corrélation d'images 2D, l'objectif principal est d'identifier son comportement mécanique (Chap.3) et à rupture (Chap.4) en fonction de la température à partir d'essais de flexion principalement. L'essai de double-torsion sera, quant à lui, analysé par tomographie X et corrélation 3D (Chap.5).

3

Identification de lois de comportement par corrélation d'images 2D

Dans ce troisième chapitre, différents essais mécaniques à température ambiante sont analysés par deux approches de corrélation d'images développées spécifiquement pour les essais de flexion quatre points, BEAM-DIC, et les essais uniaxiaux, UNI-DIC. Le comportement du matériau étant quasi-fragile à cause des microfissures à température ambiante, une loi d'endommagement est identifiée avec succès à partir des mesures de corrélation d'images.

A haute température, l'évolution du comportement mécanique est justifiée par la refermeture des microfissures et la viscosité de la phase secondaire. A partir d'essais de flexion réalisés dans le four doté d'une fenêtre de visualisation, l'approche BEAM-DIC est appliquée pour identifier les lois de comportements endommageables du matériau à haute température.

Sommaire du chapitre 3

3.1	Comportement mécanique à température ambiante	68
3.1.1	Analyse des essais de flexion avec l'approche FE-DIC	68
3.1.2	Développement et application en flexion de l'approche BEAM-DIC	72
3.1.3	Développement et application en traction de l'approche UNI-DIC	77
3.1.4	Application en compression de l'approche UNI-DIC	82
3.1.5	Identification d'une loi d'endommagement à température ambiante	86
3.2	Comportement mécanique à haute température	90
3.2.1	Essais de flexion et évolution des propriétés mécaniques	90
3.2.2	Essais de compression à haute température	95
3.2.3	Essais de flexion à haute température avec l'approche BEAM-DIC	96
3.2.4	Identification de lois de comportement en fonction de la température	104
3.3	Conclusion	108

3.1 Comportement mécanique à température ambiante

3.1.1 Analyse des essais de flexion avec l'approche FE-DIC

Analyse élastique des essais de flexion quatre points

Pour caractériser le comportement mécanique des céramiques, l'essai de flexion quatre points est très souvent privilégié dans la littérature (Sec.1.3.1). A température ambiante, le protocole expérimental des essais réalisés sur la céramique à base de titanate d'aluminium a déjà été décrit (Sec.2.3.1).

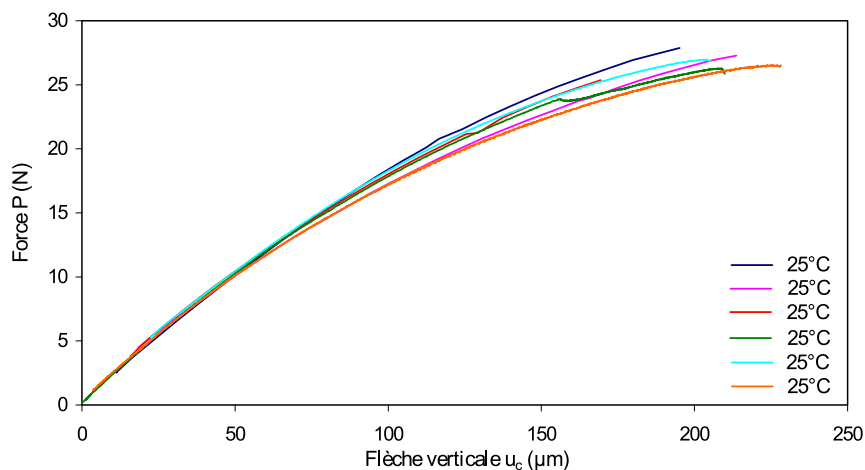


Figure 3.1: Courbes $P - u_c$ de flexion quatre points à température ambiante.

La figure 3.1 présente les courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de flexion. La force maximale moyenne est $P_{max} = 26,7 \pm 0,6 N$ pour une flèche verticale à rupture $u_c = 203 \pm 20 \mu m$. Bien que ces courbes ne soient pas linéaires, il est possible de calculer les contraintes σ_e et déformations ϵ_e avec les formules élastiques habituellement utilisées (Eq.1.31 et 1.32). La contrainte à rupture est alors de $\sigma_{max} = 6,2 \pm 0,2 MPa$ pour une déformation maximale de $\epsilon_{max} = 0,186 \pm 0,009\%$.

A partir des pentes initiales des courbes $\sigma_e - \epsilon_e$ obtenues pour les différents échantillons, le module de Young est estimé à $E_0 = 5,6 \pm 0,1 GPa$. En cas de disproportions géométriques entre les distances D_1 , D_2 et H , il est parfois nécessaire de prendre en compte l'influence de l'effort tranchant sur la structure en flexion [ARN 90]. Il faut alors multiplier le module E_0 par le facteur χ_t :

$$\chi_t = 1 + \frac{6(1 + \nu)H^2}{2D_2^2 + 2D_1D_2 - D_1^2} \quad (3.1)$$

Dans notre cas, l'influence de l'effort tranchant est de +4% sur le module de Young désormais égal à $E_0 = 5,9 \pm 0,1 GPa$.

La non linéarité des courbes $P - u_c$ en flexion s'explique par la propagation stable des microfissures au sein de la partie sollicitée en traction. Pour tenir compte de ce comportement non-linéaire, une contrainte dite vraie, σ_t , est parfois calculée dans la littérature

[LIU 98, GOG 98, LAT 01] :

$$\sigma_t = \frac{(D_1 - D_2)}{BH^2} \left(P + \frac{u_c}{2} \frac{\partial P}{\partial u_c} \right) \quad (3.2)$$

Dans notre cas, une valeur maximale $\sigma_t = 4,4 \pm 0,2 \text{ MPa}$ est obtenue. Cette formule est néanmoins basée sur l'hypothèse de comportement non-linéaire mais symétrique en traction et en compression [NÁD 50]. Elle n'est donc pas adaptée aux matériaux présentant une dissymétrie entre la traction et la compression et conduisant à un axe neutre non situé à mi-hauteur de l'échantillon. Concernant le titanate d'aluminium, l'axe neutre est *a priori* décalé par rapport à la mi-hauteur puisque les microfissures se propagent surtout au sein de la partie de l'échantillon sollicitée en traction.

Afin de mesurer la position de l'axe neutre et d'analyser correctement ces essais de flexion, il est nécessaire d'utiliser la corrélation d'images à partir des images prises à température ambiante (Sec.2.3.1).

Présentation de l'approche de corrélation d'images FE-DIC

Pour la corrélation d'images appliquée à l'étude de cette céramique, la technique qui repose sur l'équation du flot optique semble la plus adaptée, comme expliqué dans la section 1.4.2. Au centre de cette technique se trouve la décomposition du champ de déplacement à l'intérieur de la zone étudiée Ω (Eq.1.44). De nombreuses fonctions de forme ont été proposées dans la littérature pour différents types de problème et d'application. Reposant sur un formalisme de type éléments finis, l'approche la plus générale a été proposée par Besnard *et al.* [BES 06] et est ici nommée FE-DIC ('Finite Element Digital Image Correlation').

Le déplacement est considéré comme continu. En partant de cette hypothèse cinématique de continuité, il est possible d'utiliser pour les fonctions de forme ψ_n des fonctions bi-linéaires de type éléments finis. Un maillage est construit sur l'image de référence pour obtenir les déplacements nodaux associés à l'image déformée. Un des avantages de cette approche est la réduction significative des incertitudes de mesures, puisque les zones Ω dépendent les unes des autres de par les noeuds. La solution en déplacement est donc continue d'une zone à l'autre. Cela n'est néanmoins pas le cas pour la solution en déformation car les fonctions associées aux éléments Q4 ou T3 sont bilinéaires. Dans un élément quadrangle de type Q4, le champ de déplacement v se décompose en effet sous la forme suivante :

$$v_i = \sum_{n=1}^4 N_i(x, y) \alpha_{ni} \quad (3.3)$$

où i correspond à la direction soit horizontale soit verticale, $N_i(x, y)$ les quatre fonctions de forme $(1-x)(1-y)$, $x(1-y)$, $y(1-x)$, xy dans un repère $(0;1)^2$ et α_{ni} les déplacements nodaux inconnus. Le champ de déplacement dans ce quadrangle Q4 est géré par huit degrés de liberté au niveau des quatre noeuds éventuellement en commun avec des éléments voisins. L'approche FE-DIC consiste à utiliser ces fonctions N_i à la place des fonctions ψ_n dans l'équation générale 1.44. Une fois définies, ces fonctions de forme ψ_n sont intégrées dans la minimisation de la fonctionnelle φ^2 provenant de l'équation du flot optique (Eq.1.41 à 1.43). En utilisant un développement de Taylor au premier ordre, la fonctionnelle φ^2 devient une forme quadratique à partir d'incrémentes $d\alpha_n$, où α_n sont les amplitudes respectives des différentes fonctions ψ_n .

La minimisation de φ^2 conduit à la résolution d'un système linéaire qui peut s'écrire sous forme matricielle :

$$\left[\iint_{\Omega} (\nabla g(x+v) \cdot \psi_m(x)) (\nabla g(x+v) \cdot \psi_n(x)) dx \right] d\alpha_n = \iint_{\Omega} (f(x) - g(x+v)) (\nabla g(x+v) \cdot \psi_m(x)) dx \quad (3.4)$$

$$\Leftrightarrow M_{mn} \cdot d\alpha_n = b_m \quad (3.5)$$

où M_{mn} et b_m sont des quantités connues qui dépendent des images f , g et des fonctions ψ_n choisies. Les seules inconnues du système matriciel sont les valeurs des incréments d'amplitude $d\alpha_n$. Une fois que la convergence est atteinte de manière itérative sur $d\alpha_n$, la solution en déplacement v est reconstruite sur la région Ω . Pour estimer la fiabilité de la mesure et de la pertinence du choix de ψ_n , l'erreur finale de corrélation R_{COR} est calculée *a posteriori* en comparant l'image de référence f et une image construite à partir de celle déformée g et de la solution en déplacement v :

$$R_{COR} = |f(x) - g(x+v(x))| \quad (3.6)$$

La carte d'erreur de corrélation révèle si le champ de déplacement v satisfait correctement l'équation du flot optique. Calculée pour chaque pixel, l'erreur R_{COR} permet d'indiquer là où les hypothèses intrinsèques aux fonctions de forme n'ont pas été vérifiées.

Utilisation de l'approche FE-DIC en flexion

Les images prises lors des essais de flexion quatre points sont analysées par l'approche FE-DIC. Trois maillages sont testés avec des quadrangles de côté 32, 64 et 128 pixels (Fig.3.2). L'image de référence, f , est prise juste avant le début de chargement et celle déformée, g , correspond au niveau de chargement maximal $P = P_{max}$ atteint juste avant la rupture catastrophique de l'échantillon. Des fonctions éléments finis de type Q4 sont utilisées comme fonctions de forme pour la décomposition du champ de déplacement sur les éléments du maillage (Eq.3.3).

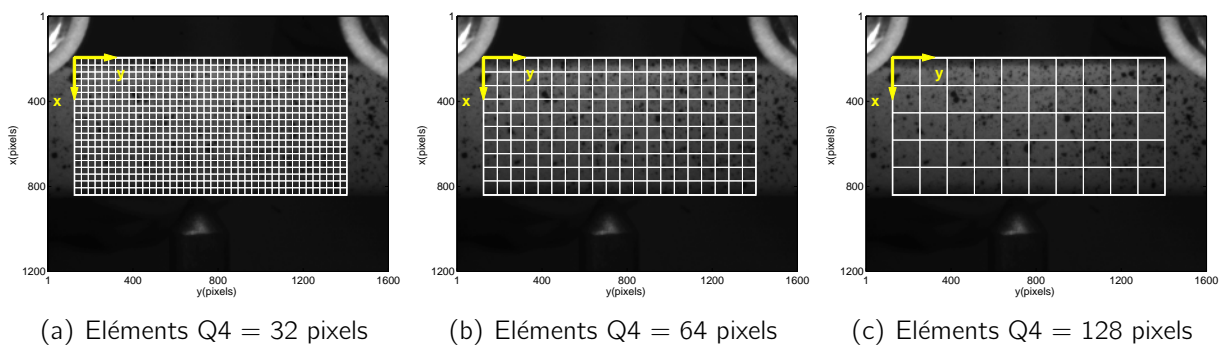


Figure 3.2: Image de référence et maillages de différentes finesses pour l'approche FE-DIC (1 pixel = 10,9 μ m). On remarque les appuis supérieurs et le capteur LVDT de montage de flexion quatre points.

Les figures 3.3 à 3.6 présentent les résultats obtenus. La cinématique globale de l'essai de flexion est correctement mesurée par l'approche FE-DIC, comme en témoignent les champs de

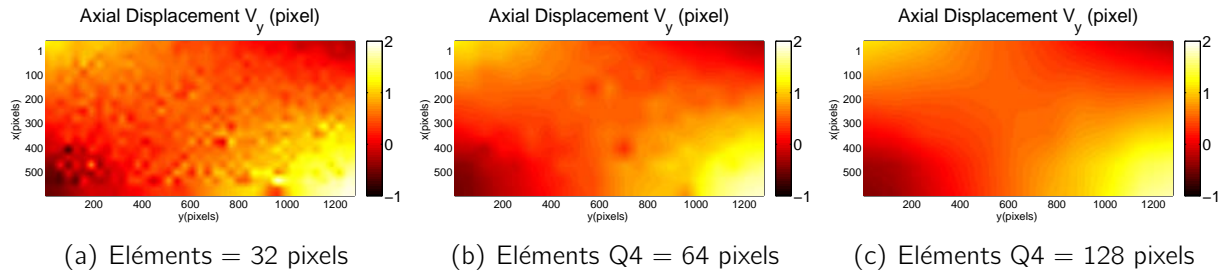


Figure 3.3: Champs de déplacement V_y en fonction de la finesse du maillage avec l'approche FE-DIC en flexion à $P = P_{max}$.

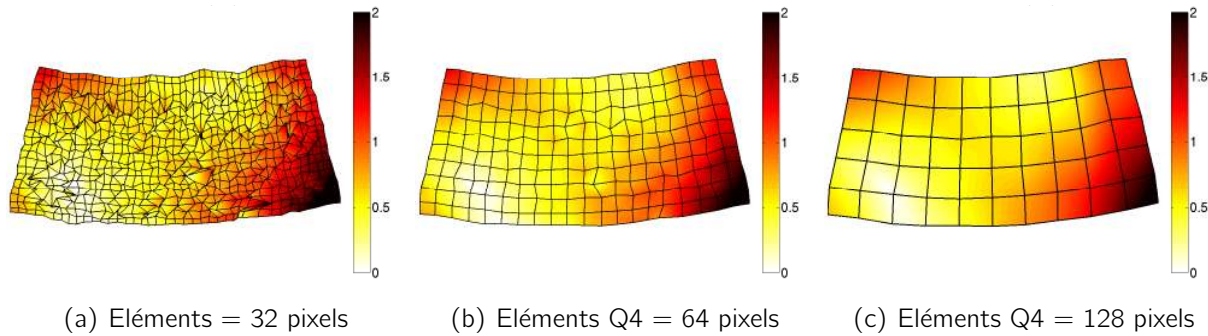


Figure 3.4: Maillages déformés par le champ de déplacement ($\times 70$) avec l'approche FE-DIC en flexion à $P = P_{max}$.

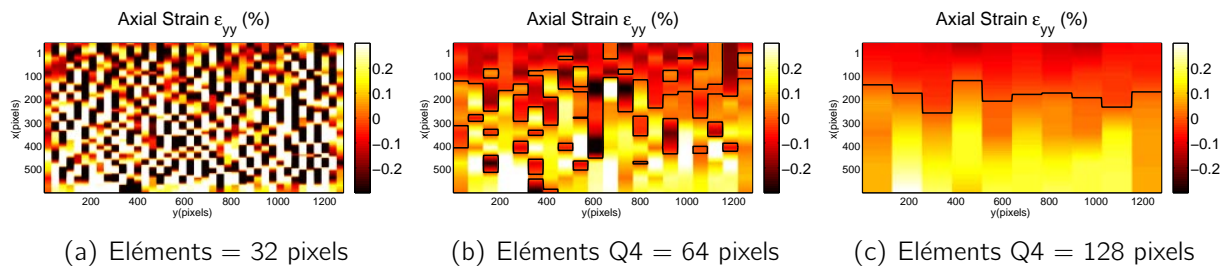


Figure 3.5: Déformation ϵ_{yy} en fonction de la finesse du maillage avec l'approche FE-DIC en flexion à $P = P_{max}$ - l'axe neutre ($\epsilon_{yy}=0$) est représenté en noir).

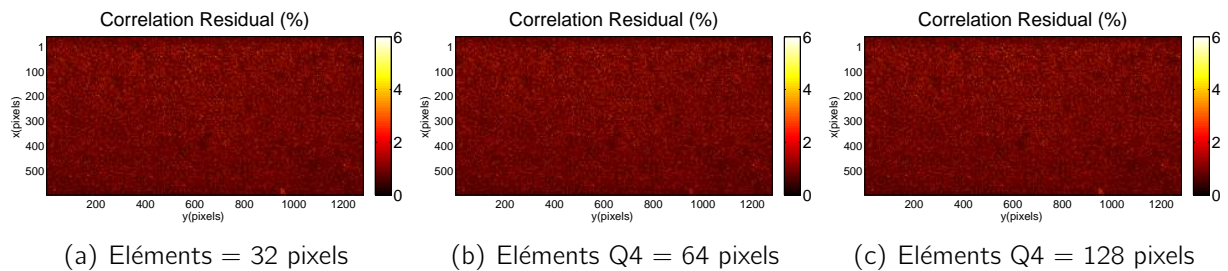


Figure 3.6: Erreur de corrélation en fonction de la finesse du maillage avec l'approche FE-DIC en flexion à $P = P_{max}$.

déplacements amplifiés (Fig.3.4). Le résidu de corrélation R_{cor} est faible et homogène quel que soit le maillage utilisé ($R_{cor} \approx 0,6\%$ en moyenne), indiquant que les hypothèses de continuité intrinsèques à l'approche FE-DIC sont respectées. Des microfissures se propagent durant l'essai mais les discontinuités locales qu'elles génèrent sont à une échelle bien inférieure à celle mise en jeu dans les images prises.

Plus le maillage est fin, plus les déplacements locaux mesurés sont bruités (Fig.3.3). Dans la littérature, il est parfois utilisé des éléments plus petits, jusqu'à 4 ou 8 pixels de côté [BES 06, HIL 06]. Mais dans notre cas, les déformations mesurées par FE-DIC sur cette céramique ne sont pas fiables, tant le bruit reste important quel que soit le maillage. L'axe neutre est impossible à localiser précisément sur la carte des déformations axiales (Fig.3.5). S'il semble que l'axe neutre soit décalé vers la partie sollicitée en compression de l'échantillon, il est néanmoins impossible de le localiser précisément même avec le maillage pourtant très grossier constitué de quadrangles de 128 pixels de côté. Au-delà de cette première limite, cette approche FE-DIC ne peut par définition mesurer convenablement la déformée de cette poutre. Les fonctions des éléments Q4 sont seulement bilinéaires - c'est à dire une combinaison de fonctions d'ordre un - alors que cette cinématique de flexion est décrite par des polynômes d'ordre deux comme explicité dans la section suivante. Aussi précise soit-elle, toute solution obtenue avec FE-DIC est par définition une approximation basée sur une base de fonctions insuffisamment riche. Il est certes possible de moyenniser ces solutions *a posteriori* pour en extraire des quantités d'ordre supérieur, telles la position de l'axe neutre ou la déformation maximale en traction [ROB 07]. Mais comme pour toute méthode de mesure de champs, il est préférable d'avoir une mesure où les quantités recherchées sont directement incluses en tant que degrés de liberté associés à des fonctions de forme adaptées au problème (Sec.1.4.1).

3.1.2 Développement et application en flexion de l'approche BEAM-DIC

Construction d'une base de fonctions pour la flexion quatre points : BEAM-DIC

Face aux limitations précédemment évoquées concernant l'approche générale FE-DIC, nous avons choisi de développer une nouvelle méthode dédiée à la flexion quatre points basée sur des fonctions de forme adaptées à la cinématique mise en jeu dans cet essai. Cette approche intégrée, nommée BEAM-DIC ('Beam Digital Image Correlation'), repose sur une décomposition globale à partir de cinq degrés de liberté α_n .

On s'intéresse non plus au déplacement à l'intérieur de petites zones Ω mais au déplacement global de l'ensemble de la partie centrale située entre les deux appuis supérieurs d'un essai de flexion quatre points. Ce domaine se caractérise par une courbure constante γ_0 . Les hypothèses de Bernoulli sont utilisées pour décrire cette cinématique (Sec.1.3.1). Trois coefficients γ_0 , θ_0 et v_{x0} (courbure, rotation, déplacement vertical) sont nécessaires pour le polynôme d'ordre deux décrivant la flèche verticale v_x de la partie centrale de structure :

$$\frac{\partial^2 v_x(x, y)}{\partial y^2} = \gamma_0 \quad (3.7)$$

$$\frac{\partial v_x(y)}{\partial y} = \gamma_0 y + \theta_0 \quad (3.8)$$

$$v_x(y) = \frac{\gamma_0}{2} y^2 + \theta_0 y + v_{x0} \quad (3.9)$$

D'après les hypothèses cinématiques de Bernoulli, le déplacement horizontal v_y s'écrit :

$$v_y(x, y) = -x \frac{\partial v_x(y)}{\partial y} = -x(\gamma_0 y + \theta_0) \quad (3.10)$$

Des déformations et déplacements horizontaux (ϵ_{yy} et v_{y0}) sont ajoutés pour tenir compte d'éventuelles imperfections de l'essai vis à vis des hypothèses précédentes :

$$v_y(y) = v_{y0} + y\epsilon_{yy} \quad (3.11)$$

La position de l'axe neutre n'est pas directement un degré de liberté de cette approche. Si les équations 3.7 à 3.10 imposent une position située mi-hauteur $H/2$ de la structure, l'équation 3.11 apporte une déformation homogène permettant un éventuel décalage vertical de l'axe neutre.

Finalement, il est possible de réécrire l'équation 1.44 de décomposition du champ de déplacement sous une forme spécifique à l'essai de flexion quatre points :

$$\begin{bmatrix} v_x \\ v_y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0.5y^2 & y & 1 & 0 & 0 \\ -xy & -x & 0 & 1 & y \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \gamma_0 \\ \theta_0 \\ v_{x0} \\ v_{y0} \\ \epsilon_{yy} \end{bmatrix} \quad (3.12)$$

Cette décomposition cinématique est incluse dans la résolution du système matriciel 3.1.1. La déformation axiale de la partie centrale de la structure est directement obtenue à partir des valeurs de x , γ_0 , θ_0 et ϵ_{yy} . Il n'est plus nécessaire de moyennner *a posteriori* les résultats pour obtenir les déformations axiales et la position de l'axe neutre, ce sont directement des fonctions des cinq degrés de liberté mesurés de manière globale.

Pour tester la performance de cette approche globale BEAM-DIC, un champ de déplacement artificiel est imposé à l'image de référence f . En imposant des translations d'amplitudes de 0 à 1 pixel dans la direction y , les précisions sur les champs de déplacement et de déformations sont respectivement $3,2 \times 10^{-5}$ pixel et $5,0 \times 10^{-6}\%$. L'erreur de corrélation R_{cor} est égale à 0,04% par rapport à la dynamique de l'image. Toute erreur supérieure à cette valeur provient soit de la non satisfaction des hypothèses choisies, soit de la présence de bruit sur les images. Ces résultats de performance sont meilleurs que ceux obtenus avec l'approche FE-DIC considérant des éléments Q4 [BES 06]. En effet, le rapport entre les nombres de pixels et de degrés de liberté est plus important dans le cas de l'approche intégrée BEAM-DIC que dans celui de l'approche FE-DIC.

Cette nouvelle approche intégrée est à distinguer de celle développée par Hild *et al.* [HIL 09]. Spécifique également pour la flexion, les fonctions proposées supposent une courbure γ non constante qui évolue linéairement le long de la structure. Ce qui est le cas pour les essais de flexion de type poutre encastree ('Cantilever') mais non de type quatre points.

Application de l'approche BEAM-DIC en flexion

Les images obtenues lors des essais de flexion sont analysées selon l'approche BEAM-DIC. Cette fois-ci, on utilise une seule zone Ω recouvrant l'ensemble de la partie centrale de l'échantillon en flexion quatre points (Fig.3.7).

La figure 3.8 présente l'évolution des cinq degrés de liberté mesurés pendant l'essai. Il faut noter que les différents degrés de liberté mesurés ne sont pas bruités, bien que les déformations mesurées soient inférieures à 0,2%.

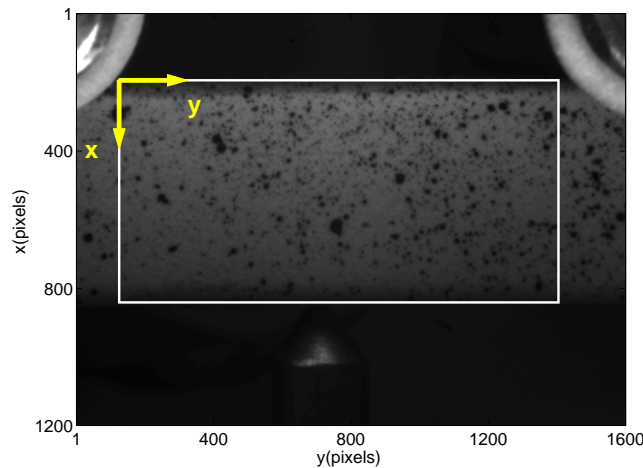


Figure 3.7: Image de référence et zone d'intérêt Ω pour l'approche BEAM-DIC en flexion ($1 \text{ pixel} = 10,9\mu\text{m}$).

A partir des valeurs de α_n mesurées, les champs de déplacement et de déformation sont reconstruits sur l'ensemble de la zone étudiée (Fig.3.9 et 3.10). Ils ne sont pas bruités car ils correspondent à une combinaison de solutions analytiques intrinsèques à BEAM-DIC. Il est alors possible d'obtenir précisément les déformations maximales et minimales sur la section de l'échantillon. Juste avant la rupture, la déformation est de $\epsilon_{yy} = -0,12\%$ sur la face en compression et de $\epsilon_{yy} = +0,23\%$ sur celle en traction (Fig.3.11). Cette dissymétrie du champ de déformation se traduit par la position de l'axe neutre qui est effectivement décalée vers la partie en compression. On définit un paramètre τ comme étant le rapport entre la hauteur H de l'échantillon et p_{an} la distance entre l'axe neutre et la face inférieure sollicitée en traction (Fig.1.20) :

$$\tau = \frac{p_{an}}{H} \quad (3.13)$$

Pour les matériaux élastiques linéaires, le paramètre τ est égal à 0,5 tout au long de l'essai. Dans notre cas, l'axe neutre atteint une position finale correspondant à $\tau = 0,61 \pm 0,01$, confirmant la dissymétrie du comportement mécanique en traction et en compression due à la présence de microfissures.

L'erreur de corrélation R_{cor} est faible et homogène tout au long de l'essai ($R_{cor} = 0,5\%$ en moyenne). Les hypothèses inhérentes à l'approche BEAM-DIC sont donc satisfaites. Notons qu'utiliser des fonctions de formes spécifiques avec BEAM-DIC ne réduit pas l'erreur moyenne par rapport à l'approche FE-DIC. En effet, ces deux approches sont, aussi bien l'une que l'autre, adaptées à la cinématique de ce problème. Le fait que l'approche BEAM-DIC s'appuie sur seulement 5 degrés de liberté diminue le bruit sur le champ de déplacement, mais pas l'erreur moyenne de corrélation. Il est intéressant d'analyser la carte d'erreur avant et après la rupture (Fig.3.12). Juste avant la rupture, le champ R_{cor} ne présente pas de localisation : le déplacement de la structure est effectivement continu et correctement décrit. Juste après la rupture, la fissure créée est visible sur la carte d'erreur. Le déplacement n'étant pas continu au niveau de la fissure, il ne peut pas être décrit selon la décomposition du champ de déplacement employée.

La mesure par la corrélation d'images BEAM-DIC ayant permis de localiser l'axe neutre et de confirmer la dissymétrie entre les comportements mécaniques en traction et en compression, l'étape suivante est de caractériser séparément ces deux comportements. Pour cela, des essais de traction et de compression sont réalisés et analysés par corrélation d'images.

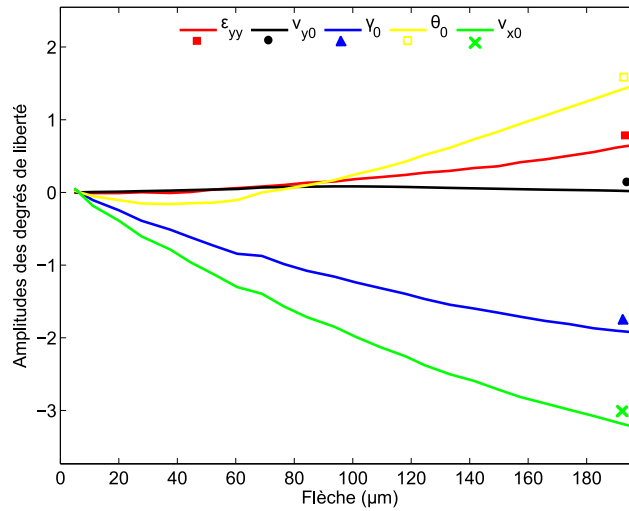


Figure 3.8: Evolution des cinq degrés de liberté de l'approche BEAM-DIC en flexion - Courbure γ_0 (pixel^{-1}), rotation θ_0 (-), translations v_{x0} et v_{y0} (pixel) et déformation ϵ_{yy} (-).

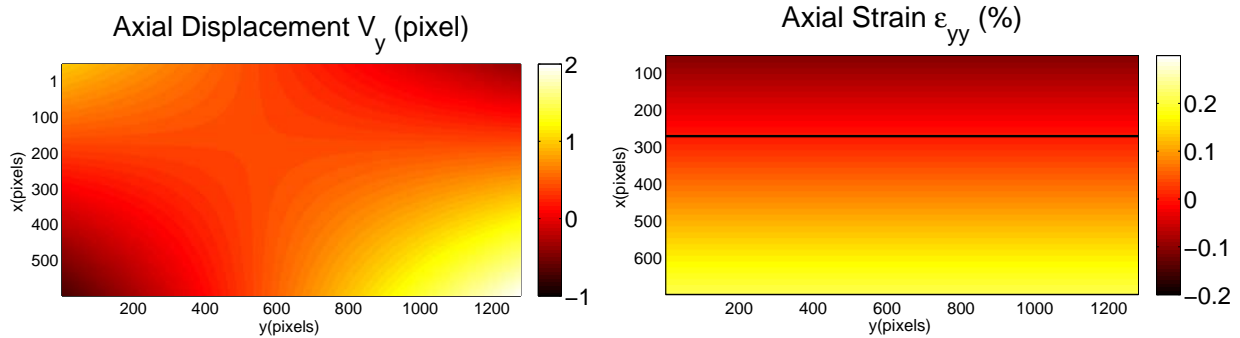


Figure 3.9: Déplacement V_y et déformation ϵ_{yy} avec l'approche en flexion à $P = P_{max}$ - l'axe neutre ($\epsilon_{yy}=0$) est représenté en noir).

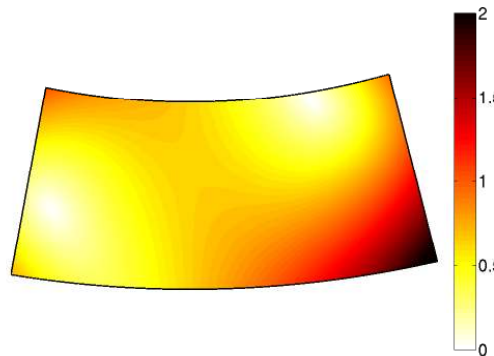


Figure 3.10: Zone d'intérêt déformée par le champ de déplacement ($\times 70$) avec l'approche BEAM-DIC en flexion à $P = P_{max}$.

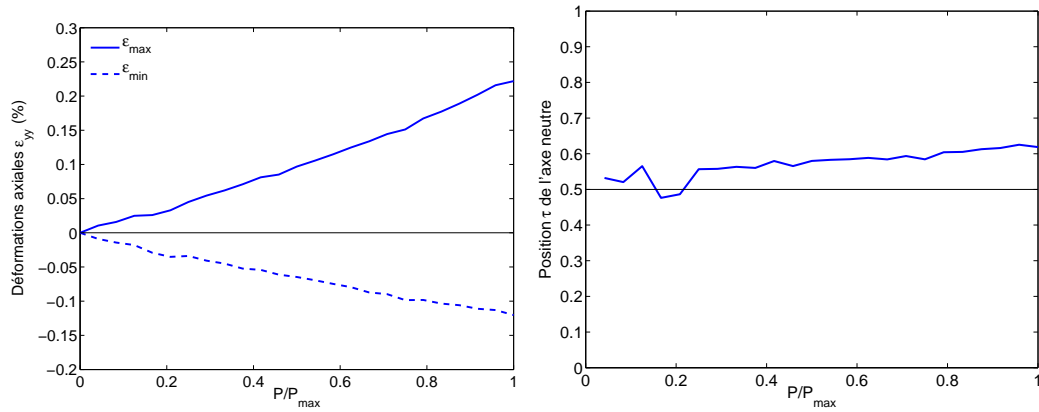


Figure 3.11: Evolution des déformations axiales et de la position de l'axe neutre pendant l'essai de flexion avec l'approche BEAM-DIC.

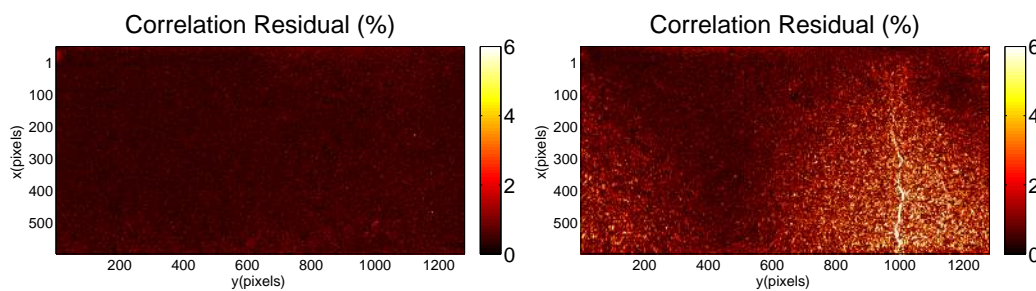


Figure 3.12: Erreur de corrélation avant et après la rupture avec l'approche BEAM-DIC.

3.1.3 Développement et application en traction de l'approche UNI-DIC

Résultats des essais de traction à température ambiante

La figure 3.13 présente les courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de traction à température ambiante (Sec.2.3.1). Par rapport à la flexion, les résultats sont moins reproductibles car la manière dont est collé chaque échantillon influence considérablement le pied de courbe de la réponse globale. La force maximale moyenne est égale à $P_{max} = 111 \pm 9N$, soit une contrainte maximale $\sigma_{max} = 3,0 \pm 0,3MPa$ pour la section rectangulaire des échantillons. Il convient de préciser que la rupture a lieu systématiquement à proximité d'une des extrémités collées de l'échantillon. Cela s'explique par une légère concentration de contraintes générées par la colle qui empêche localement le matériau de se déformer avec l'effet Poisson. Il est vérifié que les surfaces de rupture sont au sein de la céramique et ne présentent pas de trace de colle.

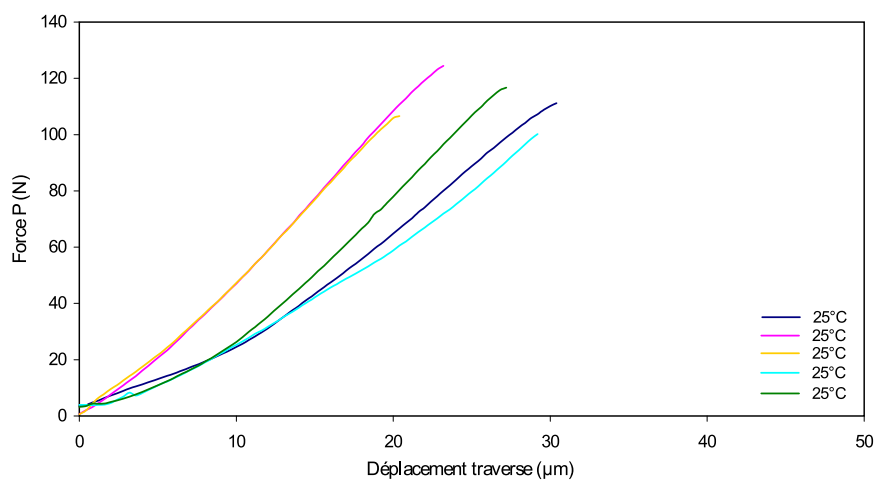


Figure 3.13: Courbes $P - u$ de traction à température ambiante.

Utilisation de l'approche FE-DIC en traction

A partir du déplacement de la traverse de la figure 3.13, il n'est pas possible, sans étalon, d'obtenir la véritable déformation du matériau à cause de la rigidité de la machine, de la cellule de force et du montage. L'approche générale FE-DIC de la corrélation d'images est utilisée pour mesurer le champ de déformation lors de ces essais de traction. La figure 3.14 montre l'image de référence, ainsi que le maillage utilisé avec des quadrangles de 64 pixels de côté.

La figure 3.15 présente, pour l'essai de traction à $P = P_{max}$, les champs de déplacement et de déformation mesurés avec l'approche FE-DIC. L'erreur de corrélation est faible et homogène ($R_{cor} = 0,8\%$ en moyenne), signifiant l'absence de localisation et de discontinuité sur l'ensemble de la surface de l'échantillon. Tant que la réponse du matériau est linéaire, il est raisonnable de rechercher une valeur de déformation homogène. Mais de manière similaire à l'essai de flexion, il est difficile d'en extraire une valeur précise de déformation ϵ_{xx} tant les résultats sont bruités. Une nouvelle fois, moyenniser *a posteriori* le champ de déformation de la figure 3.15 est possible mais cela ne serait pas optimal comme il l'a été déjà dit concernant les méthodes de mesures de champs (Sec.1.4.1). Il est de nouveau préférable d'intégrer la quantité d'intérêt de la mesure directement en tant que degré de liberté de la corrélation d'images.

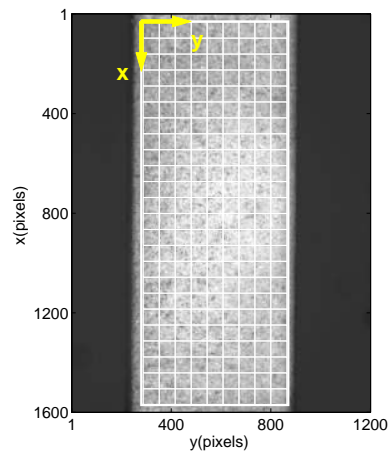


Figure 3.14: Image de référence et maillage (Eléments Q4 = 64 pixels) pour l'approche FE-DIC en traction (1 pixel = 10,9µm).

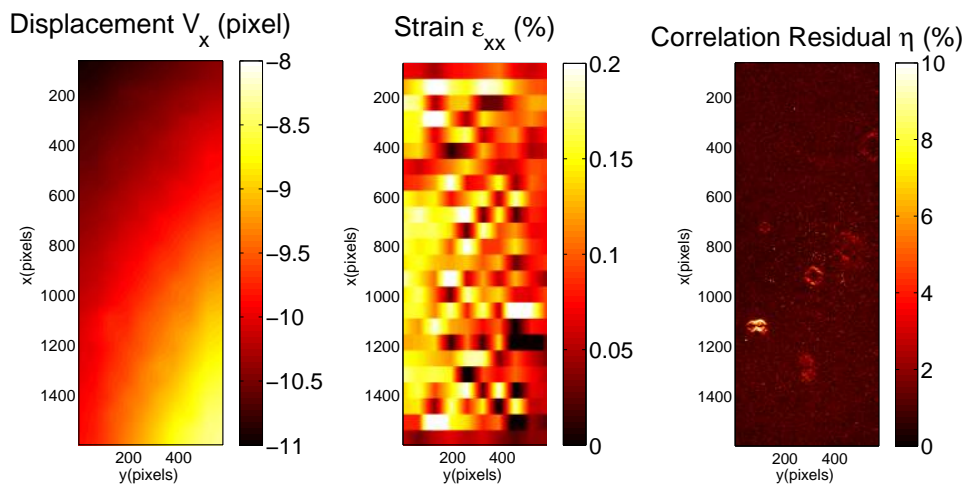


Figure 3.15: Déplacement V_x , déformation ϵ_{xx} et erreur de corrélation avec l'approche FE-DIC en traction à $P = P_{max}$ (Eléments Q4 = 64 pixels).

Construction d'une base de fonctions pour la sollicitation uniaxiale : UNI-DIC

Pour mesurer précisément les déformations mises en jeu lors de ces essais de traction, nous avons choisi de développer une base de fonctions spécifique à la sollicitation uniaxiale. Pour les essais de traction comme pour ceux de compression, l'ensemble de la cinématique à l'intérieur d'une zone Ω peut être décrite par une décomposition globale sur six fonctions de forme $\psi_n(x)$. Cette nouvelle approche intégrée est nommée UNI-DIC ('Uniaxial Digital Image Correlation').

On suppose un champ de déformation uniforme sur l'ensemble de la zone Ω . En 2D, trois degrés de liberté sont nécessaires : ϵ_{xx} , ϵ_{yy} et ϵ_{xy} . Si le coefficient de Poisson du matériau étudié est déjà connu, il est possible de supprimer un des deux degrés de liberté ϵ_{xx} ou ϵ_{yy} .

$$v_x(x) = x\epsilon_{xx} + \frac{y}{2}\epsilon_{xy} \quad (3.14)$$

$$v_y(y) = y\epsilon_{yy} + \frac{x}{2}\epsilon_{xy} \quad (3.15)$$

Une nouvelle fois, trois autres degrés de liberté sont ajoutés pour prendre en compte d'éventuelles imperfections de l'essai uniaxial : des translations horizontale v_{x0} et verticale v_{y0} ainsi qu'une rotation θ_{xy} dans le plan de l'image.

$$v_x(y) = v_{x0} + y\theta_{xy} \quad (3.16)$$

$$v_y(x) = v_{y0} - x\theta_{xy} \quad (3.17)$$

Finalement, la décomposition globale du champ de déplacement s'écrit sous la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} v_x \\ v_y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} x & 0 & 0.5y & y & 1 & 0 \\ 0 & y & 0.5x & -x & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \epsilon_{xx} \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{xy} \\ \theta_{xy} \\ v_{0x} \\ v_{0y} \end{bmatrix} \quad (3.18)$$

Incluse dans la résolution du système matriciel 3.1.1, cette décomposition du champ de déplacement permet l'obtention directe des valeurs des déformations homogènes puisque celles-ci font partie des six degrés de liberté de la mesure.

Pour tester la performance de cette approche globale, comme précédemment, des translations artificielles de 0 à 1 pixel sont appliquées à une image dans les directions x et y . Les incertitudes sur les déplacements et déformations mesurés sont respectivement de $1,1 \times 10^{-4}$ pixel et $1,3 \times 10^{-5}\%$. L'erreur de corrélation moyenne est égale à 0,1%.

Application de l'approche UNI-DIC en traction

La figure 3.16 présente l'unique zone d'intérêt Ω utilisée pour l'approche UNI-DIC en traction. La figure 3.17 montre l'évolution des six degrés de liberté mesurés durant l'essai. Les valeurs des déplacements v_{0x} et v_{0y} évoluent assez irrégulièrement, traduisant l'influence de jeux présents dans le dispositif expérimental. La déformation ϵ_{xx} augmente de manière régulière au cours de l'essai. Quant au degré de liberté de rotation, il reste très faible ($\theta_{xy} \leq 1.10^{-7}$), signifiant que l'effort uniaxial est correctement appliqué sur l'échantillon grâce aux cardans. La corrélation d'images est en effet un outil efficace pour vérifier que les conditions aux limites réelles correspondent à celles supposées [HIL 09].

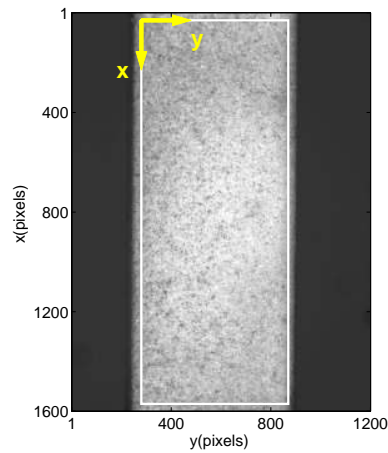


Figure 3.16: Image de référence et zone d'intérêt Ω pour l'approche UNI-DIC en traction (1 pixel = $10,9\mu m$).

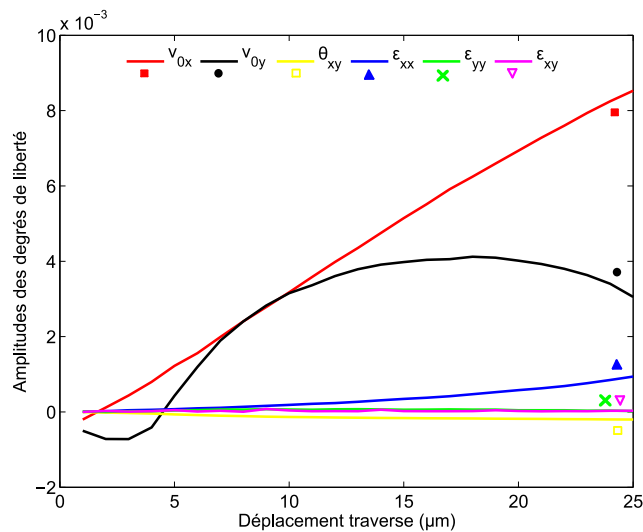


Figure 3.17: Evolution des six degrés de liberté de l'approche UNI-DIC en traction - Déformations ϵ_{xx} , ϵ_{yy} et ϵ_{xy} (-), rotation θ_{xy} (-), translations v_{0x} et v_{0y} ($\times 10^{-3}$ pixel).

La figure 3.18 présente les champs de déplacement et de déformation reconstruits à partir des valeurs de six degrés de liberté, pour le chargement maximal $P = P_{max}$. Cette fois-ci, la valeur de la déformation homogène est directement accessible : elle est égale à $\epsilon_{xx} = 0,108 \pm 0,005\%$.

Cette valeur est bien inférieure à la déformation maximale de 0,23% mesurée sur la face en traction lors de l'essai de flexion (Sec.3.1.2). Des différences entre les contraintes à rupture en flexion et en traction ont déjà été observées dans la littérature sur des bétons [BAZ 95] et des composites à base de ciment [LAW 81]. A partir des essais de flexion, le module de Weibull de cette céramique a été approximativement estimé comme étant de l'ordre de $m = 40$. La légère différence de taille entre les échantillons ne peut donc pas justifier l'écart observé. Deux explications complémentaires sont possibles pour expliquer pourquoi de plus faibles déformations à rupture sont obtenues en traction uniaxiale qu'en flexion. Premièrement, les échantillons sont collés sur des plots métalliques. Il y a donc forcément une légère concentration des contraintes, précipitant la rupture au niveau du collage. Il serait vraisemblablement possible d'atteindre des déformations à rupture en traction plus importantes en améliorant la fixation des échantillons ou en utilisant des éprouvettes de type haltère. Deuxièmement, un effet de structure est à prendre en compte entre les essais de traction et de flexion [BAZ 95]. Alors que la fissure est très rapidement instable en traction uniaxiale, la fissuration dans la partie en traction de l'essai de flexion peut être partiellement stabilisée par les contraintes générées dans la partie en compression de l'échantillon, ce qui permet d'atteindre de plus hautes déformations avant la rupture. Cela signifie que la transition entre rupture stable et instable dépend du champ de contrainte sur l'ensemble de la structure. De tels effets structuraux ont aussi été observés en flexion en étudiant la propagation de fissures dans des matériaux à forte porosité tel le plâtre [MEI 03].

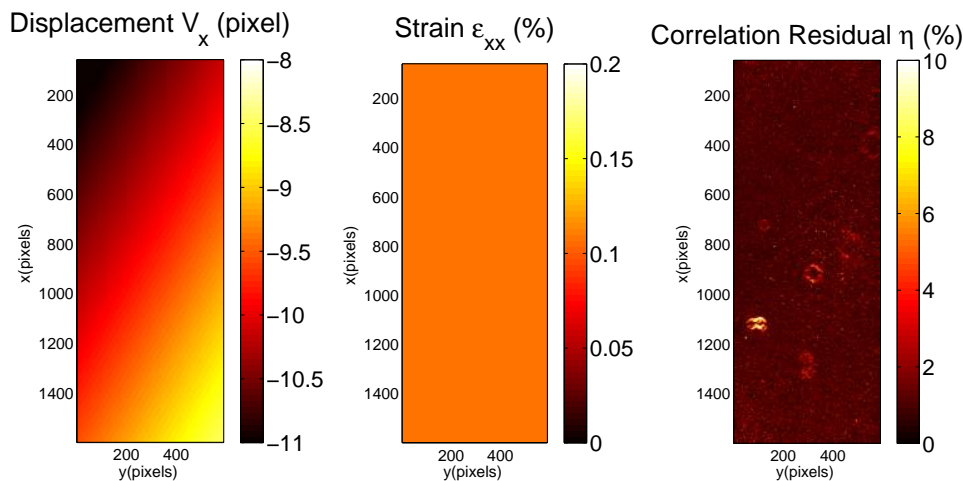


Figure 3.18: Déplacement V_x , déformation ϵ_{xx} et erreur de corrélation avec l'approche UNI-DIC en traction à $P = P_{max}$.

L'erreur de corrélation reste faible et homogène à l'intérieur de la zone Ω pendant tout l'essai ($R_{cor} = 1,0\%$ en moyenne), il n'y a aucune localisation de l'endommagement avant la rupture (Fig.3.19). Les hypothèses de UNI-DIC sont donc ici satisfaites. L'erreur moyenne de corrélation avec UNI-DIC est du même ordre de grandeur que celle obtenue avec FE-DIC. En effet, bien que basée sur de très nombreux degrés de liberté, l'approche générale FE-DIC était également adaptée à ce type de cinématique de traction. Il faut simplement signaler que ce sont des petites

tâches présentes sur la lentille de l'objectif qui sont visibles sur la carte d'erreur (Fig.3.18).

Alors que le comportement mécanique était impossible à appréhender uniquement à partir des courbes force-déplacement des essais de traction (Fig.3.13), l'approche UNI-DIC permet d'obtenir les déformations et de mettre clairement en relief le comportement endommageable en traction de cette céramique dû à l'ouverture des microfissures (Fig.3.19). Le module de Young sécant E décroît linéairement de 50% avec la propagation des microfissures. Il est important de noter que le module de Young initial E_0 égal à $6,1\text{GPa}$ est très proche de celui mesuré par vibrations et de celui mesuré en flexion quatre points.

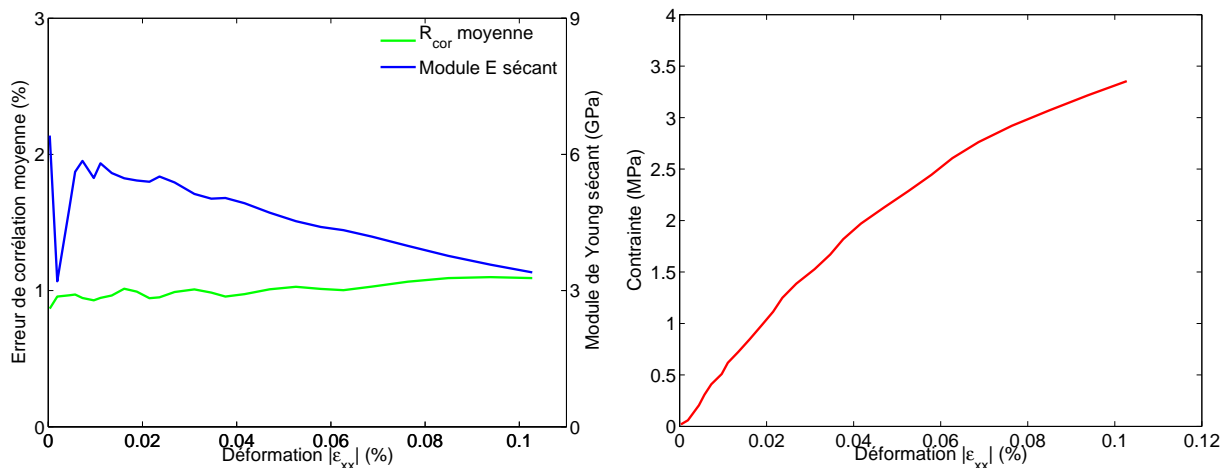


Figure 3.19: Evolution de l'erreur de corrélation moyenne, du module de Young sécant et de la contrainte en fonction de la déformation mesurée en traction avec l'approche UNI-DIC.

La corrélation d'images a permis de quantifier le comportement endommageable dû à la propagation des microfissures du titanate d'aluminium sollicité en traction. Cela est possible grâce à une approche intégrée UNI-DIC qui suppose une déformation homogène sur l'ensemble d'une structure sollicitée uniaxialement. L'étape suivante consiste à analyser par corrélation d'images un essai de compression à température ambiante.

3.1.4 Application en compression de l'approche UNI-DIC

La figure 3.20 présente les courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de compression à température ambiante (Sec.2.3.1). On observe une légère dispersion dans les courbes enregistrées, probablement en raison d'états de surface ou de mises en place différents entre échantillons. La force maximale est égale à $P_{max} = 1061 \pm 40\text{N}$, soit une contrainte maximale $\sigma_{max} = 27,8 \pm 1,5\text{MPa}$ pour la section rectangulaire des échantillons. Une fois la contrainte maximale atteinte, la rupture n'est pas instable mais contrôlée. Il faut noter que les contraintes à rupture atteintes en compression sont plus de 9 fois supérieures à celles atteintes en traction, ce qui est typique des matériaux fragiles [FAN 09].

Comme pour les essais de traction, la mesure du déplacement de la traverse n'est pas directement exploitable pour calculer les déformations subies par les échantillons en raison de la complaisance de la machine et du montage. La corrélation d'images est utilisée pour mesurer le champ de déplacement sur la surface de l'échantillon.

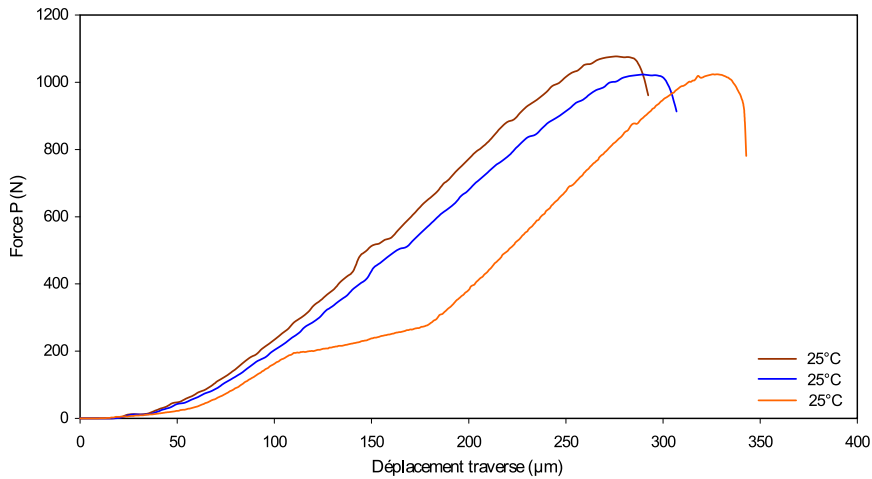


Figure 3.20: Courbes $P - u$ de compression à température ambiante.

Utilisation de l'approche FE-DIC en compression

Dans un premier temps, l'approche générale FE-DIC est utilisée avec un maillage constitué de quadrangles de 64 pixels de côté (Fig.3.21). De nouveau, les champs de déformation sont trop bruités pour en extraire facilement une valeur de déformation homogène ϵ_{xx} (Fig.3.22).

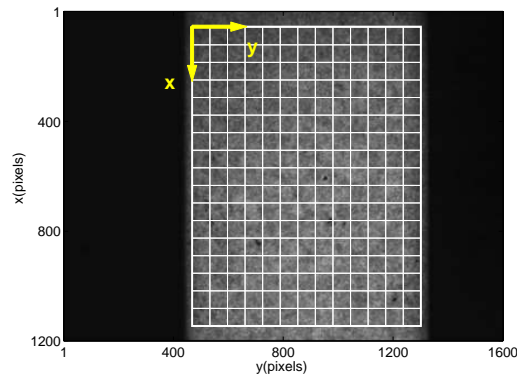


Figure 3.21: Image de référence et maillage (Eléments $Q4 = 64$ pixels) pour l'approche FE-DIC en compression (1 pixel = $10,5\mu\text{m}$).

Application de l'approche UNI-DIC en compression

Pour éviter de moyennner *a posteriori* les résultats FE-DIC, l'approche intégrée UNI-DIC précédemment développée est utilisée pour obtenir directement cette valeur de déformation à l'intérieur d'une grande zone d'intérêt Ω (Fig.3.23). La figure 3.24 présente l'évolution de six degrés de liberté au cours d'un essai de compression. Les résultats sont peu bruités, la valeur de déformation ϵ_{xx} est directement déterminée, malgré l'influence des déplacements v_{0x} et v_{0y} . De nouveau, la rotation θ_{xy} est négligeable avant rupture ($\theta_{xy} \leq 1.10^{-5}$).

La figure 3.25 présente les champs de déplacement et de déformation pour l'image prise à $P = P_{max}$. La déformation homogène vaut $\epsilon_{xx} = -0,74 \pm 0,03\%$.

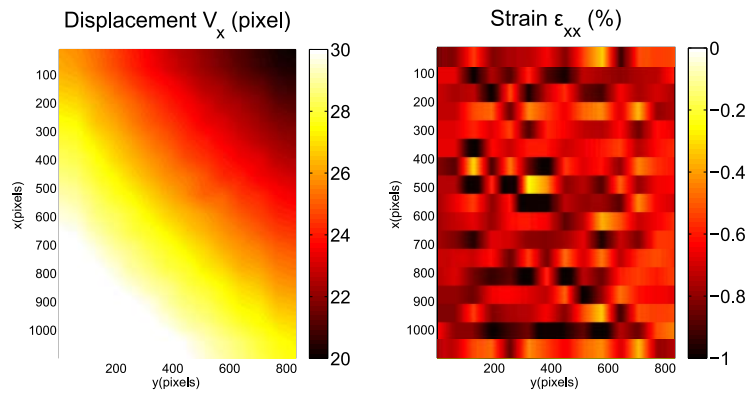


Figure 3.22: Déplacement V_x et déformation ϵ_{xx} pour l'approche FE-DIC en compression à $P = P_{max}$.

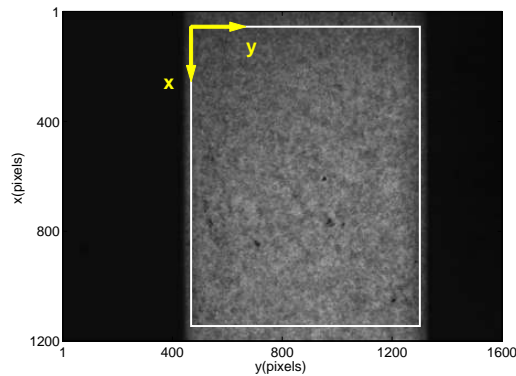


Figure 3.23: Image de référence et zone d'intérêt Ω pour l'approche UNI-DIC en compression ($1 \text{ pixel} = 10,5\mu\text{m}$).

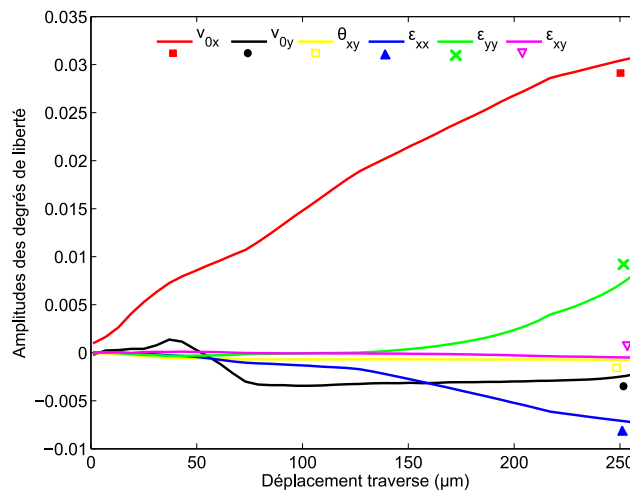


Figure 3.24: Evolution des six degrés de liberté de l'approche UNI-DIC en compression - Déformations ϵ_{xx} , ϵ_{yy} et ϵ_{xy} (-), rotation θ_{xy} (-), translations v_{0x} et v_{0y} ($\times 10^{-3} \text{ pixel}$).

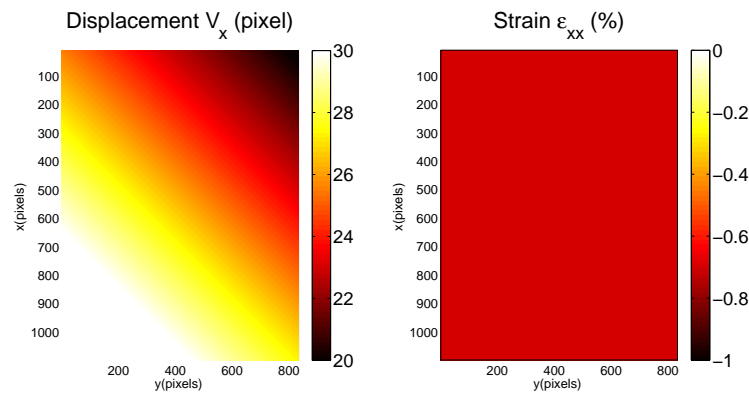


Figure 3.25: Déplacement V_x et déformation ϵ_{xx} par UNI-DIC en compression à $P = P_{max}$.

Contrairement aux essais précédents de flexion ou de traction, l'erreur de corrélation moyenne augmente régulièrement de 0,7% à 2,0% lors de l'essai de compression (Fig.3.27). Cela indique une localisation progressive de l'endommagement conduisant à une rupture stable. Lors de l'essai, on observe sur la carte d'erreur la localisation progressive de l'endommagement (Fig.3.26). Sur la figure 3.24, on observe d'ailleurs que la relation entre les degrés de liberté ϵ_{xx} et ϵ_{yy} change assez brusquement à partir de la moitié de l'essai. L'hypothèse de déformation homogène intrinsèque à l'approche UNI-DIC permet de distinguer l'apparition d'une localisation, ici sous forme de bandes de cisaillement. Cela est difficile avec l'approche générale FE-DIC. L'ajout d'hypothèses cinématiques permet de détecter très tôt la moindre localisation comme ici ou le moindre flambage comme mentionné dans la littérature [HIL 09].

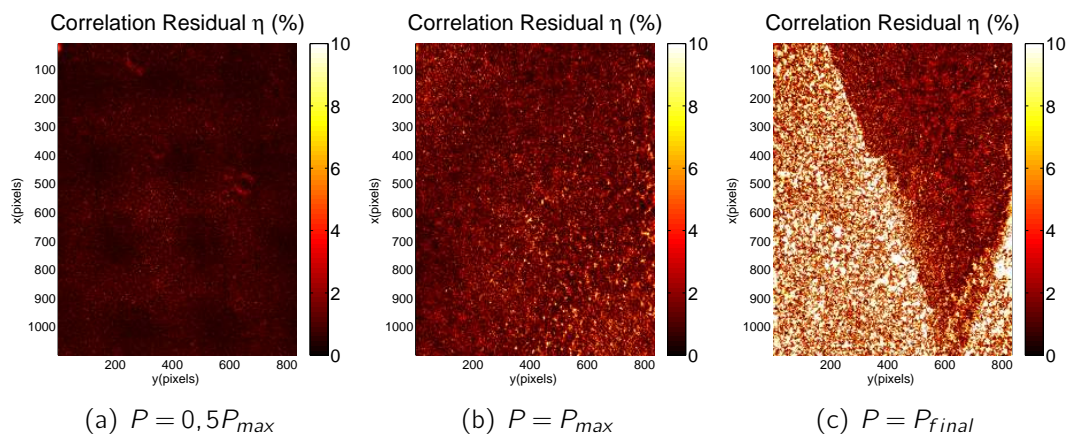


Figure 3.26: Cartes d'erreur de corrélation avec l'approche UNI-DIC en compression.

L'approche UNI-DIC permet de caractériser correctement le comportement mécanique du titanate d'aluminium en compression (Fig.3.27). Le matériau a un comportement linéaire jusqu'à une déformation $\epsilon_{xx} = -0,5\%$. Dans cette première partie, le module de Young sécant E est constant et égal à $5,8GPa$. Ce module est très proche de ceux mesurés par vibrations, en flexion et en traction. Puis, au fur et à mesure que l'endommagement se localise sous forme de bandes de cisaillement, le module sécant chute progressivement à $4,2GPa$ jusqu'à la rupture pour $\epsilon_{xx} = -0,74\%$. Cette localisation engendre également une non satisfaction des hypothèses de continuité de l'approche UNI-DIC. Les valeurs précises de déformations homogènes perdent

leur signification au-delà de $\epsilon_{xx} = -0,5\%$ en compression.

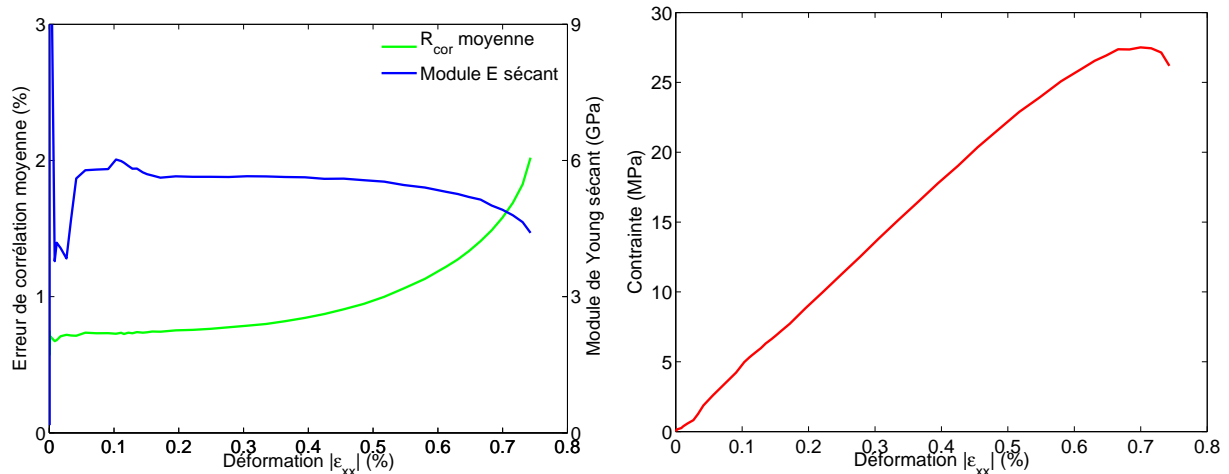


Figure 3.27: Evolution de l'erreur de corrélation moyenne, du module de Young sécant et de la contrainte en fonction de la déformation mesurée en compression avec l'approche UNI-DIC.

La corrélation d'images a permis d'analyser trois types d'essais mécaniques. Deux approches basées sur des décompositions cinématiques ont été spécifiquement développées : BEAM-DIC pour la flexion quatre points et UNI-DIC pour la traction et la compression uniaxiales. Malgré la présence de bruit sur les images, des déformations ont pu être mesurées avec des incertitudes de l'ordre de 0,01%. Si le comportement mécanique a pu ainsi être appréhendé en traction et en compression, une étape est encore nécessaire : celle de l'identification d'un modèle mécanique précis permettant de représenter cette dissymétrie de comportement causée par la propagation des microfissures.

3.1.5 Identification d'une loi d'endommagement à température ambiante

Au-delà de la caractérisation de la dissymétrie en traction et en compression directement à partir d'un seul essai de flexion, l'objectif de cette section est d'identifier une loi de comportement comme cela a déjà été discuté précédemment (Sec.1.3.1 et 1.4.1).

Choix du modèle mécanique

En compression, il vient d'être montré que le comportement mécanique était élastique linéaire jusqu'à des déformations de $-0,5\%$. Sur l'essai de flexion quatre points, la déformation de la partie sollicitée en compression n'excède pas $-0,12\%$ (Fig.3.11). Il est donc raisonnable de considérer que le comportement de la partie sollicitée en compression lors de l'essai de flexion reste élastique et peut être décrit par la loi de Hooke (Eq.1.2). Il est nécessaire d'identifier deux paramètres : le module de Young E_0 et le coefficient de Poisson ν .

En traction, la propagation progressive des microfissures est responsable de l'endommagement du matériau. La théorie de l'endommagement a été brièvement rappelée (Sec.1.2.1). Il est décidé d'utiliser une loi d'endommagement de type Chaboche et Lemaître [LEM 88] :

$$D(\epsilon_{eq}) = a.(1 - \exp(-\hat{\epsilon}_{eq}/b)) \quad (3.19)$$

Cette définition exponentielle de D est souvent utilisée pour décrire l'endommagement des matériaux (Fig.1.12). L'équation 3.19 nécessite la définition d'une déformation équivalente pouvant être celle de Mazars [MAZ 86] :

$$\epsilon_{eq} = \langle \epsilon_1 \rangle_+ + \langle \epsilon_2 \rangle_+ + \frac{\nu}{1-\nu} \langle -\epsilon_1 - \epsilon_2 \rangle_+ \quad (3.20)$$

où $\epsilon_{1,2}$ sont les déformations principales et $\langle \rangle_+$ les parenthèses de Macaulay (*i.e.* la partie positive). En traction, il est nécessaire d'identifier quatre paramètres : le module de Young E_0 , le coefficient de Poisson ν ainsi que les paramètres de la loi exponentielle d'endommagement a et b .

Le coefficient de Poisson a très peu d'influence sur la cinématique globale, il est considéré égal à $\nu = 0,25$, valeur habituelle pour les céramiques fortement poreuses [MEI 01]. Quant au module de Young initial E_0 , il est considéré identique en compression et en traction comme cela a été observé précédemment sur les essais uniaxiaux analysés avec l'approche UNI-DIC. L'ensemble du comportement mécanique de cette céramique de titanate d'aluminium à température ambiante est décrit par trois paramètres : E_0 , a et b .

Identification des paramètres constitutifs E_0 , a et b

Pour identifier les valeurs de ces trois paramètres, la force appliquée sur l'échantillon en flexion est recalculée à partir du champ de déformation mesuré avec BEAM-DIC (Fig.3.9). Pour chaque pixel de coordonnée x , on calcule le moment de flexion à partir du champ de déformation connu et des paramètres constitutifs choisis. En intégrant ce moment sur l'ensemble d'une section verticale, on obtient à partir de l'évolution de la position de l'axe neutre τ (Eq.3.13) la force P_{iden} correspondante (Eq.3.21). Quand cette force est égale à P_{exp} mesurée par la cellule de force au cours de l'essai, cela signifie que le jeu de paramètres constitutifs correspond à celui du matériau étudié.

$$P_{iden} = \frac{4B}{D_1 - D_2} \int_{-H/2}^{+H/2} \sigma(\epsilon(x)) \cdot (x - \tau(\epsilon(x))) H dx \quad (3.21)$$

On utilise un algorithme de type Levenberg-Marquardt pour résoudre ce problème inverse. Cet algorithme est très souvent utilisé dans la littérature consacrée aux problèmes inverses et d'identification [AVR 08]. L'objectif est ici d'identifier la valeurs des paramètres en minimisant la quantité φ_{id}^2 suivante :

$$\varphi_{id}^2 = \sum_{n=1}^{Nim} (P_{exp}^n - P_{iden}^n(E_0, a, b))^2 \quad (3.22)$$

$$(E_0, a, b) = Arg Min (\varphi_{id}^2) \quad (3.23)$$

où Nim correspond au nombre total d'images prises pendant l'essai. Il est vérifié que la solution obtenue est stable et ne dépend pas du jeu initial de paramètres. La figure 3.28 montre le résultat du calcul de convergence. La différence entre la force expérimentale et celle identifiée est minime (3% en moyenne). Les valeurs des paramètres sont données dans le tableau 3.1. Le module de Young identifié est égal à 2% près aux modules estimés de manière vibratoire (Sec.2.1.3) et avec l'approche UNI-DIC en traction et en compression (Sec.3.1.3 et 3.1.4). Ceci constitue une validation de l'identification effectuée.

La figure 3.29 représente l'évolution de l'endommagement D dans la partie en traction. Le module de Young sécant diminue au fur et à mesure que les microfissures se propagent. La

Température (°C)	E_0 (GPa)	a (-)	b (%)	D_{max} (-)
25	5,92	0,886	0,141	0,71

Tableau 3.1: Valeurs des paramètres constitutifs pour le comportement mécanique.

rupture instable intervient pour une valeur maximale d'endommagement égale à $D_{max}=0,71$. Cela correspond à une contrainte à rupture en traction de $4,0MPa$. La valeur de $6,2MPa$ calculée précédemment en utilisant les formules élastiques (Sec.3.1.2) correspond à une surestimation de près de 40% de la valeur réelle. Quant à la contrainte au niveau de la partie en compression, elle atteint près de $7MPa$, ce qui est relativement faible par rapport à sa limite à rupture de $27,8MPa$ précédemment déterminée. Ne pas tenir compte du décalage de l'axe neutre lors d'un essai de flexion sur un matériau quasi-fragile peut conduire à des surestimations très importantes des propriétés mécaniques. Pour une meilleure description du comportement mécanique de ce matériau à base de titanate d'aluminium, il conviendrait de s'assurer que la loi d'endommagement identifiée ne dépend pas de la taille des échantillons utilisés comme cela peut être le cas pour les matériaux quasi-fragiles [BAZ 95].

L'approche intégrée de corrélation d'images BEAM-DIC a été développée et utilisée avec succès pour mesurer les déformations et le décalage de l'axe neutre en flexion quatre points. Dans le cas de cette céramique à base de titanate d'aluminium, il est possible de mesurer de très faibles déformations avec des incertitudes de l'ordre de 0,01%. Ayant appréhendé avec l'approche UNI-DIC les comportements dissymétriques en traction et en compression, un modèle mécanique basé sur une loi d'endommagement en traction a été identifié à partir d'un seul essai de flexion. Permettant de quantifier précisément les comportements et propriétés mécaniques de ce matériau quasi-fragile, cette approche constitue une grande amélioration par rapport aux précédentes études publiées sur le titanate d'aluminium (Sec.1.1.3) et est essentielle pour une conception optimisée des applications industrielles utilisant cette céramique. La loi identifiée peut être en effet utilisée dans une simulation numérique par éléments finis pour calculées les contraintes mises en jeu dans une structure. Couplant corrélation d'images et identification, cette méthodologie concerne potentiellement de nombreux autres matériaux quasi-fragiles (Sec.1.1.4).

Les travaux présentés dans cette section 3.1 concernant "l'identification d'une loi d'endommagement pour un matériau quasi-fragile à partir d'essais de flexion et de corrélation d'images" ont été publiés pendant la thèse [LEP 10].

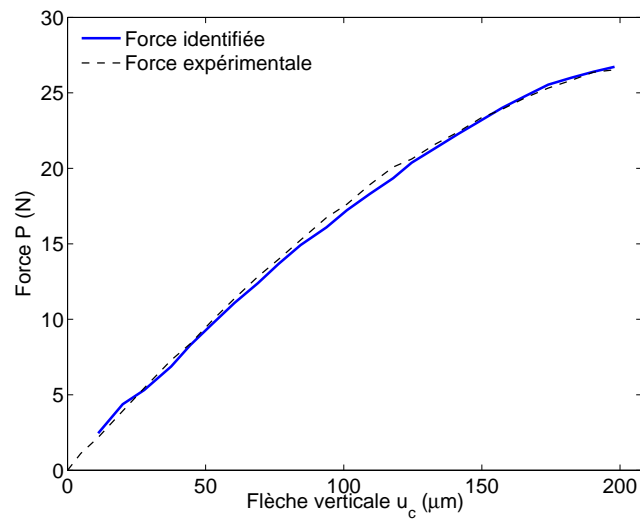


Figure 3.28: Forces identifiée et expérimentale en flexion à température ambiante.

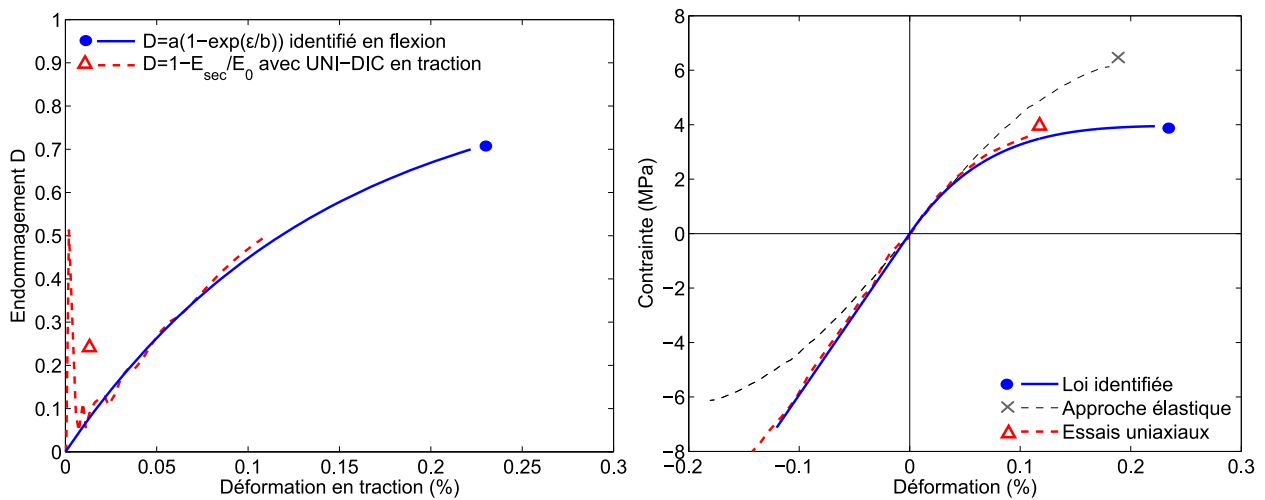


Figure 3.29: Lois d'endommagement et de comportement identifiées en flexion.

3.2 Comportement mécanique à haute température

3.2.1 Essais de flexion et évolution des propriétés mécaniques

Cette céramique à base de titanate d'aluminium étant un matériau à fort potentiel pour la fabrication de filtres à particules Diesel, l'objectif de cette section 3.2 est de caractériser et d'identifier son comportement mécanique à haute température.

Essais standard de flexion à haute température

A haute température, le protocole expérimental des essais de flexion réalisés dans le four résistif a été décrit (Sec.2.4.1). La figure 3.30 présente les courbes force-déplacement enregistrées à haute température pour les essais dits standard. Ces essais correspondent à des temps de référence proches de 45 minutes (Tab.2.4). A partir de ces courbes, la figure 3.31 présente l'évolution du module de Young et de la contrainte à rupture en fonction de la température. Le module de Young est calculé à partir de la pente initiale des courbes $P - u_c$ en prenant en compte l'effet tranchant χ_t (Eq.3.1) dont l'influence est supérieure à +10% en raison de la compacité du montage de flexion utilisé pour la haute température. Les contraintes à rupture sont calculées à partir des équations conventionnelles (Eq.1.32), même si elles risquent de conduire à des propriétés surestimées en cas de dissymétrie entre traction et compression (Sec.3.1).

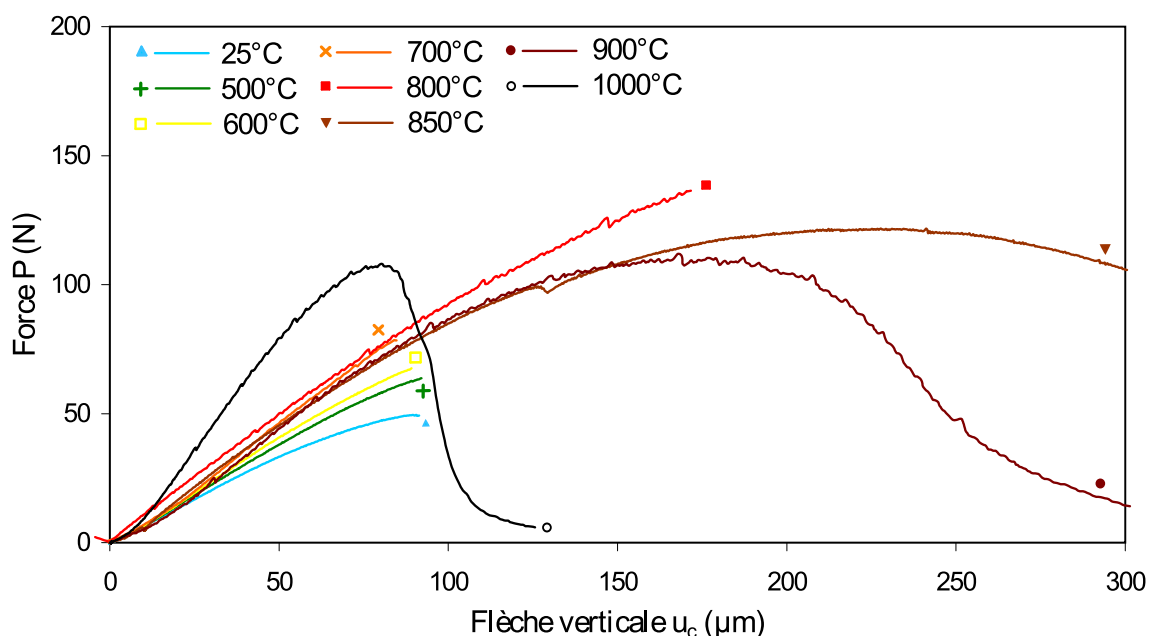


Figure 3.30: Courbes $P - u_c$ de flexion quatre points pour les essais standard à haute température.

Les figures 3.30 et 3.31 illustrent la forte évolution du comportement mécanique à haute température de cette céramique à base de titanate d'aluminium.

L'augmentation de la température provoque la refermeture des microfissures. A 500°C ou 600°C, le comportement mécanique est encore endommageable en raison de la propagation des

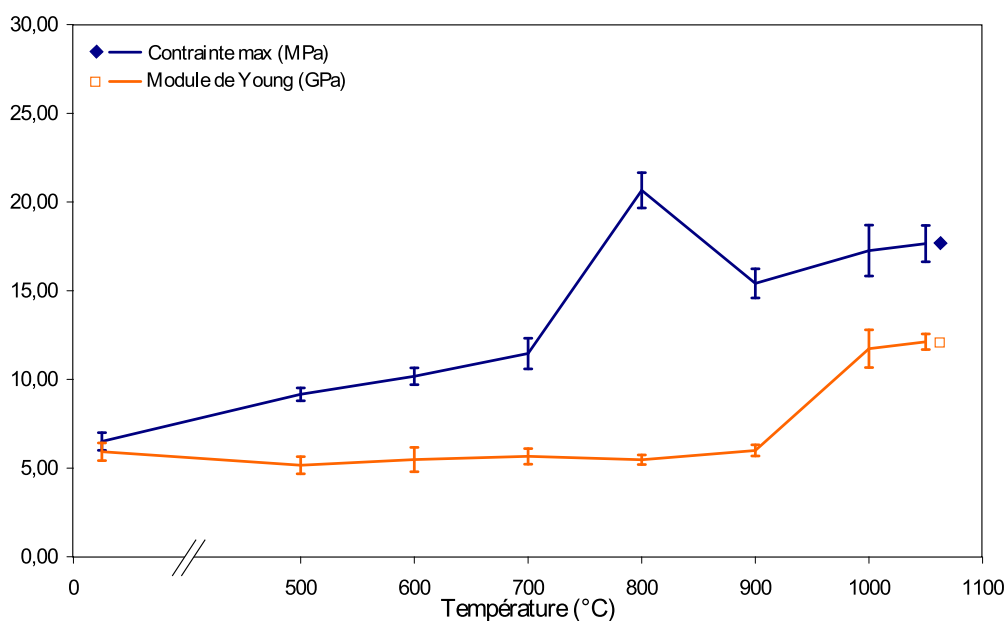


Figure 3.31: Evolution en flexion du module de Young et de la contrainte à rupture pour les essais standard à haute température.

microfissures en traction. A 700°C , cette non-linéarité est très atténuée puisque les microfissures sont quasiment toutes refermées. Il semble alors possible de considérer le comportement mécanique à 700°C comme linéaire élastique. Dans cette phase de refermeture des microfissures, la contrainte à rupture augmente linéairement et atteint $11,5 \pm 0,9 \text{ MPa}$ à 700°C . Estimée sans dissymétrie en traction et en compression, cette valeur de contrainte à rupture est néanmoins près de deux fois supérieure à celle de $6,2 \text{ MPa}$ obtenue à température ambiante. L'identification des contraintes à rupture en prenant compte la dissymétrie de comportement sera l'objet de la section 3.2.3. Entre 25°C et 900°C , le module de Young est constant vers 6 GPa . Par méthode vibratoire, il avait pourtant été observé une augmentation continue du module entre 25°C et 1000°C (Fig.2.5). Pour expliquer cet écart, il convient de préciser que ces deux techniques de mesure sont intrinsèquement différentes. Alors que la mesure vibratoire sollicite le matériau de manière dynamique avec de très faibles déformations, la mesure en flexion correspond à de plus grandes déformations en quasi statique. Il est donc cohérent d'obtenir un module plus élevé avec la mesure vibratoire qu'avec celle statique. De telles différences ont déjà été observées et justifiées dans la littérature [LEM 98].

A 800°C , on observe une très forte augmentation de la contrainte à rupture qui atteint $20,6 \pm 0,9 \text{ MPa}$. Il est possible d'apporter deux explications complémentaires pour cette soudaine augmentation de la contrainte à rupture.

Premièrement, il a été expliqué de manière analytique dans la littérature comment les propriétés mécaniques augmentent significativement avec la disparition des toutes dernières microfissures [HAS 79]. Dans notre cas, des mesures de dilatométrie ont montré que les microfissures sont toutes refermées entre 700°C et 800°C (Sec.2.1.3), conduisant ainsi à une forte augmentation de la contrainte à rupture. De plus, le fait que les lèvres des microfissures soient en contact à 800°C permet probablement de dissiper de l'énergie par frottement et donc de retarder la rupture instable du matériau.

D'autre part, cette température de 800°C est supérieure de près de 20% à la température de

transition vitreuse T_g précédemment mesurée pour la phase secondaire (Sec.2.1.2). Il est donc possible que cette dernière ait désormais une mobilité suffisante à l'échelle microscopique pour combler certaines singularités, atténuer quelques défauts et permettre certains déplacements au sein de la microstructure. Une telle viscoplasticité localisée permet donc de retarder l'amorçage de la fissure. A l'échelle macroscopique, la phase secondaire joue assurément un rôle significatif quant à l'augmentation de la contrainte à rupture mesurée à 800°C . La viscosité de la phase secondaire explique également la légère non-linéarité observée sur la courbe $P - u_c$ à 800°C (Fig.3.30).

Il serait également possible d'invoquer le relâchement des contraintes résiduelles à haute température. Un tel phénomène peut permettre de diminuer le nombre de zones soumises à de fortes contraintes de traction à partir desquelles une fissure peut plus favorablement s'amorcer. Notre matériau étant fortement poreux et microfissuré, une grande partie des contraintes résiduelles doivent être relâchées, mais il peut en subsister dans la matrice solide. Quoi qu'il en soit, si le relâchement des contraintes résiduelles peut contribuer à l'augmentation des contraintes à rupture avec la température, il ne peut justifier totalement ce soudain renforcement observé à 800°C .

Dès 850°C , le matériau a un fort comportement non-linéaire de type viscoplastique. La rupture n'est plus fragile mais contrôlée. Par rapport à 800°C , les contraintes à rupture diminuent et restent comprises entre 15MPa et 17MPa . Ces différentes observations s'expliquent par l'évolution de la viscosité de la phase secondaire [LEM 98, CAR 98]. Celle-ci est alors fortement mobile à l'échelle microscopique et permet d'atteindre des déformations à rupture macroscopiques entre deux et trois fois supérieures à celles mesurées à température ambiante. Cette hausse de la déformabilité de la phase secondaire visqueuse s'accompagne logiquement d'une baisse de sa rigidité et de sa résistance, expliquant la baisse des contraintes mises en jeu par rapport à 800°C . Cette haute déformabilité du matériau autour de 900°C contribue vraisemblablement à la bonne résistance aux chocs thermiques des filtres à particules Diesel en titanate d'aluminium.

A l'inverse, le module de Young augmente à 1000°C et vaut $11,7 \pm 1\text{GPa}$. Supposant que le titanate d'aluminium puisse légèrement diffuser, les microfissures sont émoussées, et éventuellement commencées à être guéries. Cela conduit à une augmentation de la rigidité. Cette hypothèse sera confirmée par les essais de compression à plus haute température (Sec.3.2.2). A 1000°C , le matériau perd néanmoins en déformabilité et la rupture redevient instable. Il est probable que la phase secondaire soit si mobile qu'elle ne peut plus assurer à l'échelle macroscopique le même rôle visqueux qu'à $850\text{-}900^\circ\text{C}$.

Ces différents résultats confirment ce qui a déjà été observé dans la littérature concernant l'évolution du module de Young et de la contrainte à rupture du titanate d'aluminium à haute température [OHY 88, LIU 98]. Des images réalisées au MEB sur des essais de flexion entaillée présentées ultérieurement (Sec.4.2.2) permettent d'observer la forte mobilité de la phase secondaire à haute température et ainsi de valider les explications précédentes sur le comportement mécanique du matériau à haute température.

Essais de flexion avec protocoles rapides et longs à haute température

A défaut de pouvoir obtenir des vitesses de montée en température aussi rapides que celles subies par un filtre à particules Diesel lors d'une régénération, il a été décidé d'appréhender l'influence de l'histoire thermique subie par les échantillons à travers des essais de flexion aux

protocoles dits rapides ou longs (Sec.2.4.1). Les essais rapides et longs correspondent respectivement à des temps de référence de 25 et 120 minutes (Tab.2.4). La figure 3.32 illustre l'influence de l'histoire thermique sur les propriétés mécaniques mesurées en flexion. Il convient de préciser que les barres d'erreurs de ces courbes ne sont plus verticales mais horizontales. Puisqu'un seul essai est réalisé par température et par protocole et que le champ de température dans le four est certainement hétérogène avec les protocoles rapides ou longs, il y a désormais une incertitude sur la température réelle de l'échantillon. La figure 3.33 présente les courbes force-déplacement obtenues vers 1000°C, température vers laquelle les différences entre les essais rapides, standard et longs sont les plus marquées. Il faut noter que le type de comportement mécanique (linéaire, viscoplastique, quasi-fragile) reste quasiment indépendant du protocole de montée en température.

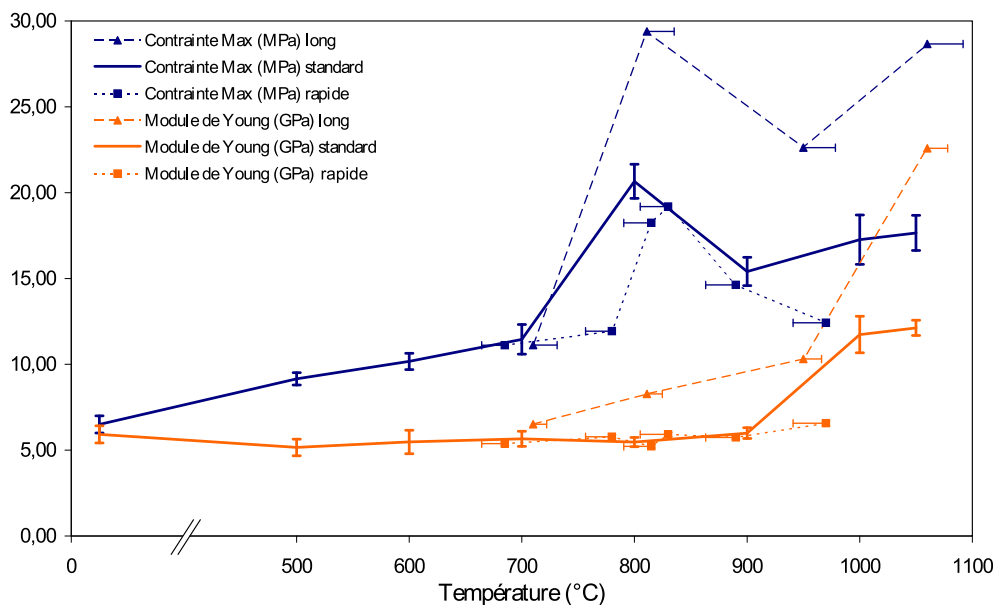


Figure 3.32: Evolution en flexion du module de Young et de la contrainte à rupture pour les essais rapides et longs à haute température. Avec les essais rapides, on a tendance à surestimer la température de l'échantillon, tandis qu'avec les essais longs, on tend à sous estimer leur température.

A 700°C, les courbes $P - u_c$ sont similaires, quel que soit le type d'essai et le temps de chauffe. Cela signifie qu'aucune phase n'est mobile et ne vient émousser les microfissures de 25°C à 700°C. Ce résultat est très important car il souligne la représentativité de ces essais de flexion par rapport à l'application filtres à particules Diesel. En effet, les parties qui risquent de fissurer dans un filtre subissant une régénération sévère sont habituellement à des températures inférieures à 700°C. Pour cette gamme de température, développer à terme des essais avec des vitesses de chauffe plus rapides ne semble donc pas indispensable.

De 800°C à 1000°C, il apparaît une forte influence de l'histoire thermique. Plus l'échantillon est maintenu longtemps à haute température, plus sa contrainte à rupture et son module de Young sont importants. Dans le cas du protocole long, les forces à ruptures sont près de deux fois plus importantes que celles obtenus dans le cas des essais standard. Il en est de même pour

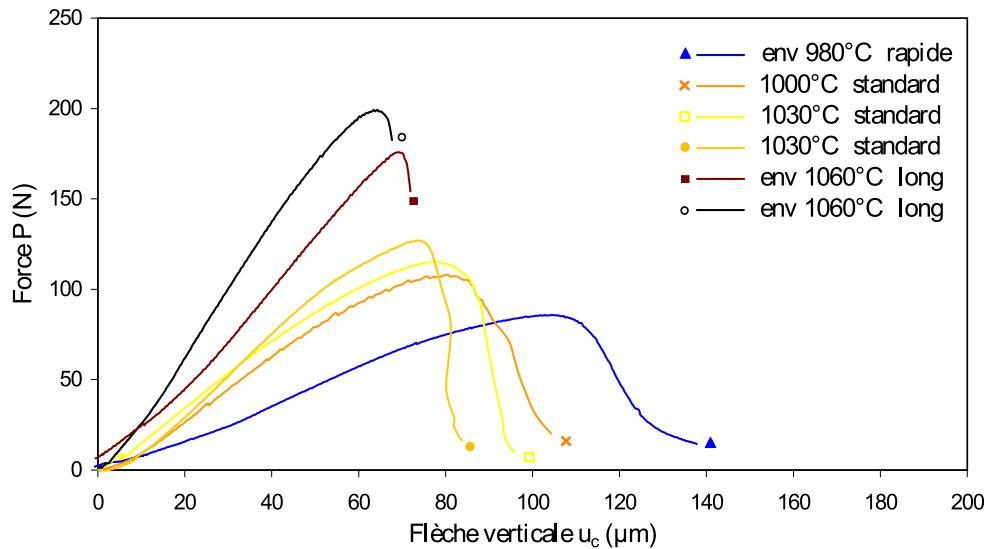


Figure 3.33: Courbes $P - u_c$ de flexion pour les essais rapides et longs vers 1000°C . Pour l'essai rapide, la température au cœur de l'échantillon est probablement plutôt de l'ordre de 900°C , expliquant alors le comportement très visqueux observé.

le module de Young qui atteint $22,6\text{GPa}$ après 2 heures à 1000°C . Cette valeur semble très proche de celle obtenue à la même température par méthode vibratoire (Fig.2.5). Néanmoins, les précédents écarts entre modules mesurés en flexion et par méthode vibratoire restent dus avant tout à une différence entre les deux techniques de mesure en cas de comportement visqueux. L'histoire thermique des échantillons ne semble pas être la raison des différents modules mesurés. Quoi qu'il en soit, c'est la mobilité du titanate d'aluminium et de sa phase secondaire qui est responsable de cette augmentation de propriétés mécaniques pour le protocole long pendant lequel les fissures et autres singularités de la microstructure ont le temps d'être émoussés, colmatées et éventuellement commencées à être guéries.

A l'inverse de 800°C à 1000°C , le protocole rapide conduit à des propriétés mécaniques plus faibles que celles obtenues pour les essais standard, signifiant que la microstructure commence déjà à évoluer en 45 minutes. Entre les essais rapides et standard, les différences sont néanmoins relativement faibles. Le module de Young mesuré reste proche de 6GPa que ce soit après 25 ou 45 minutes. Les forces à rupture mesurées sont inférieures seulement de 20% environ pour les temps de référence les plus courts. S'il était possible de monter à haute température en quelques minutes, les forces à ruptures obtenues seraient vraisemblablement plus faibles. Les propriétés mécaniques mesurées ici en flexion à partir de 800°C sont donc probablement surestimées par rapport à celles réellement mises en jeu lors d'un choc thermique subi par un filtre à particules Diesel.

Par rapport à l'application industrielle visée, ces essais avec différents chargements thermiques ont permis de confirmer la représentativité des résultats obtenues en flexion pour des températures maximales de 700°C et d'entrevoir la surestimation des contraintes estimées à partir de 800°C . De plus, il convient de rappeler que toutes les valeurs de contraintes à rupture présentées dans cette section 3.2 ont été calculées à l'aide des formules élastiques supposant une symétrie parfaite entre les comportements en traction et en compression. A haute température, la prise en compte d'une éventuelle dissymétrie sera l'objet des sections 3.2.3 et 3.2.4 avec

l'apport de la corrélation d'images BEAM-DIC.

3.2.2 Essais de compression à haute température

A haute température, les essais de traction sur des céramiques sont très délicats à mettre en œuvre. Il est plus facile de réaliser des essais de compression. Même sans corrélation d'images, de tels essais permettent d'appréhender le comportement mécanique. Ces essais sont réalisés à des températures allant jusqu'à 1200°C, ce qui peut correspondre aux températures maximales subies par les parties centrales d'un filtre à particules Diesel sollicitées en compression lors d'une régénération sévère. Le protocole expérimental associé à ces essais a déjà été décrit (Sec.2.4.1).

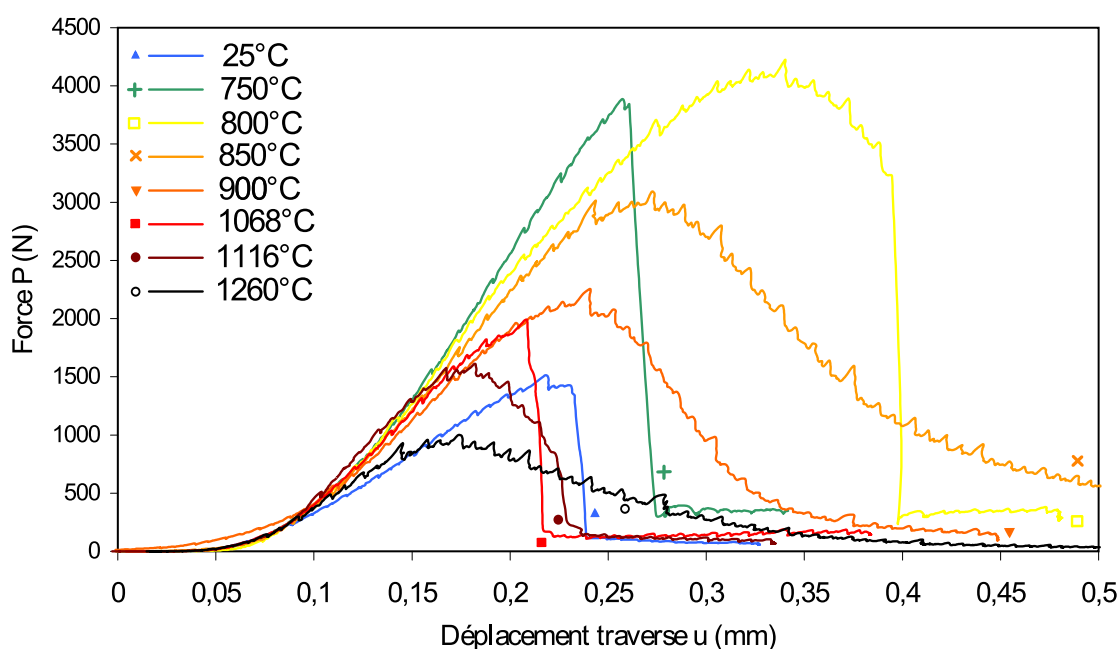


Figure 3.34: *Courbes $P - u_c$ en compression à très haute température.*

La figure 3.34 présente les courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de compression. Ces courbes ne présentent pas de barres d'erreur car un seul essai a pu être réalisé par valeur de température. Le fait que les forces maximales enregistrées évoluent de manière continue et régulière avec la température nous permet malgré tout d'analyser avec confiance ces essais de compression.

Les microfissures étant quasiment toutes refermées à 750°C, le matériau présente un comportement élastique linéaire et la rupture a lieu de manière soudaine et instable. Dès 800°C, la viscosité de la phase secondaire baisse suffisamment pour observer à l'échelle macroscopique un comportement non-linéaire ainsi qu'une rupture contrôlée. Le comportement mécanique est alors clairement viscoplastique. Puis, entre 1000°C et 1100°C, le comportement est de nouveau fragile. La viscosité de la phase secondaire est probablement si faible que son rôle ne semble plus aussi important qu'autour de 900°C. Au-delà de 1100°C, on atteint des températures pour lesquelles le titanate d'aluminium devient plastique. Les courbes force-déplacement sont fortement non-linéaires et la rupture est parfaitement contrôlée. Cela est cohérent avec les observations précédentes faites sur les essais de flexion jusqu'à 1000°C (Sec.3.2.1).

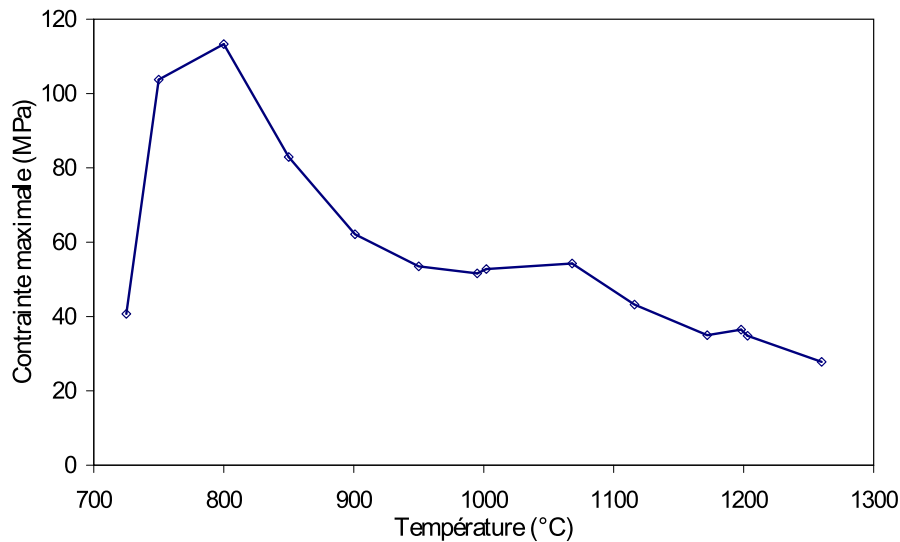


Figure 3.35: *Contraintes maximales en compression en fonction de la température.*

La figure 3.35 illustre plus précisément l'évolution de la contrainte maximale atteinte pour chaque température. Atteignant près de 110MPa vers 800°C , la contrainte maximale chute par palier en fonction de la viscosité de la phase secondaire et de la plasticité du titanate d'aluminium.

Les différents comportements mécaniques ont été appréhendés qualitativement grâce à ces essais de flexion et de compression à haute température. Les mécanismes thermomécaniques activés au sein d'un filtre à particules Diesel sont clairement de type non-linéaires au-delà de 800°C . L'étape suivante consiste à adopter une approche plus quantitative en s'appuyant sur les méthodes de corrélation d'images et d'identification précédemment développées (Sec.3.1).

3.2.3 Essais de flexion à haute température avec l'approche BEAM-DIC

Essais de flexion à haute température avec le four avec visualisation.

Le dispositif expérimental associé aux essais mécaniques avec le four doté d'une fenêtre de visualisation a été décrit précédemment (Sec.2.4.2).

La figure 3.36 présente les courbes force-déplacement enregistrées. Par rapport aux essais précédents à haute température (Sec.3.2.1), les mêmes tendances de comportement mécanique sont observées. Néanmoins, les forces maximales enregistrées sont plus faibles que précédemment. Les échantillons n'ont pas été placés verticalement ($H = 7\text{mm}$) comme auparavant mais horizontalement ($H = 5,3\text{mm}$) pour augmenter l'amplitude de la cinématique à mesurer par corrélation d'images (Sec.2.4.2). Cette différence de configuration ne suffit pas à justifier les différences de forces mesurées. Il existe encore un écart dont l'origine peut être liée à un moins bon contrôle de l'homogénéité de la température dans le four avec fenêtre de visualisation. La température au niveau de l'échantillon est définie à $\pm 20^\circ\text{C}$, ce qui peut être suffisant pour modifier la résistance de l'échantillon, en particulier autour de 800°C . Etant conscient de cette limitation expérimentale, les images prises lors de ces essais de flexion sont analysées par corrélation d'images.

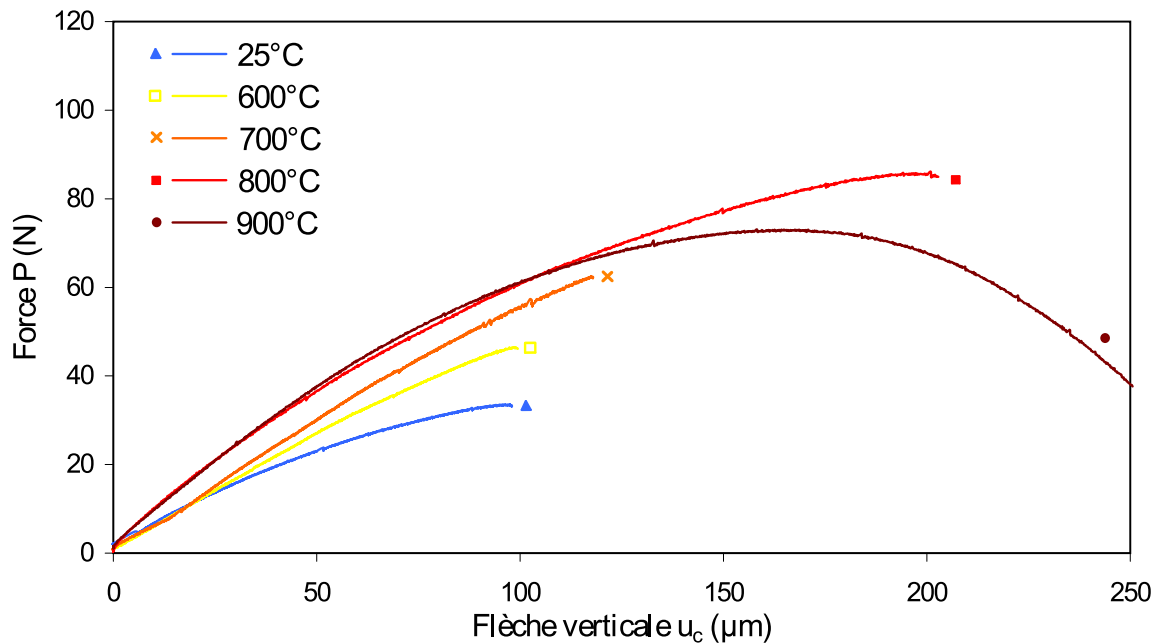


Figure 3.36: Courbes $P - u_c$ de flexion à haute température obtenues dans le four avec visualisation.

Application de la mesure avec l'approche BEAM-DIC

La figure 3.37 présente quatre images prises respectivement à 600°C, 700°C, 800°C et 900°C. Les seules sources lumineuses sont les résistances du four. Ces images prises à travers la fenêtre de visualisation sont peu contrastées et sombres (Fig.3.38). A l'intérieur des différentes zones d'intérêt Ω , le manque de contraste est très net malgré la réalisation d'un mouchetis à la peinture et l'utilisation d'un filtre infrarouge. C'est à 700°C que les images semblent visuellement de meilleure qualité. En effet, le four chauffe alors suffisamment pour éclairer l'intérieur de l'enceinte et le rayonnement infrarouge est encore trop faible pour diminuer le contraste en termes de niveau de gris à l'intérieur de la zone d'intérêt Ω .

Les images sont analysées avec l'approche BEAM-DIC (Sec.3.1.2). La figure 3.39 présente l'évolution des degrés de liberté au cours des quatre essais. Malgré le manque de contraste des images, l'algorithme de corrélation converge avec succès grâce au faible nombre de degrés de liberté permettant une mesure cohérente. Même avec l'approche BEAM-DIC, les résultats bruts α_{ni} restent bruités notamment à cause des fluctuations thermiques de l'air situé sur le trajet optique. $\hat{\alpha}_{ni}$ sont les valeurs de degrés de liberté mesurés filtrées avec une moyenne glissante effectuée sur 9 images pondérées par une distribution gaussienne (Fig.3.39) :

$$\hat{\alpha}_{ni} = \frac{\sum_{p=n-4}^{n+4} (\alpha_{pi} e^{-p^2/9})}{\sum_{p=n-4}^{n+4} (e^{-p^2/9})} \quad (3.24)$$

Le manque de contraste à 800°C et 900°C est compensé par la plus grande déformabilité du matériau dans cette gamme de température grâce à sa phase secondaire alors visqueuse. Finalement, c'est à 600°C que la mesure par corrélation est la plus délicate car les images sont très sombres et le matériau se déforme peu.

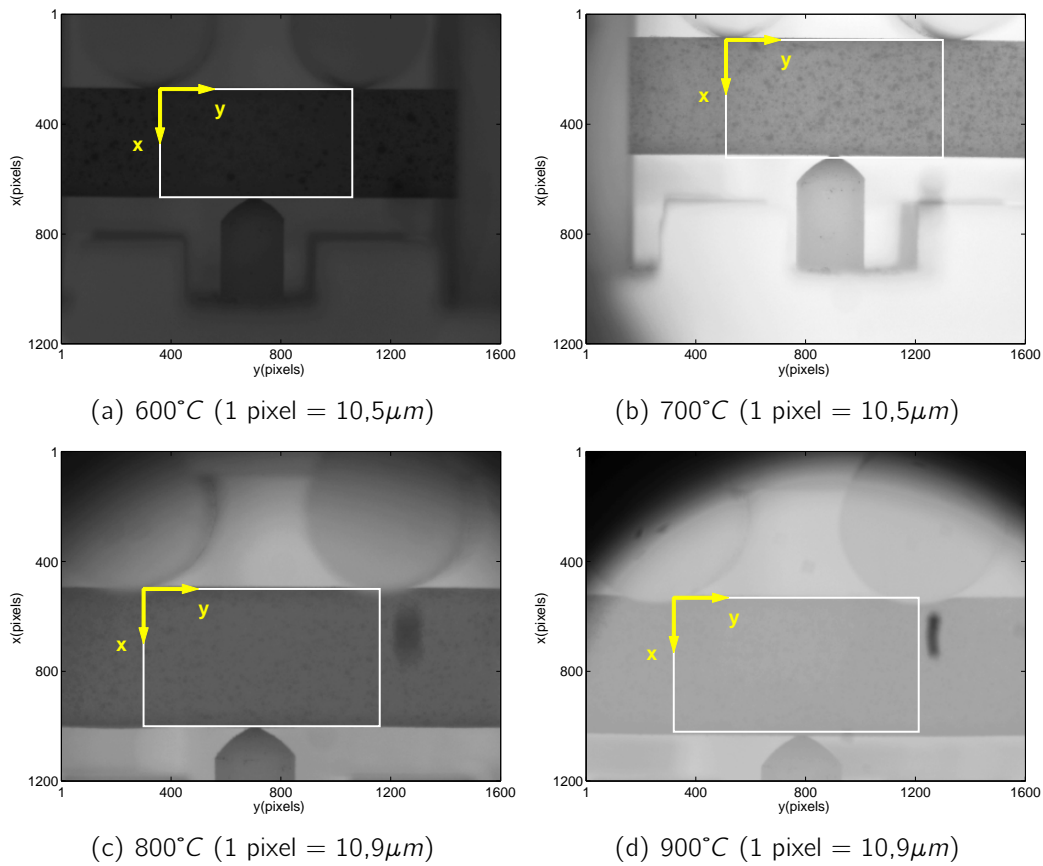


Figure 3.37: Images de référence et différentes zones d'intérêt Ω à haute température pour l'approche BEAM-DIC.

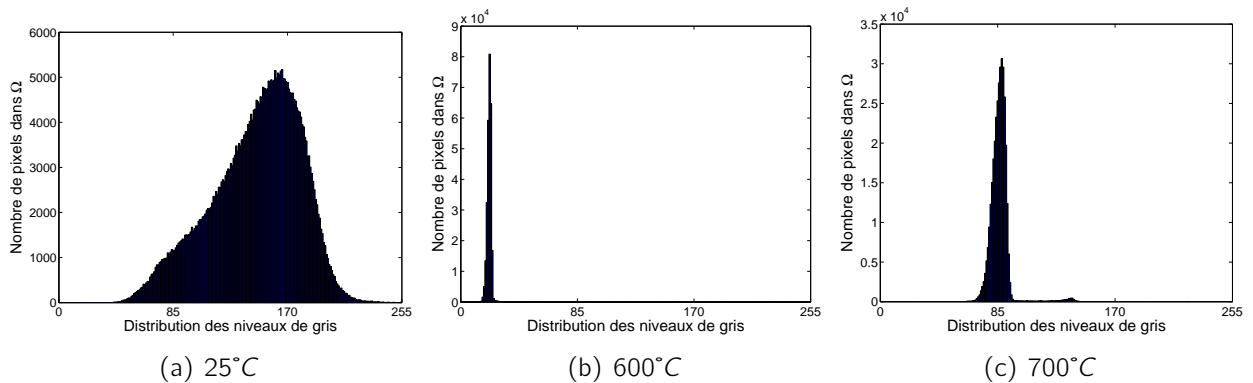


Figure 3.38: Histogrammes de distribution de niveaux de gris des images à différentes températures.

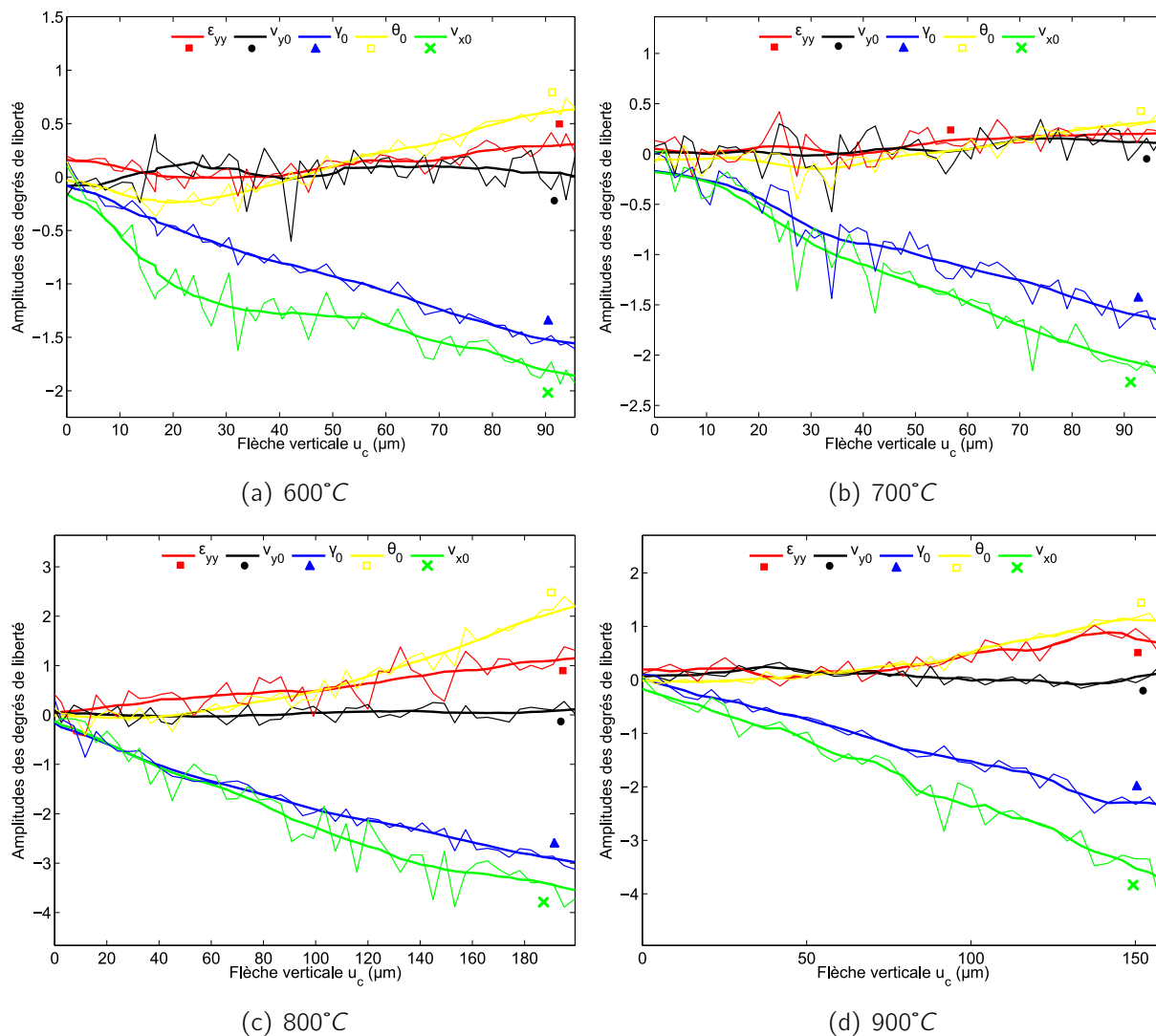


Figure 3.39: Evolution des six degrés de liberté de BEAM-DIC à haute température - Courbure γ_0 (pixel^{-1}), rotation θ_0 (-), translations v_{x0} et v_{y0} (pixel) et déformation ϵ_{yy} (-) - Données brutes α_{ni} (traits fins) et filtrées $\hat{\alpha}_{ni}$ (traits épais).

La figure 3.40 correspond à la reconstruction des champs de déplacement et de déformation pour chaque température pour l'image prise à $P = P_{max}$. L'axe neutre semble effectivement décalé à la fin des différents essais, en particulier ceux réalisés à 800°C et 900°C. Cela a été confirmé par une deuxième série d'essais effectués dans les mêmes conditions sauf à 600°C où un seul essai a pu être correctement réalisé.

Avant d'analyser plus précisément les champs de déformation obtenus, il convient d'abord de s'assurer de la fiabilité de l'approche BEAM-DIC utilisée. Les cartes d'erreur de corrélation, non représentées ici, sont homogènes et faibles jusqu'à la rupture pour chaque température ($R_{cor}=1,1\%$ en moyenne). Cela indique que les hypothèses intrinsèques à l'approche BEAM-DIC sont satisfaites. Il est intéressant de regarder la carte d'erreur de corrélation pour l'essai fait à 900°C (Fig.3.42). Alors que l'erreur est homogène avant que la force maximale soit atteinte, il apparaît clairement une localisation de l'endommagement dans la deuxième partie de l'essai quand la force décroît. Il ne s'agit donc pas ici d'un comportement de type adoucissant du matériau à l'échelle macroscopique mais bien de l'apparition d'une fissure conduisant à la rupture contrôlée de l'échantillon. Cela n'a donc pas de sens de vouloir continuer à utiliser l'approche BEAM-DIC après le chargement maximal à 900°C.

Analyse des déformations axiales et des axes neutres

La figure 3.43 représente les déformations axiales obtenues avec l'approche BEAM-DIC pour les faces sollicitées en traction et en compression. Les incertitudes indiquées proviennent du filtre appliqué sur les valeurs des six degrés de libertés mesurés (Fig.3.39). L'incertitude sur les déformations axiales mesurées augmente avec le bruit.

Il convient de souligner plusieurs points. Les incertitudes sur les déformations axiales, parfois importantes (de l'ordre de 25%), peuvent être comparées à celles obtenues avec l'approche élastique symétrique. D'autre part, les déformations pour les faces en traction et en compression sont différentes. Comme à température ambiante, on retrouve une dissymétrie du champ de déformation axiale à haute température. C'est à 700°C que cette dissymétrie est la plus faible. Cette toute première observation est cohérente avec la courbe force-déplacement enregistrée à 700°C qui semble linéaire (Fig.3.36). Cette température correspond à la valeur pour laquelle les microfissures sont quasiment toutes refermées et la viscosité de la phase secondaire n'a pas encore d'influence à l'échelle macroscopique.

La figure 3.44 confirme les observations précédentes en représentant l'évolution de la position de l'axe neutre au cours des différents essais. Cette position τ est tracée directement à partir des résultats non filtrés issus de l'approche BEAM-DIC et de l'équation 3.13. A température ambiante, on retrouve le décalage progressif de l'axe neutre à cause de la propagation des microfissures en traction. A haute température, la même tendance est clairement observée même si les résultats sont logiquement très bruités au début des essais quand les déplacements mis en jeu sont encore trop faibles pour la corrélation d'images. La position finale de l'axe neutre peut être considérée comme un indice de dissymétrie entre les comportements en traction et en compression en fonction de la température.

A 600°C, le comportement mécanique est dissymétrique en raison des très nombreuses microfissures encore ouvertes ($\tau_{final} = 0,59 \pm 0,04$). C'est à 700°C que l'axe neutre est le plus proche de $\tau = 0,5$ ($\tau_{final} = 0,53 \pm 0,02$). C'est vers 700°C que le comportement du matériau est le moins dissymétrique et donc se rapproche le plus de l'élasticité linéaire. A 800°C comme à 900°C, l'axe neutre se décale progressivement, traduisant une différence de comportement

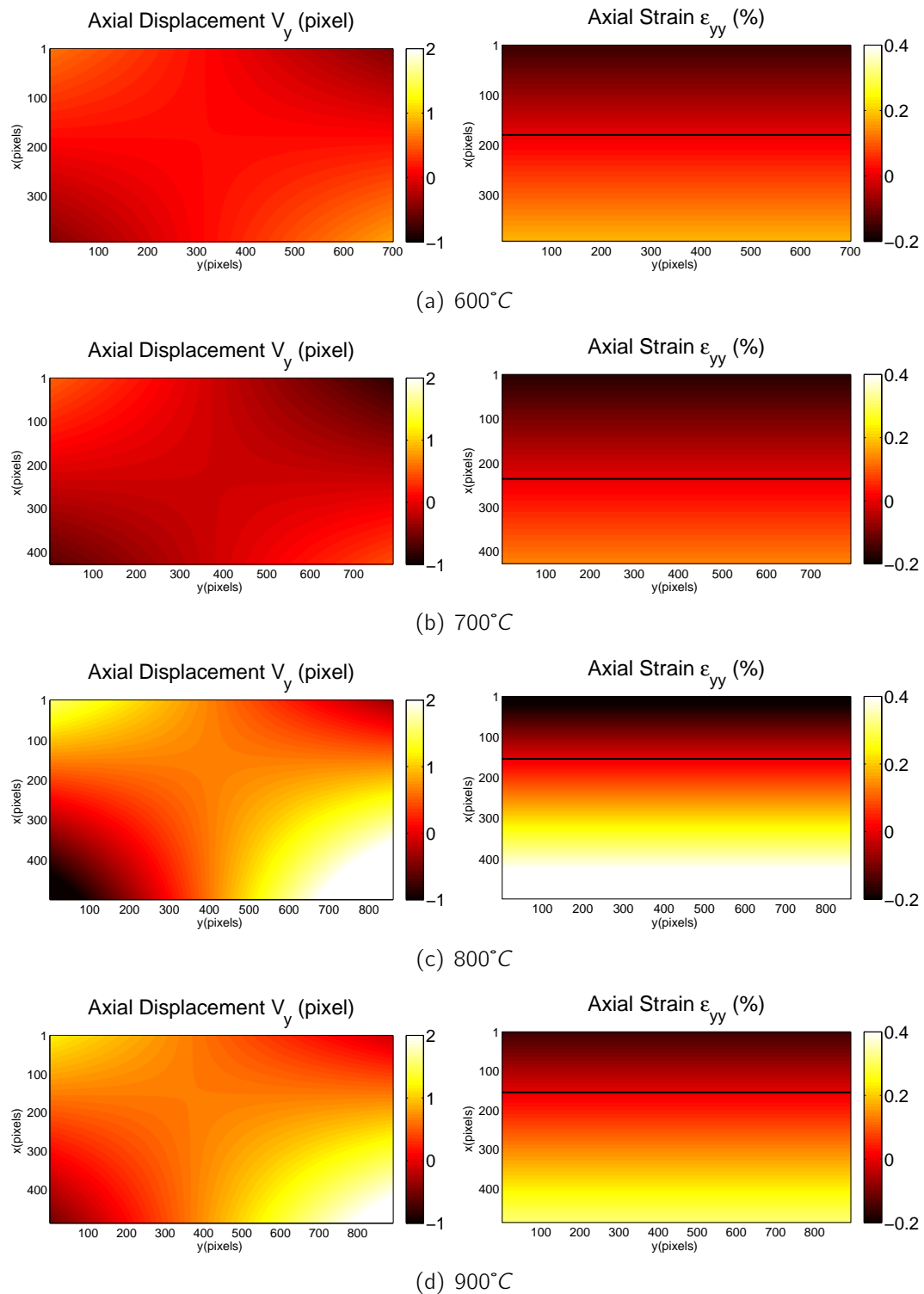


Figure 3.40: Déplacement V_y et déformation ϵ_{yy} à $P = P_{max}$ avec l'approche BEAM-DIC à haute température - l'axe neutre ($\epsilon_{yy}=0$) est représenté en noir.

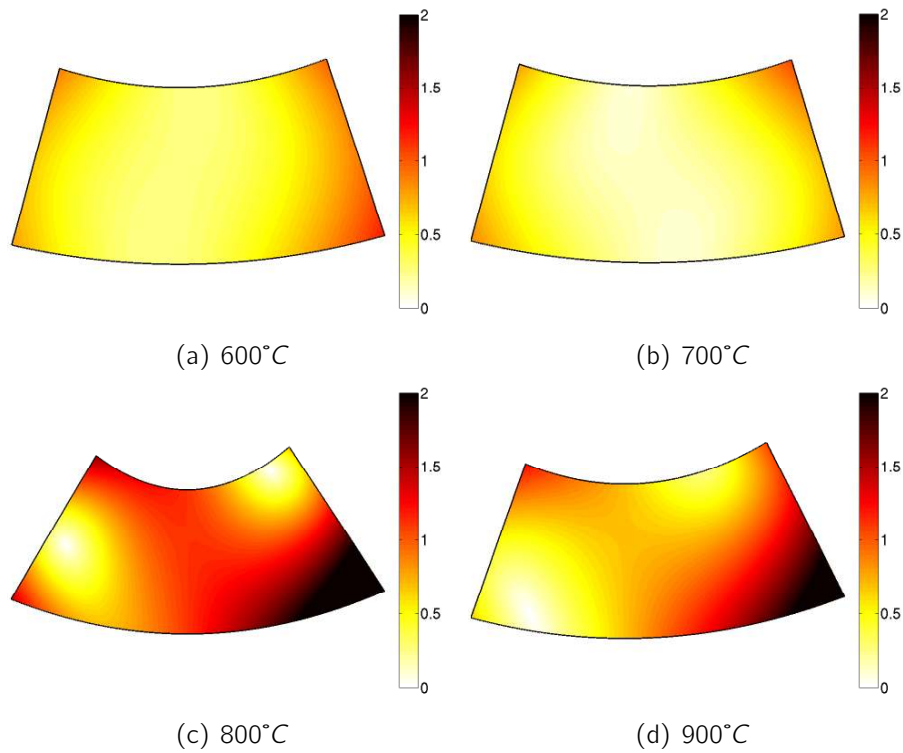


Figure 3.41: Zones d'intérêt déformées par le champ de déplacement ($\times 100$) avec l'approche BEAM-DIC en flexion à $P = P_{max}$.

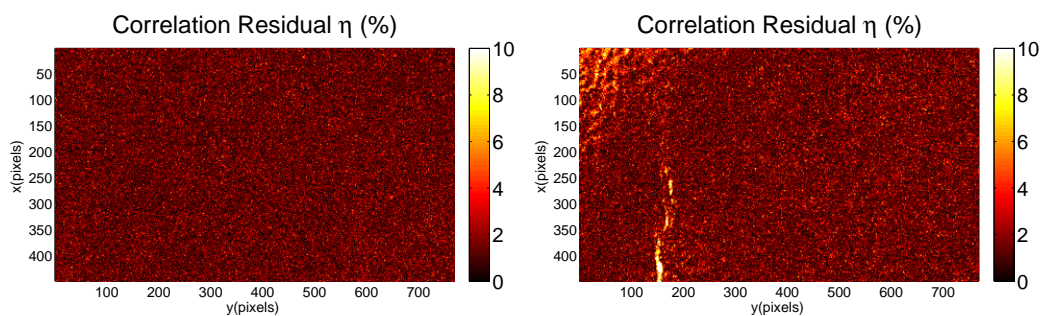


Figure 3.42: Carte d'erreur de corrélation de BEAM-DIC avant et après P_{max} à 900°C.

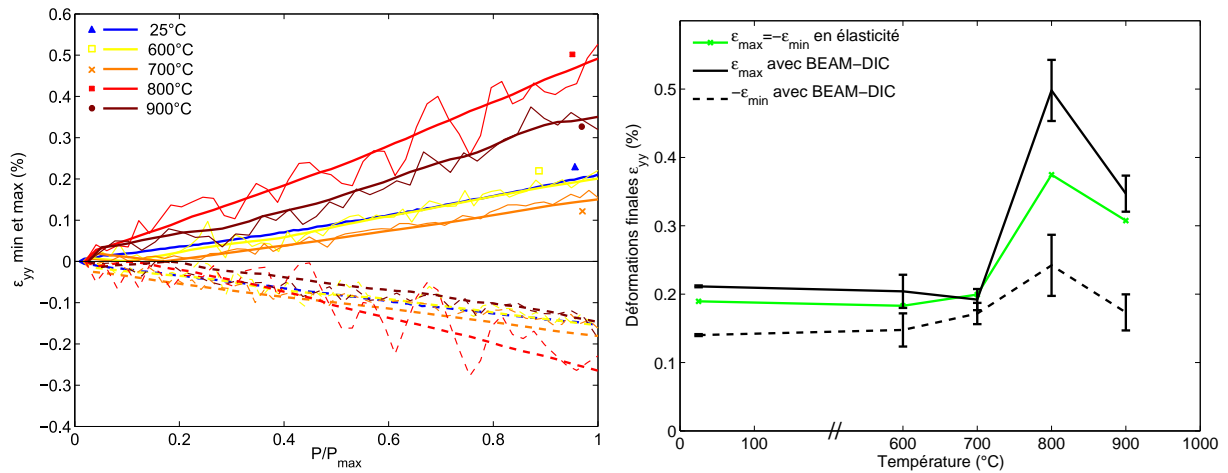


Figure 3.43: Déformations ϵ_{yy} pour les parties en traction (traits pleins) et en compression (traits en pointillés) - Données brutes (traits fins) et filtrées (traits épais).

en traction et en compression au niveau de la viscosité de la phase secondaire (respectivement $\tau_{final} = 0,67 \pm 0,05$ et $\tau_{final} = 0,66 \pm 0,06$). De telles dissymétries entre traction et compression ont été observées et modélisées pour la viscosité en fluage à haute température [DAV 79, MUN 99]. Bien que les courbes force-déplacement semblent plus linéaires à 800°C qu'à 900°C (Fig.3.30 et 3.36), l'axe neutre est tout autant décalé selon l'approche BEAM-DIC. Cela est une confirmation du rôle conjoint de la refermeture des microfissures et de la mobilité de la phase secondaire concernant la très forte augmentation des contraintes mesurées autour de 800°C. Néanmoins, distinguer la part respective de ces deux phénomènes n'est pas possible à partir des présentes données.

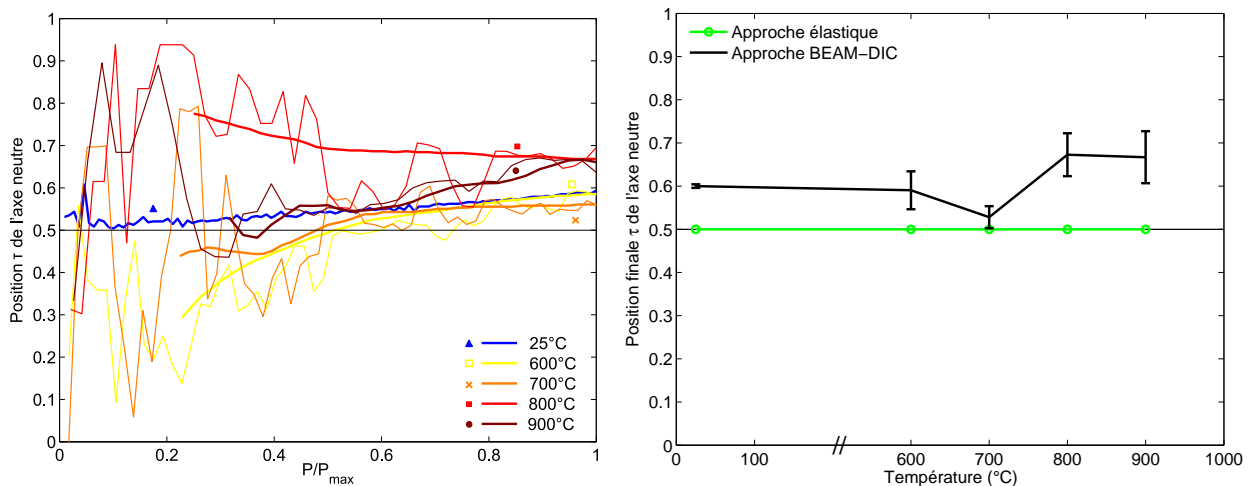


Figure 3.44: Evolution et position finale de l'axe neutre en flexion avec l'approche BEAM-DIC - Données brutes (traits fins) et filtrées (traits épais).

Les déplacements et les déformations ayant été mesurés grâce à l'approche BEAM-DIC, l'étape suivante consiste à identifier les lois de comportements correspondantes, comme cela a été fait à température ambiante (Sec.3.1.5).

3.2.4 Identification de lois de comportement en fonction de la température

Choix des modèles mécaniques

La section précédente a permis de mettre en relief les dissymétries entre les comportements en traction et en compression à haute température. L'objectif de cette section est de quantifier cette dissymétrie à travers l'identification d'un modèle mécanique pour chaque plage de température.

Les microfissures étant encore ouvertes à 600°C et 700°C, une loi de comportement endommageable est logiquement choisie de manière similaire à celle établie à température ambiante (Sec.3.1.5). Il convient d'identifier deux modèles à trois paramètres E_0 , a et b à partir des essais de flexion à 600°C et 700°C.

A 800°C et 900°C, c'est la phase secondaire visqueuse qui génère un comportement non-linéaire du matériau. Il conviendrait donc d'utiliser un modèle dédié à la viscoplasticité. Néanmoins, identifier un modèle viscoplastique à partir de ces quelques essais est impossible car tous ont été réalisés à la même vitesse de déformation. La notion de temps intrinsèque à la viscosité a été jusqu'ici ignorée dans la mesure où la durée des essais a été fixée par rapport à l'application de type filtre à particules Diesel. D'autre part, l'identification de trois paramètres par essai est déjà délicate en raison du bruit de mesure et donc des incertitudes sur les déformations axiales. Avant de développer une nouvelle méthodologie d'identification de modèles mécaniques plus complexes, il est préférable d'améliorer avant tout le dispositif expérimental et la qualité des images. Pour ces raisons pragmatiques, il est choisi d'identifier de nouveau deux lois de comportement endommageable à trois paramètres E_0 , a et b à partir des essais de flexion à 800°C et 900°C.

Au préalable, il convient de s'assurer de la satisfaction de l'hypothèse d'un comportement élastique en compression à haute température. Contrairement à la température ambiante, aucun essai de compression n'est réalisé dans le four avec visualisation et analysé avec l'approche UNIDIC (Sec.3.1.4). Les essais effectués dans le four non percé permettent néanmoins de connaître l'ordre de grandeur de la déformabilité du matériau en compression (Sec.3.2.2). La mesure du déplacement de la traverse ne permet pas de calculer directement la déformation homogène de l'échantillon mais une estimation reste possible car les essais ont été faits exactement dans les mêmes conditions quelle que soit la température. A température ambiante, l'approche UNIDIC a permis de mesurer la déformation élastique maximale en compression à $-0,5\%$. Or les déplacements mesurés au niveau de la traverse sont supérieurs à haute température alors que les échantillons ont tous la même longueur initiale (Fig.3.34). A haute température, il est donc raisonnable de penser que les déformations élastiques maximales en compression sont au moins du même ordre de grandeur, voire plus importantes, que $-0,5\%$. Dans la section précédente 3.2.3, il a été montré que les déformations mises en jeu dans les parties sollicitées en compression lors des essais de flexion quatre points restent de l'ordre de $-0,2\%$ quelle que soit la température (Fig.3.43). Il paraît ainsi légitime de supposer que le comportement reste ici élastique dans les parties sollicitées en compression à haute température.

Identification des différents paramètres constitutifs E_0 , a et b

La démarche d'identification est exactement la même qu'à température ambiante (Sec.3.1.5). Connaissant les champs de déformation axiale calculés avec l'approche BEAM-

DIC et supposant un jeu connu de trois paramètres, la force P_{iden} recalculée sur une section verticale est comparée à celle P_{exp} mesurée expérimentalement par la cellule de force (Eq.3.21). Grâce à un algorithme de type Levenberg-Marquardt, la différence entre ces deux forces est minimisée itérativement pour obtenir le plus précisément possible les valeurs des trois paramètres (Eq.3.22 et 3.23).

Par rapport aux travaux d'identification réalisés à température ambiante, il faut simplement noter deux différences. On utilise une pénalisation des solutions conduisant à un comportement adoucissant. Cette condition est ajoutée car il a été vérifié que c'est l'initiation et la propagation contrôlée d'une fissure qui conduit à un comportement mécanique que l'on peut croire adoucissant (Fig.3.42). Les solutions doivent vérifier la condition suivante :

$$\frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \geq 0 \quad (3.25)$$

D'autre part, la minimisation entre les valeurs expérimentales et recalculées des forces n'est pas faite pour les toutes premières images correspondant au début des essais. Les déplacements mis en jeu étant très faibles par rapport au bruit de mesure, les valeurs, mêmes filtrées, des déformations axiales et de la position de l'axe neutre ne sont pas significatives.

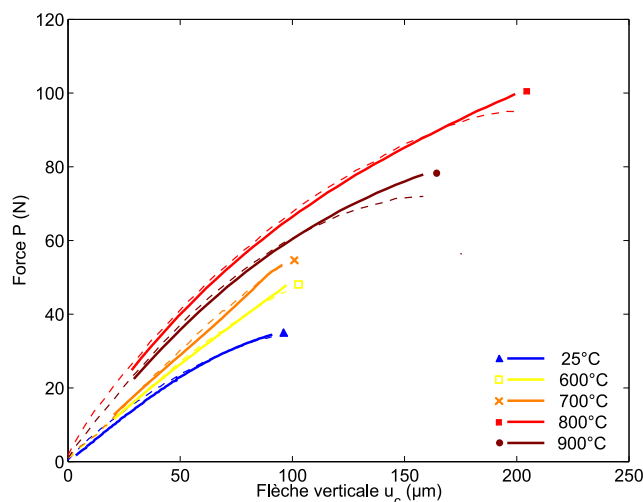


Figure 3.45: Forces identifiées (traits pleins) et expérimentales (traits pointillés) à haute température.

La figure 3.45 présente les forces identifiées et expérimentales pour chaque température. Les différentes minimisations se déroulent avec succès, conduisant à une très bonne correspondance entre les courbes (6% en moyenne). Il faut cependant noter de petites divergences à la fin des essais à 800°C et 900°C. Cela peut s'expliquer soit par les trop grandes incertitudes sur les champs de déformation, soit par le fait que le modèle d'endommagement utilisé n'est effectivement pas approprié au comportement réel du matériau à ces températures. Quoiqu'il en soit, il est possible de tracer les courbes contrainte-déformation pour chaque température (Fig.3.46). Toutes les valeurs des paramètres identifiés sont résumées dans le tableau 3.2. Il faut noter que les valeurs identifiées de nouveau à température ambiante sont très proches de celles identifiées dans la section précédente (Tab.3.1).

Température (°C)	E_0 (GPa)	a (-)	b (%)	D_{max} (-)
25	$5,89 \pm 0,04$	$0,887 \pm 0,02$	$0,138 \pm 0,003$	$0,70 \pm 0,01$
600	$6,33 \pm 0,61$	$0,76 \pm 0,10$	$0,26 \pm 0,05$	$0,41 \pm 0,06$
700	$6,40 \pm 0,42$	$0,58 \pm 0,08$	$0,44 \pm 0,03$	$0,21 \pm 0,04$
800	$7,76 \pm 0,89$	$0,82 \pm 0,07$	$0,29 \pm 0,04$	$0,67 \pm 0,05$
900	$8,48 \pm 0,85$	$0,99 \pm 0,07$	$0,30 \pm 0,05$	$0,68 \pm 0,04$

Tableau 3.2: Valeurs des paramètres constitutifs identifiés à haute température.

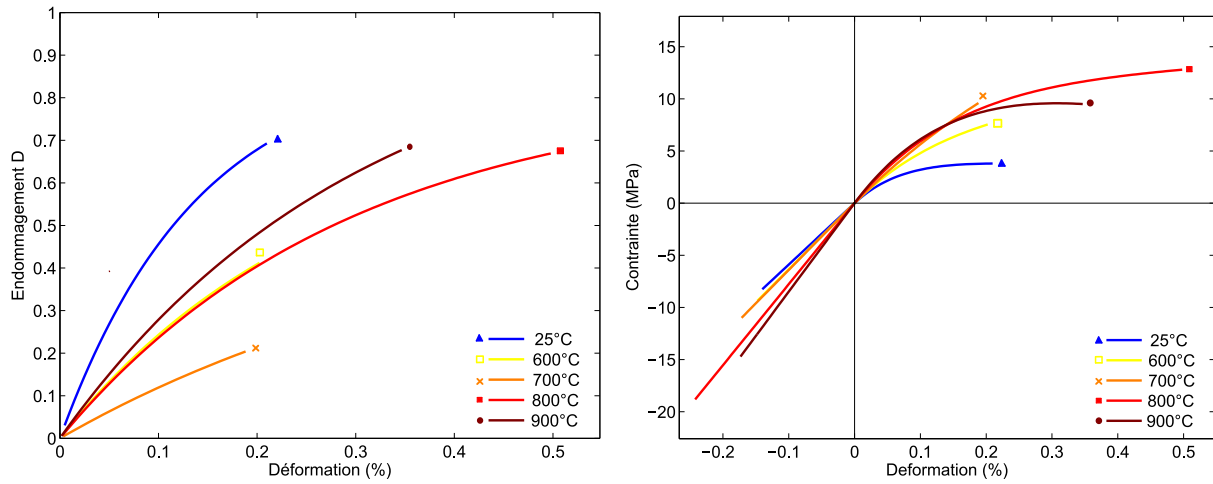


Figure 3.46: Lois d'endommagement et de comportement identifiées à haute température.

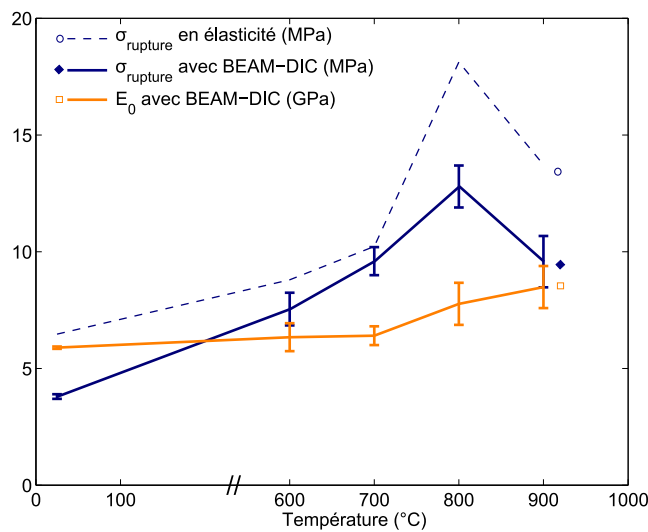


Figure 3.47: Evolution du module de Young et de la contrainte à rupture à haute température.

Ces paramètres permettent de décrire l'évolution du comportement mécanique du matériau à haute température. Ces lois d'endommagement peuvent donc être utilisées au sein d'une simulation éléments finis pour calculer les contraintes mises en jeu pour une structure sollicitée thermomécaniquement. A température ambiante comme à haute température, une telle identification de lois de comportement n'avait pas encore été réalisée dans la littérature concernant les céramiques poreuses endommageables, tel le titanate d'aluminium.

A partir de ces paramètres identifiés, il est également possible de tracer l'évolution du comportement dissymétrique du matériau (Fig.3.46) ainsi que du module de Young et de la contrainte à rupture en fonction de la température (Fig.3.47). On retrouve alors les mêmes évolutions que précédemment : une augmentation de la contrainte à rupture jusqu'à 800°C grâce à la refermeture des microfissures puis à la viscosité de la phase secondaire. Le maximum est atteint à 800°C avant qu'une légère baisse à 900°C apparaisse lorsque la viscosité de la phase secondaire devient trop faible pour lui permettre de conserver son rôle initial de renforcement du titanate d'aluminium. Par rapport aux contraintes à rupture calculées élastiquement et symétriquement, l'approche BEAM-DIC conduit à des valeurs inférieures de 7% à 30%. C'est à 800°C et 900°C que la différence est la plus importante entre les deux approches. C'est à 700°C que cette différence est la plus faible puisque le comportement matériau n'est alors que très peu endommageable ($D_{max} = 0,21$).

Quant au module de Young, il reste proche de 6GPa jusqu'à 700°C. On retrouve les mêmes valeurs que celles issues des courbes force-déplacement (Fig.3.31). A 800°C et 900°C, on observe une augmentation autour de 8GPa qui n'avait pas été observée préalablement (Fig.3.31). Cette légère divergence ne provient pas de la méthode d'identification mais de l'histoire thermique subie par les échantillons dans le four avec visualisation. Pour atteindre des températures comprises entre 800°C et 900°C, il est nécessaire d'attendre un peu plus longtemps que les 40-45 minutes de l'approche standard sur le four non percé (Tab.2.4 et 2.5). Or il a été montré que maintenir les échantillons à haute température pouvait conduire à l'émoussement des microfissures dès 800°C (Fig.3.32). L'augmentation du module de Young à 800°C et 900°C est vraisemblablement une conséquence de l'histoire thermique subie par les échantillons dans le four avec visualisation. D'ailleurs, on peut déjà noter cette légère augmentation de rigidité directement sur les courbes force-déplacement des essais concernés (Fig.3.36).

Ces différents résultats quantifiant la dissymétrie de comportement mécanique et identifiant des modèles endommageables constituent une amélioration indéniable par rapport aux travaux effectués dans la littérature concernant les aspects mécaniques du titanate d'aluminium (Sec.1.1.3).

Perspectives d'améliorations

L'utilisation de l'approche BEAM-DIC a permis d'identifier avec succès des lois de comportement pour différentes plages de température. Pour obtenir des incertitudes plus faibles, deux voies sont à explorer. Premièrement, il serait probablement possible d'optimiser de nouveau l'approche de corrélation d'images et d'identification en termes de convergence de l'algorithme, de méthodes de filtrage ou de lois de comportements à identifier. D'autre part, une meilleure précision finale pourrait être obtenue en ayant des images de meilleure qualité.

Cette deuxième solution dite expérimentale semble être la perspective la plus simple. Ajouter à l'intérieur du four une source de lumière supplémentaire est nécessaire pour continuer ces travaux. Concernant le rayonnement de type corps noir, il existe des solutions dans la littérature,

telle l'utilisation d'une lumière bleue (Sec.1.4.3 et Fig.1.36). Il conviendrait aussi à terme de diminuer encore les fluctuations thermiques de l'air situé entre la fenêtre du four et l'objectif. Bien que toutes ces solutions soient plus difficiles à mettre en œuvre dans un four fermé, cela permettrait d'améliorer grandement la qualité des images et ainsi la précision de toute la méthodologie de mesure et d'identification.

3.3 Conclusion

Dans ce troisième chapitre, l'objectif était d'étudier et d'identifier des lois de comportement du matériau en fonction de la température.

Deux approches de la corrélation ont été développées spécifiquement pour des essais de flexion quatre points BEAM-DIC et des essais uniaxiaux UNI-DIC. Ces approches intégrées utilisent chacune des décompositions sur des fonctions de forme spécifiques et permettent d'inclure les quantités recherchées parmi les degrés de liberté de la mesure. Appliquées à des essais à température ambiante, des déformations ont ainsi pu être mesurées avec des incertitudes de l'ordre de 0,01%. Les déformations étant en flexion près de deux fois plus importantes sur la face en traction que sur celle en compression, il a été possible de mettre en évidence le comportement mécanique dissymétrique du matériau en raison de la propagation des microfissures en traction. Le décalage de l'axe neutre en flexion mesuré avec l'approche BEAM-DIC confirme les limitations des formules élastiques et symétriques, pourtant souvent utilisées pour des matériaux microfissurés. Pour une taille d'échantillon donnée, une loi d'endommagement a été identifiée avec succès pour représenter et quantifier le comportement quasi-fragile du matériau. Les résultats sont validés par le fait que le module de Young identifié corresponde à celui mesuré par méthode vibratoire et en traction et compression par l'approche UNI-DIC. Avec cette méthodologie, la contrainte à rupture du matériau est correctement mesurée à l'inverse des formules élastiques qui conduisent à des surestimations de 40% particulièrement préjudiciables pour une conception optimisée à l'échelle industrielle.

A haute température, le comportement du matériau a été tout d'abord caractérisé à travers des essais de flexion et de compression sans corrélation d'images. Lors de la refermeture des microfissures jusqu'à 750°C, la non-linéarité du comportement mécanique semble diminuer d'après les courbes force-déplacement. A 800°C, les contraintes à rupture augmentent fortement grâce à la refermeture totale des microfissures et l'apparition d'une mobilité de la phase secondaire. Vers 900°C, on observe un comportement mécanique avec une non linéarité très marquée due à la viscosité de la phase secondaire, la rupture est alors stable. A 1000°C, le matériau perd en déformabilité en raison de l'importante baisse de la viscosité de la phase secondaire qui la prive presque totalement de son rôle de renforcement. Pour des températures supérieures à 1100°C, le comportement de titanate d'aluminium lui-même devient plastique. Cette céramique est donc caractérisée par une forte succession de comportements mécaniques dont les différentes températures de transition ont été identifiées.

La corrélation d'images BEAM-DIC est enfin utilisée pour mesurer les champs de déformations à haute température à partir des images prises dans le four avec visualisation. Au-delà du bruit de mesure dû à la qualité de ces images, il est possible d'estimer les déformations et la position finale de l'axe neutre. A haute température, ce dernier se décale systématiquement en raison d'une dissymétrie entre les parties en traction et en compression. A 700°C, la différence

entre les déformations calculées de manière élastique et symétrique et celles mesurées par l'approche BEAM-DIC est minime. Les microfissures étant quasiment toutes refermées à cette température, le comportement mécanique est logiquement très proche de la linéarité. Observée à 800°C et 900°C, la dissymétrie de comportements en traction et en compression provient du comportement non-linéaire de la phase secondaire visqueuse. De la même manière que cela a été fait à température ambiante, des lois d'endommagement sont identifiées avec succès pour chaque plage de température. De nouveau, les contraintes à la rupture sont en réalité jusqu'à 30% inférieures à celles calculées avec les formules élastiques symétriques. Pour diminuer les incertitudes finales sur les lois identifiées, la principale perspective de ces essais est l'amélioration du dispositif expérimental et d'acquisition d'images à haute température. Quoi qu'il en soit, ces lois de comportement peuvent être désormais utilisées dans une simulation par éléments finis pour prédire les contraintes au sein d'une structure sollicitée thermomécaniquement. Pour les filtres à particules Diesel, la haute résistance mécanique du matériau identifiée vers 800°C joue vraisemblablement un rôle essentiel quant à la tenue thermomécanique des filtres à base de titanate d'aluminium en cas de choc thermique.

A température ambiante comme à haute température, cette méthodologie couplant corrélation d'images et identification a permis d'enrichir les résultats obtenus à partir des courbes force-déplacement, quant à la caractérisation du comportement mécanique de cette céramique à base de titanate d'aluminium. Ces différents travaux constituent des grandes améliorations par rapport aux études effectuées dans la littérature sur le titanate d'aluminium. Le comportement à rupture de ce matériau est quant à lui étudié dans le chapitre 4.

4

Identification de comportements à rupture par corrélation d'images 2D

Dans ce quatrième chapitre, le comportement à rupture de la céramique à base de titanate d'aluminium est étudié à partir d'essais de flexion entaillée à température ambiante et à haute température. L'utilisation d'approches intégrées de corrélation d'images, telles BEAM-DIC et UNI-DIC, est poursuivie. A l'inverse de la méthode des complaisances, l'utilisation d'une décomposition du déplacement sur les séries de Williams, approche nommée I-DIC, permet de mesurer la longueur de fissure et les facteurs d'intensité des contraintes. A partir d'une régularisation mécanique, l'approche R-DIC permet de décrire simultanément l'équilibre du matériau, sa fissuration et ces modes d'endommagement à température ambiante. A haute température, les essais de flexion entaillée indiquent une forte dépendance de la résistance à la propagation de fissure du matériau en fonction de la température. Les rôles des microfissures et de la viscosité de la phase secondaire sont confirmés par des observations MEB. L'approche I-DIC permet enfin de mettre en évidence les divers comportements à rupture à haute température.

Sommaire du chapitre 4

4.1	Comportement à rupture à température ambiante	112
4.1.1	Analyse des essais de flexion entaillée avec l'approche FE-DIC	112
4.1.2	Présentation et application de l'approche de corrélation d'images I-DIC	115
4.1.3	Application de l'approche R-DIC en flexion entaillée	121
4.2	Comportement à rupture à haute température	128
4.2.1	Essais de flexion entaillée à haute température	128
4.2.2	Observations de fissures <i>post-mortem</i> au MEB	130
4.2.3	Application en flexion entaillée à haute température avec l'approche I-DIC	132
4.3	Conclusion	137

4.1 Comportement à rupture à température ambiante

4.1.1 Analyse des essais de flexion entaillée avec l'approche FE-DIC

Résultats des essais de flexion entaillée à température ambiante

L'essai de flexion entaillée permet de caractériser le comportement à rupture des matériaux (Sec.1.3.1). Facile à mettre en œuvre, il permet de quantifier la ténacité d'un matériau ainsi que son éventuelle résistance à la propagation de fissure.

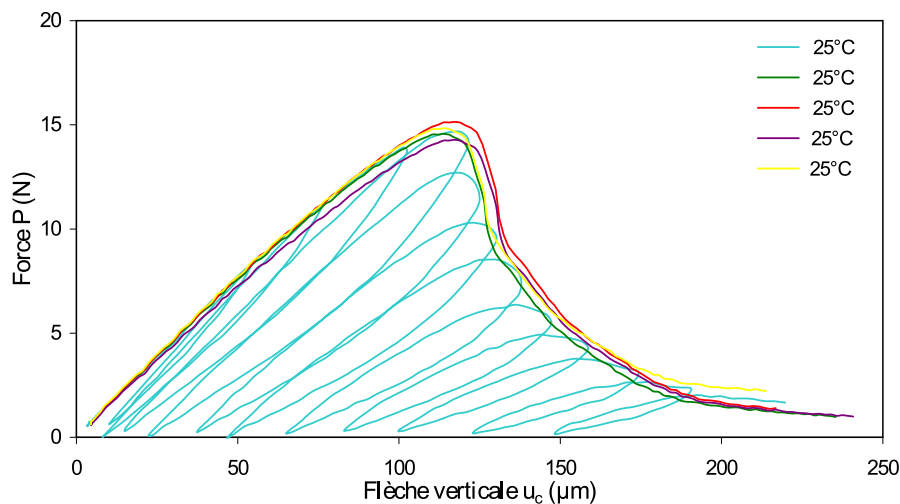


Figure 4.1: Courbes $P - u_c$ de flexion entaillée à température ambiante.

A température ambiante, le protocole expérimental des essais de flexion entaillée a été décrit précédemment (Sec.2.3.1). La figure 4.1 présente les courbes force-déplacement enregistrées. Pour une entaille initiale a_0 égale à 1 mm ($\alpha_0 = 0,14$), la force maximale moyenne est de $P_{max} = 14,8 \pm 0,4\text{ N}$, pour une flèche verticale à rupture de $u_c = 117 \pm 4\text{ }\mu\text{m}$. Ces faibles incertitudes, inférieures à 3%, indiquent une excellente reproductibilité des essais sur une céramique pourtant microfissurée. Une telle reproductibilité a déjà été observé avec les essais de flexion non entaillée qui ont permis d'estimer un module de Weibull de l'ordre de $m = 40$ (Sec.3.1.3). Dans notre cas, le nombre de défauts (microfissures et pores) dans la microstructure est très important. Cette forte densité homogène de défauts explique la faible dispersion des résultats [XAV 08].

La fissure principale se propage de manière stable et contrôlée. En observant au MEB l'échantillon fissuré, on constate de nombreux mécanismes de renforcement comme de la microfissuration, du branchement ou encore du pontage (Fig.4.2). En effet, les microfissures d'origine thermique du titanate d'aluminium s'ouvrent et interagissent lorsque la fissure principale se rapproche. A l'échelle microscopique, ces mécanismes de renforcement dissipent de l'énergie lors de la propagation et expliquent le fait que la fissure se propage de manière stable pour cette céramique.

L'analyse de ces essais de flexion entaillée consiste à calculer la courbe-R du matériau, courbe qui représente l'évolution du facteur d'intensité des contraintes au cours de la propagation (Sec.1.2.3). Connaître la longueur de la fissure au cours de l'essai est alors nécessaire. Dans le cadre de la MLER, la méthode des complaisances est également utilisée dans notre cas; les résultats obtenus seront présentés ultérieurement (Fig.4.9). Cette méthode étant souvent

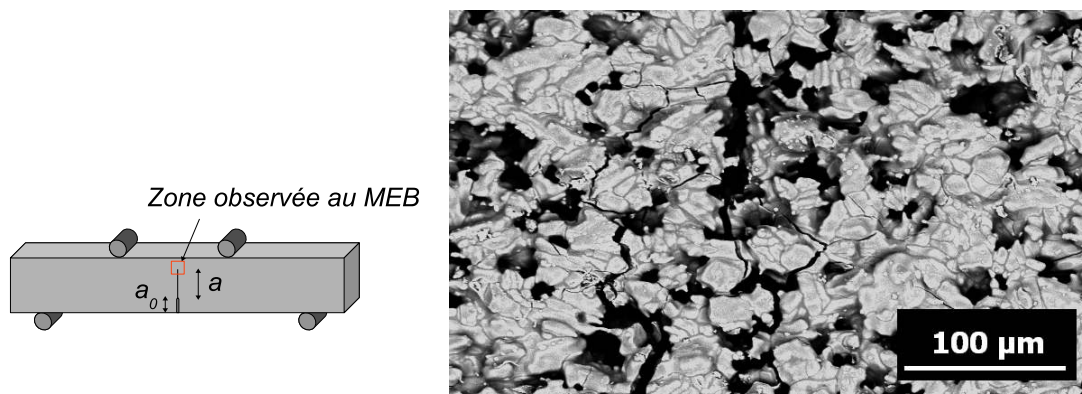


Figure 4.2: Observation au MEB (BSE) d'une zone microfissurée en pointe de fissure vers le ligament en compression.

employée pour analyser la propagation de fissure, il est décidé de la confronter à différentes techniques de corrélation d'images, en termes de résistance à la propagation de fissure de ce matériau quasi-fragile.

Utilisation de l'approche FE-DIC en flexion entaillée

Pour mesurer des déplacements par corrélation d'images à partir de l'équation du flot optique, le choix des fonctions de forme est primordial pour la décomposition du champ de déplacement (Eq.1.44). Présentée précédemment, l'approche FE-DIC repose sur des fonctions de forme de type éléments finis (Sec.3.1.1). Très polyvalente, cette approche de corrélation d'images est tout d'abord utilisée pour étudier les essais de flexion entaillée.

Lors de ces essais de flexion entaillée, des images de la partie centrale, située entre les appuis supérieurs, ont été prises (Sec.2.3.1). Un maillage composé de quadrangles Q4 de 32 pixels de côté est utilisé (Fig.4.3). La figure 4.4 présente les champs de déplacement et d'erreur de corrélation pour l'image déformée à $u_c = 127\mu m$ lorsque la fissure a quasiment traversé l'échantillon. La cinématique globale de l'essai est correctement mesurée, comme l'illustre le maillage déformé (Fig.4.5). Le déplacement axial V_y est discontinu au niveau de la fissure (± 1 pixel). La carte d'erreur de corrélation R_{cor} permet de visualiser la fissure sur cet essai de flexion entaillée. Les fonctions éléments finis Q4 étant intrinsèquement continues, elles ne peuvent décrire les champs de déplacement au niveau des discontinuités. Faible sur l'ensemble de la région Ω ($R_{cor} = 1, 1\%$ en moyenne), l'erreur de corrélation associée à la solution obtenue par l'approche FE-DIC est effectivement maximale au niveau de la fissure (Fig.4.4). Toutefois, il reste difficile de déterminer la position de la pointe de la fissure à partir de la carte d'erreur ; cela sera néanmoins réalisé (Fig.4.9). Une seconde limitation de cette approche FE-DIC réside dans l'impossibilité d'obtenir directement les valeurs des facteurs d'intensité des contraintes [ROU 06]. Nécessitant l'utilisation d'une intégrale J (Eq.1.22), un tel calcul *a posteriori* risque d'être imprécis dans notre cas. En effet, les résultats FE-DIC sont très bruités en raison des faibles déformations mises en jeu lors de la rupture de cette céramique ($\epsilon_{max} = +0, 23\%$).

Pour ces différentes raisons, il est préférable d'utiliser une approche intégrée de corrélation d'images basée sur une décomposition cinématique spécifique à ce problème de fissuration.

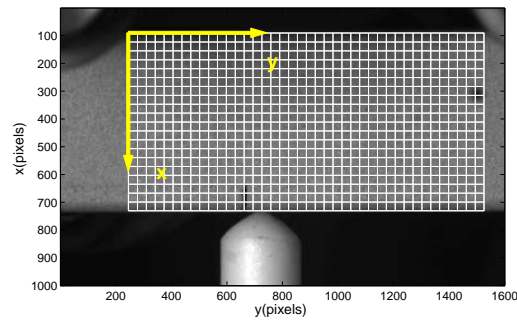


Figure 4.3: Image de référence et maillage (Éléments $Q4 = 32$ pixels) pour l'approche FE-DIC en flexion entaillée (1 pixel = $10,9\mu m$). On remarque la présence de deux appuis supérieurs du montage de flexion ainsi que le capteur LVDT.

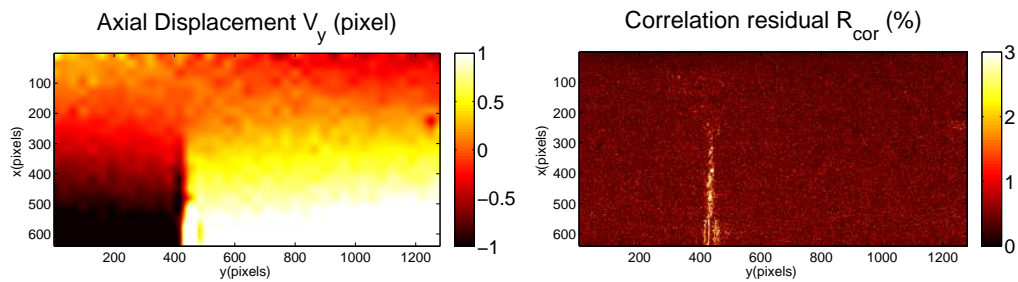


Figure 4.4: Déplacement et erreur de corrélation en flexion entaillée avec l'approche FE-DIC à $u_c = 127\mu m$.

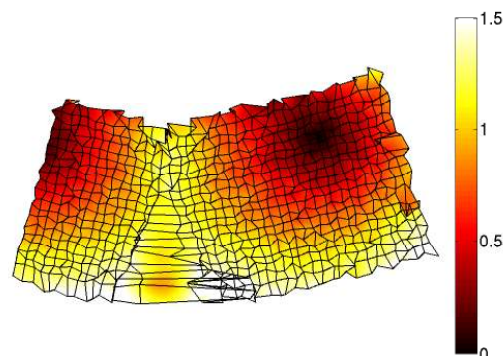


Figure 4.5: Maillage déformé ($\times 100$) par le champ de déplacement avec l'approche FE-DIC à $u_c = 127\mu m$.

4.1.2 Présentation et application de l'approche de corrélation d'images I-DIC

Présentation de l'approche de corrélation d'images I-DIC basée sur les séries de Williams

Dans le cadre de la mécanique de la rupture, la discontinuité du déplacement de part et d'autre des lèvres de la fissure peut être mesurée par corrélation d'images à l'aide de fonctions enrichies de type X-FEM [RÉT 08]. Nommée X-DIC, cette méthode permet localement de prendre en compte le saut de déplacement au niveau de la fissure, mais présente les mêmes limitations que l'approche FE-DIC : très nombreux degrés de liberté à déterminer et pas d'extraction directe des facteurs d'intensité des contraintes. Il convient donc de détailler ici une seconde technique, dédiée également à la mécanique de la rupture, qui intègre la cinématique globale décrite par les séries de Williams. Ces séries sont des expressions analytiques du champ de déplacement autour d'une fissure [WIL 57], pouvant être utilisées comme fonctions de forme pour la corrélation d'images [ROU 06, RÉT 09b, ROU 09].

Les séries de Williams sont calculées pour une fissure droite semi-infinie (selon l'axe x_1) située dans un milieu 2D élastique linéaire isotrope et homogène, les lèvres de la fissure n'interagissant pas entre elles. Les notations sont celles indiquées sur la figure 1.16. L'expression du champ de déplacement est une double série. Elle s'exprime soit dans un repère polaire $(r; \theta)$, soit dans un repère complexe $(z = re^{i\theta})$. Dans ce dernier cas, les déplacements en mode I et II s'expriment sous la forme suivante [WIL 57] :

$$\begin{cases} \phi_n^I(z) = \phi_n^I(r, \theta) = r^{n/2} (\kappa e^{in\theta/2} - \frac{n}{2} e^{i(4-n)\theta/2} + (\frac{n}{2} + (-1)^n) e^{-in\theta/2}) \\ \phi_n^{II}(z) = \phi_n^{II}(r, \theta) = ir^{n/2} (\kappa e^{in\theta/2} + \frac{n}{2} e^{i(4-n)\theta/2} - (\frac{n}{2} - (-1)^n) e^{-in\theta/2}) \end{cases} \quad (4.1)$$

Ces expressions sont des fonctions homogènes à la distance r par rapport à la pointe de la fissure. En fonction de l'ordre n , chaque champ a une signification différente.

Les champs élastiques de déplacement, associés à des énergies de déformations finies, sont générés par les champs d'ordre $0 \leq n < \infty$. Les champs avec un ordre impair sont discontinus de part et d'autre de la fissure, alors que les champs d'ordre pair sont continus sur l'ensemble du domaine. Le champ d'ordre $n = 0$ correspond à une translation parallèle à la fissure en mode I et orthogonale à la fissure en mode II. Les champs d'ordre $n = 1$ sont proportionnels aux solutions analytiques de déplacements décrites dans l'équation 1.17. L'amplitude des champs $n = 1$ est donc directement proportionnelle aux facteurs d'intensité des contraintes K^I, K^{II} . Pour tenir compte de la distinction introduite dans la section 1.2.3, il s'agit ici des facteurs d'intensité des contraintes dits cinématiques qui représentent l'intensité du champ de déplacement. Les champs d'ordre $n = 2$ correspondent à la constante dite 'T-stress' en mode I et à une rotation de corps rigide autour de la pointe de la fissure en mode II. Les champs d'ordre supérieur traduisent l'influence des conditions aux limites dans le cas d'un milieu non infini. Cet ensemble de champs permet de décrire les différents types de déplacement autour d'une fissure dans un milieu élastique.

Les champs d'ordre $\infty < n < 0$ sont qualifiés de supersinguliers et n'ont pas directement de sens d'un point de vue physique. Il est néanmoins nécessaire de les prendre en compte dans la mesure, non pour décrire la cinématique autour de la fissure, mais pour en vérifier la validité. Une mauvaise estimation de la localisation de la pointe de fissure ou l'influence d'une zone FPZ relativement grande peut être quantifiée grâce aux champs d'ordre $n < 0$. Par exemple,

supposons que la pointe de la fissure ait été estimée à tort à une distance d de la position réelle de la fissure selon l'axe ($\theta = 0$). En raison de cette mauvaise estimation, les valeurs α_n^j obtenues par corrélation d'images sont donc inexactes, appelons les $\tilde{\alpha}_n^j$ où j correspond au mode de sollicitation :

$$v(z+d) = \sum_{n,j} \tilde{\alpha}_n^j \phi_n^j(z+d) \quad (4.2)$$

En procédant par récurrence et par linéarisation avec l'équation 4.3, il est possible de relier les valeurs de $\tilde{\alpha}_n^j$ à celles α_n^j qui auraient du être obtenues avec la position réelle de la pointe de la fissure [ROU 09] :

$$\frac{\partial \phi_n^j}{\partial x_1} = \frac{n}{2} \phi_{n-2}^j \quad (4.3)$$

$$\alpha_n^j = \tilde{\alpha}_n^j - \frac{n+2}{2} d \tilde{\alpha}_{n+2}^j \quad (4.4)$$

Théoriquement, l'influence α_{-1}^j du champ d'ordre $n = -1$ doit être nulle, sans quoi cela correspondrait à une énergie de déformation infinie quand $r \rightarrow 0$. Si ce n'est pas le cas en raison d'une mauvaise estimation de la position de la fissure, on obtient donc une valeur non nulle pour $\tilde{\alpha}_{-1}^j$. En écrivant l'équation de récurrence 4.4 pour $n = -1$ et en supposant $\alpha_{-1}^j = 0$, la distance d est directement estimée grâce au rapport entre $\tilde{\alpha}_1^j$ et $\tilde{\alpha}_{-1}^j$:

$$d = \frac{2\tilde{\alpha}_{-1}^j}{\tilde{\alpha}_1^j} \quad (4.5)$$

Grâce à l'équation 4.5, la distance d entre les positions estimée et réelle de la pointe de fissure peut être quantifiée. Le repère polaire est alors décalé de la distance $-d$ le long de l'axe ($\theta = 0$) et un nouveau calcul de corrélation est effectué pour vérifier si α_{-1}^j est effectivement égal à zéro. La minimisation de la contribution du champ supersingulier ϕ_{-1}^j réalisée de manière itérative permet de positionner correctement sur l'axe ($\theta = 0$) la pointe de fissure élastique équivalente [ROU 06].

Le champ supersingulier $n = -3$ correspond à l'influence de la zone endommagée FPZ. Une fois la pointe de la fissure correctement localisée, il est possible de montrer que le rayon de la taille FPZ peut être estimé à travers la relation suivante :

$$r_{FPZ}^2 = \frac{-8\alpha_{-3}^j}{\alpha_1^j} \quad (4.6)$$

Une étude plus approfondie de la signification de ces champs supersinguliers a été réalisée dernièrement [HEN 10].

Les séries de Williams peuvent donc être utilisées comme fonctions de forme pour la décomposition du champ de déplacement de corrélation d'images :

$$v(z) = \sum_{n,j} \alpha_n^j \phi_n^j(z) \quad (4.7)$$

où α_n^j sont les degrés de libertés de la mesure. La contribution de chaque champ $\phi_n^j(r, \theta)$ d'ordre n est proportionnelle à l'amplitude de α_n^j . En cherchant à minimiser la valeur du champ ϕ_{-1}^j , il est possible d'obtenir précisément la position de la pointe de la fissure élastique équivalente. La valeur α_1^j correspond directement au facteur d'intensité des contraintes en mode I [ROU 06, HAM 07].

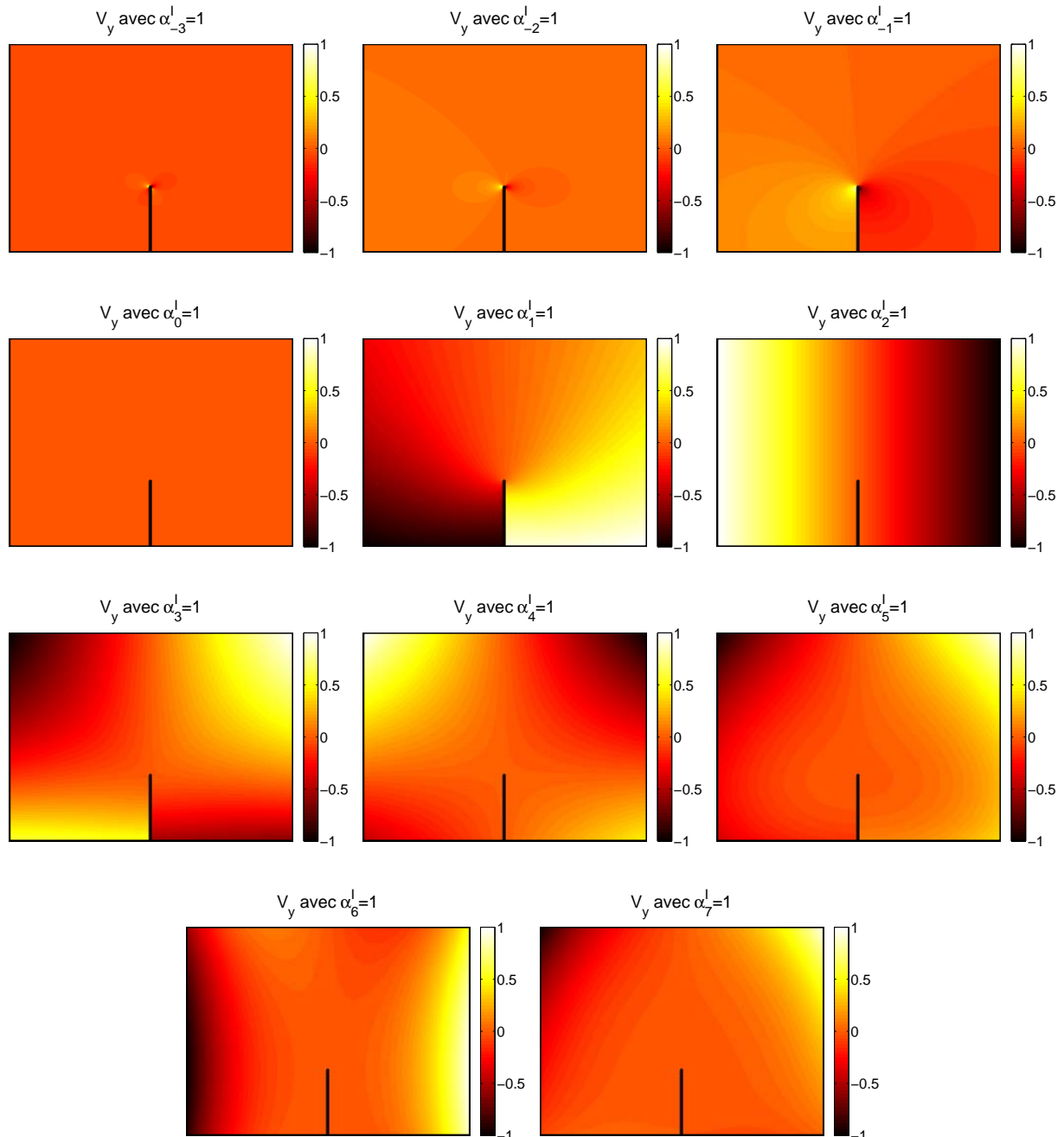


Figure 4.6: Champs de déplacement normalisés autour d'une fissure selon les séries de Williams - $j = l$ et $n = -3$ à $+7$.

Il faut noter qu'une petite région autour de la fissure doit être exclue de la région Ω étudiée par corrélation d'images. En effet, les solutions élastiques (Eq.4.1) ne peuvent décrire les phénomènes locaux situés en pointe de fissure (plasticité, endommagement...). De plus, les champs supersinguliers deviennent infinis quand r tend vers 0.

Pour une meilleure compréhension et visualisation de cette approche de corrélation d'images, les séries de Williams sont tracées pour $j = I$ et $n = -3$ à 7 (Fig.4.6). Il est intéressant de visualiser les contributions relatives de chacun des champs représentés : certains concernent le déplacement au voisinage de la fissure, d'autres décrivent les déplacements loin de la fissure.

A partir des champs de déplacement autour de la fissure, cette approche de la corrélation d'images est une méthode d'identification donnant accès à des grandeurs cinématiques ou mécaniques primordiales pour la caractérisation de la rupture des matériaux. Faisant partie de la famille des approches intégrées de corrélation d'images, cette méthode, basée sur les séries de Williams et ici appelée I-DIC ('Integrated Digital Image Correlation'), est appliquée à l'étude de la fissuration de la céramique à base de titanate d'aluminium.

Application en flexion entaillée de l'approche I-DIC

La figure 4.7 présente l'image de référence, ainsi que la zone d'intérêt Ω utilisée pour l'approche I-DIC sur les essais de flexion entaillée. Comme expliqué précédemment, il faut utiliser un masque au voisinage de la fissure. Il est nécessaire de le choisir le plus petit possible afin que les champs supersinguliers permettent correctement de mesurer la position de la fissure [RET 11]. La fissure n'étant pas parfaitement droite dans notre cas, le masque utilisé correspond à une zone large de 20 pixels. Il est vérifié qu'utiliser une largeur de masque comprise entre 15 et 40 pixels n'affecte pas la précision de la solution. Les champs $j = I$ à II et $n = -3$ à 7 sont utilisés dans la décomposition du champ de déplacement (Eq.4.7). Les champs d'ordre $n = -3$ à 7 constituent une base de fonctions suffisamment riche pour capter correctement les différents phénomènes [HEN 10]. Utiliser des champs d'ordre supérieur n'est pas utile pour décrire la cinématique de la fissure, mais permet de rendre compte d'éventuelles conditions aux limites particulièrement hétérogènes [ROU 09, HEN 10]. Utiliser des champs d'ordre très inférieur n'est pas nécessaire car leur influence, qui décroît très rapidement avec le rayon r , est nulle en raison du masque utilisé. Dans notre cas, il a été vérifié qu'utiliser des champs d'ordre $n = -5$ à 9 ne change pas la solution obtenue, mais ralentit simplement la convergence de l'algorithme.

Il faut également définir l'axe de propagation ($\theta = 0$), le long duquel la pointe de la fissure est recherchée. La solution la plus simple consiste à utiliser un axe orienté selon y à partir de l'entaille initiale. Dans notre cas, la fissure ne se propage pas tout à fait le long d'un axe rectiligne. Il est donc décidé de construire un chemin prédéfini directement à partir de la carte d'erreur obtenue par l'approche FE-DIC (Fig.4.4). Le long de ce chemin, la position de la fissure est obtenue de manière itérative par minimisation du champ supersingulier ϕ_{-1}^I (Eq.4.5). Au fur et à mesure de la propagation, le nombre d'itérations pour déterminer la position de la pointe de la fissure diminue. En effet, les déplacements mis en jeu augmentent de manière relative par rapport à l'image de référence. Une fois la longueur de fissure obtenue avec une précision requise de ± 1 pixel, le facteur d'intensité des contraintes K^I est directement égal à l'amplitude du champ ϕ_1^I correspondant à la dernière itération.

La figure 4.8 présente les champs de déplacement et d'erreur de corrélation obtenus par l'approche I-DIC. Comme pour les précédentes approches BEAM-DIC et UNI-DIC (Sec.3.1), le champ de déplacement axial n'est pas bruité puisqu'il correspond à une combinaison linéaire de

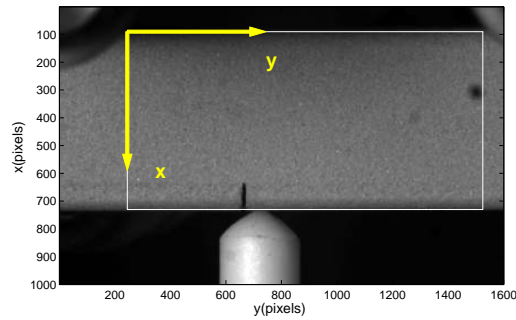


Figure 4.7: Image de référence et zone d'intérêt Ω pour l'approche I-DIC en flexion entaillée (1 pixel = $10,9\mu m$).

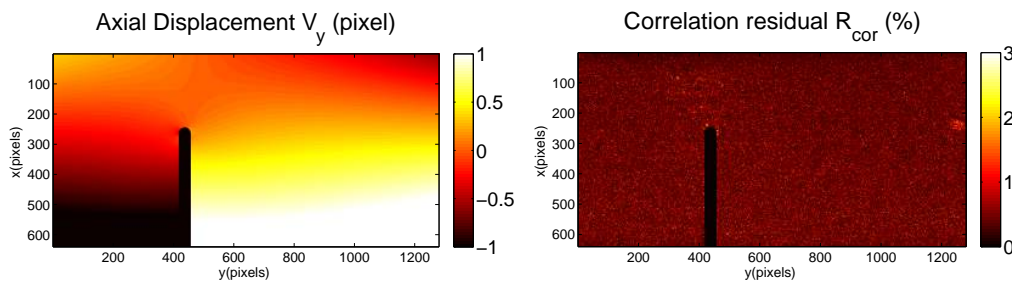


Figure 4.8: Déplacement axial et erreur de corrélation en flexion entaillée avec l'approche I-DIC à $u_c = 127\mu m$.

fonctions analytiques. L'erreur de corrélation est faible et homogène ($R_{cor} = 0,5\%$ en moyenne). Les hypothèses intrinsèques aux séries de Williams sont satisfaites sur l'ensemble de la zone d'intérêt Ω avec le masque, validant la mesure du champ de déplacement effectuée sur cette structure fissurée.

La figure 4.9 compare la méthode des complaisances, basée sur la MLER, et l'approche I-DIC, basée sur les séries de Williams. Alors que la première conduit à une longueur finale de la fissure égale à $a_{final} = 1,69mm$ par rapport à l'entaille initiale (Eq.1.30), l'approche I-DIC mesure une longueur finale de $3,01mm$. Il y a également une différence en termes d'initiation, la méthode des complaisances détecte un début de fissuration plus tôt dès $u_c = 40\mu m$. De plus, on observe une différence entre les deux facteurs d'intensité des contraintes qui augmente au fur et à mesure de l'essai. Pour la dernière image, on obtient un K_{final}^I égal à $0,28MPa.m^{1/2}$ avec la MLER (Eq.1.21, 1.32 et 1.33) et égal à $0,44MPa.m^{1/2}$ d'après la valeur de α_1^I de l'approche I-DIC.

Pour expliquer les différences en termes de longueur de fissure, il convient de rappeler que, selon la méthode des complaisances basée sur la MLER, chaque variation de complaisance C_n est reliée à un seul mécanisme d'endommagement : l'avancée de la fissure d'une longueur da (Eq.1.30). Le développement d'une zone microfissurée autour de l'entaille, qui conduit à une légère non-linéarité de la courbe $P - u_c$, est donc interprétée, à tort, comme l'initiation d'une fissure à l'échelle macroscopique. La méthode des complaisances est inadaptée pour déterminer de la longueur de fissure pour cette céramique quasi-fragile, *a priori* sujette à de l'endommagement diffus. En cas de rupture non fragile, il est parfois utilisé la complaisance C^* à partir d'un essai cyclé et du déplacement résiduel (Figure 1.19). Pour le titanate d'aluminium, l'essai

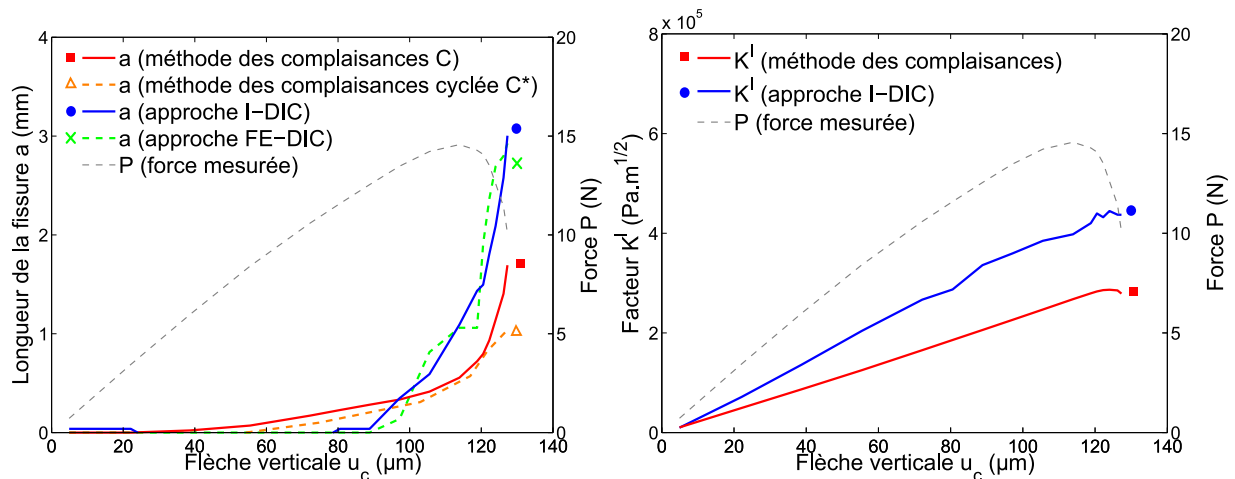


Figure 4.9: Comparaison entre la méthode des complaisances et l'approche I-DIC en termes de longueur de fissure et de facteur d'intensité des contraintes.

avec cycles permet de mettre en évidence une importante flèche résiduelle (Fig.4.1). Dans notre cas, cette autre définition de la complaisance conduit à des longueurs de fissure encore plus faibles ($a_{final}=1,09mm$) puisque la valeur C^* varie peu d'un cycle à l'autre. Comme discuté dans la section 1.2.3, la présence probable de débris, qui gênent la refermeture de la fissure, limite l'utilisation de cette seconde approche indirecte.

A l'inverse, la corrélation d'images permet de détecter cinématiquement l'initiation puis la propagation de la fissure. Sur cette même figure 4.9, il est tracé la position estimée de la fissure à partir de la carte d'erreur de l'approche FE-DIC (Fig.4.4). Bien que moins précises, les longueurs obtenues avec cette méthode FE-DIC sont cohérentes avec celles obtenues avec l'approche I-DIC. Rappelons que toutes deux sont basées sur une analyse des champs de déplacement. Au final, seule l'approche intégrée I-DIC permet de déterminer directement et précisément la position de la pointe de fissure au cours de ces essais.

La mesure de la longueur de fissure depuis la surface de l'échantillon conduit à la problématique plus complexe de la forme du front de fissure dans l'épaisseur. Ce point a déjà été étudié pour des céramiques au comportement mécanique non-linéaire à haute température [WIE 83, BOR 85]. Sur des échantillons de dimensions similaires aux nôtres, l'erreur de mesure de la longueur de fissure à partir de la surface a été estimée à $\pm 2\%$ par rapport à celle mesurée au coeur du matériau. Bien qu'il serait nécessaire de le vérifier dans notre cas avec des observations *in situ* (Chap.5), il est raisonnable de penser que les différences entre les longueurs obtenues par chacune des méthodes proviennent surtout de la présence de mécanismes d'endommagement.

Concernant les différents facteurs d'intensité des contraintes (Fig.4.9), l'explication est similaire. Il y a perte de linéarité entre les champs de déplacement et ceux de contrainte. Comme évoqué précédemment, la méthode des complaisances interprète toute dissipation énergétique uniquement comme une avancée d'une fissure au sein d'un matériau élastique. Le matériau étant en réalité endommageable, la force P mesurée est plus faible que celle qui serait nécessaire pour obtenir une même fissure au sein d'un matériau élastique. Cela conduit à une baisse des facteurs d'intensité des contraintes basés sur le chargement et calculés dans le cadre de la MLER. On parle alors de facteurs statiques K_{σ}^I (Sec.1.2.3).

A l'inverse, le facteur d'intensité des contraintes K^I de l'approche I-DIC est obtenu de manière cinématique grâce aux séries de Williams. Il correspond donc à un facteur dit cinématique

K_u^I (Sec.1.2.3), proportionnel à l'intensité du champ de déplacement autour de la pointe de la fissure (Eq.1.27). Or, les champs de contrainte et de déplacement s'expriment respectivement en fonction de $1/\sqrt{r}$ et de \sqrt{r} , où r est la distance à la pointe de fissure (Eq.1.16 et 1.17). Représentant deux champs différents, les facteurs d'intensité des contraintes, statique et cinématique, sont ainsi sensibles à deux échelles. Loin de la fissure, le comportement du matériau est *a priori* élastique et détermine principalement le facteur dit cinématique. Au voisinage de la fissure, le matériau est *a priori* fortement endommagé et détermine avant tout le facteur dit statique. Puisque la diminution de raideur du matériau microfissuré engendre des déplacements de plus en plus importants, les facteurs déterminés cinématiquement sont donc logiquement supérieurs à ceux déterminés à partir des mesures de force.

Afin de confirmer les observations précédentes sur le rôle de l'endommagement lors de la fissuration, il est nécessaire d'adopter une approche de corrélation permettant de quantifier cet endommagement sur l'ensemble de la structure. Nommée R-DIC ('Regularized Digital Image Correlation'), une troisième technique, basée sur la méthode de l'écart à l'équilibre, est utilisée pour l'étude de cet essai de fissuration.

4.1.3 Application de l'approche R-DIC en flexion entaillée

Cette approche régularisée R-DIC, basée sur la pénalisation de la corrélation d'images par la méthode de l'écart à l'équilibre, a déjà été introduite précédemment (Sec.1.4.2). La solution obtenue par l'approche R-DIC est celle qui minimise le principe du flot optique et l'équilibre mécanique du matériau (Eq.1.48).

L'utilisation de l'approche R-DIC nécessite de connaître la loi de comportement du matériau étudié. A température ambiante, on choisit la loi d'endommagement précédemment identifiée à partir des essais de flexion, de traction et de compression analysés par corrélation d'images intégrée (Sec.3.1.5 et Tab.3.1). On suppose que les mécanismes d'endommagement sont les mêmes en flexion et en flexion entaillée. Quand l'endommagement à l'intérieur d'un élément atteint la valeur critique de D_{max} , sa rigidité devient égale à zéro en imposant $D = 1$. Pour chaque état de chargement, le champ d'endommagement D cumulé est directement accessible sur l'ensemble du maillage.

La figure 4.10 présente le maillage utilisé pour cette approche. Comme la solution en déplacement est régularisée par la mécanique, il est possible d'avoir un maillage plus fin et de rester à une échelle très locale. La longueur caractéristique de ces éléments T3 est en moyenne de 10 pixels. Contrairement à l'approche FE-DIC (Fig.4.3), l'entaille est exclue du maillage puisqu'une régularisation mécanique n'aurait pas de sens à cet endroit.

Choix du paramètre de pénalisation λ pour l'approche R-DIC

Avant d'appliquer cette méthode R-DIC, il convient de choisir la valeur du paramètre λ qui permet de pénaliser le résidu de corrélation φ_{cor}^2 par celui mécanique φ_{mec}^2 (Eq.1.48).

Si $\lambda = 1$, le résidu mécanique n'a pas d'influence. Cette approche revient exactement au même que celle FE-DIC. Si $\lambda \rightarrow 0^+$, l'algorithme se comporte comme un calcul par éléments finis de type Dirichlet, avec des conditions aux limites en déplacement provenant de la corrélation d'images. En effet, les noeuds à la frontière ne sont pas inclus dans la définition de $\{\bar{F}_{int}\}$ et ne sont pas concernés par la régularisation mécanique, quelle que soit la valeur de λ . Il est possible de montrer que ce terme de pénalisation définit une longueur d'onde critique, en dessous de laquelle la régularisation mécanique domine avec φ_{mec}^2 et au dessus de laquelle la corrélation

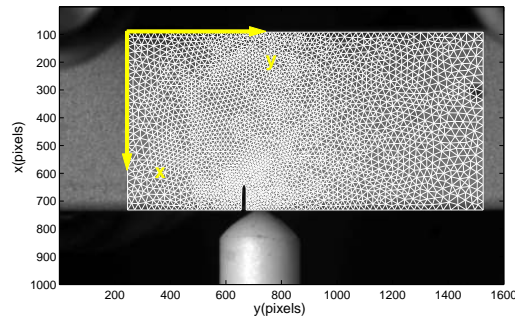


Figure 4.10: Image de référence et maillage (Eléments $T3 \approx 10$ pixels) pour l'approche R-DIC (1 pixel = $10,9\mu m$).

d'images domine avec φ_{Cor}^2 [RÉT 09b]. Cette approche agit comme un filtre passe-bas qui élimine toutes les solutions non mécaniquement admissibles.

Dans la littérature, il a été montré que les solutions obtenues par l'approche R-DIC dépendent très peu de la valeur précise de λ (Fig.1.34). Cela n'est pas le cas dans ces travaux, en raison notamment des faibles déformations de la céramique étudiée. Si λ est inférieur à 10^{-6} , les déplacements aux niveaux des bords - là où la régularisation mécanique n'intervient pas - sont tellement bruités que cela conduit à la rupture immédiate des éléments concernés. Il faudrait améliorer la mesure du déplacement au niveau des conditions aux limites. Différentes possibilités d'améliorations seront discutées ultérieurement. Si λ est égal à 1, alors on obtient un calcul de corrélation d'images sans régularisation mécanique. Dans ce cas, le champ de déplacement est très bruité, tel celui de la figure 4.4, et conduit logiquement à des valeurs d'endommagement non réalistes. Cette dépendance au paramètre de pénalisation s'explique, dans notre cas, par la faiblesse des déformations mises en jeu, conjuguée au calcul additionnel de la variable d'endommagement qui ajoute une complexité supplémentaire et accentue le fait que ce problème d'identification soit mal posé.

Pour choisir la valeur optimale de λ , différentes valeurs sont testées entre les deux extrêmes évoqués précédemment. L'effort correspondant est calculé *a posteriori* en intégrant les contraintes sur une section verticale de l'échantillon (Eq.3.21). Cette force P_{R-DIC} est comparée à celle mesurée expérimentalement (Fig.4.11). On s'aperçoit alors qu'il existe pour λ un intervalle $[1.10^{-2}; 1.10^{-1}]$ à l'intérieur duquel il y a très peu de différence entre les forces expérimentale et recalculée (moins de 3% en moyenne). Pour ces valeurs de λ , les solutions obtenues par l'approche R-DIC décrivent correctement la structure en termes de déplacement, de contrainte et d'endommagement. De manière arbitraire, la valeur de $\lambda = 4.10^{-2}$ est choisie pour la suite de ce chapitre.

Détermination de la longueur de fissure et des facteurs d'intensité des contraintes

A partir des champs mécaniques issus de l'approche R-DIC, il n'est pas possible d'extraire directement ni la position de la pointe de la fissure, ni les facteurs d'intensité de contraintes. Ces grandeurs sont pourtant nécessaires comme éléments de comparaison et de validation par rapport à l'approche I-DIC.

Les champs de déplacements obtenus par R-DIC sont projetés sur les séries de Williams afin d'extraire la position de fissure et les facteurs d'intensité des contraintes. Ce n'est pas un nouveau calcul de corrélation d'images I-DIC qui est réalisé, mais simplement une analyse *a*

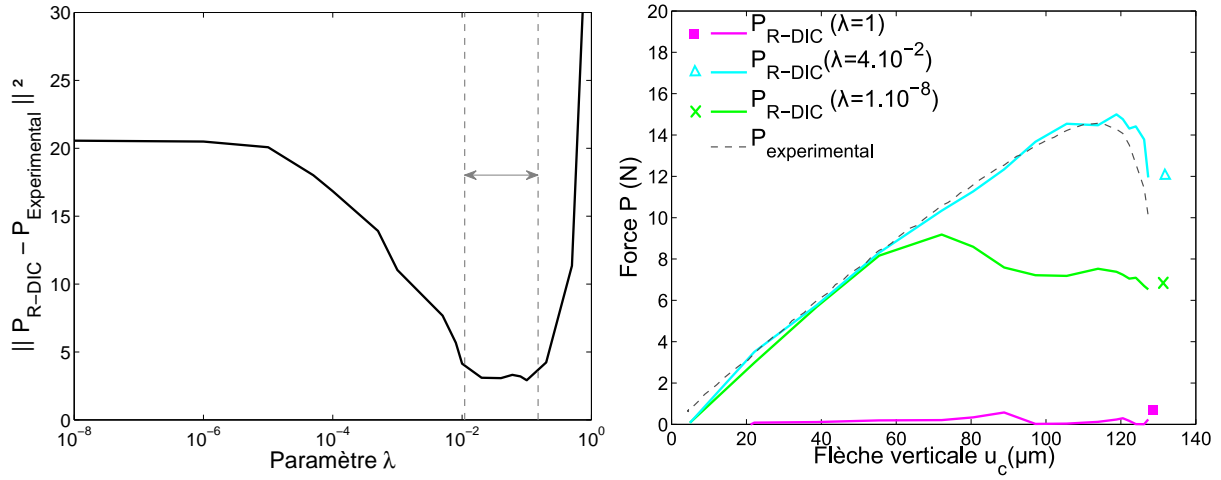


Figure 4.11: Comparaison entre les forces expérimentale et recalculée en fonction du paramètre de pénalisation λ de l'approche R-DIC.

posteriori des champs mesurés par l'approche R-DIC. La méthode des moindres carrés permet de minimiser la différence $\varphi_{\lambda u}^2$ entre les champs de déplacement $v_{R-DIC}(\lambda, x)$ et les fonctions $\phi_n^j(x)$ des séries de Williams (Eq.4.1) :

$$\alpha_{n/u}^j = \text{Arg Min} (\varphi_{\lambda u}^2) \quad (4.8)$$

$$\varphi_{\lambda u}^2 = \iint_{\Omega} [v_{R-DIC}(\lambda, x) - \sum_{n,j} \alpha_{n/u}^j \phi_n^j(x)]^2 dx \quad (4.9)$$

Les valeurs des degrés de liberté $\alpha_{n/u}^j$ qui minimisent $\varphi_{\lambda u}^2$ permettent d'obtenir la position de la fissure et le facteur d'intensité des contraintes cinématique K_u^l associés aux champs de déplacement R-DIC.

Il est également possible d'extraire le facteur d'intensité des contraintes statique K_{σ}^l associé à l'approche R-DIC (Eq.1.28). Les champs de contrainte σ_{R-DIC} sont projetés *a posteriori* sur ceux dérivés des séries de Williams ψ_n^j en supposant un comportement élastique du matériau. De manière similaire aux équations 4.8 et 4.9, une minimisation au sens des moindres carrés est faite pour obtenir le coefficient $\alpha_{n/\sigma}^l$ directement égal au facteur K_{σ}^l qui représente l'intensité de la singularité des champs de contrainte R-DIC :

$$\alpha_{n/\sigma}^j = \text{Arg Min} (\varphi_{\lambda \sigma}^2) \quad (4.10)$$

$$\varphi_{\lambda \sigma}^2 = \iint_{\Omega} [\sigma_{R-DIC}(\lambda, x) - \sum_{n,j} \alpha_{n/\sigma}^j \psi_n^j(x)]^2 dx \quad (4.11)$$

De même que pour l'approche I-DIC, on utilise les séries de Williams avec les ordres suivants $j = l$ à ll et $n = -3$ à 7 , en prenant comme zone d'intérêt Ω l'ensemble du maillage illustré sur la figure 4.10. Un masque large de 20 pixels est utilisé pour masquer l'entaille. La position de la fissure est déterminée, de manière itérative, le long du même chemin prédéfini à partir de la carte d'erreur de l'approche FE-DIC.

Sur la figure 4.12, sont comparés la longueur de fissure et les facteurs d'intensité des contraintes par rapport à ceux obtenus précédemment avec la méthode des complaisances et

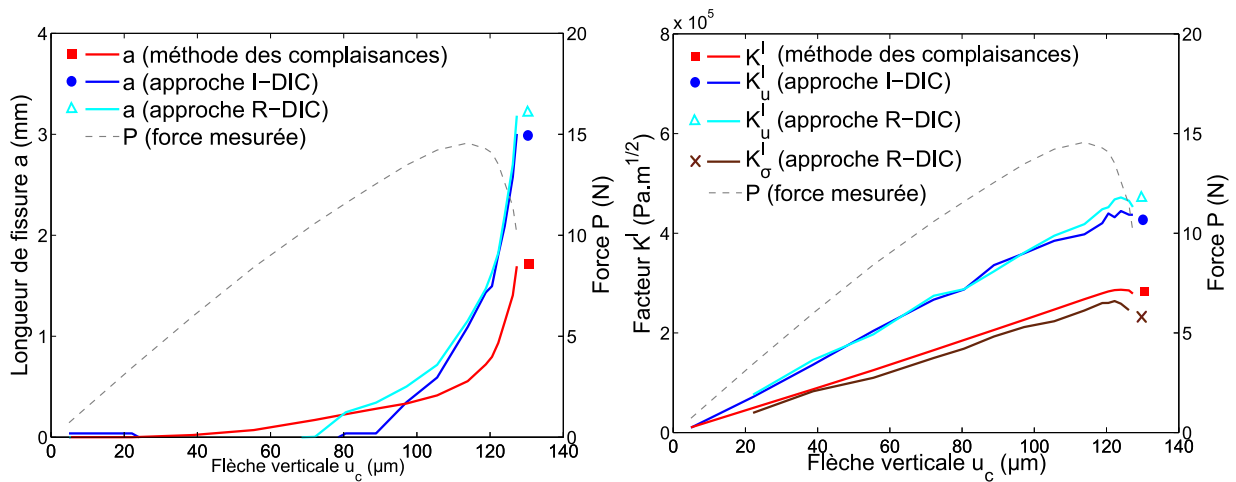


Figure 4.12: Comparaison entre la méthode des complaisances, l'approche I-DIC et l'approche R-DIC ($\lambda = 4, 10^{-2}$) sur l'estimation de la longueur de fissure et des facteurs K^I .

l'approche I-DIC. L'analyse des champs de déplacement R-DIC conduit à des résultats très proches de ceux obtenus par l'approche I-DIC (différence inférieure à 6% en moyenne pour a et K_u^I). La régularisation mécanique a donc correctement filtré le champ de déplacement sans en détériorer les composantes cinématiques propres à la fissuration. De plus, on observe que l'approche R-DIC permet de retrouver les deux facteurs d'intensité des contraintes, K_u^I et K_σ^I , issus des méthodes précédentes. Seule l'approche régularisée permet une description globale et exacte de la rupture de ce matériau puisqu'elle est la seule à prendre en compte sa loi de comportement non-linéaire. Ces deux facteurs diffèrent puisqu'il est désormais confirmé que l'endommagement du matériau est surtout localisé autour de la fissure (Fig.4.14).

Alors que la méthode des complaisances, basée sur la MLER, s'appuie seulement la réponse en force et que l'approche I-DIC permet seulement de décrire la cinématique de l'échantillon fissuré, l'approche R-DIC concilie les différents aspects et permet une description réaliste et complète du matériau. Au delà des limites intrinsèques aux approches purement cinématiques ou purement statiques en cas de rupture non-linéaire, les solutions obtenues avec l'approche R-DIC représentent correctement son équilibre mécanique (Fig.4.11) et son comportement à rupture (Fig.4.12).

La figure 4.13 présente les champs de déplacement et d'endommagement sur lesquels la discontinuité de la fissure est visible tout au long de l'essai. Malgré des déformations inférieures à 0,01% et l'utilisation d'un maillage relativement fin, les résultats obtenus ne sont pas bruités, sauf au niveau des bords gauches et droits du domaine, où la régularisation mécanique n'intervient pas. Il est possible d'observer la propagation de fissure lors de l'essai ainsi que la diffusion de l'endommagement diffus sur l'ensemble de la structure (Fig.4.14). Cet endommagement est cohérent avec les observations MEB réalisées précédemment (Fig.4.2). Avant que la fissure principale s'amorce, on observe une zone endommagée autour de l'entaille, qui conduit à une baisse de la rigidité de la structure. Grâce à l'approche R-DIC, il est clair que c'est la présence d'endommagement diffus autour de la fissure qui invalide l'utilisation de la méthode des complaisances sur cette céramique microfissurée.

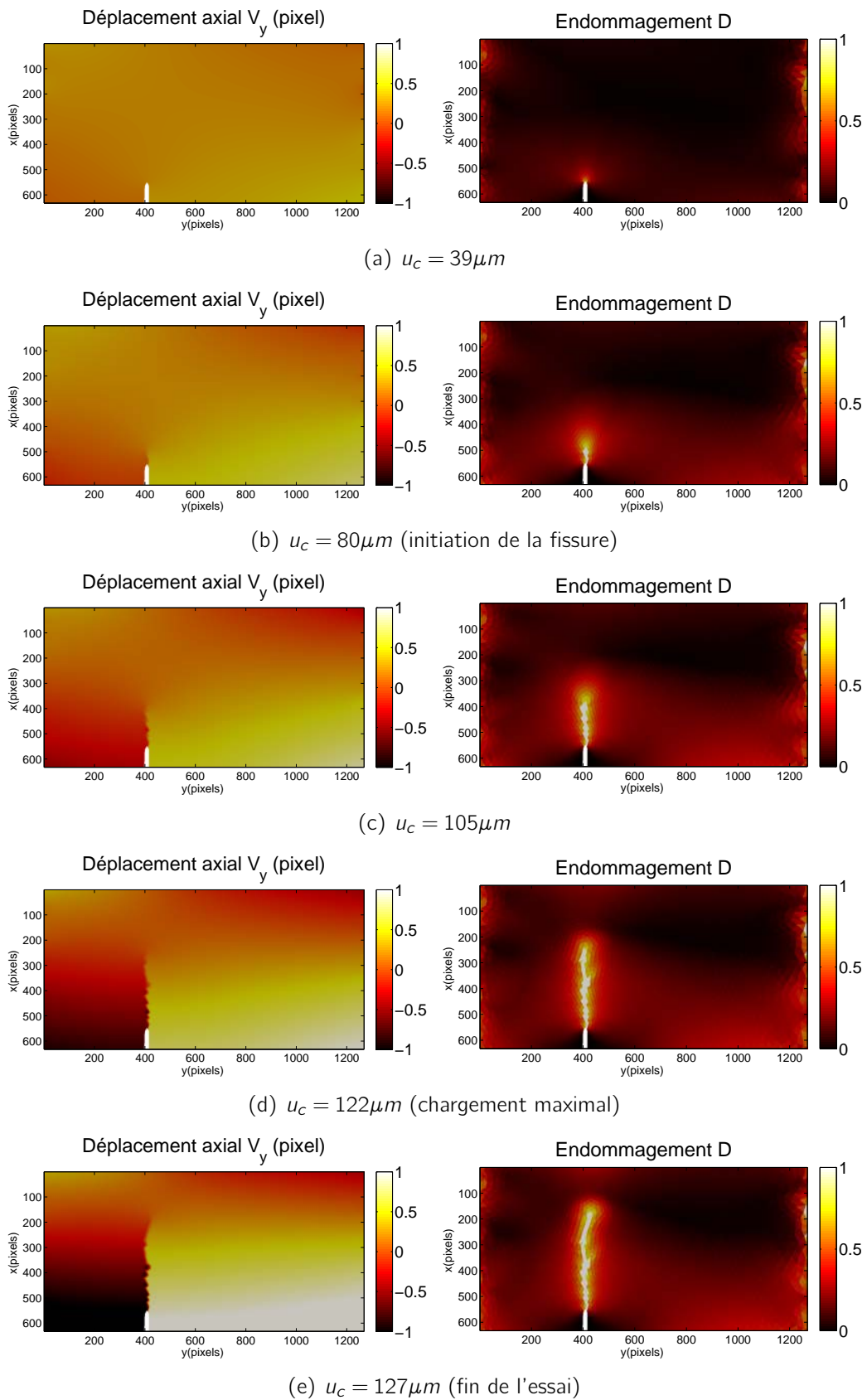


Figure 4.13: Evolution des champs de déplacement et d'endommagement au cours de l'essai avec l'approche R-DIC ($\lambda = 4, 10^{-2}$) utilisant la loi de comportement du matériau.

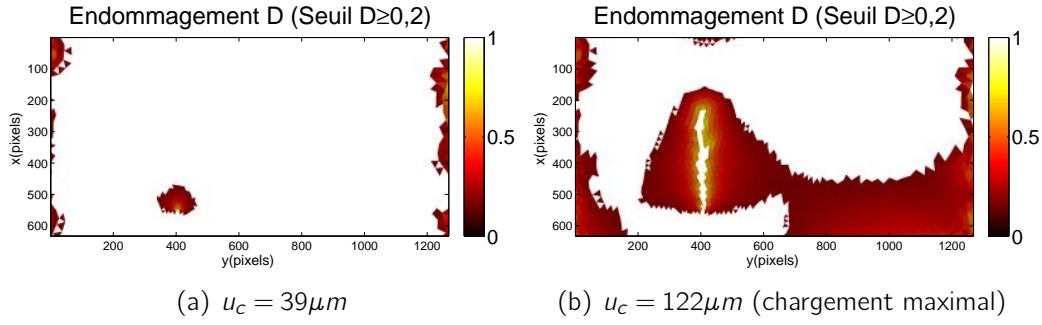


Figure 4.14: Evolution des champs d'endommagement (seuil $D \geq 0,2$) au cours de l'essai avec l'approche R-DIC ($\lambda = 4, 10^{-2}$) utilisant la loi de comportement du matériau.

Analyse des différents modes de dissipation d'énergie

Pour une meilleure compréhension de ces phénomènes d'endommagement diffus et local, une approche énergétique est adoptée afin de quantifier les différentes énergies dissipées lors de l'essai [CAZ 10]. En effet, il vient d'être montré les limites de la notion de facteur d'intensité des contraintes en cas de rupture non-linéaire. Une approche globale et énergétique est donc ici privilégiée.

De manière générale, l'énergie totale dissipée W_{tot} lors d'un essai peut être évaluée expérimentalement à partir de la courbe force-déplacement mesurée et en supposant un comportement élastique à la décharge (Fig.1.17) :

$$W_{tot} = \int_0^{u_{exp}(t)} P_{exp} du_{exp} - \frac{1}{2} P_{exp}(t) u_{exp}(t) \quad (4.12)$$

Cette énergie totale est composée de :

- l'énergie cumulée W_f dissipée uniquement dans la création de nouvelles surfaces fissurées. Elle est calculée à partir de l'évolution du taux de restitution d'énergie G au cours de la fissuration :

$$W_f = \int_0^{a(t)} G_{rdic}(t) da \quad (4.13)$$

La rupture étant non-fragile, le taux de restitution d'énergie G_{rdic} est calculé à partir des facteurs d'intensité des contraintes statique et cinématique K_u^I et K_σ^I (Eq.4.13 et 1.28).

- l'énergie W_d dissipée par l'endommagement diffus. Elle est égale à la différence entre les énergies de déformation réelles (matériau endommageable) et fictives (matériau élastiques). Il serait possible d'intégrer les champs mécaniques obtenus par l'approche R-DIC. Il se pose néanmoins le problème des conditions aux limites où le bruit est très important. De plus, le maillage n'englobe pas la totalité de la structure et donc des zones pouvant être endommagées. Pour ces raisons, il est décidé de supposer le bilan énergétique satisfait pour cet essai afin de calculer l'énergie W_d par la différence suivante :

$$W_d = W_{tot} - W_f \quad (4.14)$$

La figure 4.15(a) présente les différentes énergies W_{tot} , W_d et W_f mises en jeu durant l'essai. L'énergie dissipée W_{tot} est au final égale à $4,7 \cdot 10^{-4} J$. On observe qu'une petite quantité d'énergie est dissipée de manière diffuse avant que la fissure ne s'amorce ($W_d = 1,2 \cdot 10^{-5} J$).

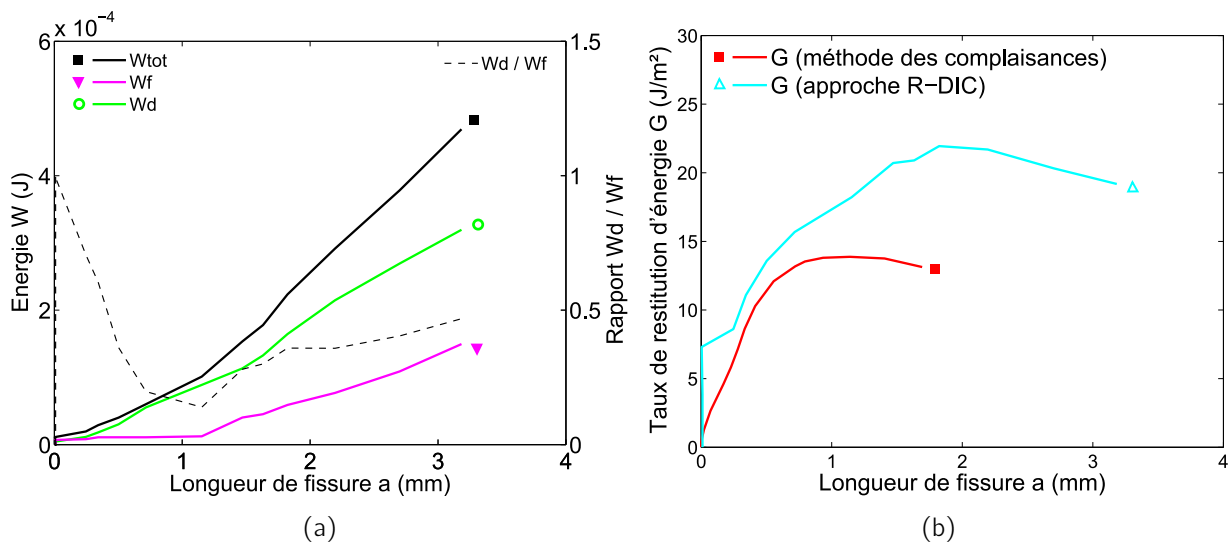


Figure 4.15: Evolution des différents modes de dissipation d'énergie (a) et de la résistance à la propagation de fissure (b) avec l'approche R-DIC.

Puis, la dissipation d'énergie se fait principalement de manière locale avec l'avancée de la fissure. Une fois que celle-ci atteint la longueur de 1,2 mm environ, l'influence de l'endommagement diffus redevient importante et atteint au final 30% de l'énergie totale dissipée. Dans notre cas, cette longueur correspond à celle à partir de laquelle les effets de bords deviennent significatifs. La fissure se rapprochant du bord libre en compression, celui-ci a de plus en plus d'influence sur l'ensemble du champ de contrainte et génère de l'endommagement diffus à son niveau (Fig.4.14).

La figure 4.15(b) présente l'évolution des taux de restitution d'énergie calculés à partir de la méthode des complaisances basée sur la MLER (Eq.1.19) et de l'approche R-DIC (Eq.1.28). Les taux de restitution d'énergie augmentent considérablement lors de l'avancée de la fissure principale. De manière similaire aux courbes-R (Sec.1.2.3), cela traduit une augmentation de la résistance à la propagation de fissure grâce à la présence de mécanismes de renforcement. Cette résistance est sous-estimée d'un facteur 2 par la méthode des complaisances qui ne peut intrinsèquement pas tenir compte de l'endommagement du matériau. Dans notre cas, la réelle résistance à la propagation de fissure peut donc être correctement déterminée uniquement par l'approche R-DIC.

Pour conclure, l'approche R-DIC est une méthode de mesure de champs qui s'appuie sur une régularisation mécanique, en pénalisant et filtrant les solutions de corrélation d'images non mécaniquement admissibles. Par rapport à la MLER et l'approche I-DIC, l'approche R-DIC permet de mesurer et décrire correctement l'équilibre global et le comportement à rupture du matériau en prenant en compte sa loi d'endommagement. La résistance à la propagation de fissure et les différents mécanismes d'endommagement peuvent être quantifiés pour cette céramique quasi-fragile microfissurée.

Les travaux présentés dans cette section 4.1 concernant "l'identification de comportement à l'endommagement et à la fissuration par analyse des modes de dissipation d'énergie pour un matériau quasi-fragile par corrélation d'images" ont été soumis à publication lors de la thèse [LEP 11a].

4.2 Comportement à rupture à haute température

4.2.1 Essais de flexion entaillée à haute température

L'étape suivante consiste à caractériser et identifier à haute température le comportement à rupture de ce matériau pour filtres à particules Diesel.

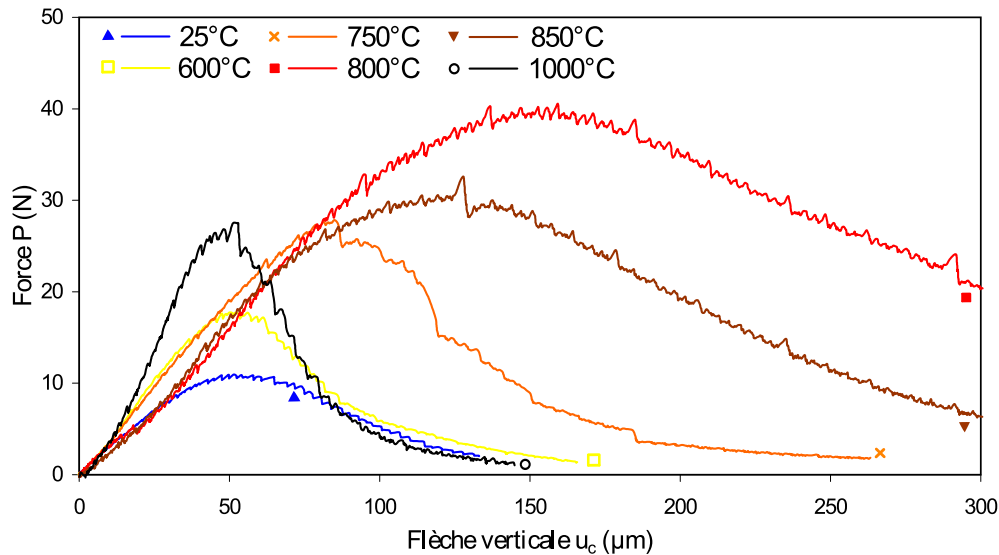


Figure 4.16: Courbes $P - u_c$ de flexion entaillée à haute température.

A haute température, le protocole expérimental associé à ces essais de flexion entaillée ($a_0 = 3\text{mm}, \alpha_0 = 0,43$) a été décrit précédemment (Sec.2.4.1). La figure 4.16 présente les courbes force-déplacement enregistrées lors de ces essais dans le four résistif. A partir de ces données expérimentales, les longueurs de fissure et les facteurs d'intensité des contraintes sont calculés tout d'abord avec la méthode des complaisances, malgré ses limitations mises en relief dans la première partie de ce chapitre (Sec.4.1). La figure 4.17 présente les courbes-R obtenues. Pour chaque courbe correspondant à une température, il est possible d'extraire deux valeurs : le facteur d'intensité des contraintes dit initial, correspondant à l'initiation de la fissure principale selon la méthode des complaisances, et le facteur d'intensité des contraintes maximal atteint lors de la propagation.

La figure 4.18 présente l'évolution de ces deux facteurs en fonction de la température. Comme pour les essais de flexion sur les éprouvettes non entaillées (Sec.3.2.1), on observe une importante évolution selon la température. De 25°C à 700°C , les facteurs d'intensité des contraintes augmentent quasi linéairement au fur et à mesure que les microfissures se referment. Les facteurs d'intensité des contraintes atteignent leur maximum à 800°C : $1,31\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, soit près de 4 fois plus qu'à température ambiante. A partir de 850°C , le matériau présente un comportement fortement non-linéaire en raison de la viscosité de la phase secondaire. Les facteurs d'intensité des contraintes maximaux diminuent d'un facteur allant de 2 à 3 par rapport à 800°C .

Avant d'analyser plus précisément l'évolution de ces différentes valeurs à haute température, il est intéressant d'observer ces échantillons fissurés au Microscope Electronique à Balayage ('MEB').

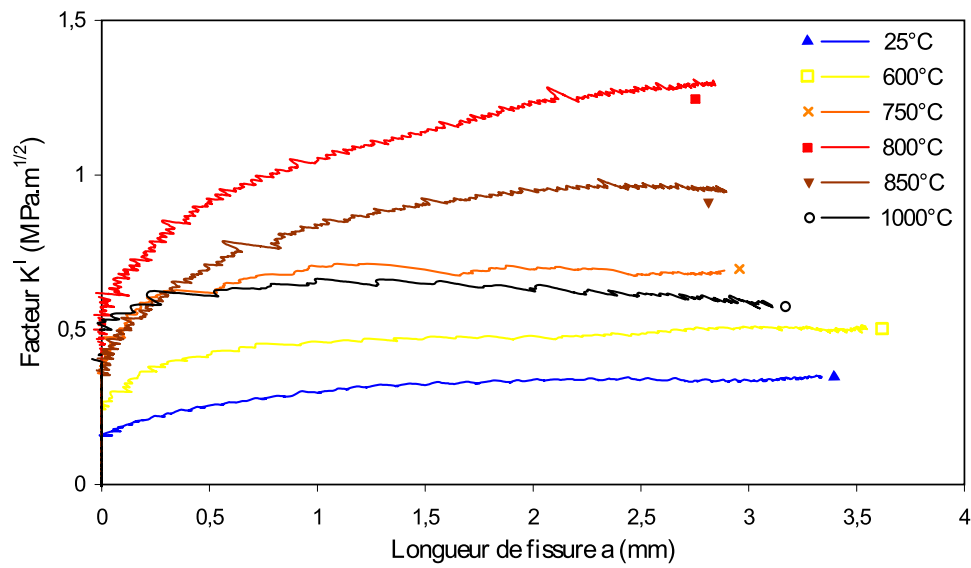


Figure 4.17: *Courbes-R avec la méthode des complaisances en flexion entaillée en fonction de la température.*

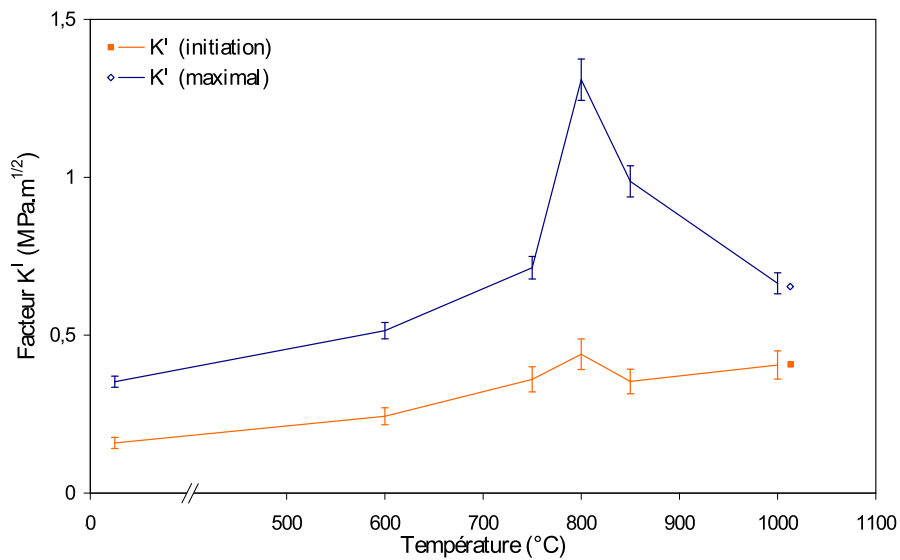


Figure 4.18: *Evolution des facteurs d'intensité des contraintes initial et maximal en flexion entaillée en fonction de la température.*

4.2.2 Observations de fissures post-mortem au MEB

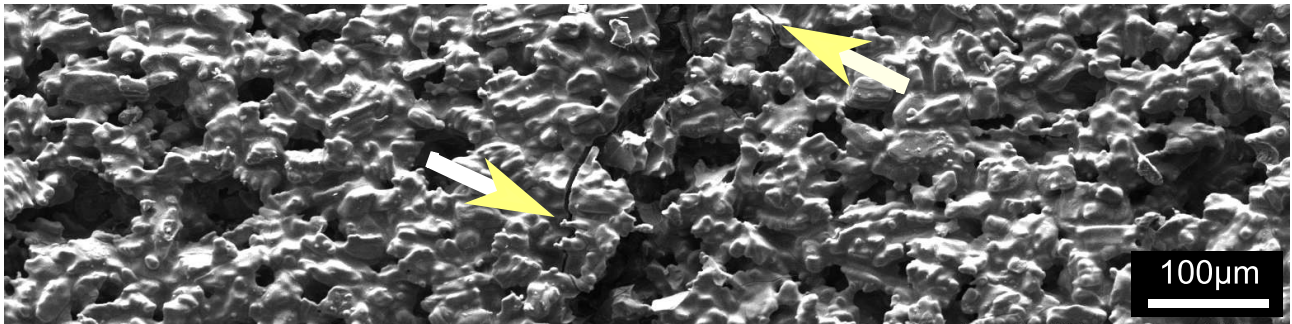
Les précédents échantillons fissurés sont observés au MEB pour mieux comprendre l'origine de la forte évolution des courbes-R calculées précédemment. Les images MEB sont prises *a posteriori*, après retour des échantillons à température ambiante. A 25°C, les microfissures intrinsèques au titanate d'aluminium sont de nouveau réouvertes. Il s'avère que, sur un échantillon sain, ces microfissures sont visibles uniquement pour des grandissements supérieurs à 200. Ce critère empirique de visibilité est donc utilisé pour différencier les microfissures dues à la dilatation thermique anisotrope de celles créées pendant la rupture de l'échantillon.

La figure 4.19 présente différentes images de zones de part et d'autres de la fissure principale en fonction de la température d'essai. Leur observation permet d'analyser précisément les courbes-R précédentes (Fig.4.17 et 4.18) et de confirmer les explications avancées dans la section 3.2 concernant l'évolution du comportement mécanique du matériau :

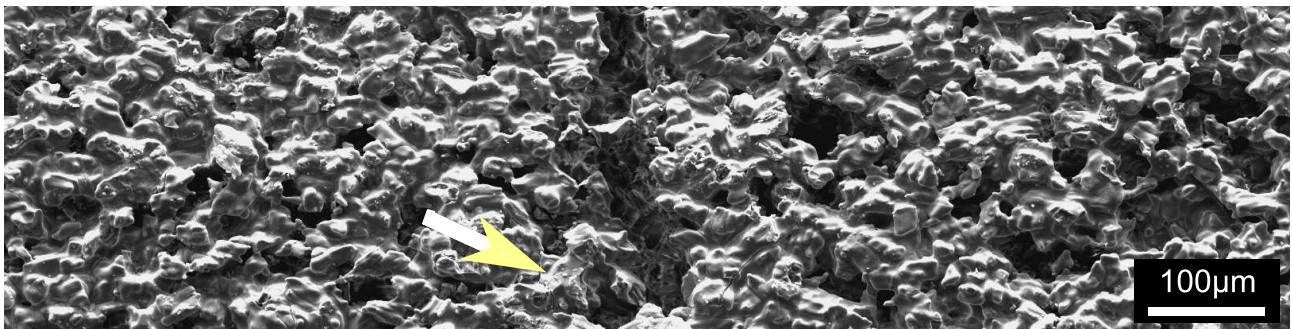
- A 25°C, on remarque, dans une région proche de la fissure principale, la présence de microfissures à l'origine de branchements et de pontage. Ces observations justifient le comportement endommageable du matériau quantifié par l'approche BEAM-DIC (Sec.3.1), ainsi que l'augmentation de la résistance à la propagation de fissure du matériau analysée par l'approche R-DIC (Sec.4.1.3).

- A 750°C, très peu de mécanismes de renforcement sont visibles sur les échantillons fissurés. Il y a certes quelques microfissures de rupture de part et d'autre de la fissure principale, mais cela reste rare sur les différents échantillons observés. Cette valeur de 750°C correspond justement à la température vers laquelle les microfissures de dilatation thermique sont toutes refermées et le comportement mécanique se rapproche le plus de l'élasticité linéaire (Sec.3.2). La microstructure présentant moins de singularités qu'à température ambiante, les facteurs d'intensité des contraintes initiaux et maximaux augmentent d'un facteur 2 par rapport à 25°C. La courbe-R indique que la résistance maximale à la fissuration est atteinte très rapidement, après seulement 500µm de propagation.

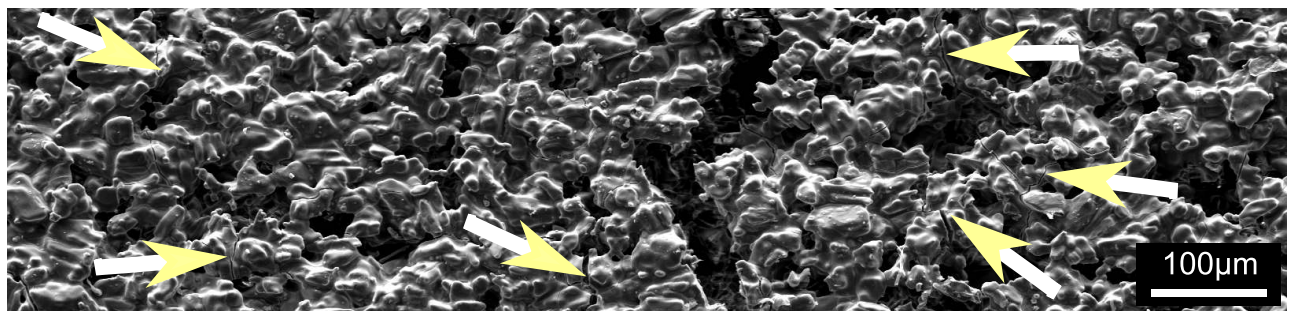
- A 800°C, les images MEB révèlent la présence de très nombreux mécanismes de renforcement. De larges microfissures créées lors de la rupture sont visibles jusqu'à plus de 400µm de part et d'autre de la fissure principale. Le long de celle-ci, il y a également de nombreux phénomènes de pontage et de branchement. Confirmées sur plusieurs autres échantillons fissurés à 800°C, ces observations confortent les fortes augmentations des contraintes à rupture mesurées (Fig.3.31) et facteurs d'intensité de contraintes critiques (Fig.4.18). Comme expliqué précédemment, les microfissures initiales sont toutes refermées par dilatation thermique. De plus, la phase secondaire à 800°C est suffisamment mobile pour renforcer localement les singularités de la microstructure, tout en étant elle-même encore très résistante. La haute capacité du matériau à dissiper de l'énergie supplémentaire lors de sa fissuration se traduit par une courbe-R fortement croissante à 800°C. Alors que la valeur du K^I correspondant à l'amorçage de la fissure à 800°C est seulement supérieure de 20% à celle mesurée à 700°C par exemple, la valeur maximale de K^I est supérieure de plus de 80% en raison des nombreux mécanismes de renforcement observés à 800°C. Grâce au rôle conjugué de la refermeture des microfissures et de la viscosité de la phase secondaire, cette forte résistance à la propagation de fissure à 800°C est vraisemblablement une des raisons principales de la bonne résistance aux chocs thermiques des filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium. En effet, si une fissure s'amorce en périphérie du filtre dans une zone à la température comprise en 500°C et 700°C, sa propagation radiale vers les parties centrales et plus chaudes du filtre peut être stoppée dans une zone à 800°C où la résistance à la fissuration du matériau est bien plus importante.



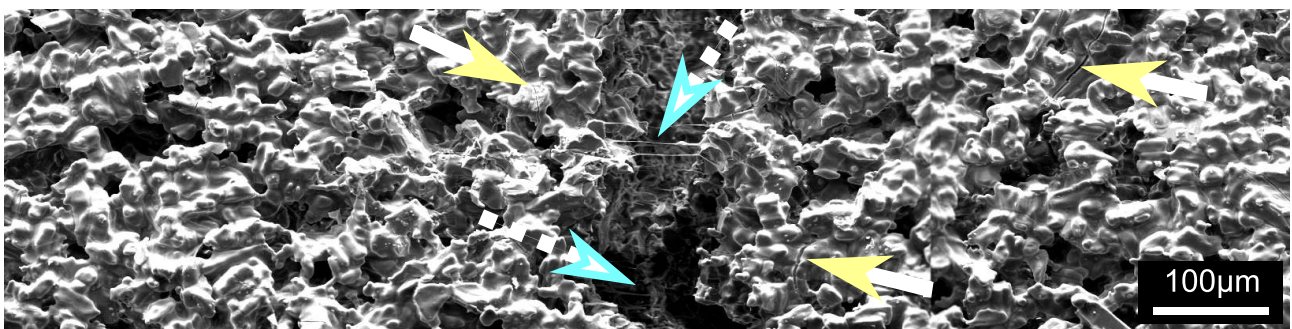
(a) 25°C



(b) 750°C



(c) 800°C



(d) 900°C

Figure 4.19: Observations MEB post-mortem des échantillons fissurés à haute température - Multifissuration, branchement (flèches oranges pleines) et filaments de phase secondaire à 900°C (flèches bleues pointillées) - Observations par électrons secondaires.

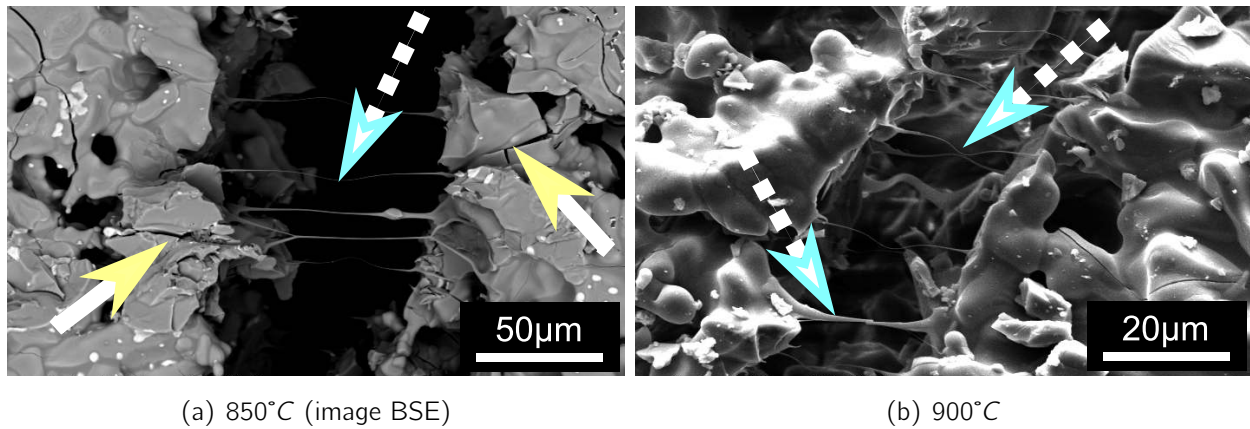


Figure 4.20: Observations MEB post-mortem des échantillons fissurés à 850°C et 900°C - Multifissuration (flèches oranges pleines) et filaments de phase secondaire (flèches bleues pointillées).

- Si l'on observe également quelques mécanismes de microfissuration et de pontage à 850°C et 900°C, il apparaît surtout désormais de nombreux filaments entre les lèvres de la fissure principale. La faible viscosité de la phase secondaire conduit localement à la formation de filaments (Fig.4.20). Cette importante mobilité à l'intérieur de la zone FPZ explique le comportement viscoplastique macroscopique observé à ces températures (Fig.3.30 et 4.16). La phase secondaire gagnant en mobilité mais perdant en rigidité et en résistance, on observe, par rapport à 800°C, une baisse de 50% des facteurs d'intensité des contraintes atteints. Toutefois, les courbes-R obtenues indiquent que le matériau présente encore une importante résistance à la propagation de fissure.

- Sur les échantillons fissurés à 1000°C, aucun filament de phase secondaire n'est visible sur les images MEB. La phase secondaire est alors si peu visqueuse qu'elle ne conduit ni localement à la formation de filaments, ni macroscopiquement à un comportement viscoplastique comme observés vers 900°C. Ces observations sont cohérentes avec le fait que les courbes force-déplacement étaient presque linéaires à 1000°C (Fig.3.30 et 4.16).

Ces observations MEB permettent de confirmer les explications précédemment avancées concernant l'évolution du comportement mécanique du matériau, en fonction de la refermeture des microfissures et de la viscosité de la phase secondaire à haute température. Les valeurs de facteurs d'intensité des contraintes critiques sont néanmoins à considérer avec précaution puisqu'elles ont été calculées avec la méthode des complaisances basée sur la MLER. Dans la section suivante 4.2.3, la corrélation d'images est utilisée pour compléter et enrichir cette étude.

4.2.3 Application en flexion entaillée à haute température avec l'approche I-DIC

Deux essais de flexion entaillée ($a_0=2mm$, $\alpha_0 = 0,28$) ont été réalisés à 700°C et 800°C dans le four doté d'une fenêtre de visualisation (Sec.2.4.2). La figure 4.21 présente les courbes force-déplacement enregistrées. Analysés avec la méthode des complaisances, ces deux essais conduisent à des valeurs de facteurs K^I maximaux inférieurs de 25% par rapport à celles obtenues dans le four initial sans visualisation. La problématique de l'hétérogénéité du champ de température a déjà été abordée (Sec.3.2.3).

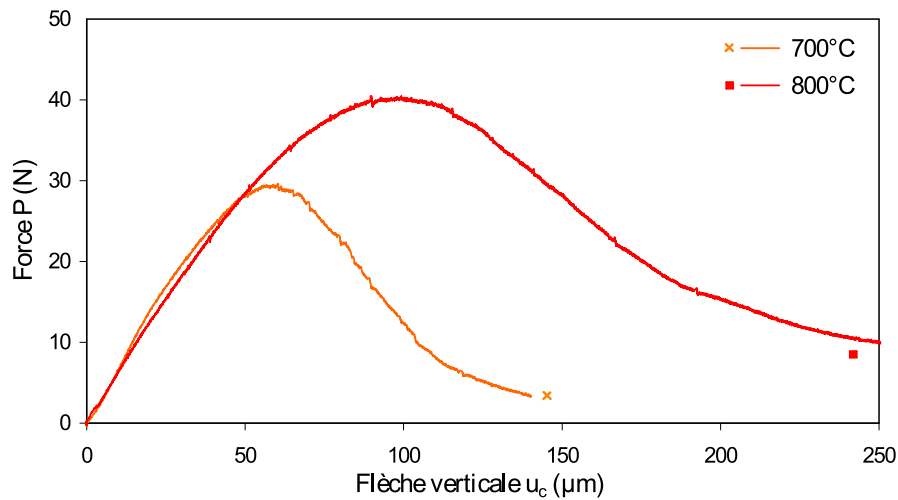


Figure 4.21: Courbes $P - u_c$ de flexion entaillée à haute température dans le four avec visualisation.

L'approche FE-DIC ne permettant la détermination directe ni des longueurs de fissure ni des facteurs d'intensité des contraintes (Sec.4.1.1), il est décidé d'analyser directement les images avec l'approche intégrée I-DIC basée sur les séries de Williams (Sec.4.1.2).

La figure 4.22 présente les images de référence et zones d'intérêt pour l'approche I-DIC. De manière similaire aux mesures à température ambiante, les séries de Williams sont utilisées avec des ordres de $n = -3$ à 7 , avec un masque large de 20 pixels au niveau de l'entaille. Pour les images prises à 800°C , un masque plus large est utilisé du fait de la présence de nombreux mécanismes non-linéaires de renforcement à près de $400\mu\text{m}$ de part et d'autre de la fissure principale (Fig.4.19). Un masque de 50 pixels est utilisé, ce qui correspond à une zone large environ de $500\mu\text{m}$ autour de la fissure.

La figure 4.23 présente les champs de déplacement et d'erreur de corrélation obtenus pour $P = P_{max}$ avec l'approche I-DIC à 700°C et à 800°C . Dans les deux cas, l'erreur de corrélation est faible et homogène ($R_{cor} = 1,1\%$ en moyenne), traduisant la vérification des hypothèses intrinsèques aux séries de Williams.

La figure 4.24 compare les longueurs de fissure et facteurs d'intensité des contraintes calculés avec la méthode des complaisances et l'approche I-DIC. Le manque de contraste des images et les fluctuations de l'air situé sur le trajet optique perturbent la qualité de la mesure et engendrent du bruit sur les résultats obtenus par corrélation d'images. De même que pour les essais de flexion non entaillée (Sec.3.2.4), c'est à 700°C que les résultats semblent les plus précis grâce à la plus haute luminosité présente à l'intérieur du four.

A 700°C , la méthode des complaisances et l'approche I-DIC mesurent respectivement à des longueurs finales de fissure égales à $3,44\text{mm}$ et $3,5\pm 0,1\text{mm}$, et des facteurs d'intensité des contraintes égaux à $0,59\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ et $0,7\pm 0,1\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. A 800°C , la méthode des complaisances et l'approche I-DIC conduisent respectivement des longueurs finales de fissure égales à $2,07\text{mm}$ et $2,8\pm 0,3\text{mm}$ et des facteurs d'intensité des contraintes égaux à $0,92\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ et $2,2\pm 0,4\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

L'écart entre ces deux méthodes est inférieur à 15% à 700°C , alors qu'il est supérieur à 50% à 800°C . Ce constat est cohérent avec les observations faites précédemment. Grâce à l'approche

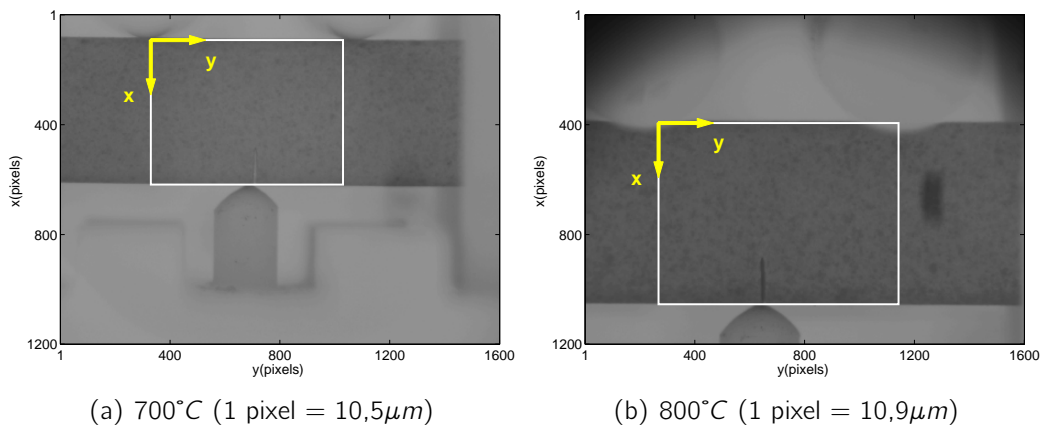


Figure 4.22: Images de référence et zones d'intérêt Ω pour l'approche I-DIC à haute température.

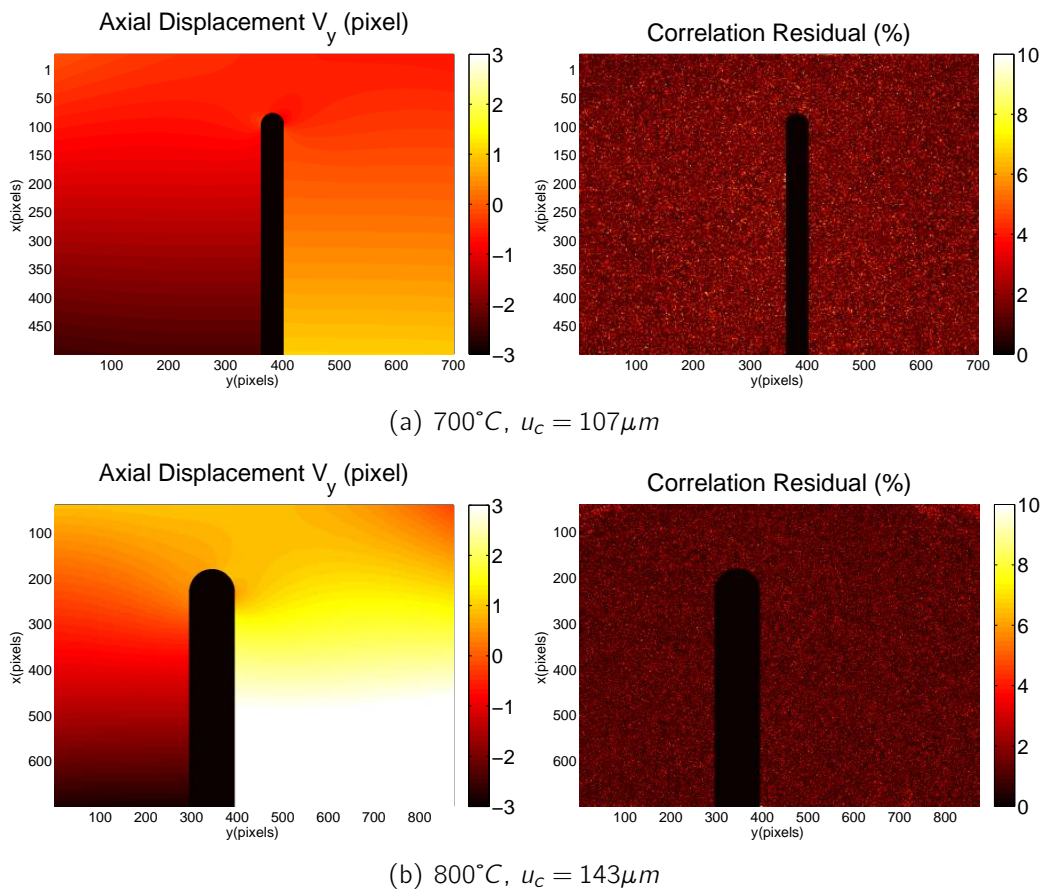


Figure 4.23: Champs de déplacement axial et d'erreur de corrélation pour l'approche I-DIC à haute température.

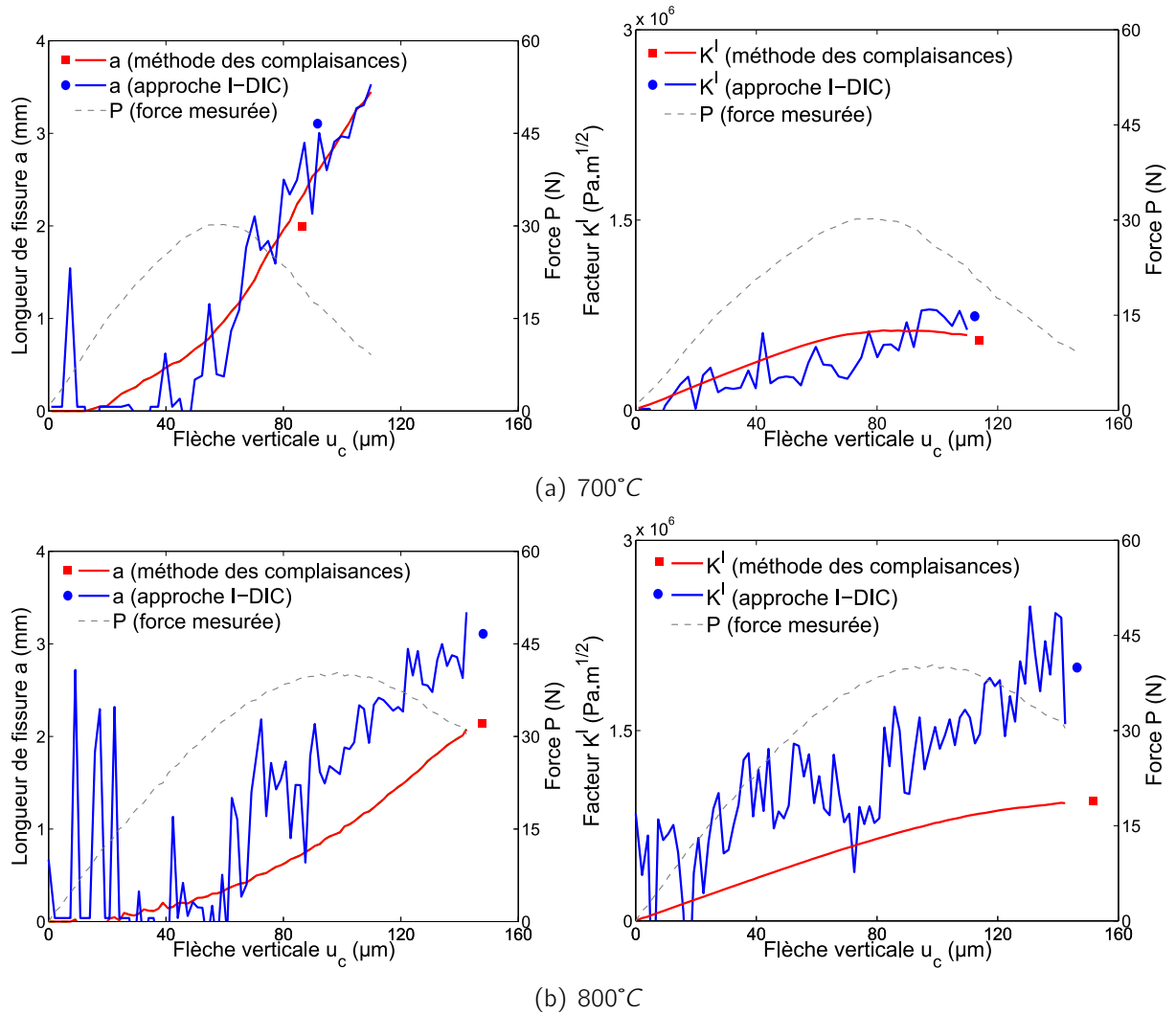


Figure 4.24: Comparaison entre la méthode des complaisances et l'approche I-DIC à haute température en termes de longueur de fissure et de facteur d'intensité des contraintes.

couplant corrélation d'images et identification, il a en effet été montré que c'est vers 700°C que le comportement mécanique du matériau se rapproche le plus de l'élasticité linéaire en raison de la refermeture des microfissures (Sec.3.2.4). Le matériau étant peu sujet à l'endommagement diffus à 700°C, la méthode des complaisances mesure correctement l'avancée de la fissure, ainsi que le facteur d'intensité des contraintes. A l'inverse, le comportement du matériau à 800°C a été identifié comme étant non-linéaire en raison de la viscosité de la phase secondaire. Cela conduit donc logiquement à une différence significative à 800°C entre les longueurs de fissures et les facteurs d'intensité des contraintes statique et cinématique. Ces différences, mesurées à l'échelle macroscopique grâce à l'apport de la corrélation d'images I-DIC, sont en accord avec les observations de la microstructure faites au MEB (Sec.4.2.2).

Utilisation de l'approche R-DIC en flexion entaillée à haute température

L'approche R-DIC ayant permis une caractérisation des mécanismes d'endommagement à température ambiante (Sec.4.1.3), il paraît nécessaire d'utiliser cette méthode R-DIC à haute température pour quantifier les champs de déplacement, de contrainte et d'endommagement.

A partir de maillages d'éléments finis T3, les lois de comportement identifiées à 700°C et 800°C grâce à l'approche BEAM-DIC (Tab.3.2) sont utilisées pour régulariser mécaniquement les solutions par l'intermédiaire du paramètre de pénalisation λ . A température ambiante, un intervalle de paramètres conduit à une description correcte du champ de contrainte de la structure (Fig.4.11). A haute température, il n'a pas été trouvé de valeur de paramètre λ qui conduise à une réponse en force cohérente avec celle mesurée expérimentalement. Le manque de contraste des images à haute température et les fluctuations thermiques de l'air s'ajoutent en effet à la problématique des faibles déformations mises en jeu sur cette céramique.

Pour être capable d'appliquer et d'exploiter l'approche R-DIC à haute température, il est nécessaire d'améliorer la mesure au niveau des conditions aux limites, là où les déplacements obtenus sont très bruités puisque non régularisés. Au-delà des améliorations expérimentales nécessaires pour le four doté d'une fenêtre de visualisation (Sec.3.2.4), imposer des conditions aux limites provenant des approches intégrées BEAM-DIC ou I-DIC nous semble être une perspective intéressante et prometteuse.

Si l'utilisation de l'approche R-DIC à haute température permettrait d'enrichir l'étude du comportement à rupture de ce matériau à base de titanate d'aluminium, il est cependant possible d'avancer quelques premières hypothèses. A 700°C, l'approche I-DIC et la méthode des complaisances concordent puisque le matériau n'est pas sujet à l'endommagement diffus. Le comportement à la rupture du matériau à cette température peut donc être précisément caractérisé dans le cadre de la MLER. A 800°C, l'approche I-DIC et la méthode des complaisances conduisent à des résultats différents en raison de la viscosité de la phase secondaire : le facteur d'intensité des contraintes K_{II}^I est plus de 2 fois supérieur à celui calculé par la méthode des complaisances. Le taux de restitution d'énergie élastique G ne peut pas être calculé à 800°C sans la valeur de K_{II}^I que donnerait l'approche R-DIC. S'appuyant toutefois sur les travaux réalisés à température ambiante, on peut raisonnablement supposer que l'augmentation du taux de restitution d'énergie élastique G serait en réalité près de 2 fois plus importante que celle estimée dans le cadre de la MLER (Fig.4.17). Quelle que soit la valeur précise de la résistance à la propagation de fissure à 800°C, il s'agit sans aucun doute d'une des raisons essentielles de la bonne résistance des filtres à particules Diesel lors de régénérations sévères.

4.3 Conclusion

Dans ce quatrième chapitre, l'objectif était d'étudier le comportement à rupture du matériau à base de titanate d'aluminium en fonction de la température.

A température ambiante, des essais de flexion entaillée permettent d'observer le comportement à rupture non-fragile de ce matériau. En raison de ses nombreuses microfissures d'origine thermique, la propagation de la fissure principale est contrôlée en flexion. Pour analyser ces essais, la méthode des complaisances est tout d'abord utilisée et confrontée à l'approche de corrélation FE-DIC basée sur des fonctions de forme de type éléments finis. Ne pouvant pas estimer les facteurs d'intensité des contraintes à partir de cette approche générale de corrélation d'images, il est décidé d'utiliser une décomposition du champ de déplacement basée sur les séries de Williams. Cette approche intégrée, nommée I-DIC, permet d'obtenir directement la position de la pointe de la fissure et le facteur d'intensité des contraintes associée. Appliquée aux essais de flexion entaillée, elle permet de mesurer correctement l'avancée de la fissure malgré la présence d'endommagement diffus. En raison de ce dernier, le facteur d'intensité des contraintes cinématique obtenu avec l'approche I-DIC est supérieur à celui statique calculé avec la méthode des complaisances. De manière complémentaire, chacun de ces deux types de facteurs est nécessaire pour décrire correctement la rupture non-linéaire de ce matériau microfissuré.

Pour accéder aux champs d'endommagement sur l'ensemble de la structure, l'approche R-DIC, basée sur la méthode de l'écart à l'équilibre, est utilisée à partir de la loi de comportement identifiée avec l'approche BEAM-DIC. Seule approche à coupler les aspects cinématiques et statique, elle permet de retrouver les deux différents types de facteurs d'intensité des contraintes. A une échelle plus globale, il est alors possible de quantifier la diffusion de l'endommagement lors de la propagation de la fissure principale en analysant les différentes modes de dissipation énergétiques. Par rapport à la courbe-R obtenue dans le cadre de la MLER, la résistance à la propagation de fissure est en réalité près de 2 fois plus élevée avec l'approche R-DIC. Le couplage entre outils expérimentaux et numériques permet une compréhension approfondie et précise des phénomènes non-linéaires de rupture pour un matériau quasi-fragile tel le titanate d'aluminium.

A haute température, on observe à partir des essais de flexion entaillée la même évolution du comportement mécanique que celle mesurée à partir des essais de flexion quatre points. Bien que calculées dans le cadre élastique fragile de la MELR, les courbes-R illustrent qualitativement la forte résistance à la propagation de fissure à 800°C. Des images MEB permettent de comprendre et confirmer la relation entre la microstructure (microfissures et phase secondaire) et les différents comportements mécaniques. A 800°C, les images MEB indiquent la présence de très nombreux mécanismes de renforcement (multifissuration, branchement...) de part et d'autre de la fissure principale. Pour 900°C, les images MEB révèlent la formation de filaments entre les lèvres de la fissure traduisant le caractère hautement visqueux de la phase secondaire dans cette gamme de température. Les hautes déformabilité et résistance à la propagation de fissure du matériau entre 800°C et 900°C sont vraisemblablement une des raisons principales de la bonne résistance des filtres à particules Diesel lors de régénérations sévères.

Pour aller au-delà des limitations de la MLER en cas de non-linéarité à haute température, les images, prises grâce au four doté d'une fenêtre de visualisation, sont analysées par corrélation d'images avec l'approche I-DIC. En termes de longueurs des fissures et de facteurs d'intensité des contraintes par rapport à la méthode des complaisances, on observe peu de différences à

700°C lorsque le comportement macroscopique du matériau est très peu endommageable. Vers 700°C lorsque les microfissures sont quasiment toutes refermées, le comportement à la rupture du matériau est donc correctement décrit par la MLER. A 800°C en raison de la viscosité de la phase secondaire, seule approche I-DIC permet de caractériser correctement la propagation de la fissure. Pour approfondir cette étude à haute température, l'utilisation de l'approche R-DIC est nécessaire mais requiert encore certaines améliorations expérimentales et numériques. Ne pouvant pas être précisément quantifiée avec l'approche R-DIC, la réelle résistance à la propagation de fissure à 800°C est probablement encore plus élevée que celle estimée dans le cadre de la MLER. Elle contribuerait donc d'autant plus à la bonne résistance thermomécanique des filtres à particules Diesel en titanate d'aluminium.

Ayant permis d'identifier le comportement à rupture en fonction de la température de ce matériau microfissuré à base de titanate d'aluminium, ce chapitre apporte une grande plus-value par rapport aux travaux effectués dans la littérature. Parallèlement aux essais de flexion, il avait été décidé, dès le début de la thèse, d'utiliser des essais de double-torsion pour également étudier la propagation de fissure. L'analyse de cet essai spécifique aux céramiques est au centre du chapitre 5.

5

Analyse de l'essai de double-torsion par corrélation d'images 2D et 3D

Dans ce cinquième chapitre, nous analysons tout d'abord l'essai de double-torsion par corrélation d'images FE-DIC en 2D à partir d'images prises de la face sollicitée en traction. Pour une meilleure interprétation des résultats obtenus, il est décidé d'utiliser des mesures de corrélation d'images 3D, à l'aide d'un prototype original conçu pour réaliser des essais in situ de propagation de fissure dans un tomographe. En double-torsion, nous pouvons alors observer la cinématique globale ainsi que la propagation de la fissure en 3D. Dans le cas élastique, une simulation X-FEM est réalisée pour calculer numériquement la répartition des facteurs d'intensité des contraintes le long d'un front curviligne de fissure. Enfin, la validité de l'approche I-DIC basée sur les séries de Williams est discutée, concernant son éventuelle application sur la face sollicitée en traction d'un échantillon en double-torsion.

Sommaire du chapitre 5

5.1	Essais de double-torsion à température ambiante	140
5.1.1	Résultats des essais de double-torsion à température ambiante	140
5.1.2	Suivi de la propagation par corrélation d'images FE-DIC en 2D	142
5.2	Analyse <i>in situ</i> par tomographie X et corrélation d'images 3D	144
5.2.1	Résultats des essais <i>in situ</i> de double-torsion	144
5.2.2	Application en double-torsion de l'approche FE-DIC en 3D	146
5.2.3	Evolution du front de fissure 3D en double-torsion	152
5.3	Simulation X-FEM en 3D d'un essai de double-torsion	155
5.3.1	Présentation des outils numériques utilisés	155
5.3.2	Modélisation 3D d'un essai de double-torsion	158
5.4	Développement envisagé pour une approche intégrée I-DIC en 2D	162
5.5	Conclusion	163

Préambule au chapitre 5

L'essai de double-torsion est souvent utilisé pour caractériser le comportement à la fissuration des matériaux céramiques fragiles (Sec.1.3.2). Par rapport à l'essai de flexion entaillée, il permet de contrôler la propagation de fissure sur de longues distances, même pour des matériaux fragiles, afin d'extraire des lois reliant vitesse et facteur d'intensité des contraintes. De telles lois sont indispensables dans l'optique de simuler numériquement la propagation d'une fissure dans un matériau. Enfin, les échantillons de double-torsion sont fins et peuvent provenir directement de parois de filtres à particules Diesel, comme cela a déjà été réalisé dans la littérature [SAL 08, SHY 08a]. Pour ces différentes raisons, il avait été dès le début de la thèse décidé d'utiliser des essais de double-torsion sur la céramique à base de titanate d'aluminium.

Cet objectif initial a finalement évolué lors de la thèse. Tout d'abord, les essais de flexion entaillée ont déjà permis correctement de contrôler et de caractériser la propagation de fissure au sein du titanate d'aluminium (Chap.4). De plus, il s'est avéré que la simulation numérique de la fissuration d'un filtre à particules Diesel était un objectif qui allait au-delà de cette thèse faite en collaboration avec le groupe Saint-Gobain. Dans ce chapitre 5, il a donc été décidé de mettre en avant, non le matériau à base de titanate d'aluminium, mais l'essai de double-torsion en lui-même. Souvent utilisé dans la littérature, cet essai a en effet peu été étudié d'un point de vue mécanique (Sec.1.3.2). Ses différentes limitations, telle la mesure de la longueur et de la forme du front de la fissure, sont donc abordées et étudiées dans ce chapitre.

Pour une meilleure analyse de cet essai, deux céramiques poreuses sont utilisées en parallèle : le titanate d'aluminium et le carbure de silicium (Sec.2.2). L'utilisation du carbure de silicium, qui a un comportement élastique fragile, permet de se concentrer sur l'essai de double-torsion et non sur la problématique complexe du comportement quasi-fragile du titanate d'aluminium.

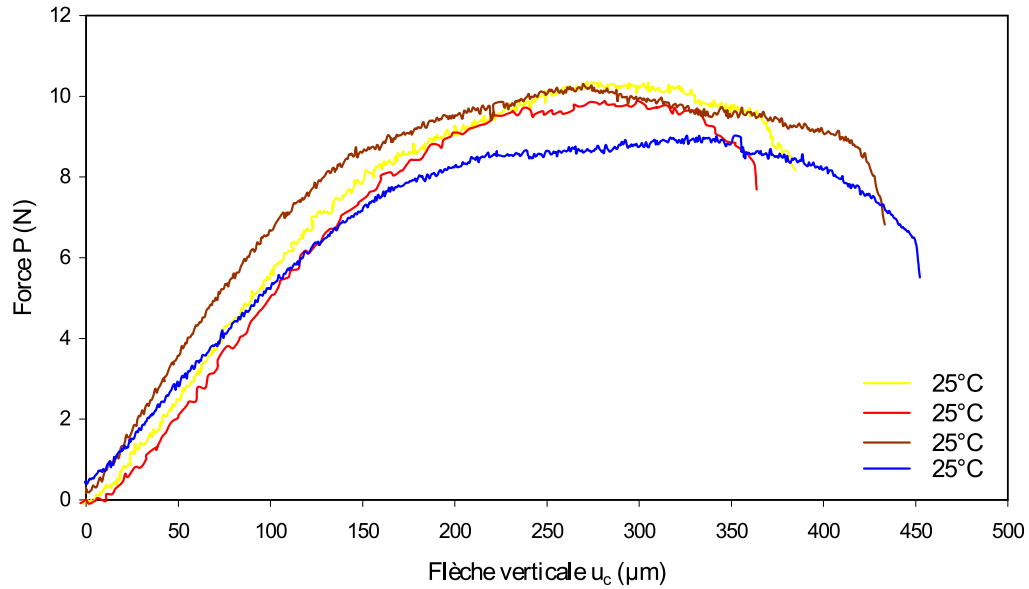
5.1 Essais de double-torsion à température ambiante

5.1.1 Résultats des essais de double-torsion à température ambiante

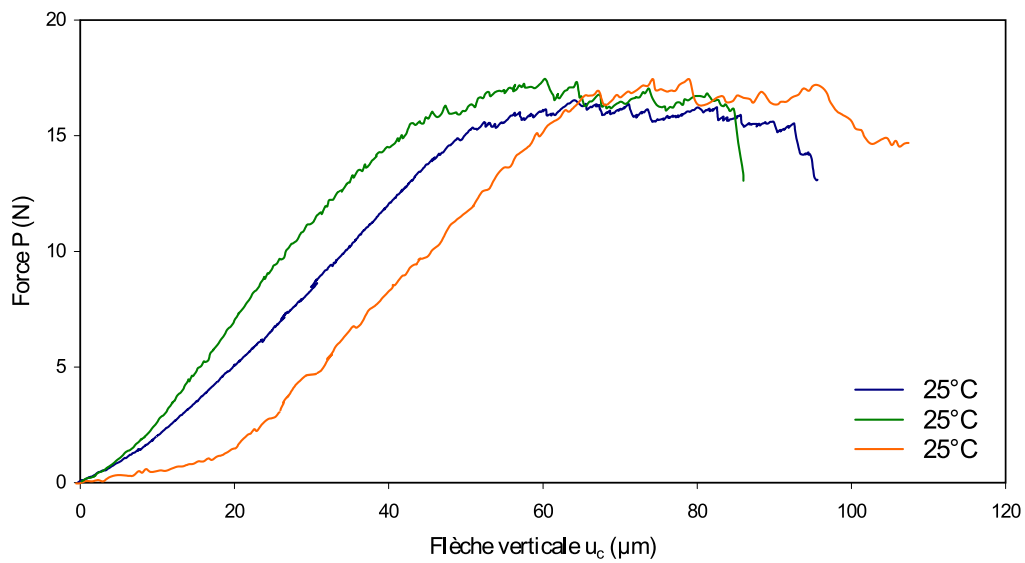
Le protocole expérimental associé aux essais de double-torsion suivis par corrélation d'images a été décrit précédemment (Sec.2.3.1). Rappelons que des images ont été prises grâce au miroir à 45° permettant de visualiser la face inférieure sollicitée en traction des échantillons de dimensions $22 \times 2,1 \times 41 \text{ mm}^3$ environ (Tab.C.3 en annexe C).

La figure 5.1 présente les courbes $P - u_c$ enregistrées des essais respectivement réalisés sur le titanate d'aluminium (a) et le carbure de silicium (b). Ces courbes comportent toutes deux une première partie pendant laquelle le chargement augmente de manière quasi linéaire, suivie d'une seconde partie caractérisée par un plateau en force avant que la rupture finale ne se produise. Ce type de courbe est typique de la propagation de fissure pour une céramique sollicitée en double-torsion [CHE 96a, SHY 06]. Il est intéressant de noter que ces deux parties sont surtout marquées pour le matériau fragile qu'est le carbure de silicium. A l'inverse, l'allure moins accentuée de la courbe obtenue pour le titanate d'aluminium s'explique par le comportement quasi-fragile dû à la propagation des microfissures à température ambiante. Il s'agit de la même évolution d'endommagement diffus que celle précédemment caractérisée en flexion entaillée par l'approche R-DIC (Sec.4.1.3).

Dans le cadre de la MLER, il est possible d'analyser ces données à partir de la formule reliant le chargement au facteur d'intensité des contraintes en mode I (Eq.1.37). Pour le titanate



(a) Titanate d'aluminium



(b) Carbure de silicium

Figure 5.1: Courbes $P - u_c$ en double-torsion pour le titanate d'aluminium et le carbure de silicium à température ambiante.

d'aluminium, la force maximale de $P_{max} = 9,7 \pm 0,6N$ conduit à un facteur d'intensité des contraintes maximal de $K_{max}^I = 0,28 \pm 0,02MPa.m^{1/2}$. Cette dernière valeur est très proche de celle calculée à partir de la méthode des complaisances en flexion entaillée (Sec.4.1.1). Pour le carbure de silicium, le chargement maximal est de $P_{max} = 17,4 \pm 0,4N$, soit un facteur maximal de $K_{max}^I = 0,66 \pm 0,03MPa.m^{1/2}$. De nouveau, cette dernière valeur est similaire à la ténacité connue du carbure de silicium (Tab.2.3). Il faut noter que ces faibles incertitudes, de l'ordre de 4%, pour les ténacités de ces deux matériaux sont comparables à celles obtenues également en double-torsion sur des céramiques poreuses pour filtres à particules Diesel dans la littérature [SHY 08a, SHY 08b].

Bien que le calcul des facteurs d'intensité des contraintes en double-torsion soit théoriquement indépendant de la longueur de fissure (Eq.1.37), la détermination de cette dernière s'avère néanmoins nécessaire pour une description plus précise de la fissuration, comme discuté précédemment (Sec.1.3.2). Pour mesurer en continu la longueur de fissure, la corrélation d'images 2D est utilisée à partir des images correspondant aux faces sollicitées en traction et prises grâce au miroir à 45°.

5.1.2 Suivi de la propagation par corrélation d'images FE-DIC en 2D

De manière similaire aux essais de flexion, de traction et de compression, les images prises lors des essais de double-torsion sont tout d'abord analysées avec l'approche générale FE-DIC préalablement présentée et utilisée (Chap.3). Un objectif télécentrique a été utilisé pour s'affranchir des mouvements hors-plan qui seraient interprétés, à tort, comme des déformations par la corrélation d'images 2D [SUT 08]. Pour chaque matériau, la figure 5.2 montre l'image de référence et le maillage éléments finis composé de quadrangles de 64 pixels de côté.

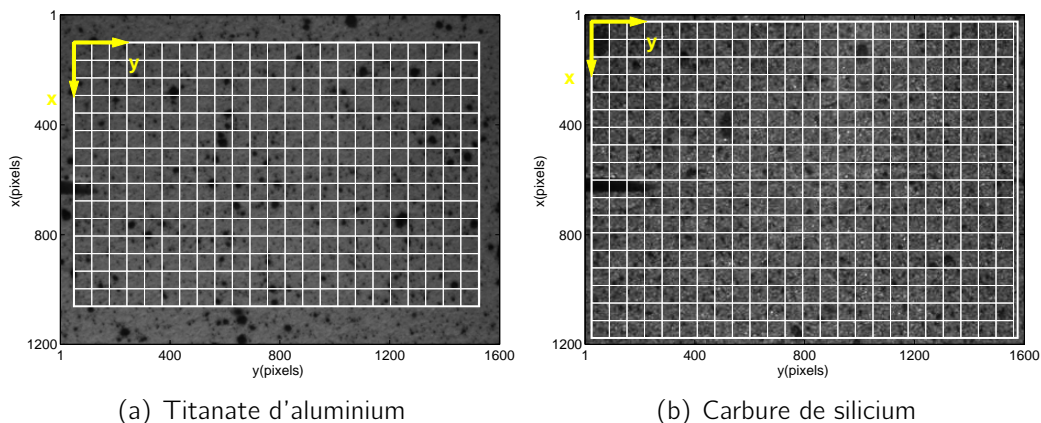


Figure 5.2: Images de référence et zones d'intérêt Ω en double-torsion pour l'approche FE-DIC (1 pixel = 10,9 μ m). Sur la gauche, on remarque la présence des entailles initiales qui débouchent sur les faces sollicitées en traction.

La figure 5.3 présente les résultats obtenus avec l'approche de corrélation d'images FE-DIC. Le titanate d'aluminium étant près de 9 fois moins rigide que le carbure de silicium, les déplacements mis en jeu sont effectivement plus importants pour le premier matériau. Visible sur le champ de déplacement V_x , la discontinuité de la fissure l'est surtout sur la carte d'erreur de corrélation. Le fait que la fissure se propage en ligne droite permet d'affirmer la prédominance de la sollicitation en mode I sur ces essais et ainsi de légitimer l'utilisation, dans la section

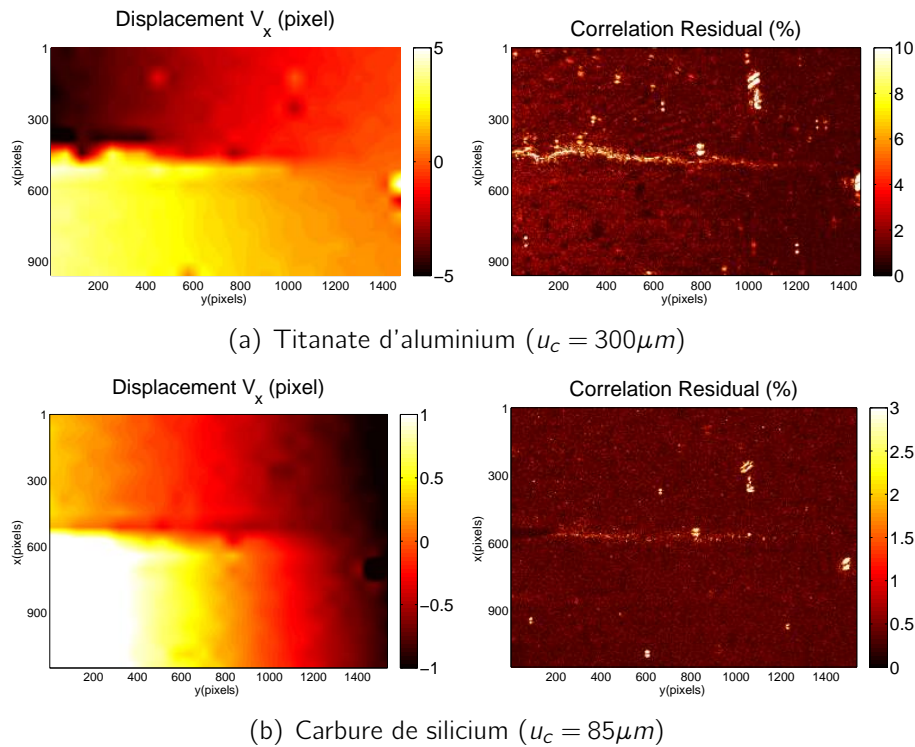


Figure 5.3: Champs de déplacement et d'erreur de corrélation avec l'approche FE-DIC pour le titanate d'aluminium et le carbure de silicium.

précédente 5.1.1, des formules analytiques issues de la MLER. A partir de l'erreur de corrélation, il est possible d'estimer la position de la pointe la fissure sur chaque image déformée. Bien que subjective, cette approche permet néanmoins d'obtenir une première approximation de l'avancée de la fissure, comme cela a été déjà réalisé en flexion entaillée (Fig.4.9).

La figure 5.4 présente l'évolution de la longueur de fissure pour les échantillons de titanate d'aluminium et de carbure de silicium. Dans les deux cas, l'amorçage de la fissure correspond au moment où la force P ne croît plus et atteint un plateau (Fig.5.1). Cela est particulièrement visible sur le matériau fragile, pour lequel aucun endommagement diffus ne précède l'amorçage de la fissure principale. Ensuite, l'approche FE-DIC transcrit une propagation stable de la fissure. Au moment de la rupture soudaine, la longueur de fissure atteinte est égale à $14 \pm 1 mm$ pour le titanate d'aluminium et à $13 \pm 1 mm$ pour le carbure de silicium. Ces valeurs sont à prendre avec précaution car, sur le carbure de silicium en particulier, la localisation de l'erreur de corrélation R_{cor} est faible et la position de la pointe de la fissure est difficile à estimer. Rappelons que les facteurs d'intensité des contraintes ne peuvent pas être directement obtenus à partir de cette approche FE-DIC.

Malgré ces quelques limitations, cette méthode de corrélation d'images FE-DIC présente un fort potentiel pour l'essai de double-torsion. En effet, il reste possible d'évaluer approximativement la longueur de fissure sur la face sollicitée en traction. Une telle mesure nécessitait jusqu'à présent l'utilisation préalable d'un essai de calibration pour relier valeurs de complaisance et de longueur de fissure (Sec.1.3.2). Cet essai de calibration est difficilement réalisable pour les matériaux non denses qui ne peuvent pas être suffisamment polis.

Pour aller au-delà des limitations de l'approche FE-DIC, il conviendrait d'adopter, dans le même état d'esprit que dans les chapitres 3 et 4, des approches intégrées de corrélation d'images

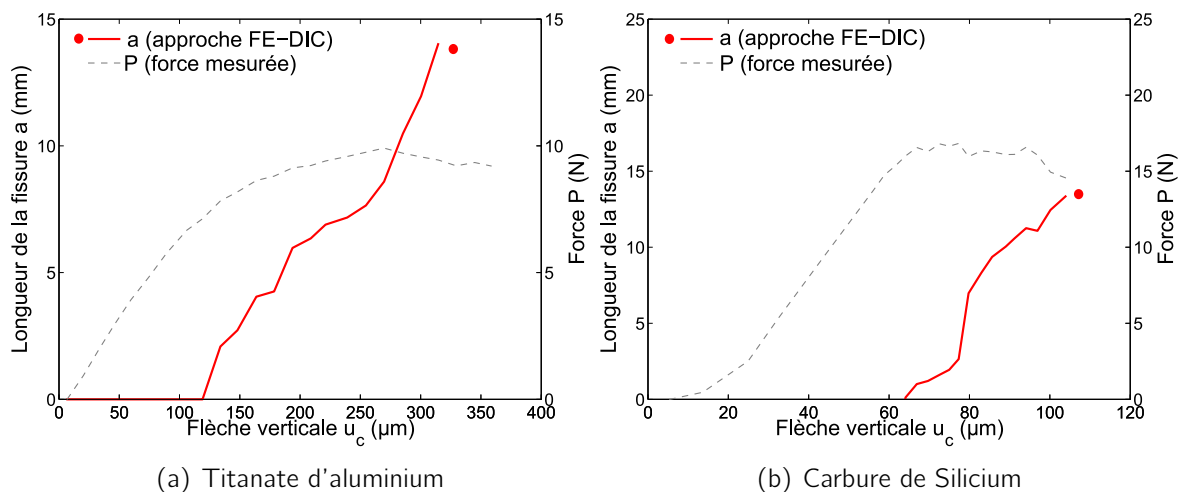


Figure 5.4: Estimation de la longueur de fissure avec l'approche FE-DIC en double-torsion pour le titanate d'aluminium et le carbure de silicium.

grâce à des fonctions de forme spécifiques à l'essai de double-torsion. Ce point sera discuté dans la dernière section 5.4. Pour proposer une meilleure compréhension de l'essai de double-torsion, il est décidé de l'analyser à partir de tomographie X et de corrélation d'images 3D.

5.2 Analyse in situ par tomographie X et corrélation d'images 3D

5.2.1 Résultats des essais in situ de double-torsion

Le dispositif expérimental associé aux essais de double-torsion *in situ* ont été décrits précédemment (Sec.2.3.2). Il a été conçu un prototype permettant pour la première fois d'observer en 3D la propagation contrôlée de fissures dans des matériaux fragiles. Les essais de double-torsion sont réalisés verticalement afin de permettre facilement une rotation des échantillons devant le faisceau de rayons X (Fig.2.9).

La figure 5.5 présente les courbes $P - t$ enregistrées grâce au capteur de force miniature situé au niveau de la pince du prototype. Pour les échantillons de carbure de silicium et de titanate d'aluminium pour lesquels la fissure s'est propagée perpendiculairement à la face arrière des échantillons, les forces maximales atteintes sont respectivement de $F_{max} = 16,0 \pm 0,4 \text{ N}$ et de $F_{max} = 5,2 \pm 0,3 \text{ N}$. Ces valeurs conduisent respectivement à des facteurs d'intensité des contraintes $K_{max}^I = 0,66 \pm 0,02 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ et de $K_{max}^I = 0,24 \pm 0,02 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ selon l'équation 1.37 issue de la MLER. Par rapport aux ténacités calculées en flexion entaillée (Sec.4.1.1) ou en double-torsion classique (Sec.5.1.1) à température ambiante, les différences sont inférieures à 7% et confirment la fiabilité du dispositif expérimental conçu.

Pour chaque matériau, plusieurs acquisitions par tomographie X sont réalisées à différentes étapes du chargement et donc de la fissuration. Une décharge à $65\% F_{max}$ est indispensable pour éviter toute relaxation et propagation lente de la fissure pendant le temps nécessaire au tomographe pour chaque acquisition (Sec.2.3.2). Pour le carbure de silicium qui est un matériau fragile, plusieurs scans sont réalisés pendant la première partie de l'essai avant le début de la

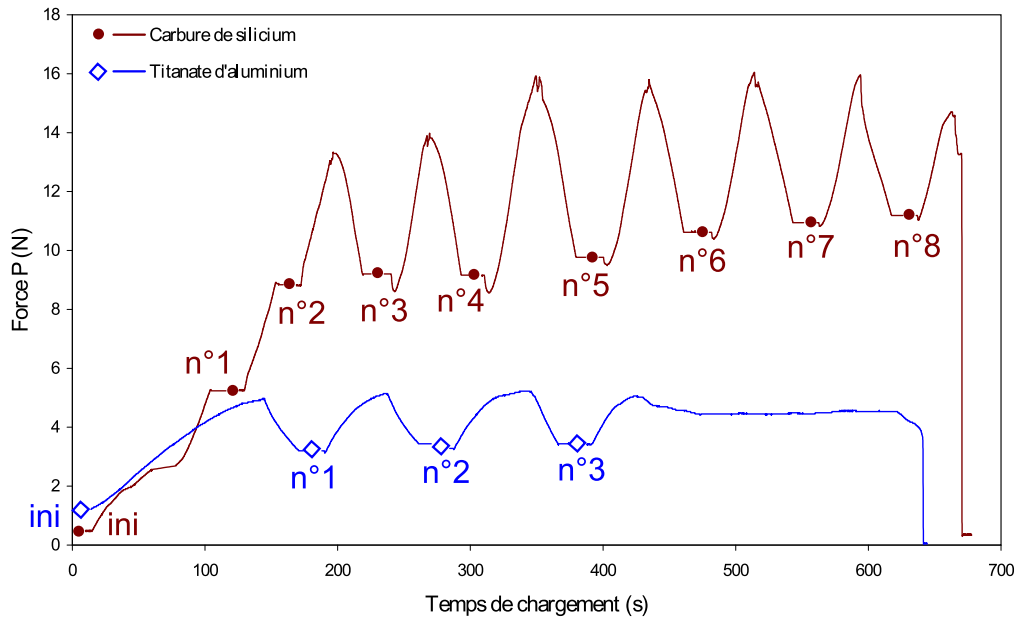


Figure 5.5: Courbes $P - t$ et scans par tomographie X pour les essais de double-torsion *in situ* sur le titanate d'aluminium et le carbure de silicium.

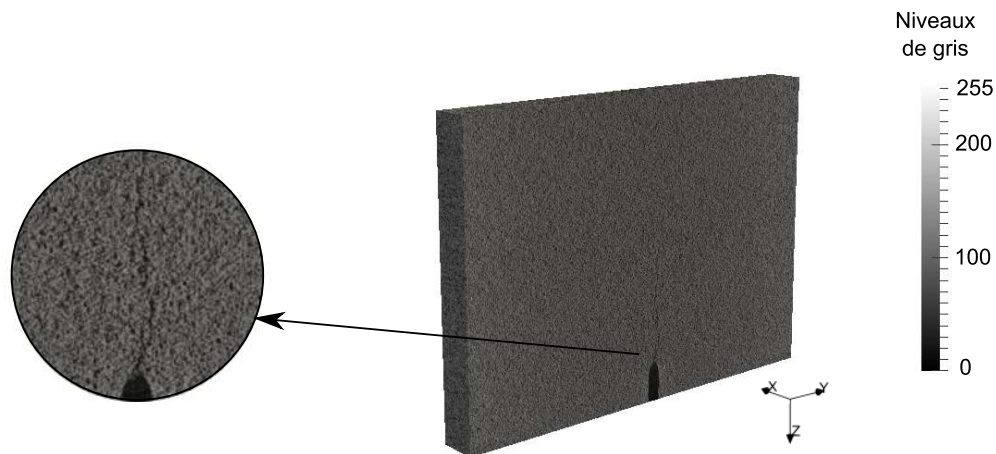


Figure 5.6: Visualisation de la face en traction lors du scan n°3 pour l'échantillon de titanate d'aluminium en double-torsion ($1 \text{ voxel} = 9,3 \mu\text{m}$).

fissuration pour vérifier, *a posteriori* par corrélation d'images 3D, que les déplacements sont proportionnels au chargement appliqué.

La figure 5.6 représente le dernier scan acquis pour l'échantillon en titanate d'aluminium. Il est possible d'apercevoir directement, sur la face sollicitée en traction, une fissure qui s'est propagée depuis la base de l'entaille initiale. La position exacte de sa pointe est néanmoins impossible à localiser précisément. Ce constat est également vrai pour les scans correspondant à l'échantillon en carbure de silicium, d'autant plus que ce matériau, plus rigide, présente des déformations environ 5 fois plus faibles que celles du titanate d'aluminium. Il n'est donc pas possible d'étudier la propagation de la fissure directement depuis ces scans tels quels.

Pour exploiter pleinement ces acquisitions par tomographie X et analyser correctement l'essai de double-torsion, l'utilisation de la corrélation d'images 3D est nécessaire et est au centre de la section suivante 5.2.2.

5.2.2 Application en double-torsion de l'approche FE-DIC en 3D

De manière similaire qu'en 2D, les approches de corrélation d'images basées sur une décomposition du champ de déplacement sont les plus appropriées pour mesurer les faibles déformations mises en jeu (Sec.1.4.2). Pour résoudre l'équation du flot optique écrite en 3D (Eq.1.49), il est possible d'utiliser des fonctions de forme éléments finis. L'approche la plus générale s'appuie sur des hexaèdres de type C8 pour lesquels le champ de déplacement se décompose de la manière suivante :

$$v_i = \sum_{n=1}^8 N_i(x, y, z) \alpha_{ni} \quad (5.1)$$

où i correspond aux trois directions spatiales, $N_i(x, y, z)$ les huit fonctions de forme $(1-x)(1-y)z$, $x(1-y)z$, $y(1-x)z$, xyz , $(1-x)(1-y)(1-z)$, $x(1-y)(1-z)$, $y(1-x)(1-z)$, $xy(1-z)$ dans un repère $(0;1)^3$ et α_{ni} les déplacements nodaux inconnus. Le champ de déplacement dans cet hexaèdre C8 est géré par vingt-quatre degrés de liberté au niveau des huit noeuds éventuellement en commun avec des éléments voisins. Cette décomposition cinématique est incluse dans la résolution du système matriciel (Eq.3.1.1). Il faut noter que le champ de déplacement obtenu est continu en raison des hypothèses intrinsèques aux éléments utilisés. La forte porosité des céramiques testées joue le rôle de marqueurs volumiques aléatoires en 3D, tout comme le mouchetis de peinture le fait en 2D (Sec.5.1.2).

Cette approche FE-DIC en 3D a déjà été utilisée avec succès sur différents matériaux, dans la littérature (Sec.1.4.3) et est ici appliquée pour la première fois à l'étude de la propagation d'une fissure au sein de céramiques fragiles et quasi-fragiles.

Influence du maillage éléments finis

En 2D comme en 3D, le choix du maillage est primordial pour la qualité de la mesure par corrélation d'images [BES 06]. Dans notre cas, plus les éléments sont grands et contiennent de voxels, plus les incertitudes sur la mesure finale sont effectivement faibles (Fig.3.3). Mais de trop grands hexaèdres ne permettent plus de mesurer les hétérogénéités locales du champ de déplacement, telles celles mises en jeu au niveau de la fissure en double-torsion. Pour évaluer l'influence de la taille des éléments C8 dans notre cas, différents maillages sont construits sur les scans initiaux (Fig.5.7). Des hexaèdres respectivement de côté 8, 16, 32 et 64 voxels sont testés pour le titanate d'aluminium.

La figure 5.8 présente les champs de déplacement V_y sur la face en traction correspondant au calcul de corrélation entre le scan initial et le scan n°3 pour le titanate d'aluminium. Tandis que le champ de déplacement obtenu avec le maillage composé d'hexaèdres de 8 voxels est trop bruité pour être exploitable, celui obtenu avec les hexaèdres de 64 voxels est plus régulier mais contient seulement deux éléments dans l'épaisseur de l'échantillon. Pour ces raisons, des hexaèdres de 16 ou 32 voxels de côté sont préférés dans la suite de ces travaux.

Pour le carbure de silicium et le titanate d'aluminium, les déplacements maximaux mesurés sont respectivement de l'ordre de ± 1 voxel et de ± 2 voxels dans la direction normale à la fissure. En supposant que la décharge à $65\%F_{max}$ soit élastique, cela correspond à des ouvertures réelles maximales respectives égales à $\pm 12\mu m$ et $\pm 30\mu m$ au niveau des lèvres de la fissure. Mais les déformations dérivées de ces champs de déplacement sont 2 à 6 fois supérieures aux déformations à rupture connues de ces deux céramiques (respectivement $\epsilon_{max} = +0,06\%$ et $\epsilon_{max} = +0,23\%$). Pour notre mesure de corrélation d'images 3D, différentes possibilités sont envisageables pour obtenir des valeurs de déformations quantitativement cohérentes :

- Augmenter la taille des hexaèdres au-delà de 32 voxels apporterait une meilleure précision mais réduirait fortement le nombre d'éléments dans l'épaisseur de l'échantillon (Fig.5.8).
- Rapprocher les échantillons de la source de rayons X améliorerait la résolution spatiale ici comprise entre 7 et $10\mu m$ /voxel. Néanmoins, la zone visualisée serait alors réduite limitant la longueur sur laquelle il est possible d'observer la propagation de fissure. Pour différentes raisons expérimentales, il n'a pas été possible de faire plusieurs scans à haute résolution verticalement pour un même échantillon à un chargement donné.
- Coupler cette méthode FE-DIC en 3D à une régularisation mécanique, comme cela a été fait avec l'approche R-DIC en 2D pour les essais de flexion entaillée (Sec.4.1.3). Pour le titanate d'aluminium, il serait nécessaire d'identifier au préalable une loi d'endommagement capable de représenter l'évolution du comportement du matériau lors de cycles charge-décharge. En effet, les acquisitions par tomographie sont réalisées après avoir déchargé l'échantillon à $65\%F_{max}$.
- Réaliser les scans à charge maximale augmenterait considérablement les déplacements relatifs par rapport aux scans initiaux. Dans ce cas, la durée d'acquisition d'un scan doit être alors de l'ordre de la seconde pour éviter toute propagation lente de la fissure. Cette possibilité requiert l'utilisation d'un tomographe plus puissant que celui de laboratoire utilisé dans notre cas.

Toutes ces problématiques sont nouvelles puisque cette méthode de corrélation d'images FE-DIC en 3D a été appliquée, à notre connaissance, uniquement sur des matériaux à plus haute déformabilité, tels les mousses [ROU 08b] ou les aciers [RAN 10].

Bien que les déplacements mis en jeu soient faibles, la cinématique globale de l'essai de double-torsion est correctement mesurée, comme l'illustrent les maillages déformés (Fig.5.10). Lors de chargements successifs, on observe clairement la déformation symétrique de l'échantillon par rapport au plan de la fissure. Cette observation est cohérente avec l'hypothèse d'une succession de poutres en flexion, hypothèse parfois prise dans la littérature pour modéliser l'essai de double-torsion [BOU 85]. Lors de l'initiation de la fissure, la corrélation d'images 3D permet également de détecter une rotation de 30° de l'échantillon autour de l'axe vertical (scans n°1 et n°2 sur la figure 5.10). Ce mouvement de corps rigide de rotation est probablement dû à la présence de jeux dans le montage expérimental mais n'affecte pas la qualité de la mesure par corrélation 3D.

Sur la figure 5.8, on observe une forte discontinuité du champ de déplacement traduisant la

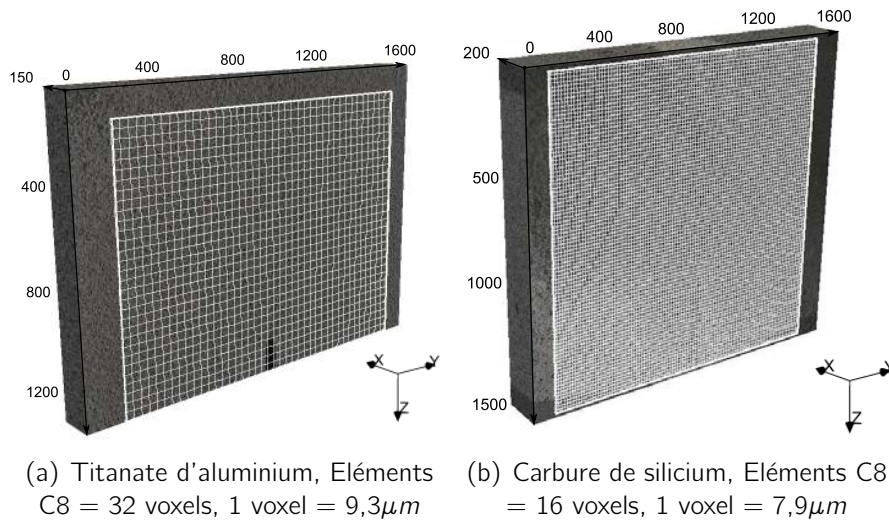


Figure 5.7: Scans de référence avec deux finesses de maillages éléments finis pour l'approche FE-DIC en 3D.

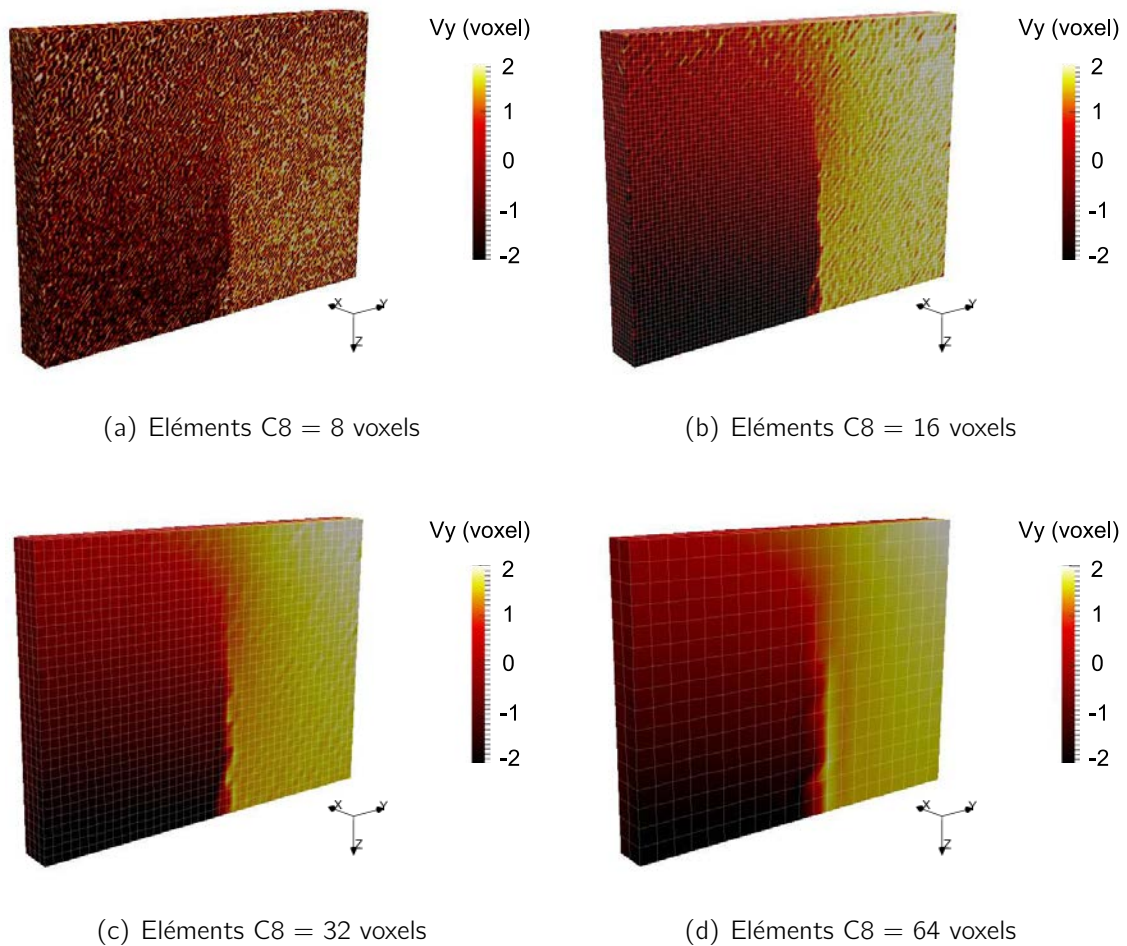
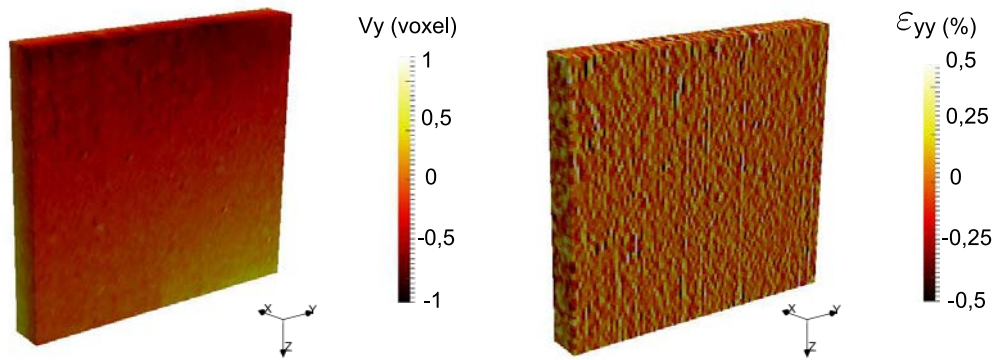
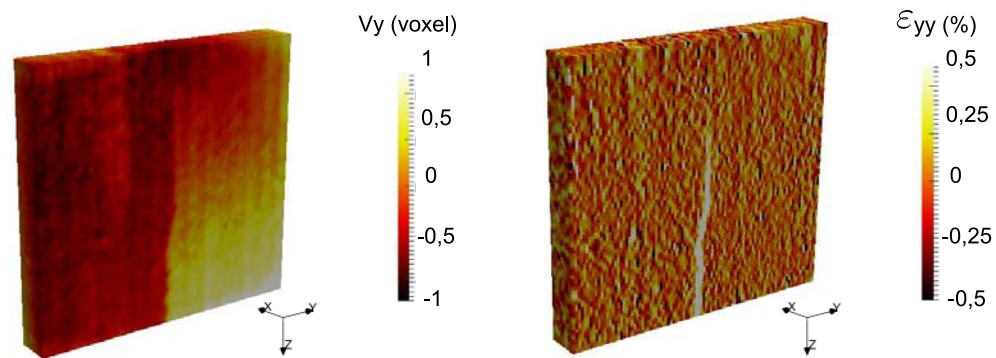


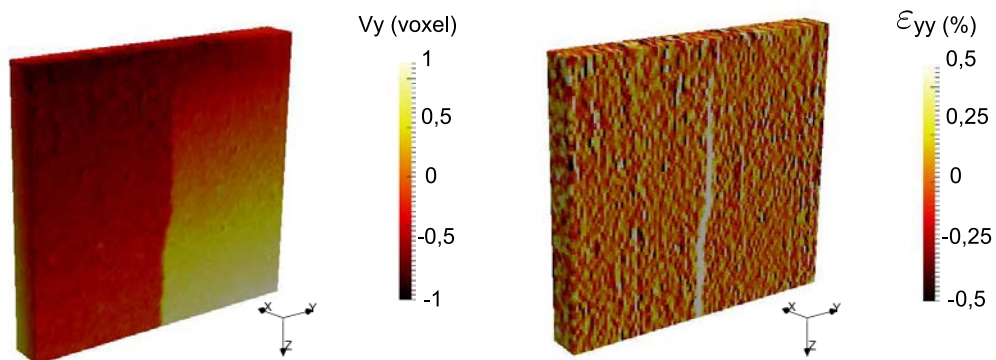
Figure 5.8: Influence de la finesse du maillage éléments finis sur le champ de déplacement V_y pour l'approche FE-DIC en 3D appliquée au scan n°3 sur le titanate d'aluminium (1 voxel = $9,3\mu\text{m}$).



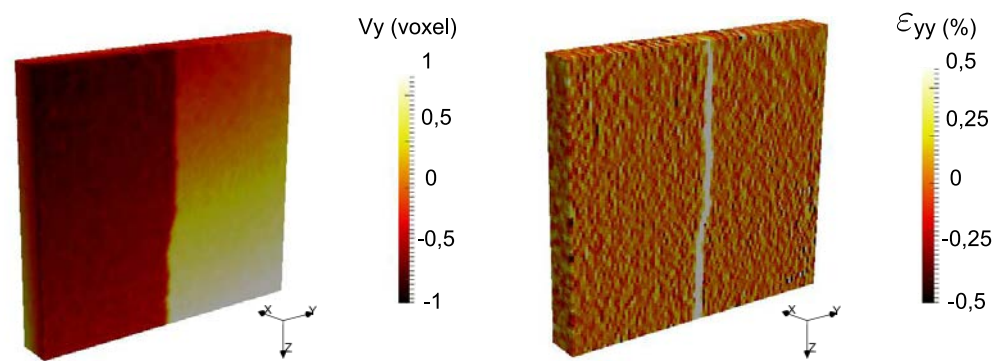
(a) scan n°3 (vue de la face en traction)



(b) scan n°5 (vue de la face en traction)



(c) scan n°6 (vue de la face en traction)



(d) scan n°7 (vue de la face en traction)

Figure 5.9: Evolution des champs de déplacement et de déformation pour l'approche FE-DIC en 3D sur le carbure de silicium ($E_{\text{éléments C8}} = 16$ voxels, 1 voxel = $7,9\mu\text{m}$).

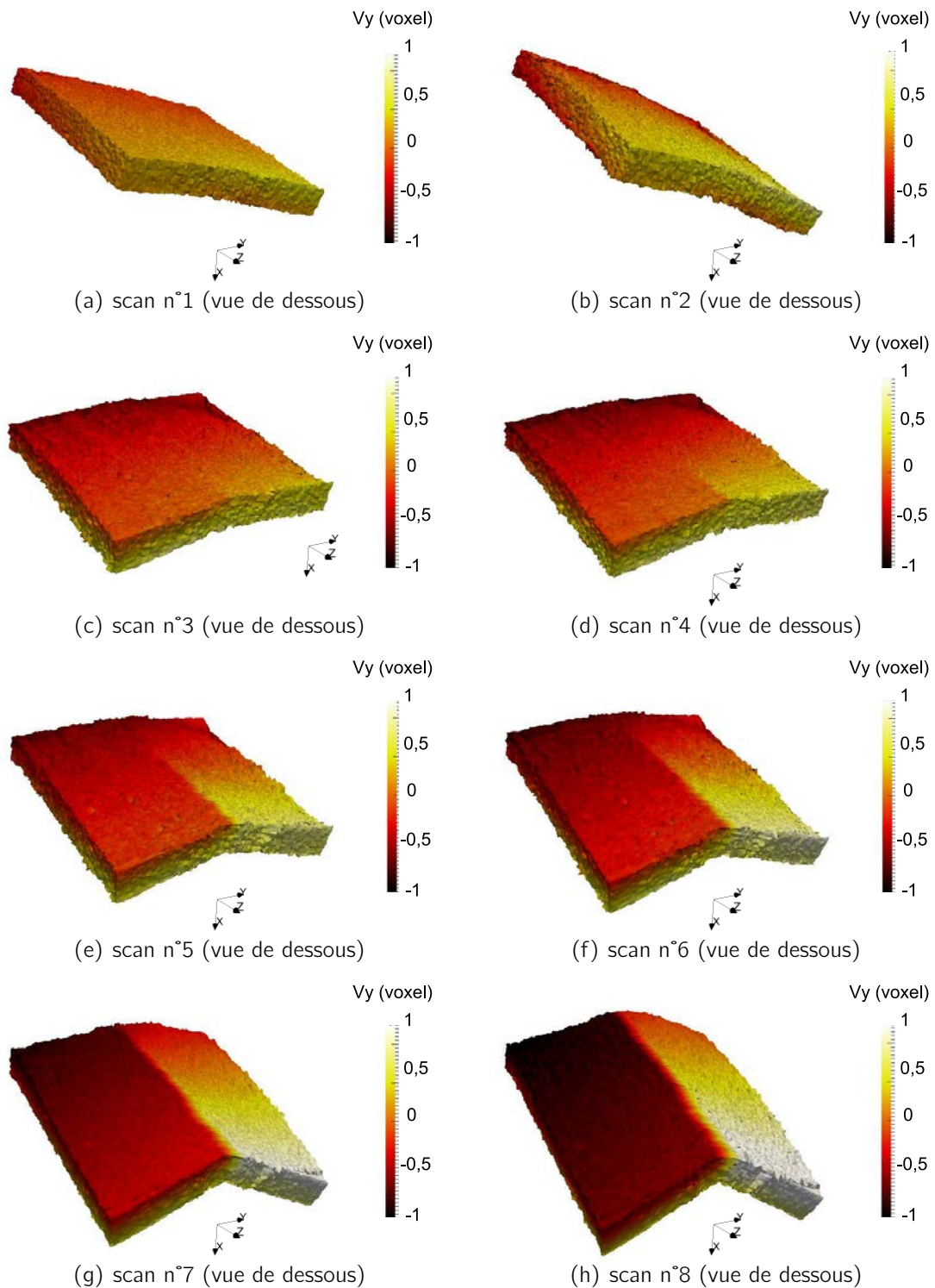


Figure 5.10: *Maillage déformé (x100) par le champ de déplacement pour l'approche FE-DIC en 3D sur le carbure de silicium (Eléments C8 = 16 voxels, 1 voxel = 7,9 μ m).*

présence de la fissure se propageant dans l'axe vertical de l'échantillon. La fissure est clairement visible sur la face sollicitée en traction et la discontinuité est de plus en plus marquée au cours de la fissuration (Fig.5.9 et Fig.D.1 en annexe D). A l'inverse, la fissure semble ne pas déboucher sur la face sollicitée en compression, d'après les champs de déplacement et de déformation (Fig.5.11). Ce premier constat est cohérent avec les résultats rapportés dans la littérature concernant la forme asymétrique du front de fissure [VIR 75, LEE 82, FRA 88].

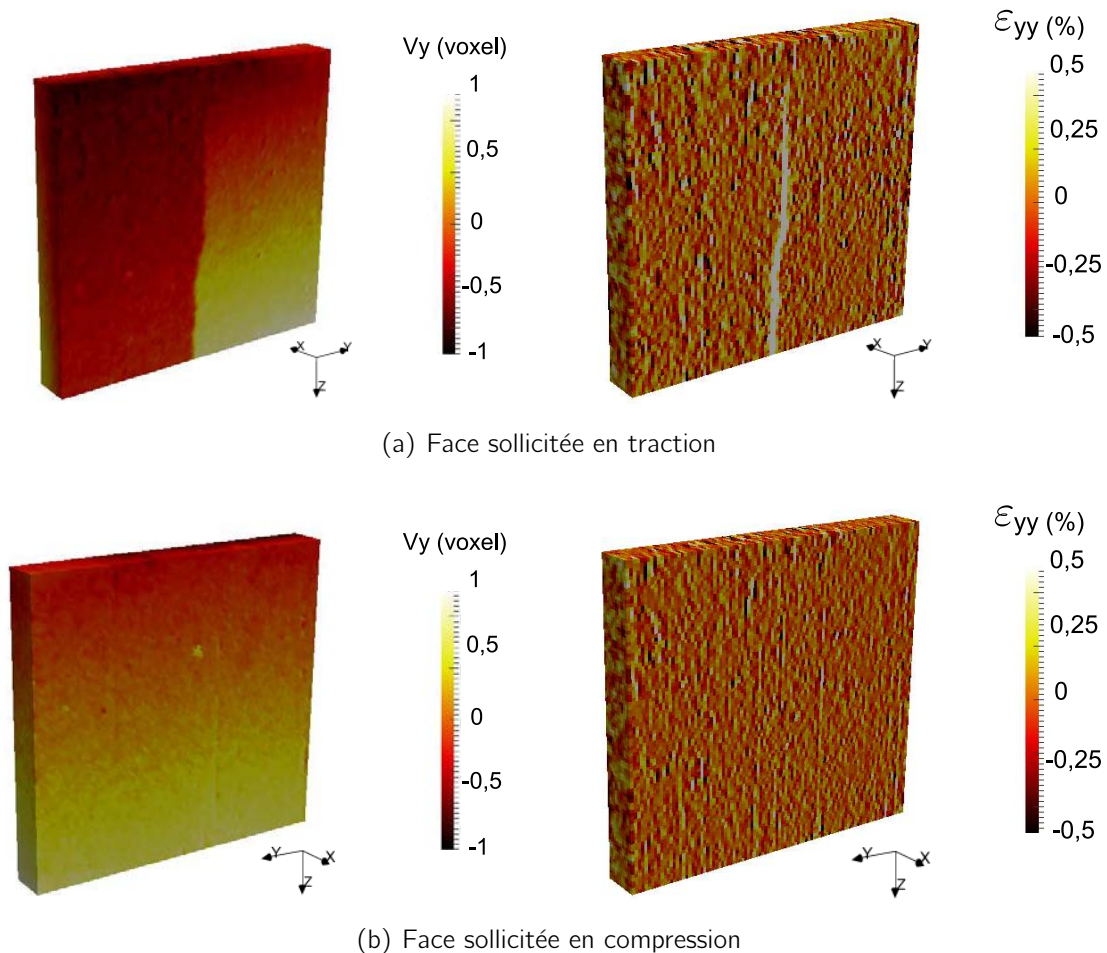


Figure 5.11: Champs de déplacement et de déformation pour l'approche FE-DIC en 3D appliquée au scan n°6 sur le carbure de silicium (Éléments C8 = 16 voxels, 1 voxel = 7,9 μ m).

Avant d'étudier plus précisément l'évolution de la fissure dans la section 5.2.3, la qualité de la mesure par corrélation d'images 3D est vérifiée à partir de la superposition de résultats issus de scans réalisés à différentes résolutions. Pour l'échantillon en titanate d'aluminium, deux acquisitions ont été réalisées, pour chaque niveau de chargement, avec des résolutions spatiales égales à 9,3 μ m/voxel et 3,3 μ m/voxel. Avec la plus haute résolution, la longueur sur laquelle on peut suivre la propagation de fissure est 3 fois plus petite que précédemment. Les résultats en termes de déplacement et de déformation sont superposés afin d'être comparés (Fig.5.12). On observe une très bonne correspondance des différents champs, au niveau de l'amplitude des déplacements mesurés ainsi que de la localisation de la déformation sur la fissure. On constate également que le champ de déformation est moins bruité pour le scan réalisé à 3,3 μ m/voxel. Cela s'explique par le fait qu'il soit possible d'utiliser des hexaèdres plus grands, de 32 voxels de

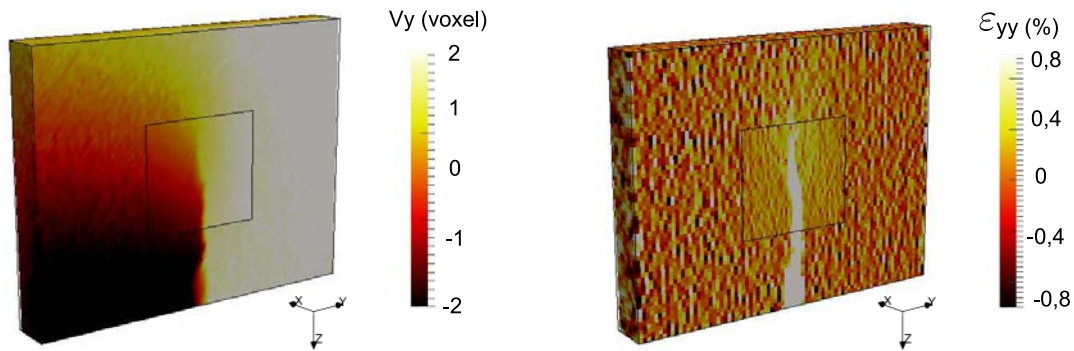


Figure 5.12: Superposition des champs de déplacement et de déformation pour l'approche FE-DIC en 3D appliquée au scan n°3 sur le titanate d'aluminium avec deux résolutions différentes (Eléments C8 = 16 voxels, 1 voxel = 9,3 μ m et Eléments C8 = 32 voxels, 1 voxel = 3,3 μ m). Pour l'acquisition à plus haute résolution (visible sous forme de carré au centre), l'échelle du champ de déplacement V_y est divisée par 3 pour conserver l'équivalence des couleurs.

côté, tout en conservant un maillage suffisamment fin dans l'épaisseur de l'échantillon. De plus, cette haute résolution spatiale augmente de manière relative les déplacements mesurés (égaux dans ce cas à ± 6 voxels de part et d'autre de la fissure) et diminue le bruit des déformations qui en sont dérivées. La zone visualisée devient néanmoins très petite avec une hauteur inférieure à 2,5mm. La fissure ne peut plus être observée dans son ensemble au sein de l'échantillon de double-torsion, alors que cela est un des objectifs principaux de cette étude. Cette problématique de la détection et de l'évolution du front de fissure en 3D est au centre de la section suivante 5.2.3.

5.2.3 Evolution du front de fissure 3D en double-torsion

La forme du front de fissure est une hypothèse cruciale dans les analyses d'essais de double-torsion faites dans la littérature (Sec.1.3.2). Les fronts de fissures sont modélisés soit rectiligne avec une longueur légèrement supérieure sur la face en traction par rapport à celle en compression [TRA 77, CIC 00b], soit en forme de quart d'ellipse [TSE 79]. Dans la suite, ces hypothèses sont comparées aux résultats issus des mesures de corrélation d'images 3D.

La localisation de l'erreur de corrélation R_{cor} au sein de l'échantillon permet habituellement de détecter la position de la fissure (Eq.3.6). L'erreur est alors maximale puisque l'hypothèse de continuité du déplacement, formulée à travers l'approche FE-DIC, n'est pas vérifiée entre les deux lèvres de la fissure. La figure 5.13 présente l'erreur de corrélation calculée *a posteriori* pour chaque voxel proche de la position supposée de la fissure. L'erreur de corrélation est faible et égale en moyenne à 2,0%, indiquant la satisfaction des hypothèses intrinsèques aux hexaèdres C8 choisis. On observe effectivement une localisation de cette erreur au niveau de la fissure. La carte d'erreur étant très bruitée, il est toutefois impossible de localiser la pointe de la fissure, comme cela a pu être fait en 2D avec l'approche FE-DIC pour les essais de flexion entaillée (Fig.4.4) et en double-torsion sans tomographie (Fig.5.3). Par exemple, pour l'échantillon en carbure de silicium, on peut raisonnablement supposer que la fissure s'est déjà propagée de part et d'autre de la zone visualisée grâce aux champs de déplacement et de déformation correspondant au scan n°7 (Fig.5.9). Or, il est impossible de distinguer une localisation de l'erreur de corrélation

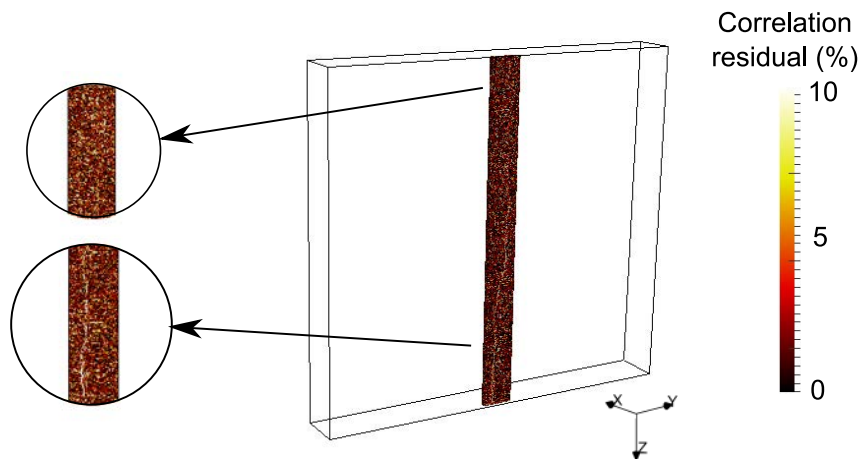


Figure 5.13: Erreur de corrélation pour l'approche FE-DIC en 3D appliquée au scan n°7 sur le carbure de silicium (Éléments C8 = 16 voxels, 1 voxel = 7,9 μ m).

sur l'ensemble du trajet supposé de cette fissure (Fig.5.13). Ce constat est d'autant plus vrai lorsque l'on recherche la fissure dans l'épaisseur de l'échantillon ou à partir des premiers scans lorsque les déplacements mis en jeu sont très inférieurs au voxel.

La très forte porosité des deux céramiques testées semble être à l'origine de cette impossibilité d'estimer la position de la fissure à partir de la carte d'erreur de corrélation. Les pores, qui représentent entre 40% et 50% du volume acquis, sont en effet la seule spécificité de ces matériaux qui puisse expliquer l'important bruit sur l'erreur de corrélation. De par son indice de réfraction constant, l'air contenu dans les pores, dont la taille est supérieure à la résolution spatiale des scans, ne serait pas décrit correctement par les champs de déplacement mesurés par corrélation 3D. Cette hypothèse du rôle de la porosité reste un point à éclaircir et à approfondir.

Pour obtenir l'évolution du front de fissure en double-torsion, une alternative consiste à se baser sur la localisation du champ de déformation ϵ_{yy} . Les faibles déformations des deux céramiques ne pouvant pas être mesurées quantitativement, une analyse qualitative des champs de déformation permet d'estimer la propagation de la fissure pour chaque niveau de chargement. Au niveau de la fissure, les déformations ϵ_{yy} atteignent des valeurs 4 à 8 fois supérieures à celles mesurées dans l'échantillon (Fig.5.9 et Fig.D.1 en annexe D). Dans la partie centrale des échantillons, un seuil est appliqué *a posteriori* pour conserver uniquement les hexaèdres ayant une déformation $\epsilon_{yy} \geq 7 \cdot 10^{-3}$, dans le cas du carbure de silicium, et $\epsilon_{yy} \geq 2 \cdot 10^{-2}$, dans le cas du titanate d'aluminium. Dépendant de la qualité de la mesure, ces valeurs empiriques n'ont pas de signification physique pour ces céramiques mais permettent simplement de distinguer les éléments bruités de ceux fissurés. Il est vérifié que modifier la valeur de ces seuils de $\pm 30\%$ influe peu la forme et l'évolution des front de fissures mesurés par corrélation d'images 3D (Fig.5.15).

Cette approche basée sur l'analyse de la localisation des déformations permet d'obtenir une approximation du front de fissure pour le carbure de silicium (Fig.5.14) et le titanate d'aluminium (Fig.D.3 en annexe D). Dans les deux cas, on observe une évolution de la fissure avec un front fortement curviligne. En effet, ce dernier se propage uniquement lorsqu'il est sollicité en traction en mode I. Pour le carbure de silicium, seuls les scans n°5, n°6 et n°7 permettent de visualiser le front de fissure dans son ensemble. Ces observations 3D sont cohérentes avec les modélisations en quart d'ellipse des fissures en double-torsion réalisées dans la littérature

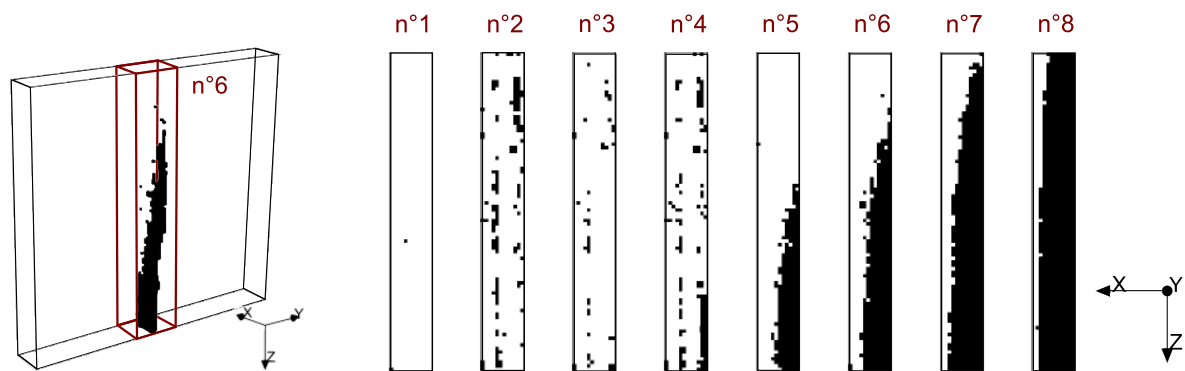


Figure 5.14: Seuil sur les déformations $\epsilon_{yy} \geq 7.10^{-3}$: Scan n°6 en 3D et scans n°1 à n°8 en 2D pour le carbure de silicium (Éléments C8 = 16 voxels, 1 voxel = 7,9 μ m).

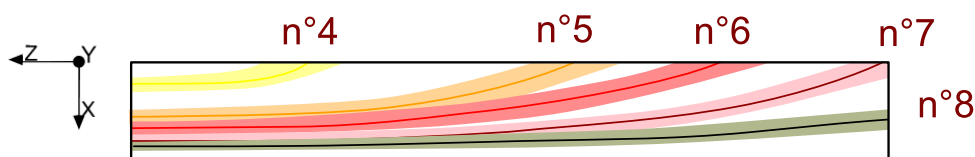


Figure 5.15: Incertitudes sur l'estimation de la position de la fissure en 3D à partir du seuil sur les déformations ϵ_{yy} : Scan n°6 en 3D et scans n°1 à n°8 en 2D pour le carbure de silicium (Éléments C8 = 16 voxels, 1 voxel = 7,9 μ m).

[TSE 79]. Pour la dernière acquisition précédant la rupture soudaine de l'échantillon (scan n°8), la fissure ne débouche toujours pas sur la face sollicitée en compression confirmant les observations précédentes à propos de la continuité du champ de déplacement sur cette face (Fig.5.11). Ce ligament en compression stabilise vraisemblablement la fissuration et diminue les facteurs d'intensité des contraintes, comme cela a déjà été souligné dans la littérature [CHE 96a]. Cette étude permet pour la première fois d'observer *in situ* l'évolution du front de fissure en 3D sur un matériau non transparent en double-torsion.

Extraction des facteurs d'intensité des contraintes

La position de la fissure ayant été estimée en 3D, l'étape suivante consiste à extraire les facteurs d'intensité des contraintes associés aux champs de déplacement [RAN 10]. La première possibilité consiste à utiliser une intégrale de contour, comme l'intégrale J préalablement introduite (Sec.1.2.2). Pour cela, il est nécessaire d'avoir une connaissance précise de la position de la fissure, afin d'enrichir les fonctions de forme FE-DIC associées aux noeuds appartenant aux éléments coupés par la fissure. Basée sur les méthodes X-FEM (Sec.5.3.1), cette approche de corrélation, parfois nommée X-DVC ou X-DIC en 3D, permet de tenir compte du saut de déplacement au niveau de lèvres de la fissure et de calculer la répartition des facteurs d'intensité de contraintes le long d'un front de fissure. Une deuxième possibilité consiste à modéliser la géométrie exacte de l'échantillon fissuré, à imposer des conditions aux limites en déplacement correspondant à ceux déterminés par corrélation d'images et à calculer *a posteriori* les facteurs d'intensité des contraintes.

Dans notre cas, ces deux approches sont difficilement applicables. Tout d'abord, les champs

de déformation mesurés par corrélation d'images 3D ne sont pas utilisables d'un point de vue quantitatif, en raison du bruit de mesure important dû aux faibles déformations des céramiques. De plus, la position de la fissure ne peut pas être exactement localisée au voxel près, à partir de la carte d'erreur bruitée, mais uniquement estimée à l'élément près, à partir d'un seuil sur le champ de déformation. De plus, il semble également préférable de pouvoir étudier la répartition des facteurs d'intensité des contraintes sur l'ensemble du front de fissure, et pas uniquement sur une seule partie du front. Enfin, les champs de déplacement mesurés par corrélation correspondent uniquement à 50% du niveau réel lors de la propagation, en raison de la précharge initiale de 0,5-1N et de la décharge à 65% F_{max} . Extrapoler ces champs pour calculer les facteurs d'intensité des contraintes critiques est possible mais entraîne une augmentation du bruit de mesure. Bien que ces différentes raisons ne soient pas des obstacles insurmontables dans le cas général, il est décidé dans notre cas de modéliser numériquement l'ensemble d'un échantillon sollicité en double-torsion avec une fissure dont la position dans l'espace est parfaitement connue. Une telle simulation numérique 3D permet d'améliorer le niveau de compréhension de l'essai de double-torsion.

Dans la suite de ce chapitre, l'échantillon en carbure de silicium est privilégié pour son comportement mécanique élastique fragile :

- Ne présentant pas de dissymétrie entre traction et compression comme le titanate d'aluminium, il est possible plus facilement de mettre en œuvre une simulation numérique de type X-FEM pour le carbure de silicium.
- Les facteurs d'intensité des contraintes obtenus numériquement peuvent être comparés à ceux calculés analytiquement dans le cadre de la MLER (Eq.1.37).
- Les mesures de corrélation d'images 3D sont plus fiables. La décharge à 65% de F_{max} est élastique, il est donc possible d'extrapoler directement les déplacements mis en jeu pour le chargement maximal. Pour le carbure de silicium, la précharge initiale de 0,5N correspond seulement à 7% de la charge maximale ($F_{max} = 16,0N$) alors que c'est plus de 25% pour le titanate d'aluminium ($F_{max} = 5,2N$). La forme des fronts de fissure identifiée s'avère donc plus précise.
- L'utilisation de l'essai de double-torsion en cas de comportement non-fragile n'est pas un objectif prioritaire de cette thèse. A l'inverse, l'apport d'une compréhension approfondie à l'aide des méthodes numériques innovantes semble plus utile pour ceux qui utilisent cet essai sur des céramiques presque systématiquement élastiques fragiles.

Pour le cas du carbure de silicium, ces précédents travaux de la section 5.2.2 sur "l'analyse d'un test *in situ* de double-torsion par tomographie X et corrélation d'images 3D" ont été présentés durant la thèse [LEP 11b].

5.3 Simulation X-FEM en 3D d'un essai de double-torsion

5.3.1 Présentation des outils numériques utilisés

La méthode des éléments finis étendus : X-FEM

Pour la simulation numérique, la méthode des éléments finis présente l'avantage de représenter fidèlement des géométries complexes et de pouvoir prendre en compte des lois de comportement diverses. Dans le cas de présence de fissures, la discrétisation doit être conforme à la surface de discontinuité, et éventuellement à son évolution. Cela implique des maillages très

fins en pointe de fissure et des opérations de remaillage, en cas de propagation, qui s'avèrent rapidement réhabilitaires surtout en 3D.

Par pallier ces difficultés, de nouvelles techniques numériques ont été proposées, notamment la méthode des éléments finis enrichis [BEL 99]. Pour représenter la discontinuité du champ de déplacement créée par la fissure, deux fonctions d'enrichissement supplémentaires sont rajoutées aux fonctions de forme classiques, telles celles utilisées pour la corrélation d'images FE-DIC (Eq.3.3 et 5.1). Des fonctions sauts pour le déplacement le long des lèvres de la fissure et des fonctions singulières en pointe de fissure permettent d'enrichir la formulation classique. Numériquement, le champ de déplacement v est alors calculé à partir de la forme suivante :

$$v_i(\underline{x}) = \sum_{n \in Ne} N_{ni}(\underline{x}) \alpha_{ni} + \sum_{n \in Nsaut} N_{ni}(\underline{x}) H(\underline{x}) \beta_{ni} + \sum_{n \in Nsing} \sum_{j=1}^4 N_{ni}(\underline{x}) \chi_{ij}(\underline{x}) \gamma_{nij} \quad (5.2)$$

où i correspond à la direction spatiale, \underline{x} les coordonnées cartésiennes de chaque noeud du maillage Ne , N_i les fonctions de formes de chaque élément avec α comme degrés de liberté, $Nsaut$ l'ensemble des noeuds des éléments coupés par la fissure (Fig.5.16) avec β comme degrés de libertés supplémentaires, H la fonction Heaviside (égale à ± 1 de part et d'autre des lèvres de la fissure), $Nsing$ l'ensemble des noeuds des éléments contenant la pointe de la fissure avec γ comme degrés de libertés supplémentaires et χ les quatre fonctions représentant la singularité du déplacement en pointe de fissure dans un repère polaire $(r; \theta)$:

$$\chi_j = \left\{ \sqrt{r} \sin \frac{\theta}{2}; \sqrt{r} \cos \frac{\theta}{2}; \sqrt{r} \sin \frac{\theta}{2} \sin \theta; \sqrt{r} \cos \frac{\theta}{2} \sin \theta \right\} \quad (5.3)$$

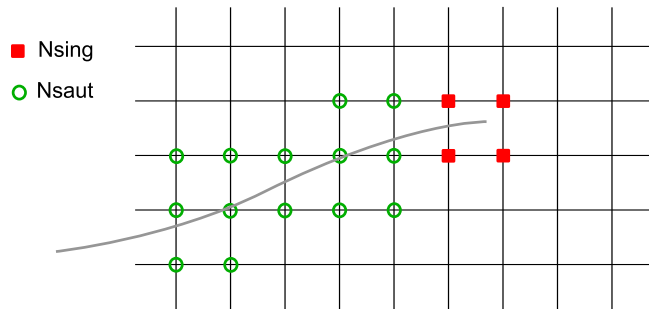


Figure 5.16: Enrichissement des noeuds appartenant aux éléments coupés ou contenant la fissure pour la méthode X-FEM.

Cet enrichissement adapté à la mécanique de la rupture ne s'appuie pas sur une modélisation explicite de la fissure au sein du maillage éléments finis. La description géométrique de la fissure étant indépendante du maillage principal, celui-ci n'a besoin ni d'être très raffiné en pointe de fissure, ni d'être reconstruit à chaque avancée de la fissure. Permettant la simulation numérique d'une structure fissurée, cette méthode X-FEM ('eXtended Finite Element Method') a trouvé rapidement sa place dans les milieux académiques et industriels. Initialement proposée en 2D, elle a été étendue en 3D [SUK 00], couplée avec d'autres techniques comme les multigrilles [RAN 08], adaptée à la plasticité [ELG 06], à la thermoélasticité [DUF 08] et au contact [PIE 10].

Fonctions de niveaux Level-Sets

L'utilisation de la méthode X-FEM nécessite de définir la géométrie de la fissure puisque celle-ci n'est plus explicitement maillée. Une première solution consiste à employer une approche géométrique mais devient difficilement utilisable en 3D. Une seconde solution s'appuie sur la définition de fonctions de niveaux [MOË 02]. La fissure Γ est définie par l'intersection de deux champs scalaires dans l'espace, l'un Ψ décrivant le plan de la fissure et l'autre Φ le front de fissure :

$$\Gamma := \{x \in \mathbb{R}^3 | \Psi(x) = 0 \text{ et } \Phi(x) \leq 0\} \quad (5.4)$$

Le front de fissure est décrit en 3D par l'intersection des surfaces Ψ_0 et Φ_0 . Cette méthode

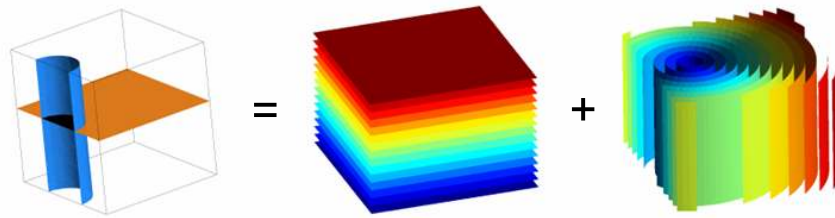


Figure 5.17: Modélisation d'une fissure semi-elliptique 3D par Level-Sets [RAN 08].

basée sur ces deux fonctions de niveaux permet de décrire des géométries complexes 3D, de déterminer facilement si un noeud doit être enrichi, de calculer rapidement les coordonnées polaires et éventuellement de faire propager la fissure à partir d'un champ de vitesse pour la méthode X-FEM.

Facteurs d'intensité des contraintes et intégrales d'interaction

Le calcul des facteurs d'intensité des contraintes est une étape essentielle de la mécanique de la rupture en simulation numérique. Il a déjà été expliqué le principe de l'intégrale J basée sur le tenseur d'Eshelby à partir de champs calculés par éléments finis (Sec.1.2.2). Cependant, l'intégrale J ne permet pas de différencier la contribution respective des modes de rupture I, II et III en pointe de fissure.

À l'inverse, les intégrales dites d'interaction permettent de calculer indépendamment les facteurs K^I , K^{II} et K^{III} même en cas de sollicitation en mode mixte. Ces intégrales supposent deux états, l'un de référence et l'autre auxiliaire. L'état auxiliaire correspond à des solutions analytiques connues. Sur un contour Γ , la superposition de ces deux états (1) et (2) est égale à :

$$I^{(1,2)} = \int_{\Gamma} \left(\frac{\delta_{1j}}{2} (\sigma_{ij}^{(1)} \epsilon_{ij}^{(2)} + \sigma_{ij}^{(2)} \epsilon_{ij}^{(1)}) - \sigma_{ij}^{(1)} \frac{\partial u_i^{(2)}}{\partial x_1} - \sigma_{ij}^{(2)} \frac{\partial u_i^{(1)}}{\partial x_1} \right) n_j d\Gamma \quad (5.5)$$

En développant la formule d'Irwin (Eq.1.18) pour cette superposition de deux états, il est possible d'obtenir la relation directe entre l'intégrale d'interaction et les facteurs d'intensité des contraintes :

$$I^{(1,2)} = \frac{2f(\nu)}{E} (K^{I(1)} K^{I(2)} + K^{II(1)} K^{II(2)}) + \frac{1}{\mu} (K^{III(1)} K^{III(2)}) \quad (5.6)$$

En choisissant judicieusement les solutions analytiques pour l'état auxiliaire (2), la contribution de chaque mode de rupture peut être identifiée afin d'obtenir les valeurs des trois facteurs

d'intensité des contraintes :

$$\begin{aligned} K^{I(1)} &= \frac{E}{2f(\nu)} J^{(1, model\ pur)} \\ K^{II(1)} &= \frac{E}{2f(\nu)} J^{(1, model\ II\ pur)} \\ K^{III(1)} &= \mu J^{(1, model\ III\ pur)} \end{aligned} \quad (5.7)$$

Cette approche est appliquée *a posteriori* sur des champs élastiques calculés par éléments finis étendus et permet ainsi d'obtenir numériquement chacun des trois facteurs d'intensité de contraintes [AYH 02].

L'ensemble de ces outils numériques (XFEM, Levels Sets et intégrales d'interaction) représente une solution complète et efficace pour la modélisation de nombreuses structures fissurées [RÉT 05, GRE 08, RAN 10, PIE 10], tels un segment de filtre à particules Diesel [LEP 08] ou un essai de double-torsion comme dans la suite de ce chapitre.

5.3.2 Modélisation 3D d'un essai de double-torsion

Description du modèle utilisé

Un échantillon de carbure de silicium de dimensions $22 \times 2,1 \times 41 \text{ mm}^3$ est modélisé avec un maillage composé de 100 000 hexaèdres (Fig.5.18). Le maillage est légèrement raffiné vers la pointe de fissure pour un meilleur calcul des facteurs d'intensité des contraintes. La fissure est construite en 3D à partir de deux fonctions de niveaux. La forme du front de la fissure provient directement de l'estimation faite à partir du seuil sur le champ de déformation mesuré par corrélation d'images 3D pour le scan n°7. La fissure est longue de 17 mm depuis l'extrémité inférieure de l'échantillon. Des conditions aux limites de type encastrement sont imposées au niveau des quatre appuis principaux, tandis qu'une force totale de 16 N est appliquée à une distance $S_m = 8,5 \text{ mm}$ de part et d'autre de l'entaille initiale ($a_0 = 4 \text{ mm}$). Le comportement est élastique avec un module de Young égal à 60 GPa et un coefficient de Poisson de $0,25$, valeurs correspondantes à celle du carbure de silicium poreux (Tab.2.3). Les facteurs d'intensité des contraintes sont calculés *a posteriori* grâce aux intégrales J et I . On utilise un champ d'extension virtuelle pour transformer ces intégrales de contour en intégrales de domaine. L'ensemble de ce calcul X-FEM est réalisé à l'aide du code *elfe-3d* développé au laboratoire LaMCoS.

Résultats de la simulation X-FEM

Les figures 5.19 et 5.20 présentent les champs mécaniques issus de la simulation X-FEM. Les contraintes minimales et maximales sont logiquement localisées le long du front de fissure. Le champ de déplacement discontinu conduit à une cinématique globale comparable avec celle mesurée par corrélation d'images 3D. Les déplacements hors plan dans l'axe x sont 4 fois plus importants que ceux dans le plan yz de l'échantillon. Au-delà de ces observations, l'avantage de ce calcul X-FEM est surtout de pouvoir désormais calculer les facteurs d'intensité des contraintes le long du front de fissure curviligne (Fig.5.21).

Deux facteurs d'intensité des contraintes sont comparés (Fig.5.22). Le premier est calculé analytiquement dans le cadre de la MELR appliquée à la double-torsion (Eq.1.37). Cette valeur correspond au facteur d'intensité des contraintes en mode I au niveau de l'extrémité de la fissure sur la face en traction. Le second est calculé numériquement à l'aide de l'intégrale d'interaction I précédemment détaillée (Sec.5.3.1). L'application de cette intégrale I conduit à des facteurs

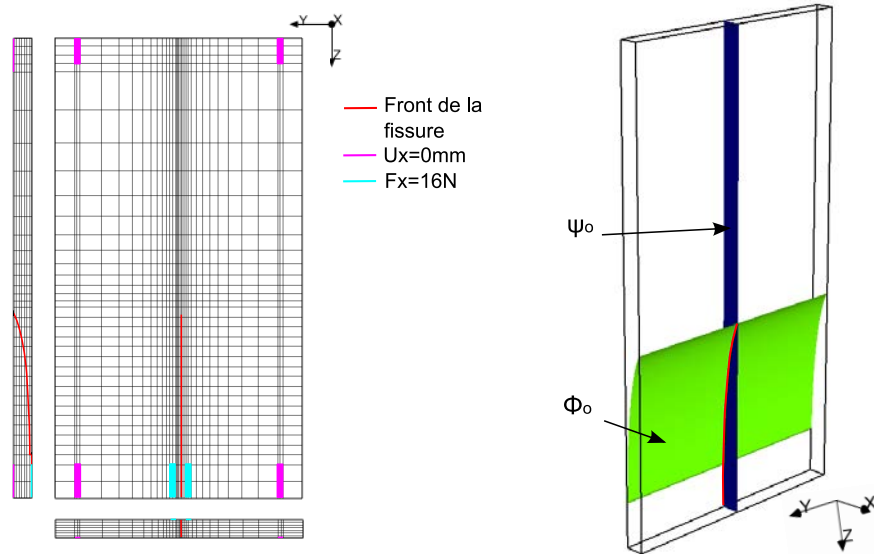


Figure 5.18: Maillage, conditions aux limites et description par fonctions de niveaux de la fissure en 3D.

K^I équivalents à ceux calculés avec l'intégrale J en supposant du mode I pur. L'influence des modes II et III est donc négligeable ($K_{max}^{II/III}/K_{max}^I \leq 10^{-3}$). Cela apporte une confirmation supplémentaire de la rupture en mode I associée à l'essai de double-torsion.

Analytiquement, le facteur d'intensité des contraintes maximal est égal à $0,65MPa.m^{1/2}$ dans cette configuration. Cette valeur correspond, à 3% près, à la ténacité du carbure de silicium (Tab.2.3). Numériquement, la répartition des facteurs K^I le long du front de fissure n'est pas linéaire comme supposé analytiquement. On observe en effet une variation des facteurs K^I le long du front curviligne de fissure. Le facteur K^I maximal vaut $0,75MPa.m^{1/2}$, tandis qu'au niveau du front de fissure débouchant sur la face en traction le facteur K^I est égal à $0,41MPa.m^{1/2}$ avec l'approche X-FEM. L'ordre de grandeur de ces valeurs numériques est cohérent avec l'approche analytique de la MLER. De telles répartitions ont déjà été mesurées par éléments finis dans la littérature sur des fissures en forme de quart d'ellipse [TSE 79]. Il avait également été observé que le facteur K^I maximal se situe vers le milieu du front de fissure (Fig.1.30). A l'aide de différentes études paramétriques, cette observation avait été justifiée par l'influence de l'épaisseur de l'échantillon, la distance S_m entre appuis ainsi que la géométrie précise de la fissure. Pour confirmer cela, il conviendrait également dans notre cas de refaire cette simulation numérique X-FEM à partir des fronts de fissures des autres scans (n°5 et n°6 par exemple) analysés par corrélation d'images 3D. De plus, réduire les incertitudes de la détection de front de fissure par corrélation d'images 3D (Sec.5.2.3) permettrait d'obtenir une modélisation plus réaliste de la fissure et probablement une répartition des facteurs d'intensité des contraintes plus homogène.

Sur la figure (Fig.5.21), la direction des flèches correspond à celle de propagation estimée selon le critère du facteur circonférentiel maximal $K_{max}^{\theta\theta}$ [LEM 88]. Il est possible de projeter ces vitesses de propagation selon l'axe z . Avec cette projection, les vitesses de propagation sont désormais maximales au niveau de la face en traction là où le front de fissure est incliné seulement de $\theta = 40^\circ$. C'est donc à cet endroit que la fissure se propage le plus rapidement vers l'autre extrémité de l'échantillon. Vers le milieu du front de fissure, les facteurs K^I sont certes

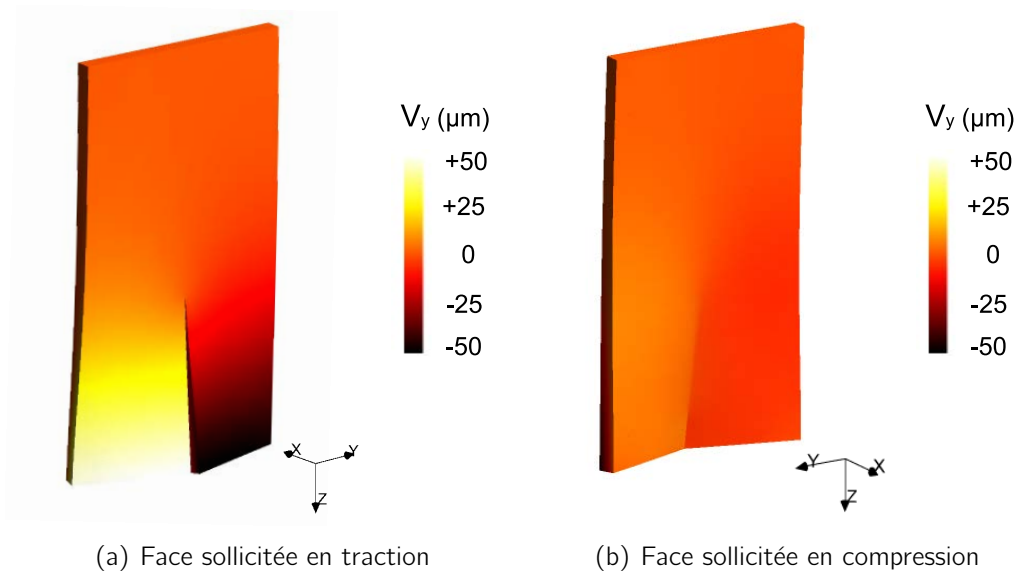


Figure 5.19: Champ de déplacement V_y (amplifié $\times 100$ par le déplacement total) pour un échantillon sollicité en double-torsion simulé par X-FEM.

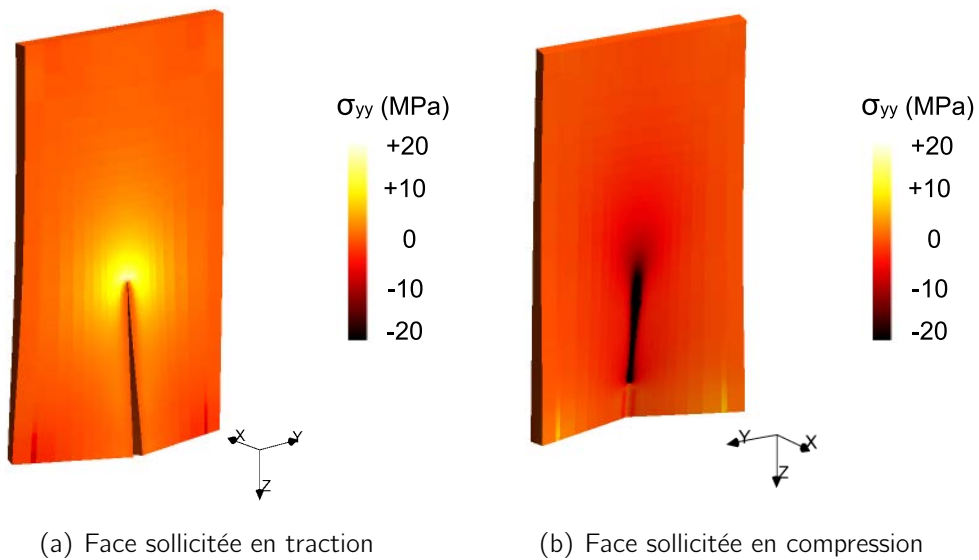


Figure 5.20: Champ de contrainte σ_{yy} (amplifié $\times 100$ par le déplacement total) pour un échantillon sollicité en double-torsion simulé par X-FEM.

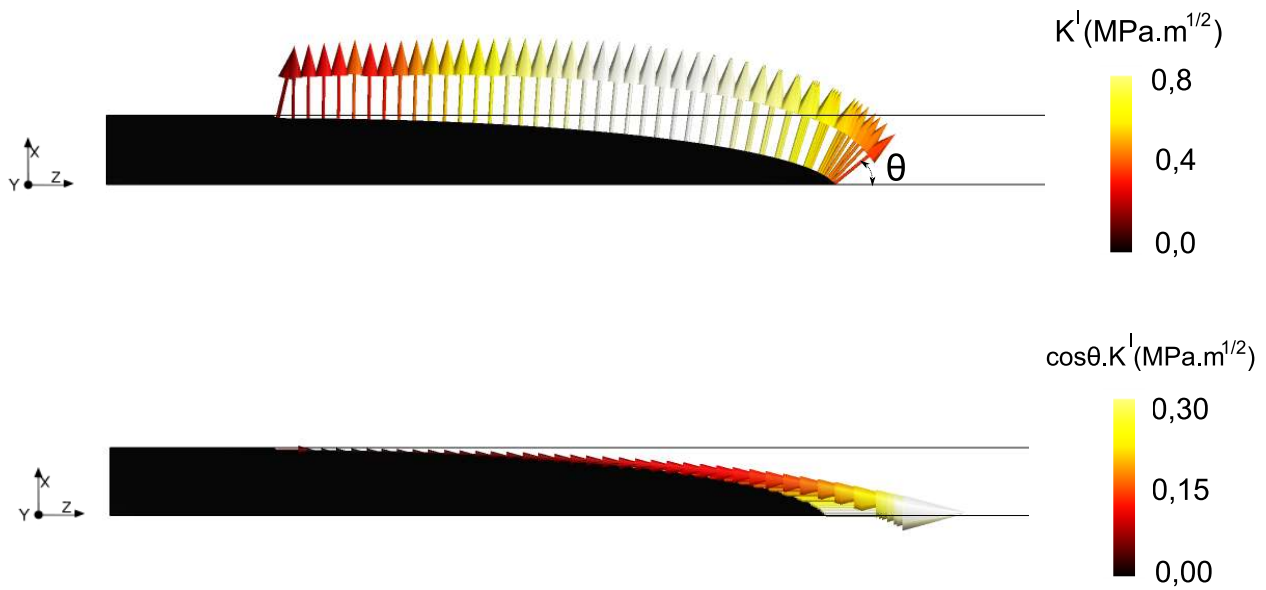


Figure 5.21: Répartition des facteurs d'intensité des contraintes obtenus avec l'approche X-FEM en double-torsion. En haut, la direction des flèches correspond à celle de la vitesse de propagation estimée par le critère $K_{max}^{\theta\theta}$. En bas, la direction des flèches correspond à celle issue d'une projection des vitesses sur l'axe z .

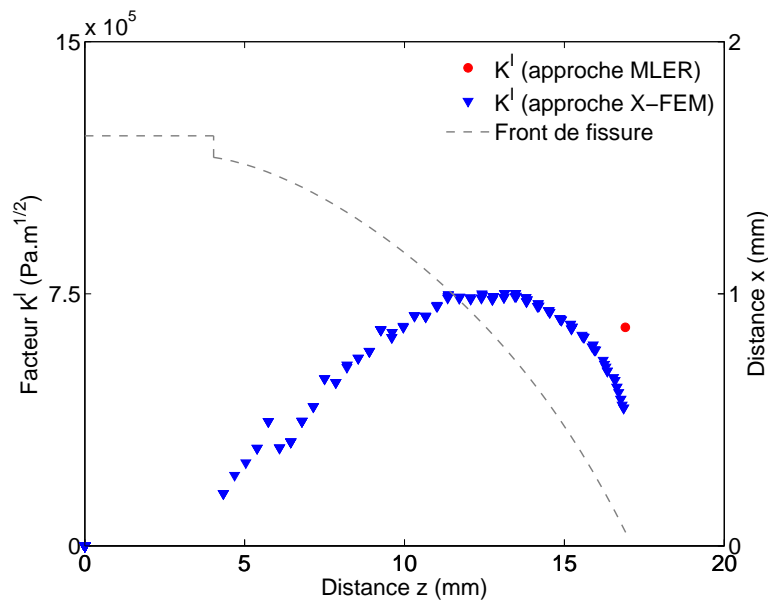


Figure 5.22: Répartition des facteurs d'intensité des contraintes obtenus avec les approches MLER et X-FEM en double-torsion. Pour le front de fissure, on peut observer l'entaille initiale ($a_0 = 4\text{mm}$).

plus importants en valeur absolue, mais la propagation locale de la fissure est rapidement bloquée par le ligament en compression. En effet, les fortes contraintes en compression empêchent la propagation de la fissure à travers toute la structure (Fig.5.20). Ce résultat numérique permet de mieux comprendre comment la fissure conserve une forme curviligne et s'étire lors de la fissuration entre la face en compression, où la propagation est quasiment nulle, et la face en traction, où la propagation est maximale dans la direction z .

A partir de cette répartition des facteurs d'intensité des contraintes K^I , il serait intéressant de faire propager numériquement les fonctions de niveaux, Φ et Ψ , définissant la forme de la fissure en 3D, comme cela a déjà été fait dans la littérature et au sein du code de calcul *elfe-3d* [RAN 08]. Permettant de visualiser l'évolution du front de fissure, un tel calcul de propagation nécessite au préalable de déterminer une loi de propagation $v - K^I$ où v est la vitesse de propagation. Par différentes techniques, l'essai de double-torsion permet justement de mesurer de telles lois pour les céramiques fragiles (Sec.1.3.2). Les techniques de relaxation ou à vitesse de déplacement constante nécessitent soit de connaître précisément la longueur de fissure au cours du temps, soit de réaliser de nombreux essais avec différentes vitesses de sollicitations. Pour ces différentes raisons, il ne semble pas réaliste d'utiliser le dispositif de double-torsion *in situ* dans le tomographe afin de déterminer une telle loi $v - K^I$ pour le carbure de silicium. En effet, l'analyse par corrélation d'images 3D ne permet pas d'obtenir une évolution continue du front de fissure mais seulement quelques scans durant lesquels la fissuration est arrêtée à l'aide d'une décharge élastique à $65\%F_{max}$. Ainsi, il semble préférable de s'appuyer sur des essais de double-torsion suivis par corrélations d'images 2D.

5.4 Développement envisagé pour une approche intégrée I-DIC en 2D

La face sollicitée en traction d'un échantillon en double-torsion peut être facilement visualisée afin d'être analysée par corrélation d'images 2D (Fig.2.8). L'approche en 3D par tomographie X étant à l'inverse plus délicate à mettre en œuvre et à analyser, il semble intéressant de proposer une compréhension de la cinématique 2D de la face en traction de l'échantillon. Mesurer directement la longueur de fissure ainsi que les facteurs d'intensité des contraintes à partir des déplacements 2D sur la face en traction tout au cours de l'essai nous semble être une approche à fort potentiel pour l'étude de la double-torsion et la détermination de lois $v - K^I$ nécessaires à toute simulation numérique.

La mise en œuvre de cette approche 2D a déjà été commencée dans la section 5.1.2 de ce chapitre avec le montage de double-torsion équipé d'un miroir à 45° . L'approche FE-DIC a permis d'estimer la position de la fissure sur la face en traction. Cette approche générale comporte deux inconvénients : les longueurs de fissures obtenues sont peu précises et les facteurs d'intensité des contraintes ne peuvent pas être extraits. Dans le même état d'esprit que dans les chapitres 3 et 4, l'utilisation d'une approche intégrée de corrélation d'images est nécessaire.

L'approche I-DIC basée sur les séries de Williams a permis avec succès de mesurer la cinématique en flexion entaillée (Sec.4.1). Toutefois, les séries de Williams ne sont pas des fonctions de forme adéquates pour décrire la cinématique sur la face en traction dans un essai de double-torsion. En effet, ces séries représentent les différents champs de déplacement 2D possibles autour de la fissure dans un plan normal au front [WIL 57]. Dans le cas de la double-torsion, les images de la face en traction permettent de visualiser la discontinuité de la

fissure, mais dans un plan incliné par rapport au front de fissure. Par corrélation d'images 3D, il a été mesuré que l'incidence du front de fissure sur la face en traction est de $\theta=40^\circ$ environ. De plus, les échantillons étant peu épais, l'ouverture au niveau des lèvres de la fissure dépend également de la singularité au niveau du front de fissure proche du ligament en compression. La cinématique de l'ensemble de la face inférieure est donc un problème 3D qui ne peut pas être décrit par les séries de Williams écrites en 2D.

De manière prospective, il a néanmoins été essayé d'utiliser cette approche I-DIC sur les images prises avec le miroir à 45° (Sec.5.1.2), ainsi que sur le champ élastique de déplacement calculé par X-FEM (Sec.5.3.2). Dans les deux cas, des différences significatives ont été observées par rapport aux résultats attendus pour le carbure de silicium. La longueur de fissure, obtenue par minimisation du champ $n = -1$, diffère de 30% de celle estimée en 2D avec l'approche FE-DIC et celle modélisée en 3D avec les fonctions de niveaux. Quant aux facteurs d'intensité des contraintes, obtenus avec l'amplitude α_1^I , ils sont parfois plus de 5 fois supérieurs à ceux calculés analytiquement et numériquement. Le carbure de silicium ayant un comportement élastique fragile, ces différences ne peuvent pas s'expliquer par une éventuelle distinction entre K_u^I et K_σ^I , comme dans le cas du titanate d'aluminium (Sec.4.1). A partir de la compréhension générale apportée par les mesures 3D de corrélation d'images et de simulations X-FEM, il est désormais possible de comprendre les résultats obtenus par cette approche I-DIC dont la validité est remise en cause.

Si cette approche I-DIC basée sur les séries de Williams n'est pas applicable à l'essai de double-torsion, le potentiel de la corrélation d'images pour cet essai reste important [BEC 11]. En effet, l'approche FE-DIC permet, avec l'erreur de corrélation, une première estimation de l'avancée de la fissure tout au long de l'essai (Fig.5.4). En termes de perspectives, l'utilisation d'une approche régularisée R-DIC en 2D conduirait certes à une réduction du bruit sur les déplacements mesurés, mais ne permettrait une extraction, sans projection *a posteriori* sur les séries de Williams, ni de la longueur de fissure ni des facteurs d'intensité des contraintes (Sec.4.1.3). Enfin, il est envisageable de concevoir un montage de double-torsion équipé de plusieurs miroirs afin d'utiliser des approches de stéréo-corrélation [ORT 02, LOM 08]. Les déplacements hors-plans étant près de 4 fois plus importants que ceux dans le plan de l'image, la stéréo-corrélation permettrait probablement des mesures plus précises et complètes, mais la problématique de la détermination de la longueur de fissure et des facteurs d'intensité des contraintes reste la même. Une des principales perspectives de ces travaux est donc le développement de fonctions de forme spécifiques à la double-torsion. Il conviendrait d'écrire l'expression analytique du champ de déplacement sur la face en traction, afin de l'utiliser comme fonctions de forme pour la corrélation d'images 2D. Permettant de décrire correctement l'ensemble des champs autour de la fissure, de telles nouvelles fonctions de forme permettraient ainsi une utilisation directe et fiable de la corrélation d'images pour analyser les résultats obtenus en double-torsion.

5.5 Conclusion

Dans ce cinquième chapitre, nous avons voulu étudier un essai permettant le contrôle de propagation de fissure, même pour les céramiques fragiles. L'objectif était d'analyser l'essai de double-torsion par corrélation d'images 2D et 3D. Au-delà du titanate d'aluminium, le carbure de silicium a été utilisé comme matériau de référence pour son comportement élastique fragile.

Dans un premier temps, des essais de double-torsion ont été réalisés et ont permis de confirmer les valeurs critiques de facteurs d'intensité des contraintes pour chacune de deux céramiques. En raison de la propagation de ses microfissures à température ambiante, le titanate d'aluminium présente une fissuration plus progressive que celle observée sur le carbure de silicium. Cette observation concorde avec les résultats obtenus en flexion entaillée dans le chapitre 4. Grâce à un dispositif équipé d'un miroir à 45° permettant de visualiser la face en traction des échantillons, l'approche de corrélation d'images FE-DIC a été utilisée pour estimer l'avancée de la fissure tout au long de l'essai. Pour apporter une meilleure compréhension de la cinématique de cet essai, il est décidé d'adopter une approche de corrélation d'images 3D.

A l'aide d'un prototype original permettant de réaliser des essais *in situ* avec contrôle de propagation de fissure pour des matériaux fragiles, des scans acquis par tomographie X sont analysés par corrélation d'images. Avec une approche FE-DIC en 3D, il est possible de mesurer l'ensemble du champ de déplacement sur lequel on observe une discontinuité au niveau de la face en traction. La carte d'erreur étant très bruitée, il n'est toutefois pas possible de localiser précisément la position de la fissure comme cela est fait dans la littérature. Une alternative consiste à analyser qualitativement les champs de déformation. En appliquant un seuil sur les déformations, on peut observer l'évolution du front de fissure 3D au cours de l'essai. A cause d'un ligament qui persiste vers la face en compression, le front est fortement curviligne et la fissure se propage principalement du côté de la face sollicitée en traction. L'extraction des facteurs d'intensité des contraintes n'est pas possible en raison des incertitudes sur la position exacte de la fissure, ainsi que du bruit de mesure pour les déformations.

Une simulation numérique X-FEM est réalisée pour calculer la répartition des facteurs d'intensité des contraintes sur l'ensemble d'un front curviligne de fissure en 3D. Un échantillon en carbure de silicium est modélisé. En moyenne du même ordre de grandeur que la valeur calculée analytiquement dans le cadre de la MLER, les facteurs K_I sont maximaux vers le milieu du front de fissure. Mais c'est au niveau de la face en traction qu'ils conduisent à une propagation de la fissure vers l'autre extrémité de l'échantillon.

Enfin, la possibilité d'utiliser une approche intégrée de corrélation d'images est discutée. La pertinence de l'approche I-DIC, basée sur les séries de Williams et utilisée dans le chapitre 4, est remise en cause pour l'essai de double-torsion. Bien que ce soit un essai de fissuration, il s'agit d'un problème 3D qui ne peut pas être décrit par les séries de Williams en 2D. Pour bénéficier du fort potentiel de la corrélation d'images pour la caractérisation mécaniques des matériaux, il convient à terme de développer des fonctions de forme spécifiques à la double-torsion.

Conclusion générale

La résistance thermomécanique des filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium a été la problématique à l'origine de ces travaux de thèse réalisés en collaboration avec le groupe Saint-Gobain. Au-delà des premiers essais de régénération qui ont permis de confirmer la haute résistance et le fort potentiel de ces filtres, il était nécessaire de comprendre et d'identifier les mécanismes d'endommagement et de fissuration de cette céramique poreuse à base de titanate d'aluminium. Sujet peu étudié dans la littérature, l'étude de son comportement mécanique et à rupture a été donc l'objectif principal de ces travaux de thèse. Une méthodologie d'identification des paramètres décrivant ce comportement a été proposée et appliquée à l'étude de cette céramique, à température ambiante comme à haute température. Elle s'appuie sur différents types d'essais mécaniques analysés par corrélation d'images 2D et 3D. Parmi les nombreuses méthodes de mesure de champs, la corrélation d'images présente en effet un fort potentiel, en particulier lorsqu'elle s'appuie sur des décompositions spécifiques du champ de déplacement et qu'elle est couplée à des techniques d'identification de propriétés mécaniques.

Dans un premier temps, la microstructure et les caractéristiques physico-chimiques du matériau développé par le groupe Saint-Gobain sont présentés. A base de titanate d'aluminium, ce matériau fortement poreux ($\approx 43\%$) se caractérise par la présence d'une phase secondaire silicatée, ainsi que d'un réseau de microfissures intergranulaires à température ambiante. Souvent étudiées dans la littérature, ces microfissures sont responsables à l'échelle macroscopique d'une faible dilatation thermique du matériau à haute température. Dans notre cas, la dilatation thermique est effectivement quasiment nulle entre 25°C et 700°C car elle est accommodée par la refermeture des microfissures. En cas de choc thermique dans cette gamme de température, les contraintes thermomécaniques générées et le risque de rupture associé sont donc négligeables. Cependant, à partir de 800°C , dès que toutes les microfissures sont refermées, le coefficient de dilatation thermique augmente soudainement et atteint près de $10^{-5}^\circ\text{C}^{-1}$, soit près de 2 fois plus que celui des céramiques à base de carbure de silicium communément utilisées pour les filtres à particules Diesel. Les températures mises en jeu lors de régénérations sévères sont justement comprises entre 700°C et 1100°C . La présumée faible dilatation thermique du titanate d'aluminium ne semble donc pas être la seule raison de la haute résistance thermomécanique de ces filtres.

A partir d'échantillons représentatifs du matériau des parois des filtres, des essais de flexion sont réalisés à température ambiante et permettent de mettre en évidence le comportement mécanique non-linéaire et le faible module de Young de cette céramique microfissurée. Basée sur des fonctions de forme 2D spécifiques aux essais de flexion quatre points, une approche intégrée de corrélation d'images, BEAM-DIC, est développée pour mesurer la cinématique globale et la position de l'axe neutre. En effet, seules des approches de corrélation d'images s'appuyant sur une décomposition spécifique du champ de déplacement semblent capables de mesurer précisément les faibles déformations mises en jeu ($\epsilon_{max} = +0,23\%$). Pendant l'essai, il est possible d'observer

ver un décalage de l'axe neutre, synonyme de dissymétrie de comportement entre les parties en traction et en compression de l'échantillon. Cela est confirmé par des d'essais de traction et de compression analysés par une seconde approche intégrée de corrélation d'images, UNI-DIC, spécifiquement développée pour ces essais mécaniques uniaxiaux. A température ambiante, cette dissymétrie s'explique par le fait que les microfissures se propagent de manière préférentielle lorsqu'elles sont sollicitées en traction. Pour quantifier et modéliser cette dissymétrie de comportement, une loi d'endommagement est ensuite identifiée directement à partir d'un essai de flexion. Dans le cas de cette céramique quasi-fragile microfissurée, l'utilisation des formules élastiques symétriques aurait conduit à une surestimation de 40% de la contrainte à rupture par rapport à celle identifiée.

L'étude du comportement mécanique du matériau est poursuivie à haute température. Cette céramique à base de titanate d'aluminium se caractérise par une grande évolution de comportement en fonction de la température d'essai. De 500°C à 700°C, le comportement en flexion est endommageable tant qu'il reste des microfissures ouvertes. A 700°C, le comportement mécanique du matériau est presque élastique linéaire. Entre 800°C et 900°C, le matériau se caractérise par une forte augmentation de sa contrainte à rupture. On observe également une importante déformabilité due à l'apparition d'un comportement visqueux de la phase secondaire. Entre 1000°C et 1100°C, le comportement mécanique redevient quasiment linéaire, avec une augmentation du module de Young due probablement au début de guérison des microfissures. Différents chargements thermiques sont appliqués sur les échantillons pour estimer la représentativité de ces essais par rapport à l'application de type filtre à particules Diesel. Développée à température ambiante, la méthodologie d'identification est appliquée à haute température, à l'aide d'un four sur lequel est ajoutée une fenêtre de visualisation. L'analyse par corrélation d'images BEAM-DIC de ces essais de flexion permet également de mettre en évidence des dissymétries entre les comportements mécaniques en traction et en compression à haute température. Des lois d'endommagement sont identifiées à haute température pour modéliser cette évolution du comportement non-linéaire. Celui-ci est indéniablement un avantage pour la résistance thermomécanique des filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium. Une telle utilisation de la corrélation d'images à haute température constitue une première pour la caractérisation mécanique des matériaux céramiques et apporte de grandes améliorations par rapport aux études effectuées dans la littérature sur le comportement mécanique du titanate d'aluminium.

L'étude du comportement à rupture du matériau est réalisée à partir d'essais de flexion sur éprouvettes entaillées, pour lesquels la propagation de la fissure est stable. Grâce à des fonctions de forme 2D basées sur les séries de Williams, une approche de corrélation d'images I-DIC est utilisée pour mesurer l'ensemble de la cinématique lors de la fissuration de cette céramique quasi-fragile à température ambiante. En raison d'une zone endommagée par la propagation des microfissures autour de la fissure principale, seule cette approche intégrée I-DIC est capable d'estimer précisément la longueur de fissure. Deux types de facteurs d'intensité des contraintes apparaissent : ceux déterminés à partir du champ de contrainte et ceux déterminés à partir du champ de déplacement. Ces deux types de facteurs sont nécessaire, de manière complémentaire, pour décrire la rupture non-linéaire de cette céramique. Il apparaît donc une limite aux approches purement statiques ou purement cinématique lorsqu'il y a perte de linéarité entre les déplacements et les contraintes. Une dernière approche de corrélation d'images R-DIC, basée sur la méthode de l'écart à l'équilibre, est enfin utilisée et permet de retrouver les deux types de facteurs d'intensité des contraintes, statique et cinématique.

Elle est la seule à approche à le permettre, puisqu'elle est la seule à prendre en compte la loi de comportement non-linéaire du matériau. De plus, elle a permis avec succès de quantifier énergétiquement les différents modes d'endommagements mis en jeu. Dans le cas de cette céramique quasi-fragile microfissurée, l'utilisation des formules basées sur la MLER, comme la méthode des complaisances, aurait conduit à une sous-estimation de 50% de la résistance à la propagation de fissure.

A haute température, on constate de nouveau une forte évolution du comportement à rupture du matériau en raison de la refermeture des microfissures et du ramollissement de la phase secondaire visqueuse. L'influence de ces deux aspects est confirmée par une observation au MEB des lèvres de la fissure principale. A 800°C, on observe de très nombreux mécanismes de renforcement (pontage, branchement, multifissuration) qui conduisent à une haute résistance à la propagation de fissure. A 900°C, des filaments se forment entre les lèvres de la fissure, traduisant la forte mobilité de la phase secondaire visqueuse à cette température. L'utilisation de la corrélation d'images I-DIC permet d'affirmer que le comportement à rupture du matériau peut être décrit par la MLER vers 700°C. Cela n'est pas le cas vers 800°C, à cause de la viscosité de la phase secondaire et de la présence de nombreux mécanismes de renforcement. Cette utilisation de la corrélation d'images à haute température pour identifier le comportement à rupture du titanate d'aluminium permet d'apporter une compréhension sensiblement plus fine par rapport aux précédentes études disponibles dans la littérature.

Parallèlement aux essais de flexion, il a été décidé d'analyser l'essai de double-torsion. Spécifique aux céramiques, cet essai permet de contrôler la propagation de fissures sur de longues distances à partir d'échantillons fins et fragiles, telles les parois de filtres à particules Diesel. Un prototype original est conçu pour réaliser des essais de double-torsion *in situ* dans un tomographe. A notre connaissance, il s'agit de la première étude, par tomographie aux rayons X, de la propagation d'une fissure en mode I dans des matériaux fragiles et quasi-fragiles. Par corrélation d'images 3D, la cinématique globale de double-torsion est mesurée afin d'observer l'évolution du front de fissure curviligne en 3D pour un matériau. S'agissant également de la première fois où la corrélation d'images 3D est utilisée sur un matériau céramique qui se déforme peu avant rupture, différentes problématiques émergent, telles l'analyse quantitative des déformations ou l'extraction des facteurs d'intensité des contraintes. Pour ce dernier point, une simulation X-FEM est préférée pour calculer la répartition des facteurs d'intensité des contraintes le long du front de fissure afin d'en expliquer sa propagation. Désirant proposer une approche simplifiée en 2D pour l'utilisation de la corrélation d'images pour l'essai de double-torsion, on constate qu'il n'est pas possible d'utiliser directement la précédente approche I-DIC, basée sur les séries de Williams, pour mesurer, depuis la face inférieure sollicitée en traction, la longueur de fissure et les facteurs d'intensité des contraintes. Dans le même esprit des approches mises en œuvre pour les essais de flexion, le potentiel de la corrélation d'images concernant l'essai de double-torsion ne sera pleinement exploité que lorsque de nouvelles fonctions de forme spécifiques seront développées en 2D ou en 3D.

Par rapport à la problématique de la résistance thermomécanique des filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium, ces travaux de thèse ont permis de mettre en évidence et d'identifier de fortes déformabilités et résistances à la propagation de fissure vers 800°C du matériau développé par le groupe Saint-Gobain. Ces deux propriétés sont vraisemblablement les raisons majeures de la haute résistance thermomécanique de ces filtres. A la lumière de ces résultats, il est désormais possible d'apporter une explication au mode de fissuration observé

dans les premiers essais de régénération sévères. Les fissures annulaires observées se sont probablement amorcées en périphérie du filtre, zone où les contraintes de traction axiales sont très élevées et dont la température (600°C-700°C) attribue au matériau étudié un comportement fragile. Lors de leur propagation vers le centre du filtre, ces fissures radiales atteignent des zones à des températures plus élevées (800°C-900°C), auxquelles le comportement mécanique et les mécanismes de renforcement mis en évidence par la présente étude contribuent à l'arrêt de la fissuration. Les parties du filtre dans cette seconde gamme de température jouent le rôle de barrières thermomécaniques, pouvant fortement se déformer et dissiper l'énergie d'éventuelles fissures. Grâce, entre autres, à ces propriétés mécaniques assez spécifiques, les filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium conservent leur intégrité et leur excellente efficacité de filtration, même en cas de régénération sévère.

Perspectives de travail

Nous souhaiterions enfin proposer plusieurs perspectives à ces travaux de thèse :

- Tout d'abord, le dispositif expérimental développé pour les essais de flexion analysés par corrélation d'images à haute température doit être encore amélioré pour réduire les incertitudes sur les déplacements mesurés et les lois d'endommagement identifiées. Il serait alors également possible d'identifier d'autres modèles mécaniques plus complexes dédiés à la viscoplasticité, ainsi que de véritables lois de propagation de fissure à haute température.
- De plus, il est nécessaire de développer des fonctions de forme spécifiques à l'essai de double-torsion afin de proposer une utilisation directe de la corrélation d'images 2D et 3D. Pouvoir suivre en continu l'ensemble de la fissuration depuis la face inférieure sollicitée en traction par corrélation d'images 2D nous semble être une perspective tout particulièrement intéressante pour l'essai de double-torsion. Par rapport aux essais de flexion entaillée, il serait plus facile d'identifier des lois de propagation de fissure quel que soit le degré de fragilité du matériau étudié.
- A partir de lois reliant le facteur d'intensité des contraintes à la vitesse de propagation de fissure, il est ensuite possible de simuler numériquement l'évolution des fronts curvilignes en double-torsion afin de les comparer avec ceux mesurés *in situ* par corrélation d'images 3D.

Au-delà de ces perspectives académiques, il est également nécessaire de poursuivre ces travaux vis-à-vis de la problématique industrielle des filtres à particules Diesel du groupe Saint-Gobain :

- A partir des lois d'endommagement identifiées à haute température dans ces travaux, il est déjà possible de réaliser une première simulation numérique d'un filtre subissant une régénération sévère.
- Toutefois, il nous semble préférable de commencer par simuler le comportement d'un échantillon sous sollicitations thermomécaniques. En effet, modéliser l'ensemble d'un filtre complet requiert d'utiliser des méthodes d'homogénéisation pour prendre en compte la structure en nids d'abeille des filtres à particules Diesel.
- L'identification de lois de comportement et de propagation plus complexes, à partir d'essais de flexion et de double-torsion, permettraient des simulations plus réalistes et complètes, telle la propagation par X-FEM des fissures annulaires observées sur les filtres à base de titanate d'aluminium.

Ces différentes étapes sont nécessaires pour prédire et optimiser la résistance thermomécanique de ces filtres à particules Diesel.



Essais de régénération sur filtres à particules Diesel

Cette annexe A présente des résultats issus des essais de régénération réalisés par le groupe Saint-Gobain sur des filtres à particules Diesel produits à partir du matériau à base de titanate d'aluminium développé pour cette application. Pour des chargements en suie (g/L) de plus en plus importants, la régénération du filtre est déclenchée suivant un protocole spécifique, appelé "essai de robustesse". Les champs de température sont mesurés à l'aide de plusieurs thermocouples, dont les positions sont illustrées par la figure A.1.

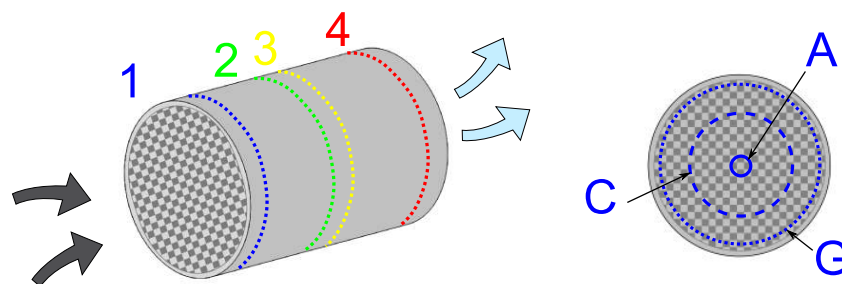


Figure A.1: Nomenclature des thermocouples de mesure pour les essais de régénération sévère sur banc moteur. Les chiffres correspondent à quatre distances différentes depuis la face avant du filtre, les lettres correspondent à trois rayons différents depuis le centre du filtre.

La figure A.2 présente les champs de température mesurés pour une régénération sévère avec un chargement en suie égal à $8,3g/L$. Une fois la régénération déclenchée, on observe la vague de combustion qui se propage au sein du filtre à base de titanate d'aluminium. Les températures maximales, comprises entre $1000^{\circ}C$ et $1200^{\circ}C$, sont atteintes dans la partie centrale du filtre, vers l'extrémité de sortie des gaz. A ce moment là, la température dans les parties extérieurs sont seulement de l'ordre de $600^{\circ}C$. C'est *a priori* à ce moment là que le risque de rupture est le plus important, car les gradients thermiques sont alors les plus élevés. A la suite de la régénération présentée dans la figure A.2, le taux d'efficacité de filtration ne semble pas avoir été détérioré. Des essais similaires avec une sévérité progressive n'ont conduit à une perte

d'efficacité de filtration qu'au-delà d'un chargement en suies de $10g/l$. A la fin de ces essais de robustesse, le filtre est découpé pour être inspecté visuellement. Deux types de fissure sont observés (Fig.A.3). A l'oeil nu, une fissure circulaire est observée en périphérie du filtre, entre la mi-longueur et l'extrémité de sortie des gaz. Cette fissure s'est cependant arrêtée au bout de quelques centimètres dans une zone estimée autour de $800^{\circ}C$. Ainsi, le filtre a conservé partiellement son intégrité structurale. En outre, des petites fissures entre les canaux de sortie ont été observées en face arrière à l'aide d'un microscope optique. La compréhension et l'identification des mécanismes ayant conduit à ces différents types de rupture sont au centre des chapitres 3, 4 et 5 de ce mémoire de thèse.

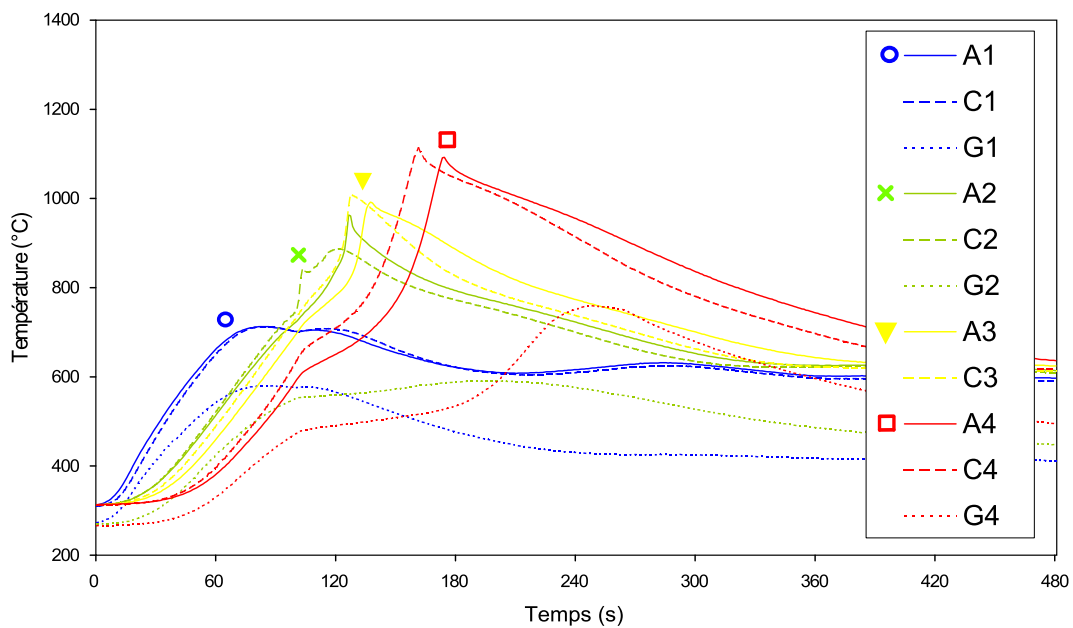


Figure A.2: Champ de température pour une régénération sévère avec un chargement en suie égal à $8,3g/L$.

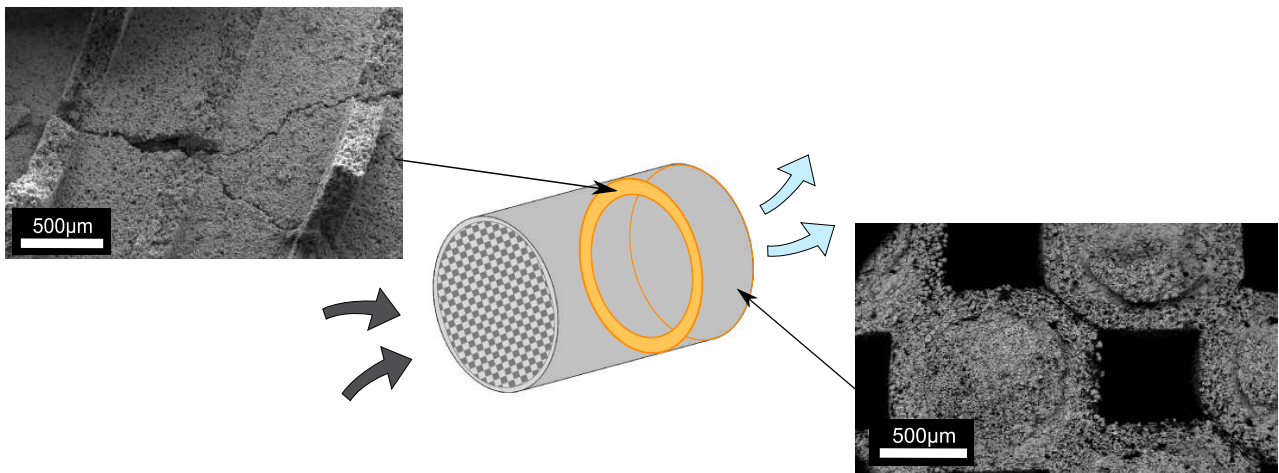


Figure A.3: Fissures observées au MEB sur un filtre à particules Diesel à base de titanate d'aluminium ayant subi plusieurs régénérations sévères.

B

Caractérisation physico-chimique de la microstructure

Cette annexe B explicite plusieurs courbes évoquées lors de la caractérisation physico-chimique de la microstructure réalisée (Sec.2.1.2).

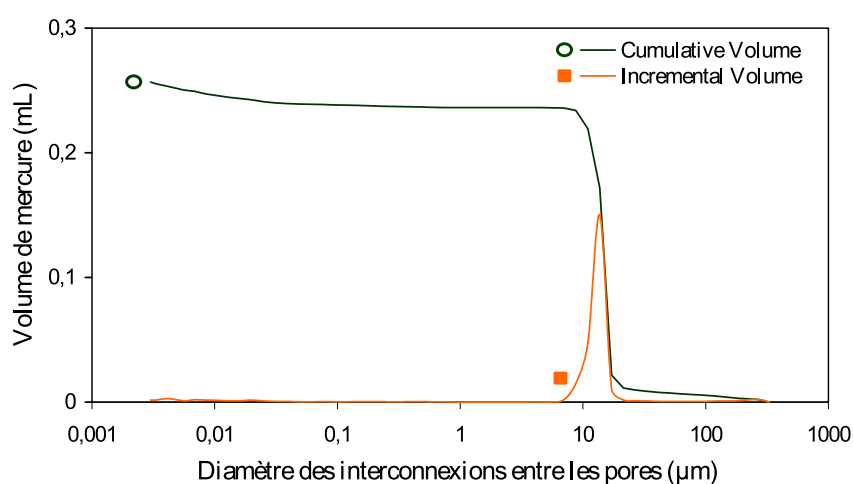


Figure B.1: Caractérisation du réseau poreux par porosimétrie mercure
Porosité globale = $42,3 \pm 0,3\%$.

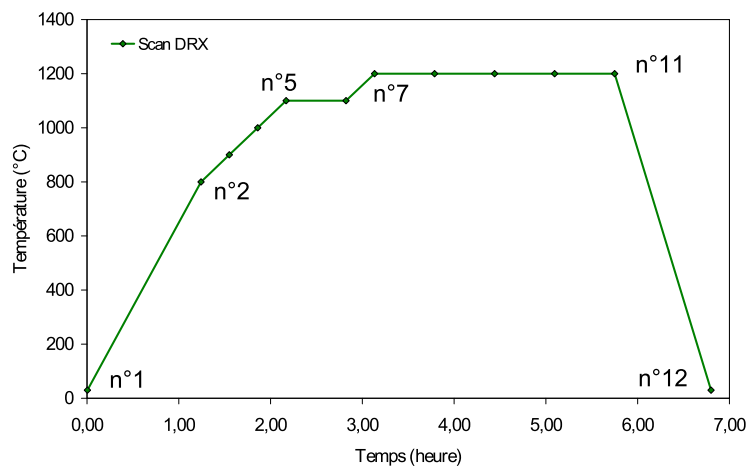


Figure B.2: Chargement thermique pour l'analyse par diffractométrie. Chaque point correspond à une acquisition DRX.

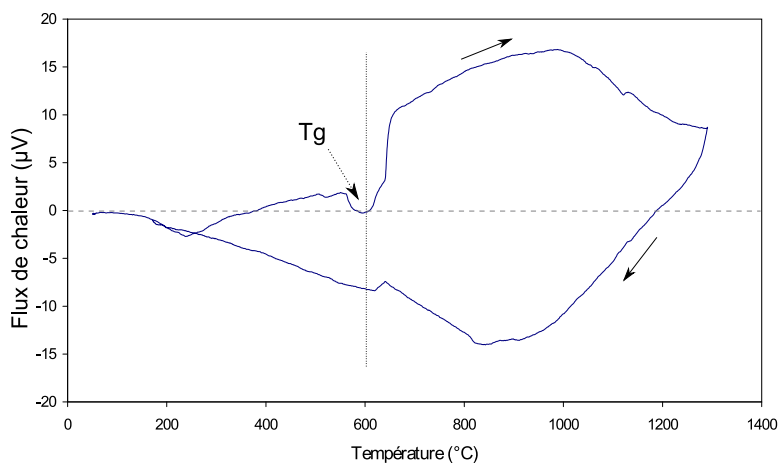


Figure B.3: Flux de chaleur mesuré par analyse ATD jusqu'à 1300°C.

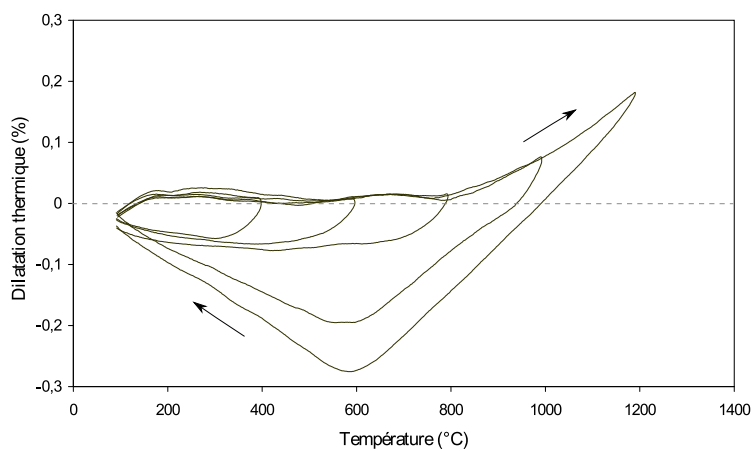


Figure B.4: Cycles de dilatation thermique avec une température maximale variant de 400°C à 1200°C.

C

Caractéristiques expérimentales des essais mécaniques

Dans cette annexe C, des tableaux résumant les caractéristiques des dispositifs expérimentaux décrits pour les différents essais de flexion, de traction, de compression, de double torsion à température ambiante ou à haute température, avec ou sans corrélation d'images (Sec.2.3 et 2.4).

Type d'essai	Flexion	Flexion entaillée
Matériau	Titanate d'aluminium	
Machine	Instron hydraulique 8502	
Cellule de force	Instron 5000N	
Température	25°C	
Montage	Quatre points $D_1=60mm$ $D_2=20mm$	
Echantillons	$B=5,3mm$ $H=7mm$	
Entaille		$a_0=1mm$ ($\alpha_0=0,14$)
Pilotage	0,05mm/min LVDT	0,01mm/min LVDT
Nombre de tests	9	6
Objectif	Télécentrique 200mm	
Caméra	Bluefox 1600x1200 pixels	
Résolution	10,9 μm /pixel	
Fréquence	1 image/s	0,5 image/s

Tableau C.1: *Caractéristiques expérimentales des essais de flexion à température ambiante avec corrélation d'images.*

Type d'essai	Compression	Traction
Matériau	Titanate d'aluminium	
Machine	Instron hydraulique 8502	Instron électromécanique 1195
Cellule de force	Instron 5000N	Instron 500N
Température	25°C	
Echantillons	$B=5,3mm$ $H=7mm$ $L_0=20mm$	
Pilotage	0,05mm/min Traverse	0,02mm/min Traverse
Nombre de tests	6	5
Objectif	Nikon 55mm	Télécentrique 200mm
Caméra	Bluefox 1600x1200 pixels	
Résolution	10,5 μm /pixel	10,9 μm /pixel
Fréquence	1 image/s	

Tableau C.2: *Caractéristiques expérimentales des essais de compression et de traction à température ambiante avec corrélation d'images.*

Type d'essai	Double-torsion	Double-torsion
Matériau	Titanate d'aluminium	Carbure de silicium
Machine	Instron hydraulique 8502	
Cellule de force	Instron 5000N	
Température	25°C	
Montage	$S_m=8,5mm$	
Echantillons	$S \approx 22mm$ $t \approx 2,1mm$ $L \approx 41mm$	
Entaille	$a_0 \approx 10mm$	
Pilotage	0,1mm/min LVDT	
Tests sans corrélation	6	8
Tests avec corrélation 2D	3	3
Objectif	Télécentrique 200mm	
Caméra	Bluefox 1600x1200 pixels	
Résolution	10,9 μm /pixel	
Fréquence	1 image/s	

Tableau C.3: *Caractéristiques expérimentales des essais de double-torsion à température ambiante avec corrélation d'images.*

Type d'essai	Double-torsion <i>in situ</i>	
Matériau	Titanate d'aluminium	Carbure de silicium
Tomographe	Phoenix X-ray v/Tome/xs	
Taille du capteur	1920x1536 pixels	
Cellule de force	XLF compression 100N	
Température	25°C	
Montage	$S_m=8,5mm$	
Echantillons	$S \approx 21mm$ $t \approx 1,8mm$ $L \approx 41mm$	
Entaille	$a_0 \approx 10mm$	
Pilotage	15 $\mu m/min$ Moteur électrique	5 $\mu m/min$ Moteur électrique
Tests effectués	5	3
Tests validés	2	2
Scans par test	de 4 à 9	
Résolution	de 3 à 12 $\mu m/voxel$	
Précharge	de 0,5N à 1N	
Décharge	65% F_{max}	

Tableau C.4: Caractéristiques expérimentales des essais de double-torsion *in situ* par tomographie X.

Type d'essai	Flexion 'standard'	Flexion 'long'	Flexion 'rapide'
Matériau	Titanate d'aluminium		
Machine	Instron électromécanique 8562		
Cellule de force	Instron 5000N		
Température cible	de 500°C à 1000°C	de 700°C à 1000°C	
Temps référence	de 40min à 90min	120min	25min
Montage	Quatre points $D_1=35mm$ $D_2=10mm$		
Echantillons	$B=5,3mm$ $H=7mm$		
Pilotage	0,5mm/min LVDT		
Nombre de tests	25	5	5

Tableau C.5: Caractéristiques expérimentales des essais de flexion à haute température.

Type d'essai	Flexion entaillée
Matériau	Titanate d'aluminium
Machine	Instron électromécanique 8562
Cellule de force	Instron 5000N
Température cible	de 600°C à 1000°C
Temps référence	de 40min à 90min
Montage	Quatre points $D_1=35mm$ $D_2=10mm$
Echantillons	$B=5,3mm$ $H=7mm$
Entaille	$a_0=3mm$ ($\alpha_0=0,43$)
Pilotage	0,25mm/min LVDT
Nombre de tests	10

Tableau C.6: Caractéristiques expérimentales des essais de flexion entaillée à haute température.

Type d'essai	Compression
Matériau	Titanate d'aluminium
Machine	Instron électromécanique 8562
Cellule de force	Instron 5000N
Température cible	de 750°C à 1250°C
Temps référence	de 40min à 90min
Montage	$B=5,3mm$ $H=7mm$ $L_0=20mm$
Echantillons	$B=5,3mm$ $H=7mm$
Pilotage	1mm/min Traverse
Nombre de tests	12

Tableau C.7: *Caractéristiques expérimentales de compression à haute température.*

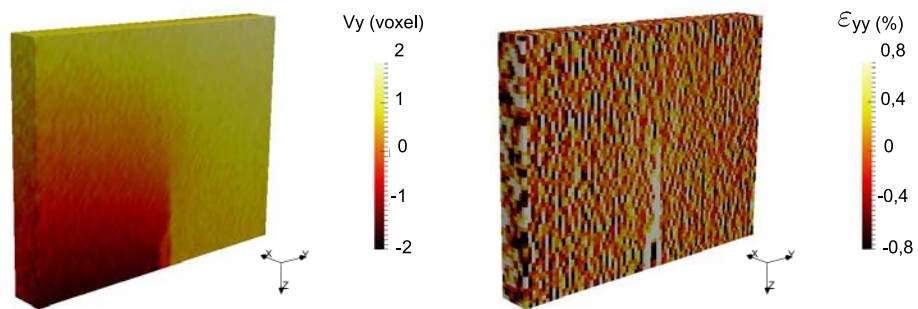
Type d'essai	Flexion	Flexion entaillée
Matériau	Titanate d'aluminium	
Machine	Instron électromécanique 8562	
Cellule de force	Instron 5000N	
Température cible	de 600°C à 900°C	700°C et 800°C
Temps référence	de 60min à 40min	de 60min à 45min
Montage	Quatre points $D_1=35mm$ $D_2=10mm$	
Echantillons	$B=7mm$ $H=5,3mm$	$B=5,3mm$ $H=7mm$
Entaille		$a_0 = 2mm$ ($\alpha_0=0,29$)
Pilotage	0,25mm/min LVDT	0,1mm/min LVDT
Nombre de tests	14	2
Objectif	Télécentrique 200mm ou Nikon 55mm	
Caméra	Bluefox 1600x1200 pixels	
Résolution	10,9µm/pixel ou 14,1µm/pixel	
Fréquence	1 image/s	

Tableau C.8: *Caractéristiques expérimentales de flexion à haute température avec corrélation d'images.*

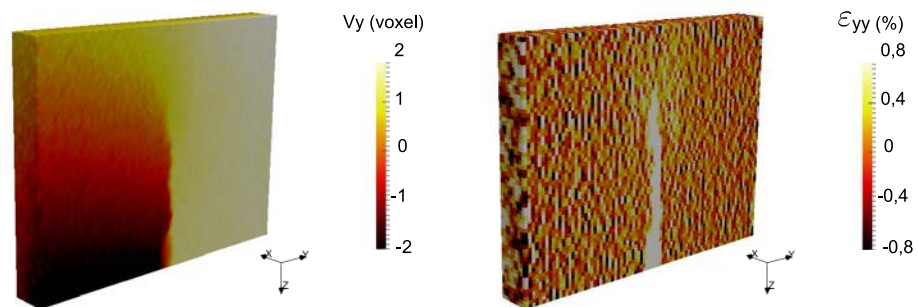
D

Mesures en double-torsion par corrélation d'images 3D

Dans cette annexe D, différentes figures détaillent les champs de déplacement et de déformation mesurés en double-torsion par corrélation d'images 3D (Sec.5.2.2).



(a) scan n°1 (vue de la face en traction)



(b) scan n°3 (vue de la face en traction)

Figure D.1: Evolution des champs de déplacement et de déformation pour l'approche FE-DIC en 3D sur le titanate d'aluminium (Eléments $C8 = 16$ voxels, 1 voxel = $9,3\mu\text{m}$).

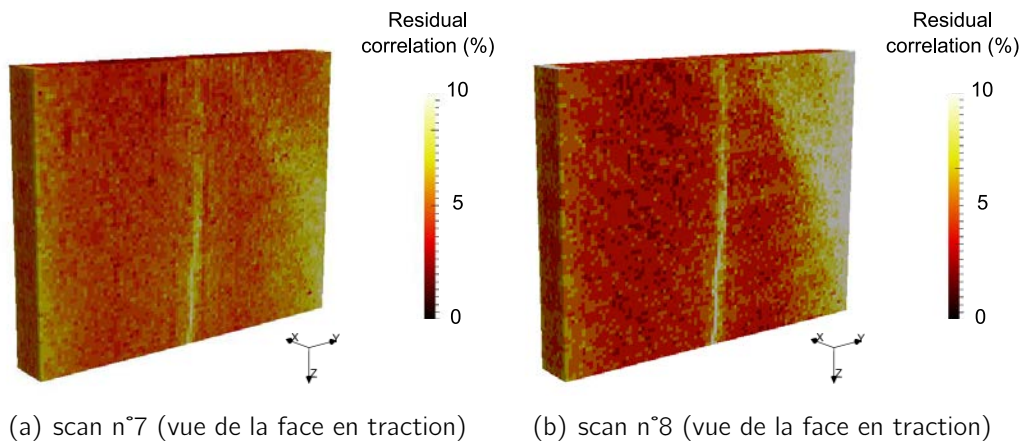


Figure D.2: Erreur de corrélation pour l'approche FE-DIC en 3D sur le carbure de silicium (Eléments C8 = 16 voxels, 1 voxel = $7,9\mu\text{m}$).

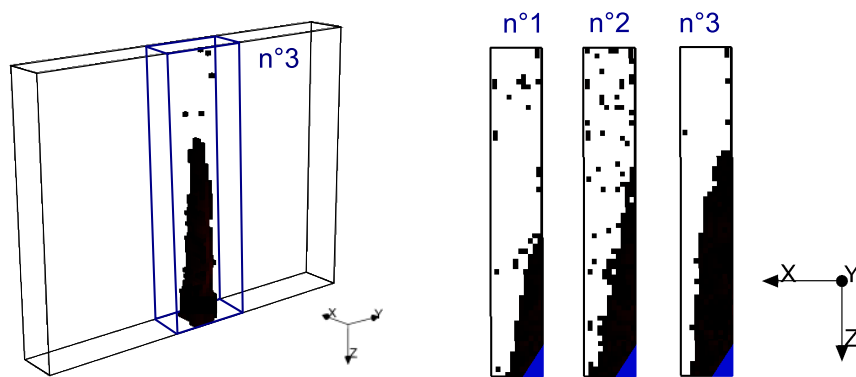


Figure D.3: Seuil sur les déformations $\epsilon_{yy} \geq 2.10^{-2}$: Scan n°3 en 3D et scans n°1 à n°3 en 2D pour le titanate d'aluminium (Eléments C8 = 16 voxels, 1 voxel = $9,3\mu\text{m}$). En bleu en 2D, est représentée l'entaille initiale oblique qui est visible sur ces scans.

Bibliographie

- [ADL 05] Adler J.
Ceramic Diesel Particulate Filters. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol.2, n.6, p.429–439, 2005.
- [ALI 79] Aliprandi G.
Materiaux réfractaires et céramiques techniques- Ingénierie des céramiques. Septima Edition, Paris, 1979.
- [ANA 06] Ananthakumar S., Jayasankar M., Warriar K.
Microstructural, mechanical and thermal characterisation of sol-gel-derived aluminium titanate-mullite ceramic composites. *Acta Materialia*, vol.54, n.11, p.2965–2973, 2006.
- [ARN 90] Arnould-Allard B.
Influence de la microstructure sur le comportement à la rupture et la résistance au choc thermique des matériaux carbonés. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1990.
- [ASH 05] Ashby M.
Materials selection in mechanical design. Butterworth-Heinemann, 2005.
- [AVR 08] Avril S., Bonnet M., Bretelle A., Grediac M., Hild F., Lenny P., Latourte F., Lemosse D., Pagano S., Pagnacco E. et al.
Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements. *Experimental Mechanics*, vol.48, n.4, p.381–402, 2008.
- [AYH 02] Ayhan A., Nied H.
Stress intensity factors for three-dimensional surface cracks using enriched finite elements. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.54, n.6, p.899–921, 2002.
- [BAR 03] Barataud C., Bardon S., Bouteiller B., Gleize V. et al.
Diesel Particulate Filter Optimization. *SAE Technical Paper*, , n.doi10.4271/2003-01-0376, 2003.
- [BAS 85] Baskaran S., Bhaduri S., Hasselman D.
Effect of Crystallites on Subcritical Crack Growth and Strain-Rate Sensitivity of Strength of Cordierite Glass-Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.68, n.3, p.112–119, 1985.
- [BAY 99] Bay B., Smith T., Fyhrie D., Saad M.
Digital volume correlation : three-dimensional strain mapping using X-ray tomography. *Experimental Mechanics*, vol.39, n.3, p.217–226, 1999.
- [BAZ 95] Bazant Z., Li Z.
Modulus of rupture : size effect due to fracture initiation in boundary layer. *Journal of Structural Engineering*, vol.121, n.4, p.739–746, 1995.
- [BEC 11] Becker T., Marrow T., Tait R.
Damage, crack growth and fracture characteristics of nuclear grade graphite using the double

- torsion technique. *Journal of Nuclear Materials*, , n.doi :10.1016/j.jnucmat.2011.04.058, 2011.
- [BEL 99] Belytschko T., Black T.
Elastic crack growth in finite elements with minimal remeshing. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.45, n.5, p.601–620, 1999.
- [BEN 09] Benoit A., Guérard S., Gillet B., Guillot G., Hild F., Mitton D., Périé J., Roux S.
3D analysis from micro-MRI during in situ compression on cancellous bone. *Journal of Biomechanics*, vol.42, n.14, p.2381–2386, 2009.
- [BES 06] Besnard G., Hild F., Roux S.
Finite-element displacement fields analysis from digital images : application to Portevin–Le Châtelier bands. *Experimental Mechanics*, vol.46, n.6, p.789–803, 2006.
- [BEU 10] Beurotte A., Boussuge M., Jeanfaivre L., Gailliègue S.
Régénération des filtres à particules (FAP) : étude expérimentale et numérique. *Matériaux 2010*, Nantes, France p. 5, 2010.
- [BOR 85] Bornhauser A., Kromp K., Pabst R.
R-curve evaluation with ceramic materials at elevated temperatures by an energy approach using direct observation and compliance calculation of the crack length. *Journal of Materials Science*, vol.20, n.7, p.2586–2596, 1985.
- [BOU 85] Boussuge M.
Contribution à l'étude du comportement mécanique à haute température du nitrure et du carbure de silicium : utilisation critique de l'essai de double-torsion. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1985.
- [BOU 90] Bouquet M., Birbis J., Quenisset J.
Toughness assessment of ceramic matrix composites. *Composites Science and Technology*, vol.37, n.1-3, p.223–248, 1990.
- [BUE 05] Bueno S., Moreno R., Baudín C.
Design and processing of Al₂O₃-Al₂TiO₅ layered structures. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.25, n.6, p.847–856, 2005.
- [BUE 08a] Bueno S., Berger M., Moreno R., Baudín C.
Fracture behaviour of microcrack-free alumina-aluminium titanate ceramics with second phase nanoparticles at alumina grain boundaries. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.28, n.10, p.1961–1971, 2008.
- [BUE 08b] Bueno S., Sanchez T., Anaya J., Baudin H.
Non-destructive characterisation of alumina/aluminium titanate composites using a micromechanical model and ultrasonic determinations Part II. Evaluation of microcracking. *Ceramics International*, vol.34, n.1, p.189–195, 2008.
- [BUI 78] Bui H., Germain P.
Mécanique de la rupture fragile. Masson Paris, 1978.
- [BUS 98] Buscaglia V., Nanni P.
Decomposition of Al₂TiO₅ and Al₂(1-x)Mg_xTi(1+x)O₅ Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.81, n.10, p.2645–2653, 1998.
- [CAR 98] Carbonneau X.
Etude des propriétés thermomécaniques de mullite zircon et de zircon. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1998.

- [CAZ 10] Cazes F.
Construction et implémentation de lois cohésives extrinsèques. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2010.
- [CHE 96a] Chevalier J.
Etude de la propagation des fissures dans une zircone 3Y-TZP pour applications biomédicales. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1996.
- [CHE 96b] Chevalier J., Saadaoui M., Olagnon C., Fantozzi G.
Double-torsion testing a 3Y-TZP ceramic. *Ceramics International*, vol.22, n.2, p.171–177, 1996.
- [CHE 04] Chen C., Awaji H.
Critical frontal process zone evaluation of aluminum titanate/alumina based ceramics by SEVNB technique. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, vol.25, n.4, p.225–230, 2004.
- [CHE 06] Chen C., Awaji H.
Critical frontal process zone size and R-curve behavior of porous ceramics. *Key Engineering Materials*, vol.317, p.281–284, 2006.
- [CHE 07a] Chen C., Awaji H.
Mechanical properties of Al₂TiO₅ ceramics. *Key Engineering Materials*, vol.336, n.2, p.1417–1419, 2007.
- [CHE 07b] Chen C., Awaji H.
Temperature dependence of mechanical properties of aluminum titanate ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.27, n.1, p.13–18, 2007.
- [CHU 85] Chu T., Ranson W., Sutton M.
Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, vol.25, n.3, p.232–244, 1985.
- [CIC 00a] Ciccotti M.
Realistic finite element model for the double-torsion loading configuration. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.83, n.11, p.2737–2744, 2000.
- [CIC 00b] Ciccotti M., Gonzato G., Mulargia F.
The double torsion loading configuration for fracture propagation : an improved methodology for the load-relaxation at constant displacement. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, vol.37, n.7, p.1103–1113, 2000.
- [CIC 01] Ciccotti M., Mulargia F.
Finite element simulation of a double torsion specimen for subcritical fracture propagation. *Earth Sciences*, vol.31, n.3, p.311–317, 2001.
- [CLA 04] Claire D., Hild F., Roux S.
A finite element formulation to identify damage fields : The equilibrium gap method. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.61, n.2, p.189–208, 2004.
- [COT 87] Cotterell B., Mai Y.
Crack growth resistance curve and size effect in the fracture of cement paste. *Journal of Materials Science*, vol.22, n.8, p.2734–2738, 1987.
- [DAV 79] Davidge R.
Mechanical behaviour of ceramics. Cambridge University Press, 1979.

- [DES 10] De Strycker M., Schueremans L., Van Paepegem W., Debruyne D.
Measuring the thermal expansion coefficient of tubular steel specimens with digital image correlation techniques. *Optics and Lasers in Engineering*, vol.48, n.10, p.978–986, 2010.
- [DIE 08] Dien-Barataud C.
Propriétés à haute température de céramiques à base de titanate d'aluminium. Saint Gobain C.R.E.E., n° RE1473, 2008.
- [DRA 00] Dragon A., Halm D., Désoyer T.
Anisotropic damage in quasi-brittle solids : modelling, computational issues and applications. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol.183, n.3-4, p.331–352, 2000.
- [DUF 08] Duflot M.
The extended finite element method in thermoelastic fracture mechanics. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.74, n.5, p.827–847, 2008.
- [DUR 10] Dureisseix D., Colmars J., Baldit A., Morestin F., Maigre H.
Follow-up of a panel restoration procedure through image correlation and finite element modeling. *International Journal of Solids and Structures*, , 2010, In press.
- [DUR 11] Durif E., Fregonese M., Rethore J., Combescure A.
Development of a Digital Image Correlation controlled fatigue crack propagation experiment. *Colloque National en Calcul de Structures*, 2011.
- [EBE 10] Eberl C., Gianola D., Hemker K.
Mechanical characterization of coatings using microbeam bending and digital image correlation techniques. *Experimental Mechanics*, vol.50, n.1, p.85–97, 2010.
- [EBR 03] Ebrahimi M., Chevalier J., Fantozzi G.
R-curve evaluation and bridging stress determination in alumina by compliance analysis. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.23, n.6, p.943–949, 2003.
- [EFT 75] Eftis J., Liebowitz H.
On fracture toughness evaluation for semi-brittle fracture. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.7, n.1, p.101–135, 1975.
- [ELG 06] Elguedj T., Gravouil A., Combescure A.
Appropriate extended functions for X-FEM simulation of plastic fracture mechanics. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol.195, n.7-8, p.501–515, 2006.
- [EVA 72] Evans A.
A method for evaluating the time-dependent failure characteristics of brittle materials and its application to polycrystalline alumina. *Journal of Materials Science*, vol.7, n.10, p.1137–1146, 1972.
- [EVA 73] Evans A.
A simple method for studying slow crack growth in brittle materials. *International Journal of Fracture*, vol.9, n.3, p.267–275, 1973.
- [EVA 74] Evans A., Wiederhorn S.
Crack propagation and failure prediction in silicon nitride at elevated temperatures. *Journal of Materials Science*, vol.9, n.2, p.270–278, 1974.
- [FAN 09] Fantozzi G., Le Gallet S., Nièpce J.
Science et technologies céramiques. Groupe Français de la Céramique, EDP Sciences, 2009.
- [FAY 07] Fayolle X., Calloch S., Hild F.
Controlling testing machines with digital image correlation. *Experimental Techniques*, vol.31, n.3, p.57–63, 2007.

- [FET 98] Fett T., Munz D., Thun G.
Nonsymmetric deformation behavior of lead zirconate titanate determined in bending tests. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.81, n.1, p.269–272, 1998.
- [FOR 10] Forsberg F., Sjö Dahl M., Mooser R., Hack E., Wyss P.
Full Three-Dimensional Strain Measurements on Wood Exposed to Three-Point Bending : Analysis by Use of Digital Volume Correlation Applied to Synchrotron Radiation Micro-Computed Tomography Image Data. *Strain*, vol.46, n.1, p.47–60, 2010.
- [FRA 88] Frassine R., Riccò T., Rink M., Pavan A.
An evaluation of double-torsion testing of polymers by visualization and recording of curved crack growth. *Journal of Materials Science*, vol.23, n.11, p.4027–4036, 1988.
- [FUL 79] Fuller E.
An evaluation of double-torsion testing - Analysis. *Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials* ASTM International, 1979.
- [GAM 92] Gambarotta L., Lagomarsino S.
A microcrack damage model for brittle materials. *International Journal of Solids and Structures*, vol.30, n.2, p.177–198, 1992.
- [GAR 75] Garwood S., Robinson J., Turner C.
The measurement of crack growth resistance curves (R-curves) using the J integral. *International Journal of Fracture*, vol.11, n.3, p.528–530, 1975.
- [GAT 11] Gates M., Lambros J., Heath M.
Towards High Performance Digital Volume Correlation. *Experimental Mechanics*, vol.51, p.491–507, 2011.
- [GIO 02] Giordano L., Viviani M., Bottino C., Buscaglia M., Buscaglia V., Nanni P.
Microstructure and thermal expansion of Al₂TiO₅-MgTi₂O₅ solid solutions obtained by reaction sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.22, n.11, p.1811–1822, 2002.
- [GOG 98] Gogotsi G.
Mechanical behaviour of yttria-and ferric oxide-doped zirconia at different temperatures. *Ceramics International*, vol.24, n.8, p.589–595, 1998.
- [GOR 10] Gordon T., Shyam A., Lara-Curzio E.
The relationship between microstructure and fracture toughness for fibrous materials for Diesel particulate filters. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.93, n.4, p.1120–1126, 2010.
- [GOS 02] Gosz M., Moran B.
An interaction energy integral method for computation of mixed-mode stress intensity factors along non-planar crack fronts in three dimensions. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.69, n.3, p.299–319, 2002.
- [GRA 09] Grant B., Stone H., Withers P., Preuss M.
High-temperature strain field measurement using digital image correlation. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol.44, n.4, p.263–271, 2009.
- [GRE 00] Gremillard L., Epicier T., Chevalier J., Fantozzi G.
Microstructural study of silica-doped zirconia ceramics. *Acta Materialia*, vol.48, n.18-19, p.4647–4652, 2000.
- [GRE 02] Gremillard L.
Relations microstructure-durabilité dans une zircone biomédicale. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2002.

- [GRE 08] Gregoire D.
On the initiation, the growth, the arrest and the restart of cracks under impact loading. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2008.
- [GRI 21] Griffith A.
The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London - Series A*, vol.221, n.582-593, p.163, 1921.
- [HAM 85] Hamano K., Ohya Y., Nakagawa Z.
Crack propagation resistance of aluminium titanate ceramics. *International Journal of High Technology Ceramics*, vol.1, n.2, p.129–137, 1985.
- [HAM 07] Hamam R., Hild F., Roux S.
Stress intensity factor gauging by digital image correlation : Application in cyclic fatigue. *Strain*, vol.43, n.3, p.181–192, 2007.
- [HAS 79] Hasselman D., Singh J.
Analysis of thermal stress resistance of microcracked brittle ceramics. *American Ceramic Society Bulletin*, vol.58, n.9, p.856–860, 1979.
- [HAS 94] Hashida T., Li V., Takahashi H.
New development of the J-based fracture testing technique for ceramic-matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.77, n.6, p.1553–1561, 1994.
- [HEC 92] Hecht N., Goodrich S., McCullum D., Yaney P., Sung D., Tenney V.
Characterization studies of transformation-toughened ceramics. *American Ceramic Society bulletin*, vol.71, n.6, p.955–959, 1992.
- [HEN 10] Henninger C., Roux S., Hild F.
Enriched kinematic fields of cracked structures. *International Journal of Solids and Structures*, vol.1, 2010.
- [HIL 06] Hild F., Roux S.
Digital image correlation : from displacement measurement to identification of elastic properties-a review. *Strain*, vol.42, n.2, p.69–80, 2006.
- [HIL 09] Hild F., Roux S., Gras R., Guerrero N., Marante M., Florez-Lopez J.
Displacement measurement technique for beam kinematics. *Optics and Lasers in Engineering*, vol.47, n.3-4, p.495–503, 2009.
- [HOM 80] Homeny J., Darroudi T., Bradt R.
J-integral measurements of the fracture of 50% alumina refractories. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.63, n.5-6, p.326–331, 1980.
- [HOR 81] Horn B., Schunck B.
Determining optical flow. *Artificial Intelligence*, vol.17, n.1-3, p.185–203, 1981.
- [IRW 54] Irwin G., Kies J.
Critical energy rate analysis of fracture strength. *Welding Journal Research Supplement*, vol.33, p.193–198, 1954.
- [IRW 57] Irwin G.
Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, vol.24, p.361–364, 1957.
- [KAC 58] Kachanov L.
Time of the rupture process under creep conditions. *Isv. Akad. Nauk. SSR. Otd Tekh. Nauk*, vol.8, p.26–31, 1958.

- [KAC 82] Kachanov M.
Microcrack model of rock inelasticity. Part II : propagation of microcracks. *Mechanics of Materials*, vol.1, n.1, p.29–41, 1982.
- [KAC 92] Kachanov M.
Effective elastic properties of cracked solids : critical review of some basic concepts. *Applied Mechanics Reviews*, vol.45, p.304–336, 1992.
- [KIM 00] Kim I.
Thermal shock resistance and thermal expansion behavior of Al₂TiO₅ ceramics prepared from electrofused powders. *Journal of Ceramic Processing research*, vol.1, p.57–63, 2000.
- [KIM 02] Kim I.
Low thermal expansion behavior and thermal durability of ZrTiO₄-Al₂TiO₅-Fe₂O₃ ceramics between 750 and 1400° C. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.22, n.14-15, p.2627–2632, 2002.
- [KIM 07] Kim H., Lee K., Kweon O., Aneziris C., Kim I.
Crack healing, reopening and thermal expansion behavior of Al₂TiO₅ ceramics at high temperature. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.27, n.2-3, p.1431–1434, 2007.
- [KIM 08] Kim I., Gauckler L.
Excellent thermal shock resistant materials with low thermal expansion coefficients. *Journal of Ceramic Processing Research*, vol.9, n.3, p.240–245, 2008.
- [KNI 86a] Knight J., Page T.
Mechanical properties of highly porous ceramics - Part 1 Modulus of rupture and fracture toughness. *Trans. J. Br. Ceram. Soc.*, vol.85, n.1, p.27–35, 1986.
- [KNI 86b] Knight J., Page T.
Mechanical properties of highly porous ceramics - Part 2 Slow crack growth and creep. *Trans. J. Br. Ceram. Soc.*, vol.85, n.2, p. 66, 1986.
- [KRO 83] Kromp K., Pabst R.
Application of the J-concept to alumina at high temperatures. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.66, n.2, p.106–110, 1983.
- [LAN 82] Lange F.
Transformation toughening. *Journal of Materials Science*, vol.17, n.1, p.225–234, 1982.
- [LAT 01] Latella B., Liu T.
High-temperature strength behavior of synroc-C. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.84, n.1, p.117–122, 2001.
- [LAT 05] Lataste E.
Comportement mécanique et endommagement de réfractaires électrofondus sous sollicitations thermomécaniques. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2005.
- [LAW 81] Laws V.
Derivation of the tensile stress-strain curve from bending data. *Journal of Materials Science*, vol.16, n.5, p.1299–1304, 1981.
- [LAW 93] Lawn B., Wilshaw T.
Fracture of brittle solids, vol. 2. Cambridge University Press New York, 1993.
- [LAW 98] Lawn B., Marshall D.
Nonlinear stress-strain curves for solids containing closed cracks with friction. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol.46, n.1, p.85–113, 1998.

- [LEC 09] Leclerc H., Périé J., Roux S., Hild F.
Integrated Digital Image Correlation for the identification of mechanical properties. *Computer Vision/Computer Graphics Collaboration Techniques*, vol.1, p.161–171, 2009.
- [LEC 10] Leclerc H., Périé J., Fanget A., Maire E., Hild F., Roux S.
Microstructure-aided Digital Volume Correlation. *XIVe International Conference on Experimental Mechanics*, 2010.
- [LEE 82] Leevers P.
Crack-front shape effects in the double torsion test. *Journal of Materials Science*, vol.17, n.9, p.2469–2480, 1982.
- [LEE 85] Leevers P., Williams J.
Material and geometry effects on crack shape in double torsion testing. *Journal of Materials Science*, vol.20, n.1, p.77–84, 1985.
- [LEM 88] Lemaître J., Chaboche J.
Mécanique des Matériaux Solides (2nd ed.). Dunod, Paris, 1988.
- [LEM 98] Lemaître h.
Etude des propriétés thermomécaniques de divers réfractaires. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1998.
- [LEN 07] Lenoir N., Bornert M., Desrues J., Besuelle P., Viggiani G.
Volumetric digital image correlation applied to X-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock. *Strain*, vol.43, n.3, p.193–205, 2007.
- [LEP 08] Leplay P.
Analyse XFEM des fissures thermoélastiques 3D en matériau fragile isotrope transverse - Application aux filtres à particules Diesel. Master's thesis, INSA de Lyon, 2008.
- [LEP 10] Leplay P., Réthoré J., Meille S., Baietto M.-C.
Damage law identification of a quasi-brittle ceramic from a bending test using Digital Image Correlation. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.30, p.2715–2725, 2010.
- [LEP 11a] Leplay P., Réthoré J., Meille S., Baietto M.-C.
Identification of damage and cracking behaviours based on energy dissipation mode analysis in a quasi-brittle material using Digital Image Correlation. *International Journal of Fracture*, , n.doi10.1007/s10704-011-9624-8, 2011.
- [LEP 11b] Leplay P., Rethore J., Meille S., Baietto M.-C., Adrien J., Maire E.
Analyse d'un test in situ de double-torsion par tomographie X et corrélation d'images 3D. *Xe CSMA*, , 2011.
- [LI 08] Li N., Sutton M., Li X., Schreier H.
Full-field thermal deformation measurements in a scanning electron microscope by 2D digital image correlation. *Experimental Mechanics*, vol.48, n.5, p.635–646, 2008.
- [LIM 09] Limodin N., Rethore J., Buffiere J., Gravouil A., Hild F., Roux S.
Crack closure and stress intensity factor measurements in nodular graphite cast iron using three-dimensional correlation of laboratory X-ray microtomography images. *Acta Materialia*, vol.57, n.14, p.4090–4101, 2009.
- [LIU 98] Liu T., Perera D.
Long-term thermal stability and mechanical properties of aluminium titanate at 1000–1200°C. *Journal of Materials Science*, vol.33, n.4, p.995–1001, 1998.

- [LOM 08] Lomov S., Boisse P., Deluycker E., Morestin F., Vanclooster K., Vandepitte D., Verpoest I., Willems A.
Full-field strain measurements in textile deformability studies. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol.39, n.8, p.1232–1244, 2008.
- [LOW 05] Low I., Lawrence D., Smith R.
Factors controlling the thermal stability of aluminum titanate ceramics in vacuum. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.88, n.10, p.2957–2961, 2005.
- [LOW 08] Low I., Oo Z.
Reformation of phase composition in decomposed aluminium titanate. *Materials Chemistry and Physics*, vol.111, n.1, p.9–12, 2008.
- [LYO 96] Lyons J., Liu J., Sutton M.
High-temperature deformation measurements using digital-image correlation. *Experimental Mechanics*, vol.36, n.1, p.64–70, 1996.
- [MAT 04] Matsudaira T., Kuzushima Y., Kitaoka S., Awaji H., Yokoe D.
Temperature dependence of static and cyclic fatigue behavior of Al₂TiO₅ ceramics. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, vol.112, n.1305, p.327–332, 2004.
- [MAY 82] Mayville R., Finnie I.
Uniaxial stress-strain curves from a bending test. *Experimental Mechanics*, vol.22, n.6, p.197–201, 1982.
- [MAZ 86] Mazars J.
A description of micro-and macroscale damage of concrete structures. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.25, n.5-6, p.729–737, 1986.
- [MEI 01] Meille S., Garboczi E.
Linear elastic properties of 2D and 3D models of porous materials made from elongated objects. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol.9, n.5, p.371–390, 2001.
- [MEI 03] Meille S., Saadaoui M., Reynaud P., Fantozzi G.
Mechanisms of crack propagation in dry plaster. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.23, n.16, p.3105–3112, 2003.
- [MEL 01] Melendez-Martinez J., Jimenez-Melendo M., Dominguez-Rodriguez A., Wotting G.
High temperature mechanical behavior of aluminium titanate-mullite composites. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.21, n.1, p.63–70, 2001.
- [MER 06] Mercer C., He M., Wang R., Evans A.
Mechanisms governing the inelastic deformation of cortical bone and application to trabecular bone. *Acta Biomaterialia*, vol.2, n.1, p.59–68, 2006.
- [MGU 97] Mguil-Touchal S., Morestin F., Brunet M.
Various experimental applications of digital image correlation method. *CMEM*, vol.97, p.45–58, 1997.
- [MOË 02] Moës N., Gravouil A., Belytschko T.
Non-planar 3D crack growth by the extended finite element and level sets. Part I : Mechanical model. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.53, n.11, p.2549–2568, 2002.
- [MOR 72] Morosin B., Lynch R.
Structure studies on Al₂TiO₅ at room temperature and at 600°C. *Acta Crystallographica Section B : Structural Crystallography and Crystal Chemistry*, vol.28, n.4, p.1040–1046, 1972.

- [MUN 99] Munz D., Fett T.
Ceramics : Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection. Springer, 1999.
- [MUN 07] Munz D.
What can we learn from R-curve measurements? *Journal of the American Ceramic Society*, vol.90, n.1, p.1–15, 2007.
- [MUR 87] Murakami Y.
Stress intensity factors Handbook. Pergamon Books, 1987.
- [NÁD 31] Nádai A.
Plasticity. McGraw-Hill, New York, 1931.
- [NÁD 50] Nádai A.
Theory of flow and fracture of solids. McGraw-Hill, New York, 1950.
- [NAG 99] Nagano M., Nagashima S., Maeda
Sintering behavior of Al₂TiO₅ base ceramics and their thermal properties. *Ceramics International*, vol.25, n.8, p.681–687, 1999.
- [OGU 05] Ogunwumi S., Tepesch P., Chapman
Aluminum Titanate Compositions for Diesel Particulate Filters. *SAE transactions*, vol.114, n.4, p.206–210, 2005.
- [OHY 88] Ohya Y., Nakagawa Z., Hamano K.
Crack healing and bending strength of aluminium titanate ceramics at high temperature. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.71, n.5, p.232–233, 1988.
- [OHY 96] Ohya Y., Nakagawa Z.
Measurement of crack volume due to thermal expansion anisotropy in aluminium titanate ceramic. *Journal of Materials Science*, vol.31, n.6, p.1555–1559, 1996.
- [OIK 07] Oikonomou P., Dedeloudis C., Stournaras C., Ftikos C.
Stabilized tialite–mullite composites with low thermal expansion and high strength for catalytic converters. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.27, n.12, p.3475–3482, 2007.
- [ONO 07] Ono T., Sawai Y., Ikimi M., Obata S., Sakurada O., Hashiba M.
Acoustic emission studies of low thermal expansion aluminum-titanate ceramics strengthened by compounding mullite. *Ceramics International*, vol.33, n.5, p.879–882, 2007.
- [ORT 02] Orteu J.-J.
Mesure 3D de formes et de déformations par stéréovision - 3D shape and strain measurement with stereoscopic vision. *Techniques de l'ingénieur. Génie mécanique*, n.BM7015, 2002.
- [OUT 69] Outwater J., Gerry D.
On the fracture energy, rehealing velocity and refracture energy of cast epoxy resin. *The Journal of Adhesion*, vol.1, n.4, p.290–298, 1969.
- [OXA 04] Oxarango L.
Transferts de chaleur et de masse dans des structures poreuses multi-échelles : application à l'étude des filtres à particules Diesel. Thèse de doctorat, INP de Toulouse, 2004.
- [PAN 09] Pan B., Qian K., Xie H., Asundi A.
Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement : a review. *Measurement Science and Technology*, vol.20, p.062001, 2009.
- [PAN 11] Pan B., Wu D., Wang Z., Xia Y.
High-temperature digital image correlation method for full-field deformation measurement at 1200° C. *Measurement Science and Technology*, vol.22, p.015701, 2011.

- [PER 09] Perie J., Leclerc H., Roux S., Hild F.
Digital image correlation and biaxial test on composite material for anisotropic damage law identification. *International Journal of Solids and Structures*, vol.46, n.11-12, p.2388–2396, 2009.
- [PET 82] Peters W., Ranson W.
Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Optical Engineering*, vol.21, n.3, p.427–431, 1982.
- [PIE 10] Pierres E.
Une stratégie X-FEM globale-locale stabilisée avec contact-frottement dédiée à la fissuration 3D. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2010.
- [PLE 79] Pletka B., Fuller E., Koepke B.
An evaluation of double-torsion testing - experimental. *Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials* ASTM International, p.19–37, 1979.
- [POL 79] Pollet J., Burns S.
Crack-velocity correction factor for the crack-front shape in double torsion specimens. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.62, n.7-8, p.426–427, 1979.
- [POP 02] Popovskaya N., Bobkova N.
Mullite-tialite ceramic materials based on chemically precipitated mixtures (a review). *Glass and Ceramics*, vol.59, n.7, p.234–236, 2002.
- [QUI 87] Quinn G.
Delayed failure of a commercial vitreous bonded alumina. *Journal of Materials Science*, vol.22, n.7, p.2309–2318, 1987.
- [QUI 91] Quinn G., Morrell R.
Design data for engineering ceramics : a review of the flexure test. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.74, n.9, p.2037–2066, 1991.
- [RAG 00] Ragueneau F., La Borderie C., Mazars J.
Damage model for concrete-like materials coupling cracking and friction, contribution towards structural damping : first uniaxial applications. *Mechanics of Cohesive-frictional Materials*, vol.5, n.8, p.607–625, 2000.
- [RAN 08] Rannou J.
Prise en compte d'effets d'échelle en mécanique de la rupture tridimensionnelle par une approche X-FEM multigrille localisée non-linéaire. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2008.
- [RAN 10] Rannou J., Limodin N., Réthoré J., Gravouil A., Ludwig W., Baietto-Dubourg M.-C., Buffiere J.-Y., Combescure A., Hild F., Roux S.
Three dimensional experimental and numerical multiscale analysis of a fatigue crack. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol.199, p.1307–1325, 2010.
- [RAU 02] Rauchs G., Fett T., Munz D.
R-curve behaviour of 9Ce-TZP zirconia ceramics. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.69, n.3, p.389–401, 2002.
- [RÉT 05] Réthoré J.
Méthode éléments finis étendus en espace et en temps : application à la propagation dynamique des fissures. Thèse de doctorat, INSA de Lyon,, 2005.
- [RÉT 08] Réthoré J., Hild F., Roux S.
Extended digital image correlation with crack shape optimization. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.73, p.248–272, 2008.

- [RÉT 09a] Réthoré J., Elguedj T., Simon P., Coret M.
On the use of NURBS functions for displacement derivatives measurement by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, vol.50, n.7, p.1099–1116, 2009.
- [RÉT 09b] Réthoré J., Roux S., Hild F.
An extended and integrated digital image correlation technique applied to the analysis of fractured samples. *European Journal Computational Mechanics*, vol.18, p.285–306, 2009.
- [RET 11] Rethore J., Roux S., Hild F.
Optimal and noise-robust extraction of Fracture Mechanics parameters from kinematic measurements. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.78, n.9, p.1827–1845, 2011.
- [RHA 97] Rhanim H., Olagnon C., Fantozzi G., Torrecillas R.
Crack propagation behaviour in mullite at high temperatures by double-torsion technique. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.17, n.1, p.85–89, 1997.
- [RIC 68] Rice J.
A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, vol.35, n.2, p.379–386, 1968.
- [RIC 73] Rice J., Paris P., Merkle J.
Progress in flaw growth and fracture toughness testing. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.536, p.231–245, 1973.
- [ROB 07] Robert L., Nazaret F., Cutard T., Orteu J.
Use of 3-D Digital Image Correlation to characterize the mechanical behavior of a fiber reinforced refractory castable. *Experimental Mechanics*, vol.47, n.6, p.761–773, 2007.
- [ROU 06] Roux S., Hild F.
Stress intensity factor measurements from digital image correlation : post-processing and integrated approaches. *International Journal of Fracture*, vol.140, n.1, p.141–157, 2006.
- [ROU 08a] Roux S., Hild F.
Digital image mechanical identification (DIMI). *Experimental Mechanics*, vol.48, n.4, p.495–508, 2008.
- [ROU 08b] Roux S., Hild F., Viot P., Bernard D.
Three-dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol.39, n.8, p.1253–1265, 2008.
- [ROU 09] Roux S., Réthoré J., Hild F.
Digital image correlation and fracture : an advanced technique for estimating stress intensity factors of 2D and 3D cracks. *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol.42, p.214004, 2009.
- [SAA 00] Saadaoui M., Reynaud P., Fantozzi G., Peronnet F., Caspar J.
Slow crack growth study of plaster using the double torsion method. *Ceramics International*, vol.26, n.4, p.435–439, 2000.
- [SAK 83] Sakai M., Urashima K., Inagaki M.
Energy principle of elastic-plastic fracture and its application to the fracture mechanics of a polycrystalline graphite. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.66, n.12, p.868–874, 1983.
- [SAL 08] Salem J., Lara-Curzio E.
Fracture Toughness of Thin Plates by the Double-Torsion Test Method. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, vol.27, n.2, p.63–73, 2008.

- [SAN 88] Sano O.
A revision of the double-torsion technique for brittle materials. *Journal of Materials Science*, vol.23, n.7, p.2505–2511, 1988.
- [SCH 93] Schacht C.
Thermomechanical behavior of refractories. *Key Engineering Materials*, vol.88, p.193, 1993.
- [SCH 09] Schajer G., An Y.
Inverse calculation of uniaxial stress-strain curves from bending test data. *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol.131, p.041001, 2009.
- [SEG 98] Segadaes A., Morelli M., Kiminami R.
Combustion synthesis of aluminium titanate. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.18, n.7, p.771–781, 1998.
- [SHA 87] Shah S., Sankar R.
Internal cracking and strain softening response of concrete under uniaxial compression. *ACI Materials Journal*, vol.84, n.3, p.200–212, 1987.
- [SHA 95] Shah S., Swartz S., Ouyang C.
Fracture mechanics of concrete : applications of fracture mechanics to concrete, rock and other quasi-brittle materials. Wiley-Interscience, 1995.
- [SHE 78] Shetty D., Virkar A.
Determination of the useful range of crack lengths in double torsion specimens. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.61, n.1-2, p.93–94, 1978.
- [SHY 06] Shyam A., Lara-Curzio E.
The double-torsion testing technique for determination of fracture toughness and slow crack growth behavior of materials : A review. *Journal of Materials Science*, vol.41, n.13, p.4093–4104, 2006.
- [SHY 08a] Shyam A., Lara-Curzio E.
Fracture toughness of porous cordierite. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, vol.27, n.2, p.75–81, 2008.
- [SHY 08b] Shyam A., Lara-Curzio E.
Mechanical characterization of Diesel particulate filter substrates. *The American Ceramic Society*, vol.6, p.1995-2001, 2008.
- [SIM 00] Simonin F., Olagnon C., Maximilien S., Fantozzi G., Diaz L., Torrecillas R.
Thermomechanical behavior of high-alumina refractory castables with synthetic spinel additions. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.83, n.10, p.2481–2490, 2000.
- [SKA 08] Skala R., Li D., Low I.
Diffraction, structure and phase stability studies on aluminium titanate. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.29, p.67–75, 2008.
- [SUK 00] Sukumar N., Moës N., Moran B., Belytschko T.
Extended finite element method for three-dimensional crack modelling. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.48, n.11, p.1549–1570, 2000.
- [SUN 05] Sun Y., Pang J., Wong C., Su F.
Finite element formulation for a digital image correlation method. *Applied Optics*, vol.44, n.34, p.7357–7363, 2005.
- [SUR 04] Surrel Y.
Full-field optical methods for mechanical engineering : essential concepts to find ones way. *Composite Testing and Model Identification*, vol.1, p.21–23, 2004.

- [SUT 83] Sutton M., Wolters W., Peters W., Ranson W., McNeill S.
Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image Vision Comput*, vol.1, n.3, p.133–139, 1983.
- [SUT 00] Sutton M., McNeill S., Helm J., Chao Y.
Advances in two-dimensional and three-dimensional computer vision. *Photomechanics*, vol.77, p.323–372, 2000.
- [SUT 08] Sutton M., Yan J., Tiwari V., Schreier H., Orteu J.
The effect of out-of-plane motion on 2D and 3D digital image correlation measurements. *Optics and Lasers in Engineering*, vol.46, n.10, p.746–757, 2008.
- [SWA 90] Swain M.
R-curve behavior and thermal shock resistance of ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.73, n.3, p.621–628, 1990.
- [SWA 91] Swain M.
Quasi-brittle behaviour of ceramics and its relevance for thermal shock. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.40, n.4-5, p.871–877, 1991.
- [TAD 85] Tada H., Paris P., Irwin G.
The stress analysis of cracks handbook. Paris Productions Incorporated, 1985.
- [TAI 87] Tait R., Fry P., Garrett G.
Review and evaluation of the double-torsion technique for fracture toughness and fatigue testing of brittle materials. *Experimental Mechanics*, vol.27, n.1, p.14–22, 1987.
- [TAN 03] Tanaka K., Akiniwa Y., Kimachi H., Kita Y.
R-curve behavior in fracture of notched porous ceramics. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.70, n.9, p.1101–1113, 2003.
- [THO 89a] Thomas H., Stevens R.
Aluminium titanate : a literature review. I : Microcracking phenomena. *British ceramic. Transactions and journal*, vol.88, n.4, p.144–151, 1989.
- [THO 89b] Thomas H., Stevens R.
Aluminium titanate : a literature review. II : Engineering properties and thermal stability. *British ceramic. Transactions and journal*, vol.88, n.4, p.184–190, 1989.
- [TIM 30] Timoshenko S.
Strength of materials. Part I-elementary theory and problems. D. Van Nostrana, Inc, 1930.
- [TIM 70] Timoshenko S., Goodier J.
Theory of Elasticity (3rd edition). McGraw-Hill, New York, 1970.
- [TRA 77] Trantina G.
Stress analysis of the double-torsion specimen. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.60, n.7-8, p.338–341, 1977.
- [TSE 79] Tseng A., Berry J.
A three-dimensional finite element analysis of the double-torsion test. *Journal of Pressure Vessel Technology*, vol.101, p.328, 1979.
- [TSE 05] Tsetsekou A.
A comparison study of tialite ceramics doped with various oxide materials and tialite–mullite composites : microstructural, thermal and mechanical properties. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.25, n.4, p.335–348, 2005.

- [VAC 99] Vacher P., Haddad A., Arrieux R.
Determination of the forming limit diagrams using image analysis by the correlation method. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, vol.48, n.1, p.227–230, 1999.
- [VIR 75] Virkar A., Gordon R.
Crack front profiles in double-torsion specimens. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.58, n.11-12, p.536–536, 1975.
- [WES 39] Westergaard H.
Bearing pressures and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, vol.6, p.49–53, 1939.
- [WIE 83] Wieninger H., Pabst R.
Crack resistance behavior of ceramic materials. *Journal of the American Ceramic Society*, vol.66, n.10, p.c181–c182, 1983.
- [WIL 57] Williams M.
On the stress distribution at the base of a stationary crack. *ASME Journal of Applied Mechanics*, vol.24, p.109–114, 1957.
- [WIL 73] Williams D., Evans A.
A simple method for studying slow crack growth. *Journal of Testing and Evaluation*, vol.1, p.264–270, 1973.
- [XAV 08] Xavier E.
Etude du comportement à la rupture de matériaux fragiles à haute porosité. Application à des filtres à particules pour moteurs Diesel. INSA de Lyon, , 2008.
- [YOT 99] Yotte S., Quenisset J.
Toughness characterization of damageable ceramic matrix composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol.30, n.3, p.191–201, 1999.
- [ZAB 95] Zabicky J., Kimmel G., Yaaran J., Zevin L.
Thermal anisotropy of tialite (Al₂TiO₅) by powder XRD. *Nanostructured Materials*, vol.6, n.5, p.675–678, 1995.
- [ZHI 96] Zhien L., Qingmin
The effects of additives on the properties and structure of hot-pressed aluminium titanate ceramics. *Journal of Materials Science*, vol.31, n.1, p.90–94, 1996.

FOLIO ADMINISTRATIF

Thèse soutenue devant l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

NOM : LEPLAY

DATE de SOUTENANCE : 20 septembre 2011

PRENOM : Paul

TITRE : Identification de comportements mécaniques et à rupture par corrélation d'images 2D et 3D
Application aux filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium

NATURE : Doctorat

ÉCOLE DOCTORALE : Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique

SPECIALITÉ : Mécanique, Génie Mécanique, Génie Civil

COTE B.I.U. - Lyon : T 50/210/19

N° D'ORDRE : 2011-ISAL-0083

RÉSUMÉ : Les filtres en céramiques représentent une solution efficace pour capturer et retenir les particules carbonées émises par les moteurs automobiles Diesel. En cas de choc thermique dû à une régénération sévère, la résistance thermomécanique de ces filtres en céramique est primordiale pour conserver une bonne efficacité de filtration. Pour cette raison, la conception de filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium est une innovation prometteuse au sein de la gamme du groupe Saint-Gobain. A température ambiante comme à haute température, l'étude des comportements mécaniques et à rupture du titanate d'aluminium est l'objectif principal de ces travaux de thèse. Face à ces objectifs, les méthodes de corrélation d'images intégrées présentent un fort potentiel pour mesurer des champs de déplacement, analyser plus précisément des essais afin d'identifier des propriétés mécaniques. Basée sur plusieurs essais mécaniques analysés par corrélation d'images, une méthodologie d'identification est développée et appliquée sur la céramique à base de titanate d'aluminium pour les filtres à particules Diesel.

Tout d'abord, des essais de flexion effectués à température ambiante permettent de mettre en évidence le comportement endommageable de cette céramique microfissurée fortement poreuse. Des fonctions de forme spécifiques à la flexion quatre points sont construites pour mesurer par corrélation d'images 2D la cinématique globale. Une loi d'endommagement est identifiée pour représenter la dissymétrie entre les comportements en traction et en compression. Cette même méthodologie est appliquée à haute température, où le comportement du matériau est également non-linéaire en raison du réseau de microfissures et de la viscosité de la phase secondaire. Une seconde approche de corrélation d'images 2D, spécifique à la fissuration, est appliquée pour analyser des essais de flexion entaillée et identifier le comportement quasi-fragile du matériau à température ambiante. Les différents modes d'endommagement sont quantifiés énergétiquement à travers l'application d'une troisième méthode de corrélation d'images, basée sur la méthode de l'écart à l'équilibre. Parallèlement aux essais de flexion, l'essai de double-torsion est analysé grâce à un prototype conçu pour réaliser des essais *in situ* dans un tomographe. Par corrélation d'images 3D, il est possible d'observer l'évolution du front curviligne de la fissure. A l'aide d'une simulation X-FEM, la répartition des facteurs d'intensité des contraintes le long du front de fissure est calculée pour en expliquer sa propagation.

Ces travaux ont permis de caractériser les fortes déformabilité et la résistance à la propagation de fissure du matériau à haute température. Ces propriétés jouent vraisemblablement un rôle clef dans la résistance thermomécanique des filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium.

MOTS-CLÉS : Identification, Corrélation d'images, Endommagement, Rupture, Flexion, Double-torsion, Tomographie, Titanate d'aluminium, Filtres à particules Diesel

LABORATOIRES DE RECHERCHE : Université de Lyon

LaMCoS - UMR CNRS 5259 - INSA de Lyon

MATEIS - UMR CNRS 5510 - INSA de Lyon

18-20 rue des Sciences, 69621 Villeurbanne Cedex, France

DIRECTRICE DE THÈSE : Marie-Christine BAIETTO

CO-ENCADRANTS DE THÈSE : Julien RETHORE, Sylvain MEILLE

PRÉSIDENT DU JURY : Rafaël ESTEVEZ

COMPOSITION DU JURY : Stéphane ROUX
Michel BOUSSUGE
Jean-José ORTEU
Rafaël ESTEVEZ

Marie-Christine BAIETTO
Julien RETHORE
Sylvain MEILLE
Fabiano RODRIGUES

