

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



www.cea.fr

INFLUENCE DE LA SURFACE DES FIBRES DE CARBONE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DES COMPOSITES C/SiC

Clémentine FELLAH ^{1,2}

**James BRAUN ¹, Cédric SAUDER ¹,
Marie-Hélène BERGER ²**

¹ DEN-Service de Recherches Métallurgiques Appliquées
(SRMA), CEA

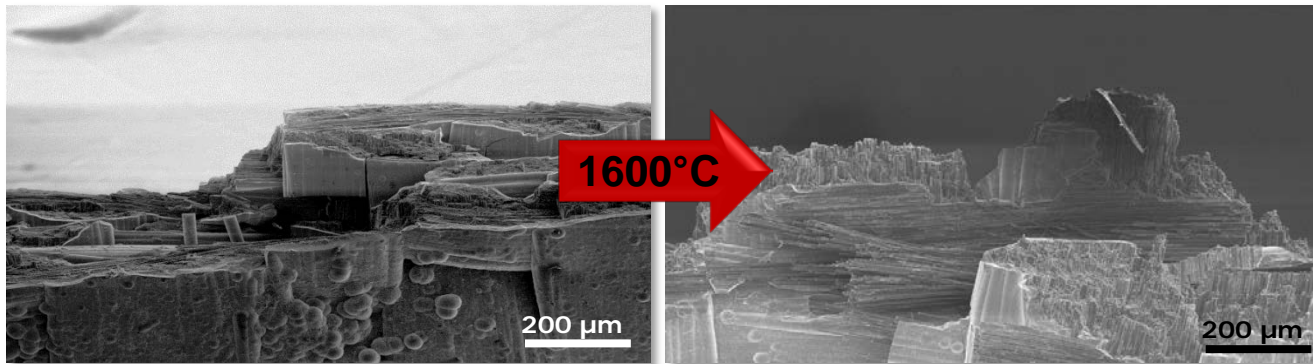
² MINES ParisTech, PSL Research University,
MAT - Centre des matériaux

SFEC 2017

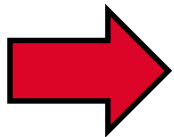
■ Composites C/SiC :

- **Avantages** : grande résistance mécanique, bon comportement aux chocs thermiques → applications thermostructurales
- **Axes d'amélioration** : dégradation après de longues expositions à des environnements agressifs et **tolérance à l'endommagement**

■ Traitement thermique des fibres de carbone haute résistance à 1600°C



Après THT :
→ Amélioration des propriétés mécaniques
(↑ contrainte à la rupture et tolérance à la déformation)
→ Réorganisation microstructurale

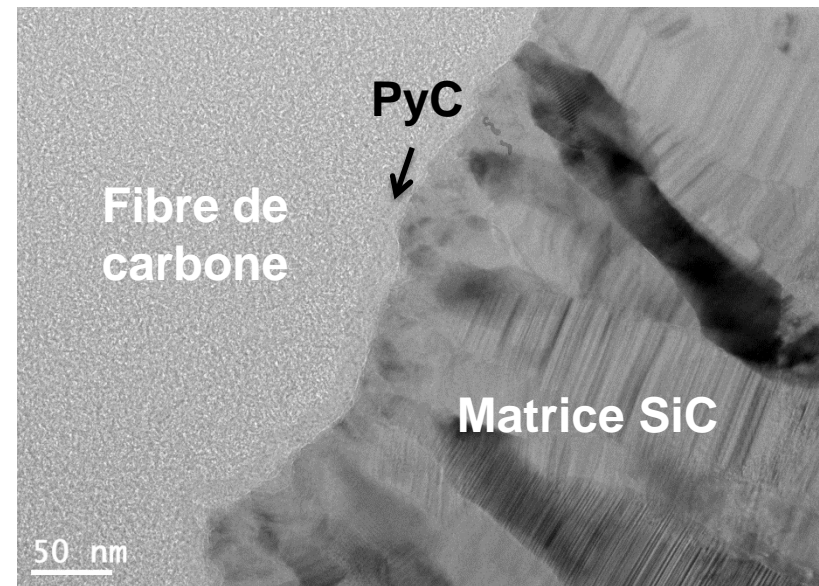
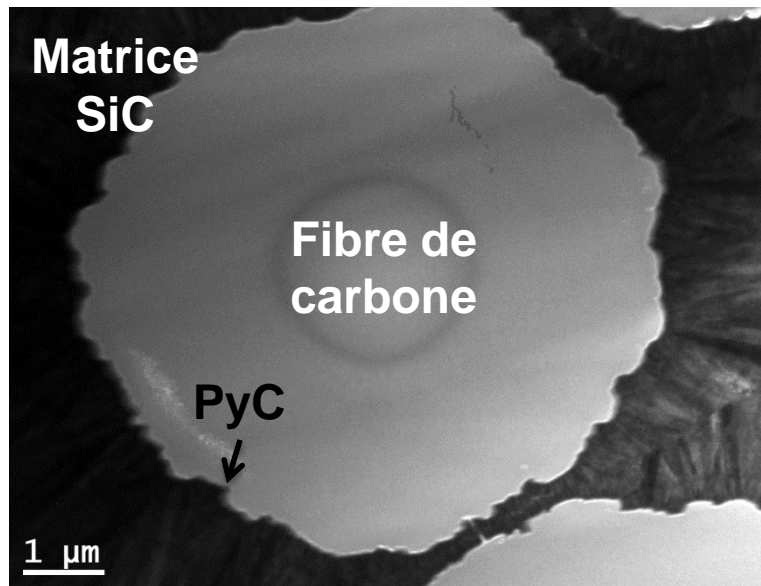


Influence des caractéristiques de surface des fibres sur le comportement mécanique des composites C/SiC ?

1. Composites C/SiC
2. Chimie et structure de surface des fibres de carbone
3. Couplage F/M des composites C/SiC
4. Influence de la surface des fibres de carbone sur l'endommagement des composites C/SiC
5. Conclusion

■ Composition des composites C/SiC :

- Renfort : fibres de carbone
- Matrice : SiC
- Interphase : Pyrocarbone (PyC)



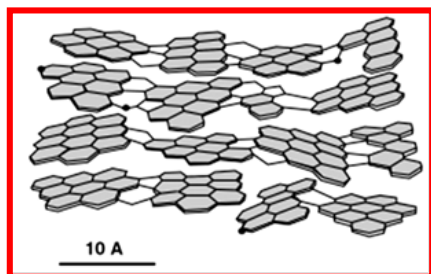
■ SiC monolithique :

- Bonne stabilité thermique ($T > 2000^{\circ}\text{C}$ et $\alpha_L = \alpha_T = 2-5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ de 20 à 500°C)
- Bonne résistance à l'oxydation (formation d'une couche passivante)
- Fragilité ($K_{1c} = 2-3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

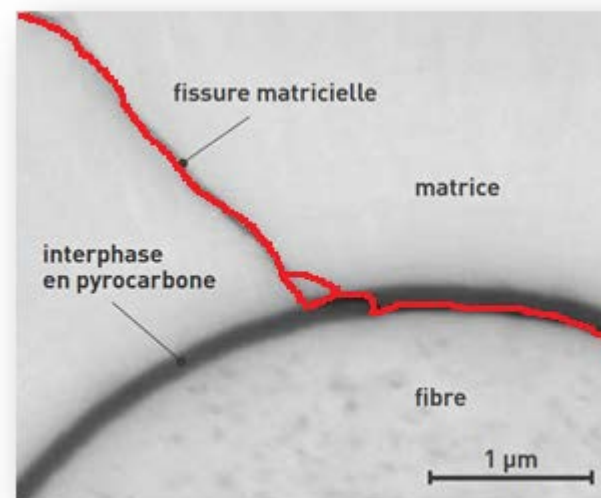
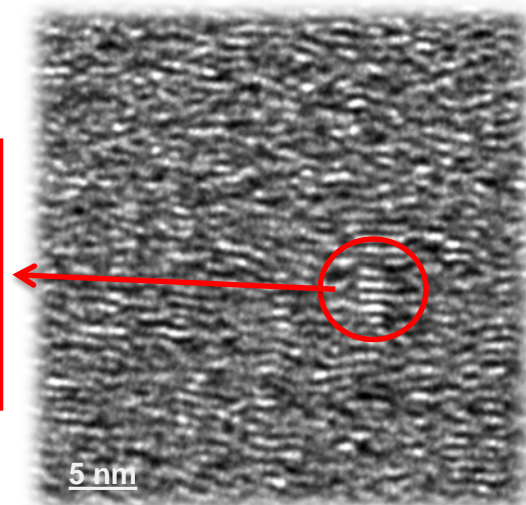
■ Fibres de carbone à haute résistance : Fibres T300 (Toray)

- Fabriquées à partir d'un précurseur polyacrylonitrile (PAN)
- $E \approx 230$ GPa et $\epsilon_r \approx 0,95$ %
- A 20°C , $\alpha_L = -0,1$ à $-0,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- A 20°C , $\alpha_T = 8,6$ à $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

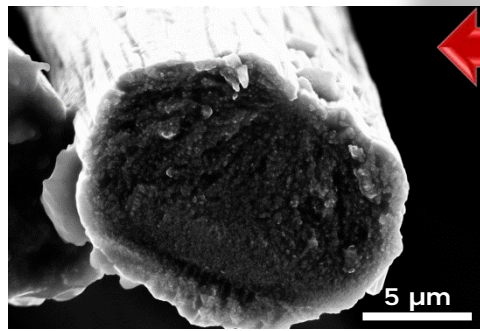
■ Pyrocarbone hautement anisotrope : Feuillet de graphène empilés parallèlement avec des orientations aléatoires dans le plan 002 du carbone



X. Bourrat, 2006



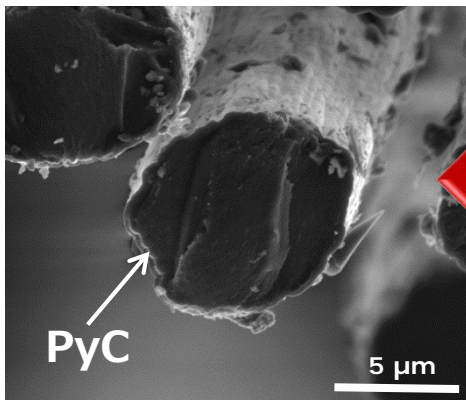
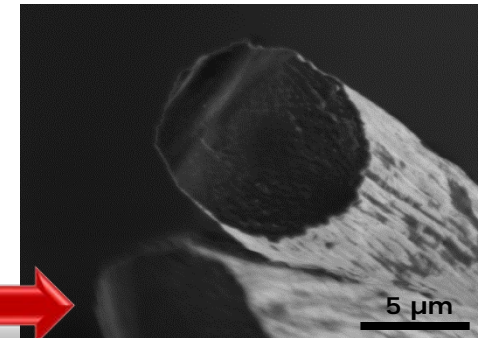
Echantillons à chaque étape de fabrication des composites C/SiC



Fibres T300 ensimées

Désensimage
(+ Traitement thermique 1600°C)

Fibres T300 désensimées
Fibres T300THT

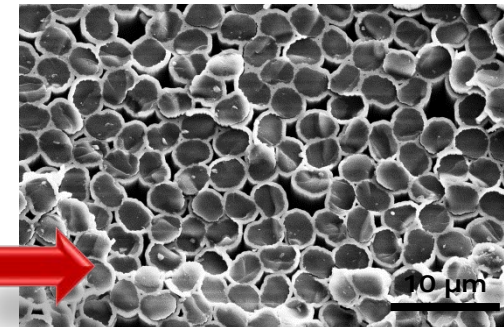


Procédé CVI
(Chemical Vapor Infiltration)

Fibres T300/T300THT + PyC

Procédé CVI

Composites :
T300/SiC, T300THT/SiC,
T300/PyC/SiC, T300THT/PyC/SiC



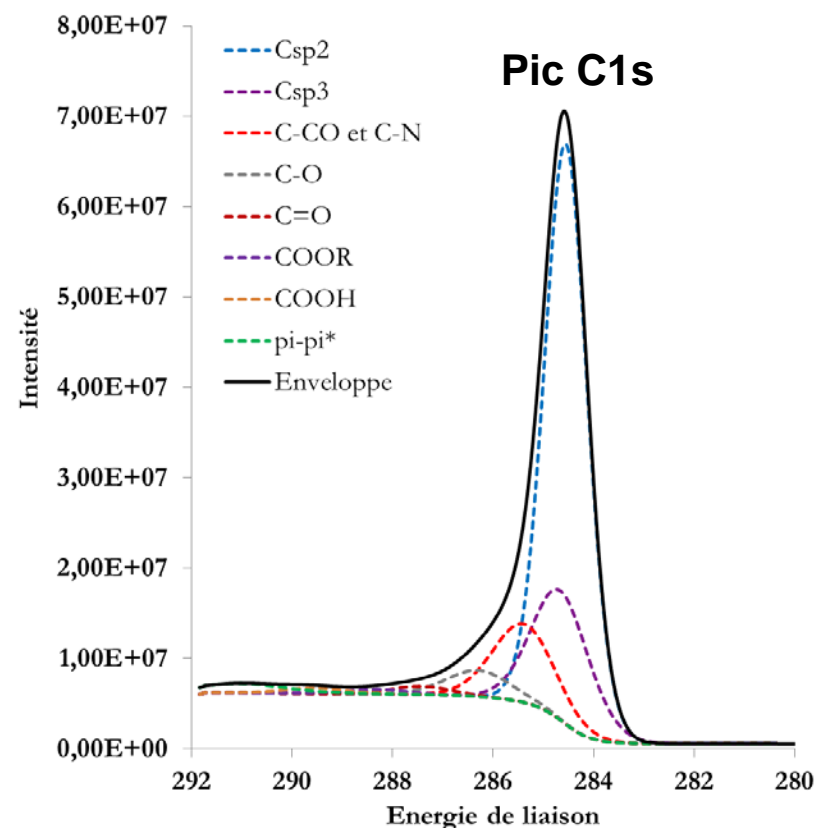
- Analyse de surface des fibres T300 désensimées (XPS, ligne TEMPO - synchrotron SOLEIL):

Paramètres modulables sur la ligne TEMPO :

- ✓ Résolution en énergie
- ✓ Profondeur d'analyse (inférieur à 10 nm)

Fibre T300	C1s (% at.)	O1s (% at.)	N1s (% at.)
700 eV (~ 5 nm)	85,8	3,7	10,5
1000 eV (~ 7 nm)	87,7	2,6	9,7

- ✓ Composition riche en carbone
- ✓ Pourcentages significatifs d'azote et d'oxygène
- ✓ Diminution de l'azote et de l'oxygène en profondeur



Surface carbonée
majoritairement hybridée sp^2

- Analyse de surface des fibres T300 traitées thermiquement à 1600°C (T300THT) (XPS, ligne TEMPO - synchrotron SOLEIL):

Fibre T300THT	C1s	O1s	N1s
700 eV (~ 5 nm)	96,3	1,9	1,8
1000 eV (~ 7 nm)	96,6	1,6	1,8

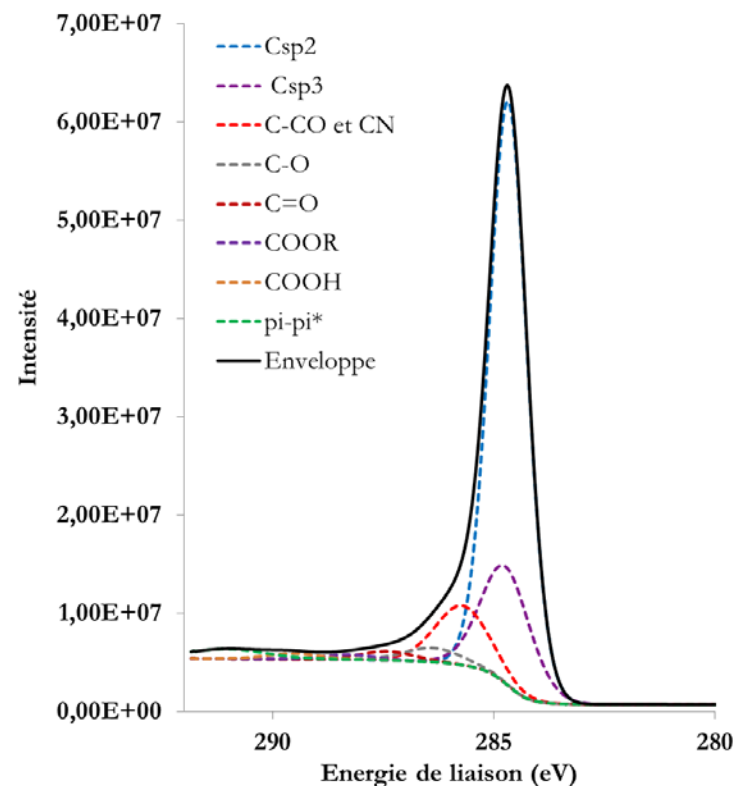
Après traitement thermique :

- ✓ Composition surfacique appauvrie en oxygène et en azote
- ✓ Homogénéisation de la composition chimique de la surface des fibres

Déconvolution du pic C1s :

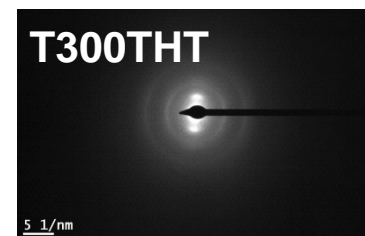
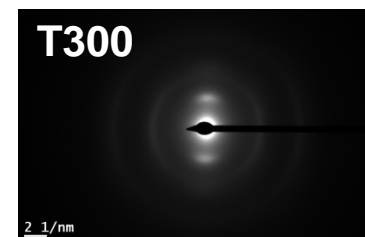
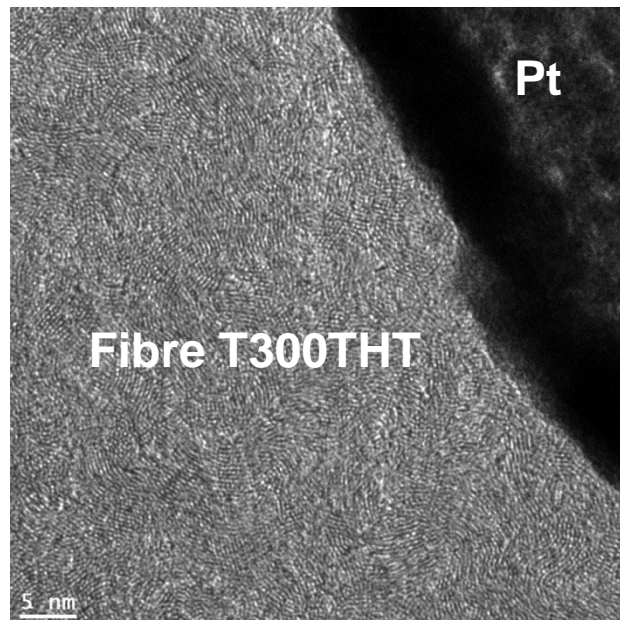
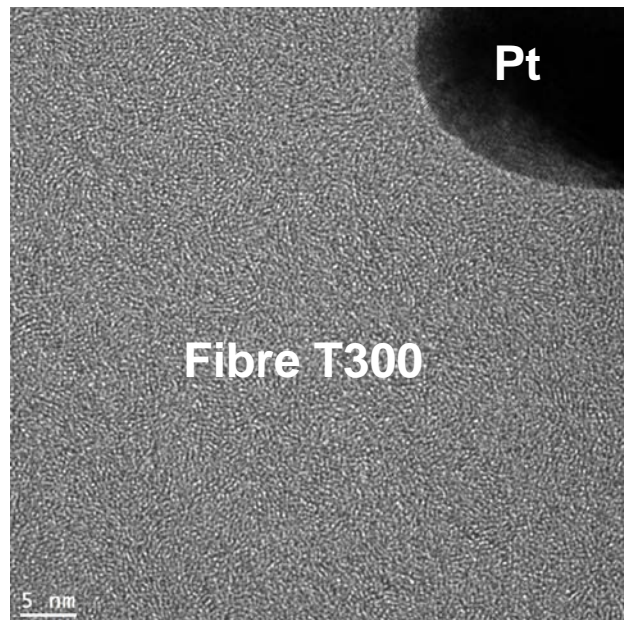
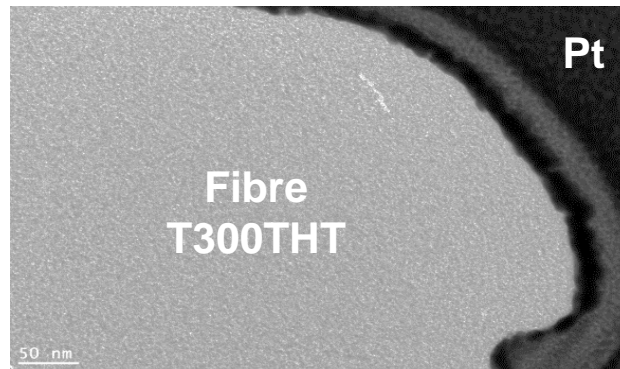
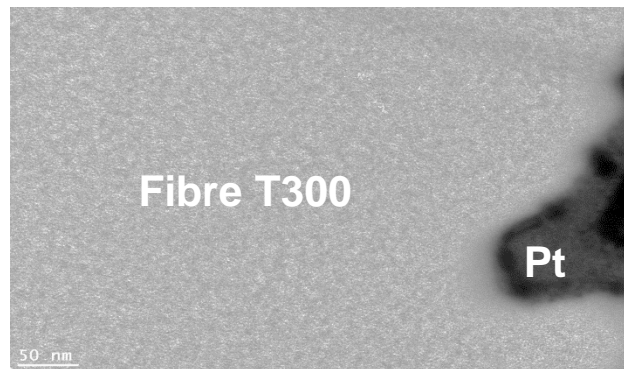
- ✓ Surface carbonée majoritairement hybridée sp²
- ✓ ↓ contribution des liaisons C-CO, C-O et C-N
- ✓ Diminution des groupements fonctionnels d'extrême surface

Pic C1s



CHIMIE ET STRUCTURE DE SURFACE DES FIBRES DE CARBONE

■ Observations de la surface des fibres T300 désensimées et T300THT :



Organisation microstructurale
différente après traitement
thermique :

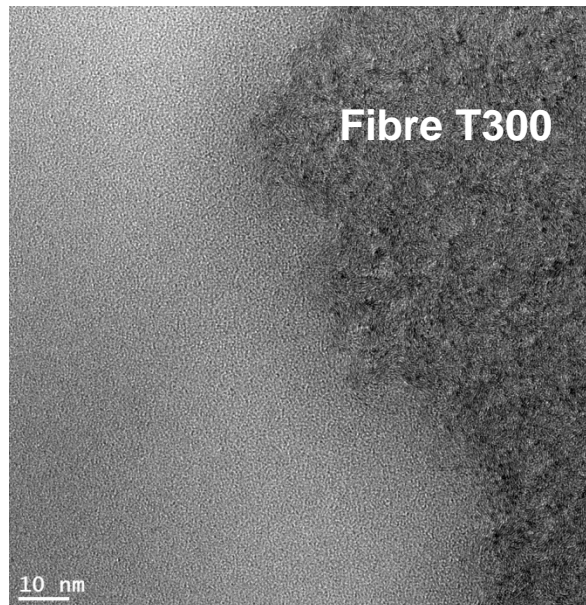
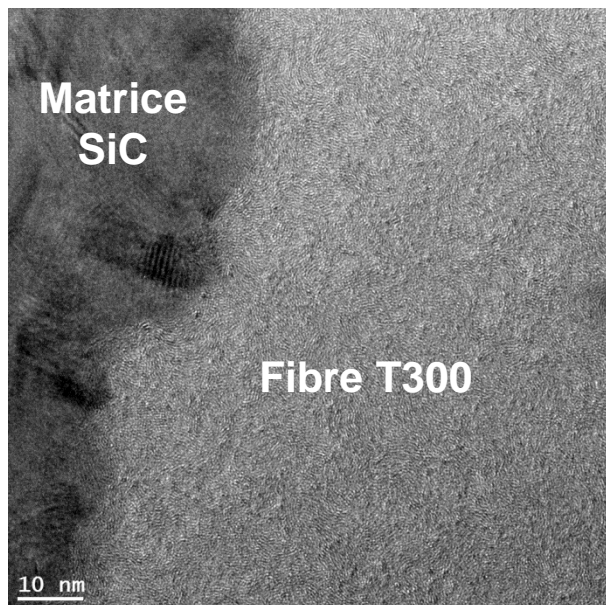
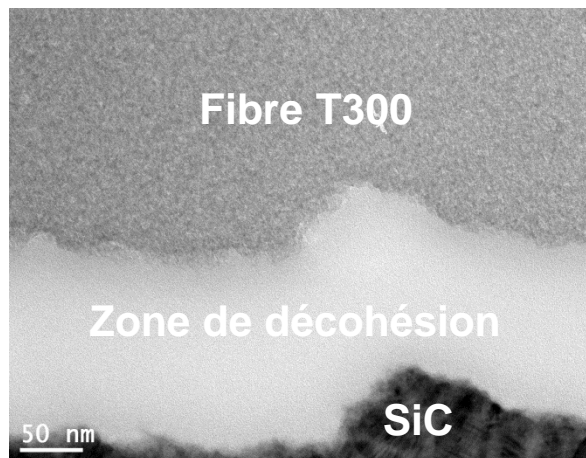
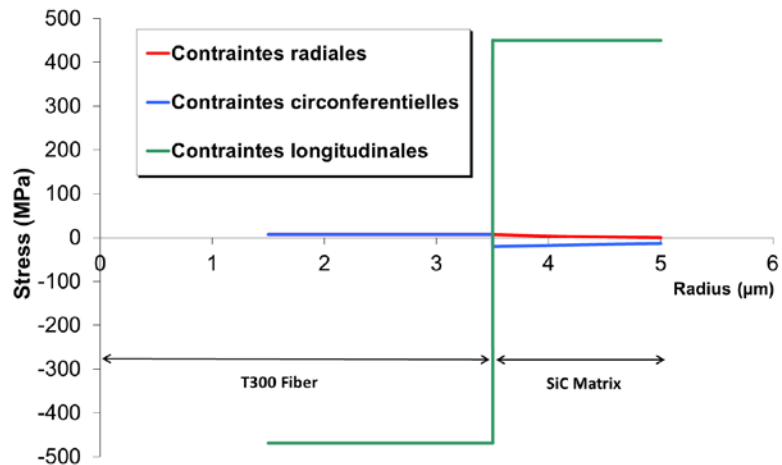
Réorganisation
microstructurale après
traitement thermique

↓ d_{002} ↑ L_a et L_c

Ouverture de la texture :
Formation de nano-porosités

COUPLAGE F/M DES COMPOSITES C/SiC

■ Observations microstructurales du composite T300/SiC :



Décohésion entre la matrice et la fibre :

→ Propriétés thermoélastiques dont coefficients de dilatation thermique \neq entre la matrice SiC et les fibres T300

→ Contraintes résiduelles d'origine thermique au sein des \neq phases lors du refroidissement des composites

COUPLAGE F/M DES COMPOSITES C/SiC

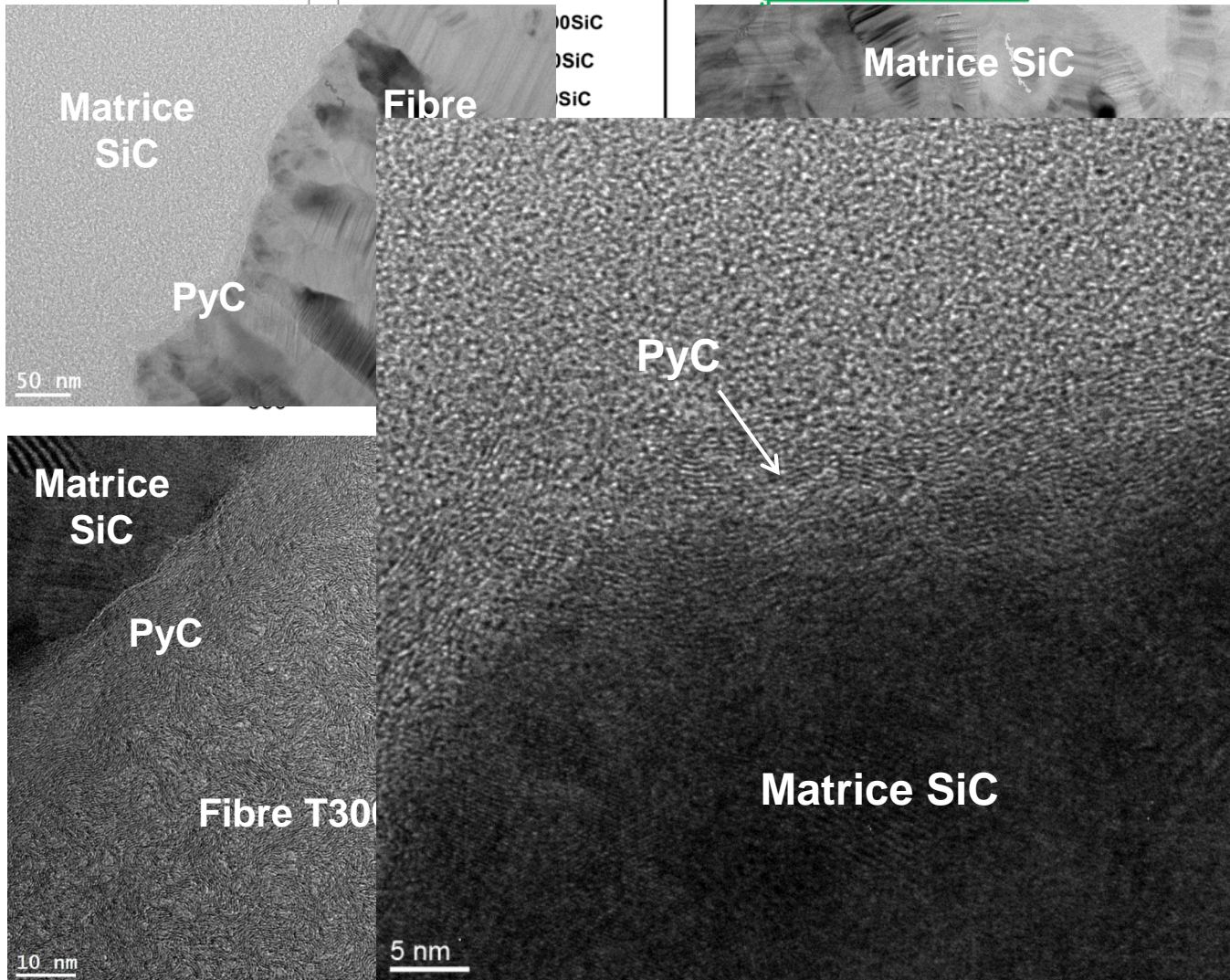
Observations microstructurales du composite T300/PyC/SiC :

400

— Radial stress T300PyCSiC

— Hoop stress T300PyCSiC

— Axial stress T300PyCSiC



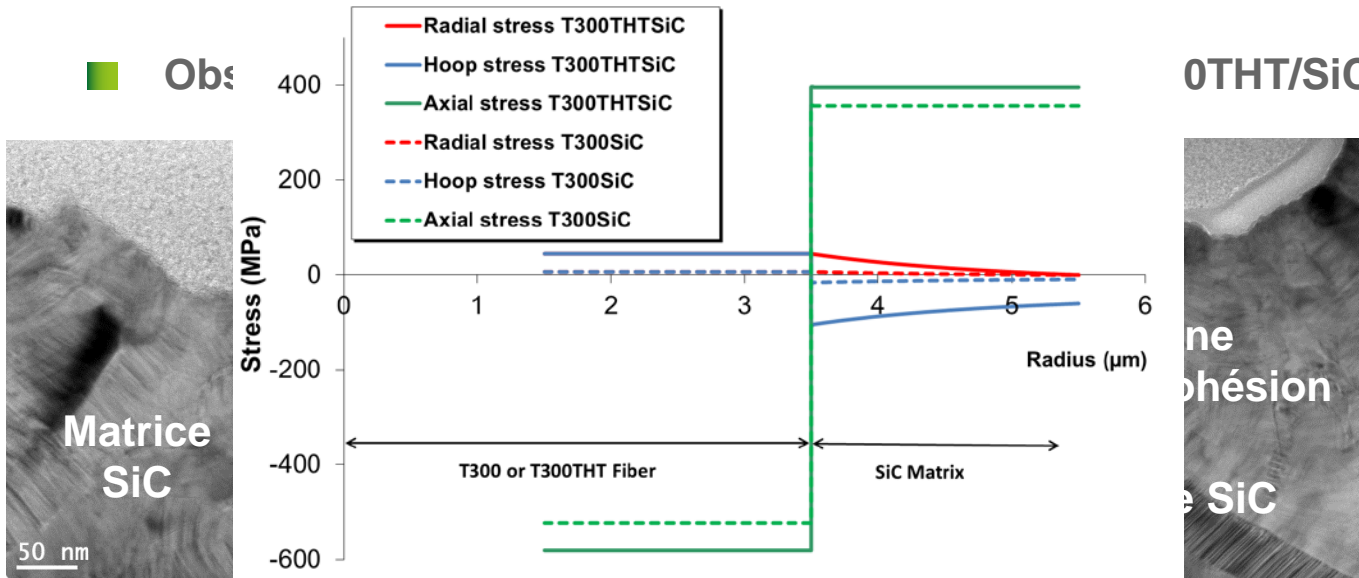
Décohésion entre la matrice et l'interphase PyC :

→ Contraintes résiduelles d'origine thermique équivalentes avec ou sans PyC

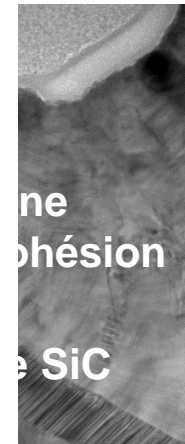
→ Liaisons fortes entre les fibres T300 et le PyC d'où couplage fibre/PyC intense

→ Coefficients de dilatation thermique des fibres T300 et du PyC hautement anisotrope de même ordre de grandeur

COUPLAGE F/M DES COMPOSITES C/SiC

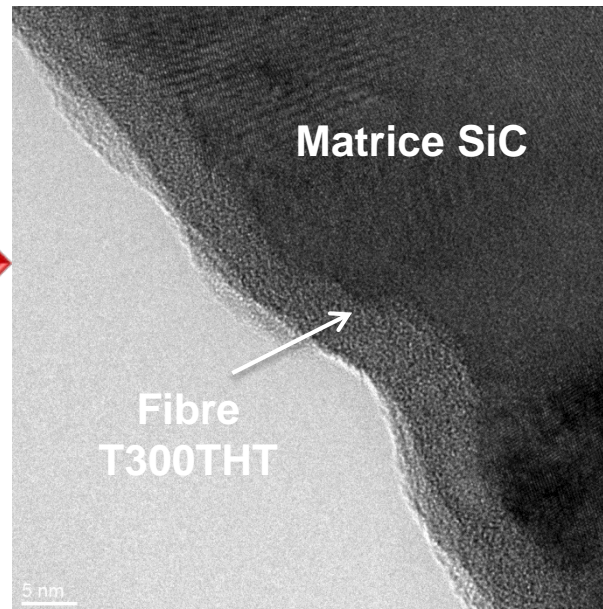
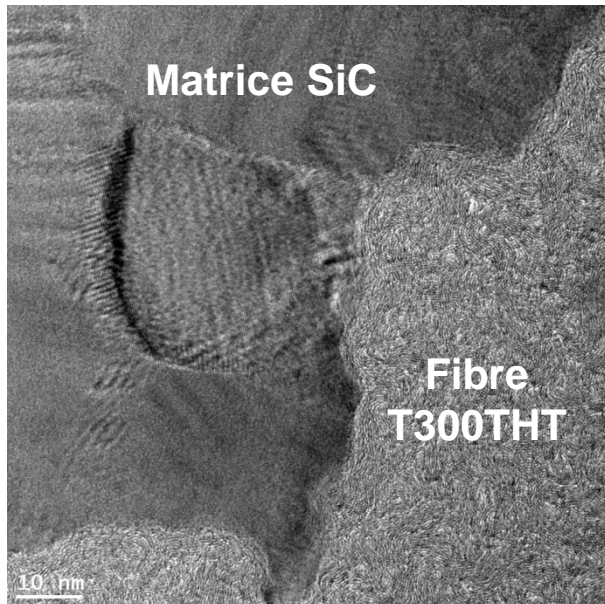


0THT/SiC :



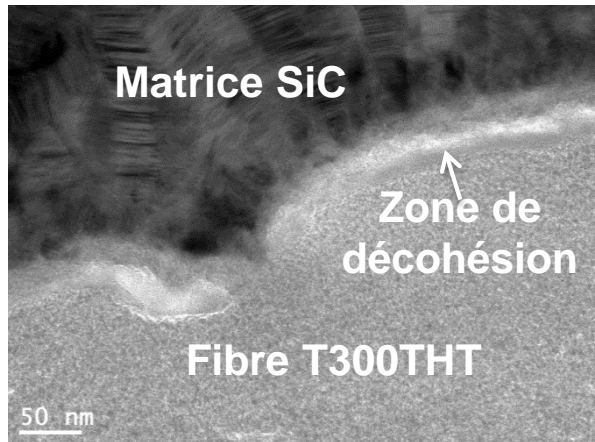
Décohésion entre les fibres T300THT et la matrice SiC :

- ✓ Décohésion nette
- ✓ Phase entre les fibres et la matrice présentant des zones plus ou moins affectées par la décohésion
- ✓ Décohésion induite dans les dix premiers nanomètres de la surface des fibres



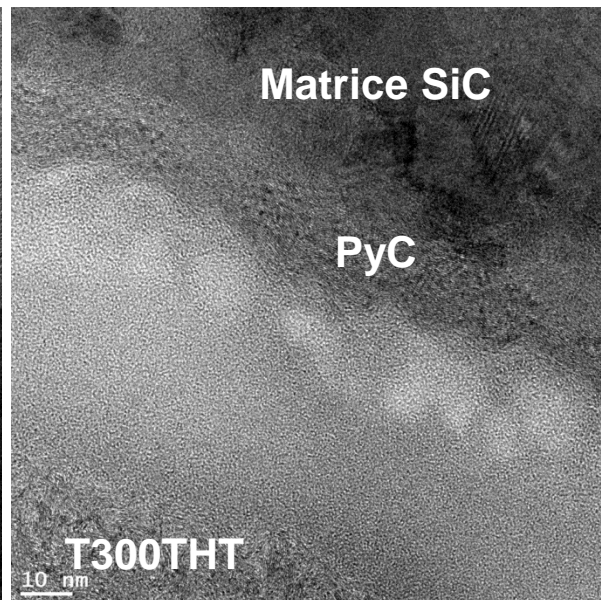
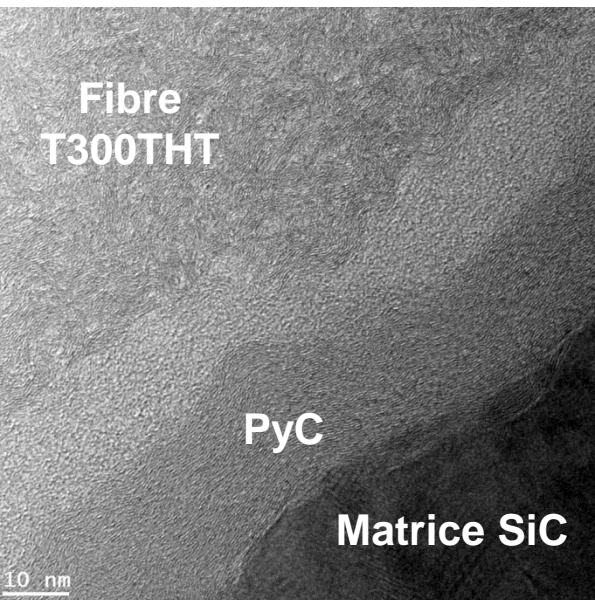
COUPLAGE F/M DES COMPOSITES C/SiC

■ Observations microstructurales du composite T300THT/PyC/SiC :



Traitement des images METHR par des outils basés sur la morphologie mathématique :

- ✓ Quantification de l'organisation microstructurale des interphases carbonés au sein des composites
- ✓ Orientation préférentielle du dépôt de PyC sur les fibres
- ✓ Couplage Fibre/PyC plus faible qui entraîne la décohésion entre les deux composants



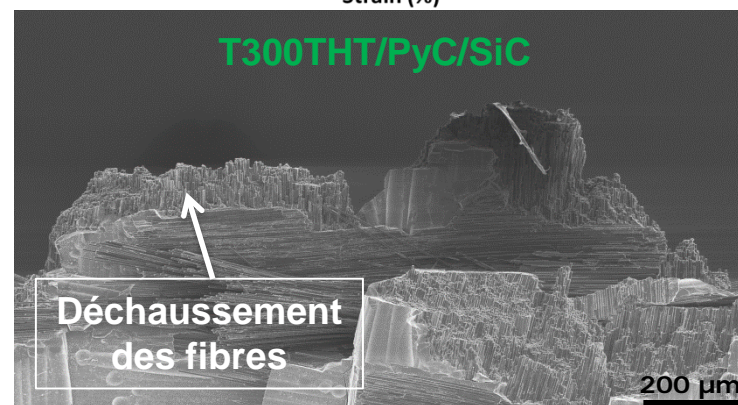
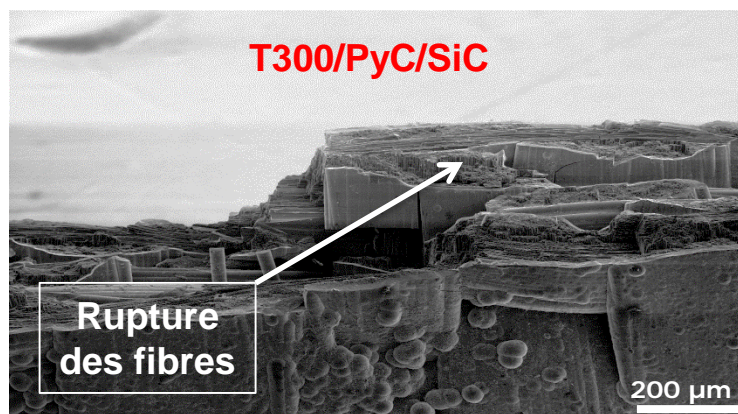
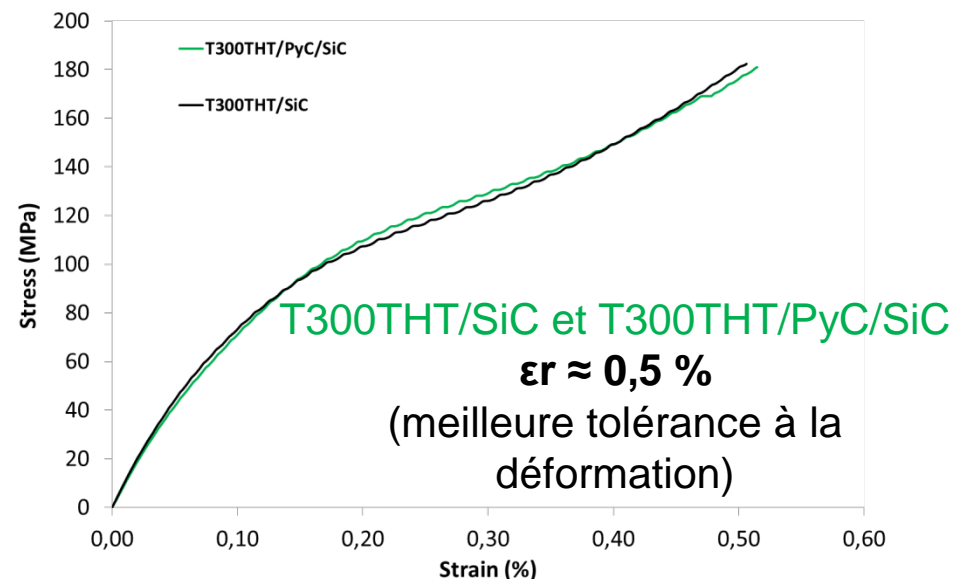
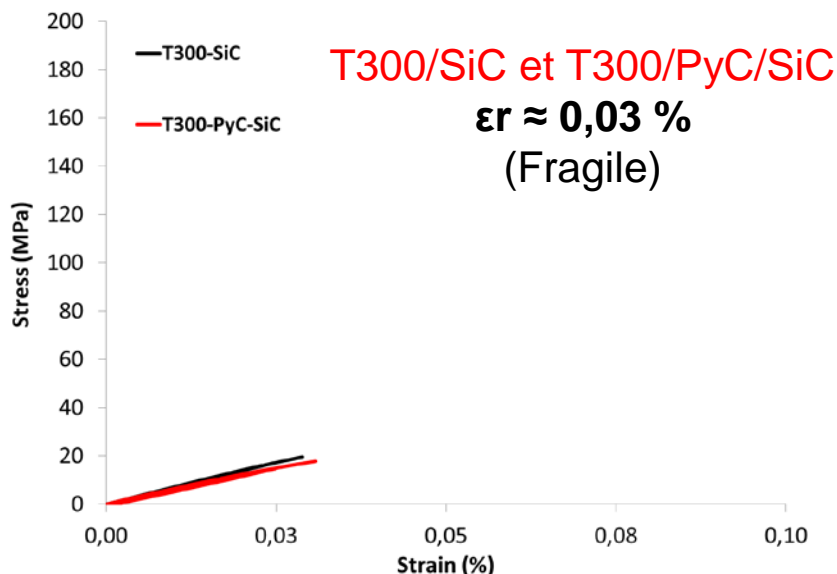
Changement du lieu de la décohésion

Origine : Caractéristiques de surface des fibres

- ↓ Groupements fonctionnels
- ↑ Organisation microstructurale

INFLUENCE DE LA SURFACE DES FIBRES DE CARBONE SUR L'ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES C/SiC

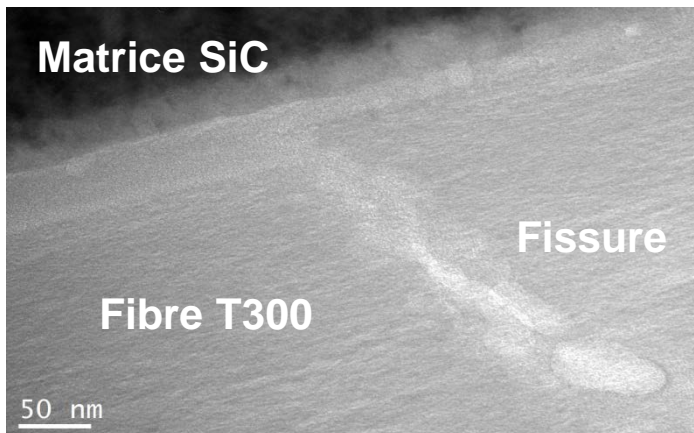
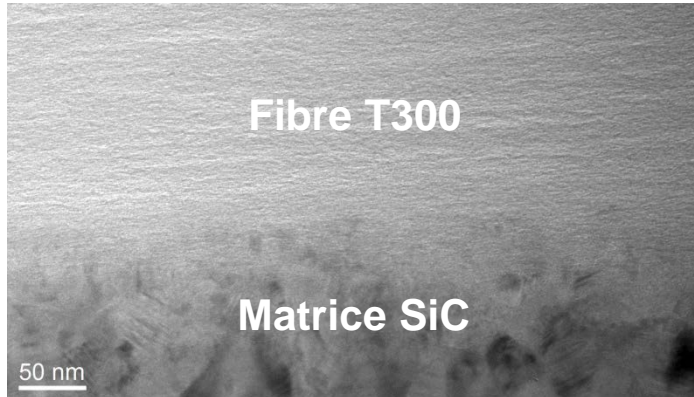
Essais de traction sur les composites C/SiC avec et sans interphase PyC



INFLUENCE DE LA SURFACE DES FIBRES DE CARBONE SUR L'ENDOMMAGEMENT DES COMPOSITES C/SiC

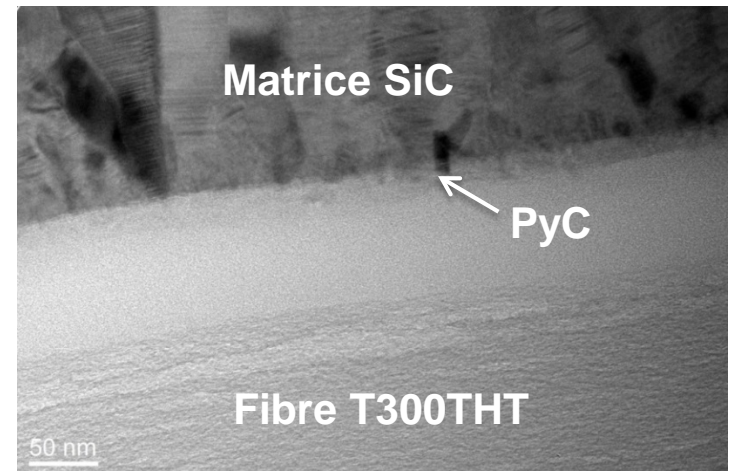
Composites T300/SiC et T300/PyC/SiC après endommagement

- Pas de déviation des fissures
- Propagation des fissures jusqu'aux fibres



Composites T300THT/SiC et T300THT/PyC/SiC après endommagement

- *Régions interfaciales :*
 - Pas de rôle du PyC en tant que déviateur de fissures
 - Décohésions entre le PyC et la surface des fibres ou dans l'extrême surface des fibres
 - Influence du traitement thermique des fibres évident



- **Traitement thermique des fibres T300 :**
 - ***Evolution de la chimie de surface*** : homogénéisation de la composition chimique et diminution des groupements fonctionnels de surface
 - ***Evolution de l'organisation microstructurale de surface*** : réorganisation des plans carbonés, formation de nano-porosités et organisation microstructurale de l'extrême surface plus importante

- **Pas d'influence de la présence d'une interphase de pyrocarbone sur les propriétés mécanique des composites C/SiC**

- **Influence de l'évolution des caractéristiques de surface des fibres après traitement thermique :**
 - Interaction des fibres avec PyC
 - Mécanismes locaux d'endommagement

- **Amélioration du comportement mécanique des composites C/SiC après traitement thermique des fibres**

Merci de votre attention !

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
Centre de Saclay | 91191 Gif-sur-Yvette Cedex
T. +33 (0)1 69 08 11 78 |

Etablissement public à caractère industriel et commercial | RCS Paris B 775 685 019

Direction de l'Energie Nucléaire
Département des Matériaux pour le
Nucléaire
Service de Recherches Métallurgiques
Appliquées