



**HAL**  
open science

## Bien appréhender le comportement mono-filamentaire de fibres céramiques oxydes continues

Juliette Redonnet, Sébastien Joannès, Marie-Hélène Berger

► **To cite this version:**

Juliette Redonnet, Sébastien Joannès, Marie-Hélène Berger. Bien appréhender le comportement mono-filamentaire de fibres céramiques oxydes continues. JNC23 : Journées Nationales sur les Composites 2023, AMAC, UFC, Supmicrotech-ENSMM, CNRS, Jul 2023, Besançon, France. hal-04606763

**HAL Id: hal-04606763**

**<https://hal.science/hal-04606763>**

Submitted on 10 Jun 2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## **Bien appréhender le comportement mono-filamentaire de fibres céramiques oxydes et continues**

### *Getting a good understanding of the monofilament behaviour of continuous oxide ceramic fibres*

**Juliette Redonnet<sup>1,2</sup>, Sébastien Joannès<sup>2</sup>, Marie-Hélène Berger<sup>2</sup>**

1 : Saint-Gobain Research Provence  
550, avenue Alphonse Jauffret  
CS 20224 – F 84306 Cavailon Cedex France  
e-mail : [juliette.redonnet@saint-gobain.com](mailto:juliette.redonnet@saint-gobain.com)

2 : Mines Paris, Université PSL,  
Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633,  
Evry Cedex, BP 87 91003, France  
e-mail : [juliette.redonnet@minesparis.psl.eu](mailto:juliette.redonnet@minesparis.psl.eu),  
[marie-helene.berger@minesparis.psl.eu](mailto:marie-helene.berger@minesparis.psl.eu),  
[sebsatien.joannes@minesparis.psl.eu](mailto:sebsatien.joannes@minesparis.psl.eu)

### **Résumé**

L'essor des composites à matrice céramique (CMC) est intimement lié à la disponibilité de fibres céramiques continues et tissables aux caractéristiques thermomécaniques toujours plus élevées. La présente étude s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre Saint-Gobain Research Provence, le DITF (Deutsche Institute für Textil & Faserforschung) et le Centre des Matériaux des Mines de Paris au sein d'une thèse CIFRE ayant pour objectif le développement de fibres céramiques oxydes continues à travers l'étude des relations entre procédé, microstructure et propriétés thermomécaniques. Caractériser les propriétés mécaniques à l'échelle mono-filamentaire est toujours un défi compte tenu de la dimension très réduite des fibres unitaires, une dizaine de fois plus fines que les cheveux. L'essai de traction sur mono-filament nécessite des évaluations précises des incertitudes liées aux différentes étapes d'un test qui débute dès l'extraction de la fibre dans la mèche jusqu'au stockage des données. De nombreuses questions sont encore en suspens quant à la juste appréhension du comportement mono-filamentaire de fibres céramiques oxydes et continues car les résultats sont sujets à des variations significatives. Parmi les étapes importantes, la préparation de l'échantillon, la mesure dimensionnelle, l'importance de la considération de la complaisance et les données générées seront les points développés.

### **Abstract**

The development of ceramic matrix composites (CMC) highly depends on the availability of continuous and weavable ceramic fibers with increasingly high thermomechanical properties. The present study is part of a collaboration between Saint-Gobain Research Provence, DITF (Deutsche Institute für Textil & Faserforschung) and the Centre des Matériaux / Mines Paris / PSL University within the framework of a PhD subject. The goal is to develop continuous oxide ceramic fibers through the study of the relationship between the process, the microstructure and the thermomechanical properties. The mechanical characterization at the single fiber scale is a challenge due to the very small size of a fiber, ten times thinner than a hair. Single fiber tensile test requires accurate evaluations of the uncertainties associated with the different steps from the fiber extraction from the bundle to the storage of the data. Many questions are still open regarding the good understanding of the monofilament behavior of an oxide and continuous ceramic fiber because of the significant variations between the results. Among the important steps, sample preparation, dimensional measurements, system compliance and the data generated will be developed.

**Mots Clés :** Fibres céramiques, caractérisation mécanique, incertitudes

**Keywords:** ceramic fibers, mechanical characterizations, uncertainties

## 1. Contexte

Les fibres céramiques continues et tissables constituent l'architecture de plusieurs matériaux composites à matrices céramiques (CMC). Le comportement élastique endommageable des CMC combiné aux propriétés réfractaires des céramiques et à leur faible densité font de ces composites les meilleurs candidats pour le remplacement d'alliages métalliques travaillant en conditions extrêmes ; notamment dans les structures aéronautiques ou aérospatiales ainsi que dans les turbines terrestres. Dans ce cas, l'utilisation des CMC permettrait d'atteindre des températures de fonctionnement plus élevées et ainsi d'accroître leur efficacité tout en limitant les émissions de gaz polluants.

Deux types de CMC sont distingués : les non-oxydes (C/C, C/SiC, SiC/SiC) et les oxydes (alumine/alumine, mullite/alumine, ...). Les CMC non-oxydes présentent de bonnes propriétés mécaniques à haute température mais leur durabilité est affectée par leur faible résistance à l'oxydation. Le coût élevé des fibres SiC font de ces CMC non-oxydes des solutions chères qui restent réservées aux parties les plus chaudes des turbines. Pour les températures intermédiaires, les développements portent sur les CMC oxydes (O-CMC), plus adaptés aux environnements oxydants. Le développement de matériaux CMC dépend fortement de la disponibilité de fibres céramiques continues. Aujourd'hui, aucune fibre céramique oxyde tissable n'est produite puis commercialisée sur le sol européen. Le marché est dominé par le leader américain 3M.

Le DITF (Deutsch Institute für Textil and Faserforschung), un centre technique allemand a récemment publié des résultats prometteurs sur une ligne de production à l'échelle pilote pour le développement de fibres alumine [1] et mullite [2]. Afin d'adresser au marché des produits de haute valeur ajoutée et en lien avec ses engagements environnementaux, Saint-Gobain a établi une collaboration avec le DITF pour le développement et la production de fibres céramiques d'alumine continues et tissables sur un pilote continu avec des propriétés mécaniques comparables à celles produites par le leader américain pour le renforcement de matrice oxyde en vue de son industrialisation [3]. Pour appréhender leur comportement mono-filamentaire, l'Ecole des Mines de Paris s'appuie sur une expérience de plus de 40 années dans la caractérisation microstructurale et mécanique de ces objets si spécifiques.

Ainsi, au sein de ce partenariat tripartite, le projet doctoral porte sur le développement de fibres alumine continues et tissables et cela passe par l'étude des liens entre procédé, microstructure et propriétés mécaniques.

## 2. Problématique

Les fibres céramiques oxydes et continues sont destinées au renforcement de pièces structurales critiques et sont responsables de la résistance mécanique du composite. Déterminer leur performance est primordiale afin de pouvoir évaluer celle du composite. Pour cela, il est nécessaire de revenir à l'échelle mono-filamentaire. La caractérisation des propriétés mécaniques de fibres céramiques sont déterminées par des tests de traction mono-filamentaire. Toutefois, réaliser un test de traction sur un filament fragile et dix fois plus fin qu'un cheveu n'est pas simple. Bien que les tests mono-filamentaires existent depuis plusieurs décennies, leur mise en œuvre reste un véritable challenge, notamment pour des fibres aussi fines et fragiles. De nombreuses incertitudes sont à prendre en considération afin de pouvoir correctement appréhender le comportement mécanique de ces petits objets. En effet, l'état de l'art a montré que sous certaines conditions, les propriétés mécaniques de fibres caractérisées par différents auteurs donnent lieu à des variations significatives [4]. En général, les auteurs ne font pas de commentaires sur les incertitudes liées à leurs mesures et il est certain que ces incertitudes sont d'autant plus grandes que la taille des échantillons testés est faible. La plupart du temps, aucun détail n'est donné dans les publications, ce qui rend les comparaisons quantitatives compliquées. Aux incertitudes expérimentales (équipement et quantité des échantillons) s'ajoute la

statistique de rupture des fibres céramiques. En effet, il n'est pas approprié de décrire la résistance à la rupture des fibres par une valeur moyenne, car d'une part, elle présente une dispersion considérable et d'autre part, la résistance moyenne diminue avec la longueur de la fibre considérée. Ainsi, la distribution à rupture est généralement exprimée par des statistiques de rupture, comme sous la forme d'une loi de Weibull.

Ainsi, la caractérisation de ces objets de 10  $\mu\text{m}$  de diamètre nécessite une approche pointilleuse. Plusieurs questions spécifiques sont à se poser afin de pouvoir correctement appréhender le comportement mécanique de fibres céramiques.

Quels sont les moyens et techniques utilisés ? Comment préparer correctement un échantillon mono-filamentaire ? Comment améliorer les mesures dimensionnelles ? Comment distinguer la part de variabilité qui provient du matériau et celle inhérente aux incertitudes de l'expérience elle-même ? Comment fiabiliser la mesure de la rigidité longitudinale (pied de courbe, complaisance du système, ...) ? Quelle taille d'échantillon faut-il considérer pour diminuer les incertitudes sur les distributions des propriétés à rupture ? Il convient également de se questionner sur la représentativité des tests réalisés et la mise en œuvre d'une inférence bayésienne pour tenir compte, autant que possible, des nombreuses observations accessibles lors des essais.

Ce document vise à répondre à une partie de ces interrogations mais également à prendre un peu de hauteur afin d'avoir une vue globale des différents défis qui restent posés pour la caractérisation mono-filamentaire.

### **3. Appréhender le comportement mécanique mono-filamentaire**

Du fait de leur taille, du diamètre de leur section transversale, des variations morphologiques et du caractère aléatoire de l'échantillonnage, la caractérisation des fibres nécessite un protocole adapté. Un test de traction mono-filamentaire débute par exemple dès l'extraction des fibres dans la mèche. En effet, les tests mono-filamentaires impliquent des étapes de préparation manuelles particulièrement délicates. L'influence de l'opérateur durant la préparation de l'échantillon est également à considérer. Encore de trop nombreuses études se concentrent sur l'analyse des résultats de traction sans évoquer les nombreux biais introduits lors de la préparation. Le schéma suivant (Fig. 1.) répertorie l'ensemble des étapes à prendre en considération tout au long d'un test de traction sur mono-filament sur tout type de fibres pour la génération des données expérimentales. Parmi tous les points abordés sur ce schéma, quatre aspects importants sont développés ci-après : la préparation de l'échantillon, la mesure de la section transversale des fibres, la complaisance de la machine utilisée et le stockage des données d'un test de traction mono-filamentaire.

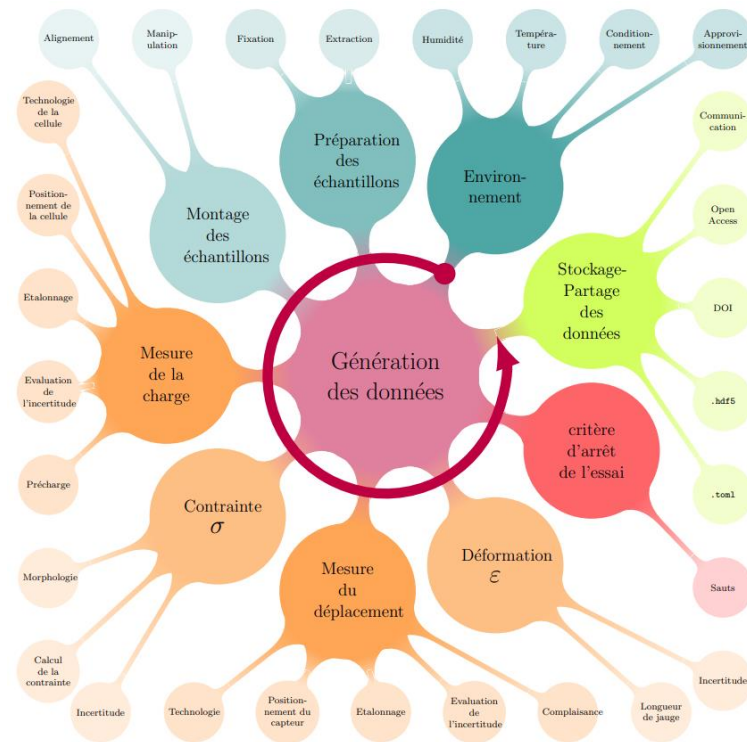


Fig. 1. Les nombreuses étapes d'un test de traction mono-filamentaire.

### 3.1 Préparation de l'échantillon

Les fibres céramiques étudiées sont produites par mèches contenant entre 400 et 600 fibres. Afin de pouvoir déterminer avec précision leurs propriétés mécaniques, il faudrait tester l'intégralité des fibres de la mèche à différentes longueurs de jauge. Comme cela n'est guère envisageable, recourir à un échantillonnage est nécessaire. Celui-ci est entièrement aléatoire et des questions se posent quant à la représentativité de l'échantillon choisi. Cet échantillonnage est en effet source majeure de variabilité d'autant plus que les fibres céramiques sont sensibles aux défauts critiques initiant la rupture, eux aussi répartis de façon aléatoire au sein des fibres. Une taille insuffisante d'échantillons peut donner lieu à des biais d'interprétation. Ainsi, l'incertitude sur la probabilité de rupture est intimement liée à la taille de l'échantillon testé [5].

Au caractère aléatoire de l'échantillonnage s'ajoute l'extraction de la fibre sélectionnée dans la mèche. La prise en considération de l'effet de pré-sélection est capitale. A l'image du jeu du Mikado, l'opérateur va « privilégier » certaines fibres, a priori plus faciles à extraire. Parmi ces fibres, certaines vont casser avant même de pouvoir être préparées, ce qui introduit un biais [6]. D'autres fibres vont casser pendant la préparation et ces informations sont aussi importantes que les résultats issus des tests de traction instrumentés. La fibre cassée ne sera pas testée. Ainsi, l'échantillonnage ne sera pas représentatif de la population des fibres. Le nombre de fibres cassées pendant l'extraction doit ainsi être soigneusement comptabilisé afin de considérer l'effet de pré-sélection par une approche bayésienne. Cela consiste à utiliser toutes les informations à notre disposition pour établir les probabilités souhaitées. En particulier, la probabilité à rupture d'une fibre est en réalité la probabilité que la fibre se rompe durant l'essai de traction, étant donné que la fibre a survécu à l'extraction [5][6].

Après extraction de la fibre sélectionnée, celle-ci doit être le plus alignée possible dans la direction de la charge ; tout désalignement (malgré tout inévitable) de l'échantillon entraîne notamment des incertitudes sur la longueur de jauge [7]. L'alignement de la fibre dépend majoritairement de l'action de l'opérateur mais également du système lui-même. Les fibres doivent être manipulées « au

minimum » au risque de les casser. Pour pallier ces problèmes, Dia-Stron, une entreprise anglaise spécialisée dans les méthodes de caractérisations pour cheveux et fibres techniques, propose une solution permettant d'aligner et manipuler le moins possible les fibres (Fig. 2.). La fibre est collée à ses extrémités sur deux supports en plastique par une colle UV ; les supports étant eux-mêmes maintenus alignés dans une « cassette ». Sur chaque support, une rainure permet d'accueillir la fibre pour l'aligner correctement. Différentes longueurs de jauge peuvent être choisies (4, 12, 20 et 30 mm) selon les applications recherchées. Chaque échantillon est alors déposé entre les mors du test de traction par un bras pneumatique évitant toute manipulation de la fibre, risquant de la casser.



*Fig. 2. Equipement Dia-Stron LDS-LEX du Centre des Matériaux.  
Sur l'image de droite, de gauche à droite : cellule de charge et mors du test de traction,  
bras pneumatique, « cassette » de préparation et stockage des échantillons mono-filamentaire*

### 3.2 Morphologie

L'étude des propriétés mécaniques en traction des fibres requiert une mesure précise de leur section transverse. Dû à la forte dépendance des propriétés en traction aux dimensions transverses des fibres, une erreur sur la mesure du diamètre apparent est augmentée par un facteur au carré sur l'aire de la section et ainsi sur les résistances en traction ou module de Young. Cette mesure est donc essentielle pour une détermination fidèle des propriétés en traction. Trois niveaux de précision ont été déterminés. Une première méthode permet de calculer une valeur moyenne des valeurs de diamètre des fibres dans une mèche dans un intervalle de confiance à 95%, une deuxième avec une mesure systématique du diamètre de la fibre testée, toujours entachée d'incertitudes, puis enfin une dernière permettant de mesurer le diamètre de la section de rupture et prenant ainsi en considération les variations morphologiques le long de la fibre. Ces niveaux sont certes de plus en plus précis mais de plus en plus difficiles à mettre en place.

La première méthode a été appliquée aux fibres céramiques étudiées. Elle consiste à analyser la section d'une mèche de fibres afin de déterminer par analyse d'images leur section. Ainsi, des mèches de fibre ont été enrobées puis coupées et polies. Un protocole de polissage a été défini. Les enrobages ont été observés au MEB afin d'acquérir des images de la section des fibres. A partir de celles-ci, un code Matlab a été développé permettant d'approximer le contour de la section transverse des fibres par des cercles grâce à la transformée de Hough (Fig. 3.). Dans un premier temps, nous avons fait l'hypothèse que la section des fibres étaient des disques parfaits ; les sections sont pour la plupart des fibres circulaires. Ce programme permet ainsi de calculer l'intégralité des rayons de chacune des fibres de la mèche. A partir de cette étude, une valeur moyenne avec un intervalle de confiance de 95% a été déterminé.

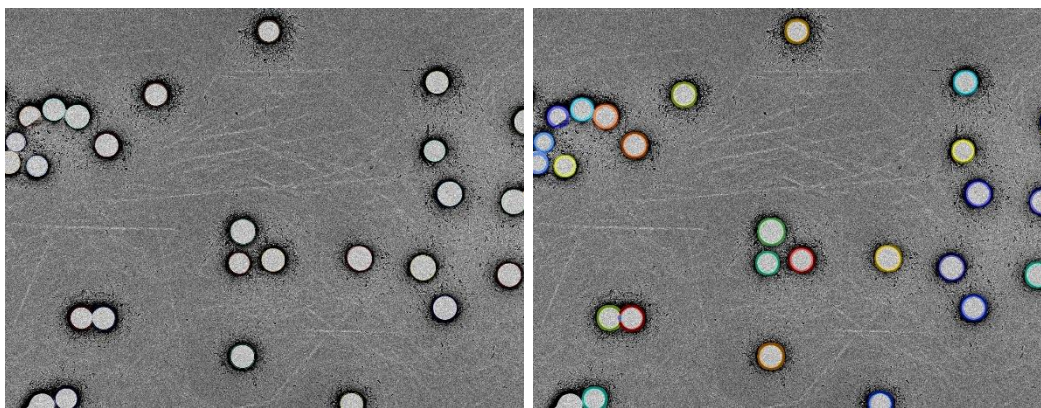


Fig. 3. A gauche : Image MEB initiale de la section des fibres. A droite : Approximation des fibres par des cercles, code de Franck Nguyen (CR au Centre des Matériaux) permettant de mesurer le diamètre de chaque fibre

Bien que relativement faible, la dispersion des valeurs obtenues se répercutera au carré pour le calcul des sections et augmentera donc d'autant les incertitudes dans le calcul des résistances en traction. Avoir la possibilité d'évaluer les sections unitaires des fibres testées de manière systématique reste un véritable défi pour réduire au maximum ces incertitudes.

### 3.3 Complaisance et mesure des déformations

La déformation longitudinale lors d'un essai de traction sur fibre unitaire est généralement obtenue par la mesure du déplacement de la traverse de la machine d'essai (Fig. 2.). Si les corrections de complaisance permettent à priori de remonter à l'allongement effectif de la fibre, bien des interrogations subsistent. En effet, les méthodes pour établir la complaisance du système intègrent de grandes sources d'incertitudes qui ne sont à ce jour, peu ou pas évaluées. Par exemple, lorsque nous nous intéressons à des variations de raideur de quelques pour cent, le doute n'est pas permis quant à la (non-)linéarité de la complaisance sur la plage de sollicitation. Par ailleurs, pour de faibles longueurs de jauge, la fixation de la fibre joue un rôle non négligeable sur la mise en charge et bien des techniques n'en tiennent pas compte.

L'objectif à l'échelle mono-filamentaire est bien de « séparer la part des variabilités provenant de la matière, des incertitudes inhérentes aux moyens techniques mis en œuvre » [5].

Parmi les techniques d'évaluation de la complaisance, celle reposant sur des mesures à différentes longueurs de jauge permet de correctement prendre en considération toutes les contributions d'allongement. Néanmoins, en se basant sur de tels tests, les incertitudes évoquées plus haut se propagent également à la complaisance. Il est évident que cette approche présente des limites qu'il n'est possible de dépasser qu'en proposant d'évaluer différemment l'allongement.

En particulier, les mesures locales (sur les fibres) semblent être la meilleure alternative mais avec une difficulté certaine de mise en œuvre. Le projet doctoral visera à évaluer la possibilité d'une mesure locale des déformations en se basant sur un dispositif optique développé dans le cadre d'une précédente étude et permettant de « suivre » un défaut spécifique pendant le test de traction.

### 3.4 Le pouvoir des données à l'échelle des renforts

Le déploiement de méthodes de caractérisation mécanique spécifiques à des objets de 10  $\mu\text{m}$  de diamètre, de techniques d'observations et des outils numériques permet d'appréhender finement les performances sur mono-filament. Toutefois, cela multiplie les données acquises et de nombreux

fichiers accompagnent un test de traction mono-filamentaire : fichier temps-charge-allongement, des images, des paramètres morphologiques ou dimensionnels, ainsi que des commentaires et méta-données permettant de garder une trace des conditions de réalisation des essais. Toutes ces données sont la plupart du temps stockées et archivées dans des espaces séparés et éventuellement sur des supports différents. Dans ce contexte, les plans de gestion des données offrent un cadre de travail plus propice pour générer des données FAIR. Les principes FAIR (Findable, Accessible, Interoperable, Reusable) s'attachent notamment à décrire comment les données produites doivent être organisées pour être facilement accessibles, comprises, échangeables et réutilisables. Il s'agit là d'un cadre et de principes mais bien des étapes subsistent pour intégrer plus efficacement les nombreuses données produites. Dans le cadre de cette étude, les fichiers historiques, destinés à être stockés, sont remis en cause pour gagner en efficacité en s'orientant vers des conteneurs de fichiers de type HDF (Hierarchical Data Format). HDF est supporté par de très nombreux langages et permet de structurer des fichiers contenant de très grandes quantités de données. Au-delà des conteneurs HDF, tous les paramètres associés et méta-données sont enregistrés sous la forme d'un fichier TOML. Ce format bénéficie d'une sémantique évidente qui se veut minimale et qui est parfaitement compatible avec les équipements (enregistrement des configurations). Enfin, pour faciliter les étapes de post-traitement, notamment de premier niveau, des Jupyter Notebooks sont implémentés en profitant des cellules en langage Markdown/Latex pour les explications couplées au code (Python, Matlab ou autre). Ces fichiers, associés au plan de gestion des données, offrent une réelle avancée pour pérenniser les données. Néanmoins, le travail qu'il reste à mener n'est pas tant dans la structuration et l'organisation des données que dans la constitution de bonnes pratiques à partager et surtout à mettre en œuvre.

La qualité des données produites dépend notamment de leur complétude et leur manipulation est tout aussi délicate que les fibres céramiques objet de cette étude !

#### **4. Conclusion**

Explorer le monde des fibres nécessite des moyens expérimentaux toujours plus poussés. Le comportement des fibres peut aujourd'hui être appréhendé aux échelles les plus fines grâce à de nouveaux outils et différentes techniques d'observations performantes. Cependant, la mise en place d'un test de traction sur mono-filament reste un défi et de nombreuses incertitudes sont à prendre en considération afin de correctement appréhender le comportement de ces filaments céramiques fragiles et fins. Un test de traction comporte de nombreuses étapes et commence dès l'extraction de la fibre lors de la préparation de l'échantillon. Plusieurs paramètres peuvent déjà être des facteurs de variabilité comme l'échantillonnage, la pré-sélection, l'alignement ou la manipulation de la fibre. Des outils comme la machine de traction développée par Dia-Stron permettent de limiter ces facteurs en proposant des solutions d'alignement et de transport sécurisé des fibres. Les propriétés mécaniques en traction sont fortement dépendantes des dimensions transverses des fibres. Toutefois, une dispersion dans les valeurs des diamètres des fibres a été observée. Pour avoir des résultats plus précis, il est nécessaire d'évaluer les sections unitaires des fibres de façon systématique. La complaisance du système utilisé est également un paramètre à prendre en considération pour des résultats plus précis afin de remonter à l'allongement effectif de la fibre. Cependant, cette mesure n'est pas si simple et de futurs travaux viseront à mesurer localement les déformations grâce à un dispositif optique. Enfin, la qualité des données produites est le véritable enjeu et la génération des données ne s'arrête pas aux fichiers produits. Il faut structurer ces très nombreuses données pour garantir leur utilisation future et leur partage.



## Remerciements

Ce travail n'aurait pas été possible sans la collaboration instituée entre Saint-Gobain Research Provence, le DITF et l'Ecole des Mines de Paris. Les auteurs souhaitent en particulier remercier les collègues de ces institutions impliqués dans le programme pour le soutien apporté.

## Références

- [1] Pfeifer, S., Demirci, P., Duran, R., Stolpmann, H., Renfflen, A., Nemrava, S., Niewa, R., Clauß, B., & Buchmeiser, M. R. (2016). Synthesis of zirconia toughened alumina (ZTA) fibers for high performance materials. *Journal of the European Ceramic Society*, 36(3), 725-731. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2015.10.028](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.10.028)
- [2] Reinders, L., Pfeifer, S., Kröner, S., Stolpmann, H., Renfflen, A., Greiler, L. C., Clauß, B., & Buchmeiser, M. R. (2020). Development of mullite fibers and novel zirconia-toughened mullite fibers for high temperature applications. *Journal of the European Ceramic Society*, S0955221920310177. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2020.12.048](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.12.048)
- [3] INDA. (2022, janvier 11). European cooperation for the production of oxide ceramic fibers. <https://www.inda.org/european-cooperation-for-the-production-of-oxide-ceramic-fibers/>
- [4] Joannès, S., Islam, F., Laiarinandrasana, L., Uncertainty in fibre strength characterization due to uncertainty in measurement and sampling randomness. *Applied Composite Materials* (2020), 27:165-184, <https://doi.org/10.1007/s10443-020-09803-9>
- [5] Joannès, S. Comportement et durabilité des composites à renforts fibreux et matrices organiques : Mieux comprendre pour mieux prédire. *Mécanique des matériaux* [physics.class-ph]. Université de Poitiers, 2022. tel-03726556
- [6] Berger, M.H., Jeulin, D., Statistical analysis of the failure stresses of ceramic fibres: Dependence of the Weibull parameters on the gauge length, diameter variation and fluctuation of defect density. *J. Mater. Sci.* 38 (2003) 2913-2923.
- [7] Islam F., Joannès J., Laiarinandrasana L., Evaluation of critical parameters in tensile strength measurement of single fibers. *J. Compos. Sci.* 2019, 3, 69; doi:10.3390/jcs3030069