

THÈSE

PRÉSENTÉE À

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX I

ÉCOLE DOCTORALE
DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR

par **Matthieu PUYO-PAIN**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

Spécialité : MÉCANIQUE

**COMPORTEMENT MÉCANIQUE D'ASSEMBLAGES DE
COMPOSITES 2D SiC_f/SiC BRASÉS PAR UN JOINT À
BASE-SILICIUM : MESURES DE CHAMPS PAR CORRÉLATION
D'IMAGES NUMÉRIQUES EN CONDITIONS EXTRÊMES**

Soutenue le 6 décembre 2004

Après avis de :

G. FANTOZZI, Professeur, INSA-Lyon

Rapporteur

A. VAUTRIN, Professeur, Ecole des Mines de Saint-Etienne

Rapporteur

Devant la commission d'examen formée de :

D. DESJARDINS, Professeur, Université Bordeaux 1

Président

G. FANTOZZI, Professeur, INSA-Lyon

Rapporteur

A. VAUTRIN, Professeur, Ecole des Mines de Saint-Etienne

Rapporteur

F. HILD, Directeur de Recherche, LMT-Cachan

Examineur

E. MARIAGE, Ingénieur, Snecma Propulsion Solide

Examineur

J. LAMON, Directeur de Recherche, LCTS

Directeur de thèse

*à ma mère, à Eugène
à mes grands-parents
à Delphine*

Avant-Propos

Ces quelques lignes introduisent paradoxalement ce manuscrit, alors qu'elles ne sont écrites que deux mois après l'ensemble du mémoire. Leur rédaction est d'autant plus difficile et poussive qu'elles marquent l'aboutissement de travaux et de collaborations durant trois belles années. Qu'il me soit permis de dresser ici une revue non exhaustive des personnes qui y ont contribué.

Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Composites Thermostructuraux, unité mixte de recherche CNRS, Snecma, CEA et Université Bordeaux 1 et a été assuré par le support financier du CNRS et du groupe Snecma. Monsieur le Professeur Roger Naslain, Directeur du LCTS et Monsieur le Professeur Alain Guette qui lui a succédé à ce poste, m'ont permis d'effectuer ce travail au sein du laboratoire. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je tiens à remercier en premier lieu mon directeur de thèse, Jacques Lamon, Directeur de recherche au CNRS, qui m'a proposé ce sujet si riche et si complexe. Il m'a toujours accordé sa confiance et m'a laissé une grande liberté tout en me prodiguant ses conseils éclairés. J'ai appris la sagesse, la confiance en soi et l'argumentation lors de nos fréquents échanges, parfois animés mais toujours fructueux et cordiaux.

Ce travail n'aurait pas été ce qu'il est sans la collaboration et la participation active de François Hild, Directeur de Recherche au CNRS. Sa disponibilité et ses compétences scientifiques, de même que son enthousiasme permanent m'ont permis d'être meilleur chaque jour et de mener à bien ce travail. Qu'il trouve dans ces quelques lignes l'expression de mon admiration et de ma reconnaissance. Merci...

Toute ma gratitude s'adresse également aux membres de jury qui ont accepté de juger ma thèse. Monsieur Didier Desjardins, Professeur à l'Université Bordeaux 1 m'a fait

l'honneur de présider le jury, qu'il en soit remercié. De même, je remercie Monsieur Alain Vautrin, Professeur à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, qui a rapporté ma thèse. Je tiens à remercier également, Monsieur Gilbert Fantozzi, Professeur à l'INSA de Lyon qui a accepté de juger mon travail final.

J'adresse également mes remerciements à Eric Mariage, Ingénieur à Snecma Propulsion Solide, qui assuré le suivi de cette thèse. Par sa grande expérience de métrologue, il m'a inculqué la justification systématique des résultats avancés et a permis de donner une nouvelle dimension à mes travaux. Mes remerciements vont également à Céline Barret et Nicolas Paulus, Ingénieurs à Snecma Propulsion Solide qui ont encadré ma thèse pendant les deux premières années, et que les aléas des mutations ont éloigné du projet avant qu'ils puissent en voir le terme. Je remercie Valérie Chaumat, Ingénieur au CEA-Grenoble, qui a coordonné l'avancement des travaux et a assuré le suivi de l'élaboration des matériaux. Je tiens à remercier et à saluer amicalement toute l'équipe Matériaux et Assemblages du CEA-Grenoble.

Si mes recherches ont été rendues possibles, c'est grâce à l'immense savoir scientifique et technique de Bruno Humez, Assistant Ingénieur au CNRS. Les nombreuses discussions, échanges et heures de travail au cours de ces trois années ont été si fructueuses... Qu'il me soit permis de lui témoigner ici toute ma gratitude.

Je remercie également René Pailler, Ingénieur de Recherche au CNRS, Eric Martin, Professeur à l'Université Bordeaux 1, Georges Chollon, Chargé de Recherche au CNRS et Jean-Marc Goyenèche, Ingénieur au CEA, pour leur aide, leurs conseils et leur contribution à ce travail.

Enfin, que seraient des années de thèse sans collègues (et néanmoins amis) de laboratoire ? Je remercie tout d'abord mon cher co-colocataire de la première heure Stéphane, de ne m'avoir légué ni sa plante verte, ni sa machine à café....juste sa sensibilité, son humour et ses colères (et son modèle de déviation de fissures). Merci à Gaëlle, partie vers d'autres horizons. Merci à François, pour son aide précieuse et ses talents de conception.

Merci à tous les membres du LCTS pour leur bonne humeur et leur gentillesse. Je remercie particulièrement Josette Forget, Florence Croizer et Christian Duhau, secrétaires au LCTS pour leur aide et leur sympathie, ainsi que Michel Saux, Christian Pourtau et

Thierry Malard pour leur aide et leur constante disponibilité informatique. Je remercie enfin Monsieur Gil Hostein, pour son administration sans faille du LCTS.

Mes pensées les plus chères vont à ma mère pour tout ce qu'elle a fait pour moi. Je remercie également mes grands-parents et Eugène pour leur soutien et leur bonté. Je remercie Yvette et Louis pour leur gentillesse, leur confiance et leur générosité. Enfin à toi Delphine, merci d'exister et d'être ce que tu es.

Bonne lecture et bon courage à tous les thésards du monde.

Matthieu Puyo-Pain, Février 2005

Table des matières

Introduction	11
I Synthèse Générale	17
1 Propriétés mécaniques des joints et assemblages : synthèse bibliographique	19
1.1 Introduction	19
1.2 L'assemblage des matériaux céramiques à base SiC	20
1.2.1 Assemblage par brasage	20
1.2.2 Autres techniques d'assemblages physico-chimiques	22
1.3 Caractérisation du comportement mécanique des structures assemblées	23
1.4 Un exemple d'application	28
1.5 Démarche retenue	28
2 Matériaux & Techniques expérimentales	31
2.1 Présentation des matériaux	31
2.1.1 Joint de brasure : BraSiC	31
2.1.2 Préparation des éprouvettes SiC-BraSiC-SiC	33
2.1.3 Assemblages composites : SiC _f /SiC-BraSiC-SiC _f /SiC	34
2.2 Techniques expérimentales	37
2.2.1 Essais mécaniques	37
2.2.2 Contrôle de l'alignement par méthode optique	42
2.2.3 Calcul des champs cinématiques par la méthode des éléments finis	44
3 Corrélation d'Images Numériques : principe et résolution du système	51
3.1 Introduction	51
3.2 Des méthodes optiques en mécanique	52

3.3	La Corrélation d'Images Numériques : Correli ^{LMT}	57
3.3.1	Principe & notations	57
3.3.2	Acquisition des images	60
3.3.3	Résolution de la méthode	62
3.3.4	Choix des conditions expérimentales	65
3.4	Conclusion	68
4	Propriétés mécaniques de l'alliage de brasure BraSiC	71
4.1	Introduction	71
4.2	Propriétés élastiques	71
4.2.1	Approche	71
4.2.2	Discussion	79
4.3	Propriétés de rupture	82
4.3.1	Résultats expérimentaux	82
4.3.2	Origine de la rupture	83
4.3.3	Analyse des contraintes d'amorçage	86
4.3.4	Propagation et rupture ultime	90
4.3.5	Modélisation de l'effet de la microstructure	91
4.4	Conclusion	96
5	Comportement mécanique du système SiC_f/SiC-BraSiC-SiC_f/SiC	99
5.1	Introduction	99
5.2	Flexion 3-points	100
5.2.1	Résultats d'essais	100
5.2.2	Analyse par corrélation d'images	102
5.2.3	Observations fractographiques	106
5.2.4	Scénario d'endommagement	107
5.3	Traction/Arrachement	110
5.3.1	Procédures et observations expérimentales	110
5.3.2	Scénario d'endommagement	112
5.4	Cisaillement	113
5.4.1	Confrontation des résultats d'essais	113
5.4.2	Scénario d'endommagement	115
5.5	Conclusion	118

II	Annexes : projets de publications	121
A	Identification of BraSiC elastic properties by using DIC technique	123
A.1	Introduction	123
A.2	Experimental procedure	124
A.2.1	Specimen preparation	124
A.2.2	Testing procedure	124
A.3	Digital Image correlation	126
A.3.1	Principle	126
A.3.2	Numerical image acquisition	128
A.3.3	Accuracy and Resolution of the correlation technique	130
A.4	Extraction of elastic properties	135
A.4.1	Tension / Off-axis compression tests	135
A.4.2	Four-point bend tests	141
A.5	Results	142
A.5.1	DIC validation on monolithic α -SiC	142
A.5.2	Tension / Off-axis compression tests	143
A.5.3	FEM tensile test	148
A.5.4	Four-point bending	150
A.6	Discussion	158
A.7	Comparison with nanoindentation tests	160
A.8	Summary	162
B	Experimental investigation and probabilistic analysis of failure in a ceramic-based joint	163
B.1	Introduction	163
B.2	Experimental procedures	163
B.2.1	Specimen preparation	163
B.2.2	Testing configurations	164
B.3	Crack initiation	166
B.3.1	Weibull model	166
B.3.2	Correlation with flaw size distribution	170
B.3.3	Multiaxial statistical approach	173
B.4	Failure mechanism	175
B.4.1	Classification of fracture modes	175
B.4.2	Weibull approach	177

B.4.3	Deterministic approach	177
B.4.4	Modeling crack propagation and arrest	180
B.5	Summary	185
	Conclusion & Perspectives	189
	Bibliographie	197
	Liste des communications & publications	211
	Table des figures	213
	Liste des tableaux	221

Introduction Générale

L'assemblage de matériaux entrepris dès la Préhistoire, consiste en l'opération élémentaire de rendre solidaires deux objets dissociés. Cela implique la réalisation de formes stables obtenues par la réunion appropriée de plusieurs autres formes réalisées indépendamment et par des procédés qui peuvent être différents. Michel Barquins dans son exposé « Le collage : quelle histoire ! » donné lors du colloque annuel MECAMAT sur l'assemblage des matériaux et des structures [1] dénombre six principaux types d'assemblages :

- L'assemblage statique par juxtaposition utilisé dans la construction d'édifice. Il concerne le cas élémentaire de murs de pierre de taille assemblés à sec, jusqu'aux voûtes d'origine grecque et coupoles développées par les Romains qui nécessitent plus de technicité.
- L'assemblage par blocage géométrique consiste en l'emboîtement exact de pièces de matériaux divers par l'association d'une excroissance et d'une cavité utilisés dès l'Antiquité avec éventuellement l'aide d'une pièce auxiliaire, « double queue d'aronde » pour les pierres de taille, « cheville » pour la technique tenon et mortaise essentiellement dans le bois ou encore « clavette » pour le métal, ce qui suppose la maîtrise du perçage et du forage lesquels remontent au Néolithique.
- L'assemblage à force rassemble les procédés qui font intervenir le « clou ». Il est utilisé dès l'Age de fer puis très développé par les Romains pour l'assemblage de pièces de bois. L'apparition de la « vis à bois » apparaît au Moyen-Age, quant à la « vis à fer », son utilisation est beaucoup plus tardive (XVIII^e siècle) puisqu'elle nécessite la réalisation de deux filetages de pas et de diamètre constants s'ajustant exactement. Il en est de même du système « vis-écrou », dont l'ébauche remonte à l'Antiquité Romaine. Le « rivetage » est un autre exemple de l'assemblage à

force. Il a été réalisé dès l'Age des métaux mais de façon grossière. Il s'est essentiellement développé et n'est devenu systématique, étant alors mécanisé, qu'au XVIII^e siècle pour les assemblages de plaques de fer.

- L'assemblage de fils consiste en « l'entrecroisement » de plusieurs fils pour la réalisation d'un « tissage », cette technique remonte au Néolithique. Il peut également reposer sur le « maillage » d'un seul fil comme dans le « tricot », lequel n'apparaît qu'au Moyen-Age. Ces deux d'assemblages ont connu une mécanisation progressive qui a atteint un très haut degré de technicité à la fin du XVIII^e siècle en Grande Bretagne et près d'un demi-siècle plus tard en France.
- L'assemblage de surfaces souples est connu dès la Préhistoire afin de réunir des pièces de tissus et également de cuir. On différencie généralement d'une part, les assemblages amovibles à l'aide d'une « épingle », d'abord réalisée en corne, en bois, en os puis en métal, d'une « fibule » appelée aujourd'hui « épingle à nourrice », d'une « agrafe », d'un « bouton », et d'autre part, les assemblages fixes par le « bâti » et la « couture » des tissus. Cette technique suppose l'existence de « l'aiguille à chas » qui est inventée à la fin de la Préhistoire. La mécanisation de la couture est tardive puisque la machine à coudre n'apparaît qu'à la fin du XIX^e siècle.
- L'assemblage par adhésion qui nécessite l'emploi de matériaux jointifs. Les « colles » apparaissent excessivement tôt dans l'histoire des techniques pour l'assemblage de matériaux très divers. Pour la construction ce sont les « mortiers » composés principalement de chaux et de sables qui sont utilisés. La « soudure », est généralement confondue avec le collage et n'intervient à l'origine que dans le domaine des matériaux métalliques. Elle se substitue peu à peu à l'assemblage par « rivets » et par « boulons-écrous ».

Dans le domaine de l'aéronautique, du spatial, l'allégement des structures est aujourd'hui au centre des efforts de recherche, et l'emploi de matériaux composites, dont les propriétés mécaniques sont supérieures aux matériaux constitutifs, est une solution retenue dans cet effort d'optimisation. Dans le cas de pièces soumises à de très hautes températures (chambres de combustion, turbines à gaz, ...), les composites à matrice céramique (CMC) représentent un atout certain. Afin de diminuer les coûts de produc-

tion, et faciliter l'élaboration de pièces de plus en plus complexes en CMC, l'assemblage peut être un procédé adapté pour répondre à ces critères fonctionnels. L'assemblage par adhésion rassemble le plus d'avantages dans cette approche, mais étant donné le domaine d'application, l'emploi de « colles » très particulières est nécessaire. En effet, le joint d'assemblage doit avoir des propriétés en terme de tenue mécanique égales ou supérieures à celles des composites, afin que les propriétés mécaniques de la structure soient conservées. En outre, le matériau jointif doit pouvoir conserver ses propriétés mécaniques à très hautes températures ($T > 1000^{\circ}\text{C}$). Le motoriste Snecma a retenu le procédé de soudage par brasage à haute température, BraSiC[®] développé par le CEA-Grenoble.

Dès lors que la structure assemblée doit être utilisée en service, de nombreuses questions se posent. La compatibilité des matériaux lors du processus d'assemblage, et aussi la tenue mécanique de ces pièces soulèvent de nombreux problèmes. En outre, les assemblages sont des lieux de discontinuités liées à la nature des matériaux ou à leur géométrie qu'il est nécessaire de prendre en compte dans un calcul de structure.

Bien qu'elles soient nécessaires pour le calcul des assemblages, les caractéristiques des matériaux qui constituent le joint ne sont généralement pas connues. Elles sont difficiles à déterminer car il n'est pas possible de réaliser des éprouvettes de matériau de joint seul. Ce travail s'attache donc en premier lieu, à établir les propriétés mécaniques du joint d'assemblage, et ensuite à étudier le comportement mécanique d'assemblages de SiC monolithique et de composites SiC_f/SiC. La détermination des propriétés élastiques repose sur la technique de corrélation d'images numériques (CIN). Cette technique est intéressante pour réaliser des mesures locales de déformation du joint seul au sein d'un assemblage. Cet outil est employé ici dans des conditions extrêmes compte tenu du faible volume de matériau analysé (l'épaisseur du joint est inférieure à 100 μm) et des faibles déformations généralement observées avec les matériaux à base de céramique. Les caractéristiques mécaniques intrinsèques du joint BraSiC, c'est à dire les propriétés élastiques et de rupture, ont été évaluées dans des assemblages modèles SiC-BraSiC-SiC. La connaissance des propriétés des différents éléments constitutifs de l'assemblage, est alors appliquée à l'étude du comportement mécanique d'un système complexe SiC_f/SiC-BraSiC-SiC_f/SiC.

L'objectif de ce travail est triple, il est de :

1. mesurer avec précision les déformations locales dans le joint seul puis identifier les propriétés élastiques du joint de brasure BraSiC,
2. comprendre et proposer un mécanisme d'endommagement et de rupture du joint d'assemblage,
3. évaluer le comportement mécanique et la fiabilité de pièces semi-technologiques CMC-BraSiC-CMC en proposant des scénarii de ruine de ces structures assemblées.

Le premier chapitre fait une mise au point bibliographique sur l'assemblage par brasage de pièces composites à matrice céramique 2D SiC_f/SiC . Il présente par ailleurs un exemple d'application industrielle impliquant le brasage de matériaux à base de carbure de silicium par le procédé BraSiC développé au CEA-Grenoble, puis l'approche proposée pour l'étude du comportement d'assemblages brasés.

Le second chapitre traite des matériaux, c'est à dire des substrats monolithiques SiC et composites 2D SiC_f/SiC et du joint BraSiC, et des procédures et moyens expérimentaux utilisés. La description d'analyses physico-chimiques permettra de comprendre le concept de brasage non réactif, et l'intérêt d'un tel procédé dans l'assemblage de structures dédiées au domaine des hautes températures. De plus, les procédures numériques seront décrites, et des calculs préliminaires permettront d'aborder l'effet des contraintes résiduelles susceptibles d'être générées lors de l'élaboration.

Dans le chapitre 3, la méthode de corrélation d'images utilisée pour mesurer les champs de déplacement et de déformation est détaillée sur des éprouvettes SiC-BraSiC-SiC soumis à plusieurs chargements. Après un rapide état de l'art des méthodes optiques appliquées en mécanique du solide, une analyse d'erreur de mesure de la technique de corrélation **Correli**^{LMT} est effectuée dans les configurations d'essais envisagés (traction uniaxiale, flexion 4-points et compression hors-axe). La résolution du système est ainsi déterminée pour les cas d'études envisagés et les paramètres d'expérimentation (grandissement, codage de la caméra CCD, paramètres de l'algorithme de corrélation) sont optimisés.

Le chapitre 4 présente les propriétés élastiques et de rupture de l'alliage de brasure BraSiC. Les propriétés élastiques sont identifiées à partir des mesures de champs ex-

posées précédemment. Plusieurs modes de chargements ont été envisagés et différentes méthodes d'identification ont été employées. Le type d'essai mécanique et la méthode d'identification les plus pertinents sont discutés. En outre, les mécanismes de rupture et d'endommagement du joint ont été analysés par suivi de l'émission acoustique. Une approche probabiliste a permis de décrire la fissuration du joint. Un modèle de propagation des fissures développé dans le cadre d'études de vieillissement d'assemblages céramique/métal a été appliqué au cas du mélange eutectique bi-phasé BraSiC. Ce chapitre de synthèse résume les principaux résultats et approches développés de façon exhaustive dans les deux projets de publication présentés aux annexes A et B.

Le chapitre 5 examine le comportement mécanique des assemblages SiC_f/SiC -BraSiC- SiC_f/SiC . Des scénarii d'endommagement sont alors développés de manière systématique sur tous les types de chargement, en accord avec les observations microscopiques expérimentales. Un critère de déviation des fissures peut être appliqué, et l'intensité de la liaison interfaciale évaluée.

Enfin les annexes A et B rassemblent de manière détaillée les approches et résultats d'identification des propriétés élastiques et de rupture du joint d'assemblage à base silicium. L'annexe A décrit en outre, l'analyse complète de la résolution de la technique de corrélation d'images.

Ainsi, ce manuscrit se présente sous une forme mixte. Il comprend, tout d'abord, une partie en français qui décrit la synthèse de ce travail. Les résultats concernant l'étude spécifique du joint de brasage BraSiC sont détaillés ensuite en annexes dans deux projets de publications en anglais.

Première partie
Synthèse Générale

Chapitre 1

Propriétés mécaniques des joints et assemblages : synthèse bibliographique

1.1 Introduction

Les composites à matrice céramique appelés CMC sont utilisés dans des applications à haute température et dans des conditions sévères d'environnement en raison de leurs propriétés intrinsèques [2]. L'introduction d'un renfort fibreux vise à pallier le problème de la fragilité de la matrice céramique tout en conservant ses propriétés : faible densité, haute résistance et rigidité en température, inertie chimique. Les CMC sont généralement composés d'architectures en fibres céramiques de carbure de silicium (SiC) ou fibres de carbone (C), et de matrice SiC ou carbone. Il existe également des CMC de type oxyde-oxyde [3] mais ils ne seront pas abordés ici. Les composites à matrice céramique sont utilisés dans des applications aéronautiques et spatiales [4-8] (pièces pour tuyères, divergents, chambres de combustion, ...). Les CMC interviennent également dans les échangeurs thermiques, les pièces de protection contre la corrosion [9], et aussi dans les systèmes de freinage aéronautique ou automobile de compétition, en raison de leurs très bonnes propriétés de frottement [10]. De nombreux travaux ont permis, d'une part l'amélioration de l'élaboration de ces matériaux [11], de leur structure, notamment en ce qui concerne les liaisons fibres/matrice [12-14] et également l'ajout d'interphases complexes [15-17], afin de répondre aux exigences de tenue mécanique de plus en plus élevées sous atmosphère oxydante. En outre, de nombreux auteurs se sont intéressés au comportement thermomécanique de ces matériaux.

Dans le cas des CMC SiC_f/SiC , l'endommagement, la rupture [18–22] et le comportement en fatigue statique ont été abordés [23–26]. En outre, de nombreuses références traitent de la modélisation des lois de comportement de tels matériaux [27].

Cependant, la réalisation de systèmes ou de structures complexes d'un seul tenant élaborés à partir de composites à matrice céramique demeure un problème technologique et représente un coût financier important. C'est pourquoi une solution simple consiste en l'assemblage de plusieurs pièces de forme simple pour la réalisation d'une structure. Les assemblages sont également nécessaires pour ajouter des renforts tels que des raidisseurs sur des pièces structurales. Dans le domaine de l'aéronautique, du spatial, du nucléaire, les températures des pièces en service dans les zones « chaudes » peuvent atteindre des températures supérieures à 1000°C , ce qui interdit les procédés d'assemblages mécaniques classiques par rivetage, boulonnage [28] ou les procédés d'assemblage physico-chimique par collage [29, 30] (on entend par assemblage par collage les assemblages réalisés par des adhésifs ou résines structuraux pour des températures inférieures à $300\text{-}400^\circ\text{C}$).

1.2 L'assemblage des matériaux céramiques à base SiC

1.2.1 Assemblage par brasage

L'assemblage de composites thermostrostructuraux (CMC) a nécessité une recherche approfondie sur les méthodes adoptées tant sur le plan de la compatibilité chimique entre les substrats SiC et le joint d'assemblage, que de la compatibilité mécanique. La formulation de la composition chimique des brasures utilisées dans l'assemblage des matériaux à base SiC est optimisée pour que les constantes élastiques et les coefficients de dilatation thermique de celles-ci aient des valeurs proches de celles des substrats de base. Ceci dans le but de conférer à la structure assemblée finale des propriétés thermo-mécaniques semblables aux matériaux à base de carbure de silicium [31–33].

Une des méthodes retenues pour l'assemblage de ces matériaux est la technique de brasage. Selon l'Institut international de la soudure [34], le brasage est :

[...] une opération consistant à assembler des pièces métalliques, à l'aide

d'un alliage d'apport à l'état liquide, ayant une température de fusion inférieure à celle de pièces à réunir et mouillant le métal de base [...]. Le brasage se distingue du soudage par le fait que le métal de base ne participe pas à la formation du joint.

Dans la définition du brasage, le terme de mouillage a une signification précise [34] :

*[...] c'est la faculté qu'a un liquide (c'est à dire l'alliage d'apport fondu)
[...] de s'étaler sur une surface de base (c'est à dire le métal de base).*

Le brasage des substrats SiC consiste donc en l'apport d'un alliage métallique qui permet par fusion puis refroidissement de former la structure assemblée. Un des principaux avantages, mais aussi problèmes liés à l'assemblage du carbure de silicium est sa très grande réactivité vis-à-vis de tous les métaux de transition. Cette réactivité apparaît au contact du SiC et du métal, soit par diffusion d'éléments à travers l'interface, soit par décomposition du carbure de silicium par le métal liquide lors du brasage ou soit par formation d'un composé eutectique à l'interface substrat/joint [35]. Plusieurs auteurs ont établi une classification des métaux selon leur comportement vis-à-vis du SiC [35–37] :

- Ti, Cr, Hf, Zr, Mo, Mn, W, Ta et Nb réagissent avec Si et C du carbure de silicium,
- Fe, Ni, Pt, Cu, Pd et Co réagissent avec Si,
- Al et V réagissent avec C.

Lorsque cette réactivité du métal d'apport avec le substrat SiC est favorisée, on parle alors de brasage réactif ou brasage fort. De nombreuses références dans la littérature traitent de l'emploi de telles brasures [37, 38]. Les brasures les plus répandues appartiennent au système Ag-Cu-X dans lequel X est un élément actif à faible teneur. Dans la majorité des études X=Ti pour sa faculté à mouiller le SiC. De tels systèmes chimiques sont également utilisés comme brasure pour leur relatif bas point de fusion ($T = 900-1000^{\circ}\text{C}$) qui ne dégrade pas les substrats céramiques. Les études répertoriées traitent notamment de l'influence de la teneur en Ti sur la mouillabilité du SiC, des réactions interfaciales produites et des propriétés mécaniques associées [39–42] ou des compositions de la matrice ductile Ag-Cu sur les températures de brasage [43]. D'autres éléments actifs ont également été testés dans le but d'une amélioration constante des propriétés de tenue mécanique en température et de résistance à l'oxydation. Ainsi, des éléments tels que Zr [44], Hf et Nb [45] ou l'élément V [46] ont été testés. On peut également mentionner les travaux de Salvo *et al.* [47] qui traitent de l'assemblage des composites SiC_f/SiC par des métaux purs (Si, Ti, Zr, Al), de la caractérisation des in-

terfaces formées et de l'évaluation des propriétés mécaniques des structures assemblées.

Cependant, la trop grande réactivité de l'alliage de brasure peut avoir des conséquences néfastes sur la tenue mécanique de l'assemblage due à des interphases qui affaiblissent la structure. C'est pourquoi, plusieurs études tentent de limiter la réactivité des brasures métalliques sur les substrats SiC. On parle alors de brasage non réactif. Ainsi McDermid et Drew [48] ont montré par une approche thermodynamique que l'ajout au silicium d'éléments actifs peut limiter la réactivité de l'alliage de brasage sur le SiC. Par cette approche, plusieurs auteurs ont développé des brasures à base d'alliages eutectiques 84Si-16Ti (en pourcentage atomique) [49] ou à base de siliciure de molybdène [50] pour assembler des céramiques monolithiques SiC et des composites à matrice céramique SiC_f/SiC. Le procédé BraSiC développé au CEA-Grenoble et caractérisé dans cette étude est considéré comme un procédé de brasage non réactif. La brasure utilisée, BraSiC, est constituée d'alliages eutectiques de siliciure de zirconium. Sa formulation adaptée, qui permet une compatibilité chimique et mécanique excellente avec les substrats à base SiC, est issue de plusieurs études thermodynamiques et physico-chimiques préalables [35, 51]. D'autres études plus récentes [52] concernent l'ajout de micro-particules de SiC à des brasures Ag-Cu-Ti, ce qui permet, selon les auteurs de contrôler les réactions chimiques qui se produisent dans le joint formé.

La majorité des joints de brasure est constituée d'alliages métalliques, avec parfois des ajouts de Si ou de SiC. Il existe également dans la littérature des brasures à base de céramique ou de verres qui permettent l'assemblage de matériaux céramiques et notamment les matériaux à base SiC. Généralement, ces joints sont constitués à partir de mélange de composés Y-Al-Si [53] ou MgO-Al₂O₃-SiO₂ (MAS). Le carbure de silicium est joint par de tels matériaux par des traitements rapides sous air et sous argon à des températures voisines de 1000-1500°C [54]. Les joints obtenus ont alors d'excellente propriétés mécaniques : très bonne tenue en flexion, haut module d'élasticité et coefficient de dilatation thermique proche du substrat SiC [55].

1.2.2 Autres techniques d'assemblages physico-chimiques

Une technique d'assemblage des matériaux céramiques entre eux peut s'effectuer sans l'introduction d'un métal ou d'une autre céramique d'apport. La liaison s'effectue via des éléments intergranulaires déjà présents dans la céramique. Cette technique s'applique généralement au carbure de silicium appelé Si-SiC ou RBSC (*Reaction Bonded*

Silicon Carbide) qui est constitué d'une matrice de SiC infiltrée par 15 à 20 % de Si pur. Ainsi, plusieurs articles exposent de telles méthodes appelées soudage-diffusion qui ont lieu à haute température et haute pression $T > 1500^\circ\text{C}$ et $P > 120\text{ MPa}$ dans certains cas [56, 57].

Une technique d'assemblage que l'on pourrait qualifier d'infiltration en phase liquide permet de créer des joint SiC à partir de substrats à base SiC. Singh [58] est l'initiateur de cette technique appelée (*Reaction Formed Silicon Carbide RFSC*) qui a donné lieu à un procédé industriel nommé ARCJoinT développé par la NASA. Cette technique se déroule en deux étapes : tout d'abord un réseau carboné est déposé dans la zone d'assemblage des matériaux SiC maintenus dans un outillage, puis traité à 120°C pendant 10 à 20 minutes. Ensuite, une poudre d'alliages de silicium est déposée autour de la zone jointive puis traitée sous atmosphère inerte à une température de $1200\text{-}1425^\circ\text{C}$ ce qui produit un liquide de silicium libre qui infiltre le réseau, réagit avec la phase carbonée et forme une liaison à base SiC. La liaison est alors de la même nature chimique que les substrats assemblés [59–61].

De nombreuses autres techniques existent dans la littérature. On peut signaler les travaux de Case [62] qui a déposé des brasures d'assemblage par des méthodes de dépôt « *spin-on* » ; ou encore les travaux de Colombo *et al.* [63] qui ont développé des polymères, qui pyrolysés et mélangés à des alliages de brasure créent une liaison forte avec des CMC SiC_f/SiC . Cette revue bibliographique sur l'assemblage des matériaux céramiques à base de carbure de silicium n'est pas exhaustive. De nombreuses études concernent ce domaine très concurrentiel dans le domaine des sciences des matériaux, les retombées économiques importantes favorisant l'intérêt pour de telles études.

1.3 Caractérisation du comportement mécanique des structures assemblées

Dans la littérature, de très nombreux articles traitent du comportement mécanique d'assemblages. La recherche bibliographique qui a été entreprise s'est focalisée principalement sur la caractérisation mécanique de céramiques brasées. Cependant, d'autres méthodes d'assemblage que celle par brasage, et d'autres substrats que les céramiques ont été examinés afin d'identifier des travaux précédemment entrepris et connexes au cas d'étude. Il faut tout d'abord noter qu'il existe deux principaux types de joints dans la technique de brasage : joint bout à bout (*butt joint*) (cf. Figure 1.1(a)) et joint par

recouvrement (*lap joint*) (cf. Figure 1.1(b)).

Les essais mécaniques menés sur des assemblages de céramiques brasées bout à bout sont essentiellement des essais de flexion trois ou quatre-points (cf. Figure 1.2). On peut citer certaines références traitant d'essais mécaniques de ce type sur des assemblages à base de matériaux céramiques [35, 41, 46, 54, 58, 64–70]. Ces essais renseignent sur la contrainte à rupture (σ_R) de l'assemblage en fonction de divers paramètres tels que le type de brasure utilisée, l'épaisseur du joint ou la température d'essai. Au travers de ces essais, les auteurs relèvent également la nature de la rupture suivant qu'elle se produit dans le substrat céramique ou dans le joint. En outre, la distribution statistique des contraintes à rupture des matériaux céramiques bruts et des matériaux assemblés est aussi produite [65, 66, 68].

Des essais de flexion décalée, spécifiquement destinés aux assemblages joints bout à bout, permettent de générer une contrainte de cisaillement τ dans le joint [71, 72]. La contrainte maximale dans le joint τ_{\max} est donnée par,

$$\tau_{\max} = \frac{3P(L_1 - L_2)}{2bh(L_1 + L_2)} \quad (1.1)$$

où L_1 et L_2 sont les longueurs définies à la Figure 1.3.

Aucune référence n'a été recensée concernant des essais de traction sur des assemblages de céramiques brasées bout à bout, notamment parce que ce type d'essai est délicat à mettre en place dans le cas de céramiques monolithiques en raison de leur rigidité et de leur comportement fragile. De nombreuses références traitent en revanche

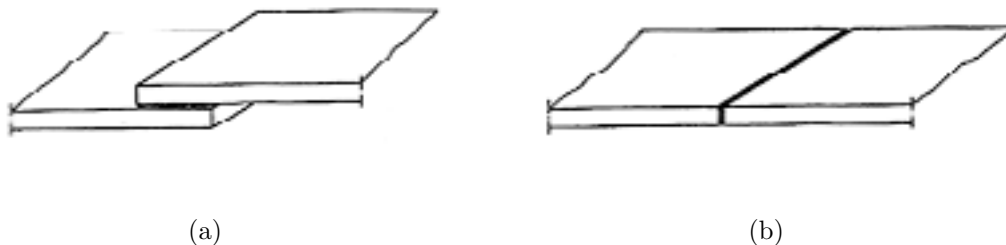


FIG. 1.1 – Configuration des principaux types de joints : par recouvrement (a) et bout à bout (b)

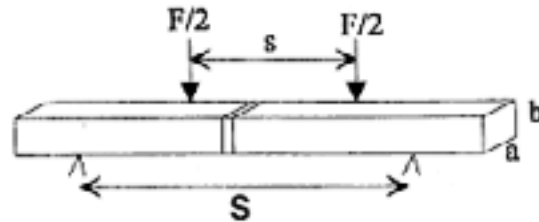


FIG. 1.2 – Essais de flexion 4-points réalisés sur éprouvettes de carbure de silicium jointes bout à bout [35]

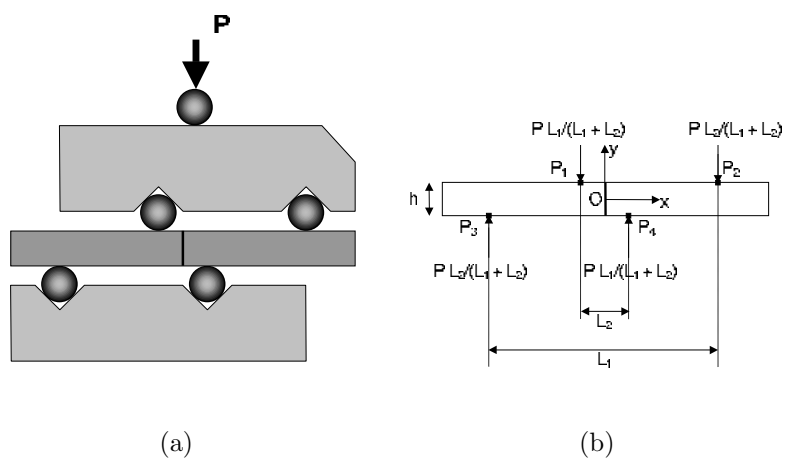


FIG. 1.3 – Schéma et définition de l'essai de flexion asymétrique [71]

d'essais de traction réalisés sur des assemblages métalliques : collés par un adhésif [73], brasés [74] ou assemblés par interdiffusion [75]. Gan [74] a étudié le brasage d'un substrat d'alliage de vanadium et d'acier par un joint Au-Ni, et a comparé, par l'exploitation des courbes force-déplacement, les différences de comportement mécanique entre les substrats pris isolément et brasés. Il a évalué également par ces mêmes essais les contraintes et déformations à rupture en fonction du type de brasage et de la température de brasage. Glatz [75] a quant à lui effectué des essais de traction sur des substrats assemblés par pression et interdiffusion. Les éprouvettes ont un joint incliné (cf. Figure 1.4(a)) par rapport à l'axe de sollicitation de façon à favoriser les contraintes de cisaillement dans le joint. Ce type d'éprouvette a également été employé dans la caractérisation du comportement thermomécanique de substrats de SiC assemblés par le procédé ARCJoinT [76] (cf. Figure 1.4(b)). Les auteurs ont ainsi pu obtenir des courbes de comportement contraintes-déformations et comparer la réponse des assemblages en fonction du type de substrat (α -SiC fritté ou RB-SiC), de la méthode d'élaboration de l'assemblage et de la température d'essai. Ils tentent également de relier la microstructure du joint et de l'interface et le comportement mécanique de l'assemblage.

Les assemblages réalisés par recouvrement permettent de solliciter le joint en cisaillement. Ces essais sont généralement dérivés de normes ASTM existantes (cf. Figure 1.5). De nombreux articles traitent de ce type d'essais sur des matériaux assemblés, et chaque équipe de recherche adapte son montage d'essai [49, 63, 77]. Colombo *et al.* [63] ont effectué des essais de cisaillement sur des composites SiC/SiC_f (cf. Figure 1.5(a)). Comme le signale l'auteur, un champ de cisaillement pur n'est pas assuré au niveau du joint à travers ce test, néanmoins c'est un moyen de comparaison du comportement de différentes éprouvettes et d'évaluation de l'influence de certains paramètres. Liu *et al.* [79] ont effectué le même type de test et ont suivi l'endommagement du matériau par émission acoustique. De manière identique aux auteurs précédents, ils ont évalué la contrainte de cisaillement à rupture (*lap shear strength*) en fonction de différents paramètres déterminants.

D'autres essais mécaniques sur des structures assemblées apparaissent dans la littérature. Ces derniers sont spécifiques aux applications et aux structures envisagées. Ainsi, il existe plusieurs références traitant de tests de pelage sur des pièces céramiques assemblées par brasage [80, 81]. Cette technique est issue de la caractérisation des colles et joints adhésifs, Il existe également des essais de double cisaillement sur joint

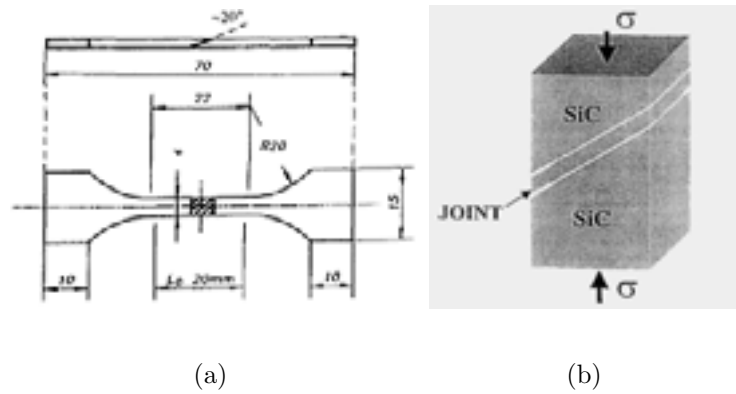


FIG. 1.4 – Essais sur éprouvettes avec joint incliné : traction [75] (a) et compression [76] (b)

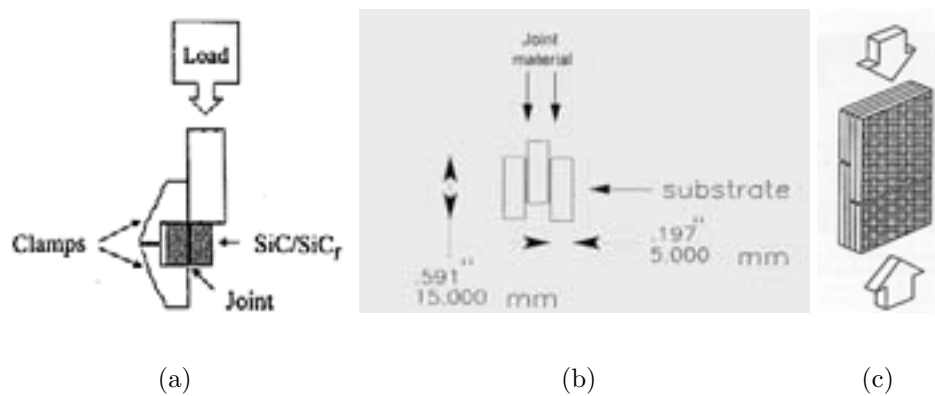


FIG. 1.5 – Exemples d'essais sur des structures assemblées : cisaillement simple [63] (a), double cisaillement [78] (b) et RCI [60] (c)

par recouvrement (*double-lap shear*) mise au point pour assurer un axe de symétrie à la géométrie de l'éprouvette [78] (cf. Figure 1.5(b)). D'autres essais sur des composites CMC SiC/SiC sont dérivés de tests sur des éprouvettes avec une double entaille (*double-notched shear specimen*) ou éprouvettes RCI (*Résistance au Cisaillement Interlaminaire*) [60, 82] (cf. Figure 1.5(c)).

Bien que la bibliographie soit très riche concernant l'assemblage de plusieurs matériaux, aucun article n'a été recensé sur la détermination de caractéristiques mécaniques des joints. Le succinct état de l'art décrit précédemment met en évidence l'existence quasi exclusive de tests comparatifs servant à déterminer l'influence de différents paramètres ou permettant d'identifier la méthode d'assemblage judicieuse. Aucune caractéristique intrinsèque, telle que les constantes élastiques, n'a été obtenue.

1.4 Un exemple d'application

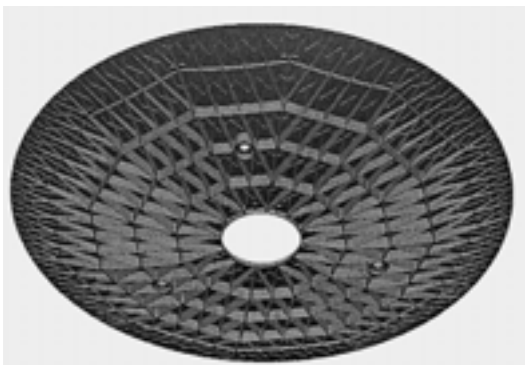
Le procédé BraSiC est utilisé industriellement dans le projet Herschel, télescope européen qui devrait être lancé par l'ESA en 2007 (cf. Figure 1.6). En effet, le carbure de silicium a été retenu par la société **Astrium** comme matériau de base pour ce télescope qui doit répondre à des exigences strictes, comme tous les matériels spatiaux, telles que la stabilité et la conductivité thermique, la capacité d'allègement, la longévité. Le diamètre du miroir primaire est de 3,5 m ce qui impose d'assembler cette pièce de SiC en 12 segments (cf. Figure 1.7). L'assemblage par brasage a été préféré au boulonnage qui pouvait induire dans de tels matériaux des surcontraintes et des zones de fissuration. La brasure BraSiC a été choisie pour sa compatibilité mécanique et chimique avec les substrats de carbure de silicium, mais également pour ses propriétés proches de celles du SiC, de sorte que la structure assemblée ne soit pas affaiblie [83, 84].

1.5 Démarche retenue

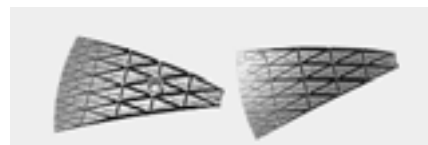
Le bref aperçu des techniques d'assemblage et de brasage des matériaux céramiques à base SiC, mais aussi des techniques associées de caractérisation des propriétés mécaniques a mis en évidence d'une part les difficultés d'assemblage de tels matériaux. Les exigences demandées à de telles structures sont une excellente tenue mécanique, une résistance à l'oxydation à haute température. D'autre part, cette synthèse bibliographique a mis en évidence l'absence de techniques permettant la caractérisation



FIG. 1.6 – Télescope Herschel [84]



(a)



(b)

FIG. 1.7 – Miroir primaire (a) et segments (b) en carbure de silicium [84]

mécanique et l'identification des propriétés thermomécaniques des matériaux d'assemblage utilisés en tant que joint (film mince de faible volume). L'ensemble de la littérature concerne la description de méthodes permettant de caractériser la structure assemblée finale.

La solution retenue par **Snecma Propulsion Solide** est le soudage par brasage des pièces en CMC : SiC_f/SiC . Ces substrats sont assemblés par le procédé BraSiC[®] [35, 85, 86] développé au **CEA-Grenoble**. Dès lors, les propriétés mécaniques du joint de brasure BraSiC, le comportement, la résistance et la caractérisation de la liaison CMC-BraSiC conditionnent la fiabilité et les performances de la structure ou du système. La nécessité de disposer de données et de connaissances sur l'ensemble de ces caractéristiques apparaît donc essentielle notamment pour le dimensionnement des structures.

L'approche envisagée dans ce travail est d'évaluer les caractéristiques mécaniques intrinsèques du joint BraSiC, c'est à dire les propriétés élastiques et de rupture, dans des assemblages modèles SiC -BraSiC- SiC . La connaissance des propriétés des différents éléments constitutifs de l'assemblage permettra alors d'étudier le comportement mécanique d'un système complexe SiC_f/SiC -BraSiC- SiC_f/SiC .

Chapitre 2

Matériaux & Techniques expérimentales

2.1 Présentation des matériaux

2.1.1 Joint de brasure : BraSiC

La brasure employée est le BraSiC spécifié pour des applications à hautes températures ($1000^{\circ}\text{C} < T < 1300^{\circ}\text{C}$) [85]. Elle est obtenue à partir de poudre composée exclusivement de silicium (Si), de siliciure d'un élément actif qui sera nommé par la suite XSi_2 et de traces d'éléments d'ajout dont la composition est confidentielle. Le brasage s'effectue à une température $T \approx 1400^{\circ}\text{C}$ et le joint de brasure est un mélange eutectique formé à une température voisine de 1375°C entre Si et le composé défini XSi_2 .

Le cliché en microscopie électronique à balayage du joint de brasure (cf. Figure 2.1(a)) indique la présence dans la brasure de deux phases aléatoirement réparties caractéristiques d'un eutectique, une phase blanche correspondant à XSi_2 et une phase grise correspondant au silicium. L'analyse chimique par microsonde de Castaing sur des assemblages SiC-BraSiC-SiC réalisés par capillarité confirme cette composition et la présence d'une interface nette entre le substrat de carbure de silicium et le joint BraSiC (cf. 2.1(b)).

Afin de caractériser l'interface SiC-BraSiC et d'évaluer la taille et la composition chimique d'une éventuelle interphase, des relevés de composition chimique par spectroscopie Auger ont été entrepris. Ainsi, un échantillon SiC-BraSiC a été élaboré et

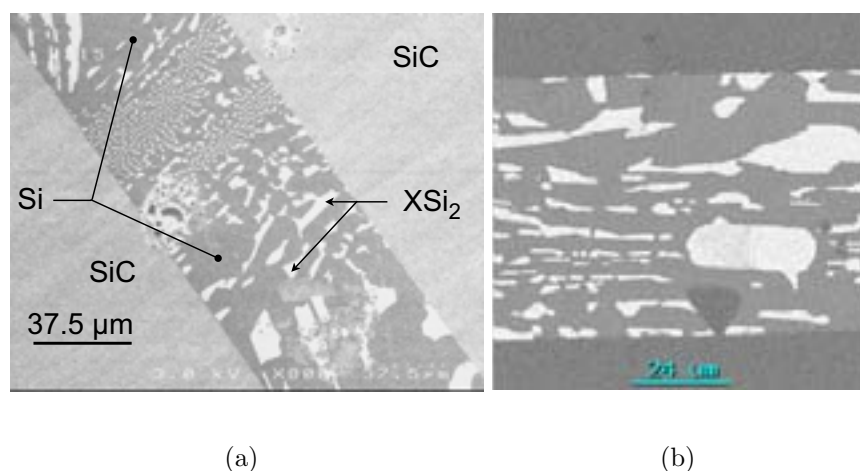


FIG. 2.1 – Brasure BraSiC et interface Substrat SiC-BraSiC : microscopie électronique à balayage (MEB) (a) ; composition chimique par analyse des électrons rétrodiffusés (b) : phase blanche XSi_2 , phase grise Si.

poli de manière à amincir au maximum le joint de brasage. Des profils de composition chimique semi-quantitative des phases Si et XSi_2 ont été réalisés dans la profondeur de l'échantillon, du joint de brasage vers le substrat de SiC. La spectroscopie Auger permet d'obtenir la teneur d'éléments chimiques constitutifs du matériau avec une incertitude qui peut atteindre 20 % (c'est pour cela que l'on parle d'analyse semi-quantitative). En outre, le pas d'analyse des profils de composition est de l'ordre du nanomètre.

Dans les deux configurations, $XSi_2 \rightarrow SiC^1$ (cf. Figure 2.2(a)) et $Si \rightarrow SiC$ (cf. Figure 2.2(b)), l'épaisseur de la zone interfaciale est évaluée à $0.25 \mu m$. Cette épaisseur est faible et de plus, aucune nouvelle espèce chimique n'apparaît dans cette zone. Ce procédé d'assemblage peut donc être qualifié de procédé de brasage non réactif. Une liaison intime est créée entre le substrat à base SiC et le joint de brasage. Cette dernière est présente sur quelques couches atomiques. Il n'y a pas de présence d'interphase au niveau de liaison BraSiC-SiC. En effet, il se produit au niveau de l'interface une désoxydation de la couche d'oxyde natif du SiC, une ségrégation en Si côté siliciure et un appauvrissement en C côté SiC, à l'origine de liaisons très fortes à l'état solide brasure-substrat SiC [35].

¹le symbole \rightarrow indique que le profil de composition chimique de l'échantillon a été réalisé du matériau A vers le matériau B (A \rightarrow B)

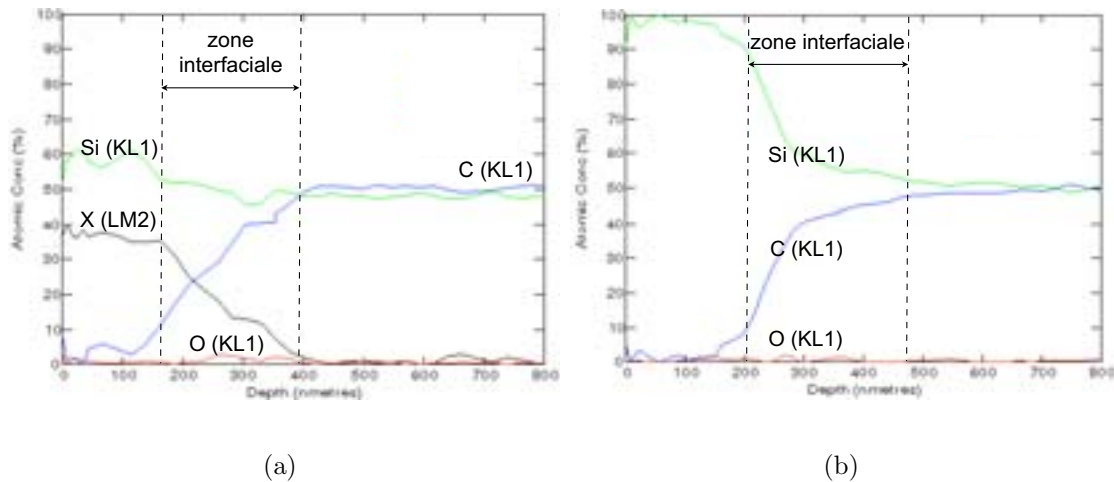


FIG. 2.2 – Profil de composition obtenus par spectroscopie Auger : phase XSi_2 → substrat SiC (a) et phase Si → substrat SiC (b)

Le matériau BraSiC a été considéré dans cette étude comme homogène et isotrope du point de vue des propriétés élastiques. Cette hypothèse s’appuie sur des essais de nanoindentation réalisés dans chaque phase du matériau BraSiC et qui n’ont pu montrer de différences entre les modules réduits de Si et XSi_2 (cf. § A.7 Annexe A)

2.1.2 Préparation des éprouvettes SiC-BraSiC-SiC

Pour la préparation des éprouvettes destinées à la détermination des propriétés du BraSiC, des substrats de SiC monolithiques frittés α -SiC, fournis par la société Boostec ont été choisis. Le carbure de silicium a été retenu parce que son comportement mécanique et ses propriétés sont très bien connus (cf. Tableau 2.1). De plus, sa compatibilité chimique avec la brasure est identique à celle des CMC à base SiC.

D’un point de vue technologique, il existe plusieurs méthodes d’assemblage. La méthode retenue est la méthode dite par « capillarité ». Les substrats sont accostés l’un contre l’autre et la brasure s’infiltré par capillarité dans l’espace vacant entre les substrats dû aux irrégularités de surface, ou contrôlé par un outillage spécifique. L’épaisseur des joints peut donc dépendre du type de substrats employés, elle peut varier de quelques micromètres pour le SiC monolithique jusqu’à plusieurs centaines de micromètres pour les composites à base de SiC [86].

TAB. 2.1 – Propriétés thermo-mécaniques d'un carbure de silicium fritté α -SiC (données Boostec)

Module d'Young E (GPa)	420
Coefficient de Poisson ν	0,16
Facteur d'intensité de contrainte critique K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{m}$)	3,5
Module de Weibull m	10
Coefficient de dilatation thermique α ($\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)	4,0

Par cette méthode, deux géométries d'éprouvettes ont été élaborées (cf. Figure 2.3). Par souci de reproductibilité, et de rentabilité, les éprouvettes ont été découpées dans des plaques de SiC assemblées par brasage et de dimensions $100 \times 150 \times 8 \text{ mm}^3$. Quatre types d'essais mécaniques ont été effectués : traction sur joint droit, flexion quatre-points, traction ou compression sur joint incliné à 45° (cf. Figure 2.4). Ces essais ont été retenus pour d'une part leur simplicité, et d'autre part leur relative facilité d'étude et d'analyse.

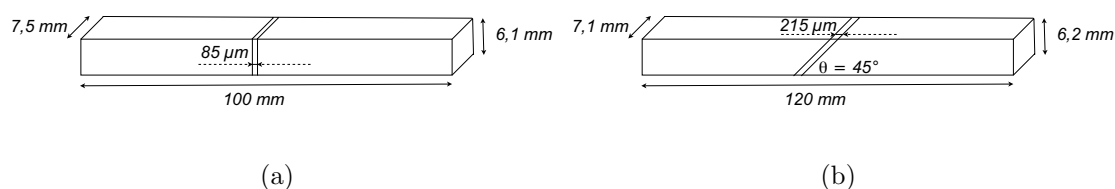


FIG. 2.3 – Géométrie des éprouvettes SiC-BraSiC-SiC : joint droit (a) et joint incliné ($\theta = 45^\circ$) (b)

2.1.3 Assemblages composites : SiC_f/SiC -BraSiC- SiC_f/SiC

Les substrats des assemblages composites sont des SiC_f/SiC 2D fournis par Snecma Propulsion Solide. L'architecture fibreuse en SiC est infiltrée par une matrice SiC par le procédé CVI (*chemical vapor infiltration*). La pièce en CMC subit une préparation spécifique, qui permet de réaliser un dépôt protecteur et d'aplanir la surface du composite. Enfin un dernier dépôt en SiC est effectué à la surface du matériau (cf. Fi-

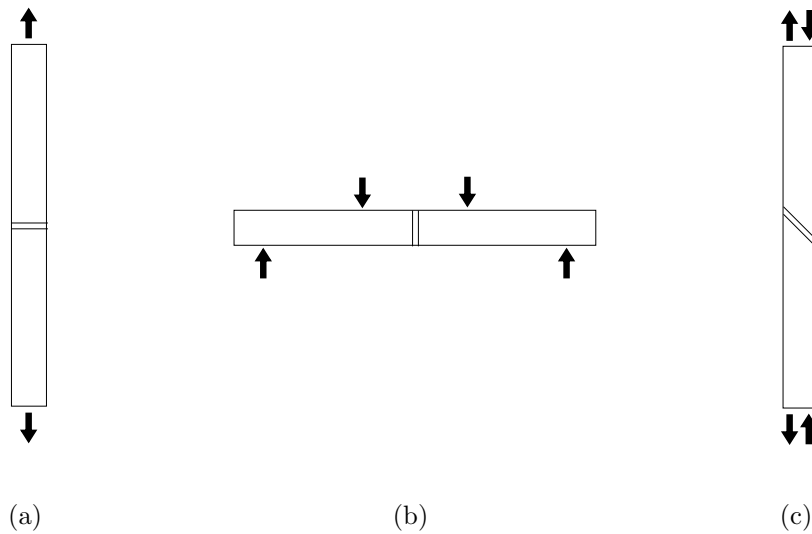


FIG. 2.4 – Configurations des essais mécaniques sur les éprouvettes SiC-BraSiC-SiC : traction sur joint droit (a), flexion quatre-points (b) et traction/compression sur joint incliné à 45° (c)

gure 2.5). C'est sur cette couche qu'ont lieu les mécanismes d'accrochage SiC-BraSiC décrits précédemment.

De manière identique aux pièces en SiC monolithique, les échantillons en CMC SiC_f/SiC brasés ont été élaborés par « capillarité » au CEA-Grenoble à l'aide d'outillages spécifiques réalisés en graphite (cf. Figure 2.6). Plusieurs éprouvettes de géométrie diverse ont alors été préparées (cf. Figure 2.7). Ces pièces « semi-technologiques » représentent des structures réelles. Les essais suivants ont été réalisés : flexion trois-points avec le joint d'assemblage suivant l'axe neutre (cf. Figure 2.7(a)), des essais de traction/arrachement sur des structures en cornière (cf. Figure 2.7(b)), enfin des tests de compression sur des éprouvettes double cisaillement (*double lap shear*) (cf. Figure 2.7(c)) et sur des éprouvettes RCI (*Résistance au Cisaillement Interlaminaire*) (cf. Figure 2.7(d)).

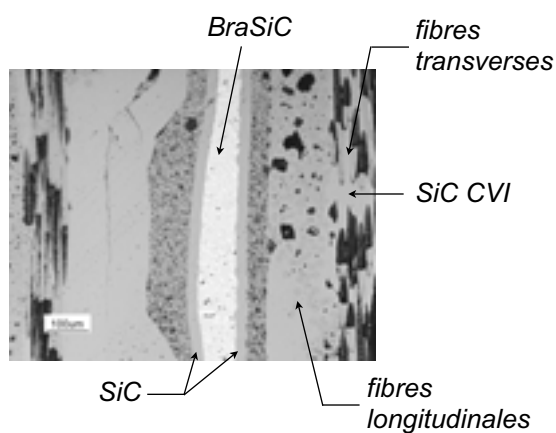


FIG. 2.5 – Micrographie optique d'un substrat 2D SiC_f/SiC brasé

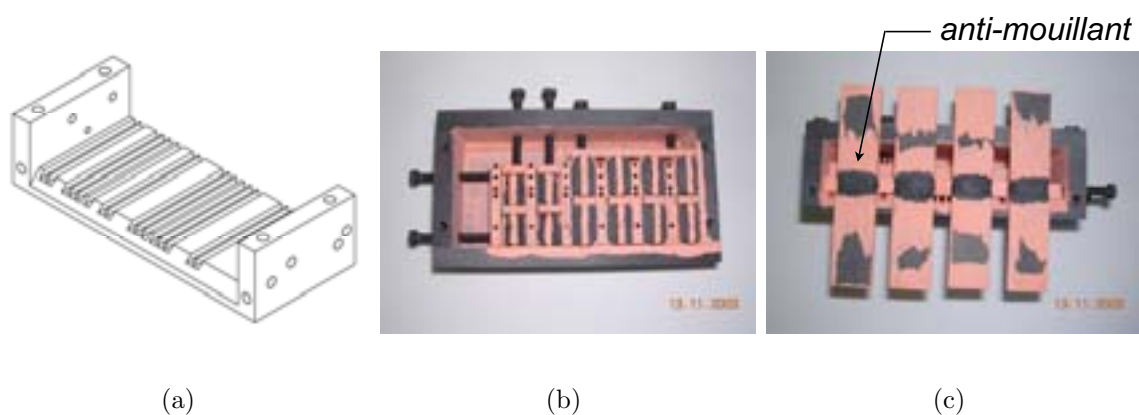


FIG. 2.6 – Outillage de réalisation des pièces composites brasées

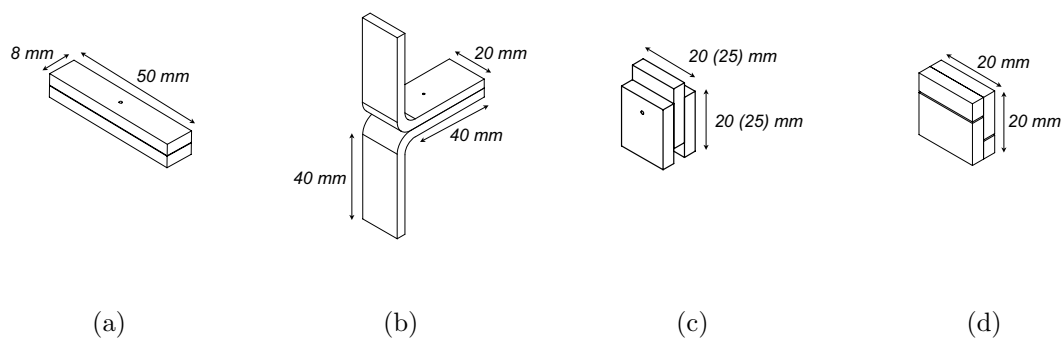


FIG. 2.7 – Géométries et sollicitations mécaniques sur pièces CMC brasées

2.2 Techniques expérimentales

2.2.1 Essais mécaniques

2.2.1.1 Présentation

Une machine de traction électromécanique **Instron** modèle 4502 a été employée avec un capteur de force de gamme 50 kN (cf. Figure 2.8). Un dispositif d'enregistrement de l'endommagement par émission acoustique a été placé sur les mors hydrauliques. Un ou deux capteurs acoustiques ont été utilisés selon qu'une localisation de l'endommagement était souhaitée ou non. De plus, une caméra numérique 12-bit **Hamamatsu** modèle 4742 reliée à un microscope optique **Nachet** a permis l'observation et la prise d'images de la surface du matériau au cours des essais mécaniques. Le système optique a été placé sur une table de micro-déplacement **Newport Micro-Contrôle** trois axes qui permet de cartographier l'ensemble de la surface du matériau. Les images numériques ont une résolution de 1024×1280 pixels ; elles sont codées sur 12 bit, c'est à dire chaque pixel de l'image de coordonnées i et j a un niveau de gris c_{ij} tel que $0 \leq c_{ij} \leq 2^{12} - 1 = 4095$ ($c_{ij} = 0$: pixel noir ; $c_{ij} = 4095$: pixel blanc). La surface du matériau a été observée localement à plusieurs grandissements, les tailles de pixels correspondantes des images numériques sont donc différentes. Deux grandissements ont été employés : 1 pixel $\leftrightarrow 1,66 \mu\text{m}$ et 1 pixel $\leftrightarrow 0,33 \mu\text{m}$. Ces images sont ensuite post-traitées par un algorithme de corrélation d'images **Correli**^{LMT} [87] développé au LMT-Cachan qui détermine les champs de déplacements et de déformations dans la zone observée (cf. Figure 2.9). Le Chapitre 3 présente les performances de la technique d'un point de vue critique. Cette évaluation systématique a permis de définir les conditions expérimentales spécifiques au cas de l'étude. Elles sont présentées au Tableau 3.3.

2.2.1.2 Essais dans la zone élastique sur éprouvettes SiC-BraSiC-SiC

Les essais de traction et compression réalisés sur des éprouvettes de SiC brasés ont été effectués à une vitesse de déplacement de la traverse constante et égale à $2,5 \times 10^{-2}$ mm/min. Des paliers à force constante ont été choisis pour l'acquisition d'images de la surface de l'éprouvette. Diverses régions de l'éprouvette ont été observées comme l'indique la Figure 2.10. Ces régions seront appelées par la suite zone « *SiC* » lorsque le SiC seul apparaît dans les images de corrélation et zone « *SiC-joint* » lorsque le SiC et le joint apparaissent tous les deux dans les images. Pour les essais

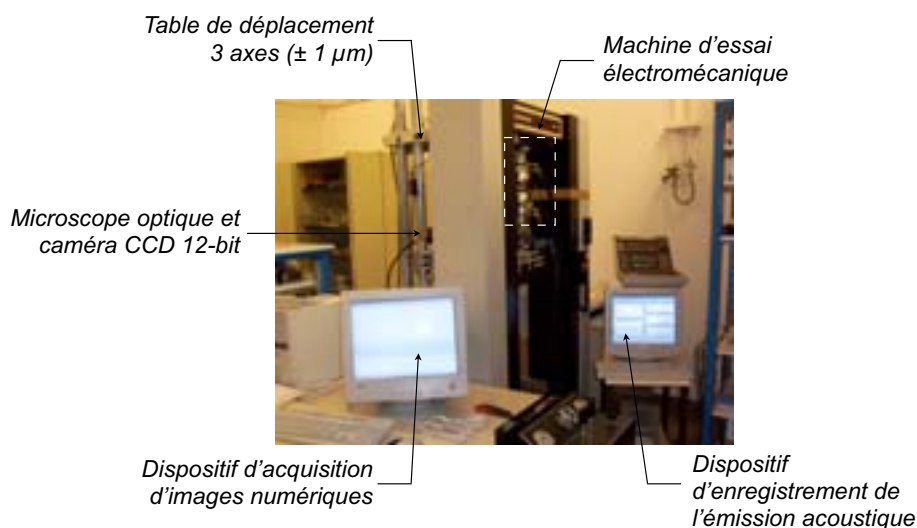


FIG. 2.8 – Dispositif expérimental des essais mécaniques

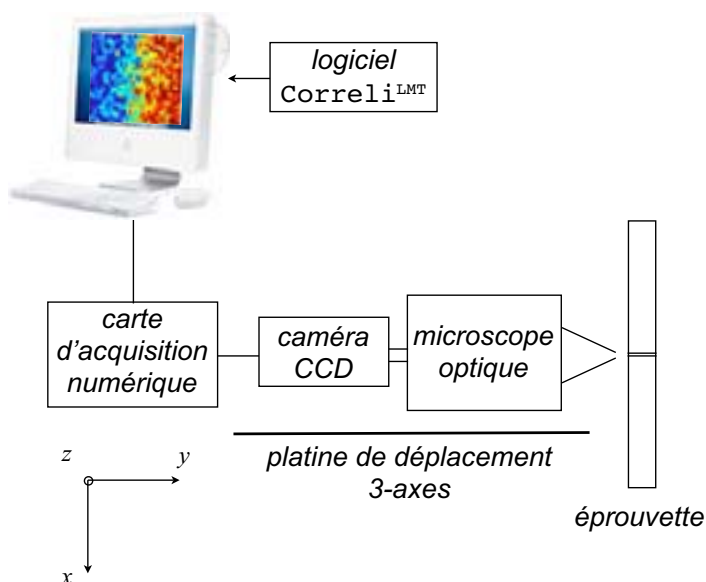


FIG. 2.9 – Principe d'acquisition des images numériques et de post-traitement en vue de déterminer les champs de déplacement dans la zone d'analyse par corrélation d'images numériques

de compression hors-axe, la caméra numérique est placée dans l'axe du joint, de sorte que les champs de déplacement et de déformation mesurés par post-traitement sont évalués dans le repère local (x', y') (cf Figure 2.10). Les déformations ont également été mesurées à l'aide de jauges de déformation placées sur le SiC et de deux extensomètres de longueur de jauge 25 mm. En outre, des talons en aluminium ont été collés à l'aide d'une colle structurale 3M sur les substrats de SiC dans la zone de serrage des mors. Les dimensions de talons sont $30 \times 7,5 \times 2 \text{ mm}^3$ avec un décrochement de 1,5 mm pour le placement de l'éprouvette. L'épaisseur du joint de colle a été rigoureusement contrôlée et les éprouvettes ont été serrées dans les mors hydrauliques à une pression de plusieurs dizaines de bars suivant le chargement.

En ce qui concerne les essais de flexion 4-points, le joint de l'éprouvette était centré entre les appuis. Ces derniers étaient distants de 80 mm et les couteaux supérieurs de 30 mm. De manière identique aux essais de traction et de compression, les déformations ont été mesurées à l'aide de jauges et d'extensomètres. L'observation de la surface des éprouvettes a été effectuée dans les zones « *SiC-joint* » au grandissement 1 pixel $\leftrightarrow 0,33 \mu\text{m}$ (cf. Figure 2.11). La vitesse de déplacement de la traverse était fixée à 10^{-2} mm/min .

2.2.1.3 Essais à rupture sur éprouvettes SiC-BraSiC-SiC

De manière identique à l'analyse des propriétés élastiques du BraSiC, trois types d'essais ont été réalisés sur deux géométries de structures assemblées. Des essais de traction uniaxiale et de flexion 4-points ont été effectués sur la géométrie décrite à la Figure 2.3(a). Des essais de traction hors axe ont également été réalisés sur les géométries des éprouvettes des essais de compression hors axe (cf. Figures 2.3(b) et 2.10). Les conditions expérimentales sont identiques à celles exposées dans le cas des mesures de déformations dans la zone élastique des assemblages. L'endommagement est suivi au cours de l'essai par un dispositif d'émission acoustique. Deux capteurs ont été utilisés pour localiser les fissurations dans le joint lors d'un essai. Les autres essais ont été équipés d'un seul capteur.

2.2.1.4 Essais sur pièces composites

Les essais sur les pièces composites SiC_f/SiC brasées ont nécessité la réalisation de montages spécifiques (cf. Figure 2.12). Un montage de traction/arrachement avec

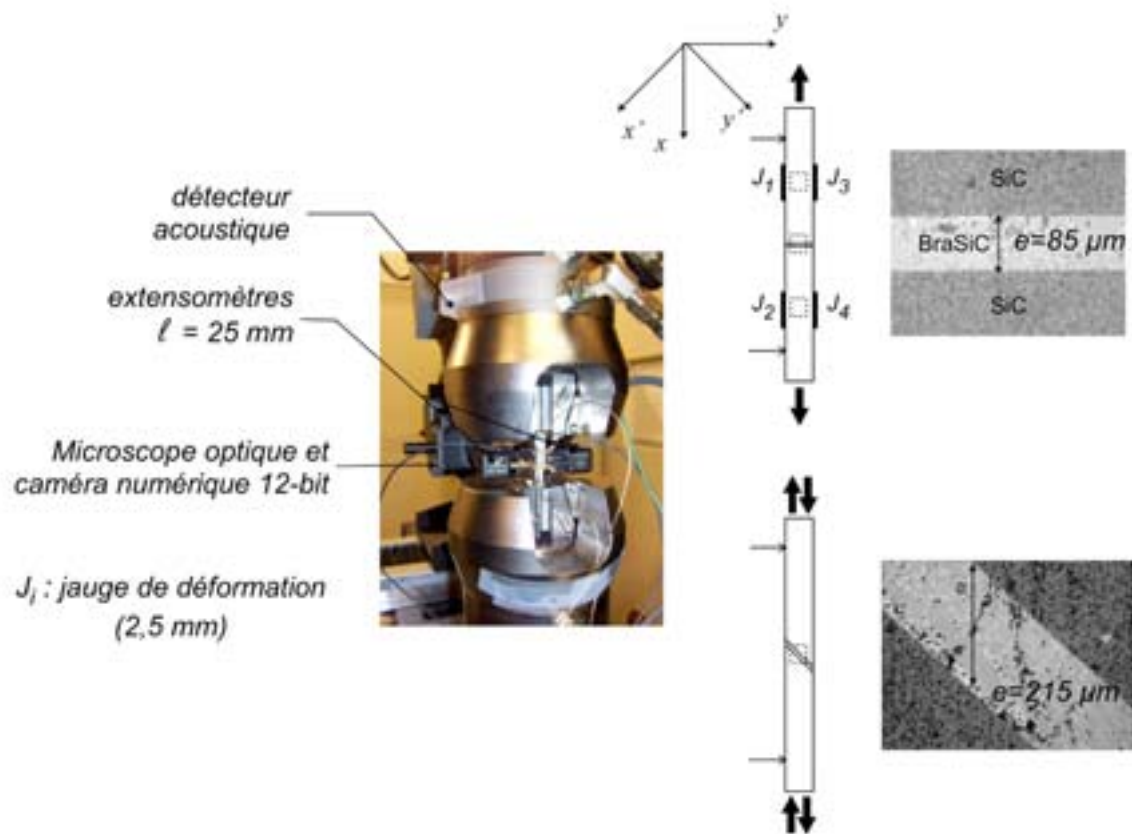


FIG. 2.10 – Dispositif expérimental des essais mécaniques de traction sur joint droit et traction/compression sur joint incliné à 45° et micrographies optiques au cours d'essais dans des zones « *SiC-joint* » au grossissement 1 pixel \leftrightarrow $0,33 \mu\text{m}$ (taille image : 1280×1024 pixels)

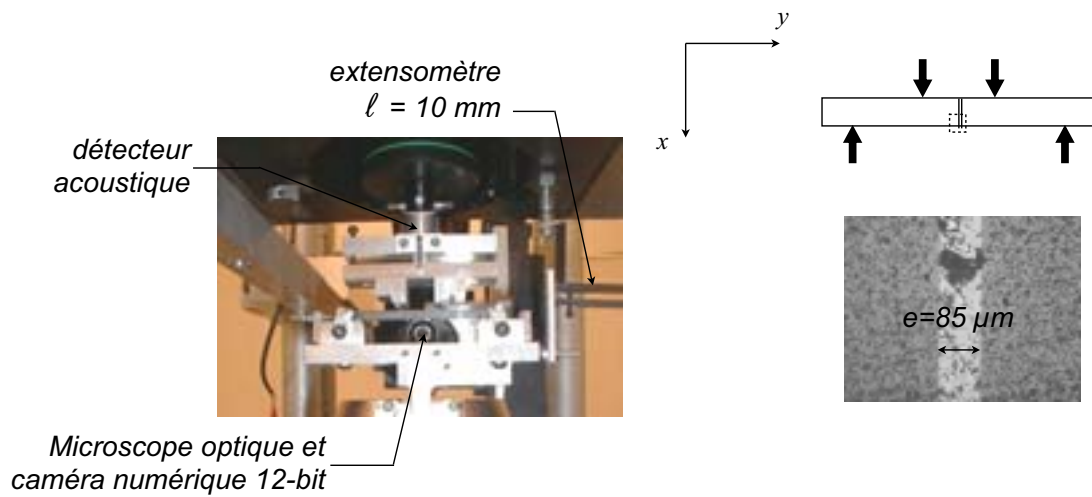


FIG. 2.11 – Dispositif expérimental des essais mécaniques de flexion 4-points et micrographie optique au cours d'essais dans une zone « *SiC-joint* » au grandissement 1 pixel \leftrightarrow $0,33 \mu\text{m}$ (taille image : 1280×1024 pixels)

double rotule a permis d'éviter les surconcentrations de contraintes dans la zone courbe des éprouvettes cornières. Des plateaux de compression aux dimensions adaptées ont été réalisées pour les essais sur les éprouvettes de double cisaillement et les éprouvettes RCI. Lors des essais de flexion trois-points, le couteau central a été placé au centre de l'éprouvette et les appuis étaient distants de 40 mm. La vitesse de déplacement de la traverse a été fixée à 0.5 mm/min pour l'ensemble des essais sur les pièces composites. Comme précédemment, les observations ont été réalisées dans les zones « *CMC-joint* ».

2.2.1.5 Nanoindentation

Des tests de nanoindentation ont été également effectués. Un indenteur MML a été utilisé. La pointe d'indentation était en diamant pyramidal de type Berkovitch. L'angle entre les faces et la normale à la base de la pointe était de $65,3^\circ$. Les tests ont été menés sur des échantillons spécifiques issus des plaques brasées utilisées pour les essais de traction simple et de flexion quatre-points. La vitesse de chargement a été fixée à $0,15 \text{ N} \cdot \mu\text{m}^{-1}$. Le maximum de charge a été respectivement 100 mN ou 200 mN, suivant les échantillons. L'analyse de ces tests est présentée au paragraphe A.7 de l'Annexe A.

2.2.2 Contrôle de l'alignement par méthode optique

Pour les essais de traction sur les éprouvettes SiC-BraSiC-SiC, un alignement rigoureux des mors est primordial du fait de la rigidité et de la fragilité des céramiques. Un contrôle optique de l'alignement a donc été réalisé afin d'éviter toutes flexions et torsions parasites qui pourraient entraîner la rupture prématurée des éprouvettes et affecter le champ des déformations. Cet alignement a été vérifié à l'aide de l'algorithme de corrélation d'images *Correli*^{LMT}. A cet égard, les champs de déplacements dans les éprouvettes placées dans les mors, mais avant la mise en charge, ont été mesurés. Ainsi, ce procédé a permis de corriger des déplacements importants lors du serrage en plaçant des clinquants d'épaisseur variable entre les mors et les talons des éprouvettes (cf. Figure 2.13). Dans le cas présenté, un clinquant d'épaisseur 0,25 mm a permis de diminuer les déplacements parasites lors du serrage de l'éprouvette testée dans les mors et effectuer un chargement parallèle à l'axe de sollicitation théorique.

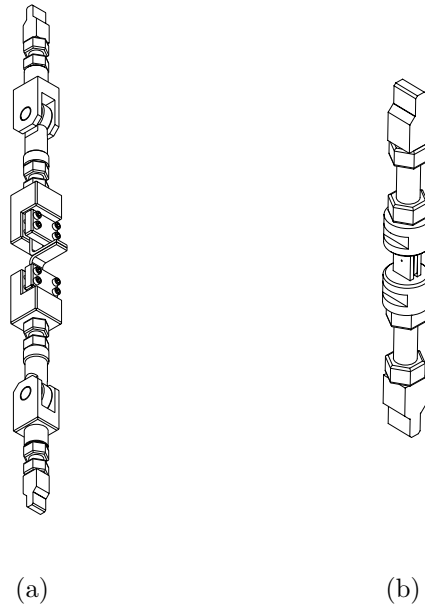


FIG. 2.12 – Montages spécifiques pour les essais sur structures CMC brasées : traction/arrachement sur éprouvettes cornières (a) et compression sur éprouvette de double cisaillement et RCI (b)

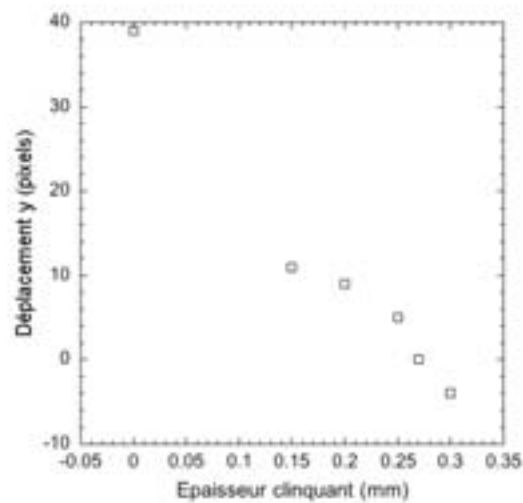


FIG. 2.13 – Mesure par corrélation d'images du déplacement latéral suivant l'axe y (cf. Figure 2.10) lors du serrage de l'éprouvette dans les mors en fonction de l'épaisseur de clinquant

2.2.3 Calcul des champs cinématiques par la méthode des éléments finis

2.2.3.1 Méthodes & maillage

Les champs de déplacements et de déformations ne peuvent pas toujours être explicités simplement dans le cas des essais sur les éprouvettes SiC-BraSiC-SiC. Dans le cas des essais de flexion quatre-points, les expressions analytiques ne sont pas disponibles. En outre, la contribution du substrat SiC peut avoir une influence sur les déplacements latéraux du joint de brasure BraSiC pour les essais de traction.

Le code de calcul commercial MSC.Marc 2000 et l'interface graphique MSC.Mentat 2000 ont donc été employés [88] pour calculer les champs de déplacement et de déformation dans les éprouvettes SiC-BraSiC-SiC. Ces calculs ont été menés pour les configurations de flexion quatre-points, de traction uniaxiale et de traction hors-axe. Dans les deux premiers cas, les calculs numériques ont été effectués pour d'une part évaluer les contraintes résiduelles susceptibles d'être générées lors de l'élaboration des assemblages ; d'autre part, ils ont permis de confronter les mesures expérimentales des champs cinématiques obtenus par corrélation d'images, et ceux déduits de la méthode des éléments finis. Dans le cas des essais de traction hors-axe, seule l'évaluation des contraintes résiduelles a été entreprise. Des essais numériques sur les assemblages composites brasés auraient pu être une aide à la compréhension et l'interprétation du comportement de ces structures, mais ils n'entraient pas dans le cadre de cette étude.

Les caractéristiques des maillages réalisés et les hypothèses de calcul seront détaillés dans les chapitres suivants lorsque ces derniers interviendront. D'une manière générale, les géométries des éprouvettes ont été maillées par des éléments à quatre nœuds (quadrangles) ou à trois nœuds (triangles). Etant donné la fine épaisseur du joint par rapport à la longueur totale de la structure (le facteur d'échelle entre ces deux valeurs est de l'ordre de 500), ces maillages ont été raffinés dans la zone du joint, près des bords libres et dans les zones « *SiC-joint* » coïncidant avec la jauge optique (cf. Annexe A). Les calculs réalisés sont des calculs 2D avec l'hypothèse des déformations planes dans le cas de l'évaluation des contraintes résiduelles ou contraintes planes dans le cas de la comparaison avec les mesures de champs expérimentaux. Ces calculs ont toujours été menés dans le domaine élastique.

2.2.3.2 Calcul des contraintes résiduelles

Le procédé d'assemblage consiste en l'élévation de température de l'ensemble des matériaux constitutifs. L'alliage de brasage fond à une température voisine de 1400°C. L'éprouvette est ensuite refroidie. Les substrats et la brasure peuvent avoir des propriétés thermo-mécaniques différentes, ainsi lors du refroidissement de l'assemblage des contraintes internes sont générées notamment au niveau des interfaces et des bords libres qui peuvent induire un endommagement.

Quelques articles dans la littérature présentent une estimation des contraintes résiduelles d'origine thermique, notamment dans le cas d'assemblages céramique-métal [89, 90]. Ils présentent des approches analytiques [91, 92] et également numériques [93, 94]. Dans ce paragraphe une géométrie simple est examinée, le traitement particulier du point singulier n'est pas abordé ni la prise en compte d'une loi de comportement rhéologique du joint d'assemblage à haute température pourtant cruciale dans ce type de calcul [90, 95].

Des calculs numériques ont été réalisés pour déterminer l'importance de ces contraintes suivant plusieurs paramètres tels que l'angle de brasage θ (cf. Figure 2.4(c)) ou l'épaisseur e du joint. Les dimensions de l'éprouvette étaient $50 \times 8 \text{ mm}^2$ avec une épaisseur e de joint et un angle de brasage θ variables. Les axes de coordonnées x et y sont définis à la Figure 2.10. L'origine du repère (x, y) est placée au centre de symétrie de l'éprouvette. Un calcul 2D par la méthode des éléments finis en déformations planes a été effectué et les conditions aux limites prises comme suit :

- Les déplacements U_x et U_y sont pris nuls sur le sommet inférieur gauche
- $U_x = 0$ sur la face inférieure.
- La température initiale est $T_0 = 1410^\circ\text{C}$ sur tous les noeuds du maillage.
- L'incrément de température est $\Delta T = -277^\circ\text{C}$; cinq incréments sont effectués sur tous les noeuds du maillage.

Les propriétés élastiques et thermiques des substrats ont été prises égales à celle du carbure de silicium (cf. Tableau 2.1). Celles du joint sont inconnues et ont été choisies arbitrairement contrastées par rapport aux substrats SiC (cf. Tableau 2.2).

Dans cette configuration, pour une épaisseur de joint $e = 100 \mu\text{m}$ et un angle de brasage $\theta = 0^\circ$, les contraintes suivant les axes x et y sur l'interface substrat-joint ($x = \frac{e}{2}$) atteignent respectivement 400 MPa et 450 MPa en valeur absolue (cf. Fi-

TAB. 2.2 – Propriétés thermo-mécaniques supposées du joint de brasure

Module d'Young E (GPa)	250
Coefficient de Poisson ν	0,3
Coefficient de dilatation thermique α ($\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)	5,3

gure 2.14). La contrainte de cisaillement atteint 250 MPa au voisinage des bords libres (cf. Figure 2.15(a)). En effet, étant donné la singularité du point situé à l'interface substrat-joint sur le bord libre, les contraintes sont relevées sur l'avant dernier noeud à partir du centre de symétrie de la géométrie vers les bords suivant l'axe y . Ce point est placé à $20 \mu\text{m}$ en deçà des bords. En outre, l'influence de l'angle de brasage sur la valeur maximale de la contrainte de cisaillement a été évaluée. Elle peut atteindre 1 GPa pour $\theta = 45^\circ$, ce qui pourrait provoquer l'amorçage d'une décohésion locale (cf. Figure 2.15(b)).

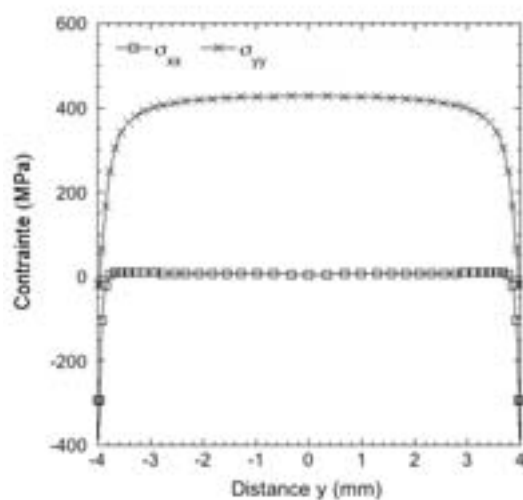


FIG. 2.14 – Distribution des contraintes d'origine thermique σ_{xx} et σ_{yy} à l'interface joint-substrat $x = \frac{e}{2}$

Par ailleurs, la contrainte de cisaillement a été relevée à l'interface substrat-joint $x = \frac{e}{2}$ pour différentes épaisseurs de joints $25 \mu\text{m} \leq e \leq 250 \mu\text{m}$ afin d'évaluer d'une part les valeurs maximales des contraintes et d'autre part la répartition de celles-ci en

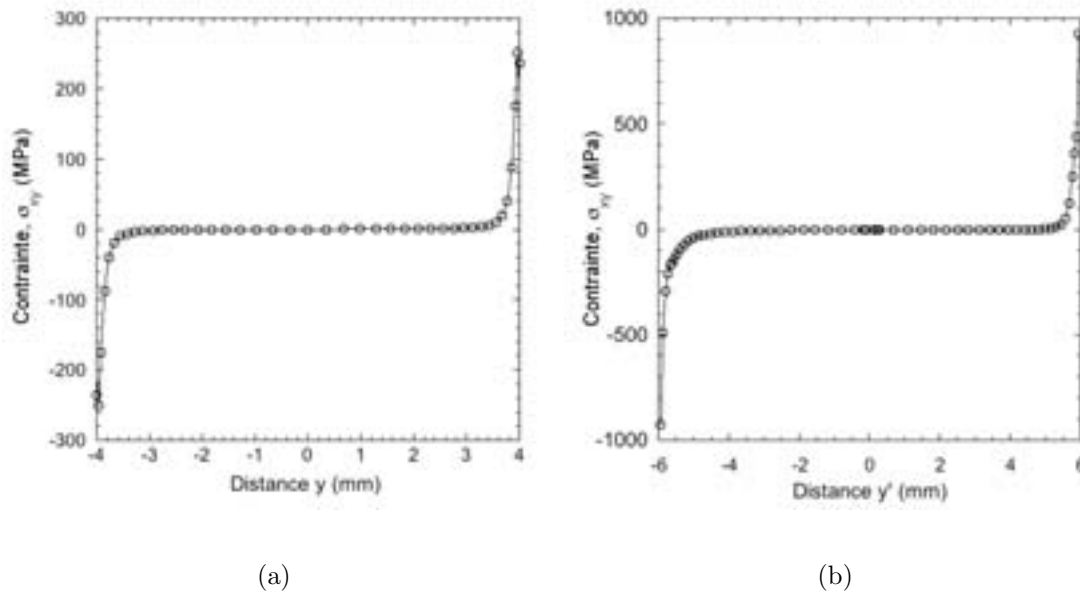


FIG. 2.15 – Distribution des contraintes de cisaillement d'origine thermique à l'interface joint-substrat en fonction de l'angle de brasage : $\theta = 0^\circ$ (a) et $\theta = 45^\circ$ (b)

fonction de e (cf. Figure 2.16). Ainsi, il apparaît que le maximum de contrainte varie peu en fonction de l'épaisseur du joint, néanmoins plus le joint est fin, plus la valeur de la contrainte atteint rapidement la valeur nulle à l'intérieur de l'éprouvette. En outre, comme le montre la Figure 2.16, la position du maximum de contrainte évolue avec la valeur de e . Pour des valeurs de joints épais, c'est à dire $e = 250 \mu\text{m}$ (cf. Figure 2.17(a)) et $e = 100 \mu\text{m}$, le maximum de la contrainte se situe dans le joint avant que cette dernière ne décroisse au niveau des bords libres. Pour des joints fins, c'est à dire $e = 50 \mu\text{m}$ et $e = 25 \mu\text{m}$ (cf. Figure 2.17(b)), la contrainte de cisaillement est maximale sur les bords libres de l'éprouvette.

Ces premiers calculs ont permis de déterminer l'importance des contraintes résiduelles d'origine thermique dans le cas d'assemblages de matériaux aux propriétés thermo-mécaniques différentes. Dans le cas particulier présenté, le niveau des contraintes est tel qu'il peut induire un endommagement local du matériau, notamment une décohésion au niveau de l'interface joint-substrat. Or, aucune fissuration n'est observable sur les clichés réalisés en microscopie optique après l'élaboration du matériau. Les propriétés thermo-mécaniques du joint de brasure ne peuvent être alors autant contrastées par

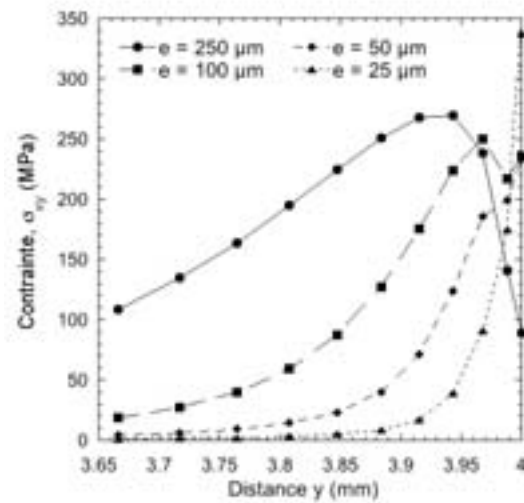


FIG. 2.16 – Distribution des contraintes de cisaillement d'origine thermique à l'interface joint-substrat $x = \frac{e}{2}$ en fonction de l'épaisseur du joint

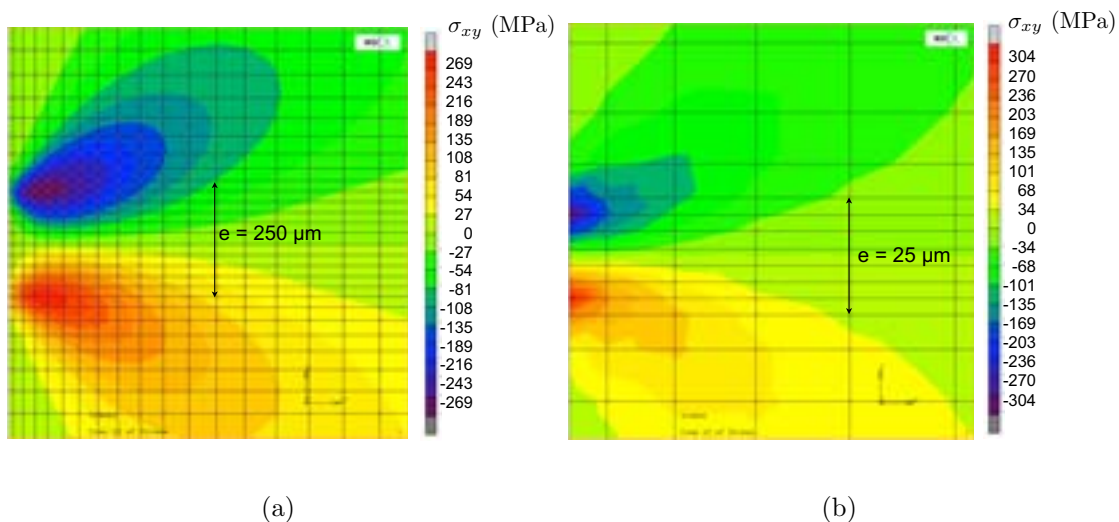


FIG. 2.17 – Distribution spatiale de la contrainte de cisaillement suivant l'épaisseur du joint : $e = 250 \mu\text{m}$ (a) et $e = 25 \mu\text{m}$ (b)

rapport au substrat SiC. C'est ce que révèle la littérature concernant notamment les coefficients de dilatation thermique du siliciure de zirconium. La brasure BraSiC a été formulée pour que $\alpha_{\text{BraSiC}} \approx \alpha_{\text{SiC}}$ [85]. Aucune mesure spécifique du coefficient de dilatation thermique α n'a cependant été effectuée.

Malgré le contraste des propriétés thermo-mécaniques choisies arbitrairement dans cet exemple, il est intéressant de noter que les contraintes d'origine thermique restent à des niveaux faibles dans l'épaisseur du joint et du substrat, indépendamment de l'épaisseur du joint de brasage (cf. Figure 2.17). Les contraintes résiduelles générées ne perturbent donc pas les déformations dans le joint.

Chapitre 3

Corrélation d'Images Numériques : principe et résolution du système

3.1 Introduction

Mesurer de très faibles déformations ($< 10^{-4}$) sur un très faible volume d'analyse est nécessaire en vue de déterminer les propriétés élastiques de l'alliage de brasure BraSiC. En effet, le matériau BraSiC ne peut exister sous forme brute, il ne se forme qu'avec une réaction avec des substrats à base SiC. Il faut donc étudier son comportement mécanique au sein d'un assemblage modèle SiC-BraSiC-SiC. L'épaisseur du joint BraSiC n'excède alors pas $100 \mu\text{m}$.

Les techniques de mesures classiques utilisées en mécanique des solides (extensomètres, jauges de déformations) sont difficilement applicables et exploitables en raison de l'épaisseur des joints. Des techniques optiques, sans contact et non intrusives permettent désormais d'obtenir un champ d'informations dans une zone locale de matériau. Ces méthodes autorisent une approche multi-échelle du comportement des matériaux, et de par la richesse des informations fournies, elles deviennent un élément indissociable du calcul de structures complètes. La technique retenue pour cette étude est la Corrélation d'Images Numériques.

Ce chapitre présente les principales méthodes optiques appliquées à la mécanique, puis s'attarde sur le principe du logiciel de corrélation utilisé `Correli`^{LMT}. Enfin, les performances de l'algorithme sont discutées dans une configuration proche de ses limites de résolution. Cette dernière partie étant reprise dans le projet de publication présenté

à l'annexe A.

3.2 Des méthodes optiques en mécanique

Avec l'avènement d'outils de traitement informatique puissants et le développement de techniques fiables, les méthodes optiques fournissent désormais aux mécaniciens des techniques de mesures non intrusives du comportement du matériau aux différentes échelles caractéristiques. En outre, elles fournissent un champ d'information bidimensionnelle voire tridimensionnelle sur l'état de déformation local ou global des zones observées alors que les techniques classiques utilisant des jauges et extensomètres ne fournissent qu'une seule information. Une liste non exhaustive des principales méthodes optiques utilisées en mécanique expérimentale peut être donnée [96–102] :

- photoélasticité
- méthode de grilles ou moiré
- méthode de grilles interférométriques
- interférométrie Speckle
- holographie interférométrique
- thermographie infrarouge
- corrélation et stéréo-corrélation d'images

La **photoélasticité** est peut-être la technique la plus utilisée dans l'industrie, particulièrement l'industrie aéronautique et automobile. Elle permet l'analyse directe de l'état de contrainte d'une pièce, sous réserve d'une hypothèse de comportement élastique. Elle consiste à utiliser les propriétés optiques de certains matériaux, afin de caractériser les contraintes internes. Elle permet d'estimer la valeur et la direction principale des contraintes. Il existe deux méthodes d'élasticimétrie : soit en élaborant une pièce de forme identique à la pièce réelle dans un matériau photoélastique, soit en déposant une fine couche de matière aux propriétés photoélastiques à la surface de la pièce réelle. Cette méthode s'applique exclusivement à de grandes structures, de l'ordre du mètre à quelques dizaines de mètres ; cette approche qualitative concerne, néanmoins plus les effets de la géométrie des pièces que la réponse mécanique proprement dite des matériaux.

Le phénomène fondamental dans les **méthodes de grille ou de moiré** est la déformation d'une grille solidaire collée, déposée ou gravée sur la surface d'un échantillon.

Il est alors supposé que la grille suit fidèlement les déplacements et les déformations du substrat. L'évolution de la déformation du matériau est déduite des phénomènes d'interférences ou de diffraction liés aux modes d'interaction de la lumière sur la surface du matériau éclairé en lumière blanche (moiré) ou en lumière cohérente (moiré interférométrique). La grille joue le rôle de porteuse spatiale [103] et les champs de déformations sont déduits des variations de phases du signal. Avec l'accroissement des puissances de traitement informatique, les procédures de dépouillement de franges ne prennent que quelques secondes et permettent d'obtenir des cartographies de champ complètement quantitatives. La sensibilité de cette méthode est alors liée à la finesse de la grille qui peut atteindre $1/500^{\text{ème}}$ du pas de la grille [104].

Des techniques optiques interférométriques appliquées à la mécanique, **l'interférométrie Speckle** est certainement la plus répandue. Elle le doit en particulier à sa grande sensibilité interférométrique, à l'avantage d'absence de préparation des surfaces et à la robustesse des méthodes d'acquisition. Le phénomène de Speckle, aussi parfois appelé « *granularité laser* », est le fourmillement que l'on peut percevoir à la surface d'un matériau diffusant éclairé en lumière cohérente (cf. Figure 3.1). Le principe de l'interférométrie Speckle réside dans la création d'une figure d'interférences à deux ondes, dont l'une au moins est une onde Speckle issue d'un objet rugueux. La figure d'interférométrie est alors enregistrée sur un support plan de faible résolution spatiale, tel qu'un capteur CCD de résolution 100 mm^{-1} . L'évolution de cette interférence entre deux états permet d'évaluer les petites perturbations subies par le matériau. La résolution spatiale R_S de la technique est limitée par la taille des grains de Speckle et peut être donnée par l'équation suivante,

$$R_S = \frac{\lambda d}{a} \quad (3.1)$$

où λ représente la longueur d'onde de l'éclairage cohérent, a et d respectivement le diamètre de la lentille et la distance lentille-objet.

L'holographie interférométrique classique et numérique utilise les mêmes concepts que l'interférométrie de speckle mais les conditions d'enregistrement et de restitution sont propres à l'holographie. Un hologramme est issu de l'enregistrement des interférences microscopiques entre le faisceau objet et le faisceau de référence, ce qui implique que le capteur photosensible (film haute résolution ou caméra CCD) doit avoir une très grande résolution pour enregistrer ces interférences, à la limite de résolution

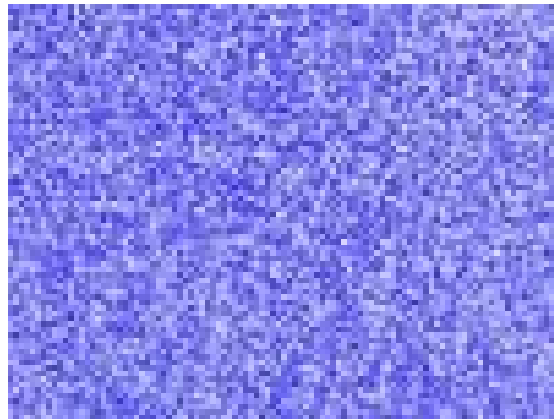


FIG. 3.1 – Observation du phénomène de speckle

des meilleures caméras CCD actuelle ($r = 4 \mu\text{m}$). Cette technique sans contact permet de déterminer des cartes de champ de déplacements micrométriques dans les trois directions de l'espace (le temps peut être une dimension supplémentaire en cinéholographie). Dans le cas de l'holographie numérique, une limitation de la technique concerne la taille des objets analysés qui doivent être petits du fait de la faible résolution spatiale des capteurs CCD.

La **thermographie** infrarouge utilise les propriétés thermo-mécaniques des matériaux en étudiant les flux de chaleurs au sein de matériaux sollicités au delà de leur limite de stabilité élastique. Les progrès en analyse d'images thermographiques par caméra infra-rouge permettent de caractériser les matériaux métalliques [105] ou non-métalliques [106].

La **corrélation d'images numériques** est des techniques optiques la plus simple d'accès pour le mécanicien. En effet, c'est une méthode peu onéreuse, le matériel nécessaire se limite à une caméra CCD ou un appareil photo numérique, une carte d'acquisition et un micro-ordinateur. L'éclairage des surfaces d'analyse se fait en lumière blanche. En outre, la préparation des échantillons est sommaire voire inexistante. Le développement de la corrélation d'images pour la mesure de champs de déplacements en mécanique des solides est issu du traitement d'images en *Vélocimétrie par Imagerie de Particule* (VIP) dans le domaine de la mécanique des fluides. Son principe consiste à enregistrer une série d'images de la surface du matériau. Le champ de déplacement plan est obtenu par intercorrélation d'une série d'images de référence et d'images

de la surface déformée. Il s'agit d'apparier des couples et leur décalage correspond au déplacement plan recherché. La texture naturelle ou artificielle (dépôt de mouchetis aléatoires) de la surface du matériau analysé permet cet appariement de zones entre deux images : état de référence et état déformé.

Soient deux signaux bidimensionnels $f(x, y)$ et $g(x, y)$ représentant la variation de l'intensité lumineuse dans la zone observée, mesurée par la distribution des niveaux de gris respectivement avant et après déformation. $g(x, y)$ se définit comme un signal décalé par rapport à $f(x, y)$,

$$g(x, y) = f(x - u_x, y - u_y) + b(x, y) \quad (3.2)$$

dans laquelle $\underline{u} = \begin{pmatrix} u_x \\ u_y \end{pmatrix}$ représente le champ de déplacement inconnu et $b(x, y)$ un bruit aléatoire qui peut provenir de la numérisation du signal. Déterminer le champ de déplacement \underline{u} revient à maximiser la quantité $h(v_x, v_y)$,

$$h(v_x, v_y) = (g \star f)(v_x, v_y) \equiv \int_{\Omega} g(x, y) f(x - v_x, y - v_y) dx dy \quad (3.3)$$

où \star est l'opérateur d'intercorrélacion. Le calcul du produit d'intercorrélacion peut être conduit dans l'espace de référence ou dans l'espace de Fourier, par l'utilisation d'une transformée de Fourier rapide notée TFR,

$$g \star f = \text{TFR}^{-1} \left(\text{TFR}[g] \overline{\text{TFR}[f]} \right) \quad (3.4)$$

où $\text{TFR}^{-1}[\cdot]$ et $\overline{\text{TFR}[\cdot]}$ sont respectivement la transformée de Fourier inverse et le complexe conjugué de la transformée de Fourier rapide de \cdot . La Figure 3.2 présente le cas d'un produit d'intercorrélacion pour des fonctions unidimensionnelles [107].

La **stéréo-corrélacion** reprend les concepts fondamentaux de la corrélacion d'image, mais dans le cas de champ de déplacement tridimensionnel. Deux caméras sont nécessaires et une phase de calibrage est indispensable pour connaître la position des capteurs dans le repère du matériau analysé. Cette phase nécessite l'emploi d'objets (appelés également mires de calibration) de géométrie et de dimension parfaitement connues. La résolution de la technique dépend alors de la qualité des caméras, de leur configuration géométrique et de la qualité de la calibration. Le niveau d'incertitude des mesures de déplacement est de l'ordre de $1/50^{\text{e}}$ pixel pour des images codées sur 8 bits [100, 108, 109]. Cette méthode est généralement adoptée dans le cas de grandes

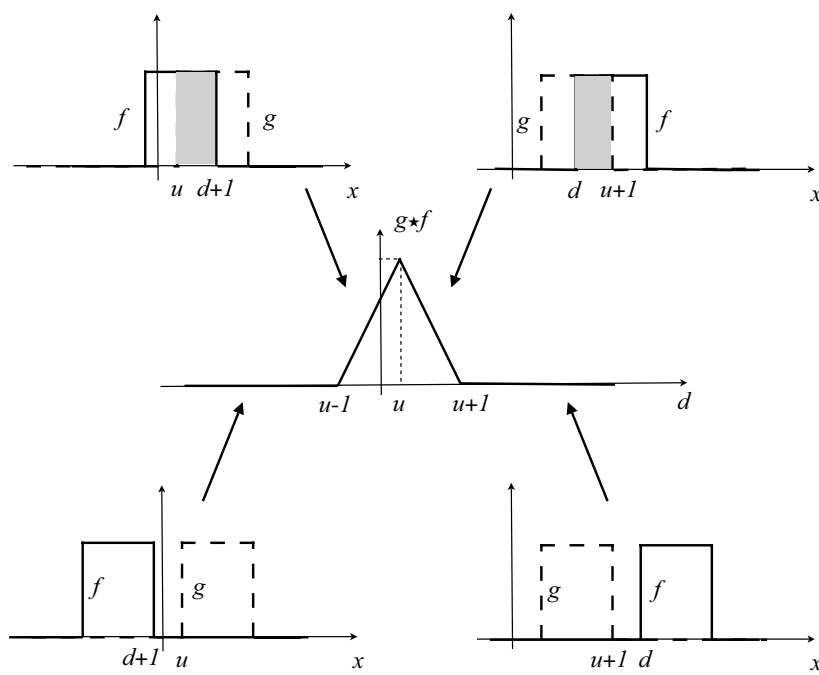


FIG. 3.2 – Intercorrélation de deux fonctions unidimensionnelles semblables décalées l'une par rapport à l'autre d'une valeur u [107]. La largeur du palier des fonctions f et g est égale à 1 ; L'origine de la fonction f est située à l'abscisse d

déformations (mise en forme, emboutissage,...). Des études récentes traitent de la mesure de forme et de déformations 3D à partir d'images obtenues en microscopie électronique à balayage. A ces échelles, les mires de calibration utilisées ne peuvent être générées que numériquement, on parle de « speckle » synthétique [110].

3.3 La Corrélation d'Images Numériques : Correli^{LMT}

Dans le cas de la mesure *in situ* des champs de déplacement et de déformations d'un joint de brasure de faible volume et de déformation maximale attendue inférieure à 0,01 %, une technique de corrélation d'images 2D a été retenue : Correli^{LMT}. Ce choix s'est fait d'une part pour les raisons évoquées précédemment, facilité de mise en oeuvre, faible coût, gammes de sensibilité et de résolution adaptées, et d'autre part pour des raisons historiques : des méthodes similaires ayant été développées et utilisées au laboratoire dans le cas d'études particulières sur des matériaux composites C/C [111] et de la nacre [112]. La gageure de l'étude réside dans le fait que les niveaux de déformation attendus et les dimensions des surfaces analysées se situent à la limite de résolution des techniques de corrélation d'images, comme le montre le diagramme de Sutton [113] (cf. Figure 3.3). Une analyse préliminaire des performances de la technique dans la configuration particulière de l'étude d'un joint de brasure observé à fort grandissement est donc primordiale.

3.3.1 Principe & notations

La méthode de corrélation d'images permet de déterminer le champ de déplacement entre deux instants d'acquisition d'une image. Elle est fondée sur la construction d'une grille virtuelle appelée grille de corrélation ou ROI (Region Of Interest en anglais et Région d'Etude en français) de taille $m \times n$ sur l'image numérisée de la surface d'un matériau. Le déplacement en chaque point de la ROI correspond à la valeur moyenne du déplacement d'une imagerie appelée par la suite ZOI (Zone Of Interest en anglais et Zone d'Etude en français). Chaque ZOI a pour taille $l \times l$ pixels et est espacée de δ pixels. Chaque pixel de la ZOI est caractérisé par un niveau de gris c_{ij} , et C représente alors le centre de celle-ci (cf. Figure 3.4) [114]. Dans la suite, les paramètres de corrélation sont décrits par la taille l des ZOI et leur décalage δ sur la grille de corrélation. Le champ de déformations est ensuite calculé à partir du gradient du champ de déplacement sur une jauge de taille $L_x \times L_y$ avec $l < L_x < m$ et $l < L_y < n$.

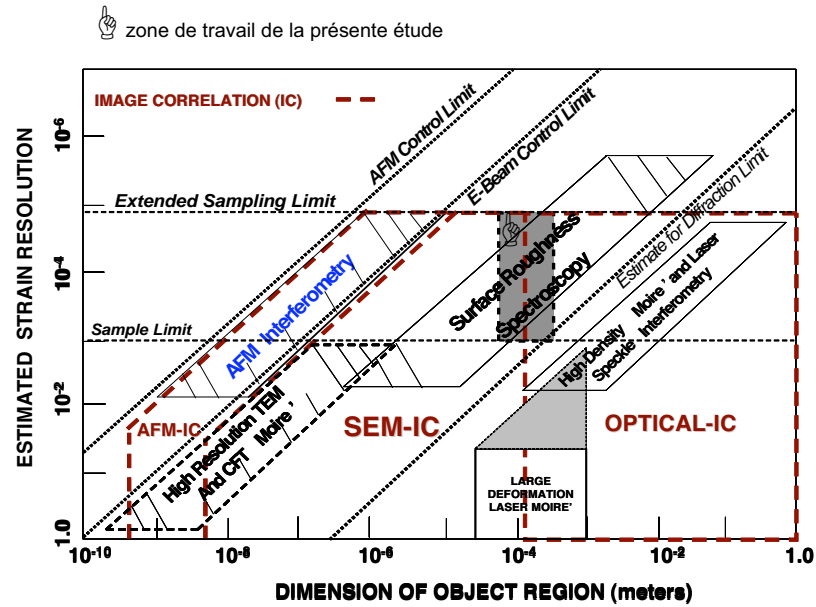


FIG. 3.3 – Représentation selon M.A. Sutton [113] des zones d'études et de résolution de méthodes de caractérisation surfacique des matériaux

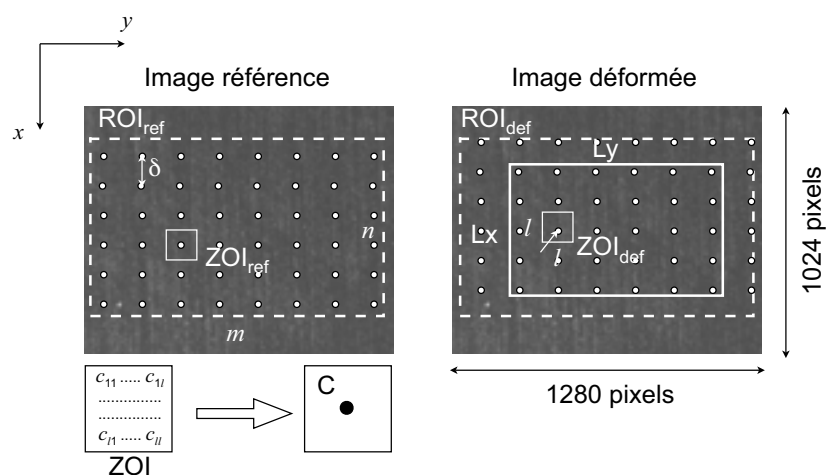


FIG. 3.4 – Schéma simplifié du principe de la corrélation d'images

Comme il l'a été montré précédemment, la corrélation sur l'intensité lumineuse des deux images (images de référence et image déformée) permet de déterminer le déplacement relatif entre ces deux images, qui correspond au maximum de la fonction d'intercorrélation. Cependant, dans de nombreux cas, et particulièrement ceux de très petits déplacements, des mesures sub-pixels doivent être effectuées. Une description de l'algorithme de corrélation sub-pixel est issue de « La mesure de champ de déplacement par corrélation d'images » faite par F. Hild [87, 107].

Ainsi, le déplacement moyen \underline{w}_0 , solution de l'Equation (3.4), est calculé dans l'espace de Fourier. Cette valeur de déplacement permet de déterminer la plus grande valeur P de la sous-fenêtre de taille $2^P \times 2^P$ pixels centrée dans la région d'étude ROI. Les composantes (w_{0x}, w_{0y}) du vecteur déplacement sont des nombres entiers de pixels obtenus à partir du maximum de la fonction d'intercorrélation. Cette première étape permet de déterminer l'ensemble des pixels à conserver pour la suite de l'analyse. Le centre de la ROI de l'image déformée est alors décalé du vecteur \underline{w}_0 . L'utilisateur impose alors, d'une part, la taille des fenêtres d'interrogation appelées ZOI en choisissant une valeur $p < P$ telle que la taille de la ZOI soit égale à $2^p \times 2^p$ pixels, et d'autre part, le décalage δ entre deux centres C des ZOI consécutives tel que $1 \leq \delta \leq 2^p$ pixels afin de recouvrir toute la région d'étude (ROI). Une analyse indépendante pour chaque ZOI est alors effectuée. Une première corrélation dans l'espace de Fourier est calculée et une correction de déplacement $\underline{\Delta w}$ en nombre entier de pixels est obtenue. Chaque centre C_{mn} de ZOI est alors décalé d'un vecteur $\underline{\Delta w}_{mn}$. Afin de déterminer les résidus de déplacement qui sont inférieurs au 1/2 pixel suivant x et y , une nouvelle fonction d'intercorrélation est calculée sur chaque ZOI. Un déplacement sub-pixel est obtenu par la recherche du maximum de cette fonction interpolée au voisinage du maximum par un polynôme d'ordre 2. En utilisant la propriété de «*décalage-modulation*» de la transformée de Fourier, qui n'est autre qu'un changement de phase, chaque ZOI de l'image déformée peut être décalée de $-\underline{\delta w}_{mn}$. La détermination des déplacements sub-pixels a nécessité une approximation puisque la fonction d'intercorrélation a été interpolée. L'algorithme est donc appliqué plusieurs fois sur chaque ZOI jusqu'à la convergence de celui-ci. Le critère de convergence est défini tel qu'à chaque nouvelle itération le maximum de corrélation interpolé augmente ; si ce dernier diminue les itérations s'arrêtent.

Le logiciel Correli^{LMT} utilise par ailleurs, des fonctionnalités particulières telles que le fenêtrage des ZOI [115, 116], la procédure multi-échelle qui permet d'étendre les

déformations maximales mesurables [114], qui ne sont pas explicitées et utiles ici mais dont les références mentionnées traitent de manière exhaustive.

3.3.2 Acquisition des images

La construction de la grille de corrélation et la résolution du système dépendent directement de la distribution des niveaux de gris (c_{ij}). Les performances du système d'acquisition interviennent également (en particulier la dynamique du capteur, le rapport signal / bruit). Cette distribution est liée à la texture du matériau qui doit présenter une variation large de la répartition des c_{ij} afin que les ZOI considérées avant et après déplacement puissent être appariées aisément. Les substrats de carbure de silicium et l'alliage de brasure BraSiC sont adaptés à la corrélation d'images car ils possèdent des pores et des inclusions naturelles qui permettent d'élargir le spectre de distribution des niveaux de gris des images numériques de leur surface. Ainsi, aucune préparation de surface pour l'enregistrement des images n'a été nécessaire, au contraire d'autres études menées à de fortes échelles d'observation [117].

Cependant, les images ont été prises dans des zones «*substrat-joint*» où cohabitent les matériaux SiC et BraSiC. Ces matériaux présentent des propriétés réfléchives différentes. Les Figures 3.5(a) et 3.5(b) représentent respectivement une image de la surface de l'assemblage éclairé par une lumière normale à la surface d'analyse dans une zone «*substrat-joint*» en configuration de flexion quatre-points, et la distribution des niveaux de gris (c_{ij}) associée. Le spectre de distribution présente deux pics et beaucoup de bruit de fond indiqué par les pics isolés sur la Figure 3.5(b), et qui nuisent à la convergence de l'algorithme de corrélation.

Une méthode d'acquisition des images a donc été mise au point. Elle permet d'uniformiser le contraste des images et ainsi d'améliorer la convergence de l'algorithme de corrélation [118, 119]. A cet effet, la surface des zones d'analyse a été éclairée par un faisceau rasant qui permet de solliciter optiquement les reliefs de la surface plutôt que ses propriétés réfléchives. Ainsi, une corrélation a été menée entre une image de référence de la surface de l'assemblage dans une zone «*substrat-joint*» en configuration de flexion quatre-points, et la même image de la surface de l'éprouvette décalée de 5 μm par la table de micro-déplacement du microscope. La surface était illuminée par un éclairage normal puis par un éclairage rasant (cf. Figure 3.5). Le Tableau 3.1 présente les résultats d'erreur obtenus par le logiciel *Correli*^{LMT} lors de la corrélation.

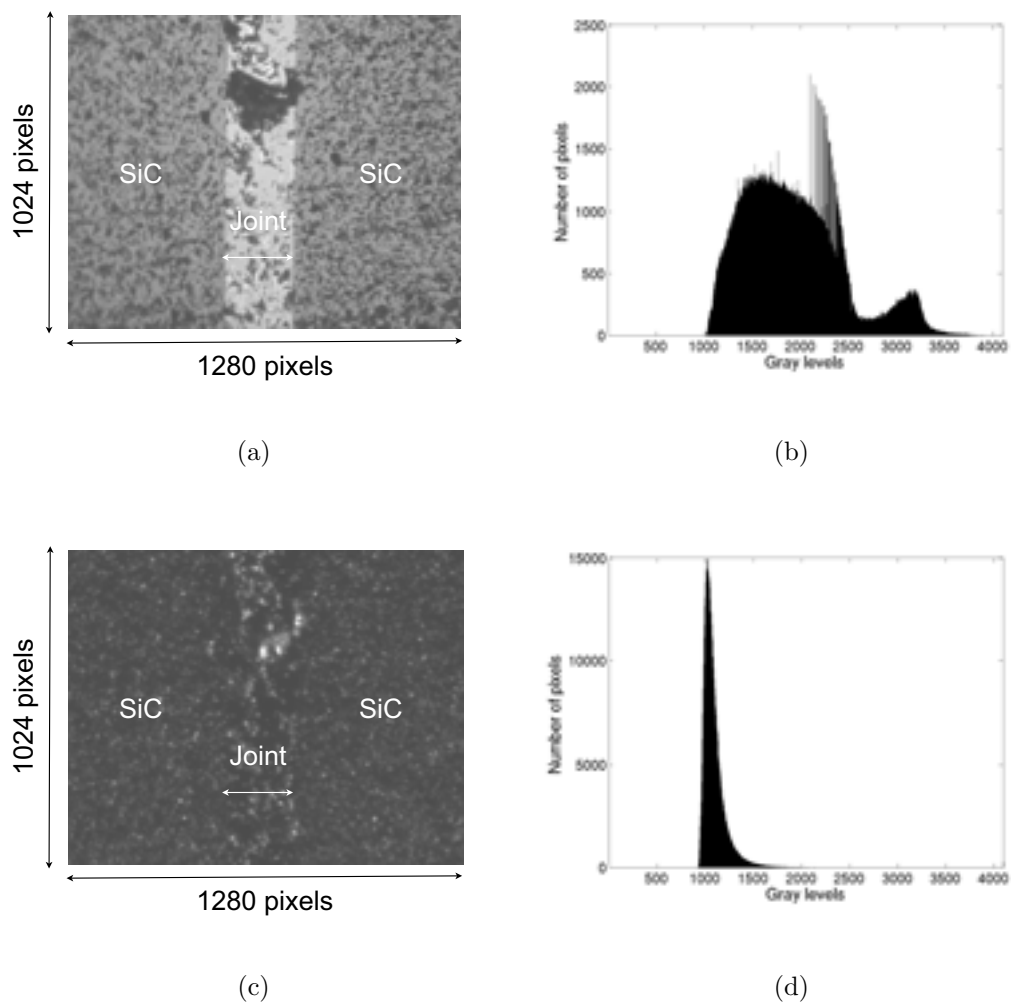


FIG. 3.5 – Images des zones «*substrat-joint*» et distributions des niveaux de gris associées : éclairage normal (a) et (b), éclairage rasant (c) et (d)

L'indicateur d'erreur η est calculé de la manière suivante

$$\eta = \left| \frac{\text{MEAN}(\text{ZOI}_{\text{ref}})}{\text{MEAN}(\text{ROI}_{\text{ref}})} - \frac{\text{MEAN}(\text{ZOI}_{\text{def}})}{\text{MEAN}(\text{ROI}_{\text{def}})} \right| \sqrt{\text{MEAN}(\text{ZOI}_{\text{ref}}) \text{MEAN}(\text{ZOI}_{\text{def}})} \quad (3.5)$$

où l'indice "ref" correspond à l'image de référence et l'indice "def" à l'image déformée (l'image a été ici déplacée). MEAN(ZOI) représente la moyenne des niveaux de gris c_{ij} dans une zone d'étude ZOI, et MEAN(ROI) est la moyenne des valeurs de c_{mn} sur la région d'étude ROI. L'erreur η est exprimée en niveau de gris et lorsque $\eta > 64$ pour une image codée en 12 bits, la corrélation ne peut s'effectuer correctement et l'algorithme diverge (NC).

TAB. 3.1 – Evolution de l'erreur de corrélation exprimée en niveaux de gris en fonction du grandissement, de l'éclairage et des paramètres de corrélation

	Grandissement	l (pixels)	δ (pixels)	Erreur, η (niveaux de gris)
Eclairage normal	1 pixel \leftrightarrow 1,66 μm	32	32	30,10
Eclairage rasant	1 pixel \leftrightarrow 1,66 μm	32	32	1,67
Eclairage normal	1 pixel \leftrightarrow 0,33 μm	32	32	NC
Eclairage rasant	1 pixel \leftrightarrow 0,33 μm	32	32	1,37

Comme le montre le Tableau 3.1, il est possible d'utiliser les paramètres des corrélation $l = 32$ pixels et $\delta = 32$ pixels avec un éclairage rasant, alors que la corrélation échoue pour les mêmes paramètres de corrélation dans le cas où l'échantillon est éclairé par une lumière normale.

3.3.3 Résolution de la méthode

Dans les conditions extrêmes de ce travail (faible volume d'analyse et très faibles niveaux de déplacement), il est essentiel d'évaluer la résolution du système de mesure

et d'apprécier les limites de la technique dans les configurations d'essais retenues en fonction de différents paramètres jugés déterminants.

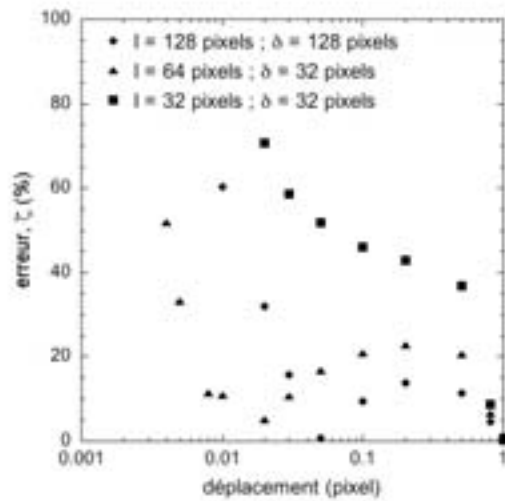
Ainsi, à partir des images obtenues lors des essais, des images déplacées uniformément d'un vecteur de translation $\underline{U}_{th.}$ donné ont été créées numériquement. Les valeurs de \underline{U} sont sub-pixelliques et les images décalées ont été obtenues en utilisant les fonctions de « *décalage-modulation* » de la transformée de Fourier déjà utilisées dans l'algorithme de corrélation. Une erreur ζ est calculée

$$\zeta = \frac{\|\underline{U}_{th.} - \underline{U}_{mes.}\|}{\|\underline{U}_{th.}\|} \quad (3.6)$$

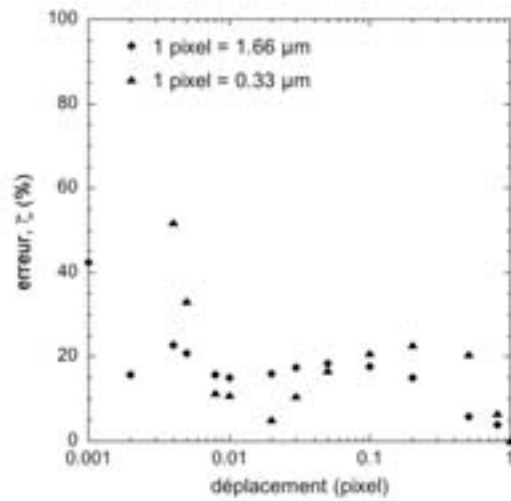
dans laquelle l'indice "th." fait référence au déplacement imposé et l'indice "mes." au déplacement mesuré par le logiciel de corrélation. $\|\cdot\|$ représente la norme de \cdot .

La Figure 3.6 montre l'erreur relative entre la réponse du système de corrélation et le déplacement imposé. Cette erreur est évaluée pour différents paramètres de corrélation l et δ (cf. Figure 3.6(a)). Il est à noter que l'augmentation de la taille de ZOI permet de diminuer le niveau d'erreur du déplacement mesuré au détriment du nombre de points de mesures. En deçà d'un déplacement de 10^{-2} pixel l'erreur relative augmente, alors qu'elle est constante à un niveau d'environ 20 % entre 10^{-1} et 10^{-2} pixel indépendamment des différentes configurations d'images (cf. Figure 3.6(c)). En outre, l'influence du grandissement et du codage de la caméra a été évaluée. Pour des images codées en 8 bits, avec les textures d'images retenues, le déplacement minimal mesurable avec une erreur acceptable atteint 0,5 pixel alors qu'il est de 0,01 pixel pour des images codées en 12 bits (cf. Figure 3.6(d)). Ce paramètre apparaît déterminant dans la mesure de très faibles déplacements. Ainsi, par cette approche, il a été possible de déterminer le déplacement minimal détectable égal à 10^{-2} pixel et son erreur associée de 20 % pour les paramètres de corrélation $l = 64$ pixels et $\delta = 32$ pixels choisis avec des images codées sur 12 bits au grandissement de 1 pixel \leftrightarrow 0,33 μm .

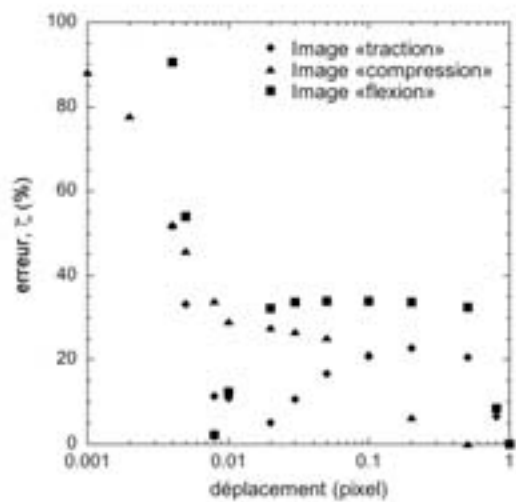
En outre, la Figure 3.7 montre les valeurs de déplacement moyen déterminé par l'algorithme de corrélation et l'écart-type associé, en fonction du déplacement imposé numériquement pour les paramètres de corrélation optimaux déterminés précédemment. Cette représentation confirme qu'en deçà d'un déplacement de 0,01 pixel pour les différentes configurations retenues, il n'est pas possible d'évaluer avec un niveau d'incertitude acceptable le champ de déplacement. Le système de corrélation est limité à



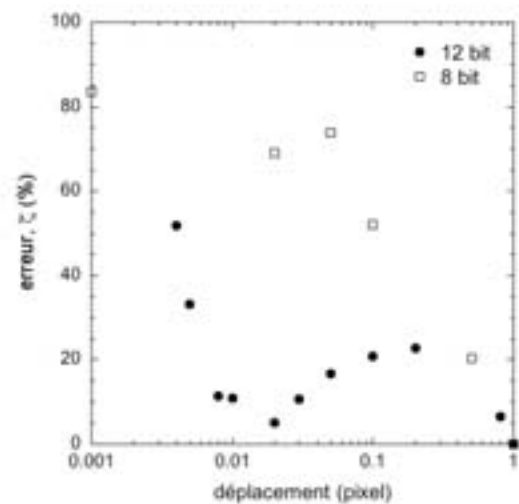
(a)



(b)



(c)



(d)

FIG. 3.6 – Performance de l'algorithme de corrélation pour différents paramètres de corrélation (a), grandissements (b), images (c) et codage de la caméra (d)

une valeur seuil de détection, U_s , qui représente la résolution du système en terme de déplacement.

Par ailleurs, l'incertitude pratique en terme de déformation a été évaluée. Les déformations déterminées par le logiciel de corrélation entre une image de référence et deux images prises au même niveau de force mais à des instants différents ont été comparées afin d'établir un critère, noté par la suite r , dans les différentes configurations de traction et de compression sur éprouvettes jointes à 45°

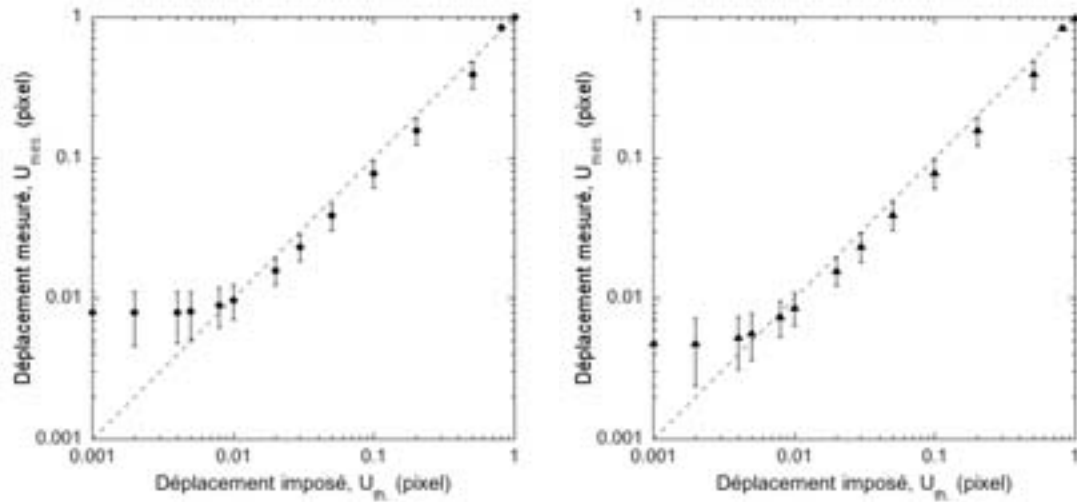
$$r = \max \{ |\epsilon_{ij}(t) - \epsilon_{ij}(t')| \} \quad \{i, j\} \in \{x, y\}. \quad (3.7)$$

La Figure 3.8 représente ce critère pour un niveau de force $F = 1000$ N et différentes longueurs de jauges ($Lx = Ly$). Le Tableau 3.2 rassemble la résolution du système en terme de déplacement et de déformation en fonction des différentes configurations d'images d'essais (appelées également textures).

La résolution spatiale en déplacement est donnée par la taille l des ZOI. L'utilisateur tend donc à diminuer les paramètres l et δ , pour augmenter le nombre de mesures sur l'image, mais ceci augmente le niveau d'incertitude sur chaque point de mesure car « l'imagerie » de corrélation (ZOI) correspond à une zone d'analyse plus petite. La résolution spatiale en déformation équivaut, quant à elle, à la longueur de la jauge « optique ». Plus la taille de la jauge est grande, meilleure est la résolution en terme de déformation.

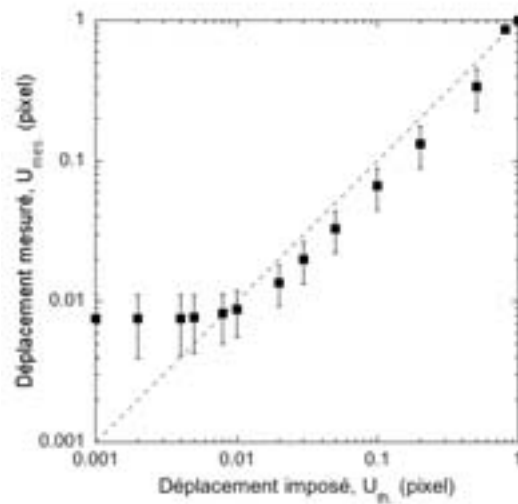
3.3.4 Choix des conditions expérimentales

L'analyse effectuée précédemment a permis de déterminer les paramètres optimaux de corrélation afin de mesurer avec fiabilité les champs de déplacements et de déformations dans les zones d'analyses des éprouvettes considérées. Le Tableau 3.3 présente les conditions de mesures et les paramètres de corrélation des jauges optiques pour les différents essais réalisés sur les structures SiC-BraSiC-SiC. Il est à noter que lorsque plusieurs jauges optiques coexistent dans une zone d'analyse, alors la déformation expérimentale est donnée par la moyenne arithmétique des déformations expérimentales issues de chaque jauge optique.



(a)

(b)



(c)

FIG. 3.7 – Déplacements moyens \underline{U}_{mes} , déterminés par le système de corrélation et écart-types associés pour les paramètres optimaux, $l = 32$ pixels, $\delta = 32$ pixels, codage caméra 12 bits, grandissement 1 pixel \leftrightarrow 0,33 μm : configuration des images en traction (a), compression hors-axe (b) et flexion quatre-points (c) ; et représentation du déplacement théorique (- - -)

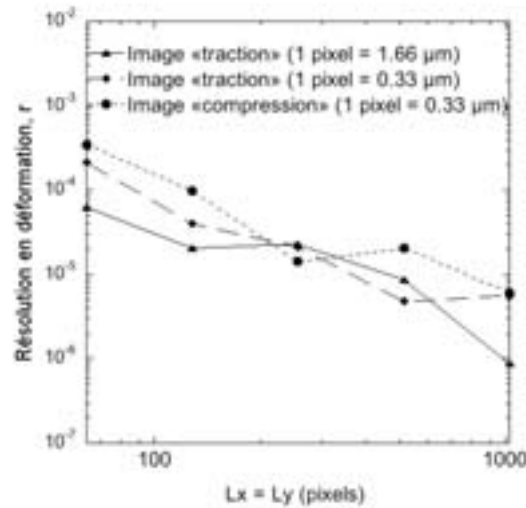


FIG. 3.8 – Incertitude maximale en déformation en fonction de la longueur de jauge

TAB. 3.2 – Résolution et incertitude du système de corrélation pour les différentes configurations d'image au grandissement 1 pixel \leftrightarrow 0,33 μm et pour un codage 12 bits

Configuration image	Résolution spatiale en déplacement (pixels)	Résolution en déplacement, U_s (pixel)	Résolution spatiale en déformation (pixels)	Incertitude en déformation, r
Traction	32	$7,9 \times 10^{-3}$	128	$2,1 \times 10^{-5}$
	32	$7,9 \times 10^{-3}$	1024	$5,5 \times 10^{-6}$
Compression	32	$4,8 \times 10^{-3}$	128	$9,8 \times 10^{-5}$
	32	$4,8 \times 10^{-3}$	1024	$5,5 \times 10^{-6}$
Flexion	32	$7,5 \times 10^{-3}$	-	-

TAB. 3.3 – Synthèse des conditions de mesures

Essai	Référence	Zone	ROI (pixels)	$l \times \delta$ (pixels)	$L_x \times L_y$ (pixels)	Nombre de jauges
Traction	T-1024	<i>SiC</i>	960×1140	64×32	960×1140	1
Traction	T01-128-J	<i>SiC-joint</i>	960×1140	64×32	128×1140	3
Traction	T01-192-J	<i>SiC-joint</i>	960×1140	64×32	192×1140	1
Traction	T02-128-J	<i>SiC-joint</i>	960×1140	64×32	128×1140	3
Traction	T02-192-J	<i>SiC-joint</i>	960×1140	64×32	192×1140	1
Traction	T03-128-J	<i>SiC-joint</i>	960×1140	64×32	128×1140	3
Traction	T03-192-J	<i>SiC-joint</i>	960×1140	64×32	192×1140	1
Compression	C45-128-J	<i>SiC-joint</i>	928×1184	64×32	192×1140	5
Flexion	4B	<i>SiC-joint</i>	960×1248	32×32	960×192	1

3.4 Conclusion

Différents essais préliminaires ont permis d'évaluer les différentes sources d'erreur du système de mesure : système optique et algorithme de corrélation. Ils ont permis dans un premier temps d'évaluer l'influence des paramètres déterminants, maillage de la grille de corrélation $l \times \delta$, éclairage, grandissement du microscope, codage numérique de la caméra, et de les optimiser.

Ils ont ensuite fourni les limites de résolution de la technique à partir des images d'essais réalisés sur des éprouvettes SiC-BraSiC-SiC. La résolution en déplacement est donnée par $U_s = 7,9 \times 10^{-3}$ pixel pour les images en configuration de traction, $U_s = 4,8 \times 10^{-3}$ pixel en configuration de compression et $U_s = 7,5 \times 10^{-3}$ pixel en configuration de flexion. En outre, le niveau d'incertitude associée à chaque mesure de déplacement a été quantifié. Ainsi, dans une configuration de traction, à un grandissement de 1 pixel = $0,33 \mu\text{m}$, avec une caméra 12 bits, il est possible de mesurer un déplacement de 0,01 pixel avec une erreur de 18% (cf. Figure 3.6(c)). De plus, l'incertitude en terme de déformation a été évaluée en fonction du type de configuration et de la taille de la jauge optique (cf. Figure 3.8).

Cette évaluation du système de mesure a ainsi permis de statuer sur le choix des paramètres de mesures optimaux pour déterminer les champs de déplacement et de déformations dans un joint de brasure mince de forte rigidité dans différentes configurations de sollicitations mécaniques.

Chapitre 4

Propriétés mécaniques de l'alliage de brasure BraSiC

4.1 Introduction

Ce chapitre présente les résultats de l'analyse des propriétés mécaniques du joint de brasure, afin de décrire la loi de comportement du matériau BraSiC dans des assemblages SiC-BraSiC-SiC. Les constantes élastiques E et ν sont déterminées et les propriétés et mécanismes de l'endommagement et de la rupture sont proposés. On trouve tous les détails dans les projets de publication « *Extraction of kinematic fields and identification of elastic properties by using Digital Image Correlation : application to Si-based braze joints* » et « *Experimental investigation and probabilistic analysis of failure in a Si-based joint* ». Ces articles figurent respectivement dans les Annexes A et B.

4.2 Propriétés élastiques

4.2.1 Approche

Dans le cas des essais de traction et de compression hors-axe, le champ de déformations dans le joint peut être décrit analytiquement. Dans un premier temps, on considère que les déformations du substrat de carbure de silicium n'influent pas sur les déformations du joint, l'état de contrainte est uniforme dans toute l'éprouvette. Les constantes élastiques sont déduites des lois de l'élasticité qui relient contraintes et déformations.

4.2.1.1 Traction simple

L'état de contrainte dans toute l'éprouvette est décrit par la contrainte $\Sigma_{xx} = F/S$ parallèle à l'axe de sollicitation x . F représente la force appliquée et S la section des éprouvettes. Les composantes du champ de déformations sont données par

$$\epsilon_{xx} = \frac{\Sigma_{xx}}{E_i} \quad \text{et} \quad \epsilon_{yy} = \epsilon_{zz} = -\frac{\nu_i}{E_i} \Sigma_{xx} \quad (4.1)$$

où l'indice i correspond à la zone du joint BraSiC ou du substrat SiC, E_i et ν_i étant respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau i . Les constantes élastiques du joint et du substrat se déduisent alors directement des relations suivantes,

$$E_i = \frac{\Sigma_{xx}}{\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp},i}} = \frac{1}{S} \frac{1}{k_{xx,i}} \quad \text{et} \quad \nu_i = -\frac{k_{yy,i}}{k_{xx,i}} \quad (4.2)$$

dans laquelle les paramètres $k_{xx,i}$ et $k_{yy,i}$ représentent respectivement les coefficients directeurs des droites $\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp},i} = k_{xx,i} \times F$ et $\bar{\epsilon}_{yy,\text{exp},i} = k_{yy,i} \times F$. Les grandeurs $\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp},i}$, $\bar{\epsilon}_{yy,\text{exp},i}$ et $\bar{\epsilon}_{xy,\text{exp},i}$ représentent les trois composantes dans le plan de la surface d'analyse du tenseur des déformations expérimentales $\underline{\underline{\epsilon}}_{\text{exp}}$ déterminées par corrélation d'images numériques. Chaque composante est la valeur moyenne des déformations calculées dans les jauges optiques de taille $L_x \times L_y$.

4.2.1.2 Compression hors-axe

De manière identique aux essais de traction, les constantes élastiques du BraSiC se déduisent directement du champ de déformations et du champ de contraintes exprimé dans le repère local (x', y') du joint (cf. Figure 4.1) et sont données par

$$E_{\text{joint}} = \frac{1}{S (k_{y'y',\text{joint}} + k_{x'y',\text{joint}})} \quad (4.3)$$

$$\nu_{\text{joint}} = \frac{k_{x'y',\text{joint}} - k_{y'y',\text{joint}}}{k_{x'y',\text{joint}} + k_{y'y',\text{joint}}} \quad (4.4)$$

4.2.1.3 Résultats des essais de traction et compression

Dans chaque jauge appartenant à la même zone i , les valeurs moyennes des déformations $\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp},i}$, $\bar{\epsilon}_{yy,\text{exp},i}$ et $\bar{\epsilon}_{xy,\text{exp},i}$ sont déduites des mesures de champ obtenues par corrélation d'images. Le paramètre $k = \bar{\epsilon}_{\text{exp}}/F$ est introduit dans les équations précédentes car le niveau d'incertitude de ce coefficient est très inférieur à celui de $\bar{\epsilon}_{\text{exp}}$; il fait intervenir l'ensemble des données de mesure. Le niveau d'incertitude associé à chaque

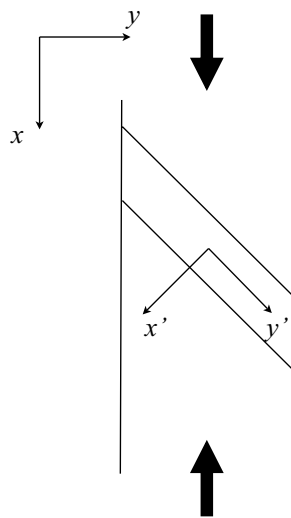


FIG. 4.1 – Représentation de l’orientation des axes de coordonnées en fonction de l’orientation du joint et de l’axe de sollicitation

constante élastique est donc directement relié au niveau d’incertitude des paramètres k_{xx} , k_{yy} et k_{xy} . Ces derniers étant issus de données expérimentales qui peuvent être affectées par le bruit de mesure, un algorithme de sélection des données $\bar{\epsilon}_{\text{exp.}} = f(F)$ a donc été utilisé [119]. Cet algorithme détaillé dans le paragraphe A.4.1.1 de l’Annexe A élimine les valeurs de déformations mesurées pour un niveau de force donné dont l’écart à la droite $y = k_{ij} \times F$ est supérieur au critère d’incertitude r déterminé dans le Chapitre 3 et au paragraphe A.3.3.2 de l’Annexe A (i et j représentent ici les composantes x et y). Le critère d’incertitude, r , est égal à $2,1 \times 10^{-5}$ dans la configuration des essais de traction, et $r = 9,8 \times 10^{-5}$ dans la configuration des essais de compression hors-axe. Ces critères d’incertitude ont été calculés pour des longueurs de jauges optiques $L_x = L_y = 128$ pixels. Le Tableau 4.1 rassemble les valeurs de k_{xx} , k_{yy} et k_{xy} déduites des mesures des déformations effectuées par corrélation d’images pour les essais de traction uniaxiale et compression hors-axe.

L’analyse des déformations du substrat SiC (essai référencé T-1024) a permis d’apprécier la validité de la méthode. La Figure 4.2 indique un bon accord des mesures entre la jauge de déformation ($L=2,5$ mm) et la jauge optique de taille $L_x = 1024$ pixels, $L_y = 1280$ pixels au grandissement $1 \text{ pixel} \leftrightarrow 1,66 \mu\text{m}$. Le module d’Young obtenu est $E_{\text{SiC}} = 438 \pm 16$ GPa et le coefficient de Poisson $\nu_{\text{SiC}} = 0,08 \pm 0,08$. L’écart quadratique moyen entre les mesures optiques de déformation suivant l’axe x et la jauge

TAB. 4.1 – Synthèse des résultats des déformations expérimentales

Essai	Référence	Zone	k_{xx} (10^7 N^{-1})	k_{yy} (10^7 N^{-1})	k_{xy} (10^7 N^{-1})
Traction	T-1024	<i>SiC</i>	0,49	-0,04	-
Traction	T01-128-J	<i>SiC-joint</i>	1,13	0,10	-
Traction	T01-192-J	<i>SiC-joint</i>	1,10	-0,37	-
Traction	T02-128-J	<i>SiC-joint</i>	1,15	0,03	-
Traction	T02-192-J	<i>SiC-joint</i>	1,48	-0,74	-
Traction	T03-128-J	<i>SiC-joint</i>	1,26	0,06	-
Traction	T03-192-J	<i>SiC-joint</i>	1,72	-0,21	-
Compression	C45-128-J	<i>SiC-joint</i>	0,41	0,37	1,62

de déformation est égal à 9×10^{-6} . Les valeurs de E_{SiC} et ν_{SiC} déterminées sont tout à fait en accord avec les mesures classiques par jauges de déformation (cf. Figure 4.2) et les données du fournisseur Boostec ($E_{\text{SiC}} = 420 \text{ GPa}$ et $\nu_{\text{SiC}} = 0,16$). Néanmoins, le niveau d'incertitude du coefficient de Poisson est élevé car les mesures optiques suivant l'axe y sont la plupart en dessous de la limite de résolution de la technique.

Trois autres éprouvettes (référéncées T0*i*) ont été consacrées à l'étude des propriétés du joint et du SiC à partir d'images présentant des zones «*SiC-joint*». Les mesures des constantes élastiques sont satisfaisantes malgré un écart-type important associé à chaque mesure (cf. Figure 4.3). En effet, les mesures de module d'élasticité du joint sont reproductibles d'une éprouvette à l'autre (cf. Figure 4.3(a)), et sont dans la gamme d'incertitude des mesures réalisées parallèlement à ce travail par une technique d'indentation. Des essais de nanoindentation dans la zone du joint ont permis d'évaluer le module réduit d'élasticité à $177 \pm 13 \text{ GPa}$. En revanche, les mesures de coefficient de Poisson du joint sur ces images et à ce grandissement apparaissent très perturbées et les valeurs affichées à la Figure 4.3(b) n'ont pas toutes un sens physique.

Les dimensions de la jauge optique suivant les axes x et y dans la zone du joint sont $L_x = 128 \text{ pixels}$ et $L_y = 1140 \text{ pixels}$ au grandissement $1 \text{ pixel} \leftrightarrow 0.33 \mu\text{m}$. Il existe une relation entre la taille des jauges optiques L_x et L_y , les propriétés élastiques du joint,

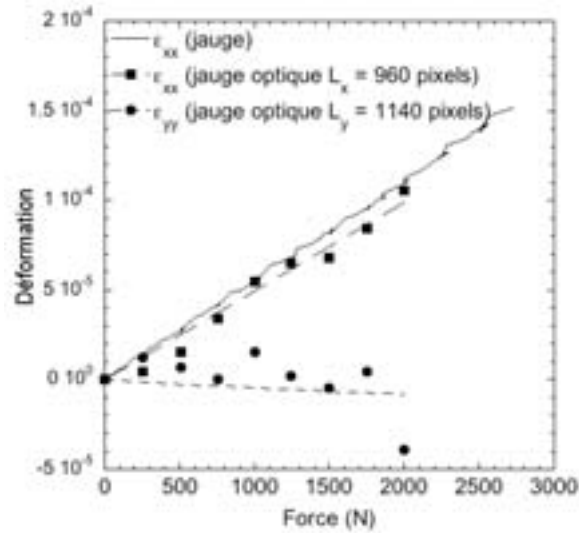


FIG. 4.2 – Comparaison des mesures par jauges optiques et par jauges de déformation dans le substrat SiC

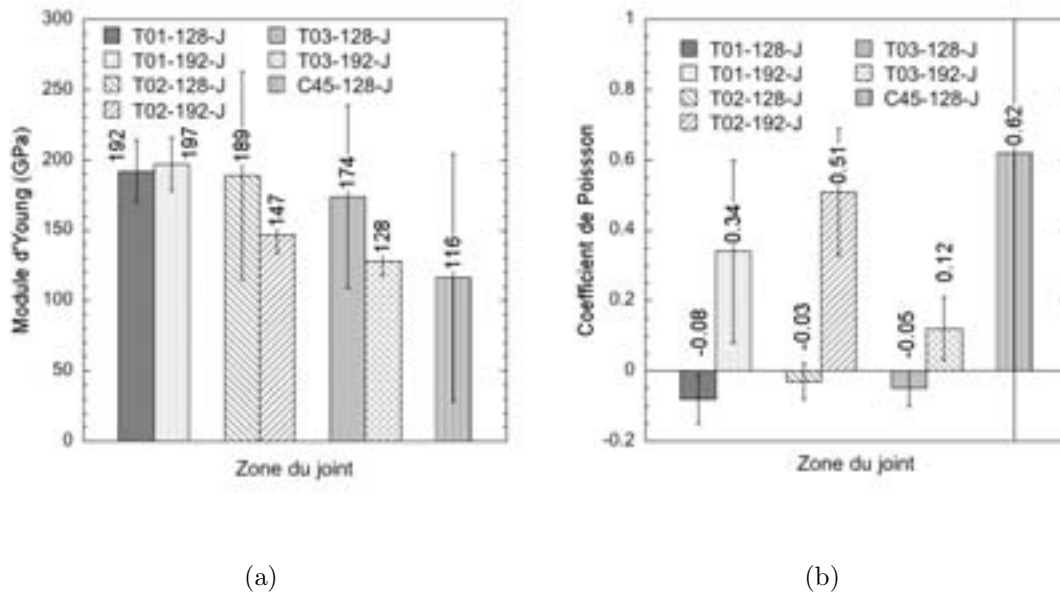


FIG. 4.3 – Comparaison des constantes élastiques mesurées : module d'élasticité (a) et coefficient de Poisson (b)

l'état de contrainte, F/S et le déplacement ΔL_x et ΔL_y

$$\Delta L_x = \frac{L_x F}{S E_{\text{joint}}} \quad \text{et} \quad \Delta L_y = \frac{-\nu_{\text{joint}} L_y \Delta L_x}{L_x}. \quad (4.5)$$

En supposant que $\nu_{\text{joint}} = 0,3$ et $E_{\text{joint}} = 150$ GPa, le déplacement attendu suivant les axes x et y pour un état de contrainte uniforme est $\Delta L_x (F = 1000 \text{ N}) = 1,8 \times 10^{-2}$ pixel et $\Delta L_y (F = 1000 \text{ N}) = 5,1 \times 10^{-2}$ pixel. Les déplacements suivant l'axe x sont légèrement supérieurs à la limite de résolution et les déplacements suivant l'axe y sont théoriquement mesurables. Cependant, l'hypothèse d'état de contrainte uniforme dans toute l'éprouvette surestime les déplacements suivant l'axe y dans le joint. Ceci se vérifie expérimentalement car il est très difficile d'obtenir un paramètre k_{yy} répétable (cf. Tableau 4.1). En outre, le coefficient de Poisson dépend également des déplacements suivant l'axe x dont les valeurs sont proches de la limite de résolution de la technique de corrélation d'images. L'identification de ν_{joint} par cette méthode directe semble donc difficile.

Les résultats des essais de compression hors-axe sont plus faibles que les résultats de traction (cf. Figure 4.3). Il a été choisi d'utiliser la composante $\epsilon_{y'y'}$ pour déterminer les paramètres élastiques car elle est issue du rapport $\Delta L_y/L_y$ et $L_y = 1140$ pixels alors que $L_x = 128$ pixels, ce qui implique un meilleur niveau d'incertitude sur $\epsilon_{y'y'}$ que sur $\epsilon_{x'x'}$. Les constantes élastiques du joint se déduisent de deux composantes de déformation mesurées (cf. Equations (4.3) et (4.4)), l'erreur obtenue sur E_{joint} et ν_{joint} est donc plus importante que dans la configuration de traction uniaxiale. Il n'est pas possible par cet essai et avec ces hypothèses de déduire les propriétés élastiques du joint avec un niveau d'incertitude acceptable.

4.2.1.4 Influence des déformations du substrat

De l'étude précédente, il paraît impossible d'identifier ν du joint BraSiC à partir de la composante transversale du champ de déplacement. La description de l'état de contrainte dans le joint peut être affinée, de telle sorte que le champ de déplacement longitudinal, celui qui semble le plus facile à déterminer, soit utilisé pour déterminer le coefficient de Poisson. En effet, étant donné la finesse du joint par rapport au substrat de SiC, les déformations transverses du substrat dues à l'effet Poisson, imposent une sollicitation latérale au joint. L'état de contrainte dans le joint est triaxial et le champ de déformation se traduit par les Equations (4.6) et (4.7) respectivement pour la traction simple et pour la compression hors-axe

$$\begin{cases} U_{y,\text{joint}} = U_{y,\text{SiC}} \\ U_{z,\text{joint}} = U_{z,\text{SiC}} \end{cases} \Rightarrow \epsilon_{xx,\text{joint}}^{(T)} = \Sigma_{xx} \left[\frac{1}{E_{\text{joint}}} - \frac{2\nu_{\text{joint}}}{1-\nu_{\text{joint}}} \left(\frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} - \frac{\nu_{\text{SiC}}}{E_{\text{SiC}}} \right) \right] \quad (4.6)$$

$$U_{z,\text{joint}} = U_{z,\text{SiC}} \Rightarrow \begin{cases} \epsilon_{x'y',\text{joint}}^{(C45)} + \frac{\nu_{\text{joint}}}{1-\nu_{\text{joint}}} \epsilon_{y'y',\text{joint}}^{(C45)} = \frac{\Sigma_{xx}}{2} \left[\frac{1}{E_{\text{joint}}} - \frac{2\nu_{\text{joint}}}{1-\nu_{\text{joint}}} \left(\frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} - \frac{\nu_{\text{SiC}}}{E_{\text{SiC}}} \right) \right] \\ \epsilon_{x'y',\text{joint}}^{(C45)} = \frac{1+\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} \frac{\Sigma_{xx}}{2} \end{cases} \quad (4.7)$$

Les constantes élastiques E_{joint} et ν_{joint} ne peuvent alors être déduites directement des équations précédentes car elles interviennent toutes les deux dans chaque expression de ϵ_{xx} . Une identification à deux paramètres nécessite la minimisation de la fonction \mathcal{J}_{3D} . Cette dernière est fondée sur la comparaison au sens des moindres carrés des déformations expérimentales $\underline{\epsilon}_{\text{exp}}$, et des déformations théoriques $\underline{\epsilon}$ dans la zone du joint. Les exposants (T) font référence aux essais de traction et $(C45)$ aux essais de compression,

$$\begin{aligned} \mathcal{J}_{3D}(E_{\text{joint}}, \nu_{\text{joint}}) = & \sum_F \left[\epsilon_{xx,\text{exp}}^{(T)}(F) - \epsilon_{xx}^{(T)}(F) \right]^2 \\ & + \sum_F \left[\left(\epsilon_{x'y',\text{exp}}^{(C45)}(F) + \frac{\nu_{\text{joint}}}{1-\nu_{\text{joint}}} \epsilon_{y'y',\text{exp}}^{(C45)}(F) \right) - \left(\epsilon_{x'y'}^{(C45)}(F) + \frac{\nu_{\text{joint}}}{1-\nu_{\text{joint}}} \epsilon_{y'y}^{(C45)}(F) \right) \right]^2 \\ & + \sum_F \left[\epsilon_{x'y',\text{exp}}^{(C45)}(F) - \epsilon_{x'y'}^{(C45)}(F) \right]^2. \quad (4.8) \end{aligned}$$

Il a été choisi d'introduire dans la fonction \mathcal{J}_{3D} à la fois les déformations en traction et les déformations en compression hors axe, afin d'augmenter le nombre de données dans la fonction et ainsi améliorer les résultats. La Figure 4.4 représente la fonction \mathcal{J}_{3D} en fonction de E_{joint} et ν_{joint} . Le minimum de la fonction \mathcal{J}_{3D} est obtenu pour les valeurs de $E_{\text{joint}} = 113 \pm 18$ GPa et $\nu_{\text{joint}} = 0,42 \pm 0,05$. Cette valeur de module d'Young s'éloigne des essais de nanoindentation (cf. § A.7 Annexe A). Cependant, il est important de noter que la valeur de E_{joint} corrigée prend en compte l'ensemble des éprouvettes de traction et de compression. On observe que l'incertitude associée aux valeurs des constantes élastiques est à un niveau acceptable.

Par ailleurs, un coefficient de Poisson réaliste a pu être déterminé en améliorant la description de l'état de contrainte dans le joint et en utilisant la mesure des déformations

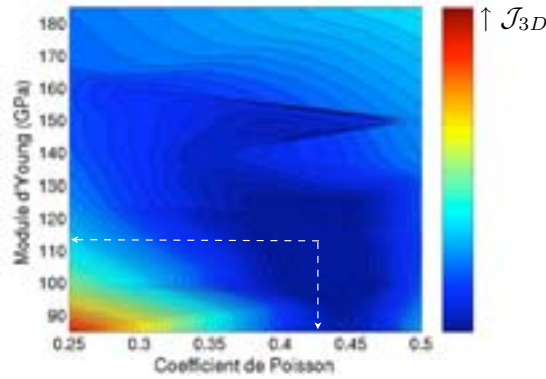


FIG. 4.4 – Isovaleurs de la fonction \mathcal{J}_{3D} et minimum permettant de déterminer E_{joint} et ν_{joint}

longitudinales qui se situent au-dessus de la limite de résolution du système. Un calcul par la méthode des éléments finis a été mené dans le cas des essais de traction simple. Il est présenté au paragraphe A.5.3 de l'Annexe A. Les Figures A.17 et A.18 confirment que le champ de déplacement longitudinal, U_x atteint la valeur maximale $U_x = 0,08$ pixel pour les constantes élastiques du joint fixées à $E_{\text{joint}} = 150$ GPa et $\nu_{\text{joint}} = 0,4$; Le déplacement transversal, U_y ne dépasse pas quant à lui, la valeur $U_y = 0,015$ pixel.

4.2.1.5 Flexion quatre-points

L'essai de flexion, de par son état de contrainte biaxial, permet à partir de la composante longitudinale (la plus grande) du champ de déplacement de déterminer les deux constantes élastiques du joint. Dans le cas des essais de flexion sur les assemblages brasés (noté 4B dans le Tableau 3.3 du Chapitre 3), le champ de déformation ne suit pas la théorie des poutres. Il a été déterminé par la méthode des éléments finis. Le calcul a été effectué à l'aide du logiciel commercial MSC.Marc 2000 [88] en contraintes planes. Les constantes élastiques du SiC ont été fixées $E_{\text{SiC}} = 420$ GPa et $\nu_{\text{SiC}} = 0,16$. Le champ de déplacement a alors été calculé sur une zone appelée ROI* qui est de taille strictement identique à la ROI expérimentale (cf. Figure A.10 Annexe A). Les noeuds du maillage d'éléments finis se superposent exactement à ceux de la grille de corrélation. Les propriétés élastiques du joint se déduisent alors en minimisant la projection \mathcal{J}_{4By} suivant l'axe y de la fonction \mathcal{J}_{4B} qui représente, au sens des moindres carrés, la différence entre le champ de déplacements obtenu par corrélation d'images et

celui qui a été calculé par éléments finis, en chaque point du maillage de ROI et ROI*,

$$\mathcal{J}_{4By}(E_{\text{joint}}, \nu_{\text{joint}}) = \sum_F \sum_{\{x,y\}} \left[\tilde{U}_{y,\text{exp.}}(x, y, F) - \tilde{U}_{y,\text{FEM}}\left(x, y, F, \frac{E_{\text{joint}}}{E_{\text{SiC}}}, \nu_{\text{joint}}, \nu_{\text{SiC}}\right) \right]^2 \quad (4.9)$$

où $\tilde{U}_y = U_y - U_{0y}$ dans lequel U_{0y} représente le champ de déplacement de corps rigide suivant l'axe y . Seul le minimum de \mathcal{J}_{4By} est examiné en fonction de E_{joint} et ν_{joint} , car les déplacements suivant l'axe y sont les plus grands. Suivant l'axe x , les déplacements réels se situent à des niveaux inférieurs à la limite de résolution du système. La prise en compte de ces données suivant l'axe x , dans la fonction \mathcal{J}_{AB} , pourrait perturber l'identification des constantes élastiques du joint de brasage (cf. § A.5.4 Annexe A).

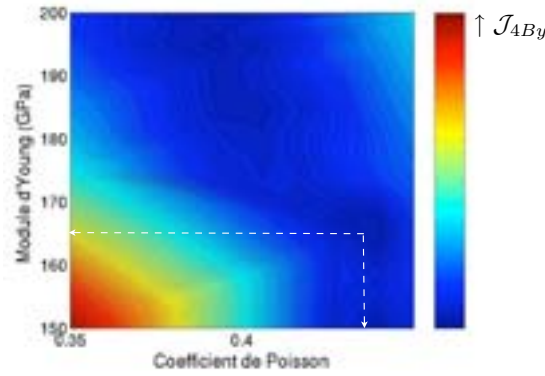


FIG. 4.5 – Isovaleurs de la fonction \mathcal{J}_{4By} et minimum permettant de déterminer E_{joint} et ν_{joint}

Le minimum de la fonction \mathcal{J}_{4By} est obtenu pour les constantes $E_{\text{joint}} = 166 \pm 35$ GPa et $\nu_{\text{joint}} = 0,43 \pm 0,05$. Le module d'Young diffère légèrement par rapport au résultat des essais de traction et compression. Cependant l'erreur associée au module est plus grande, car un seul essai a été utilisé. Par ailleurs, la valeur de coefficient de Poisson est parfaitement en accord avec les résultats précédents.

4.2.2 Discussion

L'approche d'identification peut être résumée par le schéma de synthèse décrit à la Figure 4.6. Le Tableau 4.2 rassemble les mesures des constantes élastiques des différentes éprouvettes en fonction de la méthode d'analyse. La méthode la plus aisée et la plus fiable repose sur les essais de flexion 4-points. Cette méthode requiert certes un calcul par éléments finis mais ne nécessite qu'un seul type d'essai techniquement

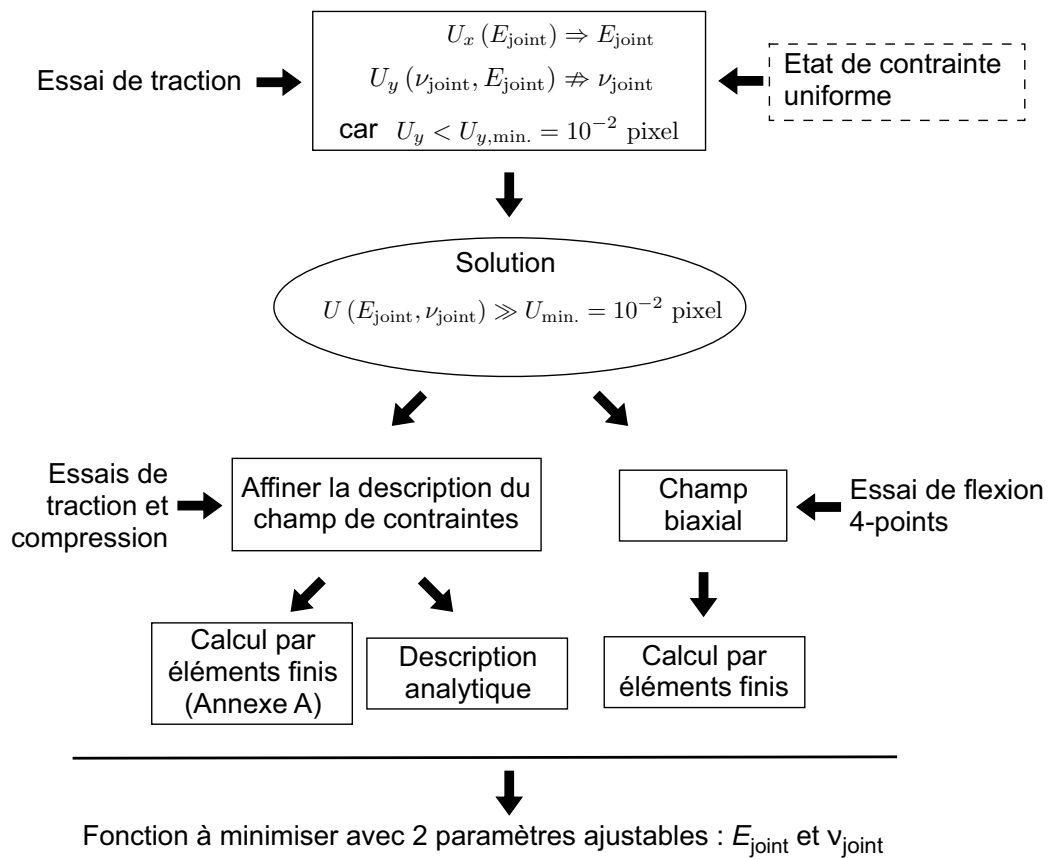


FIG. 4.6 – Schéma de synthèse de l'approche d'identification des constantes élastiques d'un joint d'assemblage

simple à réaliser pour des assemblages céramiques. Les résultats obtenus sont associés à une erreur acceptable qui est de l'ordre de 20 %, et qui correspond à la résolution du système de mesures par corrélation d'images. Ce résultat est comparable aux résultats obtenus par une autre technique de mesure locale, la nanoindentation, étant donné les incertitudes associées à chaque technique et les différences d'échelle de caractérisation. Le module réduit E_r obtenu par nanoindentation sur des éprouvettes identiques à celles de traction et flexion est $E_r = 177 \pm 13$ GPa. En supposant un coefficient de Poisson, $\nu_{\text{joint}} = 0.4 \pm 0.05$, le module d'Young du BraSiC est évalué à $E_{\text{joint}} = 211 \pm 25$ GPa.

La minimisation de la fonction \mathcal{J}_{3D} , considérant un champ triaxial dans les éprouvettes de traction simple et de compression hors-axe, indique des valeurs de module d'Young inférieures aux précédents essais, mais cette valeur tient compte de l'ensemble des éprouvettes de traction et compression (4 essais). Le coefficient de Poisson reste quant à lui à des niveaux comparables. L'approche, supposant un état de contrainte uniforme dans toutes les éprouvettes de traction et compression, conduit à des valeurs du module d'Young qui semblent surévaluées par rapport aux autres approches mais qui sont associées à une grande incertitude.

Dans cette étude, le joint de brasage a été considéré comme homogène et isotrope, malgré sa microstructure hétérogène. Le joint est un mélange eutectique de silicium et d'un siliciure d'un élément actif. Cette hypothèse a été fondée sur les résultats de nanoindentation effectuée sur chaque phase du mélange bi-phasé, et qui ont démontré une absence de contraste de propriétés élastiques des deux phases. La technique de corrélation d'images, dans les conditions d'essais présentées ici, n'aurait pas permis de montrer des différences de comportement entre les phases à partir des mesures de champ. Les niveaux de déplacement trop proches de la limite de résolution de la technique, et la résolution spatiale trop grande n'auraient pas différencié les constantes élastiques de chaque phase.

En outre, les observations microscopiques menées au cours du chargement des éprouvettes dans le domaine élastique, n'ont pas montré l'apparition de fissures dans le joint ou de décohésions au niveau de l'interface substrat-joint à ces échelles d'observation. L'hypothèse d'un champ des contraintes résiduelles faible est donc valable (cf. § 2.2.3.2 Chapitre 2). Celui-ci n'a donc pas perturbé le champ des déformations dans le joint BraSiC.

TAB. 4.2 – Synthèse des résultats

Essai	Référence	Etat de contrainte	Description	E_{joint} (GPa)	ν_{joint}
Traction	T01	uniforme	analytique	193 ± 23	-
Traction	T02	uniforme	analytique	199 ± 65	-
Traction	T03	uniforme	analytique	179 ± 61	-
Compression	C45	biaxial uniforme	analytique	116 ± 88	$0,62 \pm 0,93$
Traction et compression	\mathcal{J}_{3D}	triaxial uniforme	EF	113 ± 18	$0,42 \pm 0,05$
Flexion	\mathcal{J}_{4B}	non uniforme	EF	166 ± 35	$0,43 \pm 0,05$
Nanoindentation	-	-	-	179 ± 9^1	-

4.3 Propriétés de rupture

4.3.1 Résultats expérimentaux

Trois types d'essais sur des structures SiC-BraSiC-SiC ont été effectués, traction uniaxiale, traction hors-axe et flexion quatre-points. Les éprouvettes ont été sollicitées jusqu'à la rupture à déplacement imposé (cf. Chapitre 2). Dans tous les types d'essais, la rupture se déroule en deux phases. Comme le montre la Figure 4.7 dans le cas d'un essai de traction uniaxiale, il existe tout d'abord une phase d'amorçage d'une fissure à la contrainte $\sigma_{A,E}$, repérée par le début de l'émission acoustique (les courbes des essais de traction hors-axe et de flexion quatre-points sont présentées au paragraphe B.2.2 de l'Annexe B). Les deux capteurs d'émission acoustique ont permis de localiser la source d'émission. Celle-ci était située dans la région du joint. La résolution spatiale de l'appareillage, de l'ordre du millimètre, ne permet pas de conclure si l'amorçage de la fissure a lieu dans le joint ou à proximité du joint. L'analyse des éprouvettes *post mortem* a confirmée que l'origine de la rupture était localisée dans le joint ou à l'interface substrat-joint. Elle est suivie par la phase de propagation de la fissure. Contrairement aux cas des céramiques monolithiques, la rupture n'intervient pas immédiatement mais

¹La valeur donnée ici représente le module réduit obtenu par la technique de nanoindentation

est retardée. L'alliage de brasure s'endommage ou la fissure s'arrête.

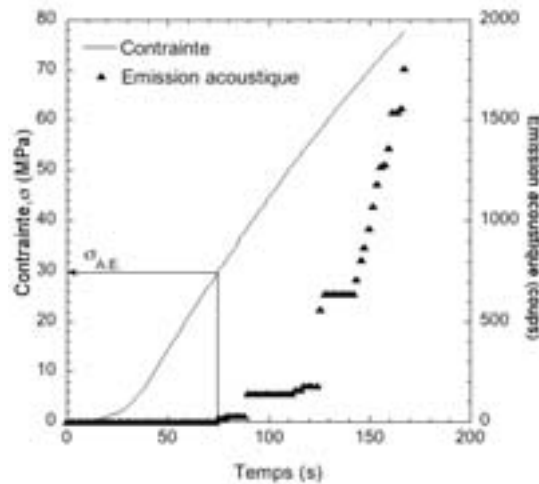


FIG. 4.7 – Evolution de la contrainte et suivi de l'endommagement par émission acoustique lors d'un essai de traction uniaxiale

Le Tableau 4.3 présente les valeurs moyennes des contraintes d'amorçage, $\bar{\sigma}_{A.E.}$, et de rupture, $\bar{\sigma}_R$ et l'écart-type, $\bar{\sigma}$. Pour les essais de flexion quatre-points, la contrainte a été calculée par la théorie des poutres et correspond ici à sa valeur maximale. Le paragraphe B.3.1 de l'Annexe B présente la comparaison des valeurs de contraintes maximales dans un assemblage SiC-joint-SiC soumis à de la flexion quatre-points, calculées théoriquement et déterminées par la méthode des éléments finis (cf. Figure B.4 Annexe B). Il apparaît que l'équation théorique des poutres fournit une approximation satisfaisante de la contrainte maximale dans le joint, mais ne permet en aucun cas de décrire le champ de contraintes dans le joint.

4.3.2 Origine de la rupture

Une analyse fractographique par microscopie optique des éprouvettes d'essais *post mortem* a permis de classer, pour toutes les configurations de chargement, les types de rupture. Celles-ci sont décrites aux Figures 4.8 et 4.9. Deux types de ruines sont exposées. Les ruptures référencées « *Rupture 1* » correspondent aux modes de propagation des fissures parallèle à l'axe du joint. Elles sont perpendiculaires à l'axe de

TAB. 4.3 – Valeurs des contraintes d'amorçage ($\sigma_{A.E.}$) et de ruine (σ_R) et modes de rupture pour les différents essais envisagés

Essai	$\bar{\sigma}_{A.E.}$ (MPa)	$\bar{\bar{\sigma}}_{A.E.}$ (MPa)	$\bar{\sigma}_R$ (MPa)	$\bar{\bar{\sigma}}_R$ (MPa)	<i>Rupture 1</i>	<i>Rupture 2</i>
Traction uniaxiale	35,5	10,7	61,8	14,9	11/11	0/11
Traction hors axe	23,9	5,1	63,5	10,5	4/8	4/8
Flexion 4-points	38,4	13,0	84,0	19,5	9/9	0/9

sollicitation pour les essais de traction uniaxiale (cf. Figure 4.8), et suivent l'inclinaison du joint dans le cas des essais de traction hors-axe (cf. Figure 4.9(a)). Les ruptures référencées « *Rupture 2* » ne concernent que les essais de traction hors-axe. Elles ont pour origine le centre du joint et s'étendent perpendiculairement à l'axe de sollicitation (cf. Figure 4.9(a)). Les éprouvettes de flexion non représentées ici, suivent un mode de propagation de type « *Rupture 1* » identique à celui des éprouvettes de traction uniaxiale.

Il est envisageable de penser que l'origine des ruptures référencées « *Rupture 1* » soit localisée à proximité des singularités de l'assemblage, c'est à dire au niveau des bords libres de l'éprouvette à l'interface SiC-BraSiC. En revanche, les ruptures référencées « *Rupture 2* » concernant les essais de traction hors-axe (cf. Figure 4.9(b)) ont leur origine au centre de l'éprouvette dans le joint de brasure. Lorsque deux matériaux aux propriétés thermo-mécaniques différentes sont assemblés, des champs de contraintes singuliers sont générés au niveau du bord libre de la structure à l'interface substrat-joint. Ces points singuliers sont le lieu de fortes surcontraintes qui peuvent générer l'amorçage de fissures. Dans le cas particulier de matériaux semi-infinis au comportement élastique, il est possible de déterminer analytiquement le champ de contrainte au niveau de la singularité en fonction des caractéristiques mécaniques des deux matériaux ou des paramètres de Dundur. Lorsque des situations non idéales sont abordées, géométrie particulière, structure finie, les approches théoriques sont limitées, et la description du champ par

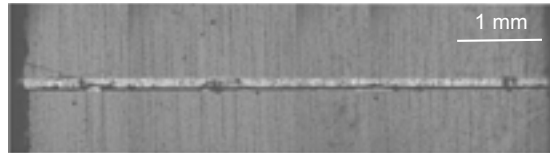
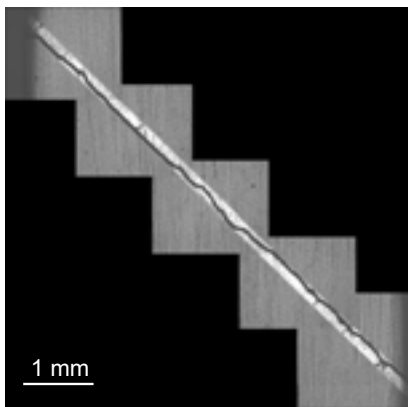


FIG. 4.8 – Description des modes de propagation des ruptures en traction uniaxiale
« *Rupture 1* »



(a) « *Rupture 1* »



(b) « *Rupture 2* »

FIG. 4.9 – Description des modes de propagation des ruptures en traction hors-axe :
cohésives dans le joint (a) et extension de la fissure dans le joint et le substrat (b)

la méthode des éléments finis est nécessaire. Ce travail concernant les caractéristiques de rupture du joint s'est limité à la détermination des propriétés caractéristiques de l'endommagement et de la rupture du matériau BraSiC.

On pourrait donc penser que les ruptures de type « *Rupture 1* » sont dues à un effet de la structure et les ruptures de type « *Rupture 2* » sont dues à un effet du matériau. Les contraintes d'amorçage correspondant aux ruptures référencées « *Rupture 2* » donnent donc la résistance à la rupture du joint $\bar{\sigma}_{A.E.} = 23,4 \pm 5,9$ MPa.

4.3.3 Analyse des contraintes d'amorçage

Lorsque l'ensemble des données des contraintes d'amorçage est examiné, on constate que ces valeurs sont assez proches. La distribution des contraintes d'amorçage est représentée dans un diagramme de Weibull à la Figure 4.10. En outre, les contraintes d'amorçage correspondant aux mécanismes de rupture du type « *Rupture 1* », dont l'origine est due à des singularités, sont plus élevées que celles impliquées dans les ruptures référencées « *Rupture 2* », ce qui est contradictoire avec l'hypothèse précédemment formulée. Le Tableau 4.3 montre en effet, que les contraintes d'amorçage déterminées pour les essais de traction uniaxiale et de flexion quatre-points sont supérieures à celles des essais de traction hors-axe. De plus, la Figure 4.11 représentant la distribution des contraintes d'amorçage pour les essais de traction hors-axe en fonction du type de rupture, ne montre pas de séparation évidente entre ces deux modes. Il faut donc admettre un effet supplémentaire pour expliquer la rupture plus basse des éprouvettes hors axe. Plusieurs hypothèses peuvent être formulées : un effet du cisaillement ou des défauts d'alignement malgré les précautions prises sont possibles ; un effet d'échelle, dû au fait que l'épaisseur du joint des éprouvettes hors axe est plus grand pourrait également expliquer la faiblesse des contraintes d'amorçage dans le cas des essais hors-axe.

Néanmoins, s'appuyant sur le fait que toutes les ruptures sont de nature cohésive, c'est à dire que du joint BraSiC est présent sur les deux faces des substrats SiC, et que les valeurs de contraintes d'amorçage sont proches pour tous les types d'essais, il a été décidé que ces données fournissent une estimation de la contrainte à rupture. La distribution statistique des contraintes d'amorçage a donc été examinée à l'aide de deux modèles : le modèle de Weibull et le modèle multiaxial basé sur l'estimation de la contrainte équivalente, σ_E .

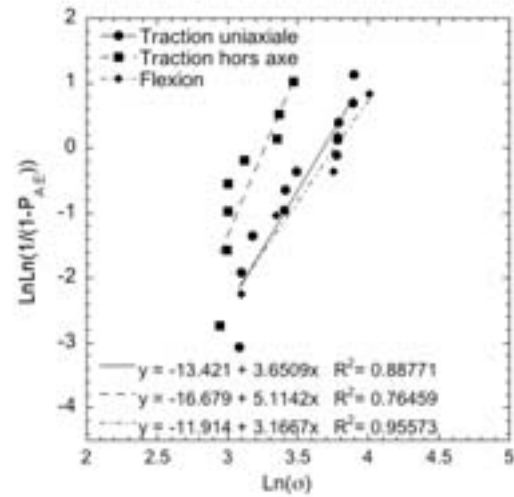


FIG. 4.10 – Distribution des contraintes d’amorçage dans un diagramme de Weibull

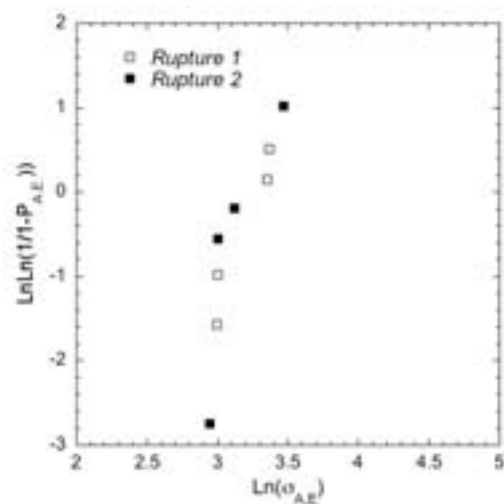


FIG. 4.11 – Distribution des contraintes d’amorçage dans un diagramme de Weibull pour les essais de traction hors-axe en fonction du type de ruine des éprouvettes

4.3.3.1 Modèle de Weibull

L'amorçage d'une fissure dans le joint peut être traitée par une approche probabiliste et suit la théorie du maillon le plus faible. En effet, des défauts existent dans le joint, défauts surfaciques, porosités dues au piégeage de gaz lors de l'élaboration. La distribution et la localisation de ces défauts dans la brasure est de nature aléatoire. La probabilité d'amorçage d'une fissure dans une structure Ω soumise à un champ uniaxial de contraintes peut être décrite *a priori* par une équation de Weibull [120],

$$P_{A.E} = 1 - \exp \left[-\frac{1}{V_0} \int_{\Omega} \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m dV \right] \quad (4.10)$$

où m est le module de Weibull, V_0 est le volume de référence pris égal à 1 mm^3 , σ_u une contrainte seuil prise égale à 0, et σ_0 le facteur d'échelle donné en MPa. Cette approche a été appliquée aux résultats d'essais de traction uniaxiale, de traction hors axe et de flexion 4-points. Par une régression au sens des moindres carrés, les paramètres m (module de Weibull) et σ_0 (facteur d'échelle) ont pu être déterminés. La Figure 4.10 et le Tableau 4.4 présentent respectivement ces résultats.

TAB. 4.4 – Paramètres de Weibull concernant l'amorçage de la fissuration dans le joint

Essai	Contrainte		V_0 (mm ³)	m	σ_0 (MPa)	R^2
	moyenne	V (mm ³)				
Traction uniaxiale	35,5	3,89	1	3,7	54,3	0,8877
Traction hors axe	23,9	9,39	1	5,1	40,8	0,7646
Flexion 4-points	38,4	1,95	1	3,2	32,6	0,9557

Le module de Weibull m est très proche dans le cas des essais de traction uniaxiale et de flexion 4-points et est centré autour de la valeur moyenne $\bar{m} = 3,45 \pm 0,25$. En revanche, ce dernier diffère notablement dans le cas des essais de traction hors axe $m = 5,1$. L'incertitude sur chaque paramètre m et σ_0 n'est pas excellente étant

donné les faibles valeurs des coefficients de détermination R^2 . Les éprouvettes de traction uniaxiale et de flexion 4-points sont issues de la même plaque d'assemblage. Ces éprouvettes ont donc subi les mêmes conditions expérimentales d'élaboration alors que les éprouvettes de traction hors axe sont issues d'une plaque différente élaborée séparément. En outre, l'épaisseur du joint d'assemblage est plus grande, $e = 215 \mu\text{m}$ dans les éprouvettes de traction hors axe et $e = 85 \mu\text{m}$ dans les éprouvettes de flexion 4-points et de traction uniaxiale. Les valeurs de σ_0 sont différentes. L'approche uniaxiale de Weibull n'est pas satisfaisante.

4.3.3.2 Modèle multiaxial

Dans cette approche, on considère que les défauts initiaux responsables de l'amorçage des fissures dans le joint BraSiC sont orientés aléatoirement et soumis à un champ de contrainte multiaxial. La probabilité d'amorçage d'une fissure, $P_{A.E}$, est alors décrite par l'Equation (4.11),

$$P_{A.E} = 1 - \exp \left[-\frac{1}{V_0} \int_V \left(\frac{\sigma_1}{S_0} \right)^m I_V \left(m, \frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \right) dV \right] \quad (4.11)$$

dans laquelle, m représente le module de Weibull, S_0 un facteur d'échelle exprimé en MPa et σ_1 , σ_2 , et σ_3 , les contraintes principales appliquées à l'élément de volume dV . Le paragraphe B.3.3 de l'Annexe B détaille cette approche basée sur l'expression de la contrainte élémentaire [121–123]. Le paramètre $I_V \left(m, \frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \right)$ est donnée à l'Equation (B.18) (Annexe B). Pour les essais de traction simple et de traction hors-axe, les contraintes principales σ_2 et σ_3 sont nulles. Pour les essais de flexion quatre-points, l'hypothèse est faite que seule la contrainte de traction induit l'amorçage d'une fissure. Le paramètre $I_V \left(m, \frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \right)$ est équivalent à $I_V(m, 0, 0)$ exprimé à l'Equation (B.19) (Annexe B). Le Tableau 4.5 présente les paramètres identifiés pour les trois types d'essais.

L'approche multiaxiale donne des facteurs d'échelle S_0 voisins. Elle semble donc plus appropriée pour traiter l'ensemble des données des différents essais. Considérant que toutes les contraintes d'amorçage sont caractéristiques de la rupture du matériau, m et S_0 déterminés par cette méthode représentent les paramètres statistiques intrinsèques du matériau. Le facteur d'échelle S_0 pour les essais de flexion semble sous évalué, cependant une hypothèse forte sur l'état de contrainte dans le joint a été formulée. Un calcul par la méthode des éléments finis aurait été nécessaire.

TAB. 4.5 – Paramètres multiaxiaux identifiés en fonction du type d'essai

Essai	V (mm ³)	m	I_V	S_0 (MPa)
Traction uniaxiale	3,89	3,7	0,0818	27,6
Traction hors-axe	9,39	5,1	0,0340	21,0
Flexion quatre-points	1,95	3,2	0,1132	16,5

4.3.4 Propagation et rupture ultime

Dans le cas des essais de traction uniaxiale, et de flexion 4-points, un seul mécanisme de fissuration se produit. La localisation par émission acoustique et les analyses fractographiques montrent que la fissuration s'amorce toujours dans le joint. Le mode de fissuration suivant l'axe du joint perpendiculaire à l'axe de sollicitation est le mode I, mode d'ouverture qui est le mode de fissuration le plus critique. En revanche dans le cas des essais de traction hors axe, les deux types de rupture correspondent à deux mécanismes de fissuration différents. Les fissurations référencées «*Rupture 1*» et «*Rupture 2*» sont équitablement réparties. L'orientation du joint et des fissures initiales (c'est à dire les fissures présentes après la phase d'amorçage) jouent alors un rôle déterminant. En effet, une fissure initiale, au centre du joint, orientée perpendiculairement à l'axe de sollicitation se propagera suivant un mode I perpendiculairement à l'axe de sollicitation. La contrainte locale d'ouverture est $\sigma_n = \sigma$. Une fissure initiale au voisinage de l'interface substrat-joint et orientée parallèlement à l'interface et au joint se propage en mode mixte (I+II) suivant l'axe du joint dans une direction d'angle θ par rapport à l'axe de sollicitation (l'angle θ est l'angle de brasage, ici $\theta = \pi/4$). La contrainte d'ouverture σ_n vaut alors $\sigma_n = \sigma \cos^2(\theta) = \sigma/2$, et la contrainte de cisaillement est $\tau = \sigma \cos(\theta) \sin(\theta) = \sigma/2$. La contrainte multiaxiale équivalente (cf. § B.3.3 Annexe B) est $\sigma_E = [\sigma_n^4 + 6\tau^2\sigma_n^2 + \tau^4]^{\frac{1}{4}} = \sigma/2^{\frac{1}{4}} = 0,84 \sigma$.

Par ailleurs, les valeurs de contraintes à rupture ultime pour les différents essais sont dispersées, leur écart-type est important. La Figure 4.12 présente la distribution des contraintes à la rupture ultime. Elle reflète la dispersion dans la longueur critique atteinte par la fissure dans le joint. Il est important de noter que la théorie du maillon le plus faible ne peut être appliquée dans ce cadre (cf. § B.4.2 Annexe B).

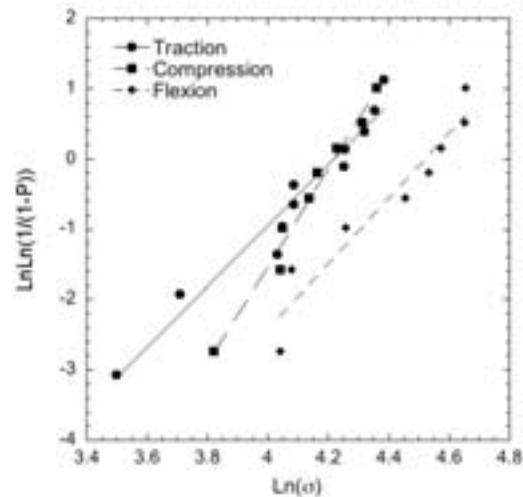


FIG. 4.12 – Représentation dans un diagramme de Weibull des contraintes à rupture

4.3.5 Modélisation de l'effet de la microstructure

Plusieurs mécanismes peuvent interpréter la propagation et/ou l'arrêt des fissures (effet R). La propagation stable de la fissuration dans le joint BraSiC peut être expliquée par la présence de pores et d'inclusions gazeuses dues à l'élaboration du matériau. Cette approche basée sur l'évaluation du facteur de concentration des contraintes K_T est présentée au paragraphe B.4.3 de l'Annexe B. Il apparaît que les vides peuvent arrêter les fissures à condition qu'ils soient présents en grand nombre et que leur rayon de courbure soit suffisamment différent, de sorte que la fissure puisse rencontrer des vides ayant un rayon de courbure de plus en plus grand. Le modèle présenté ici est fondé sur la propagation de fissures dans des matériaux dont la microstructure est aléatoire [89, 124].

Le matériau BraSiC est un mélange eutectique constitué de deux phases à base de silicium. L'orientation et la taille de ces deux phases sont des variables aléatoires par rapport à un repère donné. Ainsi, les caractéristiques mécaniques de chaque phase, et en particulier la ténacité, deviennent également des variables aléatoires constantes sur chaque phase. Cette démarche suit l'approche proposée par Charles et Hild [89, 95] dans la modélisation de la propagation de fissures dans des matériaux fragiles. L'hypothèse

est alors faite que le chemin de fissuration dans le matériau BraSiC est une ligne prédéfinie, dont l'intersection avec une phase est un segment de longueur constante $1/\lambda$ (cf. Figure 4.13).

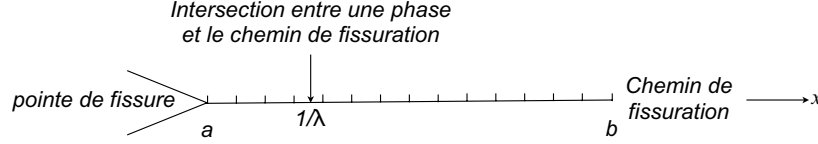


FIG. 4.13 – Intersection entre le milieu et le chemin de fissuration [89, 95, 125]

Considérant une fissure de longueur a dans l'alliage de brasure BraSiC soumis à un mode I de fissuration, celle-ci se propagera à travers une phase si la relation suivante est vérifiée

$$K_I(a) > K_c \quad (4.12)$$

dans laquelle $K_I(a)$ est le facteur d'intensité des contraintes de la fissure, et K_c la ténacité locale de la phase situé en pointe de fissure. Il est alors montré que la probabilité d'extension, $P(a, b)$, d'une fissure d'une longueur a à une longueur b , peut être exprimée par l'équation suivante [89, 95],

$$P(a, b) = \exp \left[\lambda \int_a^b \ln (P(K_I(x) > K_c)) dx \right]. \quad (4.13)$$

La densité de probabilité h_{K_c} associée aux ténacités permet alors d'explicitier la fonction précédente. Il est choisi de décrire cette fonction par une loi Bêta dans laquelle $B(\alpha, \beta)$ est une fonction eulérienne de première espèce ($\alpha > 0$ et $\beta > 0$) [126]. K_c^{\min} et K_c^{\max} sont des réels bornant la ténacité pour tout le matériau

$$h_{K_c}(K) = \frac{(K - K_c^{\min})^{\alpha-1} (K_c^{\max} - K)^{\beta-1}}{(K_c^{\max} - K_c^{\min})^{\alpha+\beta-1} B(\alpha, \beta)}. \quad (4.14)$$

Les paramètres α et β sont des paramètres reliés à la valeur moyenne et à l'écart type de la ténacité du matériau,

$$\begin{cases} \overline{K_c} &= \frac{\alpha}{\alpha+\beta} K_c^{\max} + \frac{\beta}{\alpha+\beta} K_c^{\min} \\ \overline{\overline{K_c}} &= \frac{K_c^{\max} - K_c^{\min}}{\alpha+\beta} \sqrt{\frac{\alpha\beta}{\alpha+\beta+1}} \end{cases}. \quad (4.15)$$

Le Tableau 4.6 présente les différents paramètres choisis pour la fonction h_{K_c} pour les essais de traction uniaxiale et hors axe. Les essais de flexion 4-points n'ont pas

été traités par cette approche. En première approximation, on considère que la fissure initiale est soumise à une contrainte locale d'ouverture perpendiculaire à l'axe du joint. Ce chargement est alors similaire au cas de la traction uniaxiale. Les ténacités moyennes \overline{K}_c ont été déterminées à partir d'un modèle de distribution aléatoire des défauts présentés au paragraphe B.3.2. L'Equation (B.10) (Annexe B) relie la ténacité, à une contrainte seuil S_u , prise égale à la plus faible des contraintes d'amorçage de chaque essai, et à la taille maximale des défauts a_M surestimée à l'épaisseur du joint de brasure.

TAB. 4.6 – Paramètres de la fonction de densité de probabilité h_{K_c} associée aux ténacités

	Traction uniaxiale	Traction hors-axe « Rupture 2 »	Traction hors-axe « Rupture 1 »
\overline{K}_c (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	0,17	0,22	1,86
$\overline{\overline{K}}_c$ (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	0,10	0,10	1,80
K_c^{\min} (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	0	0	0
K_c^{\max} (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	0,50	1	4
α	1,15	3,55	0,10
β	2,23	12,59	0,12
$\frac{1}{\lambda}$ (μm)	5	15	15

Dans le cas de la traction uniaxiale, la valeur moyenne des ténacités est fixée à $\overline{K}_c = 0,17$ MPa $\sqrt{\text{m}}$. Cette valeur est surestimée, mais cela n'a pas d'importance car le modèle est employé pour montrer que la microstructure peut permettre l'arrêt des fissures. Le facteur d'intensité des contraintes $K_I(a)$ est donné par la relation suivante,

$$K_I(a) = \sigma\sqrt{\pi a}. \quad (4.16)$$

La contrainte locale σ appliquée sur la fissure de longueur a dépend du chargement global de la structure assemblée. La Figure 4.14 présente dans la configuration de traction uniaxiale, la probabilité de propagation d'une fissure d'une longueur a à une longueur b en fonction du paramètre adimensionné $\lambda(b-a)$ pour différents chargements. Le chargement est pris constant et égal à la contrainte moyenne d'amorçage d'une fissure

déterminé précédemment $\sigma = \sigma_1 = 35,5$ MPa ; la probabilité d'extension est également évaluée dans le cas où le chargement augmente avec l'accroissement de la taille de la fissure, $\sigma = \sigma_2(\lambda)$ et $\sigma = \sigma_3(\lambda)$. Plus le chargement est critique, plus la probabilité d'extension est grande. Dans le cas du chargement le plus défavorable, la probabilité de propagation devient constante lorsque $\lambda(b-a) = 4$ est atteint. La valeur du facteur d'intensité des contraintes, K_c , associé à cette configuration est devenue supérieure à la valeur de K_c^{\max} . La propagation devient alors déterministe.

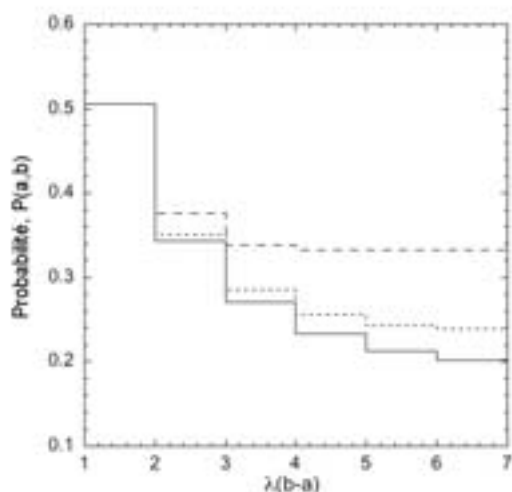


FIG. 4.14 – Probabilité d'extension d'une fissure d'une longueur a à une longueur b : $\sigma = \sigma_1$ (—), $\sigma = \sigma_2(\lambda)$ (---), $\sigma = \sigma_3(\lambda)$ (- -)

Dans le cas des essais de traction hors axe deux mécanismes de rupture sont à envisager. Concernant les ruptures de type « *Rupture 2* », le facteur d'intensité des contraintes est donné par l'Equation (4.16). Le chargement est identique au cas de la traction uniaxiale. La fissure initiale est située au centre du joint. La valeur moyenne des ténacités est choisie égale à celle déterminée dans le Tableau 4.6. La Figure 4.15 présente la probabilité de propagation d'une fissure dans cette configuration.

Pour les ruptures de type « *Rupture 1* », la fissure initiale est située au voisinage de l'interface et est orientée suivant l'axe du joint. Le facteur d'intensité des contraintes est alors donnée par la relation,

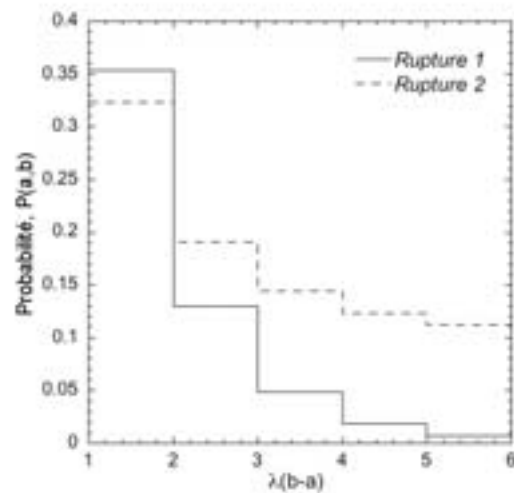


FIG. 4.15 – Probabilité d’extension d’une fissure d’une longueur a à une longueur b en fonction du mécanisme de rupture à chargement constant $\sigma = 23,9$ MPa

$$K_I(a) = \sigma \cos^2 \theta \sqrt{\pi a} = \frac{\sigma}{2} \sqrt{\pi a} \quad (4.17)$$

où l’angle θ est l’angle que fait l’axe du joint et l’axe de sollicitation ($\theta = \pi/4$ dans la présente étude). Le chargement appliqué sur la fissure est alors moins critique dans cette configuration que dans le cas du mécanisme de fissuration du type « *Rupture 2* ». Puisque la propagation intervient au voisinage de l’interface substrat-joint, il a été choisi de fixer une valeur moyenne des ténacité et un écart-type associés supérieurs aux cas précédents. En effet, le chemin de fissuration peut se situer alternativement dans des phases de l’alliage de brasure ou dans des grains du substrat de carbure de silicium. Ceci étant dû à la rugosité des matériaux ou aux inclusions de SiC dans l’alliage de brasure.

Bien que le chargement soit plus faible dans le cas de la « *Rupture 1* » que dans celui de la « *Rupture 2* », l’hypothèse est faite que seul le mode I participe à l’extension de la fissure, les probabilités de propagation suivant chaque mécanisme sont très proches comme le montre la Figure 4.15. Un tel modèle montre que pour un chargement donné, la microstructure du joint peut ou non arrêter une fissure. Il permet en outre, de justifier l’équiprobabilité des deux mécanismes de fissurations observées dans le cas des essais de traction hors axe.

4.4 Conclusion

L'analyse des propriétés mécaniques du joint de brasure BraSiC a permis d'une part, de déterminer le module d'Young $E_{\text{BraSiC}} = 140 \pm 37$ GPa (issu des essais référencés \mathcal{J}_{3D} et \mathcal{J}_{4B}) et le coefficient de Poisson $\nu_{\text{BraSiC}} = 0,40 \pm 0,05$ de l'alliage de brasure, et d'autre part, de déterminer les propriétés de rupture du joint, d'interpréter des mécanismes de ruine et d'envisager des scénarii d'endommagement.

Une méthode d'analyse des déformations et de mesure des propriétés élastiques d'un joint de faible volume a été développée à l'aide du logiciel **Correli**^{LMT}. La technique de corrélation d'images associée à un microscope optique a permis de déterminer de très faibles déformations ($< 10^{-4}$) à l'échelle du micromètre.

La rupture du joint de brasage BraSiC se déroule en deux phases, une phase d'amorçage dans un premier temps suivie d'une phase d'une propagation stable de la fissure. Il semble difficile de statuer sur l'origine de la rupture. Il n'est pas certain que l'amorçage des fissures se produise au niveau d'une singularité à l'interface substrat-joint près du bord libre des éprouvettes. Seules quatre ruptures sur l'ensemble des essais effectués se sont produites à partir du centre du joint dans les éprouvettes de traction hors-axe. Une contrainte d'amorçage caractéristique du matériau est estimée de l'ordre de $23,4 \pm 5,9$ MPa. La technique de corrélation d'images aurait pu être un moyen de détection de l'apparition de l'endommagement dans le joint. Malheureusement, l'amorçage de la fissure ne s'est jamais produite dans la zone d'analyse.

Différentes approches ont été utilisées pour analyser la distribution statistique des contraintes d'amorçages et estimer les paramètres statistiques du BraSiC. En outre, des modèles ont été proposés pour interpréter la propagation de la fissure et l'effet R observé. Ces mécanismes d'arrêt sont liés à la microstructure du matériau d'assemblage. Les pores de la brasure ou la répartition des phases dans le mélange eutectique bi-phasé peuvent constituer des obstacles sur le chemin des fissures.

Enfin, ces propriétés du joint d'assemblage vont permettre l'analyse du comportement mécanique de structures plus complexes telles que les assemblages de sub-

strats composites SiC_f/SiC . Elles pourront également intervenir comme données caractéristiques dans des calculs de structures.

Chapitre 5

Analyse du comportement mécanique d'assemblages CMC brasés : application au système SiC_f/SiC -BrasiC- SiC_f/SiC

5.1 Introduction

Les précédents chapitres ont permis d'identifier les propriétés élastiques et de rupture du joint BraSiC dans des assemblages modèles SiC-BraSiC-SiC. Connaissant ces caractéristiques, l'objectif de ce chapitre est de comprendre et d'analyser les mécanismes d'endommagement et de rupture de structures assemblées composites SiC_f/SiC -BrasiC- SiC_f/SiC . Les géométries et les chargements appliqués à ces structures ont été choisis pour leurs configurations proches de situations et conditions réelles.

Les quatre types d'éprouvettes et d'essais retenus pour l'analyse du comportement mécanique d'assemblages CMC SiC_f/SiC brasés sont décrits dans le Chapitre 2. Ils correspondent à des situations réelles existantes sur des pièces en service. Ainsi toutes les éprouvettes d'assemblage élaborées à partir de substrats CMC sont brasés sur le revêtement protecteur ou « *seal-coat* » des matériaux SiC_f/SiC . Aucune éprouvette n'a été assemblée bout à bout perpendiculairement aux fibres longitudinales (sens 1) ou transversales (sens 2)¹ car, d'une part, cela serait technologiquement difficile, et

¹L'orientation d'un matériau composite dans un repère (O, x, y, z) de l'espace peut être donnée par le sens de son architecture fibreuse. Le sens 1, noté (1) correspond au sens des fibres longitudinales, le

d'autre part, ne correspondrait pas à des configurations industrielles envisageables. La Figure 5.1 présente les différentes pièces testées. Les sollicitations mécaniques suivantes ont été appliquées à ces géométries : des essais de flexion 3-points suivant le sens (3) avec l'axe du joint parallèle à l'axe neutre (cf. Figure 5.1(a)), des essais de traction/arrachement suivant le sens (3) sur des éprouvettes en forme « cornière » (cf. Figure 5.1(b)), des essais de compressions parallèlement au sens (1) sur des éprouvettes de double cisaillement (cf. Figure 5.1(c)) et des éprouvettes RCI « *Résistance au Cisaillement Interlaminaire* » (cf. Figure 5.1(d)). Ces essais étaient destinés à comprendre et déterminer le comportement mécanique d'assemblages CMC-BraSiC-CMC.

5.2 Flexion 3-points

5.2.1 Résultats d'essais

La Figure 5.2 présente les courbes de comportement contrainte-déplacement pour des assemblages CMC brasés et un matériau SiC_f/SiC brut de dimensions $4 \times 4 \times 50 \text{ mm}^3$. Lors des essais sur les composites assemblés et le composite brut, les appuis inférieurs sont espacés de 40 mm et le couteau supérieur est situé au centre des éprouvettes. Le Tableau 5.1 rappelle les différentes configurations des essais de flexion 3-points effectués et les contraintes à rupture. L'hypothèse est faite que la contrainte à rupture est la contrainte maximale exercée sur une poutre de section $b \times h$ soumise à un effort F en flexion 3-points dont les appuis sont espacés d'une distance l et qu'elle est donnée par

$$\sigma_{\max} = \frac{4Fl}{3bh^2}. \quad (5.1)$$

Cela représente une approximation qui ne tient pas compte de l'endommagement du composite. La solution exacte nécessite un calcul non linéaire par la méthode des éléments finis. Les valeurs obtenues par Calard [127] pour un composite SiC_f/SiC étaient de l'ordre de 350 MPa (distance entre appuis 80 mm).

Le comportement de l'assemblage est semblable à celui du matériau composite. On pouvait s'y attendre, compte tenu que le joint se trouvait au niveau de l'axe neutre. Cependant, il peut avoir une influence sur le comportement mécanique au fur et à mesure que l'axe neutre se déplace quand le substrat CMC s'endommage dans la zone

sens 2, noté (2) à celui des fibres transversales. Le sens 3, noté (3) correspond au sens de la normale au plan des fibres, c'est le sens de l'empilement des couches de plans de fibres.

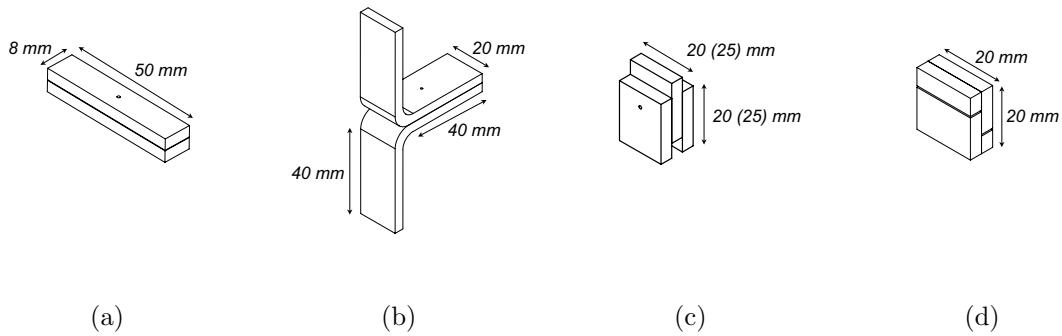


FIG. 5.1 – Géométries et sollicitations mécaniques sur pièces CMC brasées : flexion 3-points (a), traction/arrachement sur cornière (b), double cisaillement (c) et cisaillement RCI (d)

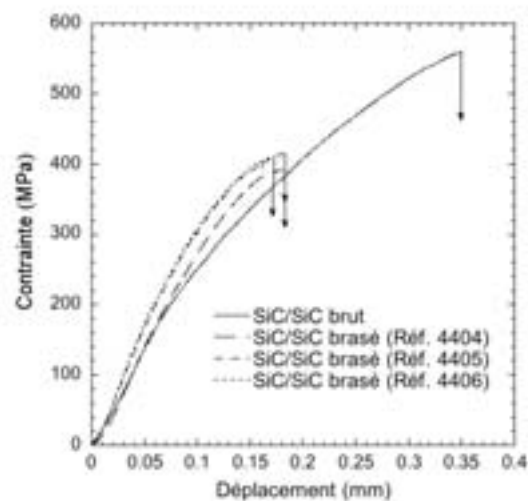


FIG. 5.2 – Comparaison des courbes d'essais de flexion 3-points d'un composite SiC/SiC et de composites SiC/SiC assemblés

TAB. 5.1 – Contraintes à rupture, σ_R , des éprouvettes de flexion 3-points

Référence	σ_R (MPa)
SiC _f /SiC-BraSiC-SiC _f /SiC (4404)	390
SiC _f /SiC-BraSiC-SiC _f /SiC (4405)	414
SiC _f /SiC-BraSiC-SiC _f /SiC (4406)	410
SiC _f /SiC brut	559
SiC _f /SiC brut [127]	350

en traction. Cependant, il est important de noter que la rupture s'est produite pour une contrainte plus faible que le matériau brut (entre axe 40 mm), et comparable à des résultats obtenus pour un autre SiC_f/SiC [127] (entre axe 80 mm). Le matériau brut testé ici, a des dimensions faibles par rapport aux essais menés sur les assemblages et ceux présentés dans la littérature, un effet d'échelle peut expliquer cette valeur élevée de contrainte à rupture. Après rupture, l'éprouvette est cassée suivant un axe perpendiculaire au joint de brasage qui macroscopiquement ne semble pas affecté. Le joint d'assemblage n'est pas l'origine de la rupture des éprouvettes SiC_f/SiC-BrasiC-SiC_f/SiC en flexion 3-points (cf. Figure 5.1(a)). La macro-fissure semble avoir pour origine un trou d'usinage présent dans le composite pour des raisons d'élaboration. Des analyses locales doivent confirmer cette hypothèse.

5.2.2 Analyse par corrélation d'images

L'essai référencé 4406 a été équipé d'un dispositif optique (microscope métallographique et caméra numérique) qui a permis d'une part de photographier au cours du chargement des zones particulières de l'éprouvette (cf. Figure 5.3), et d'autre part de déterminer par post-traitement des images numériques enregistrées les champs de déformations à l'aide de l'algorithme de corrélation **Correli**^{LMT}.

Ainsi, les déformations de traction ϵ_{yy} , qui sont les plus importantes dans un essai de flexion, ont été relevées suivant l'axe $y = y_1$ (cf. Figure 5.3) en fonction de l'effort appliqué sur l'éprouvette comme le présente la Figure 5.4. Il est intéressant de noter que l'on retrouve par méthode optique le gradient des déformations ϵ_{yy} qui s'exerce suivant l'axe x . Le joint de brasage situé initialement au voisinage de l'axe neutre en

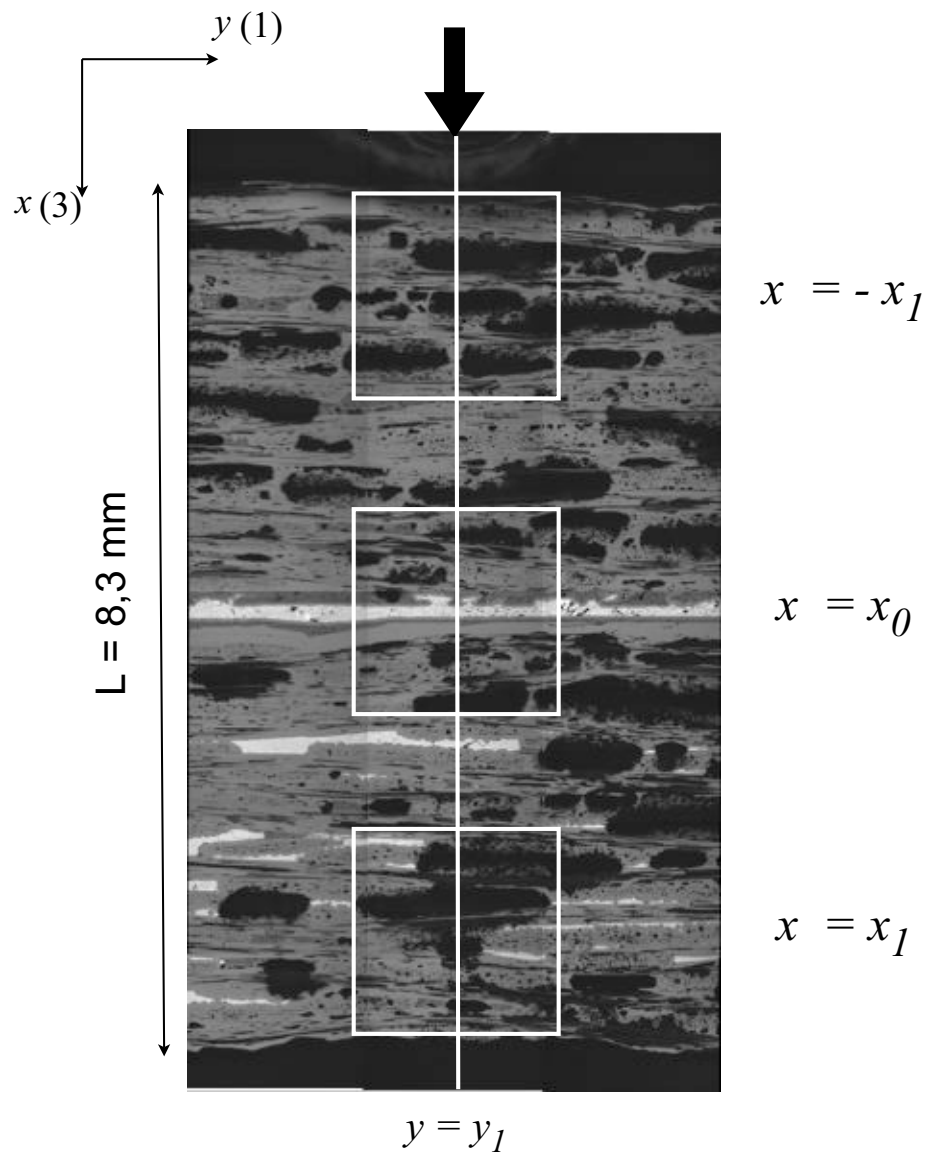


FIG. 5.3 – Micrographie optique des éprouvettes de flexion 3-points et zones d'observations des calculs par corrélation d'images

$x = 0$ mm subit des déformations en compression au début du chargement puis de traction à la fin de l'essai. Cependant, le niveau de ces déformations reste très faible puisqu'il ne dépasse pas 10^{-3} en valeur absolue. Le niveau des déformations atteint au maximum sur le substrat CMC dans la zone de traction en $x = 3,705$ mm, la valeur $\epsilon_{yy} = 4 \times 10^{-3}$. Etant donné que les substrats composites s'endommagent, la position de l'axe neutre varie au cours de l'essai, c'est pourquoi le joint peut subir des contraintes de fermeture puis d'ouverture suivant l'axe y .

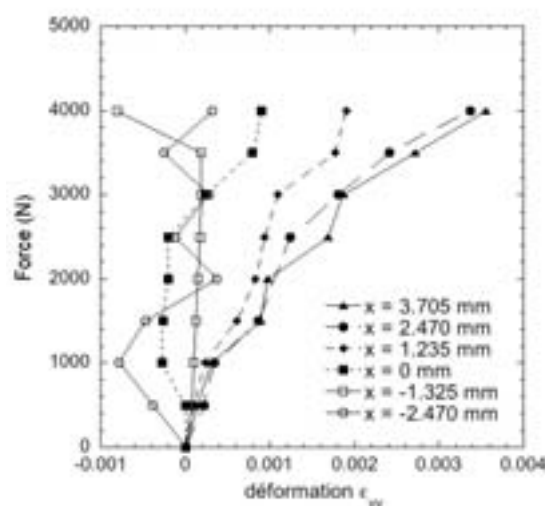


FIG. 5.4 – Déformation ϵ_{yy} mesurée par une jauge optique sur l'axe $y = y_1$

En outre, une cartographie des champs de déformation suivant l'axe vertical x et l'axe horizontal y a été effectuée par la méthode de corrélation d'images. Ces cartographies ont été réalisées dans une zone « CMC » en traction en $x = x_1$ afin de suivre au cours de l'essai l'évolution de l'endommagement dans le substrat CMC. Elles ont été effectuées dans une zone « CMC-joint » en $x = x_0$ (cf. Figure 5.3), afin de valider les hypothèses formulées quant à l'endommagement du matériau dans la zone interfaciale.

Ainsi, dans la zone « CMC » en $x = x_1$, les déformations suivant l'axe x restent faibles au cours du chargement (cf. Figure 5.5). Quelques fissures parallèles à l'axe y semblent créées à des niveaux de force proches de la rupture $F = 4000\text{N}$. En revanche, en ce qui concerne le champ de déformation suivant l'axe y les phénomènes sont plus lisibles et plus marqués car ils atteignent des niveaux de déformation plus

importants (cf. Figure 5.6). En effet, des fissures parallèles à l'axe x , apparaissent dès que les efforts atteignent $F = 3000$ N. Ce réseau de fissures se densifie au voisinage de la charge maximale. Connaissant la taille des zones observées (la taille des images est de 1024×1280 pixels et le grandissement optique est de 1 pixel = $1,66 \mu\text{m}$), il est possible d'évaluer un pas de fissuration moyen p dans le substrat CMC qui est d'environ $p = 140 \mu\text{m}$.

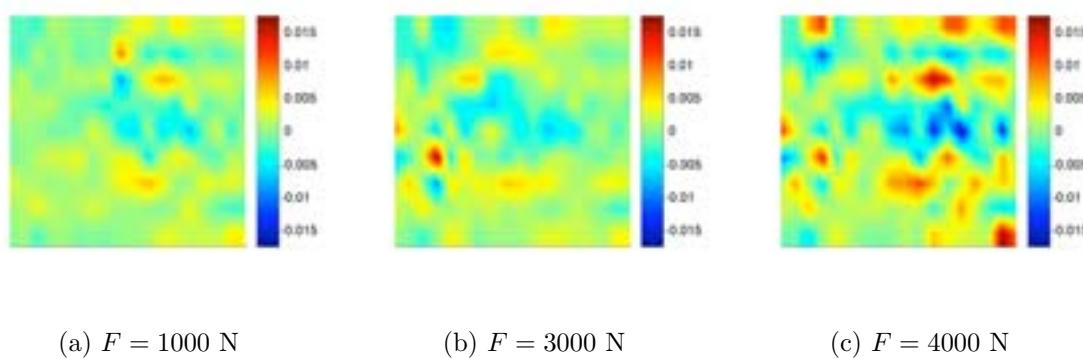


FIG. 5.5 – Champ de déformation ϵ_{xx} déterminé par corrélation d'images en $x = x_1$

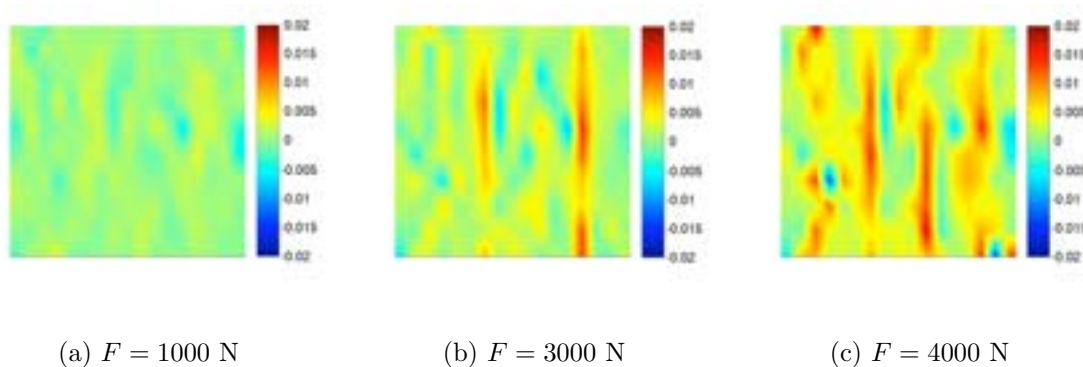


FIG. 5.6 – Champ de déformation ϵ_{yy} déterminé par corrélation d'images en $x = x_1$

En ce qui concerne la zone « *CMC-joint* » en $x = x_0$, les niveaux de déformations sont beaucoup plus faibles que dans la zone décrite précédemment. Aucune fissure n'est détectable parallèle à l'axe x même pour les valeurs d'effort élevées (cf. Figure 5.8). Sur la Figure 5.7, on peut penser que des fissures s'ouvrent parallèlement à l'axe y .

Cependant les niveaux de déformations et donc de contraintes relevées ne permettent pas d'engendrer de telles fissures. Elles sont certainement dues à un endommagement initial qui a pu se produire lors de l'élaboration des éprouvettes.

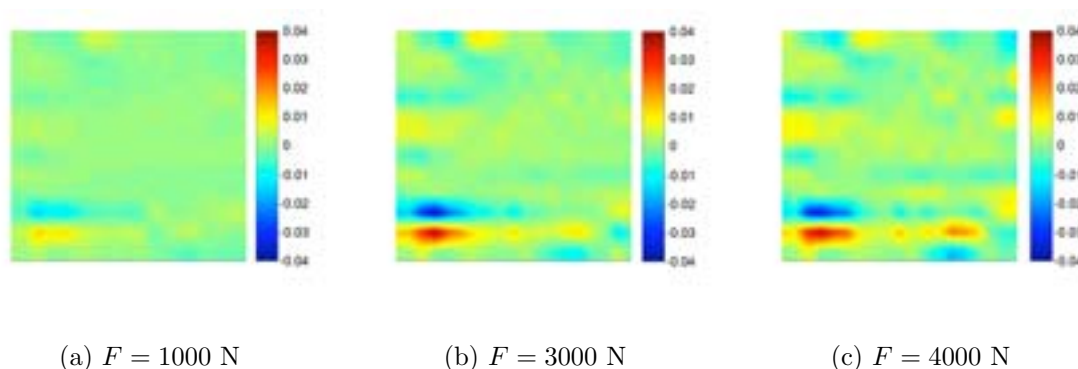


FIG. 5.7 – Champ de déformation ϵ_{xx} déterminé par corrélation d'images en $x = x_0$

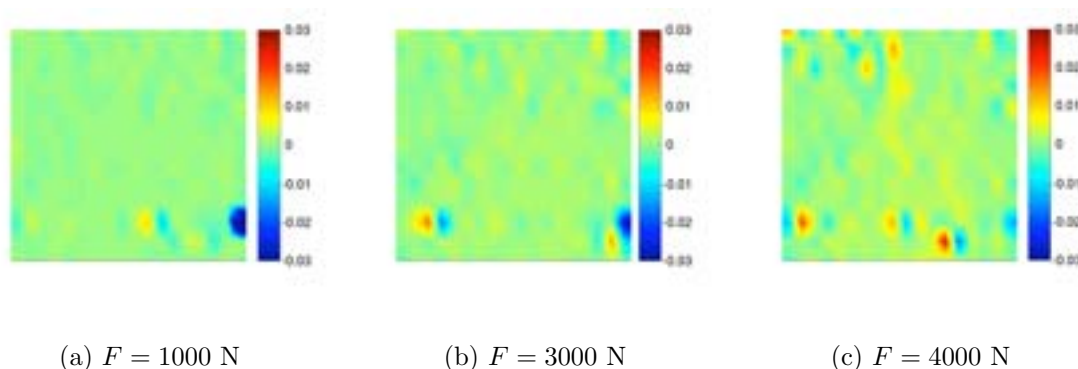


FIG. 5.8 – Champ de déformation ϵ_{yy} déterminé par corrélation d'images en $x = x_0$

5.2.3 Observations fractographiques

Des observations fractographiques *post mortem* des éprouvettes ont été effectuées dans différentes zones du matériau, en $x = x_1$, $x = x_0$ et $x = -x_1$ (cf. Figure 5.3). Ces observations permettent de statuer sur les mécanismes de ruine des assemblages brasés sollicités en flexion 3-points et sont corrélées au suivi de l'endommagement réalisé *in situ* au cours du chargement et déterminé par corrélation d'images.

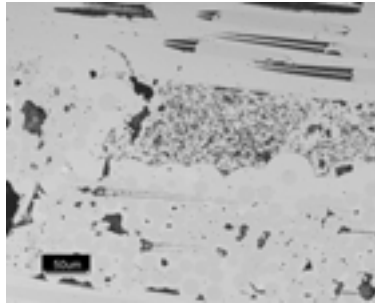
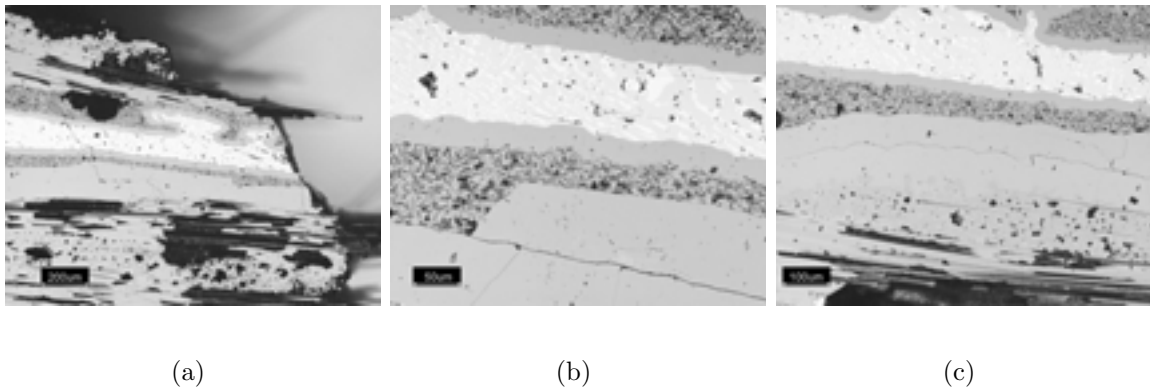
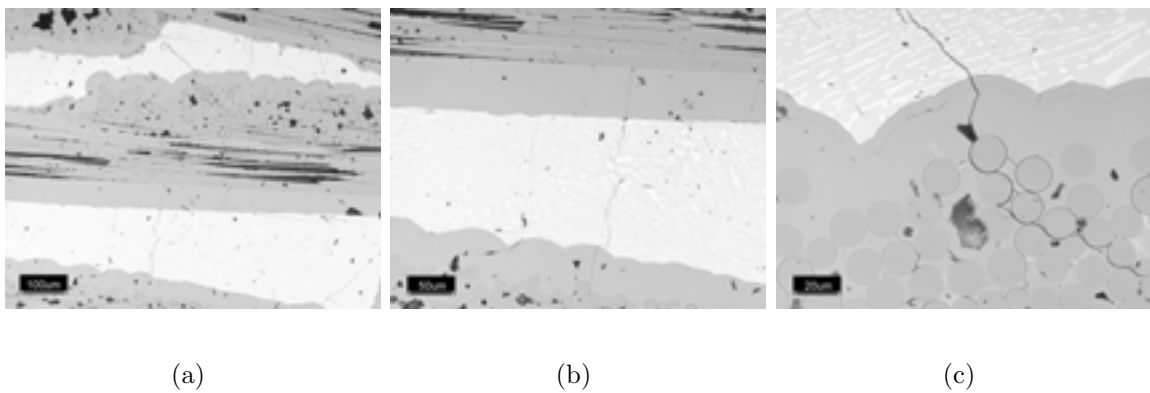
Dans la zone d'abscisse $x = -x_1$, zone en compression suivant l'axe y , aucun endommagement n'est décelable en microscopie optique au grandissement choisi (cf. Figure 5.9).

Au voisinage du joint, dans la zone d'abscisse $x = x_0$, des fissures parallèles à l'axe y (sens 1) sont identifiables. Elles sont généralement localisées dans l'avant dernière couche de matrice SiC. En outre, quelques fissures isolées parallèles à l'axe x et non déviées traversent le joint. De plus, on note que la macrofissure engendrant la ruine est parallèle à l'axe x , elle a traversé le joint de brasure, mais n'a pas été déviée à l'interface SiC(CMC)-BraSiC. Par ailleurs, aucune décohésion à l'interface substrat-joint n'est observable (cf. Figure 5.10).

Dans la zone d'abscisse $x = x_1$, zone dans laquelle le champ de traction ϵ_{yy} est le plus fort, un certain nombre de phénomènes sont identifiables. Ainsi, on peut remarquer la présence d'un réseau de fissures dans la matrice SiC inter-plis dues à la contrainte d'ouverture s'exerçant suivant l'axe y . De plus, des fissures apparaissent au niveau de la liaison fibre/matrice parallèlement aux fils transverses (sens 2) (cf. Figure 5.11). On peut signaler également la présence de quelques ruptures de fibres longitudinales (sens 1), cependant cela demeure des épiphénomènes. Enfin, il est intéressant de signaler que des zones de brasure sont présentes dans cette partie du matériau éloignée du joint d'assemblage. En effet, l'alliage de brasure liquide s'est infiltré par la porosité, venant combler des lacunes au sein des substrats. Dans ces zones de brasure, existent des fissures parallèles à l'axe x . En revanche, aucune déviation de fissure aux interfaces SiC/BraSiC de ces zones n'a été observée. Cette remarque confirme les observations faites dans la zone du joint en $x = x_0$, où l'on ne pouvait constater de décohésion à l'interface SiC-BraSiC. La liaison SiC-BraSiC est donc forte.

5.2.4 Scénario d'endommagement

Au regard des observations précédentes, il a été montré que la liaison BraSiC-SiC est forte. En appliquant un critère de rupture, il est alors possible d'évaluer son intensité. En effet, Pompidou a développé par une approche numérique et analytique un critère de déviation ou de non déviation de fissures à l'interface dans des matériaux multicouches en fonction des propriétés élastiques et de rupture des différents constituants du matériau et de la liaison [128, 129]. Ce critère étant réciproque, il est alors possible d'évaluer l'intensité de la liaison connaissant la nature de la propagation de la

FIG. 5.9 – Micrographie optique *post mortem* des éprouvettes de flexion en $x = -x_1$ FIG. 5.10 – Micrographie optique *post mortem* des éprouvettes de flexion en $x = -x_0$ FIG. 5.11 – Micrographie optique *post mortem* des éprouvettes de flexion en $x = -x_1$

fissure au niveau de l'interface. La Figure 5.12(a) représente la configuration de l'endommagement du matériau, avec une fissure existante dans la matrice SiC proche d'une zone de brasage. Cette fissure a été générée parallèlement à l'axe x par la contrainte de traction σ_a qui s'exerce suivant l'axe y . La Figure 5.12(b) décrit la condition de déviation/non déviation de la fissure au niveau de l'interface substrat-joint. L'axe des abscisses représente le contraste des modules d'élasticité $\frac{E_{\text{joint}}}{E_{\text{substrat}}}$ et l'axe des ordonnées figure le contraste contraintes de rupture du joint et de l'interface substrat-joint $\frac{\sigma_{R,\text{joint/substrat}}}{\sigma_{R,\text{joint}}}$.

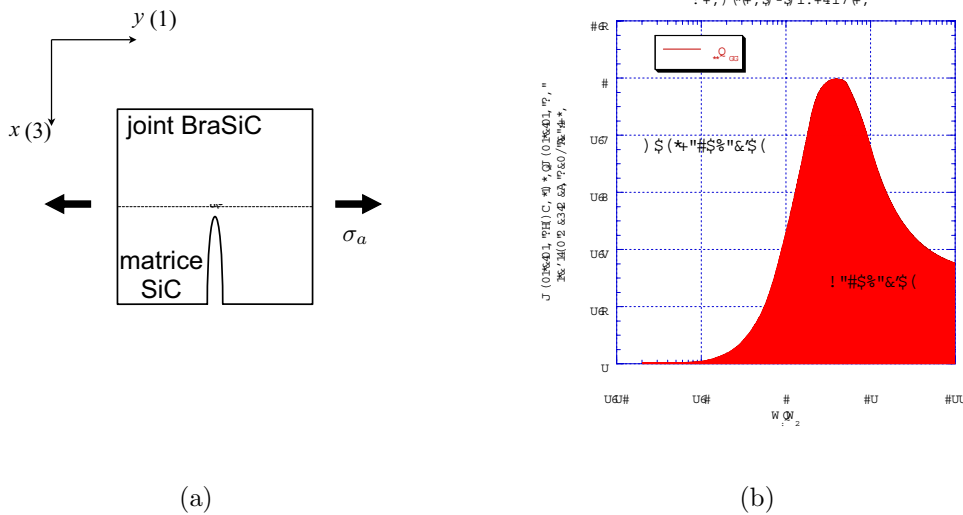


FIG. 5.12 – Schéma représentant une fissure dans la matrice SiC (a) et le critère de décohésion [128, 129] (b)

Connaissant les propriétés élastiques et de rupture de la matrice et du joint BraSiC qui ont été déterminées dans les chapitres précédents (cf. Tableau 5.2), il est possible de déterminer la valeur minimale de l'intensité de la liaison BraSiC-SiC caractérisée par $\sigma_{R,\text{BraSiC-SiC}}$ et donnée par la relation suivante,

$$\frac{E_{\text{BraSiC}}}{E_{\text{SiC}}} = 0,33 \implies \frac{\sigma_{R,\text{BraSiC-SiC}}}{\sigma_{R,\text{BraSiC}}} = 0,19 \implies \sigma_{R,\text{BraSiC-SiC}} > 4,4 \text{ MPa.} \quad (5.2)$$

Au travers des essais de flexion 3-points, il a été possible d'identifier un scénario d'endommagement. La matrice SiC du substrat inférieur est soumise à une contrainte

TAB. 5.2 – Modules d'élasticité et contraintes à rupture de la matrice SiC et du joint de brasure BraSiC

	Module d'Young, E (GPa)	Contrainte à rupture, σ_R (MPa)
Matrice SiC	420	-
Joint BraSiC	140	23,4

de traction suivant l'axe y ce qui génère une multi-fissuration de cette dernière entre les plis du composites comparable à celle qui a été identifiée dans plusieurs travaux précédents [22]. Par ailleurs, des décohésions fibre/matrice affaiblissent la structure. Une macro fissure traverse le joint mais sans que la liaison CMC/joint soit affectée de sorte qu'aucune décohésion à l'interface n'apparaisse. En outre, une estimation de la valeur minimale de la liaison interfaciale a été estimée $\sigma_{R,BraSiC-SiC} > 6,5$ MPa. Ainsi, dans cette configuration, le maillon le plus faible dans la structure assemblée est le substrat SiC_f/SiC. Compte tenu du contraste des modules d'élasticité, la limite inférieure de la liaison CMC-BraSiC peut être considérée comme sous estimée. En effet, la non déviation des fissures par le joint semble favorisée (cf. Figure 5.12(b)).

5.3 Traction/Arrachement

5.3.1 Procédures et observations expérimentales

Des essais de traction/arrachement ont été menés sur des éprouvettes qui sont qualifiées de cornières (cf. Figure 5.1(b)). Le brasage des deux substrats CMC est effectué sur le revêtement de protection en SiC. Un montage spécifique avec un système de double rotule a été employé afin de minimiser les surcontraintes dans la zone courbe de la structure. Un effort de traction est exercé suivant le sens (3) du composite, perpendiculairement aux plis et au joint (cf. Figure 5.13).

La courbe d'évolution de la force en fonction du déplacement de la traverse indique une importante phase de mise en place du montage jusqu'à atteindre la charge $F = 200$ N. La courbe décrit ensuite un comportement non-linéaire jusqu'à la rupture du matériau (cf. Figure 5.14). A l'échelle de la structure, on remarque que pour les deux éprouvettes d'essai, la rupture ne se produit pas dans le joint mais dans le substrat

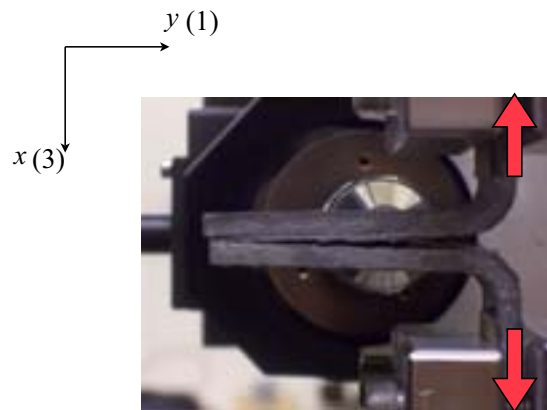


FIG. 5.13 – Essai de traction/arrachement du composite dans le sens 3

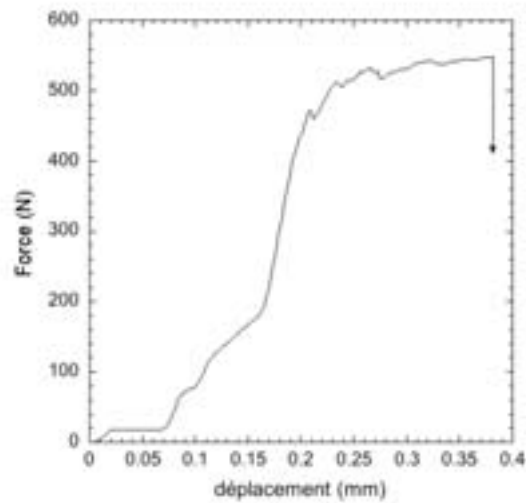


FIG. 5.14 – Evolution de force en fonction du déplacement de la traverse dans un essai de traction/arrachement sur CMC SiC_f/SiC brasés

composite inférieur ou supérieur au voisinage du joint. Le Tableau 5.3 rassemble les résultats. La contrainte à rupture, σ_R a été calculée en supposant qu'un effort de traction uniforme s'exerçait sur le substrat composite et le joint, $\sigma_R = F_R/S$. La surface brasée S a été prise égale à $40 \times 20 \text{ mm}^2$. Ceci représente une approximation forte car les contraintes sont plus grandes au voisinage de l'axe des efforts. La contrainte, σ_R , ainsi obtenue est une limite inférieure de la contrainte de rupture de l'assemblage. Une analyse plus précise nécessite un calcul par éléments finis du champ des contraintes dans le joint et dans le substrat.

TAB. 5.3 – Résultats d'essai de traction/arrachement sur des éprouvettes de type cornière

Référence	Localisation de la rupture	F_R (N)	σ_R (MPa)
4388	substrat CMC supérieur	615	0,76
4390	substrat CMC inférieur	548	0,69

5.3.2 Scénario d'endommagement

Une analyse par microscopie optique des éprouvettes *post mortem* a permis de proposer un scénario de ruine des éprouvettes. Ainsi, il apparaît sur les clichés (cf. Figure 5.15) que la macrofissure se situe pour l'essai référencé 4390 dans le substrat CMC inférieur joint, au niveau de l'avant dernière couche de dépôt SiC (cf. Figures 5.15(a) et 5.15(b)). Comme dans le cas de la flexion 3-points présentée précédemment, des décohésions inter-plies dans le sens de sollicitation (sens 3) et des décohésions fibre/matrice dans le sens des fils transversaux (sens (2)) sont observées (cf. Figure 5.15(c)). En outre, quelques fissures parallèles à l'axe x sont observables dans le joint BraSiC et sont la continuation de fissures présentes dans le CMC (cf. Figure 5.15(d)). Néanmoins, ces fissures ne sont pas déviées au niveau de l'interface BraSiC-SiC et elles n'engendrent pas la ruine du matériau. Les micrographies de la Figure 5.15 sont prises suivant les axes de coordonnées définis à la Figure 5.13.

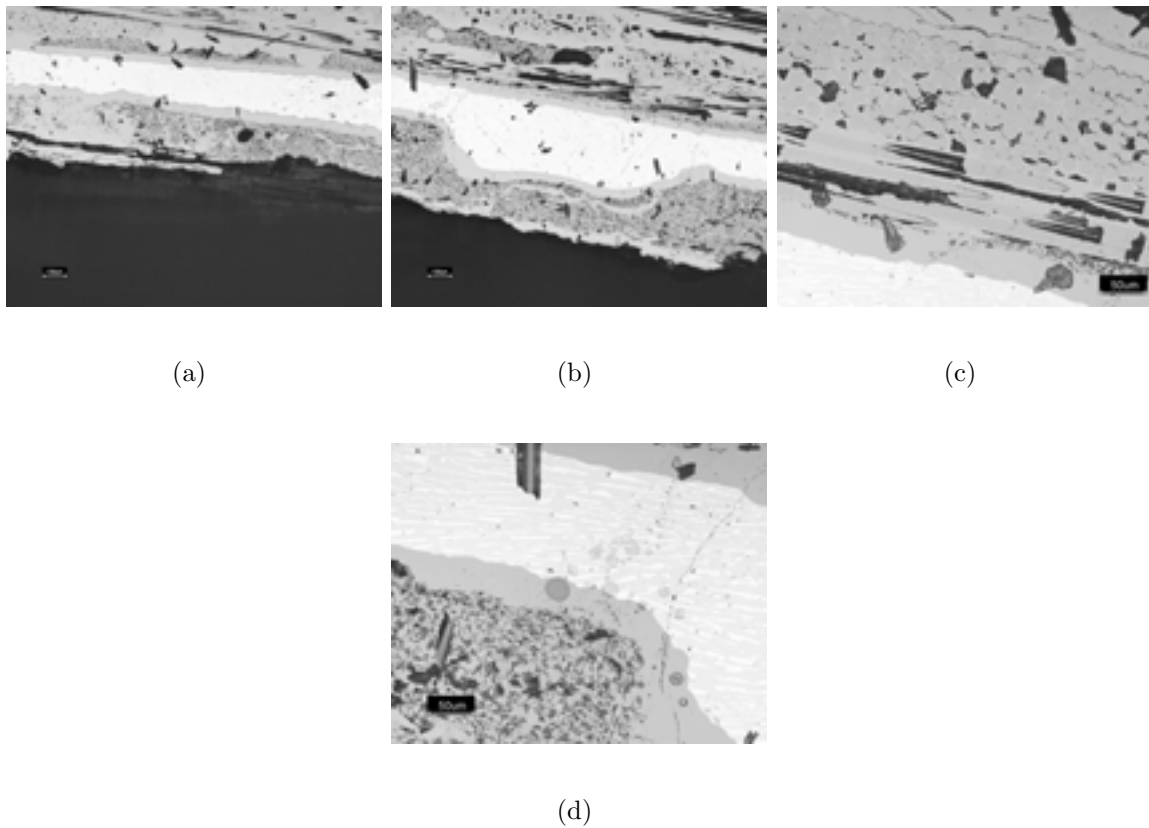


FIG. 5.15 – Micrographie optique des éprouvettes de traction/arrachement *post mortem* dans des zones proches du joint

Ainsi, le maillon le plus faible de cette structure assemblée est le substrat CMC et notamment les liaisons fibres/matrice. Dès lors, il est possible d'écrire

$$\sigma_{R,\text{BraSiC-SiC}} > \sigma_{R,\text{fibres/matrice}} \quad (5.3)$$

$\sigma_{R,\text{BraSiC-SiC}}$ représente la résistance de la liaison interfaciale et $\sigma_{R,\text{fibres/matrice}}$ la résistance des interfaces fibres/matrice dans les composites SiC_f/SiC .

5.4 Cisaillement

5.4.1 Confrontation des résultats d'essais

Le cisaillement est généré par des essais de compression sur deux types d'éprouvettes, des éprouvettes de double cisaillement (cf. Figure 5.1(c)), et des éprouvettes appelées

RCI comprenant une double entaille. La vitesse de déplacement de la traverse a été fixée à 0,5 mm/min.

La Figure 5.16 présente les courbes de comportement et le suivi de l'endommagement par émission acoustique. Dans les deux configurations d'essais, il faut noter qu'un endommagement important intervient avant la rupture complète de l'assemblage. En effet, on peut noter une rupture de pente à la charge $F_{E.A}$ avec une forte émission acoustique pour des valeurs d'environ $F_{E.A} = 7500$ N dans le cas des essais de double cisaillement. Une forte émission acoustique est également observée dans les essais RCI; celle-ci s'accompagne d'une perte de charge (l'essai étant piloté déplacement) puis d'une reprise de charge avant la rupture. Ce phénomène intervient à un effort d'environ $F_{E.A} = 5000$ N. Il est plus proche de la rupture finale dans le cas des éprouvettes RCI que dans le cas des éprouvettes de double cisaillement (cf. Figure 5.16). Le rapport $\frac{F_{E.A}}{F_R} \approx 0,95$ pour les essais RCI et $\frac{F_{E.A}}{F_R} \approx 0,60$ pour les essais de double cisaillement.

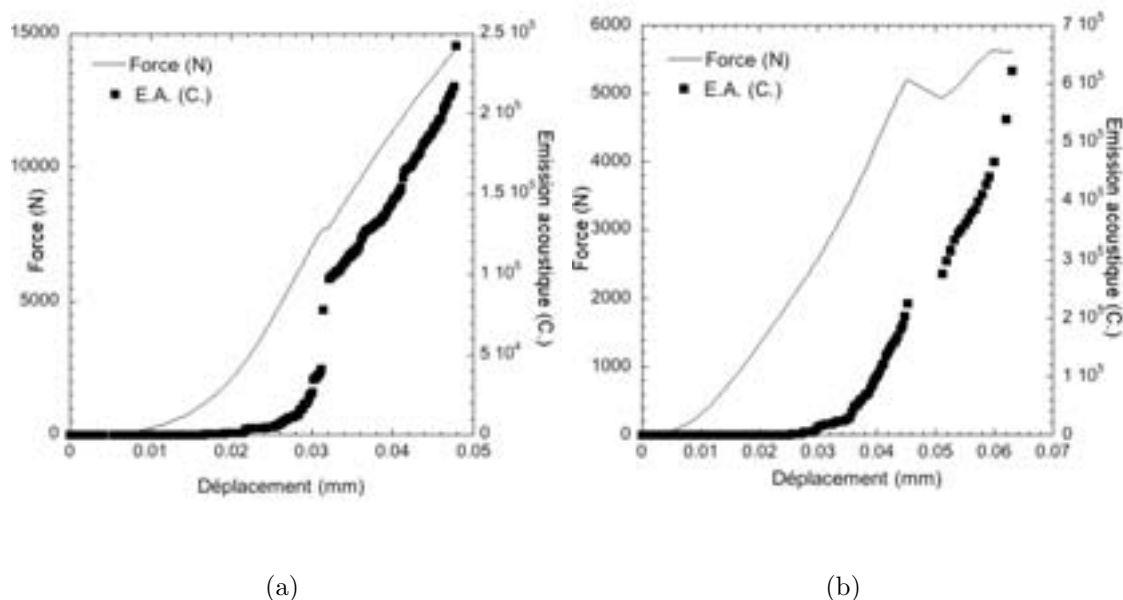


FIG. 5.16 – Courbes force-déplacement et suivi de l'endommagement par émission acoustique lors des essais sur éprouvettes de double cisaillement (a) et essais sur éprouvettes RCI (b)

Le Tableau 5.4 résume les grandeurs caractéristiques des essais de cisaillement. Les

contraintes de cisaillement $\tau_{E.A}$ et τ_R ont été calculées en supposant l'existence d'un champ de cisaillement pur dans le joint tel que $\tau_i = \frac{F_i}{2 \times S}$ pour les essais de double cisaillement et $\tau_i = \frac{F_i}{S}$ pour les essais RCI. S représente la surface de brasage et elle a été prise égale à $S = 15 \times 10 \text{ mm}^2$ et $S = 8 \times 20 \text{ mm}^2$ respectivement pour les essais de double cisaillement et RCI.

TAB. 5.4 – Résultats des essais de cisaillement sur des éprouvettes de type double cisaillement et RCI

Référence	Eprouvette	$F_{E.A}$ (N)	F_R (N)	$\tau_{E.A}$ (MPa)	τ_R (MPa)
4402-a	double cisaillement	7688	14431	25,6	48,1
4402-b	double cisaillement	6748	10568	22,5	35,2
4408	RCI	4824	5218	30,2	32,6
4410	RCI	5262	5337	32,9	33,3
4411	RCI	5198	5625	32,5	35,2

5.4.2 Scénario d'endommagement

Comme présenté précédemment, la ruine du matériau se décompose en deux temps, avec une première fissuration à $F_{E.A}$ puis la rupture totale du matériau à F_R . Des micrographies ont été réalisées *in situ* au cours de l'essai de double cisaillement référencé 4402-b. La Figure 5.17 montre l'endommagement de l'éprouvette au niveau d'effort $F = F_{E.A}$. La macrofissure observée se situe dans le substrat composite et dans le joint. Elle se propage au voisinage de l'interface BraSiC-SiC parallèlement à l'axe x puis est déviée et se propage de nouveau suivant l'axe x dans le substrat CMC SiC_f/SiC.

Il est difficile de formuler des hypothèses concernant l'origine et la localisation de la première fissuration. Une fissure se propage au voisinage de l'interface BraSiC-SiC parallèlement à l'axe x (sens du joint), puis est déviée dans le substrat CMC suivant le sens des plis (sens 3) (cf. Figure 5.17). Le critère de déviation de fissure appliqué au paragraphe précédent ne peut être utilisé car le chargement est différent. Cette déviation peut être expliquée soit par le chargement soit par la microstructure même du joint BraSiC, qui est multiphasée et qui peut influencer sur la propagation de la fissure. Une

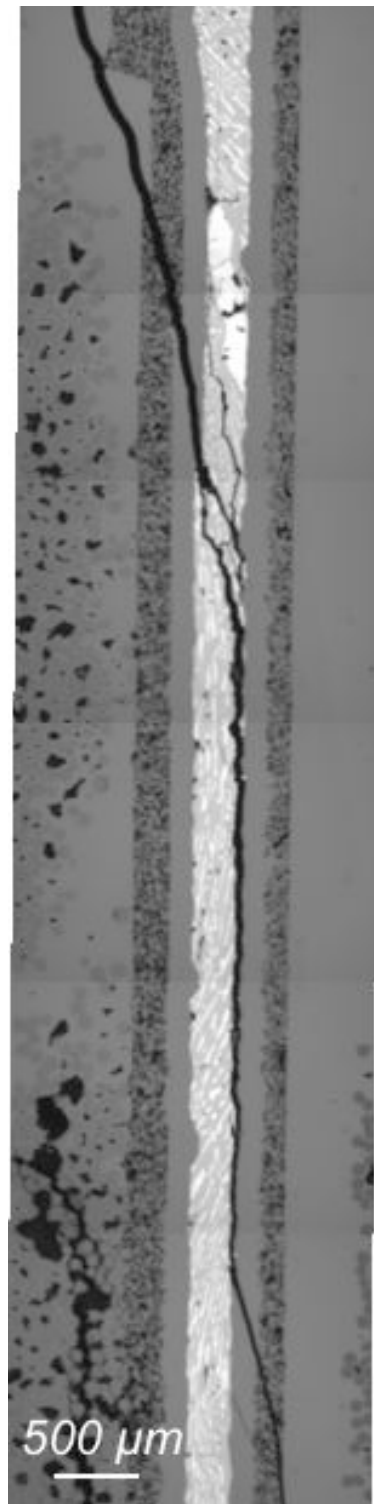


FIG. 5.17 – Micrographie réalisée *in situ* d'une éprouvette de double cisaillement au cours du chargement

interprétation plus fine nécessiterait le calcul de champs de contraintes par la méthode des éléments finis en tenant compte du caractère anisotrope du substrat composite. En effet, le champ de contraintes est mixte, et peut comprendre des zones de tension.

Dans le cas des éprouvettes de double cisaillement, cette première fissuration ne se produit pas simultanément dans les deux zones de joint. C'est pourquoi, cette dernière n'entraîne pas de perte de charge, et ne précède pas immédiatement la rupture finale de la structure assemblée contrairement aux essais RCI (cf. Figure 5.16 et Tableau 5.4).

L'observation macroscopique de la rupture d'une éprouvette montre que la brasure adhère de part et d'autre des substrats CMC et qu'aucune décohésion interfaciale n'est détectable. La Figure 5.18 présente une fractographie réalisée en microscopie optique sur une éprouvette de double cisaillement. La rupture finale se produit dans le joint de manière cohésive : l'alliage de brasure est présent sur les deux substrats des éprouvettes *post mortem* (cf. joint de brasure au second plan dans la Figure 5.18).

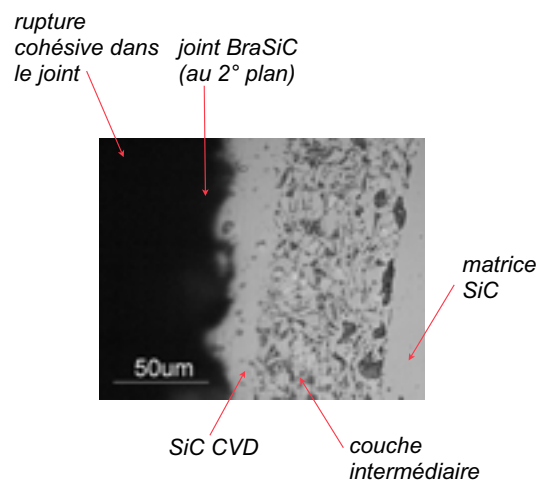


FIG. 5.18 – Micrographie *post mortem* d'une éprouvette de double cisaillement dans la zone de rupture

Pour ce type de géométrie et de chargement, le maillon le plus faible de la structure assemblée est le joint. Cependant le joint de brasure ne subit aucun endommagement pour des contraintes de cisaillement τ telles que $\tau < 20$ MPa. Cette valeur est certainement sous-évaluée, car le champ de contrainte a été supposé uniforme. La contrainte d'apparition de l'endommagement dans le joint est relativement dispersée suivant le

type d'essai, autour d'une valeur moyenne $\bar{\tau}_{E,A}$, $\bar{\tau}_{E,A} = 28,7 \pm 4,5$ MPa. Cette première fissure qui se produit dans le joint n'entraîne pas la ruine immédiate de l'assemblage car celle-ci est déviée dans les substrats CMC et se propage suivant les plis du composite. La ruine finale de la structure est due à une rupture cohésive du joint sur les substrats due à une ou plusieurs autres fissurations identiques à la précédente. Elle est retardée par rapport à la première fissuration suivant le type de géométrie des éprouvettes de cisaillement, et la vitesse du chargement. Elle se produit pour une contrainte moyenne $\bar{\tau}_R = 36,7 \pm 6,4$. Des essais à force imposée autour de la charge critique $F_{E,A}$ auraient montré si l'endommagement initial du joint entraînait la ruine de l'assemblage à la contrainte $\tau_{E,A}$. On peut penser que cet amorçage de l'endommagement n'entraînerait pas la ruine de l'assemblage car la rupture dans ces configurations reste stable. C'est un effet de la structure, les fissures restant parallèles à l'axe de sollicitation.

5.5 Conclusion

Les essais entrepris dans cette étude ont permis d'évaluer la qualité et la résistance d'assemblages 2D SiC_f/SiC -BrasiC- SiC_f/SiC . Ainsi, dans le cas des essais de flexion 3-points et de traction/arrachement sur les éprouvettes de type cornière, le maillon le plus faible de l'assemblage est l'interface fibres/matrice dans les substrats CMC : une fissuration interplis dans le sens (3) et des décohésions fibres/matrice dans les fils transversaux (sens 2) sont préjudiciables à la tenue mécanique de la structure. En outre, quelques fissures parallèles à l'axe de sollicitation (axe x) apparaissent mais ne provoquent pas de décohésion à l'interface BraSiC-SiC. En appliquant un critère de décohésion des interfaces dans les matériaux multicouches [128, 129], il a été montré que $\sigma_{R,\text{BraSiC-SiC}} > 4,4$ MPa. De plus l'essai de traction/arrachement indique que $\sigma_{R,\text{BraSiC-SiC}} > \sigma_{R,\text{fibres/matrice}}$.

Dans le cas des essais de compression sur des éprouvettes de double cisaillement et RCI permettant de générer des contraintes de cisaillement dans la zone du joint, le maillon le plus faible est le joint BraSiC. Cependant une limite inférieure de la contrainte τ en deçà de laquelle aucun endommagement n'est décelable est évaluée à $\tau_R = 20$ MPa. L'endommagement du joint se déroule en plusieurs phases : tout d'abord une première fissure émerge dans le joint qui est déviée à l'interface BraSiC-SiC et se propage suivant le sens (3) du substrat composite. Cette fissure entraîne la rupture de l'assemblage qui intervient plus ou moins rapidement après l'endommagement initial

suivant le chargement et la géométrie de l'essai.

Les essais de flexion, qui peuvent représenter des raidisseurs dans des structures à l'échelle industrielle, ont montré que la liaison BraSiC-CMC était supérieure à la résistance du composite dans le sens (3). Par ailleurs, dans des zones fortement sollicitées mécaniquement en cisaillement, la résistance du joint dépasse la contrainte $\tau > 20$ MPa, celle-ci étant une limite inférieure de la résistance en cisaillement déterminée en supposant un champ uniforme, ce qui est une hypothèse forte.

Il a été ainsi montré que le brasage en tant que méthode d'assemblage structural peut objectivement intervenir dans des structures composites brasées peu sollicitées mécaniquement (le sens (3) du composite n'est pas sollicité dans des pièces structurales), mais également dans des zones plus fortement contraintes notamment en cisaillement. Des essais plus spécifiques en fatigue statique ou de sollicitations multiaxiales sur des pièces technologiques devront compléter les premières approches et développées dans cette étude. Des essais thermo-mécaniques seront alors nécessaires pour qualifier le matériau et apprécier sa tenue mécanique en température et sa résistance à l'oxydation. Des analyses par éléments finis permettraient également d'affiner les valeurs estimées.

Deuxième partie

Annexes : projets de publications

Annexe A

Extraction of kinematic fields and identification of elastic properties by using Digital Image Correlation : Application to silicon-based braze joints

A.1 Introduction

Joining of materials, whose difficulty and cost of manufacturing complex shape is prohibitive, is a common technique to make structures from simple elements [31–33]. In the typical case of ceramics and ceramic-matrix composites that operate under severe conditions of temperature and environment, ceramic-based adhesives are required so that the latter must not be the performance-limiting link in the assembled body [37, 58, 65, 66]. In the present study, the BraSiC process has been chosen to join silicon carbide parts. The BraSiC joint is a silicon-based joint and the BraSiC process is non-reactive brazing, so that no interphase is created between the joint and SiC-based substrates [35, 85]. Mechanical and thermal properties of ceramic parts are therefore unaltered.

Data on the mechanical behavior and properties of joints are a prerequisite to the design of reliable parts [60, 72, 76]. The identification of BraSiC joint properties is difficult because of their size (about 100 μm in the present case) and because BraSiC bulk samples cannot be manufactured for practical reasons related to the processing

technique. Consequently, mechanical properties of the joint must be measured on the joint. Various *in situ* techniques (including indentation, acoustic waves, ...) are used to measure physical properties and evaluate bonding strength of thin joints [130–135]. However, an alternative method based on digital image correlation is proposed in the present paper [102, 113, 136, 137]. This full-field measurement technique has proven to be an efficient, robust and affordable tool to measure deformations on structures and on various materials. Similar approaches have been proposed to identify elastic parameters or damage model in composites by using deformation fields extracted by optical methods [138–140]. To the best of our knowledge, it has not been applied to ceramics and small specimens. Data in the literature indicate that resolution of the technique can be extended much below the pixel value [114, 141] and for microscopic scales [117, 142] so that requirements for ceramic-based joint investigation can be met: i.e. small strains because Si-based joints are reputed to be stiff, and thin sample size.

This paper aims first at evaluating the digital image correlation technique resolution in extreme conditions, namely, high magnification and low strain level. Second, the elastic constants (Young's modulus E_{joint} and Poisson's ratio ν_{joint}) of the joint are determined by using 4-point bend, tensile and off-axis compression tests. The samples consist of two α -SiC beams joined by a silicon-based braze (BraSiC).

A.2 Experimental procedure

A.2.1 Specimen preparation

The test specimens were made of α -SiC bars purchased from BOOSTEC. SiC properties are listed in Table A.1. They were issued from a larger plate of silicon carbide whose dimensions are $100 \times 150 \times 8 \text{ mm}^3$. Dimensions of specimens were respectively $100 \times 7.5 \times 6.1 \text{ mm}^3$ for tensile and 4-point bend tests, and $120 \times 7.1 \times 6.2 \text{ mm}^3$ for off-axis tensile tests. The width of the joint was $85 \pm 5 \mu\text{m}$ for tensile and 4-point bend tests and $215 \pm 5 \mu\text{m}$. One face of specimens was carefully polished in order to reveal heterogeneities and porosities of the joined material to meet optical extensometry requirements.

A.2.2 Testing procedure

Four SiC/BraSiC/SiC specimens were tested in tension, one in 4-point bending and one in off-axis compression (Fig. A.1) using an Instron electromechanical testing ma-

Table A.1: Boostec SiC data sheet

Young's modulus, E (GPa)	420
Poisson's ratio, ν	0.14
K_{Ic} toughness at 20°C (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	3.5
Weibull modulus, m	10
Coefficient of thermal expansion α ($\times 10^{-6}$ K $^{-1}$)	4.0

chine (model 4501) with a 5 kN load cell. The controlled displacement rate was 2.5×10^{-2} mm.min $^{-1}$. An optical microscope was mounted on the testing machine with a 12-bit digital camera. Images of the surface of specimens were taken at various loading steps. A correlation algorithm, *Correli*^{LMT} [87], was then used to extract the local displacements and then strain fields. The optical microscope was located on the SiC substrate and on the joint at various scales, namely, 1 pixel = 1.66 μm and 1 pixel = 0.33 μm . When digital images of the surface of the material were shot in the SiC substrate area, they are called “*SiC zone*” and they are referred to “*SiC-Joint zone*” when they were taken close to the joint, where SiC and BraSiC are both observed.

Additional techniques were used to measure strains during the tensile tests, namely, four strain gauges J_i (gauge length = 2.5 mm) glued on the SiC bars and two extensometers (gauge length = 25 mm) (Fig. A.1(a)). Loading and measurement conditions for off-axis compression tests were identical to tensile tests ones. The gauge was oriented at 45° with respect to the specimen loading direction. For this purpose, the camera with axes parallel to joint axes and local coordinates (Fig. A.1(b)). In a 4-point bend test, the joint was centered on the symmetry axis of the 4-point bending set up. The outer and inner spans were equal to 80 mm and 30 mm, respectively.

Nanoindentation tests were performed by using an MML nanoindenter. The diamond tip was a Berkovitch-type three-sided pyramid with a 65.3° angle between the sides and the normal to the base. The tests were carried out at a load rate of 0.15 N. μm^{-1} . The maximum load was either 100 mN or 200 mN, respectively. Several experiments were performed on two test specimens.

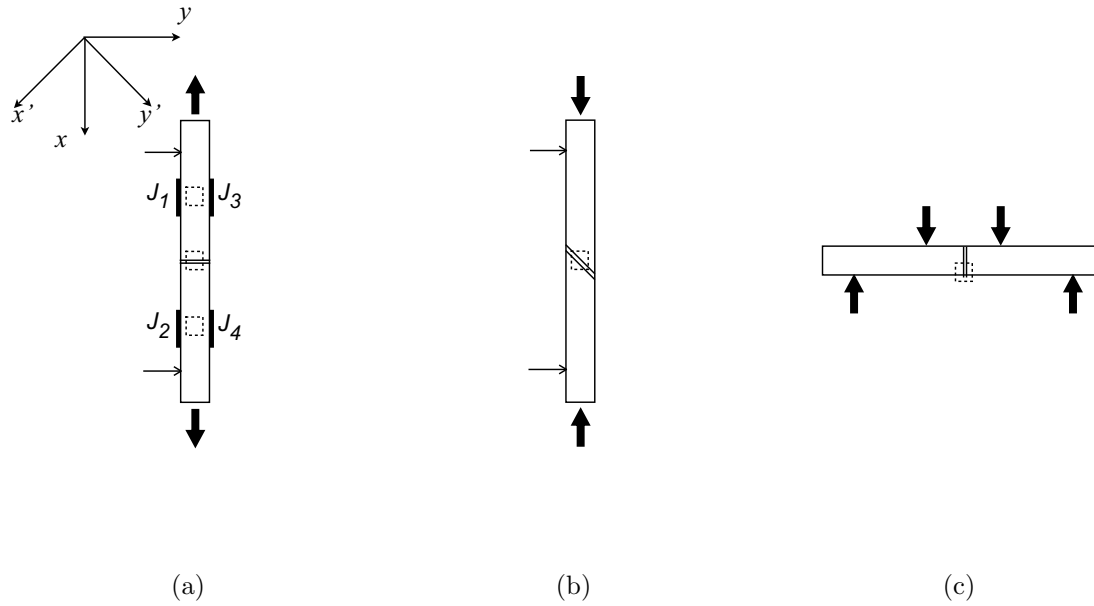


Figure A.1: Tested specimens : Tension (T) (a), Off-axis Compression (C45) (b) and 4-point Bend (4-B) (c). The dashed boxes depict optical microscope observations for the correlation analysis.

Joint width does not exceed respectively $85 \mu\text{m}$ for tensile and 4-point bend tests and $215 \mu\text{m}$ that represents about 256 pixels and 650 pixels of the acquired image at a $1 \text{ pixel} = 0.33 \mu\text{m}$ scale. For tension and off-axis compression, two methods are proposed and compared. The first one consists in determining the local strain field on a virtual gauge that has the size of the joint. The second one consists in determining strain field on several smaller gauges than the joint size (e.g., 128 pixels). These several gauges whose size is $L_x \times L_y$ scan the whole area of the joint on the acquired image (see Fig. A.2).

A.3 Digital Image correlation

A.3.1 Principle

Digital image correlation determines the displacement field from digital images of the surface of tests specimens taken at different instants of time during a mechanical test. It is based on the construction of a numerical mesh referred to as Region Of Interest (ROI) [87]. The correlation grid or ROI is an $m \times n$ pixels digital image of sample

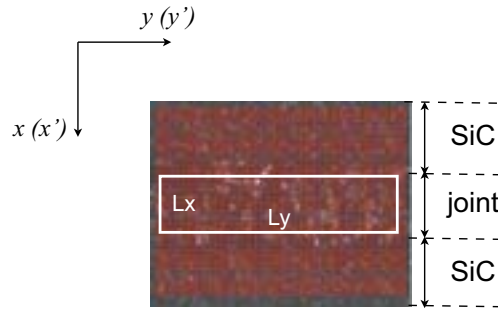


Figure A.2: Strain field measurement procedure on several gauge on a “*SiC-joint zone*” for tension and off-axis compression tests

surface. Construction of the mesh depends on the distribution of gray levels. In the present case, this distribution is given by the natural texture of the material microstructure, which must display a random pattern so that groups of pixels can be matched at different load levels. Displacements are evaluated from the locations of $l \times l$ sets of pixels referred to as Zone of Interest (ZOI), separated by δ pixels.

In Fig. A.3, c_{ij} represents the gray level data associated to each pixel within a ZOI and C is the center of the ZOI. Successive locations of C during loading gives the displacements \underline{U} . In the present paper, correlation parameters are defined using the ZOI size l and the δ spacing of each center C of ZOI within the ROI.

Average strains can be then calculated from the displacement field gradient on a $L_x \times L_y$ pixels gauge. For each load level, the displacement field, given in each C in the $L_x \times L_y$ gauge, is interpolated on a P1 basis so that,

$$\begin{cases} U_x(x, y) = K_{0,x} + K_{xx}x + K_{xy}y \\ U_y(x, y) = K_{0,y} + K_{yx}x + K_{yy}y \end{cases} \quad (\text{A.1})$$

where \underline{K}_x and \underline{K}_y are fitted parameters with least square minimization. The average in-plane and infinitesimal strain tensor $\underline{\epsilon}_{\text{exp}}$ is expressed as

$$\underline{\epsilon}_{\text{exp}} = \begin{bmatrix} K_{xx} & \frac{1}{2}(K_{xy} + K_{yx}) \\ \frac{1}{2}(K_{yx} + K_{xy}) & K_{yy} \end{bmatrix} \quad (\text{A.2})$$

The experimental strain field is then defined on a $L_x \times L_y$ gauge for each load level F by,

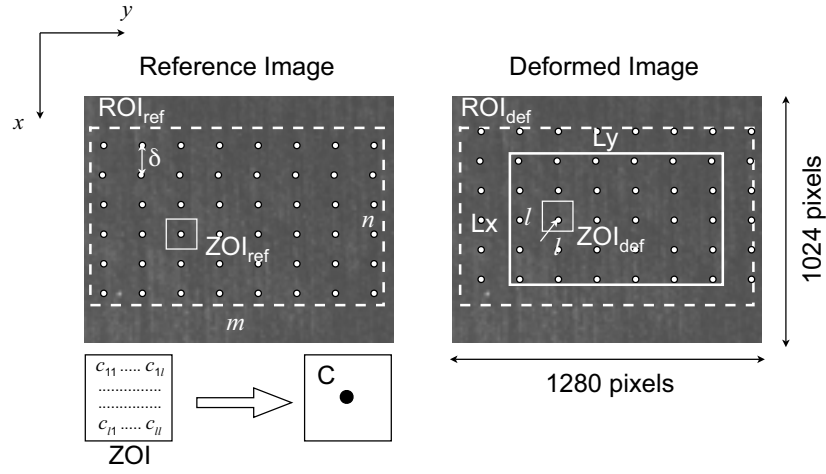


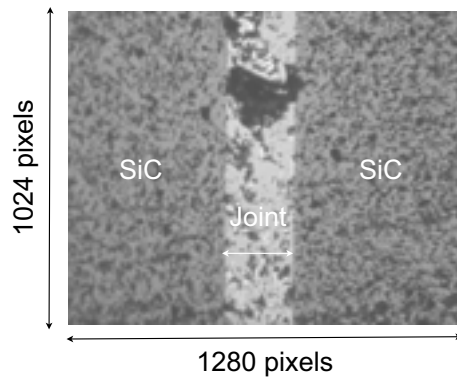
Figure A.3: Schematic diagram showing the principle of Digital Image Correlation and a virtual gauge of size $Lx \times Ly$ pixels.

$$\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp.}} = K_{xx}, \quad \bar{\epsilon}_{yy,\text{exp.}} = K_{yy} \quad \text{and} \quad \bar{\epsilon}_{xy,\text{exp.}} = \frac{1}{2}(K_{xy} + K_{yx}). \quad (\text{A.3})$$

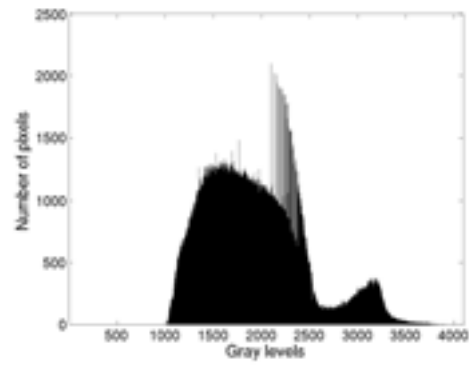
A.3.2 Numerical image acquisition

SiC substrates and BraSiC joint are suitable since they contain pores and inclusions [117]. The natural texture of the material allows ZOIs to be matched prior and after mechanical loading. Consequently, no surface preparation was used in the present analysis. The gray level distribution should be as wide as possible to use the full dynamic range of the digital camera. However, it appeared that the difference in reflection induced by SiC and BraSiC can alter the distributions in gray levels (c_{ij}) and therefore affects the results. The gray level distribution of a digital image of the surface of the material taken near the joint displays, under normal lighting two peaks and a lot of noise that is detrimental to a good correlation (Fig. A.4). To increase the quality of images, i.e., to improve the distribution of gray levels by homogenizing the images contrast and obtaining one single gray level peak, the surface of specimens was lightened using a grazing beam [119].

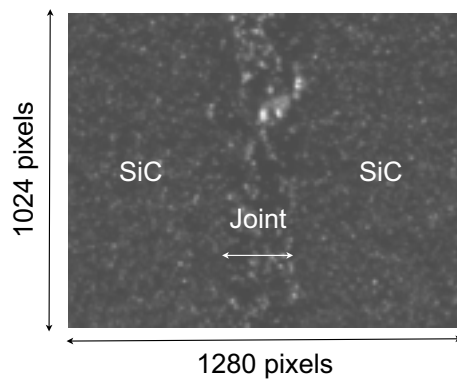
Thus, a correlation has been performed between a reference image of the surface of the material in a “*SiC-joint*” zone and the same image moved by a $5 \mu\text{m}$ displacement vector by using the three-axis displacement stage. Table A.2 indicates error values



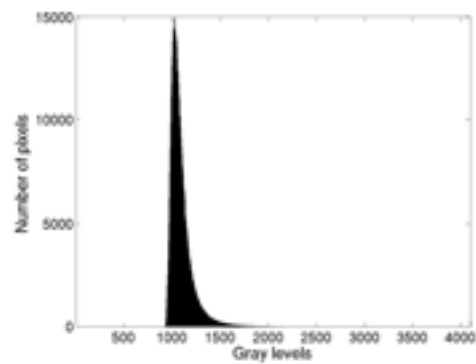
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure A.4: Picture and gray level distribution of digital images acquired with respectively a normal lighting beam (a) and (b) and a grazing lighting beam (c) and (d)

obtained by the correlation algorithm when a normal or a grazing lighting are used. The error indicator η is defined as

$$\eta = \left| \frac{\text{MEAN}(\text{ZOI}_{\text{ref}})}{\text{MEAN}(\text{ROI}_{\text{ref}})} - \frac{\text{MEAN}(\text{ZOI}_{\text{def}})}{\text{MEAN}(\text{ROI}_{\text{def}})} \right| \sqrt{\text{MEAN}(\text{ZOI}_{\text{ref}}) \text{MEAN}(\text{ZOI}_{\text{def}})} \quad (\text{A.4})$$

where the subscript ref refers to the reference image and def to the deformed image. MEAN(ZOI) is the average of c_{ij} in a ZOI and MEAN(ROI) denotes the average of c_{mn} in a ROI. When $\eta > 64$ for 12-bit pictures, the correlation is considered to be unsuccessful (NC).

Table A.2 shows that the uncertainty associated to the quality of digital images was decreased significantly with a grazing light beam. It allows a 32 pixel ZOI at the magnification of 1 pixel = 0.33 μm . Thus, the worse the gray level distribution, the larger the ZOI and the poorer the spatial resolution of the correlation algorithm. In the present case, it means that gray level distribution with a single peak is better than a wide distribution with two peaks. The best way is then to enlarge this single peak distribution.

Table A.2: Indicator error dependence with the ZOI size, type of lighting and observation scale

Magnification	$l = \delta = 64$ pixels		$l = \delta = 32$ pixels		$l = \delta = 16$ pixels	
	Normal lighting	Grazing lighting	Normal lighting	Grazing lighting	Normal lighting	Grazing lighting
1 pixel = 1.66 μm	18.54	0.74	30.10	1.67	60.23	4.25
1 pixel = 0.33 μm	25.86	0.82	NC	1.37	NC	NC

A.3.3 Accuracy and Resolution of the correlation technique

A.3.3.1 Error analysis

The digital image correlation technique is based on a sub-pixel evaluation of the displacement. It is worth pointing out that several parameters can influence the system performance such as the optical objective lens, the type of CCD sensor, the correlation

algorithm parameters (l and δ) and the image texture.

Several experiments were performed to evaluate the resolution and quality of the system. Images of the surface of the materials were numerically shifted by a constant displacement vector $\underline{U}_{th.}$. The average value of displacements $\underline{U}_{mes.}$ determined by the DIC system, and the prescribed displacement were compared. The corresponding error, ζ is given by Eqn. (A.5),

$$\zeta = \frac{\|\underline{U}_{th.} - \underline{U}_{mes.}\|}{\|\underline{U}_{th.}\|} \quad (\text{A.5})$$

Errors that were obtained are plotted in Fig. A.5. It is evaluated for different l and δ correlation parameters (see Fig. A.5(a)). Note it that increasing ZOI size can reduce the measured displacement uncertainty, but it also reduces the number of independent measurements. Besides, the error was also evaluated for various magnifications and textures of different specimens (see Figs. A.5(b) and A.5(c)). The displacement resolution for the DIC system was found to be 10^{-2} pixel when an error of about 20 % is allowed. This result was obtained with a 12-bit image of the texture (see Fig. A.5(c)) whereas it was much worse for the same texture with an 8-bit digitization (see Fig. A.5(d)). Table A.3 summarizes optimized parameters for the different image textures, i.e., geometry loading or configuration.

Table A.3: Error ζ for optimized parameters

Image texture	Image coding	$l \times \delta$ (pixels)	Magnification	Minimum displacement (pixel)	Error, ζ (%)
Tension	12-bit	64×32	1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$	0.01	18
Compression	12-bit	64×32	1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$	0.01	25
Bending	12-bit	32×32	1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$	0.01	30

Figure A.6 presents the average value of displacement determined by the DIC system for different image textures and for optimized parameters previously obtained. It confirms the minimum displacement which could be measured with a reasonable error is $U_{mes.} = 0.01$ pixel. Behind this value, the DIC response do not depend on the prescribed displacement and is limited to a threshold value U_s which is the resolution

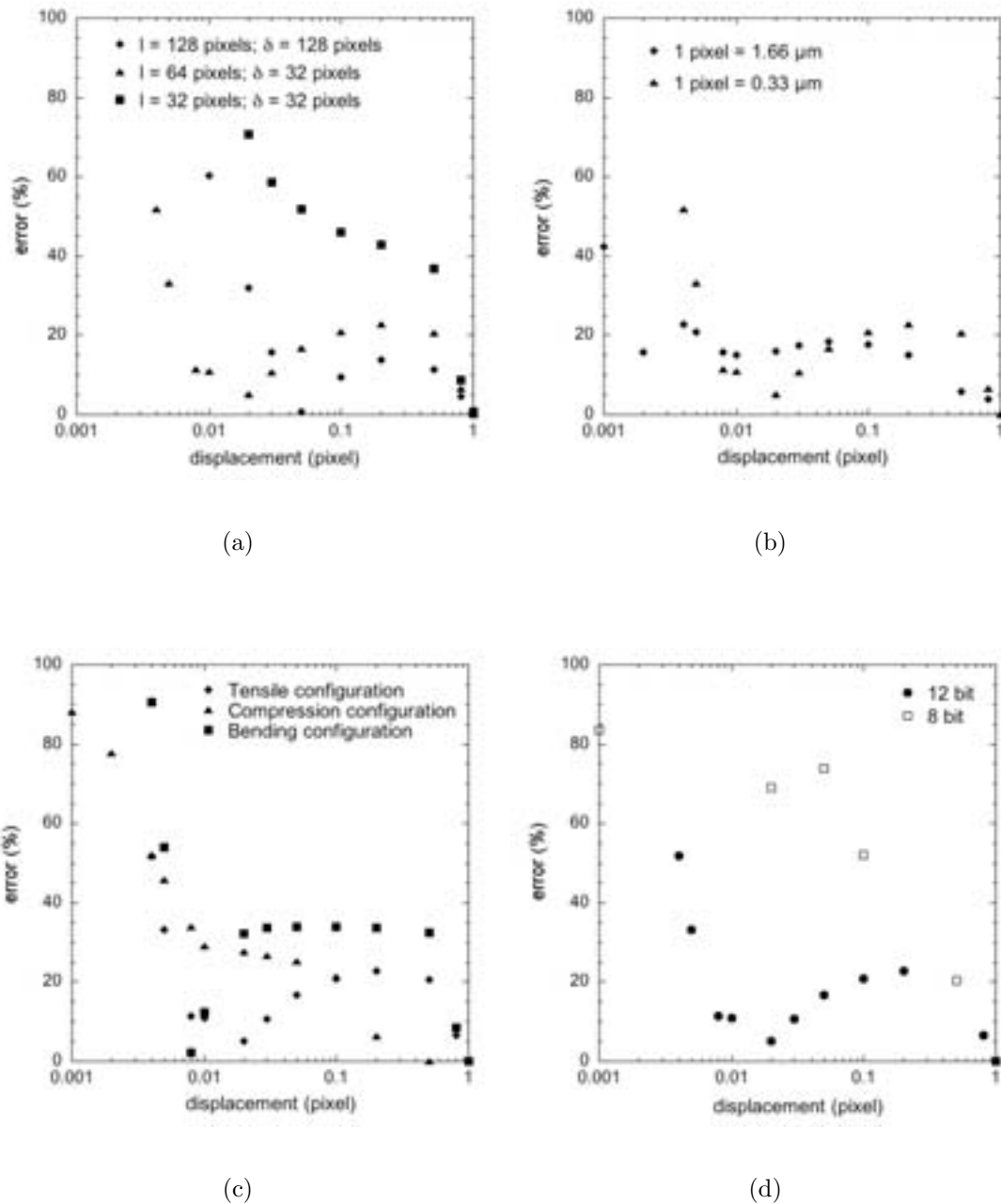


Figure A.5: Performance in terms of average error for different correlation parameters (a), magnifications (b), image texture (c) and digitization (d)

of the system: $U_s = 7.9 \times 10^{-3}$ pixel for tension configuration, $U_s = 4.8 \times 10^{-3}$ pixel for off-axis compression, and $U_s = 7.5 \times 10^{-3}$ pixel for bending configuration. Standard deviation $\overline{U}_{\text{mes.}}$ is about 3×10^{-3} pixel at the value of $U_{\text{mes.}} = 0.01$ pixel. This standard deviation represents the noise which can limit the accuracy of the measured displacements. Besides, measured displacements are always behind the theoretical line for each kind of image textures. A systematic error occurs and is higher than the standard deviation. This error could be then corrected.

A.3.3.2 Strain resolution

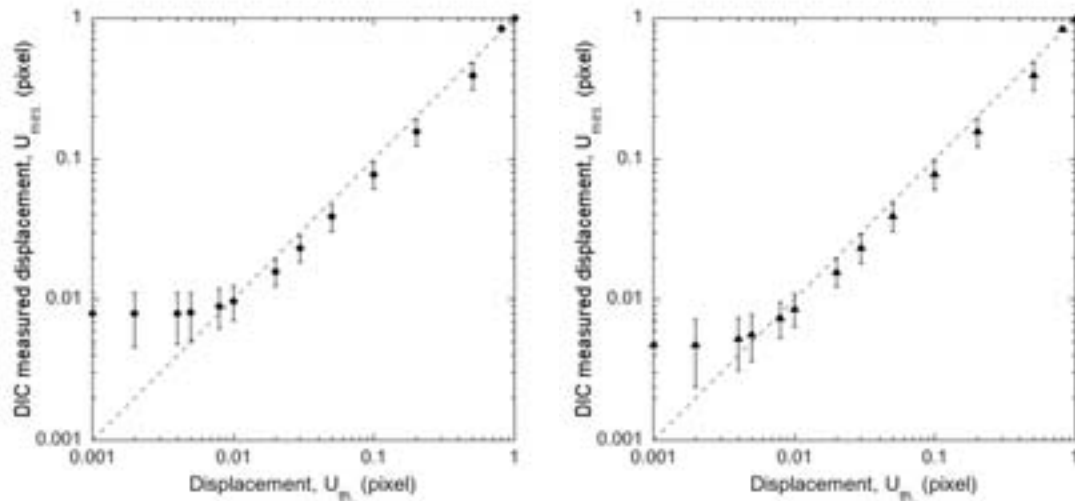
In order to evaluate resolution in terms of strains measurements, a deviation criterion r has been introduced. Two successive images were shot at the same location on a single specimen that was subject to a constant load ($F = 1000$ N). These were taken at different time steps t and t' . A correlation procedure was carried between a reference image and these two images. Strain field is then obtained on a $L_x \times L_y$ gauge where $L_x = L_y$. The dimensionless deviation criterion or strain resolution r is expressed as,

$$r = \max \{ |\epsilon_{ij}(t) - \epsilon_{ij}(t')| \} \quad \{i, j\} \in \{x, y\}. \quad (\text{A.6})$$

Figure A.7 shows the strain resolution r induced by the system at various magnifications and for different gauge sizes ($L_x = L_y$). It is worth pointing out that the larger the gauge length, the better the strain resolution for each kind of loading geometry, i.e., $r(L_x = 128 \text{ pixels}) = 4.9 \times 10^{-5}$ and $r(L_x = 1024 \text{ pixels}) = 5.5 \times 10^{-6}$ for tension image texture at the observation scale of 1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$. Table A.4 summarizes strain resolution values for a reduced length gauge $L_x = L_y = 128$ pixels which is about the BraSiC joint size in the digital images.

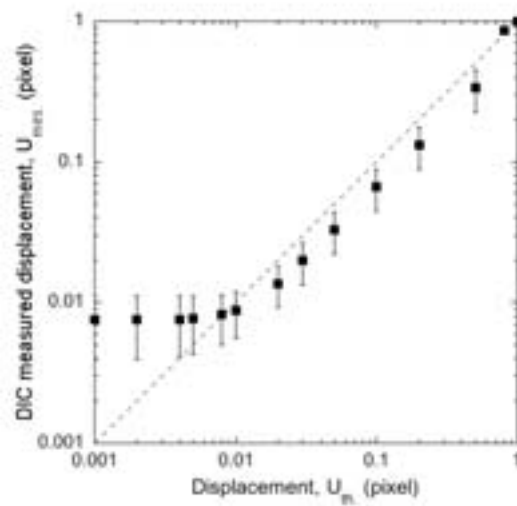
Table A.4: Strain resolution for reduced length gauge

Image texture	Image coding	$l \times \delta$ (pixels)	$L_x = L_y$ (pixels)	Magnification	Strain resolution, r
Tension	12-bit	32×32	128	1 pixel = $1.66 \mu\text{m}$	2.1×10^{-5}
Tension	12-bit	64×32	128	1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$	4.9×10^{-5}
Compression	12-bit	64×32	128	1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$	9.8×10^{-5}



(a)

(b)



(c)

Figure A.6: Average value of displacements \underline{U}_{mes} , determined by the DIC system and associated standard deviation for optimized parameters (Tab. A.3): tension (a), off-axis compression (b) and 4-point bending (c) image textures, and theoretical displacement (---)

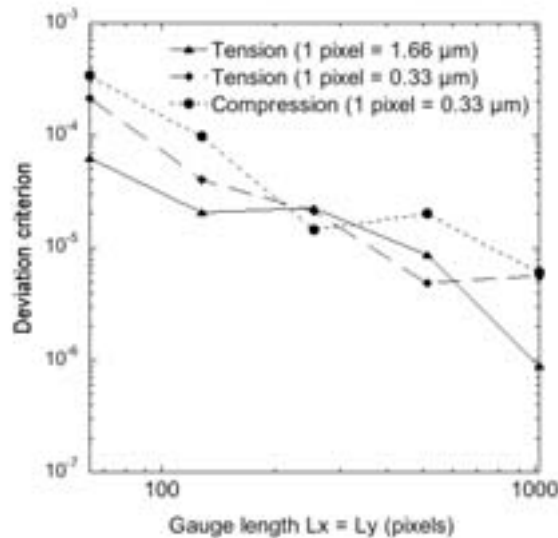


Figure A.7: Strain resolution for different gauge sizes

A.4 Extraction of elastic properties

The elastic properties were determined using either closed form equations relating stresses and strains when available, e.g., tensile and off-axis compression tests, or force displacement relations established using finite element analysis, e.g., four-point bending.

A.4.1 Tension / Off-axis compression tests

Equations of elasticity relate stresses and strains, so that the elastic properties of the BraSiC joint can be derived from the measured strain fields. Two cases were considered:

- in a first step, the stress field was assumed to be subjected to uniaxial loading conditions identical to those applied to the test specimens,
- in a second step, it was assumed to be influenced by transverse deformations in the SiC substrate, induced by Poisson's effect.

A.4.1.1 Uniform stress state

The stress tensor is uniform in the whole specimen and is described by its normal component $\Sigma_{xx} = F/S$ along the direction of loading x , where F is the load level and S the specimen cross sectional area. The longitudinal and transverse strains are expressed as

$$\epsilon_{xx} = \frac{\Sigma_{xx}}{E_i} \quad \text{and} \quad \epsilon_{yy} = \epsilon_{zz} = -\frac{\nu_i}{E_i} \Sigma_{xx} \quad (\text{A.7})$$

where the subscript i refers to the BraSiC joint or the SiC substrate, E_i is the Young's modulus and ν_i the corresponding Poisson's ratio. By comparing the experimental strain tensor given by Eqn. (A.2) and the components previously determined, E_i and ν_i can be identified

$$E_i = \frac{\Sigma_{xx}}{\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp},i}} = \frac{1}{S k_{xx,i}} \quad (\text{A.8})$$

Equation (A.8) relates the Young's modulus E_i to $\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp},i}$ which represents the average value of x strains measured in the gauge for a given applied force. This expression of E_i in terms of $k_{xx,i} = \bar{\epsilon}_{xx,\text{exp},i}/F$ is very convenient since it can be regarded as the coefficient of linear regression of the set of $\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp},i} = f(F)$. The Poisson's ratio is given by

$$\nu_i = -\frac{k_{yy,i}}{k_{xx,i}} \quad (\text{A.9})$$

In the case of off-axis compression tests, digital images of the surface of the material are taken in a local (x', y') coordinates so that the in-plane stress tensor reads

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} \Sigma_{xx} \cos^2 \theta & \Sigma_{xx} \cos \theta \sin \theta \\ \Sigma_{xx} \sin \theta \cos \theta & \Sigma_{xx} \sin^2 \theta \end{bmatrix}_{(x',y')} \quad (\text{A.10})$$

where θ is the angle between x' and x . In the present case, $\theta = \pi/4$ and the in-plane strain components are given by

$$\begin{cases} \epsilon_{x'x'} = \frac{1-\nu_i}{E_i} \frac{\Sigma_{xx}}{2} \\ \epsilon_{y'y'} = \frac{1-\nu_i}{E_i} \frac{\Sigma_{xx}}{2} \\ \epsilon_{x'y'} = \frac{1+\nu_i}{E_i} \frac{\Sigma_{xx}}{2} \end{cases} \quad (\text{A.11})$$

As in the case of tensile tests, E_{joint} and ν_{joint} can be directly identified by comparing Eqns. (A.11) and (A.2)

$$E_{\text{joint}} = \frac{1}{S(k_{y'y',\text{joint}} + k_{x'y',\text{joint}})} \quad (\text{A.12})$$

$$\nu_{\text{joint}} = \frac{k_{x'y',\text{joint}} - k_{y'y',\text{joint}}}{k_{x'y',\text{joint}} + k_{y'y',\text{joint}}} \quad (\text{A.13})$$

where $k_{x'x',\text{joint}}$, $k_{y'y',\text{joint}}$ and $k_{x'y',\text{joint}}$ values are respectively derived from the linear regression analysis of plots of $\bar{\epsilon}_{x'x',\text{exp.},\text{joint}} - F$, $\bar{\epsilon}_{y'y',\text{exp.},\text{joint}} - F$ and $\bar{\epsilon}_{x'y',\text{exp.},\text{joint}} - F$ data.

An algorithm (Fig.A.8) was then used for the selection of relevant strain data to eliminate those affected by noise, i.e. those such that

$$|k_{ij}F - \bar{\epsilon}_{ij;\text{exp.}}(F)| \geq r \quad (\text{A.14})$$

where r is the strain resolution plotted on Fig. A.7. The subscripts i and j depict herein the x and y or x' and y' coordinates axis. n represents the number of load steps, $1 \leq n \leq N$. For each strain $\bar{\epsilon}_{ij;\text{exp.}}$ determined at the load level $F(n)$, if Eqn. (A.14) is verified, the data $\bar{\epsilon}_{ij;\text{exp.}}[F(n)]$ is omitted and the parameter k_{ij} is reevaluate with $(N - 1)$ data.

Figure A.9 shows plots of strain data before and after selection of pertinent data. Note that pertinent data fit the equation which lead to sound estimates of k_{ij} .

A.4.1.2 Influence of substrate deformations

In a second step, the influence of the substrate was taken into account. The joint is subjected to an axial load applied to the specimens and to lateral deformations induced by deformation of the SiC substrates.

In the case of tensile tests, the components $\epsilon_{yy,\text{joint}}$ and $\epsilon_{zz,\text{joint}}$ are expressed from the transverse displacements in the substrate

$$\begin{cases} U_{y,\text{joint}} - U_{0y,\text{joint}} = -\nu_{\text{SiC}} \frac{\Sigma_{xx}}{E_{\text{SiC}}} y \\ U_{z,\text{joint}} - U_{0z,\text{joint}} = -\nu_{\text{SiC}} \frac{\Sigma_{xx}}{E_{\text{SiC}}} z \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \epsilon_{yy,\text{joint}} = -\nu_{\text{SiC}} \frac{\Sigma_{xx}}{E_{\text{SiC}}} \\ \epsilon_{zz,\text{joint}} = -\nu_{\text{SiC}} \frac{\Sigma_{xx}}{E_{\text{SiC}}} \end{cases} \quad (\text{A.15})$$

The stress tensor in the joint becomes,

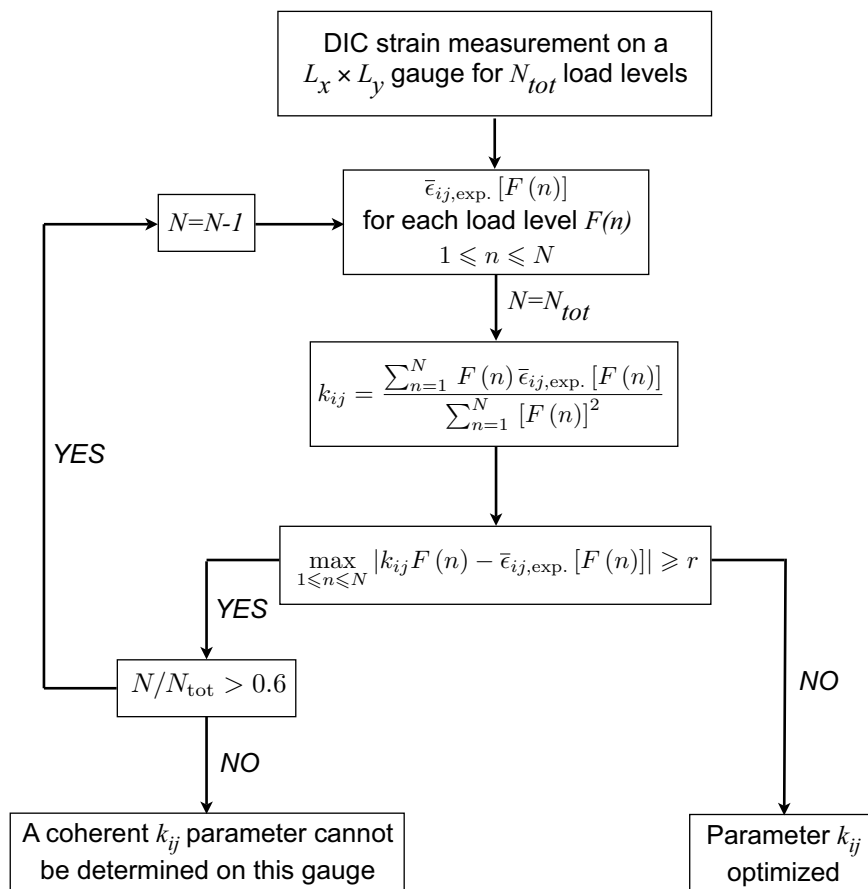


Figure A.8: Algorithm of data selection

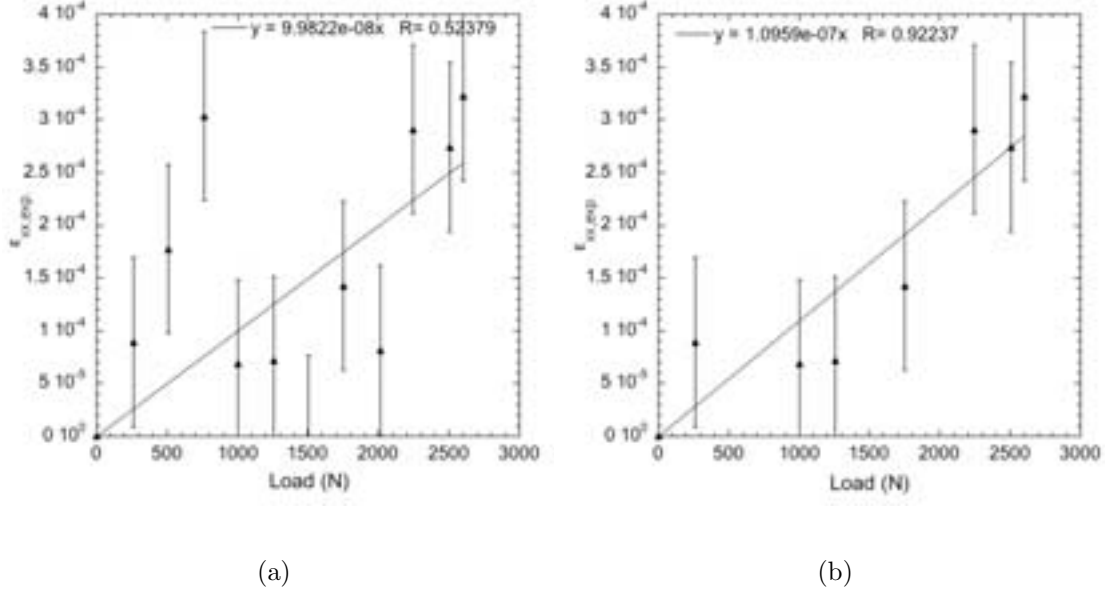


Figure A.9: Change of k_{xx} (N^{-1}), slope of $\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp.}} = f(F)$, before the selection data algorithm (a) and after the data selection (b)

$$\underline{\underline{\sigma}}_{\text{joint}} = \begin{bmatrix} \Sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{bmatrix}_{(x,y,z)} \quad (\text{A.16})$$

and the components of $\underline{\underline{\epsilon}}_{\text{joint}}$ are given by

$$\begin{cases} \epsilon_{xx,\text{joint}} = \frac{1+\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} \Sigma_{xx} - \frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} (\Sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}) \\ \epsilon_{yy,\text{joint}} = \frac{1+\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} \sigma_{yy} - \frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} (\Sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}) \\ \epsilon_{zz,\text{joint}} = \frac{1+\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} \sigma_{zz} - \frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} (\Sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}) \end{cases} \quad (\text{A.17})$$

By combining the expressions of $\epsilon_{yy,\text{joint}}$ and $\epsilon_{zz,\text{joint}}$ and Eqn. (A.15), $\sigma_{yy} + \sigma_{zz}$ can be obtained

$$\sigma_{yy} + \sigma_{zz} = \frac{2E_{\text{joint}}}{1 - \nu_{\text{joint}}} \Sigma_{xx} \left(\frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} - \frac{\nu_{\text{SiC}}}{E_{\text{SiC}}} \right) \quad (\text{A.18})$$

Then $\epsilon_{xx,\text{joint}}$

$$\epsilon_{xx,\text{joint}} = \Sigma_{xx} \left[\frac{1}{E_{\text{joint}}} - \frac{2\nu_{\text{joint}}}{1 - \nu_{\text{joint}}} \left(\frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} - \frac{\nu_{\text{SiC}}}{E_{\text{SiC}}} \right) \right] \quad (\text{A.19})$$

By using Eqns. (A.2) and (A.19), the experimental parameter $\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp.},\text{joint}}^{(T)}(F)$ and the elastic properties of the SiC substrate and the BraSiC joint are related by

$$\bar{\epsilon}_{xx,\text{exp.},\text{joint}}^{(T)} = \frac{F}{S} \left[\frac{1}{E_{\text{joint}}} - \frac{2\nu_{\text{joint}}}{1-\nu_{\text{joint}}} \left(\frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} - \frac{\nu_{\text{SiC}}}{E_{\text{SiC}}} \right) \right] \quad (\text{A.20})$$

where the superscript (T) refers to the tensile tests.

In the case of off-axis compression test, as shown in the first approach the stress tensor in the SiC substrate is given by the following relationship

$$\underline{\underline{\sigma}}_{\text{joint}} = \begin{bmatrix} \frac{\Sigma_{xx}}{2} & \frac{\Sigma_{xx}}{2} & 0 \\ \frac{\Sigma_{xx}}{2} & \frac{\Sigma_{xx}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}_{(x',y')} \quad (\text{A.21})$$

The components of the strain tensor in the SiC substrate in the (x', y') coordinates are deduced from Eqn (A.7) and are given by Eqn (A.11): $\epsilon_{zz,\text{SiC}} = -\frac{\nu_{\text{SiC}}}{E_{\text{SiC}}}\Sigma_{xx}$. It is assumed that $U_{z,\text{joint}} = U_{z,\text{SiC}}$ such that

$$U_{z,\text{joint}} - U_{0z,\text{joint}} = -\nu_{\text{SiC}} \frac{\Sigma_{xx}}{E_{\text{SiC}}} z \Rightarrow \epsilon_{zz,\text{joint}} = -\frac{\nu_{\text{SiC}}}{E_{\text{SiC}}}\Sigma_{xx} \quad (\text{A.22})$$

and the stress tensor in the joint is expressed as

$$\underline{\underline{\sigma}}_{\text{joint}} = \begin{bmatrix} \frac{\Sigma_{xx}}{2} & \frac{\Sigma_{xx}}{2} & 0 \\ \frac{\Sigma_{xx}}{2} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{bmatrix}_{(x',y')} \quad (\text{A.23})$$

Following the case of the tensile test, a relationship between the components of the experimental strain tensor (see Eqn. (A.2)) and the elastic parameters of the SiC substrate and the joint can be obtained

$$\begin{cases} \bar{\epsilon}_{x'x',\text{exp.},\text{joint}}^{(C45)} + \frac{\nu_{\text{joint}}}{1-\nu_{\text{joint}}}\bar{\epsilon}_{y'y',\text{exp.},\text{joint}}^{(C45)} = \frac{F}{2S} \left[\frac{1}{E_{\text{joint}}} - \frac{2\nu_{\text{joint}}}{1-\nu_{\text{joint}}} \left(\frac{\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} - \frac{\nu_{\text{SiC}}}{E_{\text{SiC}}} \right) \right] \\ \bar{\epsilon}_{x'y',\text{exp.},\text{joint}}^{(C45)} = \frac{1+\nu_{\text{joint}}}{E_{\text{joint}}} \frac{F}{2S} \end{cases} \quad (\text{A.24})$$

where the superscript $(C45)$ refers to an off-axis compression tests. The elastic parameters of the BraSiC joint cannot be directly deduced from a single equation, since Eqns. (A.20) and (A.24) depend on both E_{joint} and ν_{joint} . Consequently, experimental results of tensile tests *and* off-axis compression tests are required to increase the accuracy on identified elastic parameters. The couple $\{E_{\text{joint}}; \nu_{\text{joint}}\}$ is obtained by determining the minimum of the error \mathcal{J}_{3D} described by Eqn. (A.25).

$$\begin{aligned}
\mathcal{J}_{3D}(E_{\text{joint}}, \nu_{\text{joint}}) = & \sum_F \left[\bar{\epsilon}_{xx, \text{exp., joint}}^{(T)}(F) - \epsilon_{xx, \text{joint}}^{(T)}(F) \right]^2 \\
& + \sum_F \left[\left(\bar{\epsilon}_{x'x', \text{exp., joint}}^{(C45)}(F) + \frac{\nu_{\text{joint}}}{1 - \nu_{\text{joint}}} \bar{\epsilon}_{y'y', \text{exp., joint}}^{(C45)}(F) \right) \right. \\
& \quad \left. - \left(\epsilon_{x'x', \text{joint}}^{(C45)}(F) + \frac{\nu_{\text{joint}}}{1 - \nu_{\text{joint}}} \epsilon_{y'y', \text{joint}}^{(C45)}(F) \right) \right]^2 \\
& + \sum_F \left[\bar{\epsilon}_{x'y', \text{exp., joint}}^{(C45)}(F) - \epsilon_{x'y', \text{joint}}^{(C45)}(F) \right]^2 \quad (\text{A.25})
\end{aligned}$$

A.4.2 Four-point bend tests

The description of strain and stress states in the joint is not straight forward. Finite element computations were then used to estimate the elastic constants from displacement field measurements. The finite element computations were carried out for two dimensional plain stress conditions using the MSC.Marc 2000 finite element code and the MSC.Mentat 2000 pre-processor [88]. A refined 3-node element mesh is used in the joint area. The elastic constants of the SiC substrates were taken to be $E_{\text{SiC}} = 420$ GPa and $\nu_{\text{SiC}} = 0.16$. The zone referred to as ROI* was identical to the experimental ROI (see Fig. A.10). The finite element mesh coincided exactly with the correlation grid. Joint elastic constants correspond to the minimum of $\underline{\mathcal{J}}_{AB}$ that represents the deviation between experimental and computed displacement fields in x, y coordinates of correlation measurements points and FEM nodes.

$$\underline{\mathcal{J}}_{AB}(E_{\text{joint}}, \nu_{\text{joint}}) = \sum_F \sum_{\{x,y\}} \left[\tilde{\underline{U}}_{\text{exp.}}(x, y, F) - \tilde{\underline{U}}_{\text{FE}}\left(x, y, F, \frac{E_{\text{joint}}}{E_{\text{SiC}}}, \nu_{\text{joint}}, \nu_{\text{SiC}}\right) \right]^2 \quad (\text{A.26})$$

with

$$\tilde{\underline{U}}_i = \begin{pmatrix} \tilde{U}_{x,i} \\ \tilde{U}_{y,i} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} U_{x,i} - U_{0x,i} \\ U_{y,i} - U_{0y,i} \end{pmatrix}$$

where $\underline{U}_{0,i} = \begin{pmatrix} U_{0x,i} \\ U_{0y,i} \end{pmatrix}$ represents the rigid body motion of node i . Then, E_{joint} and ν_{joint} are determined by seeking the minimum of $\underline{\mathcal{J}}_{AB}$.

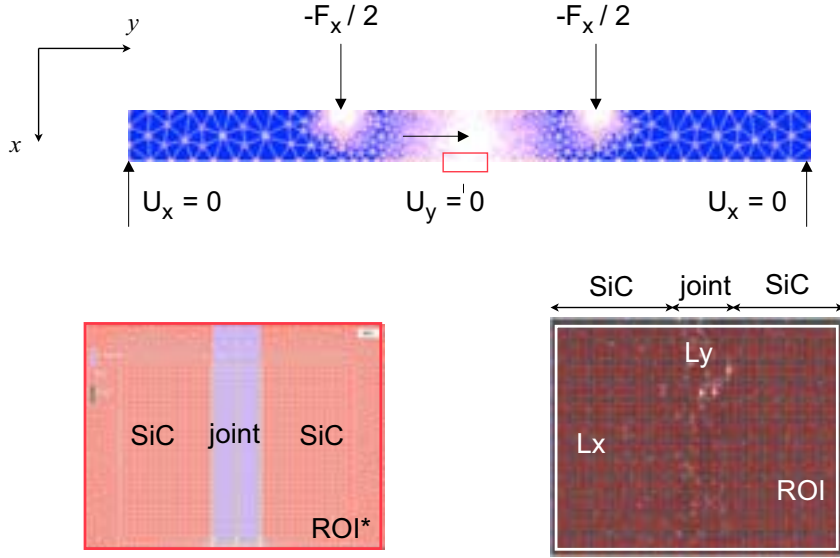


Figure A.10: Identification method in 4-point bending

A.5 Results

A.5.1 DIC validation on monolithic α -SiC

To validate “optical” strain measurements, a tensile test is performed on a monolithic α -SiC specimen. Two sizes of optical gauges were used, namely, T-1024 ($L_x = 960$ pixels; $L_y = 1140$ pixels) and T-128 ($L_x = 128$ pixels; $L_y = 1140$ pixels). One can note that the case T-128 yields k_{xx} and k_{yy} that are averages of 120 gauges located on the whole digital images.

Table A.5: Measurements conditions and results for monolithic α -SiC

Ref.	ROI	$l \times \delta$ (pixels)	$L_x \times L_y$ (pixels)	Number of gauges	k_{xx} (10^7N^{-1})	k_{yy} (10^7N^{-1})
T-1024	960×1140	64×32	960×1140	1	0.49	-0.04
T-128	960×1140	64×32	128×1140	120	0.51	-0.07

Figure A.11 compares strain gauge data (gauge length = 2.5 mm) and optical gauge results (T-1024). The results are in very good agreement. The root mean square error is evaluated to be 9×10^{-6} . A Young’s modulus $E_{\text{SiC}} = 438 \pm 16$ GPa (T-1024), $E_{\text{SiC}} = 422 \pm 79$ GPa (T-128) and Poisson’s ratio $\nu_{\text{SiC}} = 0.08 \pm 0.08$ (T-1024),

$\nu_{\text{SiC}} = 0.14 \pm 0.08$ (T-128) are obtained. Figure A.12 shows that these estimates are comparable with data provided by the manufacturer (Boostec Inc.), 420 GPa and 0.16, respectively, and those measured by using the strain gauges 397 ± 6 GPa. The accuracy of elastic constants in the T-1024 case is much greater than in the T-128 one. It can be attributed to the small gauge size used. As shown in Fig. A.7, the smaller the gauge size, the higher the r deviation criterion. That is why, it has been chosen to mean several gauge results to obtain more significant estimates.

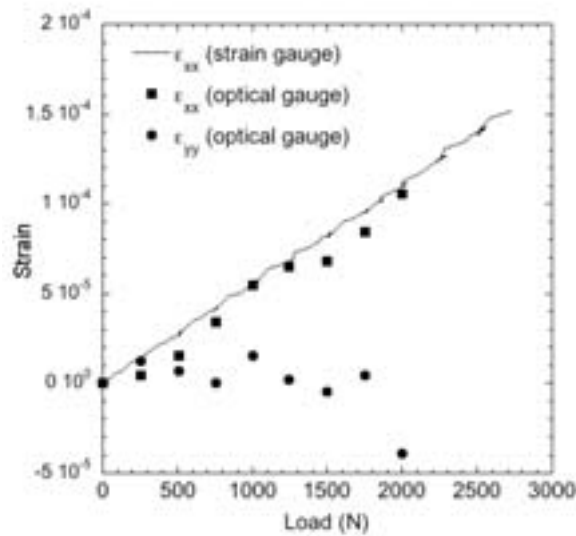


Figure A.11: Comparison of optical gauge and strain gauge results in a SiC zone (1 pixel = $1.66 \mu\text{m}$)

A.5.2 Tension / Off-axis compression tests

Three samples were tested in tension, and one in off-axis compression. Digital images acquired correspond to the “*SiC-joint*” zone. Elastic constants of SiC, near to the joint, and elastic constants of the joint can then be identified simultaneously, and compared to the values previously evaluated.

A.5.2.1 SiC elastic constants next to the joint

For each specimen, k_{xx} and k_{yy} components are determined for the upper and lower SiC parts. Several gauge size were used. Figure A.13 summarizes the evaluations of the elastic constants E_{SiC} and ν_{SiC} .

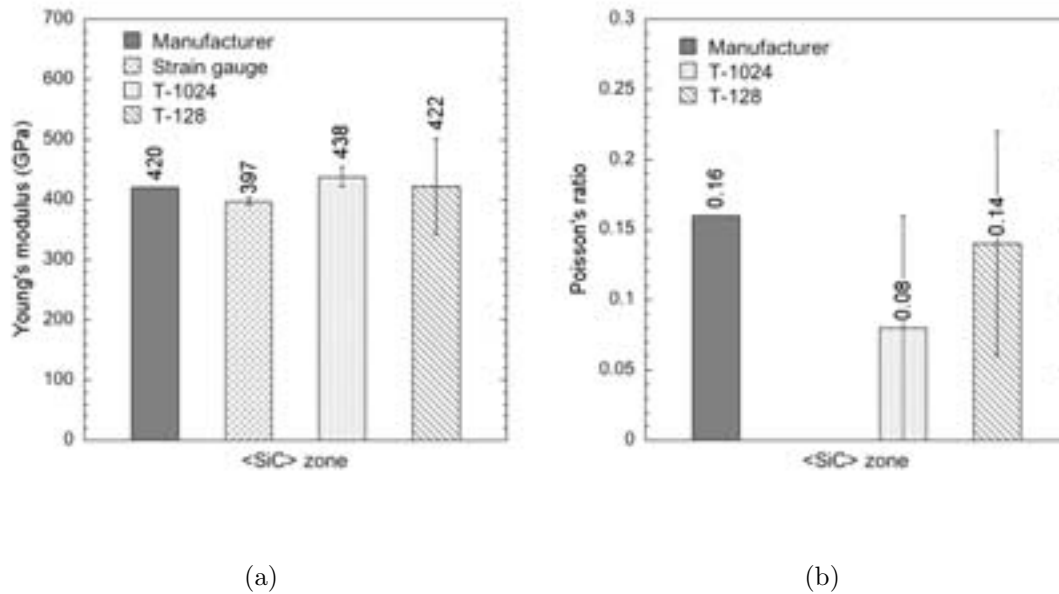


Figure A.12: Comparison of SiC elastic parameters provided and measured: Young's modulus (a) and Poisson's ratio (b)

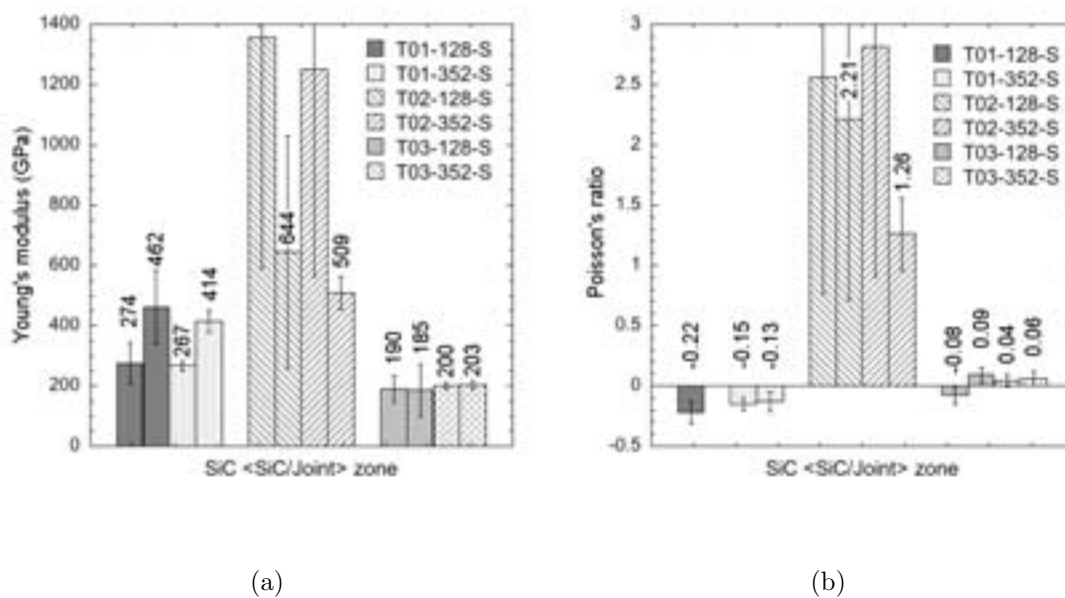


Figure A.13: Comparison of SiC elastic parameters measured in the "SiC/joint zone": Young's modulus (a) and Poisson's ratio (b)

Table A.6: Measurement conditions and results for the SiC substrate near the joint: in the upper SiC part (u) and the lower SiC part (d)

Ref.	Zone	ROI	$l \times \delta$ (pixels)	$L_x \times L_y$ (pixels)	Number of gauges	k_{xx} (10^7N^{-1})	k_{yy} (10^7N^{-1})
T01-128-S	(u)	960×1140	64×32	128×1140	5	0.79	0.18
	(d)	960×1140	64×32	128×1140	5	0.47	NC
T01-352-S	(u)	960×1140	64×32	352×1140	1	0.81	0.12
	(d)	960×1140	64×32	352×1140	1	0.52	0.07
T02-128-S	(u)	960×1140	64×32	128×1140	5	0.16	-0.41
	(d)	960×1140	64×32	128×1140	5	0.33	-0.73
T02-352-S	(u)	960×1140	64×32	352×1140	1	0.17	-0.49
	(d)	960×1140	64×32	352×1140	1	0.43	-0.54
T03-128-S	(u)	960×1140	64×32	128×1140	5	1.15	0.09
	(d)	960×1140	64×32	128×1140	5	1.19	-0.11
T03-352-S	(u)	960×1140	64×32	352×1140	1	1.10	-0.04
	(d)	960×1140	64×32	352×1140	1	1.08	-0.06

The estimates obtained when SiC and BraSiC are both included in the ROI (“*SiC-joint*” zone) lead to a significant scatter. Several hypotheses can be made. First, properties of SiC may have changed close to the interface SiC-joint, due to the brazing process. Auger spectroscopy investigations were carried out to determine in a semi-quantitative way the chemical composition in this area. One of the samples was carefully polished, and depth profiles from the Si phase and silicon-based phase (namely XSi_2) of BraSiC to the SiC substrate were performed. Emissive Auger electrons are located on the edge surface of the material, so that the analyzed width is around 1 nm. Results are shown in Fig. A.14. Interfacial zones in both cases ($\text{XSi}_2 \rightarrow \text{SiC}$) and ($\text{Si} \rightarrow \text{SiC}$) are around $0.25 \mu\text{m}$. The digital images used in the correlation method represent $300 \mu\text{m}$ at the magnification of 1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$. Thus, scattered SiC data properties cannot be caused by a chemical property change in SiC parts close to the joint.

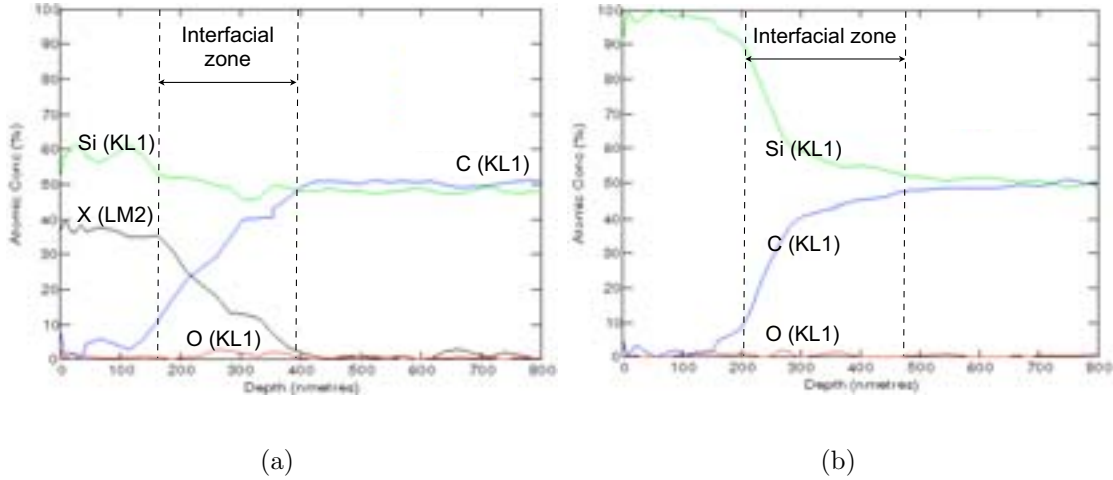


Figure A.14: Auger spectrograms: XSi_2 joint phase \rightarrow SiC substrate depth profile (a) and Si joint phase \rightarrow SiC substrate depth profile (b)

Second, this scatter can be related to the small gauge sizes selected $L_x = 128$ pixels or $L_x = 352$ pixels and $L_y = 1140$ pixels. It has been shown that the displacement resolution $\Delta L_x = \Delta L_y = 10^{-2}$ pixel (see Fig. A.5). By assuming that in SiC parts of a tensile test $E_{\text{SiC}} = \frac{\Sigma_{xx}}{\epsilon_{xx}}$ and $\nu_{\text{SiC}} = -\frac{\epsilon_{yy}}{\epsilon_{xx}}$, the displacement components ΔL_x and ΔL_y can be determined as follows:

$$\Delta L_x = \frac{FL_x}{E_{\text{SiC}}S} = 6.6 \times 10^{-3} \text{ pixels} \quad \text{and} \quad \Delta L_y = \frac{\nu_{\text{SiC}}\Delta L_x L_y}{L_x} = 9.4 \times 10^{-3} \text{ pixels} \quad (\text{A.27})$$

where $E_{\text{SiC}} = 420 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{SiC}} = 0.16$, $F = 1000 \text{ N}$ and $S = 7.5 \times 6.1 \text{ mm}^2$. The displacement levels are below the DIC resolution for such type of images at a magnification of 1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$. In the cases T-1024 and T-128, elastic constants could have been determined, since the random pattern is more suitable for the DIC system. Furthermore, the magnification of 1 pixel = $1.66 \mu\text{m}$ allows one to measure accurately 10^{-2} pixel displacements. Scattered E_{SiC} data and incoherent ν_{SiC} values can be explained by the too low strain levels associated with this configuration of images and optical magnification.

A.5.2.2 BraSiC joint elastic constants

The procedures used to determine elastic constants of SiC were also used to measure strain estimates in the joint zone. Table A.7 and Fig. A.15 summarize E_{joint} and ν_{joint} values and the corresponding standard deviation related to each measurement. The E_{joint} estimates seem to be consistent and reproducible. The mean of the different gauge results is $E_{\text{joint}} = 163 \pm 33 \text{ GPa}$; the Young's modulus error is around 20 %, which is in agreement with errors associated to the technique resolution (see Fig. A.5) for the chosen correlation parameters and optical system. The Young's modulus determined from the off-axis compression test is below the values measured for tensile tests. This deviation can be explained by the fact that off-axis samples are cut from a different assembly plate and elaboration conditions could be slightly different. Furthermore, errors associated to this type of test is greater than those linked to tensile tests, for two parameters are needed to determine E_{joint} (see Eqn. (A.11)). Concerning the BraSiC Poisson's ratio measurements, a significant scatter in values can be observed and are related to the resolution of DIC.

By using Eqn. (A.27), ΔL_x and ΔL_y have been calculated for a load level $F = 1000 \text{ N}$. "Optical" gauge size are given by $L_x = 128 \text{ pixels}$ and $L_y = 1140 \text{ pixels}$. It is assumed that elastic properties of the joint are $E_{\text{joint}} = 150 \text{ GPa}$ and $\nu_{\text{joint}} = 0.3$. The corresponding displacements are respectively $\Delta L_x = 1.8 \times 10^{-2} \text{ pixel}$ and $\Delta L_y = 5.1 \times 10^{-2} \text{ pixel}$. ΔL_x is at the edge of the resolution displacement. That is why a certain discrepancy between estimates of E_{joint} can be noticed for different gauge

Table A.7: Measurements conditions and strains results for BraSiC joint

Ref.	ROI (pixels)	$L_x \times L_y$ (pixels)	Number of gauges	k_{xx} (10^7N^{-1})	k_{yy} (10^7N^{-1})	k_{xy} (10^7N^{-1})
T01-128-J	960×1140	128×1140	3	1.13	0.10	-
T01-192-J	960×1140	192×1140	1	1.10	-0.37	-
T02-128-J	960×1140	128×1140	3	1.15	0.03	-
T02-192-J	960×1140	192×1140	1	1.48	-0.74	-
T03-128-J	960×1140	128×1140	3	1.26	0.06	-
T03-192-J	960×1140	192×1140	1	1.72	-0.21	-
C45-128-J	928×1184	128×1140	5	0.41	0.37	1.62

size. Besides, accuracy related to each measurement is great, e.g., about 40 % for the test referenced as T02-128-J. Even if the y -displacement is higher than the threshold resolution, there is no chance to measure Poisson's ratio accurately, since ΔL_y depends on ΔL_x and L_x values. Errors cumulate in that case. Besides, the assumption of uniform stress state in the specimen leads to overevaluate ΔL_y which is not realistic.

To extract a reliable value for ν_{joint} and a more accurate value of E_{joint} , all tensile and off-axis compression tests were used. A refined model has been set up, so that elastic parameters can be both calculated by one strain component which overpass the threshold resolution of the DIC system. The function \mathcal{J}_{3D} defined by Eqn. (A.25) has been calculated (see Fig. A.16). The minimum of \mathcal{J}_{3D} is obtained for $E_{\text{joint}} = 113 \pm 18$ GPa and $\nu_{\text{joint}} = 0.42 \pm 0.05$. The value found for E_{joint} is not in agreement with that found for the T01 tensile test, but it has been obtained by considering all tension and compression specimens. As shown in Fig. A.16, the minimum of \mathcal{J}_{3D} is clearly obtained for a single ν_{joint} value whose accuracy is better than in the previous approaches.

A.5.3 FEM tensile test

A finite element computation was performed for the T01 tensile test (with a cost function denoted by T01- \mathcal{J}_T). As in the case of four-point bending approach, the finite element computations were carried out under two dimensional plane stress conditions. The identification method is similar to those used in four-bend tests (see Fig. A.10).

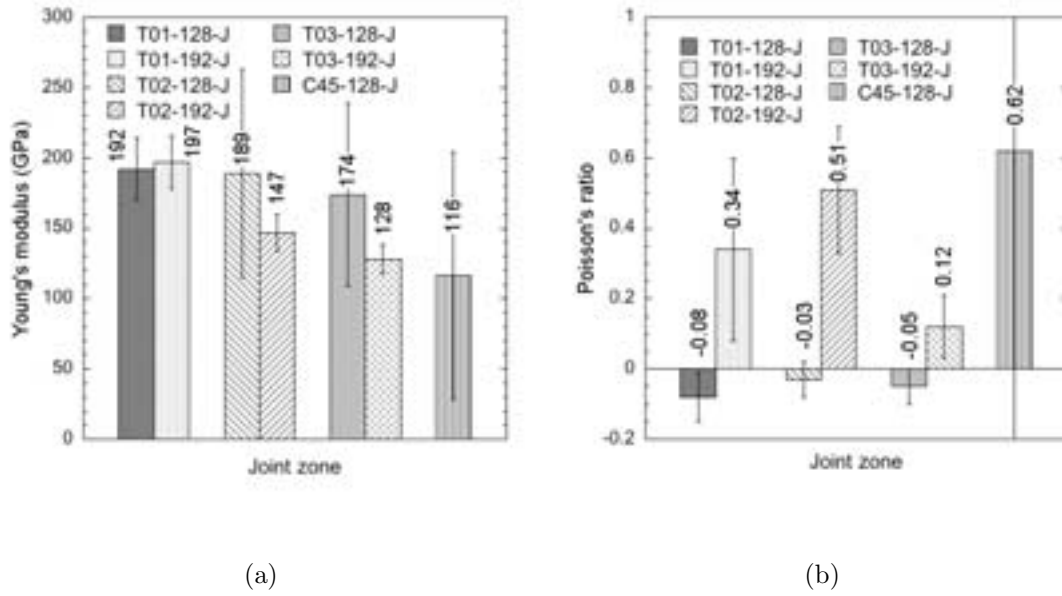


Figure A.15: Comparison of joint elastic parameters measured in the “SiC/joint zone”: Young’s modulus (a) and Poisson’s ratio (b)

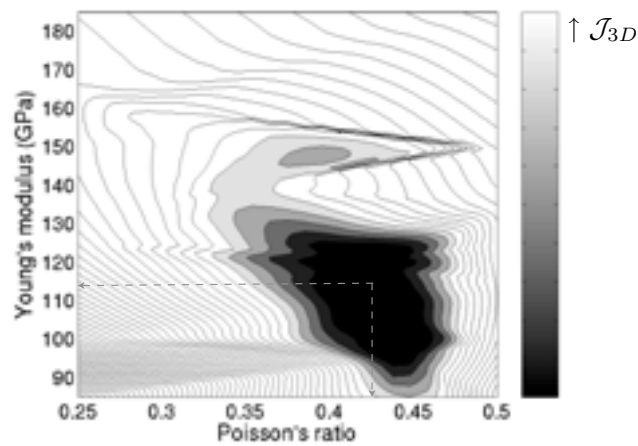


Figure A.16: Change of \mathcal{J}_{3D} with E_{joint} and ν_{joint}

The elastic constants of silicon carbide are taken to be $E_{\text{SiC}} = 420$ GPa and $\nu_{\text{SiC}} = 0.16$. The parameters E_{joint} and ν_{joint} are then determined by evaluating the minimum of $\underline{\mathcal{J}}_T$,

$$\underline{\mathcal{J}}_T(E_{\text{joint}}, \nu_{\text{joint}}) = \sum_F \sum_{x,y} \left[\tilde{U}_{\text{exp.}}(x, y, F) - \tilde{U}_{\text{FE}}\left(x, y, F, \frac{E_{\text{joint}}}{E_{\text{SiC}}}, \nu_{\text{joint}}, \nu_{\text{SiC}}\right) \right]^2. \quad (\text{A.28})$$

Figures A.17 and A.18 compare U_x and U_y displacement maps measured by digital image correlation and those calculated by a finite element computation. For low load levels, the DIC system is below its resolution and U_x displacements are scattered. Computed U_x displacements do not exceed 0.02 pixel and 0.05 pixel for $F = 500$ N and $F = 1500$ N, respectively. Besides, U_y displacements cannot be measured accurately with the DIC method since the maximum calculated U_y is around 0.016 pixel. Consequently, in the identification procedure, the latter are discarded. It can be assumed that U_x depends sufficiently on both E_{joint} and ν_{joint} since the error function \mathcal{J}_T is sensitive to ν_{joint} as well.

As shown in Fig. A.19(b), it is not possible to minimize \mathcal{J}_{T_y} component for physically acceptable parameters E_{joint} and ν_{joint} . Figure A.19(a) evaluates \mathcal{J}_{T_x} versus E_{joint} for different ν_{joint} values. It is still quite difficult to identify a single couple $\{E_{\text{joint}}; \nu_{\text{joint}}\}$ with a reliable accuracy. Thus, the \mathcal{J}_{T_x} component cannot be minimized, only a range of elastic parameters can be extracted: namely, $150 \text{ GPa} < E_{\text{joint}} < 210 \text{ GPa}$ and $0.08 < \nu_{\text{joint}} < 0.35$ (see Fig. A.20).

A.5.4 Four-point bending

First, an approximate approach was chosen to determine an initial value for E_{joint} in the $\underline{\mathcal{J}}_{4B}$ cost function (see Eqn. (A.26)). These approach consists in assuming that the stress state in the SiC zone and the joint zone is comparable to those obtained in a homogenous beam

$$\sigma_{yy} = \sigma_{\text{max}} \left(\frac{x}{h} \right) = \frac{3F(l_1 - l_2)}{2bh^2} \left(\frac{x}{h} \right) \quad (\text{A.29})$$

where h is the height of the specimen and b the width, F the load level and $(l_1 - l_2)$ the inner span length. By calculating the normal strain in the y -direction of a J_i gauge whose height is L_x is identical in the SiC and joint zones, a contrast \mathcal{C} of Young's modulus can be determined

$$\bar{\epsilon}_{yy, J_i} = \frac{1}{E_i h_{J_i}} \int_{h-h_{J_i}}^h \frac{3F(l_1 - l_2)}{2bh^2} \left(\frac{x}{h} \right) dx \simeq \frac{\sigma_{\text{max}}}{E_i} \quad (\text{A.30})$$

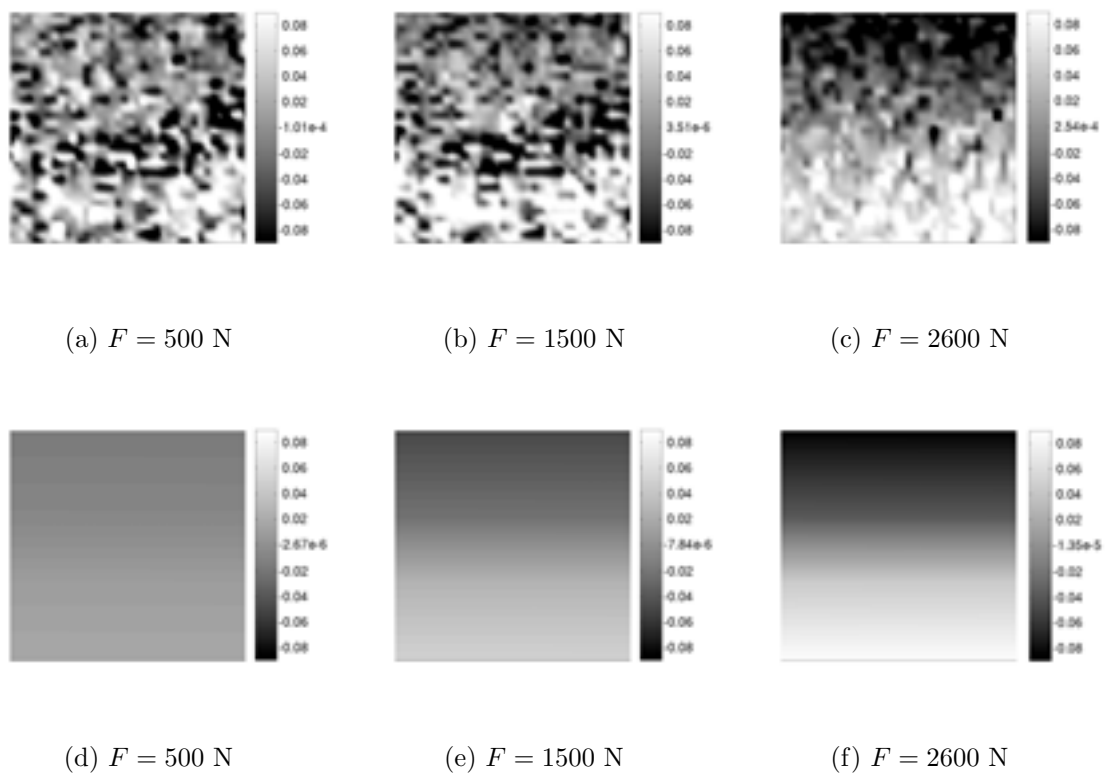


Figure A.17: Comparison of experimental U_x displacement field (a), (b), (c) and computed U_x displacement field (d), (e), (f) when $1 \text{ pixel} = 0.33 \mu\text{m}$

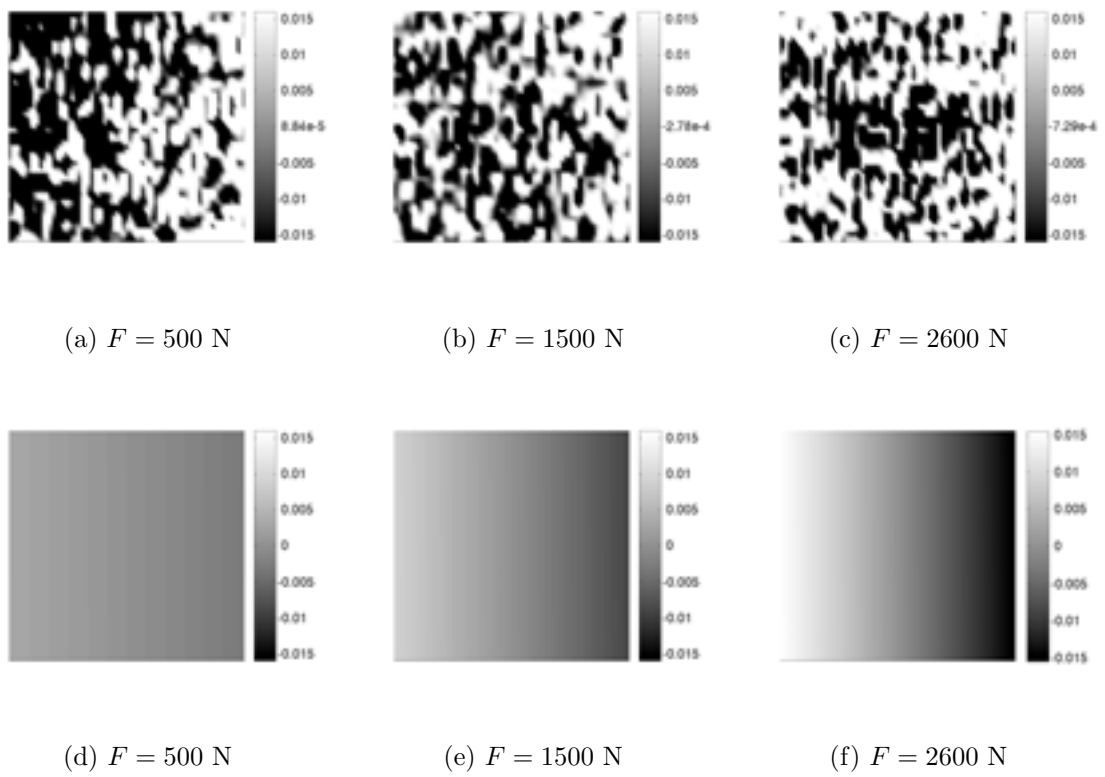


Figure A.18: Comparison of experimental U_y displacement field (a), (b), (c) and computed U_y displacement field (d), (e), (f) when 1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$

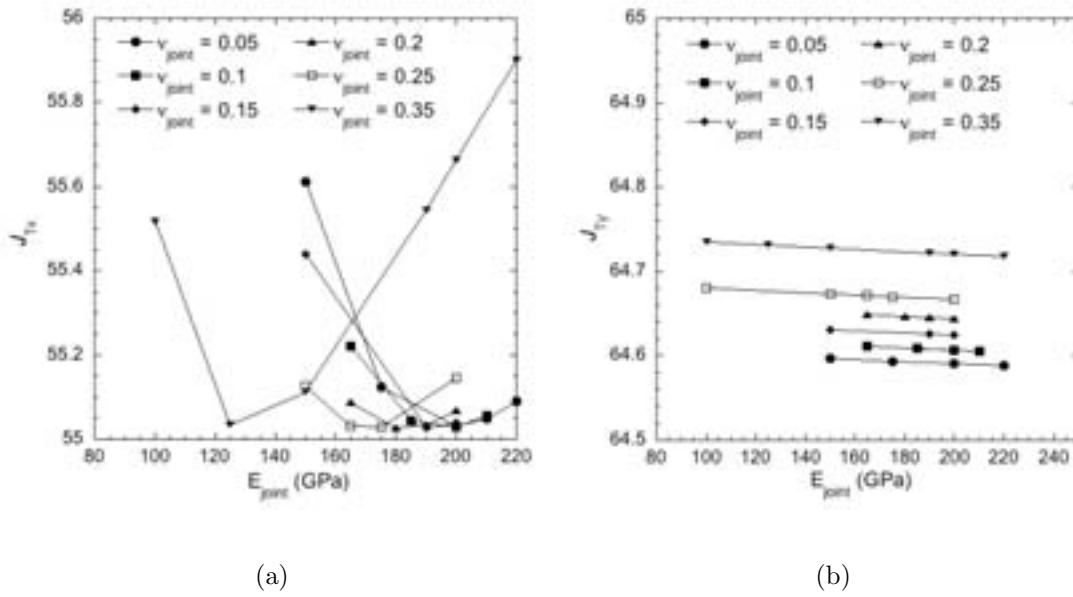


Figure A.19: Change of J_T with E_{joint} : J_{Tx} (a) and J_{Ty} (b)

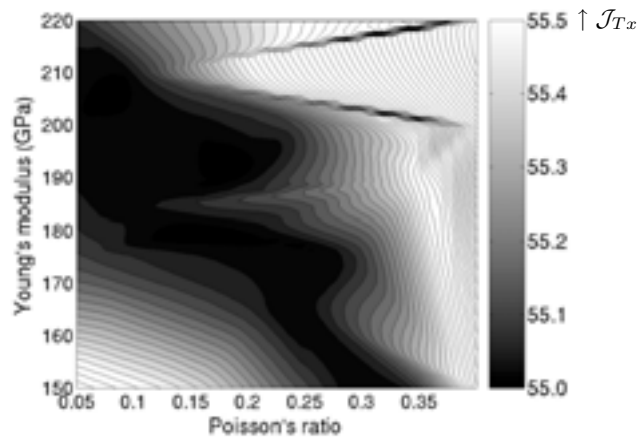


Figure A.20: Change of J_{Tx} with E_{joint} and ν_{joint}

with

$$\mathcal{C} = \frac{\bar{\epsilon}_{yy, J_{\text{SiC}}}}{\bar{\epsilon}_{yy, J_{\text{joint}}}} = \frac{E_{\text{joint}}}{E_{\text{SiC}}} \quad (\text{A.31})$$

Then, a contrast of Young's modulus can be determined by evaluating experimental k_{yy} components on $L_x \times L_y$ gauges taken in the SiC substrate and the BraSiC joint. Correlation parameters and strain results are summarized in Table A.8. For $E_{\text{SiC}} = 420$ GPa, a value for E_{joint} can be evaluated to be $E_{\text{joint}} = 158$ GPa.

Table A.8: Measurements conditions and results for 4-point bending tests

Ref.	ROI (pixels)	L_x (pixels)	$L_y \langle \text{SiC} \rangle$ (pixels)	$L_y \langle \text{joint} \rangle$ (pixels)	$k_{yy} \langle \text{SiC} \rangle$ (10^7N^{-1})	$k_{yy} \langle \text{joint} \rangle$ (10^7N^{-1})	\mathcal{C}
4B	960×1248	960	384	192	5.63	14.02	0.40
					4.84		0.35

Futhermore, a computation was carried out and \mathcal{J}_{4B} was evaluated. It characterizes the deviation of experimental and computed displacement fields taken over an ROI* that is identical to the experimental ROI. As mentioned previously, only the \mathcal{J}_{4By} components should be considered for the determination of E_{joint} and ν_{joint} , since U_x displacements cannot be measured accurately (see Fig. A.23(a); even for the maximum load level, U_x displacements do not exceed 0.03 pixel, which is of the order of the system resolution (see Fig. A.21).

By minimizing \mathcal{J}_{4By} , the values $E_{\text{joint}} = 166 \pm 35$ GPa and $\nu_{\text{joint}} = 0.43 \pm 0.05$ can be identified (see Fig. A.24). It is easier to localize a single couple $\{E_{\text{joint}}; \nu_{\text{joint}}\}$ than in the case of tensile tests, for dependence of U_y on E_{joint} and ν_{joint} is more significant in bending (see Fig. A.23(b)). Elastic parameters are in good agreement with those previously found.

Besides, E_{joint} and ν_{joint} were identified for different ROI sizes such that 480×288 pixels $<$ ROI size $<$ 960×1248 pixels, while the image resolution is 1024×1280 pixels and the BraSiC joint size is about 1024×384 pixels. The evaluated values E_{joint} and ν_{joint} depend on the ROI size. For the small ROI sizes, $E_{\text{joint}} = 130$ GPa and $\nu_{\text{joint}} = 0.40$, and $E_{\text{joint}} = 160$ GPa, $\nu_{\text{joint}} = 0.42$ for large ROI sizes. This difference

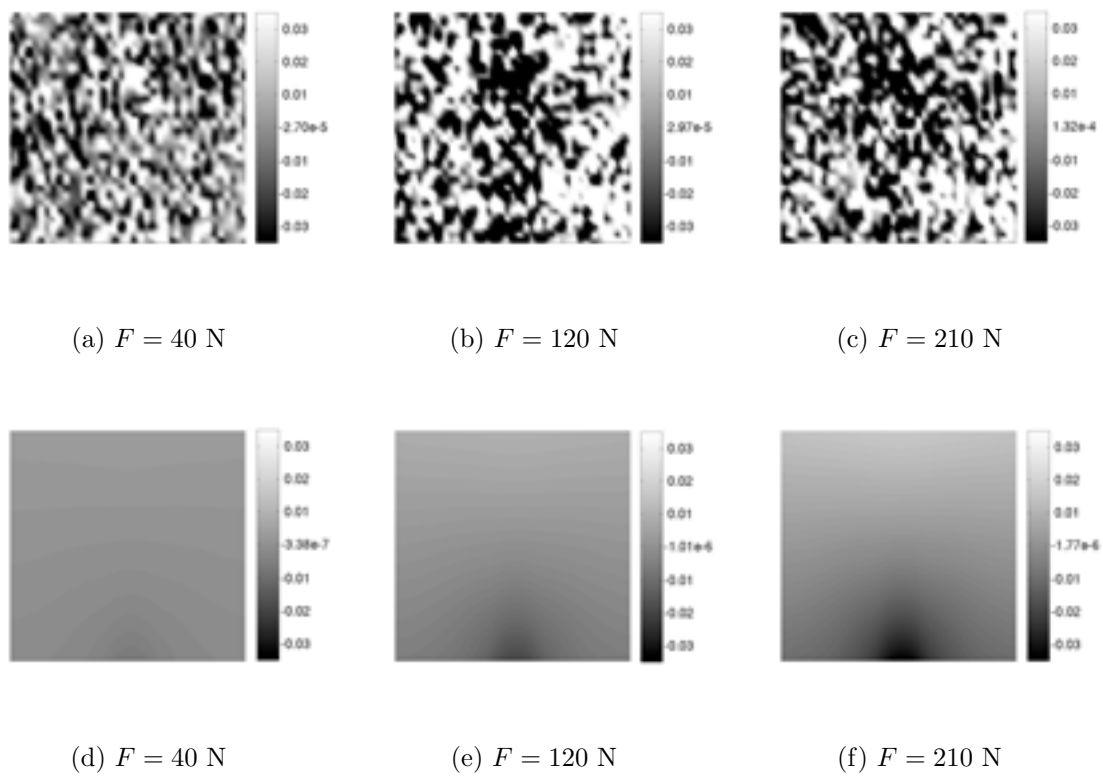


Figure A.21: Comparison of experimental U_x displacement field (a), (b), (c) and computed U_x displacement field (d), (e), (f) when 1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$

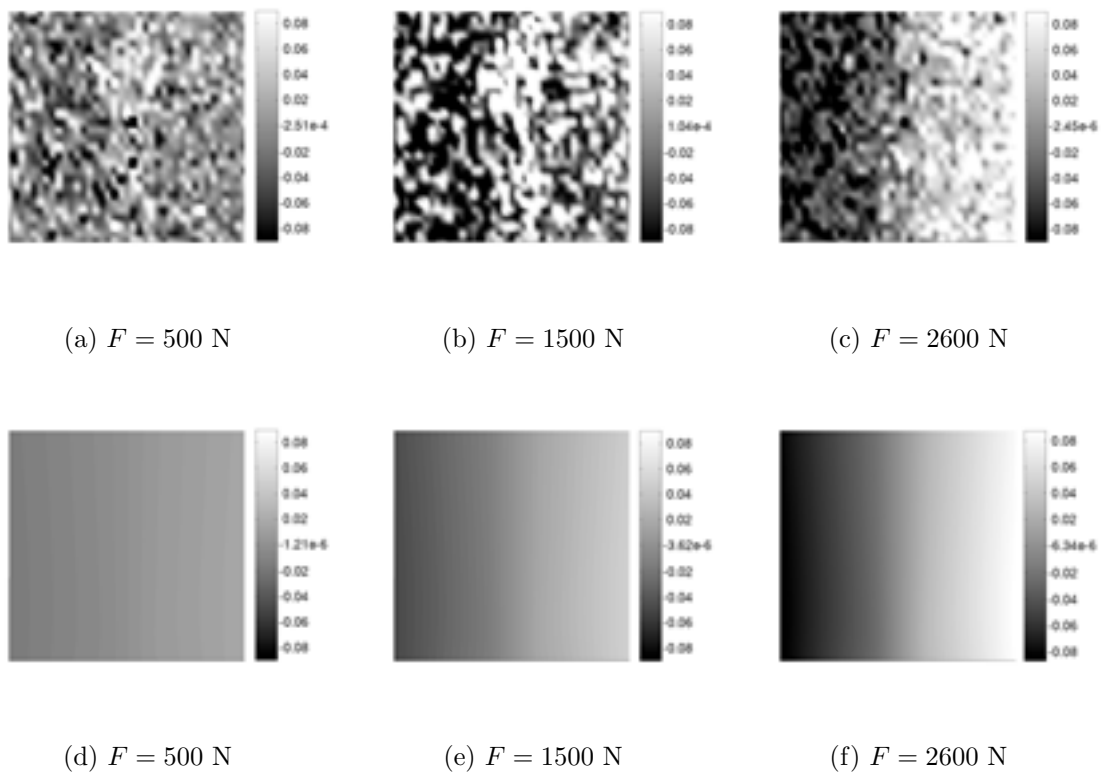


Figure A.22: Comparison of experimental U_y displacement field (a), (b), (c) and computed U_y displacement field (d), (e), (f) when 1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$

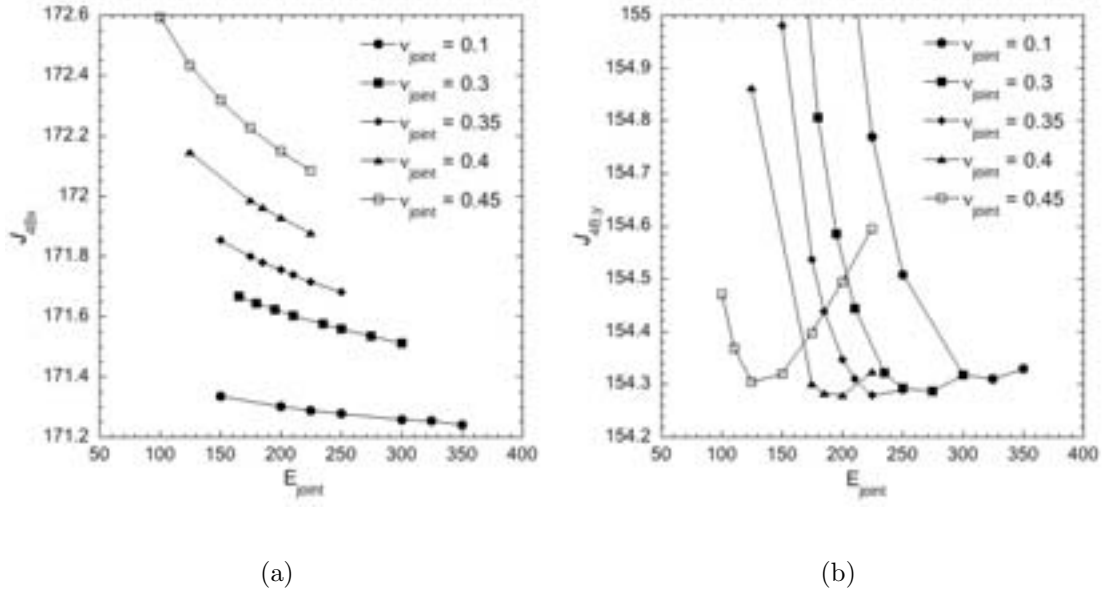


Figure A.23: Change of $\underline{\mathcal{J}}_{AB}$ with E_{joint} : \mathcal{J}_{ABx} (a) and \mathcal{J}_{ABy} (b)

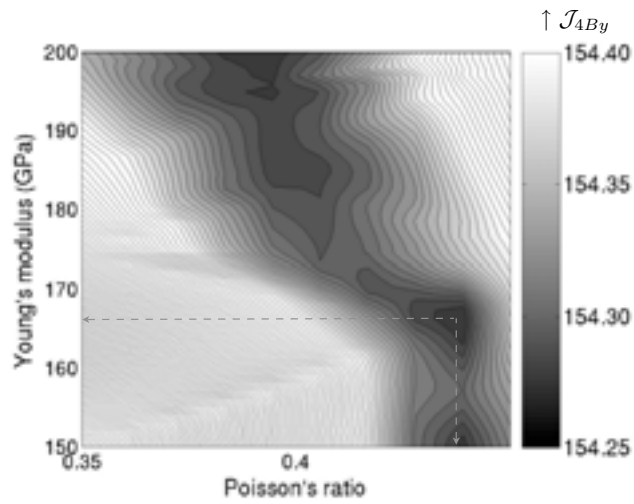


Figure A.24: Change of \mathcal{J}_{ABy} with E_{joint} and ν_{joint}

can be attributed to the fact that for large ROI sizes, most of the displacement data of the correlation grid and the numerical mesh correspond to the SiC substrate, whose parameters are $E_{\text{SiC}} = 420 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{SiC}} = 0.16$.

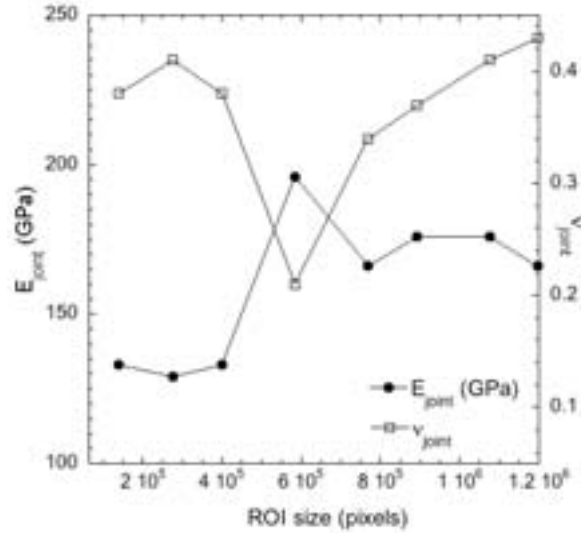


Figure A.25: Identified E_{joint} and ν_{joint} values for different ROI sizes (1 pixel = $0.33 \mu\text{m}$)

A.6 Discussion

Table A.9 summarizes the elastic parameters of the BraSiC joint determined by using strain or displacement fields extracted by Digital Image Correlation. Several tests and identification approach have been compared. Due to the very low displacements and strains which occur in the silicon-based joint, only the longitudinal component of the measured field can be used, for it is higher than the threshold resolution of the DIC technique. Thus, an accurate Young's modulus is difficult to obtain by a direct identification carried out on homogeneous tensile (T0i-xxx-J) and off-axis compression (C45-128-J) tests; by this means, there is no chance to estimate the Poisson's ratio of the joint.

An inverse identification can lead to a more significant value of E_{joint} and ν_{joint} when all tensile and compression tests are involved (\mathcal{J}_{3D}). An analytical refined description

Table A.9: BraSiC elastic parameters determined by DIC technique

Test	Ref.	Stress state description	Number of data	E (GPa)	ν
Tension	T0i-xxx-J	analytical	13	118-216	-
Compression	C45-128-J	analytical	13	116 ± 88	0.62 ± 0.93
Tension and Compression	\mathcal{J}_{3D}	analytical	39	113 ± 18	0.42 ± 0.05
Tension	T01- \mathcal{J}_{Tx}	FEM	14040	150-210	0.08-0.35
Bending	\mathcal{J}_{4By}	FEM	15210	166 ± 35	0.43 ± 0.05

of the stress field has been proposed to identify the elastic constants of BraSiC.

A finite element analysis allowed the comparison of experimental and computed displacement fields. This approach increased the number of data implicated in the identification. Indeed, when strain fields are compared, average values $\bar{\epsilon}_{xx,exp.}$, $\bar{\epsilon}_{yy,exp.}$ and $\bar{\epsilon}_{xy,exp.}$ are used for each load level which represent herein 13 data. However, in the case of the comparison of displacement fields, the whole measurements determined on the C -points of the correlation grid (ROI), and the whole displacement components computed on nodes of the numerical mesh (ROI*) are compared for each load step which represent respectively 14040 data and 15210 data for tension (T01- \mathcal{J}_{Tx}) and 4-point bending (\mathcal{J}_{4B}) finite element analysis. Even if the number of data is much higher by using this approach, the finite element analysis in the case of tensile tests is not satisfactory, since U_x is not dependent on both E_{joint} and ν_{joint} . Then, the best approach is the finite element analysis of four-point bend tests. Indeed, number of data is sufficient, and stress state is heterogeneous so that E_{joint} and ν_{joint} can be identified accurately by the expression of U_y displacement component.

An average value of the elastic constants of the BraSiC material can be proposed by considering the estimates determined by \mathcal{J}_{3D} and \mathcal{J}_{4By} approaches: $E_{joint} = 140 \pm 37$ GPa and $\nu_{joint} = 0.40 \pm 0.05$.

A.7 Comparison with nanoindentation tests

Nanoindentation investigations aim at confirming the elastic constants of BraSiC estimated through the digital image correlation technique. Indentations were performed in the BraSiC joint for one specimen at different load levels $F = 100$ mN and $F = 200$ mN. The specimen is taken identical to those used in tension and 4-point bending tests.

The effective elastic modulus was derived from the slope of the unloading indentation curve load P versus penetration depth h [143]

$$\frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (\text{A.32})$$

where, A is the projected area of the elastic contact and E_r the effective modulus defined by

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad (\text{A.33})$$

where E and ν are Young's modulus and Poisson's ratio for the specimen and E_i and ν_i are those of the indenter.

For such load levels, a retentive permanent mark was observed. The reduced modulus is calculated by using Eqn. (A.33). Table A.10 summarizes reduced moduli results for three specimens nano-i-I, where the 'I' label can be J for the whole joint, Si for the silicon phase, and X for the XSi₂ phase of the joint. Figure A.26 shows the microstructure of the BraSiC material, and the indents obtained. The marks size are assumed to be negligible to the size of the joint, so that influence of the substrate cannot be considered.

For low load levels, indentations can be carried out in the Si or XSi₂ phases of the joint. However, the accuracy of the indentation system does not allow one to differentiate reduced moduli of each phase of BraSiC. Consequently, its mean is evaluated to be $\overline{E_r} = 177 \pm 13$ GPa. In the literature, the reduced modulus of silicon determined by nanoindentation is estimated to be $E_r = 160$ GPa [144]. Young's modulus and Poisson's ratio of crystalline silicon are respectively equal to 165 GPa and 0.27. By assuming in Eqn. (A.33) E_i and ν_i are known such that $\frac{1 - \nu_i^2}{E_i} < \frac{1 - \nu_{\text{joint}}^2}{E_{\text{joint}}}$ and $\nu_{\text{joint}} = 0.4 \pm 0.05$, E_{joint} is equal to 211 GPa. The accuracy of E_{joint} can be given by,

$$\Delta E_{\text{joint}} = E_{\text{joint}} \left(\frac{1}{E_r} \Delta E_r + \frac{2\nu_{\text{joint}}}{1 - \nu_{\text{joint}}^2} \Delta \nu_{\text{joint}} \right) = 26 \text{ GPa}. \quad (\text{A.34})$$

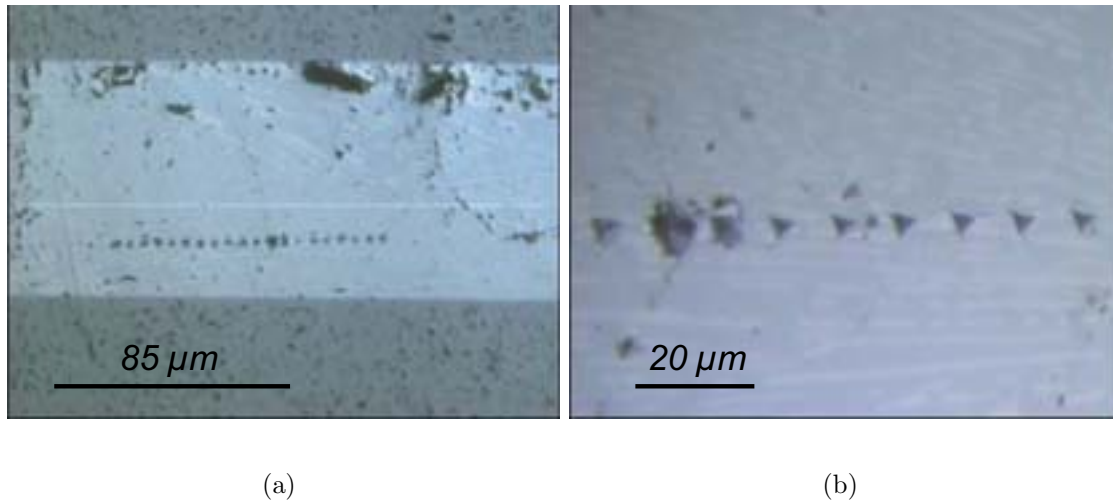


Figure A.26: Prints observed at different scale

Table A.10: Nanoindentation tests results

Ref.	Load (mN)	BraSiC joint phase	Number of indents	E_r (GPa)	Standard deviation (GPa)
nano-1-J	200	XSi ₂ + Si	19	163	9
nano-2-J	200	XSi ₂ + Si	11	186	14
nano-2-Si	100	Si	16	184	11
nano-3-Si	100	Si	18	184	11
nano-3-X	100	XSi ₂	5	182	6

These estimate is greater than those determined by the identification based on digital image correlation. Yet, the results are comparable due to the accuracy of each method and the scale of study that are quite different.

A.8 Summary

Local analyses were performed to determine elastic constants of a ceramic joint. A digital image correlation technique (DIC) was applied to SiC-BraSiC-SiC samples subject to tensile, off-axis compression and 4-point bend loading conditions. The DIC method allowed for accurate estimates of longitudinal displacement and strain fields even in extreme conditions: low displacement and strain levels, high digital image magnification. First, a preliminar study determined the resolution of the technique in terms of displacement and strains for each texture and loading geometry considered. It allowed to estimate the accuracy of the displacement and strains measured by the correlation algorithm.

In a second step, the method was validated on a monolithic silicon carbide tensile test. The estimates for the Young's modulus of SiC were found to be similar to values available or measured by using an extensometer or strain gauges. Then, several identification approach were discussed. A comparison between the finite element analysis of four-point bending tests and full-field displacement measurements extracted by DIC is the most accurate approach. The average BraSiC elastic properties were estimated to be $E_{joint} = 140 \pm 37$ GPa and $\nu_{joint} = 0.40 \pm 0.05$. These values are comparable with those evaluated by a nanoindentation technique.

The digital image correlation technique is a powerful method to measure displacement and strain fields. In this paper, it was shown that on small samples such as joint or thin films it is still applicable thanks to its good resolution. It can be used to determine elastic properties of very stiff materials such as ceramics for which strains are generally below the 10^{-4} level.

Annexe B

Experimental investigation and probabilistic analysis of failure in a ceramic-based joint

B.1 Introduction

Joining of materials is a well-known technique widely used to build up structures. Ceramic based adhesives are required for ceramics and ceramic matrix composites (CMC): such as BraSiC, a silicon based braze. Data on joint materials are required for design purposes and failure predictions. Determination on joint properties is generally difficult: elastic properties of the joint were measured in a companion paper using digital image correlation technique. This paper focuses on the determination of strength data using SiC-BraSiC-SiC specimens tested in uniaxial, off-axis tension and four-point bending configurations.

B.2 Experimental procedures

B.2.1 Specimen preparation

The test specimens were made of α -SiC substrates joined by using a BraSiC adhesive [85]. Bars of α -SiC were cut from a larger plate of silicon carbide whose dimensions are $100 \times 150 \times 8 \text{ mm}^3$. The brazing process is based on a non-reactive joining of SiC substrates silicon eutectic based joint. Dimensions of specimens were respectively $100 \times 7.5 \times 6.1 \text{ mm}^3$ for tensile and 4-point bend tests, and $120 \times 7.1 \times 6.2 \text{ mm}^3$ for off-

axis tensile tests. The thickness of the joint was $85 \pm 5 \mu\text{m}$ for tensile and 4-point bend tests and $215 \pm 5 \mu\text{m}$ for off-axis tests. One face of specimens was carefully polished in order to reveal heterogeneities and porosities of the joined material.

B.2.2 Testing configurations

Several SiC/BraSiC/SiC specimens were tested in tension, 4-point bending and off-axis tension (see Figure B.1).

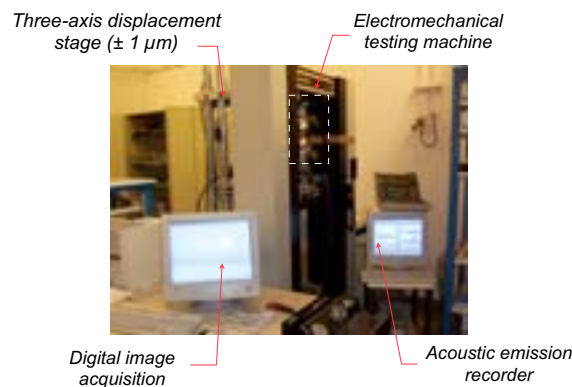
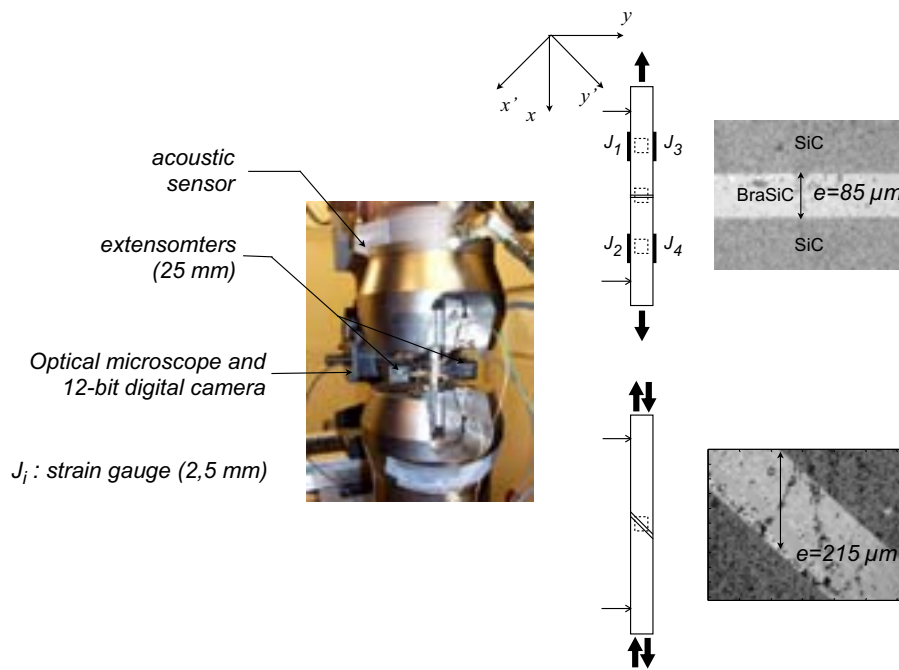


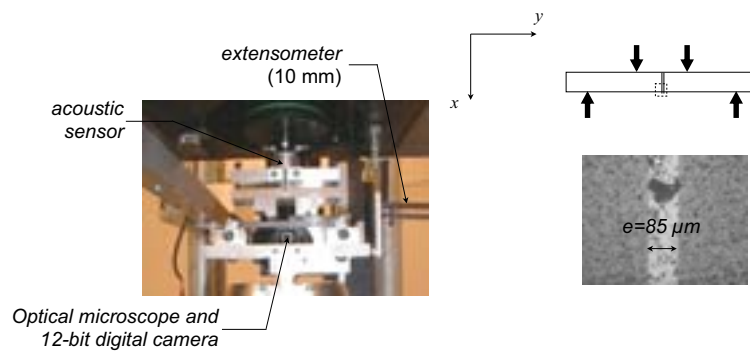
Figure B.1: General testing procedure

An Instron electromechanical testing machine (model 4501) with a 5 kN load sensor were used. The load displacement rate was $2.5 \times 10^{-2} \text{ mm.min}^{-1}$. Furthermore, an optical microscope was mounted on the testing machine and it was connected to a 12-bit digital camera. In the case of tensile tests, several devices measured the strains during the mechanical test, namely four strain gauges (2.5 mm length) placed on the SiC bars and two extensometers (gauge length $\ell = 25 \text{ mm}$). The displacement rate is $2.5 \times 10^{-2} \text{ mm.min}^{-1}$. Loading and measurement conditions of off-axis tensile tests were identical to tensile tests. Such tests are called off-axis tests for the joint is inclined at a scarf angle θ ($\theta = \frac{\pi}{4}$ in this study) to the loading direction ($\theta = \frac{\pi}{2}$) as shown in Figure B.2(a). In the case of 4-point bending test, the joint was centered between the loading pins of the 4-point bending set up. The outer and inner span lengths were 80 mm and 30 mm, respectively. The displacement rate is $10^{-2} \text{ mm.min}^{-1}$.

Acoustic sensors were used to detect acoustic emission during the mechanical tests. Thus, the first crack in the specimen can be detected. The stress corresponding to the first crack is then called σ_{AE} . Figure B.3 represents load or stress and acoustic



(a)



(b)

Figure B.2: Description of testing set-ups: tensile and off-axis tensile test (a) and 4-point bend test (b)

emission against time for different kind of tests.

B.3 Crack initiation

B.3.1 Weibull model

As shown in Figure B.3, failure of the joint cannot be considered as brittle. The joint failure can be separated into two steps: first, crack initiation due to flaws and porosities within the joint (they can occur during the brazing process due to gas bubbles trapped during the cooling of the material elaboration); second, crack propagation that must be analyzed and leads to the ultimate failure stress of the joint and the joining structure.

Crack initiation, referred by the subscript A.E can be explained by the weakest link theory [120,145]. Crack initiation can be considered as a statistical problem due to the scattered distribution of flaws in the braze. Independent events assumption is made so that, the probability of crack initiating in a Ω structure can be given by Weibull equation in a uniaxial analysis [120]

$$P_{A.E} = 1 - \exp \left[-\frac{1}{V_0} \int_{\Omega} \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m dV \right] \quad (B.1)$$

where m is the Weibull modulus, σ_0 is a scale parameter and σ_u is a threshold stress defined as the lowest value of the stress σ , below which crack initiation probability has a zero value. V_0 is taken to be the reference volume. In the case of tensile tests (i.e., uniaxial and off-axis tension loading), the probability $P_{A.E}$ is given by Equation (B.2) in a two-parameter Weibull model (i.e. $\sigma_u=0$),

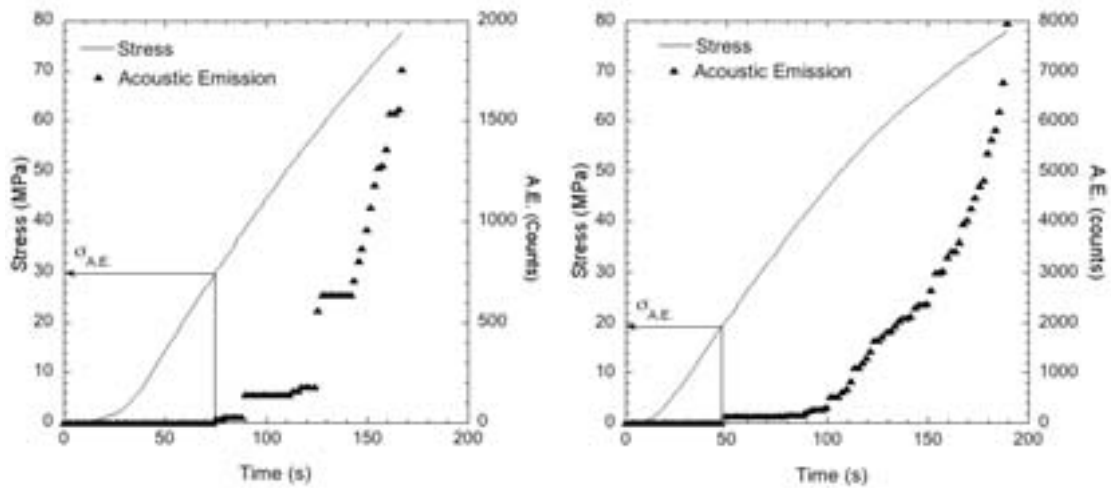
$$P_{A.E} = 1 - \exp \left[-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (B.2)$$

where σ_1 is the principal stress in the (x, y) axis coordinates, and V the volume of the BraSiC joint in the structure Ω . In the case of 4-point bend tests, $P_{A.E}$ becomes,

$$P_{A.E} = 1 - \exp \left[-\frac{1}{V_0} \frac{V}{2(m+1)} \left(\frac{\sigma_{\max}}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (B.3)$$

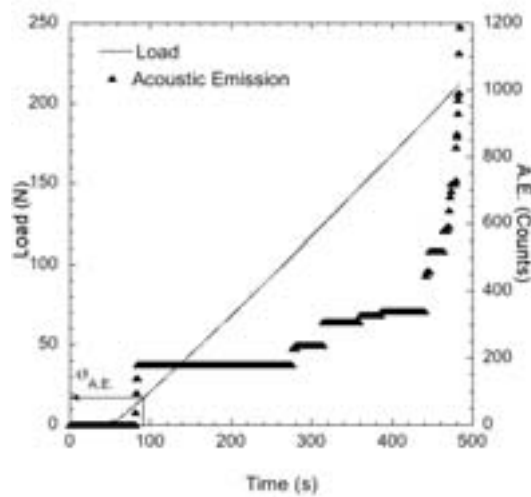
where σ_{\max} is the maximum value of the normal component of the stress tensor. σ_{\max} is given by the analytical tensile stress of a homogeneous 4-point bend test

$$\sigma_{\max} = \frac{3F(l_1 - l_2)}{2bh^2} \quad (B.4)$$



(a)

(b)



(c)

Figure B.3: Changes of load and cumulative counts of acoustic emission versus time for a tensile test (a), an off-axis tensile test (b) and a 4-point bend test (c)

where $(l_1 - l_2)$ is the length between inner and outer spans, b and h are respectively the width and the height of the bending specimen. $F/2$ is the global loading applied on each pins. Figure B.4 compares the maximum of the normal stress calculated by a 2D plane stress finite element computation in the joint ($E_{\text{joint}} = 150 \text{ GPa}$ and $\nu_{\text{joint}} = 0.4$) of a joining SiC bend, and the analytical value σ_{max} obtained in a monolithic material. These estimates are identical in the load range chosen.

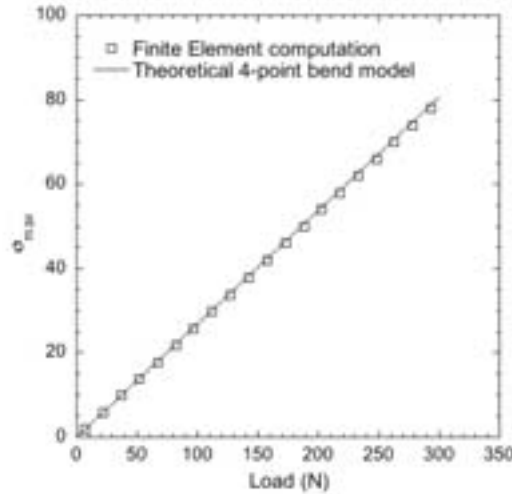


Figure B.4: Comparison of the maximum normal stress computed (\square) and calculated ($-$) by using Equation (B.4) versus load

Figure B.5 shows experimental results. They can be described by a two-parameter Weibull model summarized in Table B.1. The reference volume V_0 is equal to 1 mm^3 . Uniaxial tension and 4-point bending specimens, which are machined in the same joining plate and whose dimensions are identical, lead to the same Weibull modulus around the mean value of $m = 3.45 \pm 0.25$. However, values of σ_0 are quite different (see Table B.1). Besides, m and σ_0 of off-axis tension specimens are respectively equal to 5.1 and 40.8 MPa. Such difference in statistical parameters can be attributed to several flaw distributions. Figure B.6 confirms that a correlation in terms of mean crack initiation stress versus volume is not satisfactory (if flaw distributions had been similar, a slope equal to $-\frac{1}{m}$ can be found).

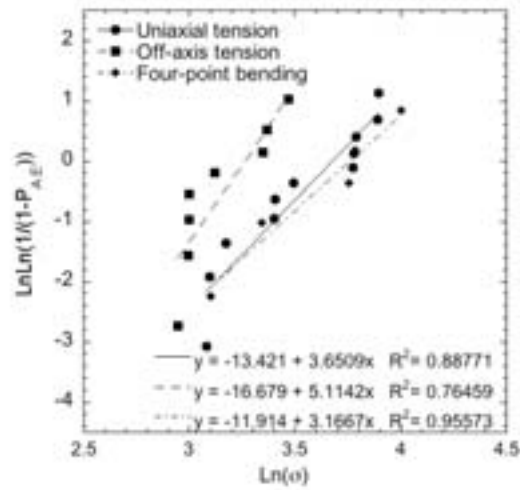


Figure B.5: Experimental data-base for the first crack detected by acoustic emission

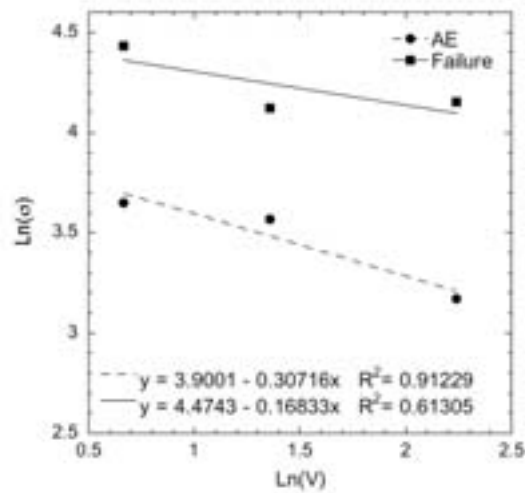


Figure B.6: Correlation between mean crack initiation stress $\bar{\sigma}_{AE}$ and effective volume V

Table B.1: Weibull parameters of the crack initiation

Test	$\bar{\sigma}$ (MPa)	V (mm ³)	m	σ_0 (MPa)	R^2
Uniaxial tension	35.5	3.89	3.7	54.3	0.8877
Off-axis tension	23.9	9.39	5.1	40.8	0.7646
4-point bending	38.4	1.95	3.2	32.6	0.9557

B.3.2 Correlation with flaw size distribution

Let us consider V_0 , a representative volume of an Ω structure. V_0 is defined so that, it exists only one flaw in this link. The local probability of failure of V_0 , P_0 , can be characterized by an initial flaw distribution density g_0

$$P_0 = \int_{a_c}^{a_M} g_0(a) da \quad (\text{B.5})$$

where a_M is the maximum size of flaws contained in the material and a_c is the critical flaw size. When the interaction between flaws can be neglected, an hypothesis of independent events can be made. The cumulative failure $P_{A.E}$ of a Ω structure of volume V divided into a large number of volumes V_0 , can be related to P_0 by

$$1 - P_{A.E} = \prod_{i=1}^N (1 - P_{0,i}) \quad (\text{B.6})$$

When $V \gg V_0$, $P_{A.E}$ can be expressed by

$$P_{A.E} = 1 - \exp \left[-\frac{1}{V_0} \int_{\Omega} \ln(1 - P_0) dV \right] \quad (\text{B.7})$$

Assuming that initial flaws can be modeled by cracks and a mode I loading, the value of the critical flaw size, a_c , can be related to the local equivalent applied stress [146], σ , by

$$K_{Ic} = Y \sigma \sqrt{a_c} \quad (\text{B.8})$$

where Y is a dimensionless parameter characterizing the shape of the flaw [147], and K_{Ic} is the critical intensity factor in mode I. The flaw size distribution g_0 can be given by a beta distribution [126, 146]

$$g_0(a) = \frac{a_M^{-1-\alpha-\beta}}{\text{B}(\alpha+1, \beta+1)} a^\alpha (a_M - a)^\beta \quad (\text{B.9})$$

where $0 < a < a_M$, $\alpha > -1$ and $\beta > -1$. $\text{B}(x, y)$ is the Euler function of the first kind [148]. Furthermore, a threshold stress, S_u , can be defined as the lowest value of the stress, under which the failure probability has a zero value,

$$S_u = \frac{K_{Ic}}{Y\sqrt{a_M}}. \quad (\text{B.10})$$

Assuming that a_c is close to a_M , and in the case of a tensile loading, P_0 can be approximated by Equation (B.11) [146],

$$P_0 \approx \left(\frac{\sigma - S_u}{S_0} \right)^{\beta+1} \quad (\text{B.11})$$

where,

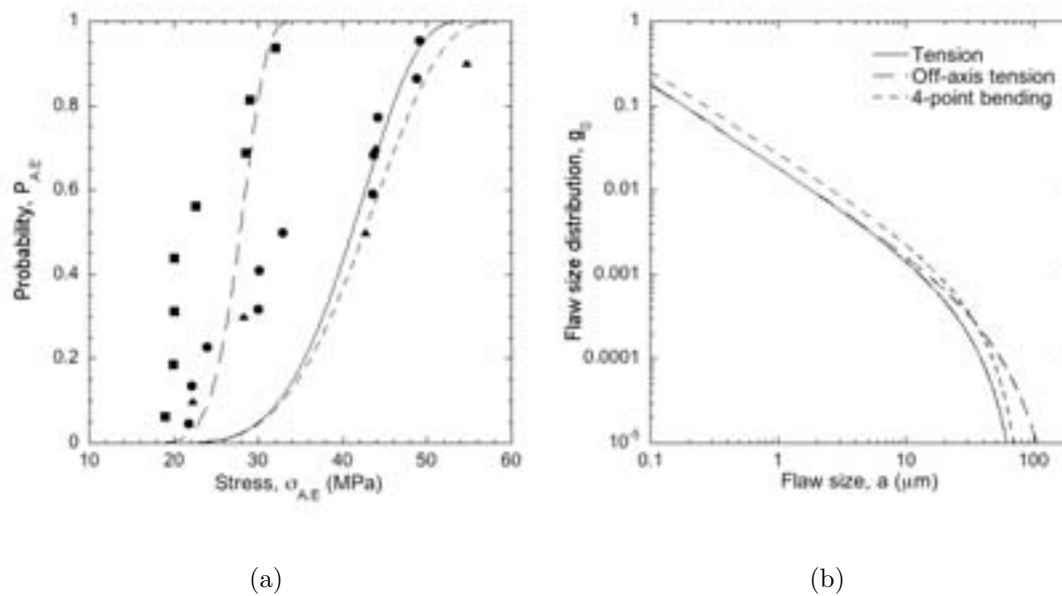
$$S_0 = \frac{S_u}{2} [(\beta+1) \text{B}(\alpha+1, \beta+1)]^{\frac{1}{\beta+1}}. \quad (\text{B.12})$$

A direct identification between Equations (B.7), (B.9) and (B.11) allows one to extract values of α and β parameters for the three sets of experiments (see Table B.2). The maximum flaw size a_M has been chosen to be equal to the width of the joint, which could be a good approximate, i.e, $a_M = 85 \mu\text{m}$ for uniaxial tension and 4-point bending test specimens and $a_M = 215 \mu\text{m}$ for off-axis tension ones. S_u is set to be equal to the minimum crack initiation stress $\sigma_{A.E.}$, an estimate of K_{Ic} can be made by using Equation (B.10). Thus, α and β parameters are different for each kind of specimens, which proves again that the flaw size distribution is dependent on the processing elaboration of joining materials. Besides, a uniaxial analysis has been made that can alter the results of the off-axis tensile tests. A multiaxial approach may be necessary in order to take into account orientation of flaws and local stress applied. Figure B.7 shows the computations compared with the experiments and the flaw size distribution for each type of specimen.

Furthermore, by this way, an estimation of K_{Ic} of the BraSiC joint can be extracted by means of Equation (B.10). Then, $\bar{K}_{Ic} \approx 0.20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ for the BraSiC material. This value is significantly less than that of the SiC substrates, which is around $3.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Table B.2: α and β estimates of the direct identification between P_0 and the flaw distribution g_0 ($Y = 1$ and $V_0 = 1 \text{ mm}^3$)

Test	a_M (μm)	α	β	K_{Ic} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	<i>rms</i> error
Uniaxial tension	85	-0.98	2.77	0.17	0.0600
Off-axis tension	215	-0.98	4.43	0.22	0.0985
Four-point bending	85	-0.97	2.31	0.18	0.0658

Figure B.7: Computations results of the direct identification of α and β parameters: comparison with the experimental results, ● for tension ■ for off-axis tension and ▲ for bending, and statistical models - for tension - - for off-axis tension and - . - for bending (a); Change of flaw size distributions (b)

B.3.3 Multiaxial statistical approach

In a further approach, one can consider initial flaws of the BraSiC material are oriented and are loaded by a multiaxial stress state. This multiaxial stress state can be decomposed into two components: a normal stress σ_n and a tangential stress to the flaw τ . Local stress σ_n and τ applied on a critical flaw can be expressed as a function of principal stresses σ_1 , σ_2 et σ_3

$$\begin{cases} \frac{\sigma}{\sigma_1} &= \cos^2 \phi \cos^2 \psi + \frac{\sigma_2}{\sigma_1} \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \sin^2 \phi \\ \left(\frac{\tau}{\sigma_1}\right)^2 &= \cos^2 \phi \cos^2 \psi + \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_1}\right)^2 \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \left(\frac{\sigma_3}{\sigma_1}\right)^2 \sin^2 \phi - \left(\frac{\sigma}{\sigma_1}\right)^2 \end{cases} \quad (\text{B.13})$$

where ψ and ϕ are defined in Figure B.8.

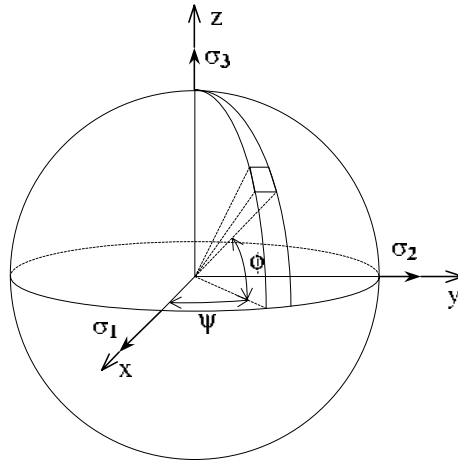


Figure B.8: Element used to determine orientation of flaw in the principal axis coordinates

According to the Lamon and Evans approach [121–123, 149], the local probability of failure, P_0 in a unit volume $V_0 = 1$ can be expressed by

$$P_0 = \int_0^{\sigma_1} g(S) dS \quad (\text{B.14})$$

where σ_1 is the principal stress observed at the first crack, and $g(S)$ represents the number of flaws in unit volume with a strength between S and $S + dS$. The probability of a first crack occurs in a structure Ω of volume V is then given by

$$P_{A,E} = 1 - \exp \left[- \int_{\Omega} dV \int_0^{\sigma_1} g(S) dS \right] \quad (B.15)$$

The multiaxial approach is built on the expression of the equivalent stress σ_E , which is based on the maximum in energy release rate, \mathcal{G}_{\max} dependent of the mode I and II stress intensity factors K_I and K_{II} respectively. The equivalent stress can be given as a function of local stress applied to the initial flaw

$$\sigma_E = [\sigma_n^4 + 6\tau^2\sigma_n^2 + \tau^4]^{\frac{1}{4}}. \quad (B.16)$$

Then, a functional relation for the density of flaws $g(S)$ is necessary to derive the probability of crack initiation. Assuming that a simple power function can describe fracture [120, 121], $P_{A,E}$ can be given by

$$P_{A,E} = 1 - \exp \left[- \int_V \left(\frac{\sigma_1}{S_0} \right)^m I_V \left(m, \frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \right) dV \right] \quad (B.17)$$

where S_0 is the scale factor, m is the shape parameter (i.e., Weibull modulus), and $I_V \left(m, \frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \right)$ is given by the following equation,

$$I_V \left(m, \frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \right) = \frac{2}{\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \cos \phi d\phi \int_0^{\frac{\pi}{2}} \left[F_V \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1}, \phi, \psi \right) \right]^m d\psi \quad (B.18)$$

where $F_V \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1}, \phi, \psi \right)$ is obtained by developing the expression of the equivalent stress as a function of the local stress σ_n and τ .

In the case of uniaxial and off-axis tests, σ_2 and σ_3 are equal to zero value. The assumption is made in the case of 4-point bend tests that only the tensile stress can induce crack initiation. Thus, $I_V \left(m, \frac{\sigma_2}{\sigma_1}, \frac{\sigma_3}{\sigma_1} \right) \equiv I_V(m, 0, 0)$ and is given by [150],

$$I_V(m, 0, 0) = \int_0^{\frac{\pi}{2}} \cos^m \phi \sin^m \phi (1 + 4 \sin^2 \phi \cos^2 \phi)^{\frac{m}{4}} d\phi. \quad (B.19)$$

Table B.3 summarizes statistical parameters determined for the three sets of experiments by linear regression of the experimental data bases. It is assumed the weakest link theory can be applied in the case of the crack initiation and the assumption of Equation (B.19) is verified.

Table B.3: Multiaxial statistical parameters of the crack initiation

Test	V (mm ³)	m	I_V	S_0 (MPa)
Uniaxial tension	3.89	3.7	0.0818	27.6
Off-axis tension	9.39	5.1	0.0340	21.0
4-point bending	1.95	3.2	0.1132	16.5

B.4 Failure mechanism

B.4.1 Classification of fracture modes

Optical microscopy of *post mortem* specimens allows for the description of fracture modes and the classification of specimen failure. In the case of tensile tests, one kind of failure can be observed referenced as “*Failure 1*”. Figure B.9 shows a cohesive failure of the joint. Optical analyses of the *post mortem* specimens indicate the brazing joint remains on both surfaces of the SiC substrates. The crack propagates in mode I, which is the most critical. Its origin is located near the free-edge of the structure at the substrate-joint interface. The crack then extends in the center of the joint perpendicularly to the loading axis. Every four-point bending test leads to a “*Failure 1*” mode.

In the case of off-axis tensile tests, two types of failure occur referred to as “*Failure 1*” and “*Failure 2*” (see Figure B.10). The first kind of failure mechanism follows the orientation of the brazed joint as shown in Figure B.10(a). In the second case, a crack located in the joint and propagates orthogonally to the loading axis (cf. Figure B.10(b)). Table B.4 summarizes each kind of failure for the different loading configurations.

A single failure mechanism occurs in the tension and four-bending configurations, whereas two types of failure modes can equally happen in the case of off-axis tension tests. “*Failure 1*” is promoted in uniaxial tensile tests, for it involves the normal stress to the flaws $\sigma_n = \sigma$, where σ is the global loading applied to the specimens. For “*Failure 1*” mode, occurring in off-axis tension loading, the normal stress to the flaws is equal to $\sigma_n = \sigma \cos^2 \theta = \sigma/2$. The fact these kind of crack propagation can also happen with the previous mode described earlier must then be explained.

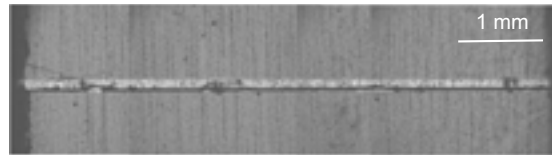
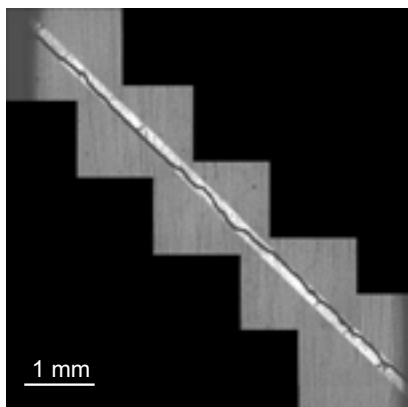
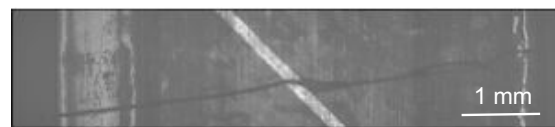


Figure B.9: Description of fracture modes in tension



(a) “Failure 1”



(b) “Failure 2”

Figure B.10: Description of fracture modes in off-axis tension: cohesive in the joint (a) and crack extension in the joint and the substrate (b)

Table B.4: Classification of fracture modes for each type of specimens and load configurations

Test	Number of tests	“Failure 1”	“Failure 2”
Uniaxial tension	11	11	0
Off-axis tension	8	4	4
four-point bending	9	9	0

B.4.2 Weibull approach

As the modeling of crack initiation, a two-parameter Weibull model can be used to characterize the failure of the joining structures. An hypothesis of independent events is also made. Figure B.11 shows the experimental data-base of failure of SiC-BraSiC-SiC specimens subjected to uniaxial and off-axis tensile tests and 4-point bend tests. Table B.5 summarizes parameters m and σ_0 used herein.

Table B.5: Statistical parameters for failure

Test	$\bar{\sigma}$ (MPa)	V (mm ³)	m	σ_0 (MPa)	ρ^2
Uniaxial tension	61.8	3.89	4.3	96.6	0.9516
Off-axis tension	63.5	9.39	7.0	91.1	0.9777
4-point bending	84.0	1.95	4.7	70.8	0.9166

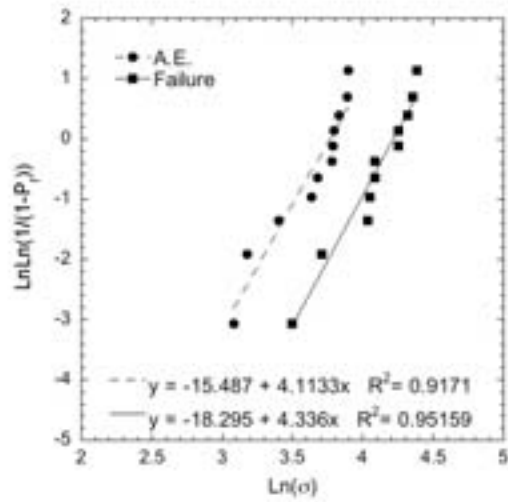
It can be noted that the Weibull modulus changes slightly between crack initiation and failure. Furthermore, Figure B.12 shows there is no dependence for the three sets of experiments between σ_F and σ_{AE} . Consequently, m_F and $\sigma_{0,F}$ (where the subscript F refers to as the ultimate failure) are not significant, and cannot describe either mechanical loading or material characteristics.

Thus, several hypotheses concerning the ultimate failure of the joining structures should be made: first, the assumption of independent events and flaws can not be applied to interpret failure mechanisms; second, another statistical and mechanical parameters linked to the material and loadings must be introduced.

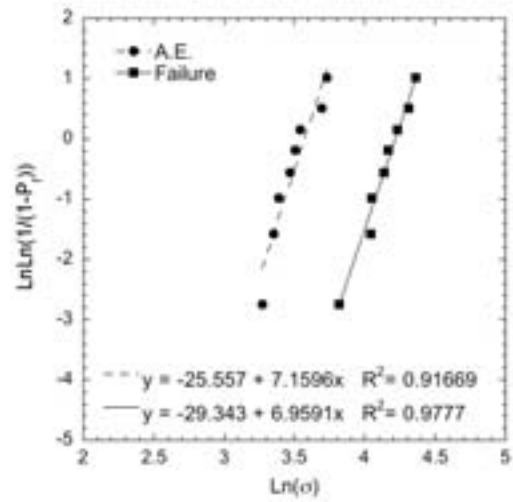
B.4.3 Deterministic approach

Considering that the first crack occurs in the joint, it can be assimilated to an ellipse whose parameters are a and b with $a \ll b$. Then, a local dimensionless factor K_T can be introduced [151],

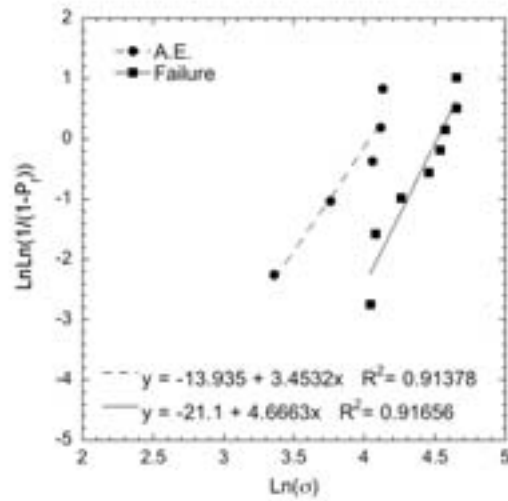
$$K_T = 2\sqrt{\frac{a}{\rho}} \quad (\text{B.20})$$



(a)

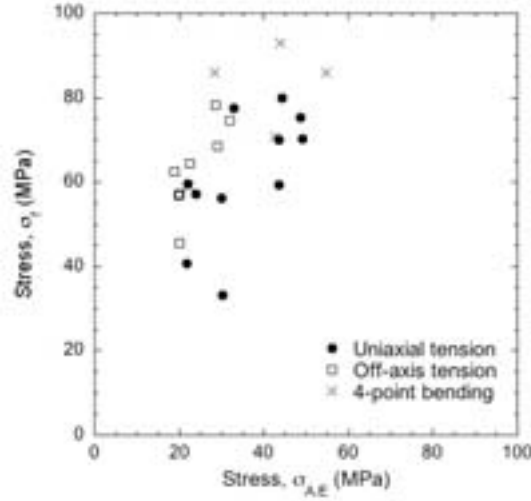


(b)



(c)

Figure B.11: Comparison of experimental data-bases for the first crack detected by acoustic emission (●) and for the failure (■) and Weibull correlation subjected to different loading: tension (a), off-axis tension (b) and 4-point bending (c)

Figure B.12: Correlation between σ_F and $\sigma_{A,E}$

where ρ is the curvature at crack tip and $a \gg \rho$.

Then, locally, an expression of the stress σ_T can be given

$$\sigma_T = \sigma \left(1 + 2\sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (\text{B.21})$$

where σ is the global loading applied to the joint.

When $\sigma_T > R_{th.}$ (where $R_{th.}$ is the ultimate resistance of the material) a crack propagation can occur, and when $\sigma_T < R_{th.}$ the crack is arrested. Further propagation requires higher stresses. The crack is arrested when $\sigma_T < R_{th.}$ is satisfied, which requires that ρ increases at each step. This assumption is not realistic, except if the density of voids is very large and the distribution is heterogeneous. A such approach should then lead to a deterministic failure for each type of loading and specimen geometry, i.e m is very high and σ_0 is equal to the failure stress. Now, a stress discrepancy can be observed, $m \approx 4$ for uniaxial tension and 4-point bending tests and $\sigma_0 \neq \sigma_F$. A determinist approach seems not to be the best way to understand the failure mechanism of the BraSiC joint.

B.4.4 Modeling crack propagation and arrest

B.4.4.1 Propagation model

As shown in Figure B.13, the BraSiC material is a eutectic melt composed of two-phases. The distribution, the size and the shape of phases are randomly distributed. The microstructure can be simply modeled. By extrapolating brittle materials approaches, the eutectic material can be considered as an union of several parts of phases whose shape, size and orientation is a random parameter. Such a model has been proposed by Jeulin [124]. Thus, mechanical constants of each part of phases, especially the toughness is a random parameter [125].

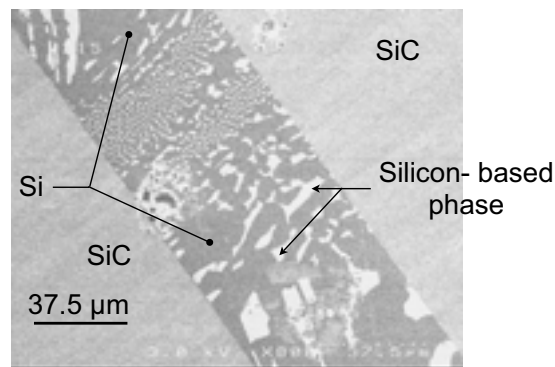


Figure B.13: SEM micrography of the microstructure of BraSiC

A bi-dimensional crack propagation model has been proposed by Charles and it based on this concept [89, 95], considering the crack as a line which progresses and meets parts of phases of the material whose toughness varies (see Figure B.14).

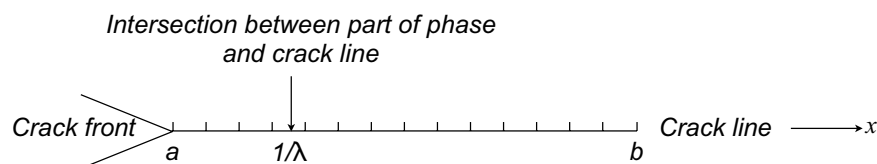


Figure B.14: Bi-dimensional representation of crack propagation and intersection with a random microstructure [89]

Considering the crack initiation has occurred, a crack length a in the BraSiC joint is created. This crack can propagate in mode I [152],

$$K_I(a) > K_c \quad (\text{B.22})$$

where, $K_I(a)$ is the stress intensity factor of the crack and K_c the toughness of the phase located at the tip of the crack. The probability of failure of one phase can be expressed by

$$P \left(\min_{\text{phase}} K_I(x) > K_c \right). \quad (\text{B.23})$$

Thus, the crack extension probability from a length a to a length b can be approximated by Equation (B.24), where λ is the density of the material microstructure and chosen herein to be constant (i.e., each intersection of phases and crack line corresponds to the same length: $\frac{1}{\lambda}$) [89, 95, 125]

$$P(a, b) = \exp \left[\lambda \int_a^b \ln (P(K_I(x) > K_c)) dx \right] \quad (\text{B.24})$$

and

$$P(K_I(x) > K_c) = \int_{K_c^{\min}}^{K_I(x)} h_{K_c}(k) dk \quad (\text{B.25})$$

where h_{K_c} is the density of probability linked to the toughness K_c . Charles and Hild [89, 95] proposed the following function [126] to model h_{K_c}

$$h_{K_c}(K) = \frac{(K - K_c^{\min})^{\alpha-1} (K_c^{\max} - K)^{\beta-1}}{(K_c^{\max} - K_c^{\min})^{\alpha+\beta-1} B(\alpha, \beta)} \quad (\text{B.26})$$

where $B(\alpha, \beta)$ is an Euler function of the first kind with $\alpha > 0$ and $\beta > 0$, and K_c^{\min} and K_c^{\max} the extrema of the density function h_{K_c} . α and β are parameters defined so that the mean value $\overline{K_c}$ and the standard deviation $\overline{\overline{K_c}}$ of the toughness of the material is given by

$$\begin{cases} \overline{K_c} &= \frac{\alpha}{\alpha+\beta} K_c^{\max} + \frac{\beta}{\alpha+\beta} K_c^{\min} \\ \overline{\overline{K_c}} &= \frac{K_c^{\max} - K_c^{\min}}{\alpha+\beta} \sqrt{\frac{\alpha\beta}{\alpha+\beta+1}} \end{cases} \quad (\text{B.27})$$

B.4.4.2 Uniaxial tensile tests

In the case of tensile tests, one can consider the probability of crack extension from a length a to b , when the crack is loaded by a local stress σ that is dependent on the global loading σ . The stress intensity factor $K_I(x)$ is then given by

$$K_I(x) = \sigma\sqrt{\pi x}. \quad (\text{B.28})$$

Figure B.15 shows K_I versus the crack length a when σ is a constant σ_1 and when σ evolves. It is chosen to evaluate several loading conditions, so that $\sigma = \sigma_1$ and $\sigma = \sigma_2(\lambda)$, $\sigma = \sigma_3(\lambda)$. $\overline{K_c}$, for tensile tests, is deduced from the results of section B.3.2

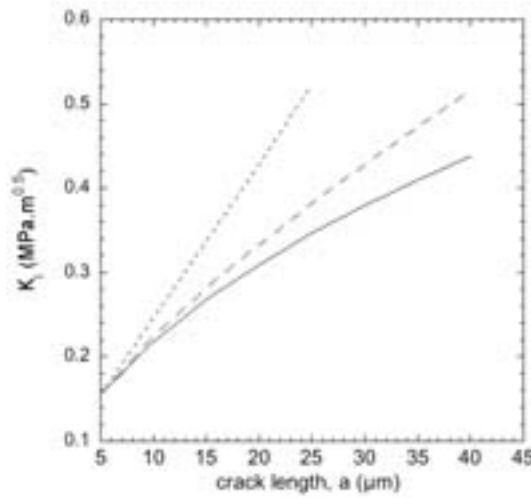


Figure B.15: Change of $K_I = \sigma(a)\sqrt{\pi a}$ as a function of crack length a : $\sigma = \sigma_1 = 35.5$ MPa (—), $\sigma = \sigma_2(\lambda)$ (---), $\sigma = \sigma_3(\lambda)$ (- -)

and α and β parameters of the density function h_{K_c} are given by Equation (B.27). $\frac{1}{\lambda}$ is taken to be the average value of the size of phases of BraSiC material. Table B.6 summarizes constants chosen and calculated.

Figure B.16 shows the change of the probability of crack extension $P(a, b)$ versus the dimensionless parameter $\lambda(b - a)$. An assumption is made so that, when the crack propagates in a phase of BraSiC, the Griffith criterion (see Equation (B.23)) is satisfied in each x coordinates of the phase, and the whole phase breaks. Then, the crack can be stopped when it meets a phase whose toughness is different. Such hypothesis leads to $P(a, b)$ to be constant between two integer values of $\lambda(b - a)$.

The more critical the loading, i.e. $\sigma = \sigma_1 < \sigma = \sigma_2(\lambda) < \sigma = \sigma_3(\lambda)$, the higher the probability of crack extension. In the case of $\sigma = \sigma_3(\lambda)$ loading, the crack extension

Table B.6: Parameters of the density function describing the toughness distribution

	Uniaxial tension	Off-axis tension “ <i>Failure 2</i> ”	Off-axis tension “ <i>Failure 1</i> ”
$\overline{K_c}$ (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	0.17	0.22	1.86
$\overline{\overline{K_c}}$ (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	0.10	0.10	1.80
K_c^{\min} (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	0	0	0
K_c^{\max} (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	0.50	1	4
α	1.15	3.55	0.10
β	2.23	12.59	0.12
$\frac{1}{\lambda}$ (μm)	5	15	15

becomes determinist when $\lambda(b - a) = 4$ is reached, since the condition

$$\forall x \quad K_c(x) > K_c^{\max}. \quad (\text{B.29})$$

is satisfied. In the other cases, the crack can be stopped and $\lambda(b - a)$ must be greater in order to generate the ultimate crack extension.

B.4.4.3 Off-axis tensile test

In the case of off-axis tensile test, two types of failures can occur. Contrary to uniaxial tensile tests, these two ruptures are generated by two different failure mechanisms. Figure B.17 shows ultimate stress of “*Failure 2*” (see Figure B.10(b)) are higher than ultimate stress of “*Failure 1*” (see Figure B.10(a)) whereas failure origins happen statistically. There is no link between the stress level of the first crack and the stress level of the ultimate failure. Thus, “*Failure 1*” and “*Failure 2*” can both occur for origins of failure are located in different zones: in the center of the joint for “*Failure 2*” and next to the substrate at the interface substrate-joint for “*Failure 1*”.

In the case of “*Failure 2*” mechanism, the crack is oriented perpendicularly to the loading axis, the stress intensity factor $K_I(x)$ can be given by Equation (B.28). In the case of “*Failure 1*” mechanism, the crack is oriented along the axis of the joint, $K_I(x)$ is then given by [151]

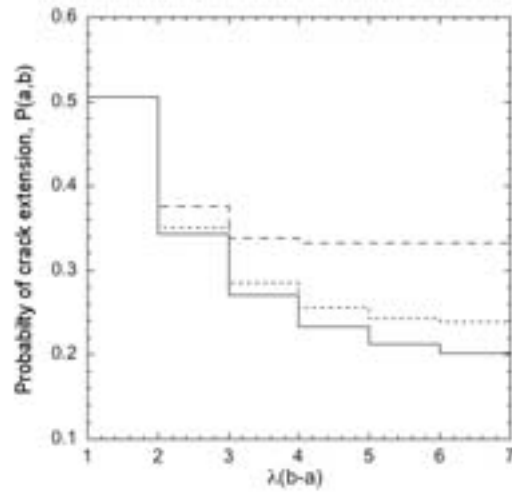


Figure B.16: Probability of crack extension: $\sigma = \sigma_1 = 35.5$ MPa (—), $\sigma = \sigma_2(\lambda)$ (---), $\sigma = \sigma_3(\lambda)$ (- -)

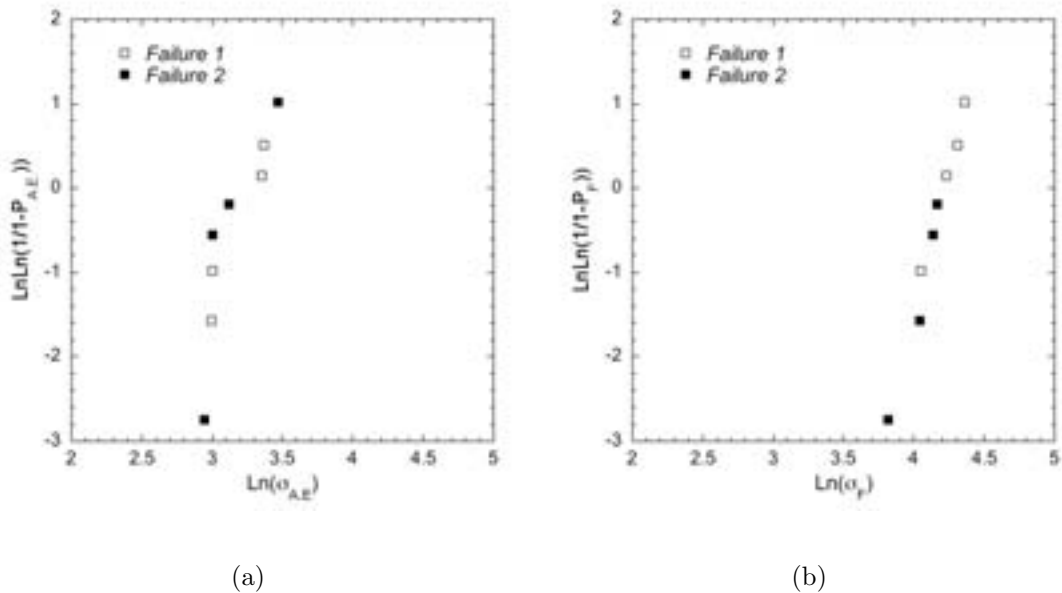


Figure B.17: Distribution of stress against kind of failure for off-axis tensile tests: first crack σ_{AE} (a) and ultimate stress σ_F (b)

$$K_I(x) = \sigma \cos^2 \theta \sqrt{\pi x} \quad (\text{B.30})$$

where θ is the brazing angle, i.e., the angle between the crack or the joint and the loading axis ($\theta = \frac{\pi}{4}$ in the present study). Figure B.18 shows the change of the stress intensity factor K_I with crack length a for both failure mechanisms, and when σ is equal to a constant C and $\theta = \frac{\pi}{4}$.

Since failure mechanisms are different, the parameters of the distribution of toughness are different. In the case of “*Failure 2*”, $\overline{K_c}$ and $\overline{\overline{K_c}}$ can be taken identical to the case of tensile tests. They are deduced from the correlation with flaw size distribution (see Table B.6). In the case of “*Failure 1*”, the crack can alternatively be present in the joint and in the SiC substrate, whose mean value is around $3.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Thus, Table B.6 indicates the average value $\overline{K_c}$ for a such type of crack propagation, a high value of the standard deviation $\overline{\overline{K_c}}$ is chosen due to the high contrast of materials.

By assuming such a hypothesis, the probability of crack extension is similar for each type of failure mechanism (see Figure B.19), which can explain the preliminary observations: 50% “*Failure 1*” and 50% “*Failure 2*” occur out of the total number of off-axis specimens.

B.5 Summary

Strength data for BraSiC material for ceramic or CMC joining were determined using uniaxial tensile tests, off-axis tensile tests and four-point bend tests on SiC-BraSiC-SiC model specimens. Failures were detected using acoustic emission and failure origins were classified into two families on the basis of fracture patterns. A single mechanism is observed for the uniaxial tension and four-point bending tests, whereas two types of crack propagation can occur in the case of off-axis tension. The “*Failure 2*” mechanism, whose failure origin is located in the center of the joint, propagates orthogonally to the axis loading. The “*Failure 1*” crack propagation type, whose failure origin is located near the interface substrate-joint, propagates in the $\frac{\pi}{4}$ axis of the joint.

Statistical parameters of the BraSiC material were derived from the strength distributions of first cracks ($\sigma_{A,E}$). Several models were presented. A value of the toughness K_{Ic} of the BraSiC material can be approximated by a correlation between experimental

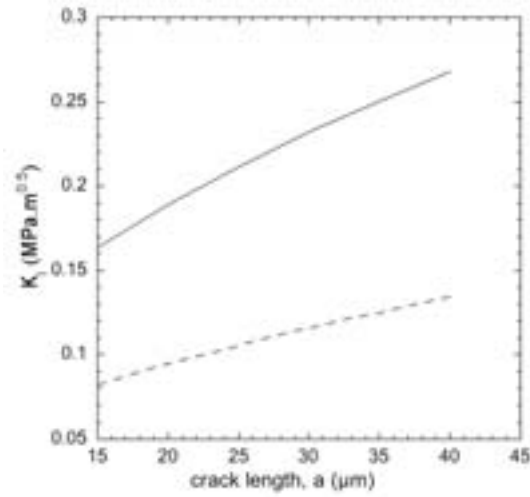


Figure B.18: Change of K_I with the crack length a : $K_I(a) = \sigma\sqrt{\pi a}$ (-), $K_I(a) = \sigma \cos^2 \theta \sqrt{\pi a}$ (- -) where $\sigma = C = 23.9$ MPa and $\theta = \frac{\pi}{4}$

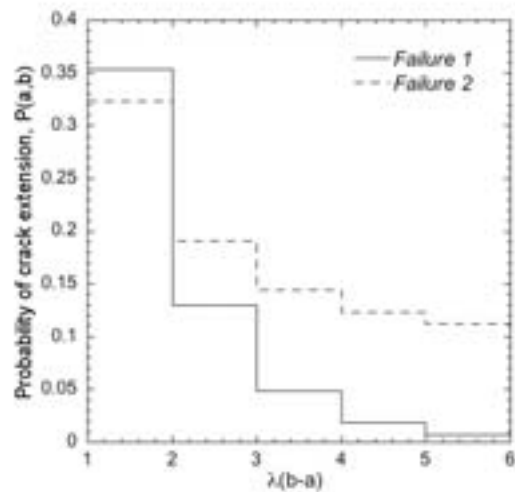


Figure B.19: Probability of crack for the two failure mechanisms

data-sets and a flaw size distribution model. Then, a probabilistic crack propagation model is proposed based on the approach developed by Jeulin [124] for random microstructure material, and those exposed by Charles and Hild [89, 95, 125]. This model allowed one to explain damage of the joint before the ultimate failure, by analyzing the propagation and arrest of an existing crack. It is also be able to interpret the different kinds of failure in the case of off-axis tension.

Conclusion & Perspectives

Afin d'assembler des matériaux à base de carbure de silicium, l'emploi d'adhésifs particuliers est nécessaire. Le motoriste Snecma envisage de retenir le procédé de brasage non réactif développé au CEA-Grenoble : le procédé BraSiC. Il s'effectue sous vide secondaire à une température d'environ 1400°C. Son principe réside dans la désoxydation de la couche natif (SiO_2) du SiC et crée une liaison intime sur quelques couches atomiques entre le substrat et le joint. L'alliage de brasage formé dans la réaction d'assemblage à haute température est appelé BraSiC. C'est un mélange eutectique entre le silicium et un siliciure d'élément actif.

Il est apparu essentiel, pour la compréhension des phénomènes d'endommagement et de rupture des assemblages céramiques, mais également pour la prédiction de fiabilité et de la durée de vie des structures de connaître les propriétés du joint de brasure. L'objectif de ce travail était donc triple :

- mesurer les déformations locales dans le joint seul puis identifier les propriétés élastiques du joint de brasure BraSiC,
- comprendre et proposer un mécanisme d'endommagement et de rupture du joint d'assemblage,
- évaluer le comportement mécanique et la fiabilité de pièces semi-technologiques CMC-BraSiC-CMC en proposant des scénarii de ruine de ces structures assemblées.

L'alliage de brasure n'existe pas en tant que matériau brut, il ne se forme qu'avec la réaction de brasage à haute température avec les matériaux à base SiC. En outre, un effet du volume peut influencer sur les propriétés mécaniques d'un matériau. C'est pourquoi, il a été choisi d'évaluer les propriétés du joint de brasage BraSiC *in situ* dans des assemblages modèles SiC-BraSiC-SiC. Les substrats de carbure de silicium monolithique ont été retenus en raison de leurs propriétés mécaniques idéales et très bien

connues, et pour leur liaison interfaciale substrat-joint identique à celle des assemblages composites SiC_f/SiC-BraSiC.

Deux types d'assemblages modèles ont été réalisés, l'un brasé bout à bout, et l'autre brasé à 45°. L'influence de l'épaisseur du joint n'a pas été examinée considérant qu'elle était négligeable par rapport à la dimension totale de la structure. En outre, le matériau BraSiC à ces épaisseurs fines a été considéré comme isotrope et homogène. Les dimensions des éprouvettes étaient respectivement $100 \times 7,5 \times 6,1 \text{ mm}^3$ pour une épaisseur de joint de $85 \mu\text{m}$ dans le cas des éprouvettes jointes bout à bout, et $120 \times 7,1 \times 6,2 \text{ mm}^3$ pour une épaisseur de joint de $215 \mu\text{m}$ dans le cas des éprouvettes jointes à 45°. Quatre types d'essais mécaniques ont été effectués : traction uniaxiale et flexion quatre-points sur les éprouvettes à joint droit, ainsi que traction et compression hors axe sur les éprouvettes jointes à 45°.

Dans l'objectif de déterminer les propriétés élastiques du joint d'assemblage, une méthode optique de corrélation d'images a été retenue. Cette technique permet de mesurer le champ de déplacement dans une zone locale à partir d'images numériques de la surface du joint observée à l'aide d'un microscope métallographique. Des méthodes classiques utilisées en mécanique expérimentale (jauges de déformations, extensomètres) n'auraient pas pu isoler les déformations dans le joint. De plus, les méthodes optiques ne fournissent pas une mesure unique mais un champ de mesure qui permet l'identification des propriétés élastiques avec un niveau d'incertitude acceptable. Etant donné la configuration particulière des essais et les objectifs de ce travail, c'est à dire mesurer de très faibles champs de déplacement sur des zones locales (environ $300 \mu\text{m}$) à partir d'images à fort grandissement, les mesures ont été effectuées à la limite de résolution de la technique de corrélation d'images utilisée.

La première étape de l'étude s'est donc focalisée sur l'acquisition des images numériques de la surface du matériau, et sur l'amélioration de leur « texture ». La texture de l'image (ou le motif de « speckle ») observée constitue pour le photomécanicien le noeud central de la mesure. Pour l'observation de zones à très fort grandissement, il est très difficile voire impossible d'utiliser des textures artificielles obtenues par pulvérisation ou dépôt de taches fines sur la surface d'analyse. La région d'observation n'a pas été préparée. Néanmoins, un éclairage rasant sollicitant les reliefs de la surface du matériau a permis d'améliorer la « texture » des images numériques, en uniformisant le contraste

et diminuant le spectre de niveaux de gris obtenu dans la configuration où l'éclairage est normal à la surface. Le cas particulier des petits déplacements, et de l'absence de déplacements hors-plan, a permis d'utiliser une telle méthodologie. Une évaluation de l'erreur de mesure par corrélation d'images à partir de différentes illuminations des surfaces d'analyse a été proposée.

La seconde étape s'est construite autour de l'évaluation systématique des performances de la technique : résolution en terme de déplacements, incertitude en terme de déformations. Cette évaluation a permis l'optimisation des paramètres utilisés dans la méthode de corrélation : codage numérique de la caméra, grandissement, résolution spatiale des mesures. Il a été ainsi montré que pour des images numériques codées en 12 bits de la surface du matériau de l'ordre de $300 \times 300 \mu\text{m}^2$ (grandissement 1 pixel \leftrightarrow $0.33 \mu\text{m}$), dans laquelle coexistent alternativement des zones de substrat SiC et une zone du joint de brasure, des déplacements de 0.01 pixel pouvaient être mesurés avec un niveau d'incertitude de l'ordre de 20 % au maximum.

Le troisième point a été consacré à l'identification des constantes élastiques E et ν du joint à partir des différents essais proposés et des mesures de champ par corrélation d'images. Cependant, les composantes du champ de déplacement et de déformation les plus pertinentes étaient celles suivant l'axe de sollicitation x pour les essais de traction uniaxiale et compression hors-axe, et suivant l'axe de traction y dans le cas des essais de flexion quatre-points. Une méthode directe d'identification dissociée du module d'Young et du coefficient de Poisson à partir respectivement du champ des déformations longitudinales et transversales dans les éprouvettes de traction et de compression hors-axe n'a pu aboutir sur des résultats satisfaisants, compte tenu de l'erreur associée aux valeurs des constantes élastiques. L'effet était particulièrement marqué pour le coefficient de Poisson.

Un modèle affiné du champ de déformation longitudinale dans le joint a permis d'identifier E_{joint} et ν_{joint} à partir de la seule composante longitudinale $\epsilon_{xx,\text{joint}}$ dans le joint. Ce modèle a pris en compte l'influence des déformations transversales dans le substrat sur la réponse du joint. L'ensemble des essais de traction et compression hors axe (4 essais) a été traité dans la fonction d'identification, afin de faciliter la détermination des constantes élastiques et leur niveau d'incertitude associé.

En ce qui concerne les essais de flexion quatre-points, le champ de contraintes n'est pas homogène dans le joint, un calcul par éléments finis en contraintes planes a été réalisé. Le maillage a été construit de telle sorte que les noeuds se superposent exactement aux points de mesures de la grille de corrélation. Ainsi, le champ de déplacement U_y a été comparé en chaque point de mesure et de calcul. Même si cette méthodologie requiert l'emploi d'un calcul par éléments finis, elle permet à partir d'un seul essai de déterminer précisément (erreur de 20 %) le module d'Young et le coefficient de Poisson du joint BraSiC car le champ de déformations est bi-axial et le champ de déplacement suivant l'axe y dépend de E_{joint} et ν_{joint} .

L'analyse des essais de traction et compression hors axe d'une part, et de flexion quatre-points d'autre part, a permis de déterminer un module d'élasticité moyen du joint BraSiC de 140 ± 37 GPa et un coefficient de Poisson de $0,40 \pm 0,05$. Cependant, les valeurs les plus faibles ont été obtenues en compression 113 ± 18 GPa contre 166 ± 35 GPa en flexion.

Parallèlement, d'autres mesures locales par nanoindentation ont été opérées dans la zone du joint. Un module réduit E_r du BraSiC a pu être déterminé, $E_r = 177 \pm 13$ GPa sur des éprouvettes identiques à celles utilisées dans les essais de traction et flexion. Les mesures effectuées à partir des champs déterminés par corrélation d'images et celles réalisées à partir d'essais de nanoindentation sont comparables. Même si les valeurs moyennes diffèrent, cette comparaison est satisfaisante étant donné l'incertitude de chaque technique, et la différence d'échelle de caractérisation.

Le quatrième point a été consacré à l'étude des propriétés de rupture à partir des mêmes essais de traction uniaxiale, flexion quatre-points et traction hors axe menés jusqu'à rupture. L'endommagement du joint a été analysé par suivi de l'émission acoustique au cours des essais. Des observations microscopiques ont été réalisées *in situ* au cours des différents chargements mécaniques. Il a été montré que la rupture du joint d'assemblage se déroulait en deux phases distinctes : une phase d'amorçage dans un premier temps suivie d'une propagation stable de la fissure. L'origine de la fissure n'a pu être explicitement déterminée. Quelques ruptures se sont produites à partir du centre du joint dans les éprouvettes de traction hors-axe. La propagation de la fissure et l'effet R observé résultent de mécanismes d'arrêt dictés par la microstructure. Ceux-ci n'ont pas été observés par des méthodes directes. Toutefois, deux modèles ont montré que

ce processus pouvait résulter de la présence de pores, ou de la présence de secondes phases qui constituent des obstacles sur le chemin des fissures.

Pour chaque type d'essai, une contrainte moyenne d'amorçage a été déterminée $35,5 \pm 10,7$ MPa pour les essais de traction uniaxiale, $23,9 \pm 5,1$ MPa pour les essais de traction hors-axe et $38,4 \pm 13,0$ MPa pour les essais de flexion quatre-points. La rupture ultime intervient pour des contraintes moyennes de $61,8 \pm 14,9$ MPa pour les essais de traction uniaxiale, $63,5 \pm 10,5$ MPa pour les essais de traction hors axe et $84,0 \pm 19,5$ MPa pour les essais de flexion quatre-points. La distribution des contraintes d'amorçage peut être décrite par des modèles probabilistes, modèle de Weibull et modèle multiaxial. Cependant, c'est la contrainte d'amorçage dans le joint qui présente le plus d'intérêt. Elle est difficile à mesurer et seulement quatre valeurs ont pu être obtenues à partir des mécanismes de rupture référencés « *Rupture 2* » dans les essais de traction hors-axe. Elle est évaluée à $\sigma_{A.E.} = 23,4 \pm 5,9$ MPa.

Finalement, le dernier point de ce travail a été consacré à l'étude du comportement mécanique d'assemblages composites SiC_f/SiC brasés à température ambiante. Plusieurs essais mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes semi-technologiques dont la configuration était proche des applications industrielles. Des essais de flexion 3-points sur des assemblages par recouvrement, des essais de traction/arrachement sur des éprouvettes de type cornière et des essais de cisaillement ont été effectués. Pour toutes les géométries, le brasage a été élaboré parallèlement aux plis du substrat composite (sens 3). A partir des propriétés élastiques et de rupture déterminées précédemment, des critères de déviation de fissures ont été appliqués, et le minimum d'intensité de la liaison interfaciale $\sigma_{R,SiC/BraSiC}$ a été évalué à 6,5 MPa. En outre des scénarii d'endommagement et de ruine des assemblages ont été proposés et détaillés dans les différentes configurations de chargement.

En ce qui concerne les essais de flexion 3-points et de traction/arrachement sur les éprouvettes de type cornière, le maillon le plus faible de l'assemblage est le substrat CMC : une fissuration interplis dans le sens (3) et des décohésions fibre/matrice dans les fils transverses (sens 2) sont préjudiciables à la tenue mécanique de la structure. En outre, quelques fissures parallèles à l'axe de sollicitation (axe x) apparaissent mais ne provoquent pas de décohésion à l'interface BraSiC/SiC. Dans le cas des essais de compression sur des éprouvettes de double cisaillement et RCI dédiées pour générer

des contraintes de cisaillement dans la zone du joint, le lien le plus faible est le joint BraSiC. Cependant la contrainte τ en deçà de laquelle aucun endommagement ne sera décelable est élevée $\tau_R > 20$ MPa. L'endommagement du joint se déroule en plusieurs phases : tout d'abord une première fissuration émerge dans le joint qui est déviée à l'interface BraSiC/SiC et se propage suivant le sens (3) du substrat composite. Cette première fissure entraîne la rupture de l'assemblage. Cette dernière intervenant plus ou moins rapidement après l'endommagement initial suivant le chargement et la géométrie de l'essai.

Ce travail a constitué la première phase d'une plus large étude qui pourrait permettre d'élaborer des modèles de comportement complets sur ce type de structures composites assemblées. Un certain nombre de points n'ont pas été abordés et ouvrent le champ des perspectives tant dans le domaine de la mesure, que dans le domaine de l'étude mécanique de ces matériaux.

- Un modèle rhéologique en température du joint BraSiC pourrait être envisagé, ce qui nécessiterait l'adaptation des mesures de champ au domaine des hautes températures.
- La méthode d'identification par comparaison des mesures de champ par corrélation d'images et les calculs par éléments finis pourraient être intégrés dans une procédure dans un code de calcul commercial. Cette méthode pourrait également être comparée à d'autres approches d'identification [99, 100].
- D'autres techniques de mesures de champ plus fines (interférométrie de speckle, moiré interférométrique) pourraient être appliquées. Les niveaux d'incertitude associés aux constantes élastiques pourraient être alors comparés à ceux obtenus par corrélation d'images numériques.
- A l'aide des méthodologies et des approches développées à température ambiante dans ce travail, une étude du comportement mécanique de structures SiC_f/SiC-BraSiC-SiC_f/SiC pourrait être envisagée dans le domaine des plus hautes températures.
- L'analyse par éléments finis des champs de contraintes dans les pièces semi-

technologiques permettraient d'affiner les valeurs de résistance de interfaciale, ou en cisaillement du joint. Les caractéristiques du joint pourraient être introduites dans le calcul des assemblages. Les données de rupture et de cisaillement mériteraient d'être complétées.

Bibliographie

- [1] M. Barquins. Le collage : quelle histoire! In *Assemblages : des Matériaux à la Structure, Colloque National Mecamat*, pages 183–191, Aussois (France), January 2003.
- [2] R. Naslain. Thermostructural ceramic matrix composites : an overview. In W.G.J. Bunk, editor, *Advanced thermostructural and functional materials*. Proceedings of International Seminar, 1991.
- [3] H. Schneider. Oxide/Oxide composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 20 :531–658, 2000.
- [4] R. Naslain. Ceramic matrix composites. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, 351 :485–496, 1995.
- [5] R.W. Cahn, A.G. Evans, and M. McLean. *High Temperature Structural Materials*. Chapman & Hall, London, 1990.
- [6] M. Imuta and J. Gotoh. Development of high temperature materials including CMCs for space application. In K. Niihara, K. Nakano, T. Sekino, and E. Yasuda, editors, *High Temperature Ceramic Matrix Composites, HT-CMC 3*, volume 3, pages 439–444, Osaka (Japan), 1999. Ceramic Society of Japan.
- [7] H. Ohnabe, S. Masaki, M. Onozuka, K. Miyahara, and T. Sasa. Potential application of ceramic matrix composites to aero-engine components. *Composites Part A*, 30A :489–496, 1999.
- [8] F. Christin. Design, fabrication and application of C/C, C/SiC and SiC/SiC composites. In W. Krenkel, R. Naslain, and H. Schneider, editors, *High Temperature Ceramic Matrix Composites, HT-CMC 4*, pages 731–743, Munchen (Germany), October 2001. Wiley-VCH.
- [9] J.C. Cavalier. Perspectives de développement et d'applications des C/C et des CMC. In *Comptes rendus des onzièmes journées nationales sur les composites*, volume 1, pages 3–10. 1998.

- [10] W. Krenkel, B. Heindenreich, and R. Renz. C/C-SiC composites for advanced friction systems. *Advanced Engineering Materials*, 4(7) :427–436, 2002.
- [11] R. Naslain. Tailoring multiphase and composite ceramics. *Materials Science Research*, 20 :145–164, 1986.
- [12] H.C. Cao, E. Bischoff, O. Sbaizero, M. Rühle, A.G. Evans, D.B. Marshall, and J.J. Brennan. Effect on interfaces on the properties of fiber-reinforced ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 73(6) :1691–1699, 1990.
- [13] R. Naslain. Fiber-matrix interphases and interfaces in ceramic matrix composites processed by cvf. *Composites Interfaces*, 1(3) :253–286, 1993.
- [14] F. Rebillat, J. Lamon, R. Naslain, E. Lara-Curzio, M.K. Ferber, and T.M. Besmann. Properties of multilayered interphases in SiC/SiC chemical-vapor-infiltrated composites with “weak” and “strong” interfaces. *Journal of the American Ceramic Society*, 81(9) :2315–2326, 1998.
- [15] F. Lamouroux, S. Bertrand, R. Pailler, and R. Naslain. A multilayer ceramic matrix oxidation resistant carbon fibers-reinforced CMCs. In K. Niihara, K. Nakano, T. Sekino, and E. Yasuda, editors, *High Temperature Ceramic Matrix Composites, HT-CMC 3*, volume 3, pages 363–368, Osaka (Japan), 1999. Ceramic Society of Japan.
- [16] S. Labruquère, R. Pailler, A. Guette, and R. Naslain. Internal protection of C/C composites by boron-based compounds. *Journal of the European Ceramic Society*, 22 :987–999, 2002.
- [17] K. Sato, H. Morozumi, O. Funayama, H. Kaya, and T. Isoda. Developing interfacial carbon-boron-silicon coatings for silicon nitride-fiber-reinforced composites for improved oxidation resistance. *Journal of the American Ceramic Society*, 85(7) :1815–1822, 2002.
- [18] D.B. Marshall and A.G. Evans. Failure mechanisms in ceramic-fiber/ceramic-matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 68(5) :225–231, 1985.
- [19] C. Droillard and J. Lamon. Fracture toughness of 2D woven SiC/SiC CVI-composites with multilayered interphases. *Journal of the American Ceramic Society*, 79(4) :849–858, 1996.
- [20] N. Lissart and J. Lamon. Damage and failure in ceramic matrix minicomposites : experimental study and model. *Acta Materialia*, 45(3) :1025–1044, 1997.

- [21] A. Burr, F. Hild, and F.A. Leckie. Continuum description of damage in ceramic-matrix composites. *European Journal of Mechanics, A/Solids*, 16(1) :53–78, 1997.
- [22] L. Guillaumat and J. Lamon. Comportement mécanique et endommagement de composites 2D SiC/SiC. *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, 9(2) :183–203, 1999.
- [23] R.E. Tressler and J.A. DiCarlo. Creep and rupture of advanced ceramic fiber reinforcements. In *High Temperature Ceramic Matrix Composites I : Design, Durability and Performance, HT-CMC 2*, pages 141–155, Santa Barbara, CA (USA), 1995. Ceramic Transactions.
- [24] G. Fantozzi, J. Chevalier, C. Olagnon, and J.L. Chermant. *Creep of ceramic matrix composites*, volume 4 of *Carbon/Carbon Cements and Ceramic Matrix Composites*, chapter 9, pages 115–162. Elsevier Science LTD, 2000.
- [25] P. Carrère and J. Lamon. Creep behavior of a SiC/Si-B-C composite with a self-healing multilayered matrix. *Journal of the European Ceramic Society*, in press, 2002.
- [26] G. Farizy. *Mécanisme de fluage sous air de composites SiC_f-SiBC, a matrice auto-cicatrisante*. PhD thesis, Université de Caen/Basse-Normandie, 2002.
- [27] P. Ladevèze, A. Gasser, and O. Allix. Damage mechanisms modeling for ceramic composites. *Journal of Engineering of Materials and Technologies*, 116 :331–336, 1994.
- [28] J. Bertaux. Les assemblages mécaniques structuraux en aéronautique civile - fixations et procédés d'assemblages. In *Assemblages : des Matériaux à la Structure, Colloque National Mecamat*, pages 227–234, Aussois (France), January 2003.
- [29] P. Couvrat. *Le collage structural moderne*. Lavoisier, Paris, 1992.
- [30] J. Cognard. *Science et technologie du collage*. PPUR, Lausanne, 2000.
- [31] R.W. Messler Jr. *Joining of advanced materials*. Butterworth-Heinemann, Boston, MA, 1993.
- [32] M.G. Nicholas. *Joining of ceramics*. Chapman & Hall, London, 1990.
- [33] M.M. Schwartz. *Ceramic joining*. American Society for Metals, Materials Park, OH, 1990.
- [34] L. Noel. Brasage. In *Les Techniques de l'ingénieur*, volume BT 3, chapter B 5195, pages 1–20. 1984.

- [35] A. Gasse. *Rôle des interfaces dans le brasage non réactif du SiC par des siliciures de Co et de Cu*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1996.
- [36] S.K. Choi and L. Froyen M.J. Brabers. Interfacial reactions between SiC and Transition Metals. In W. Kraft, editor, *Joining Ceramics, Glass and Metals*, pages 297–304. 1989.
- [37] O. M. Akselsen. Advances in brazing of ceramics. *Journal of Materials Science*, 27 :1989–2000, 1992.
- [38] T. Iseki and T. Yano. Brazing of SiC ceramics with active metals. *Materials Science Forum*, 34-36 :421–425, 1988.
- [39] T. Iseki, H. Matsuzaki, and J.K. Boadi. . *American Ceramic Society Bulletin*, 64 :322, 1985.
- [40] D.H. Kim, S.H. Hwang, and S.S. Chun. . *Journal of Materials Science*, 26 :3223, 1991.
- [41] T. Nishino, S.Urai, and M. Naka. Interface microstructure and strength of SiC/SiC joint brazed with Cu-Ti alloys. *Fracture Mechanics*, 40(4/5) :829–836, 1991.
- [42] M. Naka. Fundamentals of ceramic joining. In DVS-Verlag GmbH, editor, *Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Welding*, pages 67–69, Aachen (Germany), June 1995.
- [43] H.K. Lee, S.H. Hwang, and J.Y. Lee. Effects on the relative contents of silver and copper on the interfacial reactions and bond strength in the active brazing of SiC. *Journal of Materials Science*, 28 :1765–1774, 1993.
- [44] V. Martinez, S. Ordonez, F. Castro, L. Olivares, and J. Marin. Wetting of silicon carbide by copper alloys. *Journal of Materials Science*, 38 :4047–4054, 2003.
- [45] E. Lugscheider and W. Tillman. Development of new active filler metals for joining silicon carbide and silicon nitride. In *6th International Conference on High Technology Joining*, pages 1–16, Stratford-upon-Avon (U.K), September 1991.
- [46] H.K. Lee and J.Y. Lee. A study of the wetting, microstructure and bond strength in brazing SiC by Cu-X (X=Ti, V, Nb, Cr) alloys. *Journal of Materials Science*, pages 4133–4140, 1996.
- [47] M. Salvo, M. Ferraris, P. Lemoine, M.A. Montorsi, and M. Merola. Joining of CMCs for thermonuclear fusion applications. *Journal of Nuclear Materials*, 233-237 :947–953, 1996.

- [48] J.R. McDermid and R.A.L. Drew. Thermodynamic Brazing alloy design for joining silicon carbide. *Journal of the American Ceramic Society*, 74(8) :1855–1860, 1991.
- [49] B. Riccardi, C.A. Nannetti, J. Woltersdorf, E. Pippel, and T. Petrisor. Brazing of SiC and SiC_f/SiC composites performed with 84Si-16Ti eutectic alloy : microstructure and strength. *Journal of Materials Science*, 37 :5029–5039, 2002.
- [50] G. Magnani, L. Beaulardi, C. Mingazzini, and E. Marmo. Mo-based compounds for SiC-SiC joints. *Key Engineering Materials*, 206-213 :583–586, 2002.
- [51] C. Rado, S. Kalogeropoulou, and N. Eustathopoulos. Bonding and wetting in non reactive metal-SiC systems : weak or strong interfaces? *Materials Science and Engineering*, A 276 :195–202, 2000.
- [52] K.M. Knowles, D.R. Ormston, D.B. Conquest, E.J. Ecclestone, and J.A. Fernie. Particulate loading of high temperature brazes for joining engineering ceramics. In C.A. Lewinsohn, M. Singh, and R. Loehman, editors, *Advances in Joining of Ceramics*, pages 103–118, St Louis, MI (USA), May 2002. The American Ceramic Society.
- [53] L. Esposito and A. Bellosi. Joining by liquid wetting and capillarity of silicon nitride and silicon carbide. *Key Engineering Materials*, 206-213 :483–486, 2002.
- [54] H.L. Lee, S.W. Nam, B.S. Hahn, B.H. Park, and D. Han. Joining of silicon carbide using MgO-Al₂O₃-SiO₂ filler. *Journal of Materials Science*, 33 :5007–5014, 1998.
- [55] T.J. Perham, L.C. De Jonghe, and W.J. MoberlyChan. Joining of silicon carbide with a cordierite glass-ceramic. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(2) :297–305, 1999.
- [56] E. Gyamarti, A. Naoumidis, and H. Nickel. Joining of Si-SiC and Sintered-SiC Ceramics. In *Proceedings of the second International Symposium*, pages 449–457, Lübeck (Germany), April 1986.
- [57] J.G. Binner, J.A. Fernie, and P.A. Whitaker. An investigation into microwave bonding mechanisms via a study of silicon carbide and zirconia. *Journal of Materials Science*, 33(12) :3009–3015, 1998.
- [58] M. Singh. Joining of sintered silicon carbide ceramics for high-temperature applications. *Journal of Materials Science Letters*, 17 :459–461, 1998.
- [59] M. Singh. A reaction forming method for joining of silicon carbide-based ceramics. *Scripta Materialia*, 37(8) :1151–1154, 1997.

- [60] M. Singh and E. Lara-Curzio. Design, fabrication, and testing of ceramic joints for high temperature SiC/SiC composites. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 123 :288–292, April 2001.
- [61] M. Singh. *Post-processing and assembly of ceramic-matrix composites*, volume 21 of *Composites*, pages 668–673. ASM International, 2001.
- [62] E.D. Case and M.A. Crimp. Joining of ceramic materials using spin-on interlayers. *Advanced Engineering Materials*, 3(6) :395–399, 2001.
- [63] P. Colombo, B. Riccardi, A. Donato, and G. Scarinci. Joining of SiC/SiC_f ceramic matrix composites for reactor blanket applications. *Journal of Nuclear Materials*, 278 :127–135, 2000.
- [64] G.G. Trantina. Fracture strength of sintered and siliconized sic and sic joints. Technical Information Series 80CRD201, General Electric, September 1980.
- [65] C.H. Bates, M.R. Foley, G.A. Rossi, G.J. Sundberg, and F.J. Wu. Joining of non-oxide ceramics for high-temperature applications. *American Ceramic Society Bulletin*, 69(3) :350–356, 1990.
- [66] M.R. Locatelli, B.J. Dalgleish, K. Nakashima, A.P. Tomsia, and A.M. Glaeser. New approaches to joining ceramics for high-temperature applications. *Ceramics International*, 23 :313–322, 1997.
- [67] M. Singh. Design, fabrication and characterization of high temperature joints in ceramic composites. *Key Engineering Materials*, 283–165 :415–420, 1999.
- [68] M.A. Zurbuchen and A.H. Carim. Strength and microstructure of brazed alumina-silicon carbide ceramic-matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(3) :705–710, 1999.
- [69] C.A. Lewinsohn, M. Singh, T. Shibayama, T. Hinoki, M. Ando, Y. Katoh, and A. Kohyama. Joining of silicon carbide composites for fusion energy applications. *Journal of Nuclear Materials*, 283–287 :1258–1261, 2000.
- [70] T.W. Kim, H.S. Chang, and S.W. Park. Brazing parameters and mechanical properties of silicon nitride/stainless steel joint. In M. Singh and T. Jessen, editors, *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, volume 22, pages 627–634, Cocoa Beach (USA), January 2001. The American Ceramic Society.
- [71] Ö. Ünal, I.E. Anderson, and S.I. Maghsoodi. A test method to measure shear strength of ceramic joints at high temperatures. *Journal of the American Ceramic Society*, 80(5) :1281–1284, 1997.

- [72] C.A. Lewinsohn, H. Serizawa, and H. Murakawa. FEM analysis of experimental measurement technique for mechanical strength of ceramic joints. In M. Singh and T. Jessen, editors, *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, volume 22, pages 635–642, Cocoa Beach (USA), January 2001. The American Ceramic Society.
- [73] G.K. Hu. *Etude théorique et expérimentale du comportement, de l'endommagement et de la rupture des assemblages collés*. PhD thesis, Ecole Centrale Paris, 1991.
- [74] Y.X. Gan, H.A. Aglan, R.V. Steward, B.A. Chin, and M.L. Grossbeck. Microstructure-fracture toughness relationship of vanadium alloy/stainless steel brazed joints. *Journal of Nuclear Materials*, 299 :157–164, 2001.
- [75] W. Glatz and H. Clemens. Diffusion bonding of intermetallic Ti-47Al-2Cr-0.2Si sheet material and mechanical properties of joints at room temperature and elevated temperatures. *Intermetallics*, 5 :415–423, 1997.
- [76] J. Martinez Fernandez, A. Munoz, F.M. Varela-Feria, and M. Singh. Interfacial and thermomechanical characterization of reaction formed joints in silicon carbide-based materials. *Journal of the European Ceramic Society*, 20 :2641–2648, 2000.
- [77] S. Li, Y. Zhou, H. Duan, J. Qiu, and Y. Zhang. Joining of SiC ceramic to Ni-based superalloy with functionally gradient material fillers and a tungsten intermediate layer. *Journal of Materials Science*, 38 :4065–4070, 2003.
- [78] C.A. Lewinsohn, R.H. Jones, P. Colombo, and B. Riccardi. Silicon carbide-based materials for joining silicon carbide composites for fusion energy applications. *Journal of Nuclear Materials*, 307–311 :1232–1236, 2002.
- [79] H.K. Liu, W.L. Dai, and Y.C. Lee. Moisture effects and acoustic emission characterization on lap shear strength in ultrasonic welded carbon/nylon composites. *Journal of Materials Science*, 35 :3389–3396, 2000.
- [80] A.J. Moorhead and P.F. Becher. Adaptation of the DCB test for determining fracture toughness of brazed joint in ceramic materials. *Journal of Materials Science*, 22 :3297–3303, 1987.
- [81] M. Heim, D.G. Ulmer, and V.A. Greenhut. Active metal brazing of various types of Si₃N₄ to Cu and Cu-alloy. In M. Singh and T. Jessen, editors, *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, volume 22, pages 381–389, Cocoa Beach (USA), January 2001. The American Ceramic Society.

- [82] E. Jiménez-Piqué, A. Dominguez-Rodriguez, J. Martinez-Fernandez, E. Lara-Curzio, and M. Singh. Microstructure and mechanical properties of superplastically joined yttria-partially-stabilized zirconia (Y-PSZ) ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 20 :147–151, 2000.
- [83] F. Safa, F. Levallois, M. Bougoin, and D. Castel. Silicon carbide technology for submillimetre space based telescope.
- [84] E. Sein, Y. Toulement, F. Safa, M. Duran, P. Deny, D. De Chambure, T. Passvogel, and G. Pillbratt. A ϕ 3.5 m telescope for herschel mission.
- [85] F. Moret, P. Sire, and A. Gasse. Brazing of SiC based materials using the BraSiC[®] process chemical and thermal applications. In *International Conference on Joining of Advanced Materials*, Rosemont (USA), October 1998. ASM Materials Solutions.
- [86] V. Chaumat, A. Gasse, J. Bouchaud, and P. Sire. Brazing of C/SiC composites with the BraSiC[®] process for high temperature applications. In W. Krenkel, R. Naslain, and H. Schneider, editors, *High Temperature Ceramic Matrix Composites, HT-CMC 4*, pages 765–771, Munchen (Germany), October 2001. Wiley-VCH.
- [87] F. Hild. Correli^{LMT} : A software for displacement field measurements by digital image correlation. Internal Report 254, LMT-Cachan, Janvier 2002.
- [88] *MARC 2000*, volume A : Theory and User Information. MARC Analysis Research Corporation, 1997.
- [89] Y. Charles. *Identification d'un mode de vieillissement dans un assemblage céramique-métal*. PhD thesis, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 2002.
- [90] G. Lovato. *Rhéologie des joints brasés : étude expérimentale et détermination par méthode inverse*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995.
- [91] O.T. Iancu, D. Munz, B. Eigenmann, B. Scholtes, and E. Macherauch. Residual stress state of brazed ceramic/metal compounds, determined by analytical methods and X-ray residual stress measurements. *Journal of the American Ceramic Society*, 73(5) :1144–1149, 1990.
- [92] H.Y. Yu, S.C. Sanday, and B.B. Rath. Residual stresses in ceramic-interlayer-metal joints. *Journal of the American Ceramic Society*, 76(7) :1661–1664, 1993.
- [93] A. Levy. Thermal residual stresses in ceramic-to-metal brazed joints. *Journal of the American Ceramic Society*, 74(9) :2141–2147, 1991.

- [94] S.P. Kovalev, P. Miranzo, and M.I. Osendi. Finite element simulation of thermal residual stresses in joining ceramics with thin metal interlayers. *Journal of the American Ceramic Society*, 81(9) :2342–2348, 1998.
- [95] Y. Charles and F. Hild. On crack arrest in ceramic/metal assemblies. *International Journal of Fracture*, 115 :251–272, 2002.
- [96] Y. Berthaud, D. Paraskevas, and M. Taroni, editors. *Photomécanique 95*, LMT-ENS Cachan (France), 14-16 Mars 1995. G.A.M.A.C., Eyrolles.
- [97] Y. Berthaud, M. Cottron, F. Morestin, P. Moucheron, and M. Taroni, editors. *Photomécanique 98*. G.A.M.A.C., Eyrolles, 1998.
- [98] Y. Berthaud, J.C. Dupré, F. Morestin, J.J. Orteu, and V. Valle, editors. *Photomécanique 2001*. G.A.M.A.C., Eyrolles, 2001.
- [99] Y. Berthaud, P. Gaborit, M. Grédiac, J.J. Orteu, L. Robert, and T. Sentenac, editors. *Photomécanique 2004*. GAMAC, Ecole des Mines d’Albi-Carmaux, 2004.
- [100] Y. Berthaud, F. Hild, P. Jacquot, P. Smigielski, and Y. Surrel. *Identification du comportement des matériaux et de la rupture des structures à l’aide de méthodes optiques*. IPSI, Paris, 2003.
- [101] A. Lagarde. *Advanced optical methods and applications in solid mechanics*. Kluwer, Dordrecht (The Netherlands), 2000.
- [102] P.K. Rastogi. *Photomechanics*. Springer, Berlin, 2000.
- [103] Y. Surrel. Moiré and grid methods : a signal processing approach. In *Interferometry 94, Photomechanics*, pages 118–127, Varsaw, Poland, 1994. SPIE.
- [104] Y. Surrel. Design of algorithms for phase measurements by the use of phase-stepping. *Applied Optics*, 35(1) :51–60, 1996.
- [105] A. Chrysochoos and H. Louche. An infrared image processing to analyse the caloric effects accompanying strain localization. *International Journal of Engineering Science*, 30 :1759–1788, 2000.
- [106] S. Moreau, J.M. Murracchiole, B. Wattrisse, and A. Chrysochoos. Etude du comportement thermomécanique d’un pmma par thermographie infrarouge. In Ecole des Mines d’Albi Carmaux, editor, *Photomécanique 2004*, pages 409–416, Albi, France, May 2004. GAMAC.
- [107] F. Hild. *Mesure de champs de déplacement par corrélation d’images et applications en mécanique du solide*, chapter 9. IPSI, 2003.

- [108] J.J. Orteu. Mesure 3d de formes et de déformations par stéréovision. In *Les Techniques de l'ingénieur*, volume Taité Génie Mécanique-Travail des matériaux, chapter BM 7015. 2002.
- [109] D. Garcia. *Mesure de forme et de champs de déplacements tridimensionnels par stéréocorrélation d'images*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2001.
- [110] N. Cornille, D. Garcia, M.A. Sutton, S. McNeill, and J.J. Orteu. Calibrage d'un meb en vue de la mesure précise de formes et de déformations 3d. In Ecole des Mines d'Albi Carmaux, editor, *Photomécanique 2004*, pages 145–152, Albi, France, May 2004. GAMAC.
- [111] F. Tardif. *Analyse des mécanismes d'endommagement dans les composites 3D C/C Mesures optiques des champs de déformation par corrélation d'image*. PhD thesis, Université de Bordeaux I, 1998.
- [112] A. Duffour. Mesure des champs de déplacement par extensométrie optique. Master's thesis, Ecole Nationale Supérieure de l'Aéronautique et de l'Espace, 2000.
- [113] M.A. Sutton. Recent developments and trends in measurements from the macro-scale to reduced length scales. In Ecole des Mines d'Albi Carmaux, editor, *Photomécanique 2004*, pages 1–8, Albi, France, May 2004. GAMAC.
- [114] F. Hild, B. Raka, M. Baudequin, S. Roux, and F. Cantelaube. Multiscale displacement field measurements of compressed mineral-wool samples by digital image correlation. *Applied Optics*, 41(2) :6815–6827, 2002.
- [115] L. Chevalier, S. Calloch, F. Hild, and Y. Marco. Digital Image Correlation used to analyse the multiaxial behavior of rubber-like materials. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 20 :169–187, 2001.
- [116] F. Hild. Correli^{2D}. Internal Report 230, LMT-Cachan, 1999.
- [117] Z. Sun, J.S. Lyons, and S.R. McNeill. Measuring microscopic deformations with digital image correlation. *Optics and Lasers in Engineering*, 27 :409–428, 1997.
- [118] M. Puyo-Pain and J. Lamon. Etude du comportement mécanique d'assemblages céramiques : analyse locale par corrélation d'images. In *Journée scientifique AFM : Progrès récents des méthodes optiques dans des conditions extrêmes - grandes déformations, forte localisation - en mécanique expérimentale*, Futuroscope de Poitiers, May 2003.
- [119] M. Puyo-Pain and J. Lamon. Determination of elastic properties of a ceramic-based joint using a digital image correlation method. In *Ceramic Engineering*

- and Science Proceedings*, volume In press, Cocoa Beach (USA), January 2004. The American Ceramic Society.
- [120] W. Weibull. The phenomenon of rupture in solids. *Proceedings of the Royal Swedish Institute of Engineering Research*, 153 :1–55, 1939.
- [121] A.G. Evans. A general approach for the statistical analysis of multiaxial fracture. *Journal of the American Ceramic Society*, 61(7-8) :302–308, 1978.
- [122] J. Lamon and A.G. Evans. Statistical analysis of bending strengths for brittle solids : A multiaxial fracture problem. *Journal of the American Ceramic Society*, 66(3) :177–182, 1983.
- [123] J. Lamon. Ceramics reliability : Statistical analysis of multiaxial failure using the weibull approach and the multiaxial elemental strength model. *Journal of the American Ceramic Society*, 73(8) :2204–2212, 1990.
- [124] D. Jeulin. Fracture statistics models and crack propagation in random media. *Applied Mechanics Review*, 47(1) :141–150, 1994.
- [125] Y. Charles, F. Hild, and S. Roux. Identification d’un mode de vieillissement dans un assemblage céramique/métal. In *Assemblages : des Matériaux à la Structure, Colloque National Mecamat*, pages 243–249, Aussois (France), January 2003.
- [126] J. Spanier and K.B. Oldham. *An Atlas of Functions*. Springer Verlag, 1987.
- [127] V. Calard. *Approches statistiques-probabilistes du comportement mécanique des composites à matrice céramique*. PhD thesis, Université de Bordeaux I, 1998.
- [128] S. Pompidou. *Déviations des fissures par une interface ou une interphase dans les composites et les multicouches*. PhD thesis, Université de Bordeaux I, 2003.
- [129] S. Pompidou and J. Lamon. Model of deviation of cracks at interfaces/interphases based on the cook and gordon’s mechanism. In *High Temperature Ceramic Matrix Composites*, volume In press, September 2004.
- [130] O. Bernard, M. Andrieux, S. Poissonet, and A.M. Huntz. Mechanical behaviour of ferroelectric films on perovskite substrate. *Journal of the European Ceramic Society*, 24 :763–773, 2004.
- [131] T. Sasaki, M. Yang, S. Fukushima, and R. Tsukano. Development of the CAE-assisted nano-indentation method for the evaluation of the anisotropic mechanical-properties of thin films. *Journal of Materials Processing Technology*, In press, 2004.

- [132] F. Vaz, S. Carvalho, L. Rebouta, M.Z. Silva, A. Pàul, and D. Schneider. Young's modulus of (ti,si)n films by surface acoustic waves and indentation techniques. *Thin Solid Films*, 408 :160–168, 2002.
- [133] B. Cros, E. Gat, and J.M. Saurel. Characterization of the elastic properties of amorphous silicon carbide thin films by acoustic microscopy. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 209 :273–282, 1997.
- [134] G. Carlotti, L. Doucet, and M. Dupeux. Elastic properties of silicon dioxide films deposited by chemical vapour deposition from tetraethylorthosilicate. *Thin Solid Films*, 296 :102–105, 1997.
- [135] A.G. Youtsos, M. Kiriakopoulos, and T. Timke. Experimental and theoretical/numerical investigations of thin films bonding strength. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 31 :47–59, 1999.
- [136] W.H. Peters and W.F. Ranson. Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Optical Engineering*, 21(1) :427–431, 1982.
- [137] M.A. Sutton, W.J. Wolters, W.H. Peters, and W.F. Ranson. Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image Vision Computer*, 1(3) :133–139, 1983.
- [138] H. Chalal, F. Meraghini, S. Avril, and F. Pierron. Experimental identification of a damage model for composites using the grid technique coupled to the virtual fields method. In *Composites Testing and Model Identification*, pages 100–101, Bristol, UK, September 2004. University of Bristol.
- [139] R. Moulart, S. Avril, and F. Pierron. Identification of the through-thickness elastic constants of thick laminated tubes using the virtual field methods. In *Composites Testing and Model Identification*, pages 100–101, Bristol, UK, September 2004. University of Bristol.
- [140] J. Molimard, R. Le Riche, and A. Vautrin. Application of the open hole tensile test to the identification of the in-plane characteristics of orthotropic plates. In *Composites Testing and Model Identification*, pages 101–102, Bristol, UK, September 2004. University of Bristol.
- [141] B. Wagne, S. Roux, and F. Hild. Spectral approach to displacement evaluation from image analysis. *The European Physical Journal Applied Physics*, 17 :247–252, 2002.
- [142] W. G. Knauss, I. Chasiotis, and Y. Huang. Mechanical measurement at the micron and nanometer scales. *Mechanics of Materials*, 35 :217–231, 2003.

- [143] W.C. Oliver and G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation. *Journal of Materials Research*, 7(6) :1564–1583, 1992.
- [144] G.S. Smith, E.B. Tadmor, N. Bernstein, and E. Kaxiras. Multiscale simulations of silicon nanoindentation. *Acta Materialia*, 49 :4089–4101, 2001.
- [145] A. Jayatilaka and K. Trustrum. Statistical approach to brittle fracture. *Journal of Materials Science*, 12 :1426–1430, 1977.
- [146] F. Hild and D. Marquis. Monotonic and cyclic rupture of a silicon nitride ceramic. In C.R. Brinkman and S.F. Duffy, editors, *Life Prediction Methodologies and Data for Ceramic Materials*, volume ASTM STP 1201, pages 112–126, Philadelphia, PA (USA), 1994. American Society for Testing and Materials.
- [147] Y. Murakami. *Stress Intensity Factors Handbook*. Pergamon Press, Oxford, 1987.
- [148] *Dictionnaire des Mathématiques*. Encyclopædia Universalis, Paris, 1997.
- [149] J. Lamon. Statistical approaches to failure for ceramic reliability assessment. *Journal of the American Ceramic Society*, 71(2) :106–112, 1988.
- [150] J. Lamon. La rupture des céramiques. *La Revue de Métallurgie-CIT / Science et Génie des matériaux*, pages 265–284, Février 1995.
- [151] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui. *Comportement Mécanique des Matériaux*. Hermès, Paris, 1993.
- [152] A.A. Griffith. The phenomenon of rupture and flows in solid. *Royal Society of London Transactions*, A 221 :163–198, 1921.

Liste des communications & publications

M. Puyo-Pain & J. Lamon, *Etude du comportement mécanique d'assemblages céramiques : analyse locale par corrélation d'images*, poster présenté aux Journées Scientifiques AFM : Progrès récents des méthodes optiques en conditions extrêmes, Futuroscope de Poitiers, Mai 2003.

M. Puyo-Pain & J. Lamon, *Determination of Elastic Properties of a Ceramic-based Joint using a Digital Image Correlation Method*, communication orale à 28th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, Cocoa Beach, Janvier 2004.

M. Puyo-Pain & J. Lamon, *Probabilistic Approach to the Mechanical Behavior of Brazed Monolithic SiC Parts*, communication orale à 28th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, Cocoa Beach, Janvier 2004.

M. Puyo-Pain, F. Hild & J. Lamon, *Détermination des propriétés élastiques d'un joint céramique : analyse et identification par corrélation d'images* communication orale à Journées Scientifiques et Techniques AMAC : Dialogue Essai/Calcul dans les Structures Hétérogènes, Blois, Mars 2004.

M. Puyo-Pain, F. Hild & J. Lamon, *Identification of Elastic Properties of a Ceramic-based Joint* communication orale à Photomécanique 2004, Albi, Mai 2004.

M. Puyo-Pain, F. Hild & J. Lamon, *Identification of Elastic Properties of a Si-based Joint Using Deformation fields Determined by using Digital Image Correlation : Application to the Mechanical Behaviour of CMC Brazed Composites* poster présenté à CompTest 2004 : Composites Testing and Model Identification, Bristol, Septembre 2004.

M. Puyo-Pain & J. Lamon, *Determination of Elastic Properties of a Si-based joint using Local Techniques*, communication orale à HTC MC-5, Seattle, Septembre 2004.

M. Puyo-Pain, F. Hild & J. Lamon, *Détermination des propriétés élastiques d'un joint céramique : analyse et identification par corrélation d'images* soumis dans la Revue des Matériaux Composites et Avancés.

M. Puyo-Pain & J. Lamon, *Determination of Elastic Properties of a Ceramic-based Joint using a Digital Image Correlation Method*, accepté dans Ceramic Transactions, volume à paraître.

M. Puyo-Pain, F. Hild & J. Lamon, *Extraction of kinematic fields and identification of elastic properties by using Digital Image Correlation : Application to silicon-based braze joints (part I and II)*, à soumettre dans Journal of the American Ceramic Society.

Table des figures

1.1	Configuration des principaux types de joints : par recouvrement (a) et bout à bout (b)	24
1.2	Essais de flexion 4-points réalisés sur éprouvettes de carbure de silicium jointes bout à bout [35]	25
1.3	Schéma et définition de l'essai de flexion asymétrique [71]	25
1.4	Essais sur éprouvettes avec joint incliné : traction [75] (a) et compression [76] (b)	27
1.5	Exemples d'essais sur des structures assemblées : cisaillement simple [63] (a), double cisaillement [78] (b) et RCI [60] (c)	27
1.6	Télescope Herschel [84]	29
1.7	Miroir primaire (a) et segments (b) en carbure de silicium [84]	29
2.1	Brasure BraSiC et interface Substrat SiC-BraSiC : microscopie électronique à balayage (MEB) (a) ; composition chimique par analyse des électrons rétrodiffusés (b) : phase blanche XSi ₂ , phase grise Si.	32
2.2	Profil de composition obtenus par spectroscopie Auger : phase XSi ₂ → substrat SiC (a) et phase Si → substrat SiC (b)	33
2.3	Géométrie des éprouvettes SiC-BraSiC-SiC : joint droit (a) et joint incliné ($\theta = 45^\circ$) (b)	34
2.4	Configurations des essais mécaniques sur les éprouvettes SiC-BraSiC-SiC : traction sur joint droit (a), flexion quatre-points (b) et traction/compression sur joint incliné à 45° (c)	35
2.5	Micrographie optique d'un substrat 2D SiC _f /SiC brasé	36
2.6	Outillage de réalisation des pièces composites brasées	36
2.7	Géométries et sollicitations mécaniques sur pièces CMC brasées	36
2.8	Dispositif expérimental des essais mécaniques	38

2.9	Principe d'acquisition des images numériques et de post-traitement en vue de déterminer les champs de déplacement dans la zone d'analyse par corrélation d'images numériques	38
2.10	Dispositif expérimental des essais mécaniques de traction sur joint droit et traction/compression sur joint incliné à 45° et micrographies optiques au cours d'essais dans des zones « <i>SiC-joint</i> » au grandissement 1 pixel ↔ 0,33 μm (taille image : 1280 × 1024 pixels)	40
2.11	Dispositif expérimental des essais mécaniques de flexion 4-points et micrographie optique au cours d'essais dans une zone « <i>SiC-joint</i> » au grandissement 1 pixel ↔ 0,33 μm (taille image : 1280 × 1024 pixels)	41
2.12	Montages spécifiques pour les essais sur structures CMC brasées : traction/arrachement sur éprouvettes cornières (a) et compression sur éprouvette de double cisaillement et RCI (b)	43
2.13	Mesure par corrélation d'images du déplacement latéral suivant l'axe <i>y</i> (cf. Figure 2.10) lors du serrage de l'éprouvette dans les mors en fonction de l'épaisseur de clinquant	43
2.14	Distribution des contraintes d'origine thermique σ_{xx} et σ_{yy} à l'interface joint-substrat $x = \frac{e}{2}$	46
2.15	Distribution des contraintes de cisaillement d'origine thermique à l'interface joint-substrat en fonction de l'angle de brasage : $\theta = 0^\circ$ (a) et $\theta = 45^\circ$ (b)	47
2.16	Distribution des contraintes de cisaillement d'origine thermique à l'interface joint-substrat $x = \frac{e}{2}$ en fonction de l'épaisseur du joint	48
2.17	Distribution spatiale de la contrainte de cisaillement suivant l'épaisseur du joint : $e = 250 \mu\text{m}$ (a) et $e = 25 \mu\text{m}$ (b)	48
3.1	Observation du phénomène de speckle	54
3.2	Intercorrélation de deux fonctions unidimensionnelles semblables décalées l'une par rapport à l'autre d'une valeur u [107]. La largeur du palier des fonctions f et g est égale à 1 ; L'origine de la fonction f est située à l'abscisse d	56
3.3	Représentation selon M.A. Sutton [113] des zones d'études et de résolution de méthodes de caractérisation surfacique des matériaux	58
3.4	Schéma simplifié du principe de la corrélation d'images	58
3.5	Images des zones « <i>substrat-joint</i> » et distributions des niveaux de gris associées : éclairage normal (a) et (b), éclairage rasant (c) et (d)	61

3.6	Performance de l'algorithme de corrélation pour différents paramètres de corrélation (a), grandissements (b), images (c) et codage de la caméra (d)	64
3.7	Déplacements moyens $\underline{U}_{mes.}$ déterminés par le système de corrélation et écart-types associés pour les paramètres optimaux, $l = 32$ pixels, $\delta = 32$ pixels, codage caméra 12 bits, grandissement 1 pixel $\leftrightarrow 0,33 \mu\text{m}$: configuration des images en traction (a), compression hors-axe (b) et flexion quatre-points (c); et représentation du déplacement théorique (- - -)	66
3.8	Incertitude maximale en déformation en fonction de la longueur de jauge	67
4.1	Représentation de l'orientation des axes de coordonnées en fonction de l'orientation du joint et de l'axe de sollicitation	73
4.2	Comparaison des mesures par jauges optiques et par jauges de déformation dans le substrat SiC	75
4.3	Comparaison des constantes élastiques mesurées : module d'élasticité (a) et coefficient de Poisson (b)	75
4.4	Isovaleurs de la fonction \mathcal{J}_{3D} et minimum permettant de déterminer E_{joint} et ν_{joint}	78
4.5	Isovaleurs de la fonction \mathcal{J}_{4By} et minimum permettant de déterminer E_{joint} et ν_{joint}	79
4.6	Schéma de synthèse de l'approche d'identification des constantes élastiques d'un joint d'assemblage	80
4.7	Evolution de la contrainte et suivi de l'endommagement par émission acoustique lors d'un essai de traction uniaxiale	83
4.8	Description des modes de propagation des ruptures en traction uniaxiale « <i>Rupture 1</i> »	85
4.9	Description des modes de propagation des ruptures en traction hors-axe : cohésives dans le joint (a) et extension de la fissure dans le joint et le substrat (b)	85
4.10	Distribution des contraintes d'amorçage dans un diagramme de Weibull	87
4.11	Distribution des contraintes d'amorçage dans un diagramme de Weibull pour les essais de traction hors-axe en fonction du type de ruine des éprouvettes	87
4.12	Représentation dans un diagramme de Weibull des contraintes à rupture	91
4.13	Intersection entre le milieu et le chemin de fissuration [89,95,125]	92

4.14	Probabilité d'extension d'une fissure d'une longueur a à une longueur b : $\sigma = \sigma_1 (-)$, $\sigma = \sigma_2 (\lambda) (- -)$, $\sigma = \sigma_3 (\lambda) (- -)$	94
4.15	Probabilité d'extension d'une fissure d'une longueur a à une longueur b en fonction du mécanisme de rupture à chargement constant $\sigma = 23,9$ MPa	95
5.1	Géométries et sollicitations mécaniques sur pièces CMC brasées : flexion 3-points (a), traction/arrachement sur cornière (b), double cisaillement (c) et cisaillement RCI (d)	101
5.2	Comparaison des courbes d'essais de flexion 3-points d'un composite SiC/SiC et de composites SiC/SiC assemblés	101
5.3	Micrographie optique des éprouvettes de flexion 3-points et zones d'ob- servations des calculs par corrélation d'images	103
5.4	Déformation ϵ_{yy} mesurée par une jauge optique sur l'axe $y = y_1$	104
5.5	Champ de déformation ϵ_{xx} déterminé par corrélation d'images en $x = x_1$	105
5.6	Champ de déformation ϵ_{yy} déterminé par corrélation d'images en $x = x_1$	105
5.7	Champ de déformation ϵ_{xx} déterminé par corrélation d'images en $x = x_0$	106
5.8	Champ de déformation ϵ_{yy} déterminé par corrélation d'images en $x = x_0$	106
5.9	Micrographie optique <i>post mortem</i> des éprouvettes de flexion en $x = -x_1$	108
5.10	Micrographie optique <i>post mortem</i> des éprouvettes de flexion en $x = -x_0$	108
5.11	Micrographie optique <i>post mortem</i> des éprouvettes de flexion en $x = -x_1$	108
5.12	Schéma représentant une fissure dans la matrice SiC (a) et le critère de décohésion [128, 129] (b)	109
5.13	Essai de traction/arrachement du composite dans le sens 3	111
5.14	Evolution de force en fonction du déplacement de la traverse dans un essai de traction/arrachement sur CMC SiC _f /SiC brasés	111
5.15	Micrographie optique des éprouvettes de traction/arrachement <i>post mor- tem</i> dans des zones proches du joint	113
5.16	Courbes force-déplacement et suivi de l'endommagement par émission acoustique lors des essais sur éprouvettes de double cisaillement (a) et essais sur éprouvettes RCI (b)	114
5.17	Micrographie réalisé <i>in situ</i> d'une éprouvette de double cisaillement au cours du chargement	116
5.18	Micrographie <i>post mortem</i> d'une éprouvette de double cisaillement dans la zone de rupture	117

A.1	Tested specimens : Tension (T) (a), Off-axis Compression (C45) (b) and 4-point Bend (4-B) (c). The dashed boxes depict optical microscope observations for the correlation analysis.	126
A.2	Strain field measurement procedure on several gauge on a “SiC-joint zone” for tension and off-axis compression tests	127
A.3	Schematic diagram showing the principle of Digital Image Correlation and a virtual gauge of size $Lx \times Ly$ pixels.	128
A.4	Picture and gray level distribution of digital images acquired with respectively a normal lighting beam (a) and (b) and a grazing lighting beam (c) and (d)	129
A.5	Performance in terms of average error for different correlation parameters (a), magnifications (b), image texture (c) and digitization (d)	132
A.6	Average value of displacements $\underline{U}_{mes.}$ determined by the DIC system and associated standard deviation for optimized parameters (Tab. A.3): tension (a), off-axis compression (b) and 4-point bending (c) image textures, and theoretical displacement (- - -)	134
A.7	Strain resolution for different gauge sizes	135
A.8	Algorithm of data selection	138
A.9	Change of k_{xx} (N^{-1}), slope of $\bar{\epsilon}_{xx,exp.} = f(F)$, before the selection data algorithm (a) and after the data selection (b)	139
A.10	Identification method in 4-point bending	142
A.11	Comparison of optical gauge and strain gauge results in a SiC zone (1 pixel = 1.66 μm)	143
A.12	Comparison of SiC elastic parameters provided and measured: Young’s modulus (a) and Poisson’s ratio (b)	144
A.13	Comparison of SiC elastic parameters measured in the “SiC/joint zone”: Young’s modulus (a) and Poisson’s ratio (b)	144
A.14	Auger spectrograms: XSi ₂ joint phase \rightarrow SiC substrate depth profile (a) and Si joint phase \rightarrow SiC substrate depth profile (b)	146
A.15	Comparison of joint elastic parameters measured in the “SiC/joint zone”: Young’s modulus (a) and Poisson’s ratio (b)	149
A.16	Change of \mathcal{J}_{3D} with E_{joint} and ν_{joint}	149
A.17	Comparison of experimental U_x displacement field (a), (b), (c) and computed U_x displacement field (d), (e), (f) when 1 pixel = 0.33 μm	151

A.18 Comparison of experimental U_y displacement field (a), (b), (c) and computed U_y displacement field (d), (e), (f) when 1 pixel = 0.33 μm . . .	152
A.19 Change of \mathcal{J}_T with E_{joint} : \mathcal{J}_{Tx} (a) and \mathcal{J}_{Ty} (b)	153
A.20 Change of \mathcal{J}_{Tx} with E_{joint} and ν_{joint}	153
A.21 Comparison of experimental U_x displacement field (a), (b), (c) and computed U_x displacement field (d), (e), (f) when 1 pixel = 0.33 μm . . .	155
A.22 Comparison of experimental U_y displacement field (a), (b), (c) and computed U_y displacement field (d), (e), (f) when 1 pixel = 0.33 μm . . .	156
A.23 Change of \underline{J}_{4B} with E_{joint} : \mathcal{J}_{4Bx} (a) and \mathcal{J}_{4By} (b)	157
A.24 Change of \mathcal{J}_{4By} with E_{joint} and ν_{joint}	157
A.25 Identified E_{joint} and ν_{joint} values for different ROI sizes (1 pixel = 0.33 μm) 158	
A.26 Prints observed at different scale	161
B.1 General testing procedure	164
B.2 Description of testing set-ups: tensile and off-axis tensile test (a) and 4-point bend test (b)	165
B.3 Changes of load and cumulative counts of acoustic emission versus time for a tensile test (a), an off-axis tensile test (b) and a 4-point bend test (c)	167
B.4 Comparison of the maximum normal stress computed (\square) and calculated ($-$) by using Equation (B.4) versus load	168
B.5 Experimental data-base for the first crack detected by acoustic emission	169
B.6 Correlation between mean crack initiation stress $\bar{\sigma}_{A,E}$ and effective volume V	169
B.7 Computations results of the direct identification of α and β parameters: comparison with the experimental results, \bullet for tension \blacksquare for off-axis tension and \blacktriangle for bending, and statistical models - for tension -- for off-axis tension and - - - for bending (a); Change of flaw size distributions (b)	172
B.8 Element used to determine orientation of flaw in the principal axis coordinates	173
B.9 Description of fracture modes in tension	176
B.10 Description of fracture modes in off-axis tension: cohesive in the joint (a) and crack extension in the joint and the substrate (b)	176

B.11 Comparison of experimental data-bases for the first crack detected by acoustic emission (●) and for the failure (■) and Weibull correlation subjected to different loading: tension (a), off-axis tension (b) and 4-point bending (c)	178
B.12 Correlation between σ_F and $\sigma_{A.E}$	179
B.13 SEM micrography of the microstructure of BraSiC	180
B.14 Bi-dimensional representation of crack propagation and intersection with a random microstructure [89]	180
B.15 Change of $K_I = \sigma(a)\sqrt{\pi a}$ as a function of crack length a : $\sigma = \sigma_1 = 35.5$ MPa (-), $\sigma = \sigma_2(\lambda)$ (- -), $\sigma = \sigma_3(\lambda)$ (- -)	182
B.16 Probability of crack extension: $\sigma = \sigma_1 = 35.5$ MPa (-), $\sigma = \sigma_2(\lambda)$ (- -), $\sigma = \sigma_3(\lambda)$ (- -)	184
B.17 Distribution of stress against kind of failure for off-axis tensile tests: first crack $\sigma_{A.E}$ (a) and ultimate stress σ_F (b)	184
B.18 Change of K_I with the crack length a : $K_I(a) = \sigma\sqrt{\pi a}$ (-), $K_I(a) = \sigma \cos^2 \theta \sqrt{\pi a}$ (- -) where $\sigma = C = 23.9$ MPa and $\theta = \frac{\pi}{4}$	186
B.19 Probability of crack for the two failure mechanisms	186

Liste des tableaux

2.1	Propriétés thermo-mécaniques d'un carbure de silicium fritté α -SiC (données Boostec)	34
2.2	Propriétés thermo-mécaniques supposées du joint de brasure	46
3.1	Evolution de l'erreur de corrélation exprimée en niveaux de gris en fonction du grandissement, de l'éclairage et des paramètres de corrélation	62
3.2	Résolution et incertitude du système de corrélation pour les différentes configurations d'image au grandissement 1 pixel \leftrightarrow 0,33 μ m et pour un codage 12 bits	67
3.3	Synthèse des conditions de mesures	68
4.1	Synthèse des résultats des déformations expérimentales	74
4.2	Synthèse des résultats	82
4.3	Valeurs des contraintes d'amorçage ($\sigma_{A.E.}$) et de ruine (σ_R) et modes de rupture pour les différents essais envisagés	84
4.4	Paramètres de Weibull concernant l'amorçage de la fissuration dans le joint	88
4.5	Paramètres multiaxiaux identifiés en fonction du type d'essai	90
4.6	Paramètres de la fonction de densité de probabilité h_{K_c} associée aux ténacités	93
5.1	Contraintes à rupture, σ_R , des éprouvettes de flexion 3-points	102
5.2	Modules d'élasticité et contraintes à rupture de la matrice SiC et du joint de brasure BraSiC	110
5.3	Résultats d'essai de traction/arrachement sur des éprouvettes de type cornière	112
5.4	Résultats des essais de cisaillement sur des éprouvettes de type double cisaillement et RCI	115

A.1	Boostec SiC data sheet	125
A.2	Indicator error dependence with the ZOI size, type of lighting and observation scale	130
A.3	Error ζ for optimized parameters	131
A.4	Strain resolution for reduced length gauge	133
A.5	Measurements conditions and results for monolithic α -SiC	142
A.6	Measurement conditions and results for the SiC substrate near the joint: in the upper SiC part (u) and the lower SiC part (d)	145
A.7	Measurements conditions and strains results for BraSiC joint	148
A.8	Measurements conditions and results for 4-point bending tests	154
A.9	BraSiC elastic parameters determined by DIC technique	159
A.10	Nanoindentation tests results	161
B.1	Weibull parameters of the crack initiation	170
B.2	α and β estimates of the direct identification between P_0 and the flaw distribution g_0 ($Y = 1$ and $V_0 = 1 \text{ mm}^3$)	172
B.3	Multiaxial statistical parameters of the crack initiation	175
B.4	Classification of fracture modes for each type of specimens and load configurations	176
B.5	Statistical parameters for failure	177
B.6	Parameters of the density function describing the toughness distribution	183