



HAL
open science

Rupture différée en fatigue statique aux très hautes températures (800° - 1300°) des fils Hi-Nicalon, des composites Hi-Nicalon/Type PyC/SiC et des composites Hi-Nicalon/Type PyC/B4C

Adrien Laforêt

► **To cite this version:**

Adrien Laforêt. Rupture différée en fatigue statique aux très hautes températures (800° - 1300°) des fils Hi-Nicalon, des composites Hi-Nicalon/Type PyC/SiC et des composites Hi-Nicalon/Type PyC/B4C. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Bordeaux 1, 2009. Français. NNT: . tel-03616447

HAL Id: tel-03616447

<https://hal.science/tel-03616447>

Submitted on 22 Mar 2022

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.

N° d'ordre : 3783

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE BORDEAUX 1

ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES DE L'INGENIEUR

Par **Adrien LAFORET**

Ingénieur E.N.S.I.A.C.E.T.

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

Spécialité : mécanique

Rupture différée en fatigue statique aux très hautes
Températures (800°C – 1300°C) des fils Hi-Nicalon, des
Composites Hi-Nicalon/type PyC/SiC et des composites
Hi-Nicalon/type PyC/B₄C

Soutenue le 1^{er} avril 2009

Après avis de : M. A. CHATEAUMINOIS
M. P. COLOMBAN

Devant la commission d'examen formée de :

Mme M.C. LAFARIE, Professeur à ENSMA Poitiers	Examineur
Mme S. LOISON, Ingénieur à Snecma Propulsion Solide	Examineur
M. A. CHATEAUMINOIS, Chargé de Recherche au CNRS	Rapporteur
M. P. COLOMBAN, Directeur de Recherche au CNRS	Rapporteur
M. G. FANTOZZI, Professeur à l'INSA de Lyon	Examineur
M. P. LADEVEZE, Professeur à l'ENS Cachan	Examineur
M. J. LAMON, Directeur de Recherche au CNRS	Directeur de Thèse
M. E. MARTIN, Professeur à l'Université de Bordeaux	Examineur
M. B. VIGUIER, Professeur à l'ENSIACET	Invité

2009

Remerciements

Je remercie le CNRS, la région Aquitaine et l'université Bordeaux 1 pour leur soutien financier, Snecma Propulsion Solide et le Commissariat à l'Énergie Atomique pour leur partenariat.

Je remercie M. Alain Guette et M. Francis Teyssandier, directeurs successifs du Laboratoire des Composites Thermostructuraux pour leur accueil au sein d'une unité de recherche remarquable tant au point de vue scientifique et humain.

Je tiens à remercier particulièrement M. Jacques Lamon, mon directeur de thèse et directeur de recherche au CNRS : en me faisant confiance et en m'apportant son savoir scientifique, j'ai pu mettre en valeur mes compétences. En me laissant une grande liberté d'action, j'ai pu développer de nouveaux savoir-faire comme la planification d'un projet, le développement de moyens d'essais et la réflexion scientifique. Grâce à ses conseils, j'ai pu m'améliorer dans mes prestations écrites et orales.

Mes remerciements vont également à M. Philippe Colomban et M. Antoine Chateauminois pour m'avoir fait l'honneur de juger ce travail.

Merci aussi à M^{me}. Sylvie Loison, M^{me}. Marie Christine Lafarie, M. Antoine Chateauminois, M. Philippe Colomban, M. Gilbert Fantozzi, M. Pierre Ladevèze, M. Jacques Lamon et M. Eric Martin d'avoir examiné ce travail et d'avoir participé au jury, merci également à M. Bernard Viguière d'avoir accepté mon invitation à ma soutenance de thèse.

Je remercie aussi M. Michel Cataldi et M^{me} Gaëlle Fayolle, ingénieurs de recherche à Snecma Propulsion Solide, pour leur suivi de ce travail et leurs conseils pertinents. Grâce à eux, j'ai pu comprendre les enjeux industriels liés à ce travail de recherche.

Merci également à Bruno Humez, François Mollet, Vincent Couroneau, Muriel Alrivie, Patrick Weisbecker, Thierry Malard et Fabien Larribau-Lavigne pour leur aide technique très précieuse.

Merci à Antoine Tabeau, élève ingénieur de l'ENSCP, pour son travail important présenté en partie dans ce mémoire.

Merci à Patrick Thizon, Gilles Hostein, Josette Forget, Florence Croizer et Christian Duhau pour leur aptitude à rendre simple les procédures administratives.

Merci à tous ceux qui m'ont permis de passer trois ans de thèse trop rapides à Bordeaux : je pense aux membres de l'ADoC (Catel, Rémy, Manu, Stef...), aux permanents (Stéphane, Hervé, Vincent, Thierry...), doctorants (Florian, Sophie, Christianne, Alixe, Guillaume, Olivier, Pierre, Adrien...) et stagiaires du LCTS.

Un clin d'œil aussi aux irréductibles copains d'école (ils se reconnaîtront) qui venaient passer des week-ends à Bordeaux et qui ont rendu certains moments inoubliables.

Et enfin : un merci à toute ma famille et Christelle pour avoir supporté mon mauvais caractère lors de la rédaction.

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE..... 2

1. Présentation des CMC.....	3
a. Définition et historique	3
b. Procédé d'élaboration et microstructure	5
i. Les renforts en carbure de silicium.....	5
ii. L'interface/interphase	8
iii. La matrice	8
2. Comportement mécanique à température ambiante, relation microstructure-propriétés	10
a. Mécanismes d'endommagement dans les CMC, loi de comportement en traction [Lamon2005]	10
b. La rupture ultime	13
c. Ténacité des CMCs	16
d. Effet des interfaces	18
e. Exemple de modèle d'endommagement de composites [Lissart1997, Pailler2005]	20
3. La tenue à haute température : effets de l'environnement	23
a. La fissuration sous-critique	24
i. Verres et céramiques monolithiques.....	24
ii. Méthodes indirectes de mesure de la vitesse de fissuration	27
iii. Exemple de modélisation de la durée de vie en fatigue statique à haute température : modèle sur monofilaments et fils.....	29
b. Oxydation.....	32
i. Oxydation du SiC.....	32
ii. Oxydation des fibres SiC (cas des fibres Hi-Nicalon).....	34
iii. Oxydation du B ₄ C.....	36
iv. Oxydation du SiC en présence de B ₂ O ₃	37
v. Influence de l'oxydation sur le comportement mécanique des CMCs	41
c. Le fluage.....	42
i. Mécanismes.....	42
ii. Durée de vie en fluage.....	49
iii. Exemple de modélisation du phénomène de fluage sous atmosphère neutre de composites SiC/SiC unidirectionnels [Rugg1999].	50

CHAPITRE II : ETUDE DES FILS HI-NICALON56

1. Essais, procédure expérimentale	57
a. Traction monotone à température ambiante.....	57
b. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	59
c. Comportement en traction résiduelle	63
2. Caractérisation	64
a. Etude de la fractographie au MEB	64
b. Etude de la surface des fibres après essai de fatigue statique au MEB	64
3. Résultats et discussion.....	64
a. Caractérisation d'un fil Hi-Nicalon en traction monotone à température ambiante	64
i. Détermination des caractéristiques mécaniques et statistiques.....	64
ii. Etude fractographique.....	67
b. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	69
i. Courbes d'endurance à 900°C, 1000°C, 1200°C en mors chauds (température uniforme).....	69
ii. Essais de fatigue statique sous air à 1000°C en mors froids (gradient de température)	72
iii. Mesure de la déformation à 1200°C.....	73
c. Traction résiduelle après maintien en température à 500°C, 800°C, 900°C et 1000°C	74
d. Caractérisation des échantillons au microscope électronique à balayage après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	78
i. Etude fractographique après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C.	78
ii. Observation de la surface des fibres après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C	79

CHAPITRE III : MODELISATION DE LA DUREE DE VIE EN FATIGUE STATIQUE SOUS AIR DES FILS HI-NICALON.....83

1. Modèle de fissuration lente: valeurs des constantes et des paramètres.....	84
2. Effets de la couche d'oxyde	85
a. Modèle de fissuration lente ralenti par formation d'oxyde.....	85
b. Effet de l'oxydation, réduction de diamètre de la fibre Hi-Nicalon.	90
c. Modèle de fissuration lente ralenti avec prise en compte des interactions.....	94
d. Prise en compte de tous les effets	95
3. Etude de la variabilité.....	97
a. Dispersion statistique de $\sigma_f(\alpha_c)$ mesurée en traction monotone	97
b. Dispersion statistique de la durée de vie des fils à 500°C.....	100
i. Test de Student sur les durées de vie	100
ii. Distribution statistique des durées de vie des fils	102

CHAPITRE IV : ETUDE DES MINICOMPOSITES HI-NICALON/TYPE PYC/SiC..... 109

1. Etude préliminaire, morphologie	110
2. Essais, procédure expérimentale	112
a. Traction monotone à température ambiante.....	112
b. Traction cyclée de charge-décharge à température ambiante.....	112
c. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	113
3. Caractérisation	114
a. Analyse EDX.....	114
b. Microscopie électronique à balayage	114
c. Analyse Auger	114
4. Résultats et discussion.....	115
a. Essais de traction à température ambiante	115
i. Essais de traction monotone	115
ii. Essais de traction cyclée charge-décharge à température ambiante.....	116
iii. Caractéristiques mécaniques déterminées par les essais de traction	119
b. Durée de vie en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C	119
i. Durées de vie moyennes à 900°C, 1000°C et 1200°C	119
ii. Application de la loi expérimentale de W. Gauthier.....	122
c. Etude fractographique en analyse EDX.....	124
d. Etude fractographique en microscopie électronique à balayage	125
e. Etude fractographique en analyse Auger.....	130
i. Analyse Auger d'un faciès miroir (850°C, 695 MPa, 0,7 h)	130
ii. Analyse Auger d'un faciès de fissuration sous-critique (880°C, 814 MPa, 0,8h)	132
f. Mesure des déformations à 1200°C et 1300°C.....	135
5. Modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC	139
a. Application du modèle de fissuration sous-critique des fils Hi-Nicalon de W. Gauthier	139
a. Prise en compte du ralentissement du phénomène de fissuration lente par la présence de matrice SiC. 141	
b. Prise en compte du ralentissement du phénomène de fissuration lente par la présence de matrice et par la formation d'oxyde protecteur.	144
c. Notions de durées de vie minimale et maximale.....	144
i. Matrice non efficace : durée de vie minimale	144
ii. Matrice efficace : durée de vie moyenne	145
iii. Matrice efficace et formation de silice protectrice : durée de vie maximale.....	146

CHAPITRE V : ETUDE DES MINICOMPOSITES HI-NICALON/TYPE PYC/B₄C 152

1. Etude préliminaire, morphologie	153
2. Essais, procédure expérimentale	154
a. Traction monotone à température ambiante.....	154
b. Traction cyclée de charge-décharge à température ambiante.....	154
c. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	155
3. Caractérisation en microscopie électronique à balayage	155
4. Résultats et discussion.....	155
a. Essais de traction à température ambiante.....	155
i. Essais de traction monotone	155
ii. Essais de traction cyclée charge-décharge à température ambiante.....	158
iii. Caractéristiques mécaniques déterminées lors des essais de traction	159
b. Durée de vie en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C	160
i. Durées de vie moyennes et calcul d'incertitude à 900°C, 1000°C et 1200°C	160
ii. Application de la loi expérimentale de W. Gauthier à 900°C	161
c. Etude fractographique en microscopie électronique à balayage	162
d. Mesures des déformations à 900°C, 1000°C et 1200°C	169
5. Modélisation de la durée de vie en fatigue sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C	174
a. Mécanismes de rupture à 900°C, 1000°C, 1200°C	174
i. Fissuration sous-critique ralentie à 900°C	174
ii. Oxydation rapide de la matrice B ₄ C et oxydation accélérée des fibres à 1000°C.....	175
iii. Oxydation rapide de la matrice B ₄ C, oxydation accélérée des fibres et fluage des fibres à 1200°C .	176
b. Application d'un modèle de fissuration sous-critique ralenti à 900°C.....	176
c. Application d'un modèle de réduction de diamètre des fibres à 1000°C	177
d. Application d'un modèle de réduction de diamètre des fibres à 1200°C	182

Introduction générale

Les composites à matrice céramique (CMC's) sont constitués d'une matrice céramique renforcée par des fibres céramiques ou des fibres de carbone. La liaison entre les différents matériaux est assurée par une interphase constituée généralement de carbone et/ou de nitrure de bore dans les composites non oxydes. Pris séparément, les matériaux constitutifs des CMC's sont fragiles mais leur association permet d'obtenir des matériaux composites déformables et tenaces.

Les CMC's sont des matériaux à haute valeur technologique dont les applications sont actuellement nucléaires et spatiales (tuyères, divergents, chambres de combustion...) [Christin2001]. Pour être introduits dans le domaine civil, la durée de vie de ces matériaux doit être très élevée (supérieure au millier d'heures) dans un large domaine de température. L'enjeu est donc de maîtriser la durée de vie des CMCs.

Les principaux mécanismes responsables de la dégradation de ces matériaux à haute température sont connus :

- La fissuration sous-critique (dès 500°C) : les composites rompent en fatigue statique en dessous de leur contrainte de rupture à cause de la propagation lente de fissures. Ce phénomène est activé par l'oxydation [Gauthier2007] [Forio, Lavaire, Lamon JACS2004].
- L'oxydation : les matériaux rompent à cause de l'oxydation de la matrice mais surtout des fibres [Lamouroux2001].
- Le fluage (dès 1200°C) : les matériaux constitutifs des CMC's se déforment de façon catastrophique à cause de phénomènes microstructuraux [Bodet1995] [Sauder JACS2007] [Chollon1995].

Le phénomène de fissuration sous-critique a été mis en évidence et modélisé entre 500°C et 800°C [Gauthier2007] [Forio, Lavaire, Lamon JACS2004] mais l'étude de ce mécanisme n'a pas été réalisée aux températures supérieures.

Le mécanisme de fluage est connu mais la prépondérance de ce phénomène dans la rupture différée des CMC's n'a pas été confirmée.

L'oxydation des différents constituants est maîtrisée aux températures inférieures ou égales à 800°C : des matériaux qui s'oxydent à basse température et dont l'oxyde formé est visqueux permettent de boucher les fissures matricielles et limitent l'accès de l'oxygène aux fibres. Malheureusement, malgré les progrès effectués dans la fabrication des CMC's, des ruptures différées ou des ruptures catastrophiques sont observées lors d'essais de fatigue sous air aux températures supérieures à 800°C.

Ces travaux de thèse ont donc pour but de comprendre les mécanismes conduisant à la rupture différée des CMC's aux très hautes températures (900°C-1300°C). Lorsque les mécanismes conduisant à la rupture sont identifiés et hiérarchisés, une modélisation de la durée de vie est proposée pour des essais de fatigue statique sous air.

L'approche suivante est développée :

- Des essais de fatigue statique sous air sont réalisés sur des fils céramiques, des composites unidirectionnels à matrice céramique (SiC), des composites unidirectionnels à matrice autocicatrisante (B₄C) dans le domaine de température 900°C-1300°C et pour différentes contraintes appliquées. Des diagrammes reliant la durée de vie à la contrainte appliquée sont ainsi établis.

- La déformation est mesurée lors des essais de fatigue statique grâce au développement d'une nouvelle machine d'essais. Le mécanisme de fluage peut ainsi être identifié et modélisé.
- Les méthodes de caractérisation et les analyses physicochimiques des faciès de rupture des fils et composites permettent de comprendre et quantifier les phénomènes de dégradation lors de l'application d'une charge statique sous air à très haute température.
- Différents modèles de rupture différée en fatigue statique sous air sont proposés suivant les matériaux étudiés et la contribution des mécanismes.

Ce mémoire de thèse est scindé en 5 chapitres.

- Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique des matériaux composites à matrice céramique :
 - l'origine de l'utilisation des CMCs dans l'aérospatiale et le nucléaire,
 - les propriétés mécaniques à température ambiante des CMCs et le rôle de chaque constituant du composite,
 - le comportement thermo-mécanique des CMCs et les effets de l'environnement.
- Le deuxième chapitre présente l'étude complète du comportement des fils Hi-Nicalon en traction monotone à température ambiante et en fatigue statique à haute température sous air :
 - les valeurs des paramètres statistiques de la loi de Weibull caractéristique de la rupture des fils Hi-Nicalon,
 - les courbes d'endurance tracées à 900°C, 1000°C et 1200°C, la mesure des déformations pendant les essais de fatigue statique à très haute température sous air et la caractérisation des faciès de rupture afin de déterminer les mécanismes responsables de la rupture différée des fils Hi-Nicalon.
- Le troisième chapitre présente la modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon aux très hautes températures en prenant en compte les mécanismes de dégradation, les incertitudes expérimentales et la dispersion des durées de vie liée au caractère statistique de la rupture des matériaux céramiques.
- Les quatrième et cinquième chapitre étudient respectivement le comportement en traction monotone et en fatigue statique sous air aux très hautes températures des composites unidirectionnels à matrice SiC et des composites unidirectionnels à matrice autocicatrisante B₄C :
 - les essais de traction monotone et de charge-décharge à température ambiante pour déterminer la contrainte de rupture, la limite élastique, la saturation de la fissuration matricielle et la valeur de la contrainte de cisaillement interfacial entre les fibres et la matrice,

- les essais de fatigue statique-fluage sous air entre 900°C et 1300°C pour tracer les courbes d'endurance et étudier l'influence du mécanisme de fluage sur la durée de vie,
- les modèles de prévision de la durée de vie des minicomposites à matrice SiC et des minicomposites à matrice autocicatrisante,
- les rôles des différents constituants du composite dans la rupture différée des CMCs.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'un Contrat de Programme de Recherche (CPR) intitulé « Modélisation-extrapolation-validation de la durée de vie des composites à matrice céramique autocicatrisante », associant Snecma propulsion Solide, la Délégation Générale pour l'Armement, le CNRS, le CEAT, l'INSA de Lyon, l'ENS Cachan, l'Université Bordeaux 1 et l'université de Perpignan.

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	2
1. Présentation des CMC	3
a. Définition et historique	3
b. Procédé d'élaboration et microstructure	5
i. Les renforts en carbure de silicium.....	5
ii. L'interface/interphase	8
iii. La matrice	8
2. Comportement mécanique à température ambiante, relation microstructure-propriétés	10
a. Mécanismes d'endommagement dans les CMC, loi de comportement en traction [Lamon2005]	10
b. La rupture ultime	13
c. Ténacité des CMCs	16
d. Effet des interfaces	18
e. Exemple de modèle d'endommagement de composites [Lissart1997, Pailler2005].....	20
3. La tenue à haute température : effets de l'environnement	23
a. La fissuration sous-critique	24
i. Verres et céramiques monolithiques	24
ii. Méthodes indirectes de mesure de la vitesse de fissuration	27
iii. Exemple de modélisation de la durée de vie en fatigue statique à haute température : modèle sur monofilaments et fils	29
b. Oxydation.....	32
i. Oxydation du SiC.....	32
ii. Oxydation des fibres SiC (cas des fibres Hi-Nicalon)	34
iii. Oxydation du B ₄ C.....	36
iv. Oxydation du SiC en présence de B ₂ O ₃	37
v. Influence de l'oxydation sur le comportement mécanique des CMCs.....	41
c. Le fluage.....	42
i. Mécanismes.....	42
ii. Durée de vie en fluage.....	49
iii. Exemple de modélisation du phénomène de fluage sous atmosphère neutre de composites SiC/SiC unidirectionnels [Rugg1999].	50

Chapitre I : synthèse bibliographique

Introduction

Ce premier chapitre présente un état de l'art sur les CMCs, leur comportement mécanique et leur durée de vie en fatigue sous l'effet de l'environnement :

- *les CMCs ou composites thermostrostructuraux ont été développés pour alléger les structures aérospatiales et améliorer le comportement mécanique des composants à très haute température. La première partie de ce chapitre explique l'origine de ces matériaux et détaille la nature des matériaux constitutifs des CMCs.*
- *la deuxième partie de ce chapitre met en avant les propriétés mécaniques à température ambiante des CMCs tout en expliquant le rôle de chaque constituant. Les mécanismes d'endommagement et de rupture y sont particulièrement détaillés.*
- *enfin, le comportement des CMCs à haute température est détaillé dans la troisième partie : les effets de l'environnement (oxydation), le mécanisme de fluage et la rupture différée des CMCs à haute température en fatigue statique sous air sont présentés.*

1. Présentation des CMC

a. Définition et historique

Un composite est par définition un matériau inhomogène constitué de plusieurs matériaux lui conférant des propriétés mécaniques supérieures à celles de ses matériaux constitutifs pris séparément. Un composite est généralement constitué d'un renfort et d'une matrice. Le renfort a pour rôle de pallier les insuffisances mécaniques de la matrice. Les renforts peuvent être sous forme de fibres courtes ou longues, de particules, de plaques. La matrice imprègne ou infiltre les renforts afin de leur assurer une tenue et de les figer dans l'orientation choisie. Les renforts filaires ont des caractéristiques mécaniques élevées dans le sens des fibres et l'orientation de celles-ci est fonction du type de sollicitations que doit supporter la pièce composite. Les fils sont souvent tissés en 2D, 3D voire même disposés en 4D pour pouvoir donner des fortes caractéristiques mécaniques à la pièce dans toutes les directions de l'espace.

On distingue deux types de composites :

- Les composites basse température : composés de renforts type fibre de carbone ou fibre de verre et d'une matrice organique (phénolique ou époxyde), ils ne sont utilisés qu'aux basses températures (inférieures à 100°C). Les applications sont multiples : pièces de bateau, voitures, vélos...
- Les composites haute température ou composites thermostrostructuraux sont composés de renforts métalliques, céramiques ou carbonés et sont infiltrés par une matrice métallique, carbone ou céramique. Ils sont capables de résister aux très hautes températures et sont utilisés dans l'aéronautique et le nucléaire. Les composites à matrice céramique (CMC) font partie de cette catégorie. La **figure I-1** donne des exemples de structures de composites C-SiC où les fibres de carbonés sont les renforts et le SiC la matrice [Siron1996], [Forio1997].

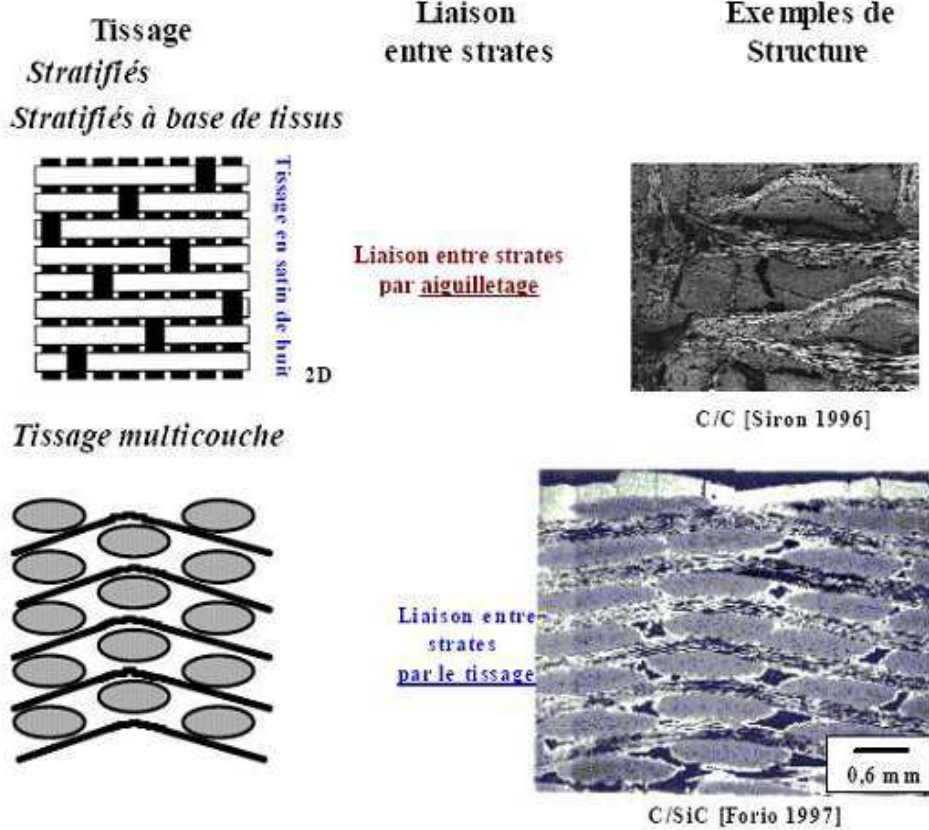


Figure I-1 : exemples de mise en forme des fibres : tissage multicouche et tissage satin [Forio1997],[Siron1996]

Les CMCs ont été développés à partir des années 60 pour remédier au gros inconvénient des céramiques monolithiques : leur faible ténacité. L'augmentation de la ténacité est obtenue par déviation des fissures de la matrice par les fibres, ce qui nécessite des interfaces relativement faibles: la rupture des renforts est retardée et le matériau est alors élastique-endommageable.

Les CMCs peuvent être classés en trois catégories : les composites à matrice vitrocéramique, les composites oxydes et les composites non oxydes [Lamon2005]. Les premiers CMCs non oxydes élaborés furent des composites de type C/C (fibres et matrice de carbone). Ceux-ci présentent plusieurs propriétés intéressantes à haute température, mais leur emploi est limité par leur sensibilité à l'oxydation dès 450°C [Choury1989]. Le remplacement de la matrice de carbone par du carbure de silicium fut la première étape en 1977, puis le remplacement des fibres de carbone par des fibres à base de carbure de silicium fut la seconde en 1980, conduisant aux composites SiC/SiC [Christain1977], [Héraud1981]. Les derniers CMC conçus sont les composites de type SiC/(Si-B-C). Leur matrice intègre des composés borés qui s'oxydent dès 400°C. Elle protège les fibres en consommant de l'oxygène puis en ralentissant sa progression vers l'intérieur du matériau [Carrère1996], [Lamouroux1999]. Snecma Propulsion Solide (SPS) est aujourd'hui un des grands spécialistes en conception de composites à matrice SiC dont les diverses applications potentielles sont résumées sur la **figure I-2** [Christin2005]



Figure I-2 : composites à matrice SiC pour la navette Hermès (gauche) et pour un moteur d'avion (droite)

Les CMCs sont donc des matériaux haute performance avec des températures d'utilisation très élevées (400°C-3000°C). Utilisés tout d'abord dans l'industrie aérospatiale et aéronautique, ils commencent à être intégrés dans l'industrie nucléaire. En effet, la phase β du SiC résiste bien aux radiations et les composites thermostructuraux résistent très bien au fluage et aux chocs thermiques.

b. *Procédé d'élaboration et microstructure*

i. Les renforts en carbure de silicium

Il existe plusieurs générations de fibres SiC. Les premières ont été synthétisées par CVD (chemical vapor deposition) sur des filaments en carbone ou tungstène. Nommées fibres Textron, SCS-X, elles ont renforcé les premiers composites à matrice métallique. Ce type de renfort a été vite abandonné en raison de son trop fort diamètre (50 μm) et donc de la difficulté pour le tisser. De nouvelles fibres céramiques de plus faible diamètre (10-20 μm) ont alors été mises au point pour faciliter le tissage [Lamicq1986].

Dans les années 70 sont apparues les fibres Nicalon (Nippon Carbon Co., Japan) fabriquées par filage du polycarbosilane (PCS) fondu à 300°C sous atmosphère inerte [Yajima1976 a-b]. La fibre obtenue est ensuite réticulée en vue de la rendre fusible et pyrolysée vers 1100°C-1300°C sous atmosphère neutre. Cette fibre a l'avantage d'être de faible diamètre (environ 15 μm) et d'être constituée de grains de SiC β (1-5 nm) stables chimiquement. Les inconvénients de cette fibre sont le fort taux d'oxygène (12% at.) et de carbone libre (15% at.). L'oxygène est sous forme d'une phase Si-C-O amorphe très instable qui se décompose vers 1100°C en Si(g) et CO(g) [Laffon1989], [Lecoustumer1993], [Chollon1995], [Bouillon1991].

Pour diminuer la quantité d'oxygène dans la fibre, le procédé de réticulation est alors réalisé par bombardement électronique sous atmosphère exempte d'oxygène. La fibre obtenue est appelée Hi-Nicalon : elle contient moins de 1% atomique d'oxygène et les grains de SiC β sont plus gros (2-20 nm). Cette fibre est plus stable et résiste mieux au phénomène de fluage mais elle contient encore une grande quantité de carbone libre (15% at.) sous forme de feuillets aromatiques empilés au niveau des joints de grain [Chollon1995]. Ces joints de grains représentent des sites favorables à l'oxydation et ils permettent également le fluage par glissement des grains dès 1200°C.

La sensibilité à l'oxydation et au fluage est diminuée en synthétisant des fibres de 3^e génération Hi-Nicalon S (Nippon carbon Co., Japan). Ces fibres sont quasi-stœchiométriques, elles contiennent des cristallites de SiC β de taille plus importante et un taux de carbone libre faible (<3%) [Pailler2005]. D'autres fibres stables de 3^e génération sont apparues comme la tyranno SA et la Sylramic : la **figure I-3** résume les procédés d'élaboration de ces différentes fibres et le **tableau I-1** rassemble leurs caractéristiques.

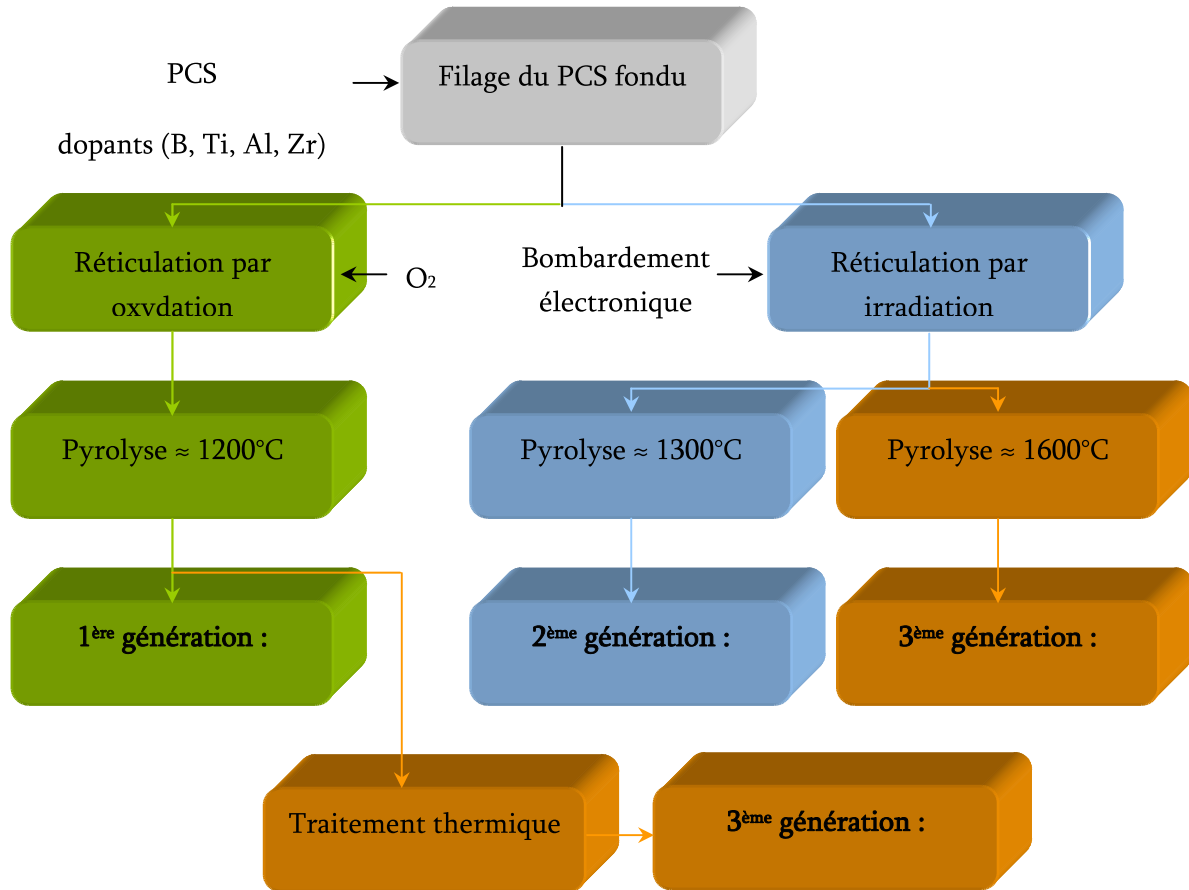


Figure I-3 : Procédés d'élaboration des principales fibres à base de carbure de silicium

Chapitre I : synthèse bibliographique

	Nippon Carbon Co., Japon				Ube industries ltd, Japon	Dow Corning Co., E.U	Carborundum Co., E.U
	<i>Gg-Nicalon</i>	<i>Hi-Nicalon</i>	<i>Hi-Nicalon S</i>	<i>Tyranno SA</i>			
Diamètre (µm)	14 ^c	14 ^a	13 ^a	10 ^{a,g}	10,4 ^a	30 ^a	30 ^a
Densité	2,55 ^c	2,74 ^a	3,0 ^a	3,02 ^{a,g}	3,06 ^a	3,06 ^a	3,15 ⁱ
Contrainte à rupture (GPa)	2,8 ^c	2,8 ^a	2,5 ^a	2,84 ^a	2,9 ^a	2,9 ^a	1,25 ^a
Module d'Young (GPa)	220 ^c	270 ^a	408 ^a	303 ^a	372 ^a	372 ^a	420 ^j
α _r (%)	1,4 ^c	1,04 ^a	0,63 ^a	0,94 ^a , 0,7 ^g	0,78 ^a	0,78 ^a	0,4 ^j
Résistivité (Ω.cm)	10 ³ -10 ⁴ ^g	1,4 ^g	0,1 ^g	0,15 ⁱ	1 ⁱ	1 ⁱ	0,4 ^j
Dilatation thermique (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	3,2 ^g (25-500°C) 3,1-3,2 ⁱ (25°C)	3,5 ^g (25-500°C) 3,3-3,5 ⁱ (25°C)	700 ⁱ (à 25°C) 1150 ⁱ (à 500°C)	5,4 ^g (20-1320°C) 4,0-5,4 ^j (25°C)	5,4 ^g (20-1320°C) 4,0-5,4 ^j (25°C)	613-753 ^f (à 50°C)	4,5 ⁱ
Capacité thermique (J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹)	710 ⁱ (à 25°C) 1170 ⁱ (à 500°C)	670 ⁱ (à 25°C) 1170 ⁱ (à 500°C)	18,4 ^g (25°C) 16,3 ^g (500°C)	40-46 ^f 40-45 ^g	40-46 ^f 40-45 ^g		
Conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	2,97 ^g (25°C) 2,2 ^g (500°C)	7,77 ^g (25°C) 10,1 ^g (500°C)	> 100 ^e 50 ^h	85 ^c	85 ^c		2000 ^m
Taille des grains de SiC (nm)	2,0 ^{c,d} ~3 ^e	4,0 ^c 5,0 ^d , 5-10 ^h	~200 ^h				
Composition chimique (% m / % at)							
Si	56,6 ^b	62,4/41,6 ^a 63,7 ^b	68,9/48,7 ^a 68,9 ^b	67,8/47,3-47,9 ^a	66,6/46,7 ^a 66,6 ^b		
C	31,7 ^b	37,1/57,8 ^a 35,8 ^b	30,9/51,0 ^a 30,9 ^b	31,3/50,9-51,7 ^a	28,5/46,7 ^a 28,5 ^b		
O	11,7 ^b	0,5/0,6 ^a 0,5 ^b	0,2/0,2 ^a 0,2 ^b	0,3/0,4 ^a	0,8/1,0 ^a 0,8 ^b		
Al	-	-	-	≤ 2,0/1,4 ^a	-		
Ti	-	-	-	-	2,1/0,9 ^a 2,1 ^b		
B	-	-	-	-	2,3/4,2 ^a 2,3 ^b		Trace ⁱ
N	-	-	-	-	0,4/0,6 ^a 0,4 ^b		
C/Si (% atomique)	1,3 ^c	1,38 ^a	1,04 ^a	1,08 ^a (surface), 1,34 ^a (cœur)	1,05 ^a (surface), 1,14 ^a (cœur)		1,01 ^a , 1,0 ⁱ

^a : [Dong2001] ^b : [Osborne1998] ^c : [Youngblood1998a] ^d : [Henager1998] ^e : [Snead2000] ^f : [Jones2000] ^g : [Hasegawa2000]^h : [Bunsell2000] ⁱ : [Newsome1997]^j : [Naslain2003] ^k : [Ichikawa2000] ^l : [Sauder2004] ^m : [Morscher1995]

Tableau I-1: caractéristiques des principales fibres à base de SiC

ii. L'interface/interphase

L'interface ou l'interphase entre les fibres et la matrice améliore nettement le comportement du composite et permet de transformer le matériau fragile en un matériau endommageable. Elle joue le rôle de fusible mécanique en déviant les fissures parallèlement à l'axe de sollicitation, ce qui a pour but d'inhiber l'avancée de la fissure par déperdition de son énergie dans l'interphase. La liaison fibre/matrice ne doit être ni trop forte ni trop faible puisqu'une liaison trop forte conduit à un composite fragile et qu'une liaison faible diminue la contrainte de rupture du composite [Droillard1996].

L'interphase choisie pour les composites SiC/SiC est généralement le pyrocarbone déposé sur les fibres par CVD (dépôt chimique en phase vapeur) en utilisant des précurseurs et des pressions spécifiques afin d'obtenir une couche de pyrocarbone laminaire [Lepoche2003]. Ce pyrocarbone se présente sous forme de feuillets de structure hexagonale associés par des liaisons faibles. Les feuillets sont disposés parallèlement à la surface des fibres afin de dévier les fissures en glissant les uns par rapport aux autres. Le pyrocarbone présente également l'avantage d'être compatible chimiquement avec les fibres et la matrice ; il évite aussi l'apparition de contraintes résiduelles d'origine thermique lors de l'élaboration du composite. Son inconvénient majeur est qu'il s'oxyde très rapidement dès 500°C [Naslain1995].

L'autre interphase utilisée dans les composites SiC/SiC est le nitrure de bore BN. Sa structure est identique à celle du pyrocarbone laminaire sauf que les liaisons interfeuillets se font entre le bore et l'azote et que la distance interfeuillets est deux fois plus faible. L'avantage de cette interphase est une meilleure tenue à l'oxydation jusqu'à 800°C et la formation d'un verre B_2O_3 lorsqu'elle s'oxyde qui empêche l'accès direct de l'oxygène à la fibre lorsque la matrice est fissurée. L'inconvénient de ce type d'interphase est sa moins bonne tenue mécanique [Pasquier1997].

Il existe aussi des interphases multicouches combinant le pyrocarbone, le carbure de silicium et le nitrure de bore : ce type d'interphase assure au composite une bonne résistance à la fissuration et l'oxydation [Bertrand2000].

iii. La matrice

– Le SiC

Le carbure de silicium est déposé sur les fibres par CVD (dépôt chimique en phase vapeur) ou par CVI (infiltration chimique en phase vapeur) si le matériau est une préforme fibreuse. Le précurseur est un système Si-C-H-Cl (souvent CH_3SiCl_3) dilué dans de l'hydrogène. Le SiC obtenu présente une structure cubique 3C caractéristique d'une croissance colonnaire (cristaux de SiC β) [Loumagne1995]. Il assure la tenue du matériau et protège les fibres des agressions mécaniques et oxydantes. Lorsque cette matrice se fissure, le matériau se dégrade à haute température sous l'effet de l'oxygène qui pénètre jusqu'aux fibres : c'est pour cette raison que des matrices à base de B_4C ont été conçues.

Matériau	T (°C)	Module de Young E (GPa)	Coefficient de dilatation ($10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)
SiC CVD [Kern1968]	24	420	5,5 ($17 \leq T \leq 2097 \text{ } ^\circ\text{C}$)
	937	370	
	1217	340	
	1397	270	
SiC pressé à chaud [MCiC1979]	24	430 - 448	4,4 ($25 \leq T \leq 1367 \text{ } ^\circ\text{C}$)
	1377	380	
SiC CVD [Hirai1988]	25	275 - 465	4,9 ($T = 25 \text{ } ^\circ\text{C}$)
Monocristal SiC β [Li1986]			$= 3,19 + 3,6 \cdot 10^{-3} T - 1,68 \cdot 10^{-6} T^2$

Tableau I-2 : Propriétés du carbure de silicium en fonction de la température

– Le B_4C

Les carbures de bore peuvent être déposés par CVD à partir de différents mélanges gazeux tels que $BCl_3 - CH_4 - H_2$ dans des conditions de supersaturation (haute pression des gaz précurseurs). Des dépôts mal cristallisés et amorphes sont obtenus pour des températures de dépôt inférieures à 1500°C . La cristallisation est améliorée pour des températures de dépôt supérieures. La matrice B_4C s'oxyde rapidement à partir de 400°C et un verre B_2O_3 amorphe se forme. Il devient liquide à partir de 500°C et bouche les fissures matricielles. Il empêche alors l'arrivée de l'oxygène au contact des fibres ce qui accroît la durée de vie des CMCs [Garitte2007] [Pasquier1997].

Matériau	Module de Young E (GPa)	Coefficient de dilatation ($10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)
B_4C commercial pressé à chaud [Accurate ceramic Corporation]	455 ($T = 25^\circ\text{C}$)	5,6 ($25 \leq T \leq 1000^\circ\text{C}$)
B_4C CVD [Sezer2001]	360 - 460 ($T = 25^\circ\text{C}$)	4 - 8 ($25 \leq T \leq 800^\circ\text{C}$)
B_4C par frittage réaction [Ramana1985]	$= 461 - 5,486 \cdot 10^{-2}$ $(T+273) \cdot \exp(-114,5/(T+273))$ Pour ($25 \leq T \leq 780^\circ\text{C}$)	
B_4C pressé à chaud [MCiC1979]		4,5 ($25 \leq T \leq 871^\circ\text{C}$)
		6,1 ($871 \leq T \leq 2204^\circ\text{C}$)

Tableau I-3 : Propriétés du B_4C en fonction de la température

2. Comportement mécanique à température ambiante, relation microstructure-propriétés

L'analyse multiéchelle d'un composite est très importante. L'étude de la microstructure, des propriétés micromécanique et macromécaniques est essentielle pour une bonne compréhension des mécanismes d'endommagement. La structure des composites, les propriétés des différents constituants déterminent le processus d'endommagement, de redistribution des contraintes et de troncation des populations de défauts. La bonne compréhension de ces phénomènes explique des propriétés comme la ténacité et la résistance à la rupture des composites. Grâce à une meilleure compréhension de ces phénomènes il a été possible de fabriquer des matériaux qui s'endommagent sans rompre. Ces matériaux non fragiles sont donc des concurrents sérieux des superalliages métalliques.

a. Mécanismes d'endommagement dans les CMC, loi de comportement en traction [Lamon2005]

L'essai de traction dans la direction des renforts est très le plus approprié pour les composites renforcés par des fibres continues. Les contraintes macroscopiques appliquées et les déformations sont faciles à déterminer (**figure I-4**).

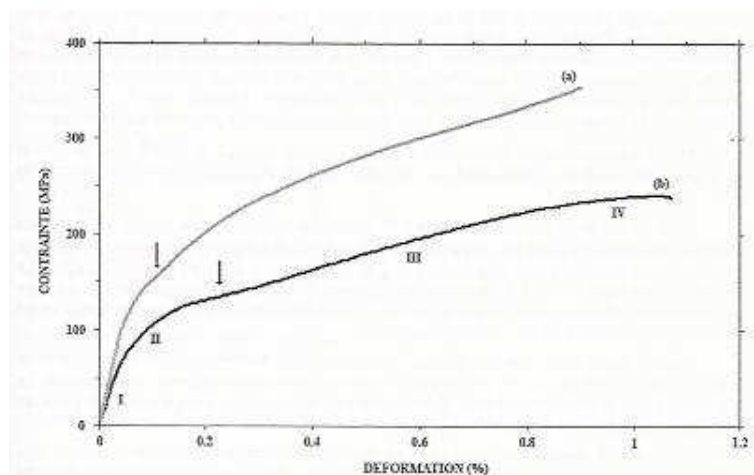


Figure I-4: courbes typiques de comportement en traction uniaxiale de composites 2D-SiC/SiC, possédant des interfaces fibre/matrice fortes (a) ou faibles (b)[Lamon 2005]

La première caractéristique d'un composite est sa capacité à s'endommager sans rompre. Sa déformation à la rupture est supérieure à celle de la matrice quand elle est considérée seule ($\epsilon < 0,1\%$ pour les matériaux céramiques). La loi de comportement d'un composite dépend des propriétés des fibres, de la matrice et de la liaison entre ces deux constituants.

Lorsque le module d'élasticité de la matrice est supérieur à celui des fibres (composites fibres SiC ou C-matrice SiC), une succession de domaines soit linéaires soit non linéaires est observée (**figure I-4**):

Le domaine I est linéaire (**figure I-4**) et correspond à la déformation élastique du composite (sans endommagement de la matrice et des fibres). Dans les composites SiC-SiC à renfort tissé, la limite élastique en déformation est de l'ordre de 0,05%. La pente de cette partie linéaire (représentative du module d'Young) peut être calculée grâce à une loi des mélanges (I-1) prenant en

compte la proportion volumique de fibres (V_f) orientées dans le sens du chargement, la proportion volumique de matrice (V_m) et les modules élastiques de la fibre (E_f) et de la matrice (E_m).

$$E_c = E_m \cdot V_m + E_f V_f \quad (I-1)$$

Le domaine II est non linéaire et la pente diminue avec l'augmentation de la déformation (**figure I-5**) : la matrice se fissure au fur et à mesure que le matériau se déforme. On arrive à la saturation de la fissuration matricielle lorsqu'on retrouve un domaine linéaire.

Le domaine III est linéaire mais la pente est plus faible que celle du domaine I (**figure I-4**). Après fissuration de la matrice, les efforts sont reportés intégralement sur les fibres. La pente de la courbe est alors égale au module des fibres orientés dans le sens du chargement rapporté à sa fraction volumique à l'intérieur du composite (**figure I-5**) (I-2).

$$E_c = \frac{V_f}{2} \cdot E_f \quad (I-2)$$

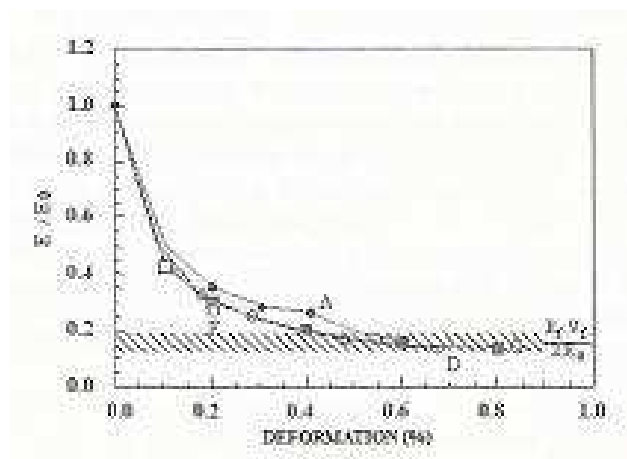


Figure I-5: évolution du module d'élasticité relatif (par rapport au module de référence E_0) au cours d'essais de traction uniaxiale monotone sur divers composites [Lamon2005]:

A : fibre SiC Nicalon NLM 202/interphase multicouche PyC-SiC

D : fibre SiC Nicalon NLM 202/interphase PyC

G : fibre SiC Hi-Nicalon/interphase multicouche PyC-SiC

F : fibre SiC Hi-Nicalon/interphase PyC

Des essais de traction déchargement-rechargement mettent également en valeur le caractère élastique-endommageable des CMCs. La pente de la partie rechargement est linéaire, ce qui traduit le comportement élastique du matériau dans l'état d'endommagement généré avant le déchargement (**figure I-6**).

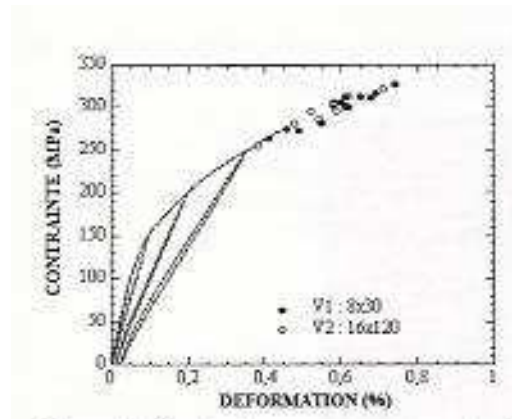


Figure I-6: courbes de comportement en traction uniaxiale de composites 2D-SiC/SiC, obtenues pour 2 lots d'éprouvettes, de dimensions différentes. Les points en fin d'essai représentent les contraintes maximales atteintes pour les différentes éprouvettes [Lamon2005].

Grâce à ces essais de traction, l'attribution de seuils de déformations pour chaque phénomène d'endommagement a pu être réalisée. Dans le composites SiC/SiC, les scénarii d'endommagement ont été hiérarchisés comme suit [Lamon2001] [Guillaumat1993]:

- Fissuration de la matrice interfil : $0,035\% \leq \epsilon \leq 0,15\%$
- Fissuration de la matrice des fils transversaux : $0,15\% \leq \epsilon \leq 0,25\%$
- Fissuration de la matrice des fils longitudinaux : $0,25\% \leq \epsilon \leq 0,8\%$

La **figure I-7** illustre les processus d'endommagement décrits ci-dessus.

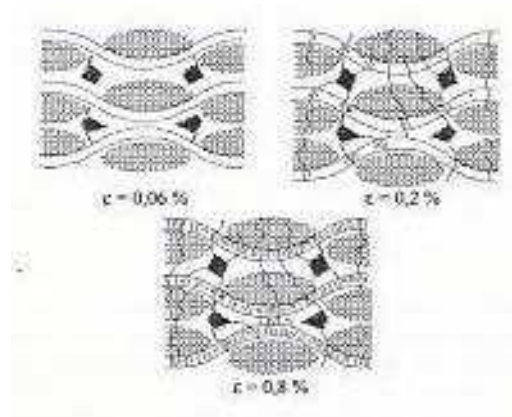


Figure I-7: processus d'endommagement de la matrice dans un composite 2D-SiC/SiC au cours d'un essai de traction uniaxiale uniforme à déformation imposée dans la direction des fils longitudinaux (fils dans le plan de la figure)[Lamon 2005]

L'étude de la décroissance du module d'élasticité permet également de quantifier l'importance de l'endommagement [Lamon2005]. Quand le module d'élasticité a chuté de 70%, la matrice interfil et la matrice des fils transversaux sont totalement fissurées, ce qui représente 80% du volume de matrice. La fissuration de la matrice des fils longitudinaux ne représente que 20% de chute de module d'Young car le volume de la matrice des fils longitudinaux ne représente que 10% du volume de matrice total. L'endommagement est donc bien hiérarchisé car les efforts sont

progressivement transférés sur les phases non endommagées correspondant aux fils longitudinaux pour un essai de traction uniaxial.

b. *La rupture ultime*

Lorsque la matrice est totalement endommagée, les efforts sont reportés sur les fibres qui assurent alors seules la cohésion du matériau [Lamon2005]. La rupture des fils comprend deux phases [Lissart1997], [Calard2004] :

- Une phase d'endommagement : des monofilaments rompent de manière individuelle au fur et à mesure que l'effort augmente. Une première approximation est de considérer qu'il n'existe aucune interaction entre les fibres du fait que la matrice est complètement fissurée. L'effort est donc partagé équitablement entre tous les monofilaments non rompus. Il est important de noter que l'effet d'ondulation des fibres dans le tissage sur le comportement en rupture des fibres est négligeable.
- Une phase de rupture instable : lorsque des monofilaments d'un fil rompent un par un, ils surchargent les monofilaments non rompus. On arrive à la rupture ultime du matériau lorsque les monofilaments non rompus ne peuvent plus supporter cette surcharge. Dans les fils Hi-Nicalon considérés seuls, la rupture ultime du matériau a lieu lorsqu'une fraction $\alpha_c = 13\%$ de monofilaments a cassé [Calard2002]. Dans les composites tissés, le même phénomène est observé : la rupture ultime du matériau a lieu lorsque 3% des fils les plus faibles ont cassé [Lamon2005].

Ce mode de rupture introduit le caractère statistique de la rupture des composites à matrice céramique. En effet, les contraintes de rupture de chaque matériau constitutif du composite sont dispersées. La distribution statistique des contraintes de rupture des constituants peut-être correctement représentée par une loi de distribution de type Weibull [Lamon2005] **(I-3)**.

$$P = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad \text{(I-3)}$$

m , σ_0 , sont les paramètres statistiques de Weibull, α est la probabilité de rupture dans la distribution. σ est la contrainte de rupture pour un rang α donné. V est le volume de l'éprouvette et V_0 est le volume élémentaire (1 m^3).

Cette loi de distribution s'applique très bien pour les céramiques monolithiques et les fibres mais elle ne représente pas rigoureusement la distribution des contraintes de rupture de composites à cause des interactions et des différences de comportement de ses matériaux constitutifs. Les paramètres de Weibull constituent seulement un index de la dispersion dans le cas des matériaux composites [Lamon2005].

La relation de Coleman **(I-4)** permet de calculer la fraction critique α_c de fibres rompues qui entraînent la rupture ultime d'un fil connaissant le module de Weibull m . Cette relation est valable pour un système de fibres parallèles et indépendantes. Pour un composite endommagé (saturation

de la multifissuration de la matrice), cette relation donne la fraction de fils critiques qui entraînent la rupture du composite.

$$\alpha_c = 1 - \exp\left(\frac{-1}{m}\right) \text{ Avec } m \text{ le module de Weibull du matériau considéré (I-4)}$$

Le **tableau I-4** donne les valeurs du module de Weibull m et la fraction critique de sous-éléments rompus pour un composite 2D-SiC/SiC à matrice fissurée [Calard2002] et pour un fil type Hi-Nicalon [Gauthier2008].

	m	α_c (%)
Composite SiC/SiC à renfort tissé	30	3
Fil Hi-Nicalon	8,4	11,2

Tableau I-4 : valeurs des modules de weibull et de α_c pour un composite SiC-SiC et un fil Hi-Nicalon

La **figure I-8** donne la distribution des contraintes de rupture des monofilaments, de fils de carbure de silicium (Nicalon) et de composites SiC/SiC à renfort unidirectionnel et à renfort tissé [Lamon2005].

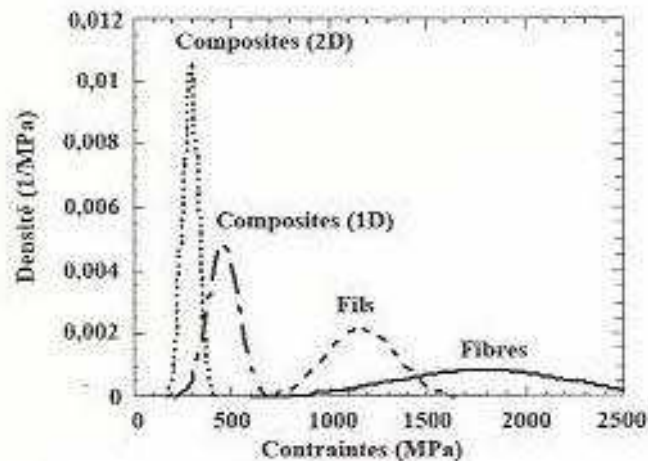


Figure I-8 : densité de distribution des contraintes de rupture de monofilaments, de fils de carbure de silicium (fibres Nicalon NLM 202), de composites SiC/SiC à renfort unidirectionnel (minicomposites) et à renfort tissé [Lamon2005]

La rupture ultime des céramiques est donc remarquable car elle présente un caractère statistique. Cette variabilité s'explique par la microstructure [Calard2002]. En effet, les défauts entraînent la rupture des matériaux céramiques. Ils sont responsables de la formation de fissures sous contraintes mécaniques.

Les faciès de rupture miroir observés sur les fibres sont représentatifs de la propagation rapide de fissures à partir d'un défaut (**image I-1**) [Gauthier2007] [Morsher1997]. Il est possible de

déterminer la contrainte appliquée sur la fibre lors de la rupture (σ_f) en mesurant le rayon de courbure r_f de la zone lisse du faciès miroir et à l'aide de la relation (I-5) [Davies2002][Morsher1997]:

$$\sigma_f = \frac{C}{\sqrt{r_f}}$$

où C est une constante estimée de l'ordre de 3,5 pour les fibres Hi-Nicalon

[Bertrand1998], [Hurst et al. 1995] (I-5)

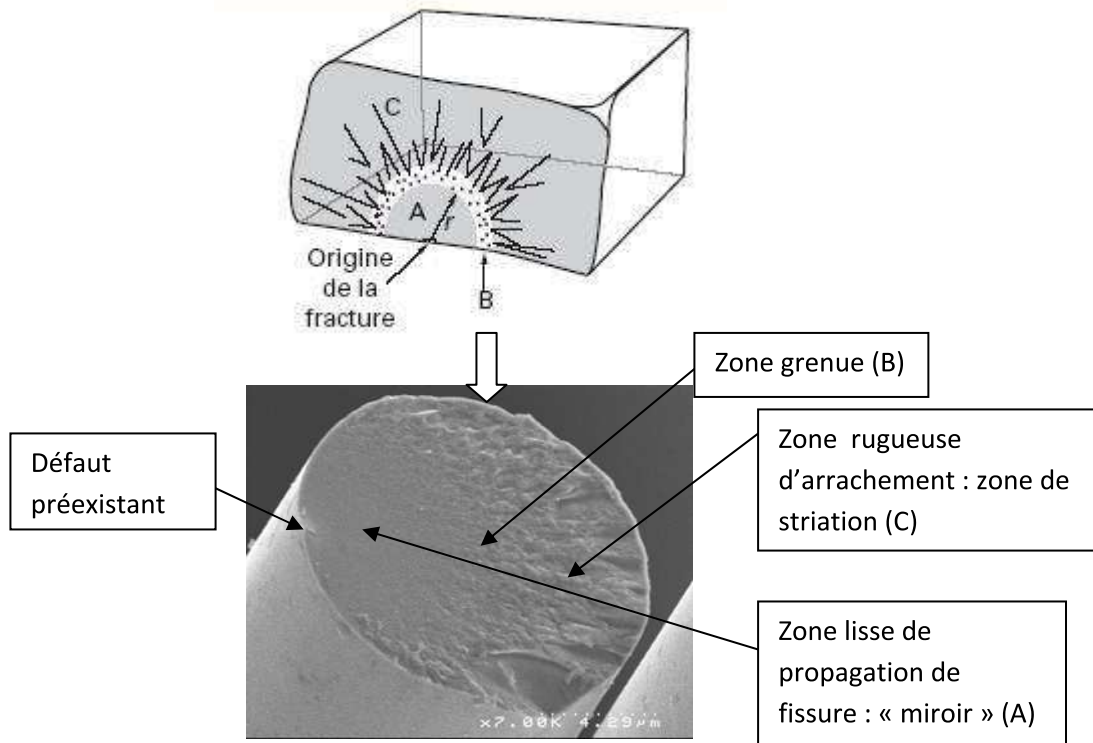


Image I-1: exemple de faciès miroir caractéristique d'une fibre SiC Hi-Nicalon [Gauthier2007]

Les composites thermostructuraux étant un assemblage de céramiques fragiles sensibles à la présence de défauts microstructuraux, leur résistance à la rupture présente une distribution statistique. La dispersion des résistances de rupture diminue au fur et à mesure qu'on monte en échelle (**figure I-8**): la distribution des contraintes de rupture d'un 2D SiC/SiC tissé est bien moins importante que pour un monofilament SiC. A chaque changement d'échelle, l'intervalle des contraintes de rupture se déplace vers l'extrême inférieur de la distribution. Ces extrêmes correspondent à la proportion critique des monofilaments rompus au sein d'un fil et à la proportion des fils rompus dans un composite [Lamon2005].

Dans un composite, la rupture totale nécessite la rupture d'un petit nombre de fils. Ceci traduit le processus de tronçures successives de la population des défauts. L'endommagement élimine les défauts dans la matrice, puis dans les fils, de sorte que la population des défauts critiques pour la rupture ultime se réduit aux défauts présents dans les fibres critiques. Les fibres critiques représentent le nombre de fibres susceptibles de provoquer la phase de rupture instable des fils. La population de défauts responsable de la rupture est alors unimodale et homogène [Lamon2005].

On peut remarquer que la distribution des contraintes de rupture est peu sensible aux effets de volume : la population de défauts étant homogène, une augmentation du volume n'accroît pas la probabilité de présence d'un défaut critique donc la contrainte de rupture n'a aucune raison de changer (*figure I-9*).

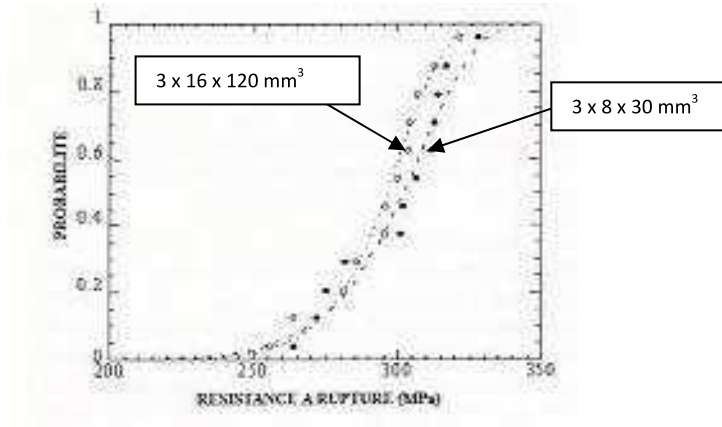


Figure I-9: distributions statistiques des contraintes de ruptures de composites 2D SiC/SiC en traction uniaxiale, pour deux lots d'éprouvettes de dimensions différentes [Calard2002].

Une autre conséquence remarquable du processus de tronçage de la population de défauts est la faible influence du champ de contrainte sur la contrainte de rupture [Lamon2005]

c. Ténacité des CMCs

Dans les matériaux homogènes comme les métaux, la ténacité est la résistance à la propagation d'une fissure macroscopique. Les composites étant des matériaux inhomogènes, la notion de ténacité à partir d'une fissure macroscopique n'est pas applicable: l'endommagement suit une hiérarchie bien définie et on n'observe pas une seule fissure mais un phénomène de multifissuration.

Néanmoins, la ténacité peut être estimée dans les CMCs grâce à des éprouvettes entaillées; l'entaille simule une fissure macroscopique. La courbe de comportement charge-décharge (*figure I-10*) des éprouvettes composites entaillées présente une forte non-linéarité symptomatique d'une résistance élevée à la progression de l'entaille et d'un processus de rupture stable (domaine suivant la charge maximale).

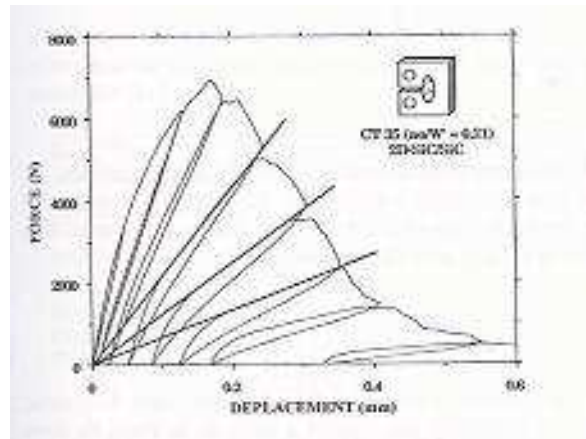


Figure I-10: courbe de comportement d'une éprouvette CT de composite 2D-SiC/SiC, avec des cycles de charge-décharge [Droillard1996].

En traction de charge-décharge, la matrice, puis les fils subissent des séquences d'endommagement répétées en fond d'entaille : la matrice s'endommage par multifissuration puis un certain nombre de fils au sein de la zone formée se rompent en charge maximale, conduisant à un avancement de l'entaille. Le processus se répète avec agrandissement de l'entaille jusqu'à rupture totale de l'éprouvette. L'énergie fournie à l'éprouvette est dissipée dans la formation de la zone endommagée puis dans la rupture des fils. Plus l'énergie dissipée est grande, plus la résistance à l'extension de l'entaille est importante [Lamon2005]. L'application des concepts conventionnels de la mécanique des matériaux homogènes n'est pas appropriée à cause de la complexité des phénomènes d'endommagement (multifissuration et non une fissure unique, phénomène d'endommagement hiérarchisé et non unique). Le facteur d'intensité de contrainte (ou ténacité) K_{Ic} ne peut être calculé. Néanmoins, un taux de restitution d'énergie apparent G_{Ic} et l'intégrale J_{Ic} peuvent être déterminés à partir de la courbe de comportement d'une éprouvette CT. $3 < G_{Ic} < 8 \text{ kJ.m}^{-2}$ et $11 < J_{Ic} < 29 \text{ kJ.m}^{-2}$ [Droillard1996]. Ces valeurs sont très élevées par rapport à l'énergie de rupture de la matrice SiC (20 J/m^2).

Les essais de traction sur des éprouvettes entaillées mettent en évidence une autre caractéristique remarquable : leur quasi-insensibilité à l'effet d'entaille [Kagawa1997], [Evans1997]. Pour les composites 2D (SiC/SiC), la contrainte de rupture dépend faiblement de la longueur d'entaille (**figure I-11**). Dans les composites C/C et C/SiC, la contrainte de rupture est indépendante de la longueur d'entaille grâce à une relaxation des contraintes à l'extrémité de l'entaille (due à l'endommagement de la matrice et aux décohésions) ce qui a pour effet de réduire voire annuler les transferts d'efforts sur les fils susceptibles de générer des concentrations de contraintes [Lamon2005].

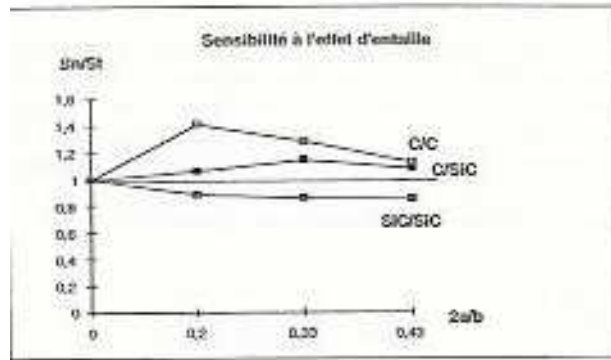


Figure I-11 : sensibilité à l'effet d'entaille de composites à renfort tissé et matrice carbone ou céramique (SiC) mesurée sur des éprouvettes de traction uniaxiale. S_n/S_t est le rapport des contraintes de rupture d'une éprouvette entaillée et d'une éprouvette non entaillée ; a est la longueur de chaque entaille et b , la largeur de l'éprouvette [Lamon2005].

d. Effet des interfaces

Sans la présence d'interphase entre les fibres et la matrice, le composite a un comportement fragile et il n'a pas ce comportement élastique endommageable décrit ci-dessus. L'interphase fait le lien entre les renforts et la matrice en protégeant les renforts de l'endommagement de la matrice. L'interface doit avoir des propriétés antagonistes afin d'optimiser le matériau composite : l'interphase doit permettre le partage des efforts entre les fibres et la matrice, elle doit aussi protéger les renforts de la fissuration en déviant les fissures matricielles [Droillard1996] (**figure I-12**).

- Une interface faible entre la matrice et les fibres ne permet pas un partage des efforts important entre fibres et matrice. Si l'interface est très faible, la contrainte de cisaillement de l'interface est quasi-nulle et les décohésions entre les fibres et la matrice sont longues (mode d'interface adhésif). Les fissures matricielles sont facilement déviées à l'interface (dissipation d'énergie) mais la contrainte de rupture du composite est faible puisque la quasi-intégralité de l'effort est supportée par les fibres. La matrice soumise à peu d'effort ne se fissure presque pas. Une interface faible entre les fibres et la matrice permet une bonne résistance à la multifissuration matricielle mais la contrainte de rupture du composite est faible [Lamon2005] [Pasquier1997].
- Une interface forte entre la matrice et les fibres permet un partage des efforts important entre les fibres et la matrice. Lorsqu'une contrainte est appliquée au composite, celle-ci est supportée par les fibres et la matrice, la contrainte de rupture du composite est donc élevée. Les décohésions entre fibres et matrice sont alors courtes (mode d'interface cohésif) et la contrainte de cisaillement interfacial est élevée. Comme la matrice supporte une bonne partie des efforts, celle-ci s'endommage. Une interface forte augmente la résistance à la rupture du composite [Lamon2005] [Pasquier1997].

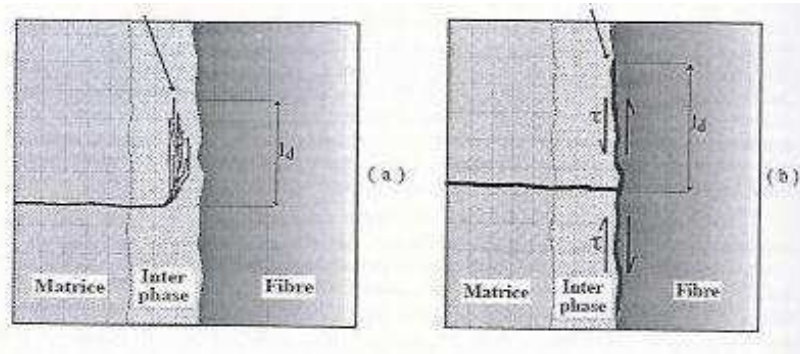


Figure I-12 : influence de l'interphase sur la propagation de fissure pour une interface fibre/PyC forte (mode cohésif) (a) et une interface faible fibre/PyC (mode adhésif) (b)[Lamon2005]

Une interface entre les renforts et la matrice ne doit être donc ni trop forte, ni trop faible et être compatible chimiquement avec les fibres et la matrice.

Dans les composites 2D SiC/SiC, l'interphase mesure environ $0,1 \mu\text{m}$ d'épaisseur et est constituée soit de pyrocarbone (décrit précédemment), soit de nitrure de bore, soit d'un assemblage des deux matériaux (interphase séquencée). L'utilisation d'interphases de pyrocarbone permet d'obtenir des interfaces déviatrices de fissures à rupture cohésive. Cependant, le pyrocarbone est très sensible à l'oxydation dès 600°C et des interphases en nitrure de bore ont fait leur apparition bien que leur mode de rupture interfacial soit adhésif [Rebillat2000]. Des interphases séquencées combinant pyrocarbone et nitrure de bore ont été développées [Bertrand2000].

Les essais de traction de déchargement-rechargement permettent également d'évaluer la contrainte de cisaillement interfacial entre les fibres et la matrice en mesurant l'écart entre la partie rechargement et la partie déchargement (**figure I-13**) [Lamon, Rebillat, Evans 1996]. Cette méthode est appliquée dans les chapitres traitant de traction de composites unidirectionnels à température ambiante. Le **tableau I-5** donne les valeurs de contraintes de cisaillement interfacial pour différents types d'interphases.

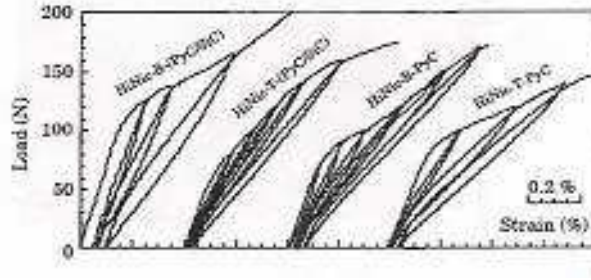


Figure I-13 : Comportement de composites unidirectionnels en traction uniaxiale pour différents types de matériaux d'interphase [Bertrand2000]:

- a) Hi-Nicalon/(PyC/SiC)
- b) Hi-Nicalon traitée/(PyC/SiC)
- c) Hi-Nicalon/PyC
- d) Hi-Nicalon traitée/PyC

SiC/C/SiC SiC(C/SiC) _n /SiC	Interphase:	D'après distance interfissure	Tension (cycles)	Tension (domaine non linéaire)	Push-out (domaine non linéaire)	Push-out (plateau)
Fibres traitées 2D microcomposites minicomposites 2D tissé	non					
	PyC (0.1)	8-12	0.7			
	PyC (0.1)		3	4-20		
	PyC (0.1)		21-115	40-80	14-16	12-10
	PyC (0.5)		4		31	19.3
Fibres traitées 2D tissé	(PyC/SiC) ₂		2		28	12.5
	(PyC/SiC) ₄		9			
	PyC (0.1)	140-203	190			165-273
	PyC (0.5)		370			100-105
	(PyC/SiC) ₂		150			133
	(PyC/SiC) ₄		90			90

Tableau I-5: contraintes de cisaillement interfacial (MPa) des composites 2D SiC/SiC possédant une interphase de pyrocarbone, déterminées sur différents types d'échantillons et à l'aide de diverses méthodes [Lamon2005]

e. Exemple de modèle d'endommagement de composites [Lissart1997, Pailler2005]

Le modèle de comportement mécanique en traction monotone à température ambiante et en fatigue statique à haute température repose sur les hypothèses d'endommagement suivantes :

- Les fissures générées dans la matrice sous des contraintes de traction unidirectionnelle se distribuent totalement aléatoirement selon la répartition des défauts microstructuraux.
- Lors de la rupture d'une fibre au sein d'un fil, la contrainte supportée par cette fibre rompue se distribue de manière équivalente sur l'ensemble des fibres survivantes (partage global).
- La ruine du composite est atteinte pour un taux critique de fibres rompues.

○ Fissuration de la matrice

La probabilité d'apparition d'une fissure (P) dans la matrice est donnée par la loi de Weibull en fonction de la contrainte appliquée (I-6).

$$P = 1 - \exp \left[- \frac{1}{V_0} \int_{V_m} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0m}} \right)^{m_m} dV \right] \quad (I-6)$$

Avec $V_0=1m^3$, m_m et σ_{0m} les paramètres statistiques de Weibull pour la matrice.

Les paramètres de weibull restent constants au cours du processus de fragmentation. Une fissure apparaît lorsque la contrainte σ dans un élément de volume de matrice non fissuré V_m atteint la contrainte de rupture σ_R de la matrice (I-7):

$$\sigma_r = \sigma_{0m} \left[- \frac{V_0}{K.V_m} \ln(1 - P) \right]^{\frac{1}{m_m}} \quad \text{avec} \quad K = \int_{V_m} \left(\frac{\sigma}{\sigma_R} \right)^m dV \quad (I-7)$$

La contrainte de rupture moyenne $\bar{\sigma}_R$ d'un élément de matrice correspond en première approximation à $P = 0,5$.

Après la création d'une fissure, un fragment de longueur L se décompose en deux fragments $L_1=L.X$ et $L_2=L.(1-X)$, X est un nombre aléatoire compris entre 0 et 1. Au niveau de chaque fissure une décohésion de longueur $2l$ se crée accompagnée d'une diminution de la probabilité de création d'une nouvelle fissure puisque la matrice est en partie déchargée. A chaque incrément de contrainte, la probabilité de rupture est donc recalculée **figure I-14**.

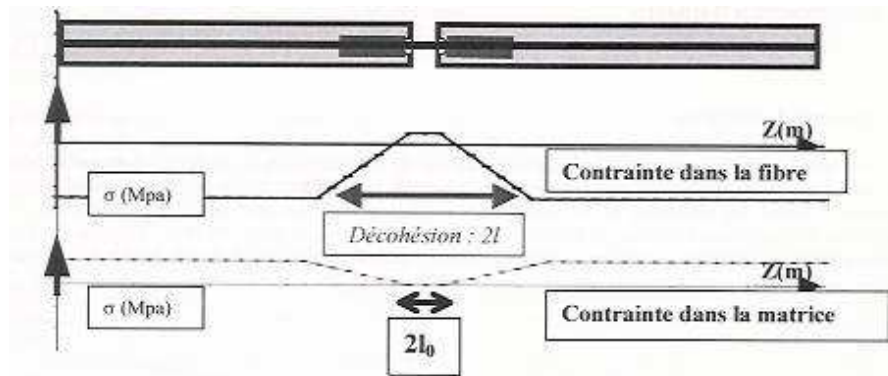


Figure I-14 : évolution du champ de contrainte au niveau d'une fissure matricielle et de la zone décohérée [Pailler2005].

Dans le modèle de N. Lissart, la densité de probabilité d'emplacement des fissures matricielles est uniforme dans chaque fragment de matrice (I-8) [Lissart1997] :

$$\frac{dP_1}{dz} = \text{constante} = \frac{1}{L - 2l_d} \rightarrow P_1 = \frac{z}{(L - 2l_d)} \quad (I-8)$$

Avec l_d la longueur de décohésion et L la distance interfissures

Dans le modèle de F. Pailler [Pailler2005], on considère que la densité de probabilité dépend du gradient de contraintes. Pour les différentes zones repérées sur la **figure I-14**, on obtient alors les densités de probabilité suivantes **(I-9)**, **(I-10)**, **(I-11)**:

$$\frac{dP_1}{dz} = \frac{1}{L-l_d} \text{ pour } l_d \leq z \leq L-l_d \quad (\text{I-9})$$

$$\frac{dP_1}{dz} = \frac{z}{l_d(L-l_d)} \text{ pour } 0 \leq z \leq l_d \quad (\text{I-10})$$

$$\frac{dP_1}{dz} = \frac{z}{(L-l_d)^2} \text{ pour } L-l_d \leq z \leq l_d \quad (\text{I-11})$$

En intégrant ces équations selon z on obtient alors la probabilité de d'emplacement des fissures dans la matrice.

○ Rupture des fibres

Une fibre rompue se décharge sur toute sa longueur et elle ne peut donc rompre qu'une seule fois [Forio1997], [Lissart1997]. La statistique de rupture suit comme la matrice une loi de Weibull **(I-12)**.

$$P_f = 1 - \exp(-A_f \cdot L_{\text{equi}} \cdot (\frac{\sigma_{\text{max}}^f}{\sigma_{0f}})^{m_f}) \quad (\text{I-12})$$

Avec L_{equi} : longueur de fibre obtenue pour un champ de contrainte uniforme σ_f et pour une même probabilité. A_f est la section d'une fibre, m_f et σ_{0f} sont les paramètres de Weibull.

Le phénomène interfacial est illustré sur la **figure I-14**: la charge appliquée est totalement supportée par les fibres au niveau des fissures sur une longueur $2l_0$ et la contrainte appliquée sur les fibres décroît linéairement au niveau de la décohésion sur une longueur $2l$.

○ Déformations

La déformation associée à la force appliquée est déduite du champ de contraintes dans les fibres **(I-13)**.

$$\Delta L = \frac{2}{E_f} \int \sigma_f(z) dz \quad (\text{I-13}), \quad E_f \text{ étant le module d'élasticité des fibres et } \sigma_f(z) \text{ la contrainte}$$

dans la fibre suivant la position dans celle-ci

○ Contraintes résiduelles d'origine thermique

Les contraintes résiduelles d'origine thermique dans la fibre σ_f^T et dans la matrice σ_m^T résultent de la différence des coefficients de dilatation entre les fibres (α_f) et la matrice (α_m) lors du refroidissement ($T_e \rightarrow T_0$) après élaboration du composite **(I-14)**, **(I-15)**:

$$\sigma_f^T = E_f \frac{a}{1+a} (M_2 - M_0) \quad \text{et} \quad \sigma_m^T = E_m \frac{a}{1+a} (M_0 - M_2) \quad (I-14)$$

$$\text{où} \quad M_1(T) = \int_{T_0}^{T_e} (\alpha_m - \alpha_f) dT \quad M_2(T) = \int_{T_0}^T (\alpha_m - \alpha_f) dT \quad (I-15)$$

$$\text{Avec} \quad a = \frac{E_m \cdot V_m}{E_f \cdot V_m}$$

E_m , E_f sont les modules d'élasticités de la matrice et des fibres. V_m , V_f sont les fractions volumiques de la matrice et des fibres.

- Dégradation de l'interphase [Pailler2005].

La dégradation de l'interphase est prise en compte par le paramètre β (I-16):

$$\beta = l_0/l = \dot{\beta}(T) + \beta_0 \quad \text{et} \quad l = \dot{l}(T)t + (l_d + l_0) \quad (I-16)$$

$\dot{\beta}(T)$ et $\dot{l}(T)$ sont les dérivées respectives de β et l par rapport au temps pour une même température. Le paramètre β traduit l'évolution des transferts de charge entre la matrice et les fibres. Il augmente si l'oxydation de l'interphase tend à délier la fibre et la matrice, il diminue si l'interphase se cicatrise (production de silice ou de verre boré). Dans le cas d'une dégradation totale de l'interphase (pyrocarbone), la totalité des efforts est reprise par les fibres, ce qui n'entraîne pas systématiquement la ruine du matériau. A haute température, la ruine du matériau est causée par d'autres phénomènes comme l'oxydation ou le fluage des fibres. Ces phénomènes sont tous détaillés dans la prochain paragraphe. β dépend des cinétiques d'oxydation de l'interphase dans le cas d'essais de fatigue statique sous air à haute température.

3. La tenue à haute température : effets de l'environnement

R. H. Jones a proposé une carte des mécanismes susceptibles d'entraîner la rupture de composites SiC/SiC à haute température sous air et sous contrainte [Jones2005] (**figure I-15**). Il distingue plusieurs mécanismes de rupture :

- l'oxydation des fibres et le glissement de la phase oxyde : OE, VS (oxidation embrittlement, viscous sliding)
- rupture brutale : SR (Stress rupture)
- la décohésion interfaciale fibre/matrice (oxydation de l'interphase) : IR (interphase removal)
- le fluage : FR (fiber relaxation)
- le fluage sous irradiation neutronique : FIR (fiber irradiation relaxation)

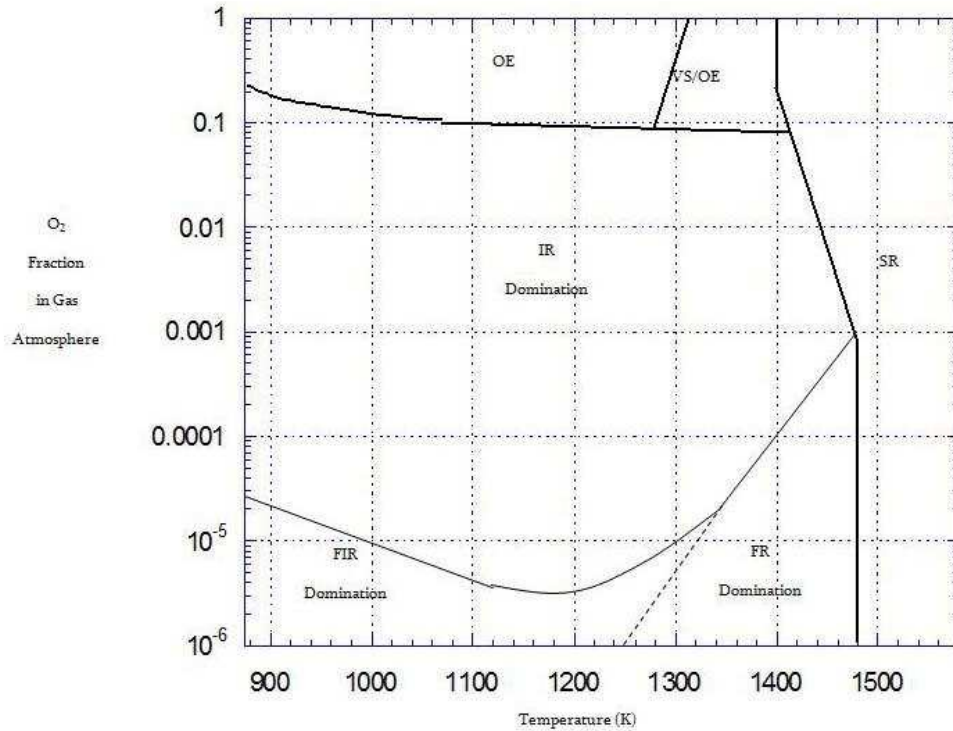


Figure I-15 : Représentation des mécanismes de propagation de défauts prédominants dans un composite SiC/SiC en fonction de la température et de la concentration d'O₂ [Jones2005]

Le diagramme de R.H. Jones permet de bien comprendre les phénomènes de fluage et d'oxydation mais il n'illustre pas les phénomènes de fissuration lente également responsables de la rupture prématurée des composites SiC-SiC à haute température.

La durée de vie des composites à matrice céramique est contrôlée par la durée de vie du renfort fibreux. Les paragraphes suivants rendent compte des mécanismes susceptibles de dégrader les fibres céramiques entre 900°C et 1400°C.

a. *La fissuration sous-critique*

En étudiant la durée de vie de matériaux fragiles, il a été constaté des ruptures différées pour des contraintes inférieures à la contrainte de rupture du matériau et à des facteurs d'intensité de contrainte K_1 inférieurs à K_{1c} . Ces ruptures ont été attribuées à la croissance d'un défaut de surface activée par réaction chimique. Ce phénomène est plus communément appelé « fissuration sous-critique ».

i. Verres et céramiques monolithiques

La modélisation de la vitesse d'avancée de fissure et les résultats expérimentaux sur verres et alumines monolithiques en présence d'eau ont démontré que la vitesse de fissuration en fonction du facteur d'intensité de contrainte peut être divisée en trois zones représentées sur la **figure I-16** [Wiederhorn1967].

Zone I : la vitesse de propagation de la fissure dépend fortement de la contrainte appliquée et de la réaction chimique.

Zone II : la vitesse de propagation de fissure devient limitante et la vitesse de consommation des réactifs est plus rapide que la vitesse d’approvisionnement en réactifs.

Zone III : l’environnement ne contrôle plus l’avancée de la fissure et celle-ci se propage brutalement jusqu’à rupture du matériau.

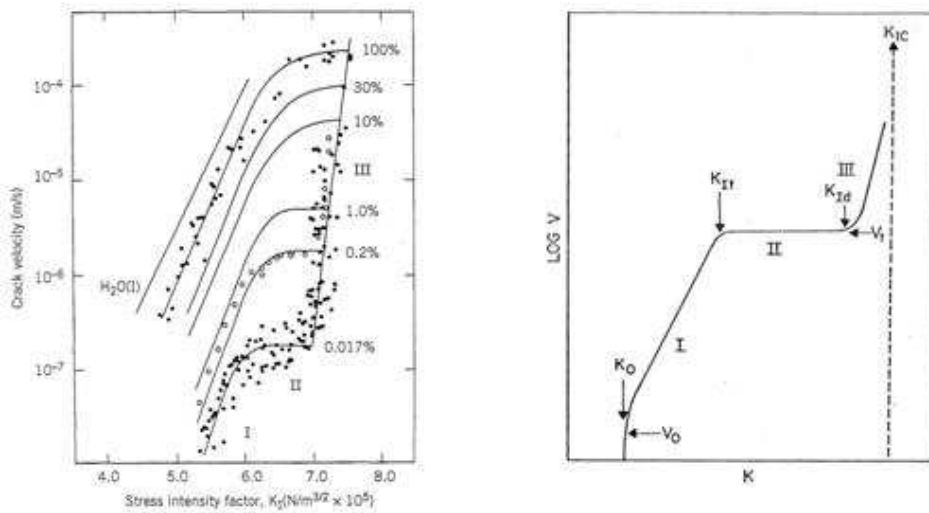


Figure I-16: Variation de la vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte sur un verre [Wiederhorn1967]

Pour les matériaux céramiques, les vitesses de propagation de fissure dans le domaine III sont extrêmement élevées. On considère donc souvent le domaine I pour étudier les ruptures par fissuration lente des céramiques et des verres.

Les premières études de durée de vie en fissuration lente ont été réalisées sur les verres et les céramiques monolithiques. S. M. Wiederhorn a mis en évidence pour les verres l’activation du phénomène de fissuration lente par réaction d’hydrolyse des liaisons Si-O-Si en pointe de fissure [Wiederhorn1967] (**figure I-17**). Cette réaction est activée par la température (**figure I-18**) et elle est d’autant plus active que la pointe de fissure est facile d’accès pour H₂O. La vitesse d’avancée de fissure dépend alors de la réactivité de H₂O sur le verre en pointe de fissure (**I-17**) [Wiederhorn1970] [Wiederhorn1974].

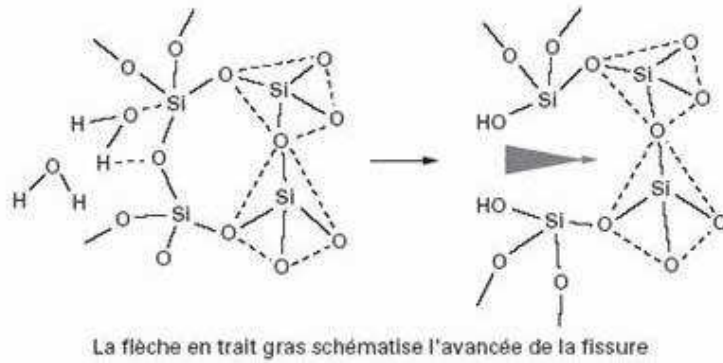


Figure I-17 : réaction d'hydrolyse en pointe de fissure dans les verres

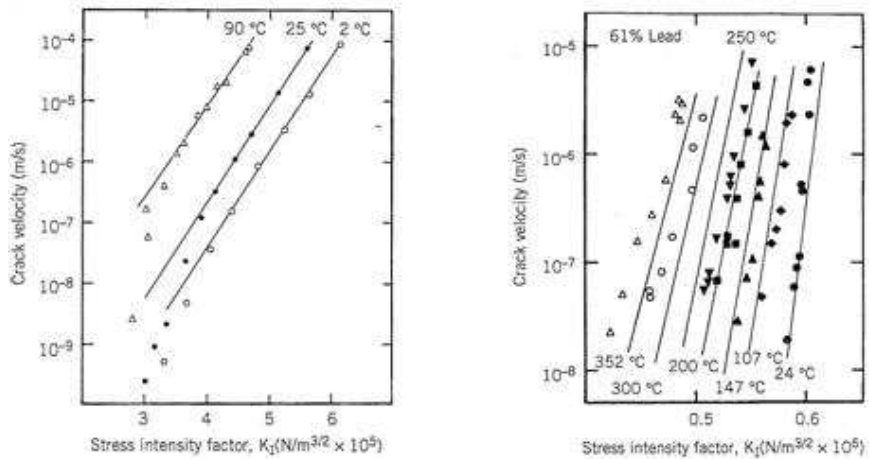


Figure I-18: vitesse de fissuration de différents verres en fonction de la température et de K_1 [Wiederhorn1970], [Wiederhorn 1974]

$$v = \frac{da}{dt} = C \frac{P}{P_0} \exp\left(\frac{bK_1 - E_a}{RT}\right) \quad (I-17)$$

Avec $\frac{P}{P_0}$ la pression partielle en H_2O , b le facteur de forme en pointe d'entaille, K_1 le facteur d'intensité de contrainte, E_a l'énergie d'activation de la réaction d'hydrolyse et C une constante. da/dt est la vitesse d'avancée de la fissure de longueur « a » qui dépend de la pression d'eau en pointe de fissure P , principal réactif de la réaction d'hydrolyse.

Le phénomène de fissuration sous-critique a également été observé dans les céramiques monolithiques sous air à haute température. R.J. Charles et W. B. Hillig démontrent que la vitesse de fissuration augmente avec la température comme S. M. Wiederhorn l'a montré sur les verres [Charles1962]. K. D. Mc Henry et R. E. Tressler attribuent le phénomène de fissuration lente entre 600°C et 800°C à des mécanismes réactionnels d'oxydation en pointe de fissure mais ils ne le démontrent pas [McHenry1977]. Ils ont tracé les vitesses de propagation de fissure du SiC en fonction de K_1 à différentes températures (figure I-29).

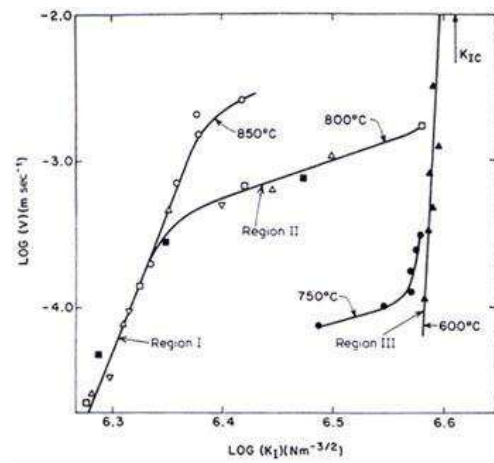


Figure I-19: vitesses de propagation de fissures dans le SiC [McHenry1977]

W. Gauthier, S. Bertrand, F. Lavaire, P. Forio et F. Pailler ont montré l'existence du même phénomène aux températures inférieures ou égales à 800°C pour des fibres céramiques [Gauthier2008] [Bertrand1998] [Lavaire1999] [Forio1997] [Pailler2005]. En étudiant la durée de vie en fatigue statique sous air de fibres céramiques, W. Gauthier a démontré que l'avancée de fissure est provoquée par la réaction en pointe de fissure de l'oxygène sur le carbone libre intergranulaire des fibres. La fissure avance alors par les joints de grain [Gauthier2008].

Ce phénomène de fissuration lente peut également être observé sur les faciès de rupture. Forio et Lavaire l'ont mis en valeur en microscopie électronique à balayage après essai de fatigue statique sous air sur fil Nicalon (*image I-2*) [Forio2000] [Lavaire1999]. Sur cette micrographie, le défaut initial est visible de même que les fronts d'avancée de la fissure.

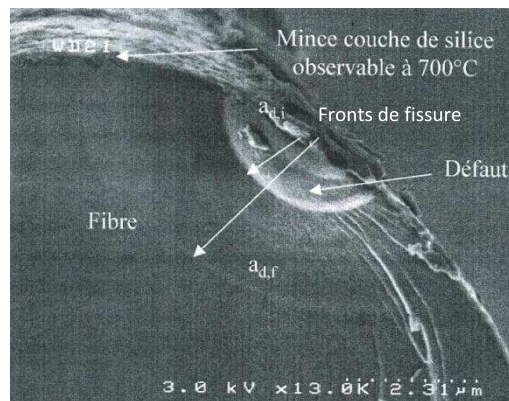


Image I-2: Micrographie MEB d'une fibre Nicalon NLM 202 après essai de fatigue statique à 700°C. Mise en évidence de la propagation lente d'un défaut [Lavaire1999] [Forio2004]

ii. Méthodes indirectes de mesure de la vitesse de fissuration

Les méthodes directes de mesure de la vitesse d'avancée de fissure sur éprouvette entaillée ne peuvent être employées avec des fibres de 15 μm de diamètre. Des méthodes indirectes peuvent être utilisées, fondées sur la mesure de la durée de vie en fatigue statique ou les essais de traction à différentes vitesses de déformation.

- Les essais de fatigue statique à haute température

L'essai de fatigue statique à haute température consiste à mesurer la durée de vie de matériaux sous charge constante pour une température d'essai donnée. Des diagrammes de durée de vie représentant le temps de rupture en fonction de la contrainte appliquée (*figures I-20, I-21*) permettent d'accéder aux paramètres n et A_1 de la loi de fissuration lente $v = da/dt = A_1 K_1^n$ (I-18).

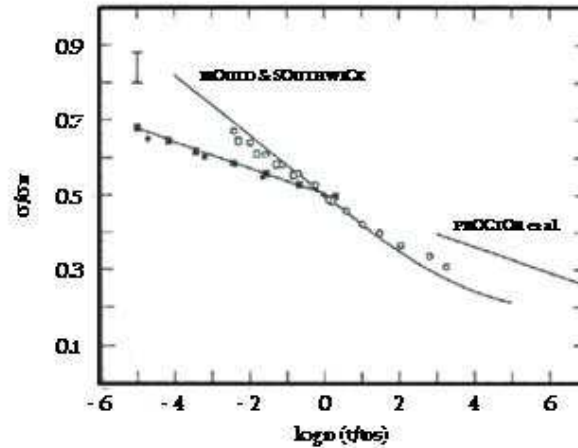


Figure I-20: courbes de durée de vie après essais de fatigue statique sur différents verres silicatés [Wiederhorn1970]

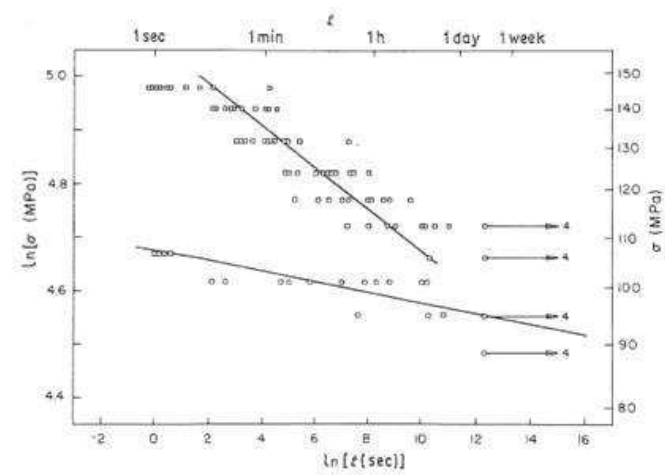


Figure I-21: courbes de durée de vie après essais de fatigue statique sur différents verres [Baskaran1987]

- Les essais de traction monotone en température à différentes vitesses [Davidge1973]

Le paramètre n de la loi de Paris peut également être déterminé à l'aide d'essais de traction monotone à haute température à différentes vitesses de chargement (*figure I-22*). Davidge a déterminé la loi suivante pour les céramiques monolithiques : σ_1 et σ_2 sont les contraintes de rupture pour la même probabilité de rupture P_1 . $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ sont deux vitesses de chargement à déformation imposée (I-19).

$$\left[\frac{\sigma_1(P_1, \dot{\varepsilon}_1)}{\sigma_2(P_1, \dot{\varepsilon}_2)} \right]^{n+1} = \frac{\dot{\varepsilon}_1}{\dot{\varepsilon}_2} \quad (I-19)$$

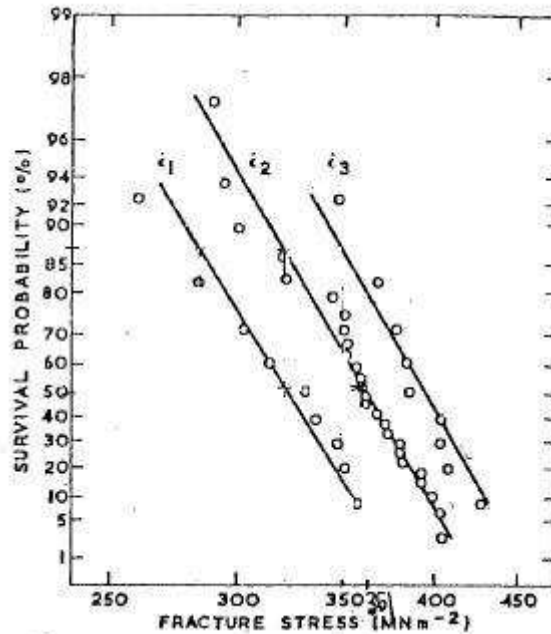


Figure I-22 : variation de la contrainte de rupture de l'alumine à différentes vitesses de déformation imposées lors d'essais de traction monotone [Davidge1973]

- iii. Exemple de modélisation de la durée de vie en fatigue statique à haute température : modèle sur monofilaments et fils

Le modèle de fissuration sous-critique des fibres repose sur l'équation de propagation similaire au formalisme de Paris (I-18) et employée notamment par Davidge [Davidge1973] dans le modèle de fatigue statique des céramiques.

La vitesse d'avancée de fissure (I-18) dépend du facteur d'intensité de contrainte K_1 et des constantes matériau A_1 et n . A_1 dépend de la réaction chimique en pointe de fissure (I-20) [Gauthier2008].

$$A_1 = A_{10} \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (I-20)$$

Avec E_a l'énergie d'activation de la réaction de l'oxygène sur le carbone.

La fissure progresse pour atteindre une longueur de fissure critique a_c . A cette valeur critique, le matériau rompt brutalement, car la ténacité K_{1c} a été atteinte. La relation d'Irwin permet de relier le facteur d'intensité de contrainte à la longueur de fissure et à la contrainte (I-21) (I-22).

$$K_1 = \sigma \cdot Y \sqrt{a} \quad (I-21)$$

$$K_{1c} = \sigma \cdot Y \sqrt{a_c} \quad (I-22)$$

Avec a la longueur de fissure, σ la contrainte appliquée et Y le facteur de forme

En combinant la loi de propagation de la fissure (I-18) et la relation d'Irwin, on obtient le temps à rupture t_r en fonction de la contrainte appliquée σ pour les faibles valeurs de σ [Wiederhorn1974] [Davidge1973] (I-23) (I-24) (I-25).

$$t_r = \frac{2K_{li}^{2-n}}{A_1\sigma^2Y^2(n-2)} \quad \text{et} \quad K_{li} = \frac{\sigma}{\sigma_r} K_{lc} \quad (I-23)$$

Ce qui revient à :

$$t_r \cdot \sigma^n = A \quad (I-24)$$

Avec :

$$A = \frac{2\left(\frac{K_{lc}}{\sigma_r}\right)^{2-n}}{A_1Y^2(n-2)} \quad (I-25)$$

W. Gauthier a réalisé des essais de fatigue statique à différentes températures comprises entre la température ambiante et 800°C [Gauthier2008]. Les courbes expérimentales de durée de vie sur fils Hi-Nicalon sont de la forme $t = A/\sigma^n$. La durée de vie décroît lorsque la contrainte appliquée augmente, ce qui suggère un mécanisme de rupture différée (figure I-23). Ce mécanisme se manifeste par croissance de fissures à partir de défauts préexistants sous l'effet de l'oxydation. Elle est thermiquement activée et devient importante à haute température.

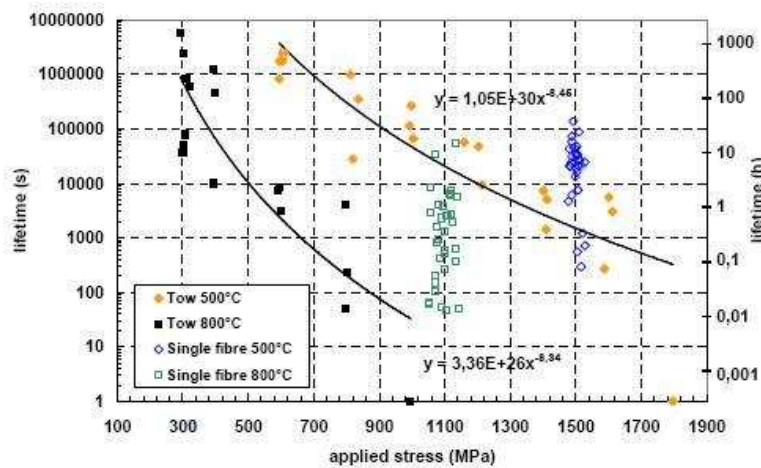


Figure I-23: durée de vie en fatigue statique de fibres et fils Hi-Nicalon

Pour des monofilaments, sous une contrainte constante, la durée de vie est le temps nécessaire au défaut responsable de la rupture pour croître de la longueur initiale C_j à la longueur critique a_c . Il suffit donc d'intégrer la loi de propagation de fissure (I-18) entre C_j et a_c (I-26):

$$t = \int_{C_j}^{a_c} \frac{da}{v} = \frac{2}{\sigma^n A_1 (n-2)} \left[\frac{C_j^{2-n/2}}{Y^n} - \frac{K_{IC}^{2-n} \sigma^{n-2}}{Y^2} \right] \quad (I-26)$$

Où K_{IC} est la valeur critique de K_I et $Y = 2/\sqrt{\Pi}$ (I-27) pour des défauts lenticulaires. La longueur critique de fissure a_c est exprimée grâce à la relation d'Irwin (I-21) (I-22). Le défaut initial C_j peut être caractérisé par la contrainte nécessaire pour obtenir la rupture de la fibre σ_f dans des conditions de rupture fragile sans influence de l'environnement (I-28). a_c est la taille des défaut critique pour laquelle la fibre rompt lors de l'essai de fatigue en température et en présence d'environnement sous la contrainte σ (I-29).

$$C_j = \frac{K_{IC}^2}{\sigma_f^2 Y^2} \quad (I-28) \quad \text{et} \quad a_c = \frac{K_{IC}^2}{\sigma^2 Y^2} \quad (I-29)$$

Finalement, en associant les équations (I-26), (I-28) et (I-29), la durée de vie d'un monofilament est donnée par l'expression suivante (I-30):

$$t = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\sigma_f^{n-2} - \sigma^{n-2} \right] \quad (I-30)$$

Avec σ_f la contrainte de rupture sur fibre appartenant à la distribution statistique de Weibull des contraintes de rupture suivante (I-31):

$$\sigma_f = \sigma_{0f} \cdot \left(\frac{1}{V} \ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right)^{\frac{1}{m_f}} \quad (I-31)$$

Avec m_f le module de Weibull, V le volume de l'éprouvette, σ_{0f} la constante de Weibull et α la probabilité de rupture de la fibre.

W. Gauthier démontre que ce modèle sur monofilament s'applique aux fils pour la valeur particulière de α , α_c . α_c vaut 13% à température ambiante, 5% à 500°C et 4% à 800°C (figure I-24).

La constante A_1 est estimée à partir de la relation expérimentale $t \sigma^n = A$ (I-32) lorsque σ tend vers 0.

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A (n-2)} \sigma_{f(\alpha_c)}^{n-2} \quad (I-32)$$

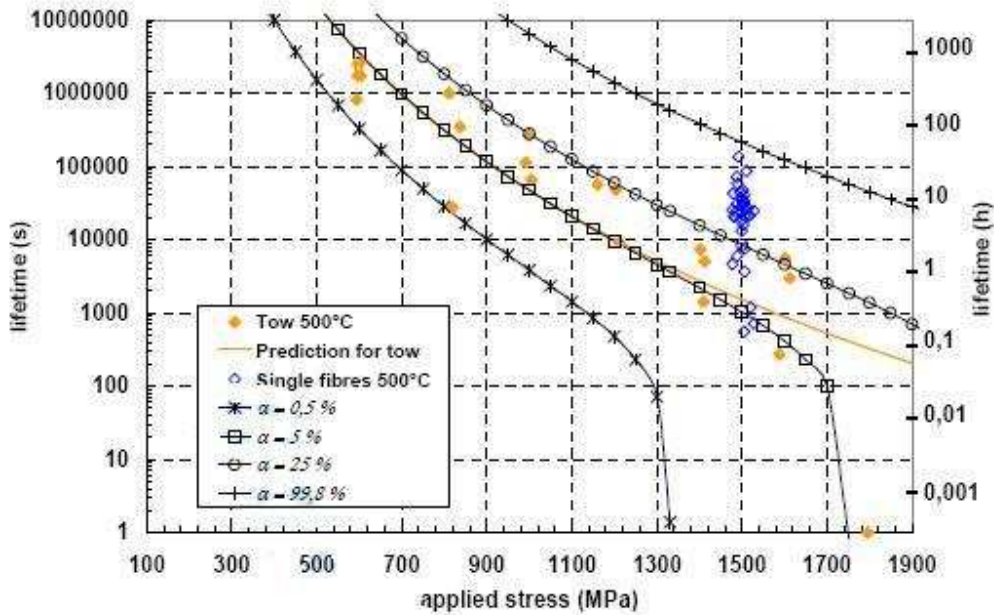


Figure I-24 : Prévisions de la durée de vie de fibres et fils Hi-Nicalon à partir d'essais de fatigue statique sur fibres et fils Hi-Nicalon à 500°C [Gauthier2008]

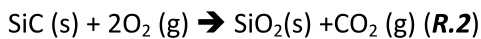
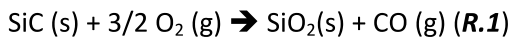
b. Oxydation

Les composites thermostructuraux sont sensibles à l'oxydation et ils sont sans cesse améliorés afin d'éviter une détérioration de leurs propriétés mécaniques à haute température. Des études cinétiques, mécaniques ont été réalisées sur les constituants des composites. Dans ce paragraphe, l'étude porte sur l'oxydation des différents constituants des CMCs pris séparément et ensembles au sein du composite.

i. Oxydation du SiC

Le SiC est stable chimiquement mais il réagit avec l'oxygène et l'eau à haute température.

En atmosphère sèche (O₂ et N₂), le SiC réagit avec l'oxygène selon deux réactions [Viricelle1997] (R.1), (R.2):



Pour de fortes pressions d'oxygène (pression atmosphérique par exemple), l'oxydation est passive : lorsque le SiC s'oxyde, il se forme une couche de silice à la surface du matériau. La cinétique d'oxydation est alors contrôlée par la diffusion de l'oxygène dans la couche de silice et par l'évacuation des gaz produits lors de la réaction d'oxydation. La vitesse d'évacuation des gaz produits est bien plus grande que la vitesse d'arrivée de l'oxygène à l'interface SiC/SiO₂. La **figure I-25** illustre les mécanismes contrôlant l'oxydation du SiC et permet de comprendre les hypothèses de la modélisation de Deal et Grove [Deal1965]:

- (I) Transport en phase gazeuse des espèces oxydantes : la concentration en oxygène vaut C^* dans le gaz.
- (II) Diffusion des espèces dans SiO_2 : à l'interface gaz-oxyde, la concentration en oxygène C_0 est inférieure à celle dans le gaz C^* . La concentration d'oxygène décroît ensuite linéairement lors de la traversée de l'oxyde pour atteindre une concentration C_i négligeable par rapport à C_0 et C^* .
- (III) Réaction d'oxydation à l'interface SiC/SiO_2 : l'oxygène réagit avec le carbure de silicium ce qui explique la faible valeur de C_i .

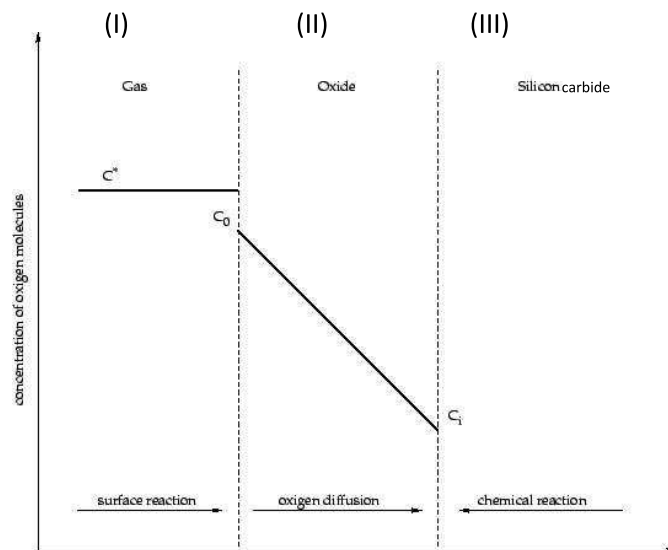


Figure I-25 : profil de concentration de l'oxygène lors de sa réaction avec le carbure de silicium (I : dans le gaz, II : dans l'oxyde, III : à l'interface oxyde-carbure de silicium)

Deal et Grove ont montré que seule la diffusion de l'oxygène dans la couche d'oxyde contrôle la cinétique d'oxydation du SiC (I-33) (I-34) (I-35):

$$x_o = \frac{A}{2} \left[\left(1 + \frac{(t + \tau) \cdot 4B}{A^2} \right) - 1 \right] \quad (I-33)$$

$$A = 2D_{eff} \left(\frac{1}{k} + \frac{1}{h} \right)$$

$$B = 2D_{eff} \frac{C^*}{N_1}$$

$$\tau = \frac{x_i^2 + A \cdot x_i}{B}$$

N_1 : nombre de moles d' O_2 dans l'oxyde par unité de volume

k : constante de la réaction d'oxydation

D_{eff} : coefficient de diffusion effectif de l'oxygène dans l'oxyde

$C^* = KP_{O_2}$: concentration de l'oxygène dans le gaz extérieur (loi de Henry)

x_i : épaisseur d'oxyde initiale

x_0 : épaisseur d'oxyde formée

$$x_0^2 \sim Bt \text{ pour les temps longs } (t \gg \frac{A^2}{4B}) \quad \text{(I-34)}$$

$$x_0^2 \sim \frac{B}{A}(t + \tau) \text{ pour les temps courts } (t \ll \frac{A^2}{4B}) \quad \text{(I-35)}$$

L'épaisseur de SiC consommée peut être elle-même déterminée en connaissant la stœchiométrie de la réaction d'oxydation **(I-R.1)** **(I-R.2)**. En effet, le nombre de moles de SiC consommé est égal au nombre de moles de silice formée. Connaissant les masses volumiques de la silice (ρ_{SiO_2}) et du SiC (ρ_{SiC}) ainsi que leurs masses molaires (M_{SiO_2} et M_{SiC}), l'épaisseur de SiC consommée (e_{SiC}) s'écrit de la façon suivante **(I-36)**:

$$e_{SiC} = x_0 \cdot \left[\frac{M_{SiC} \rho_{SiO_2}}{M_{SiO_2} \rho_{SiC}} \right] \quad \text{(I-36)}$$

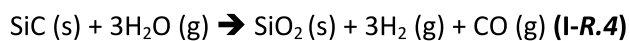
Les cinétiques d'oxydation passive du carbure de silicium sont donc de type parabolique.

Remarques :

- Lorsque la pression d'oxygène est faible, l'oxygène réagit avec le SiC pour former du SiO gazeux ($SiC(s) + O_2(g) \rightarrow SiO(g) + CO(g)$) **(I-R.3)**.

L'oxydation est active car aucune couche d'oxyde n'est formée. Ce type d'oxydation est très pénalisant pour le matériau mais il n'est pas observé sous des pressions atmosphériques.

- En atmosphère humide, le SiC réagit avec H_2O et une couche passivante de silice est également formée [Garitte2007].



A partir de 1200°C, la couche de silice se volatilise car l'eau réagit avec la silice pour former des espèces hydroxydes gazeuses.

ii. Oxydation des fibres SiC (cas des fibres Hi-Nicalon)

L. Avril a étudié la cinétique d'oxydation des fibres Hi-Nicalon [Avril2005]. A de faibles pressions d'oxygène ($P < 10^2$ Pa), l'oxydation des fibres est active et aucune couche d'oxyde n'est formée.

Sous atmosphère sèche à pression atmosphérique, la fibre Hi-Nicalon réagit avec l'oxygène de l'air et une couche de silice passivante se forme lors de la réaction suivante, valable jusqu'à $T = 1773$ K **(I-R.5)**:



Cette couche de silice limite la diffusion de l'oxygène dans la couche d'oxyde qui contrôle la cinétique d'oxydation. Cette couche de silice est amorphe jusqu'à 1573 K et cristallise sous forme de cristobalite vers 1673 K. Au-dessus de 1773 K, la couche de silice fissure et la cinétique d'oxydation dépend du transport de l'oxygène dans les fissures.

L. Avril a déterminé des lois cinétiques d'oxydation parabolique prenant en compte les hypothèses de Deal et Grove (**figure I-26**). Il a déterminé les vitesses de formation d'oxyde SiO_2 (**I-37**) (**I-38**) (**I-39**) :

$$k = 0,19 \cdot 10^{-3} \cdot \exp\left(-\frac{91000}{RT}\right) P_{\text{O}_2}^{0,89} (\mu\text{m}^2 / \text{h}) \text{ à } 1273^\circ\text{K} \quad (\text{I-37})$$

$$k = 1,1 \cdot 10^{-3} \cdot \exp\left(-\frac{91000}{RT}\right) P_{\text{O}_2}^{0,95} (\mu\text{m}^2 / \text{h}) \text{ à } 1473^\circ\text{K} \quad (\text{I-38})$$

$$k = 1,2 \cdot 10^1 \cdot \exp\left(-\frac{91000}{RT}\right) P_{\text{O}_2}^{0,45} (\mu\text{m}^2 / \text{h}) \text{ à } 1673^\circ\text{K} \quad (\text{I-39})$$

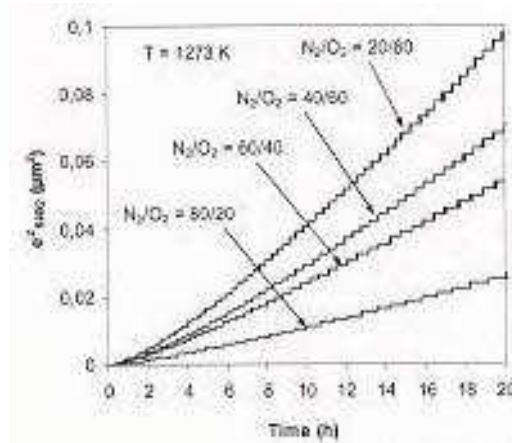


Figure I-26 : Cinétique d'oxydation de la fibre Hi-Nicalon sous air sec à différentes températures [Avril 2005]

L. Avril a également déterminé les cinétiques de formation d'oxyde SiO_2 en atmosphère humide [Avril2005] (**I-40**) (**I-41**) (**I-42**) (**figure I-27**):

$$k = 0,011 \cdot \exp\left(-\frac{95000}{RT}\right) P_{\text{O}_2}^{0,030} P_{\text{H}_2\text{O}}^{1,04} (\mu\text{m}^2 / \text{h}) \text{ à } 1273^\circ\text{K} \quad (\text{I-40})$$

$$k = 0,054 \cdot \exp\left(-\frac{95000}{RT}\right) P_{\text{O}_2}^{0,027} P_{\text{H}_2\text{O}}^{0,74} (\mu\text{m}^2 / \text{h}) \text{ à } 1473^\circ\text{K} \quad (\text{I-41})$$

$$k = 0,074 \cdot \exp\left(-\frac{95000}{RT}\right) P_{\text{O}_2}^{-0,040} P_{\text{H}_2\text{O}}^{0,93} (\mu\text{m}^2 / \text{h}) \text{ à } 1673^\circ\text{K} \quad (\text{I-42})$$

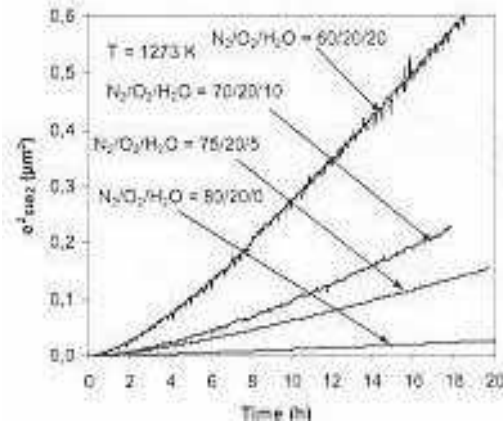
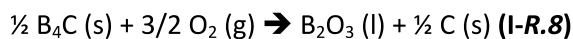
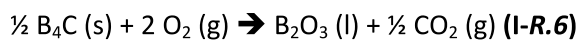


Figure I-27: cinétique d'oxydation de la fibre Hi-Nicalon sous air humide à différentes températures [Avril 2005]

iii. Oxydation du B₄C

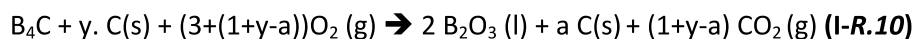
Le B₄C est un des matériaux utilisés dans les CMCs. A haute température (dès 400°C), il forme un verre B₂O₃ lorsqu'il s'oxyde au contact de l'oxygène. Ce verre permet de boucher les fissures et empêche l'arrivée massive d'oxygène au contact des renforts.

Le B₄C réagit dès 400°C avec l'oxygène et les réactions suivantes entrent en jeu [Garitte2007] **(I-R.6) (I-R.7) (I-R.8) (I-R.9)**:



Et B₂O₃ (l) → B₂O₃ (g) **(R.9)**: volatilisation du verre formé

En présence de carbone la réaction suivante a lieu **(I-R.10)**:



La loi cinétique parabolique de consommation de B₄C a été déterminée à des températures supérieures ou égales à 600°C [Garitte2007] **(I-43) (I-44)** :

$$x^2 = k'_p \cdot t \quad \text{(I-43)}$$

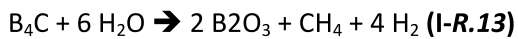
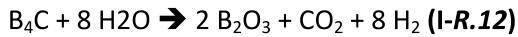
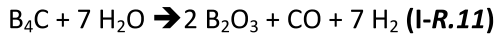
Avec :

$$k'_p (B_4C) = 23053 \exp\left(\frac{-98000}{RT}\right) \cdot P_{O_2}^{0,6} (\mu m^2 / h) \quad (I-44)$$

Où k'_p(B₄C) est la constante cinétique de consommation de B₄C et P_{O₂} est la pression d'oxygène en Pa.

Remarque :

Sous atmosphère humide, Garitte montre deux phénomènes en compétition. Pendant que le B₄C s'oxyde, le verre formé se volatilise ce qui a pour effet de déplacer l'équilibre réactionnel et donc d'augmenter la cinétique d'oxydation de B₄C [Garitte2007]. De plus, l'eau réagit également avec B₄C ce qui contribue aussi à l'augmentation de la cinétique d'oxydation de B₄C. Les réactions sont les suivantes **(I-R.11) (I-R.12) (I-R.13)**:



iv. Oxydation du SiC en présence de B₂O₃

Le verre B₂O₃ qui se forme lors de l'oxydation de B₄C peut interagir avec la silice SiO₂ formée lors de l'oxydation du SiC de la matrice ou des renforts fibreux. Il y a alors compétition entre la formation de silice et sa dissolution par le verre B₂O₃ [Garitte2007]. L'épaisseur de silice totale formée (e_{SiO₂ tot}) est l'addition de l'épaisseur de silice dissoute (e_{SiO₂ dis}) avec l'épaisseur de silice formée restante (e_{SiO₂ res}) **(I-45)**.

$$e_{SiO_2 \text{ tot}} = e_{SiO_2 \text{ dis}} + e_{SiO_2 \text{ res}} \text{ (I-45)}$$

La cinétique de formation de silice est donc la suivante [Garitte2007] **(I-46)**:

$$(e_{SiO_2 \text{ tot}})^2 = \left(\frac{\sqrt{k_d} + \sqrt{k_d + 4k'_p}}{2} \right)^2 \cdot t = K \cdot t \text{ (I-46)}$$

Avec k_d la constante de dissolution de la silice par le verre B₂O₃ et k_p la constante de formation de la silice. Le **tableau I-6** donne des valeurs de k_d et k_p en fonction de la température sous P_{O₂} = 13000 Pa. Ces valeurs sont comparées aux valeurs de k_p lorsque les fibres sont seules en présence d'O₂.

	T (°C)	600	700	800	900	1000
fibres	k _p (mg ² /cm ⁴ .h)		7,93E-09	5,27E-08	2,07E-07	8,84E-07
	k' _p (SiO ₂) (µm ² /h)		2,12E-06	1,59E-05	6,49E-05	3,16E-04
	k' _p (SiC) (µm ² /h)		8,57E-09	8,65E-08	4,12E-07	1,54E-06
fibres + B ₂ O ₃	k _p (mg ² /cm ⁴ .h)	2,93E-05	1,00E-04	3,76E-04	4,08E-04	
	k' _p (SiO ₂) (µm ² /h)	5,52E-04	1,90E-03	7,10E-03	7,70E-03	
	k' _p (SiC) (µm ² /h)	2,25E-04	7,70E-04	2,90E-03	3,10E-03	
	k _d (SiO ₂) (µm ² /h)	5,51E-04	1,88E-03	6,63E-04	7,45E-03	

Tableau I-6: constantes cinétiques paraboliques en oxydation en masse globale ou de consommation du SiC ou de formation de SiO₂ sous 13 kPa d'O₂ en présence de B₂O₃ ou non [Garitte2007]

Au final, dans un composite composé de SiC et de B₄C, l'oxydation de B₄C entraîne la dissolution d'une partie de la silice formée par l'oxydation du SiC, ce qui a pour effet d'augmenter sa cinétique d'oxydation.

– Oxydation du carbone

L'oxydation du carbone a été étudiée par Ian W. Smith [Smith1977]. Il a établi la loi d'Arrhenius suivante donnant la vitesse d'oxydation moyenne ρ_i de tous les types de carbone qu'il a étudiés (I-47):

$$\rho_i = 3050 \cdot \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \text{ en } \text{kg} / \text{m}^2 / \text{s} \quad (\text{I} - 47)$$

Avec E_a l'énergie d'activation de la réaction du carbone avec l'oxygène.

$E_a = 179,4$ kJ/ mol pour des carbones poreux

$E_a = 250$ kJ/ mol pour des carbones non poreux

La **figure I-28** montre les mesures de la vitesse d'oxydation ρ_i à diverses températures bien représentées par l'équation I-47. **Les tableaux I-7 et I-8** donnent quant à eux les énergies d'activation des différents types de carbone étudiés.

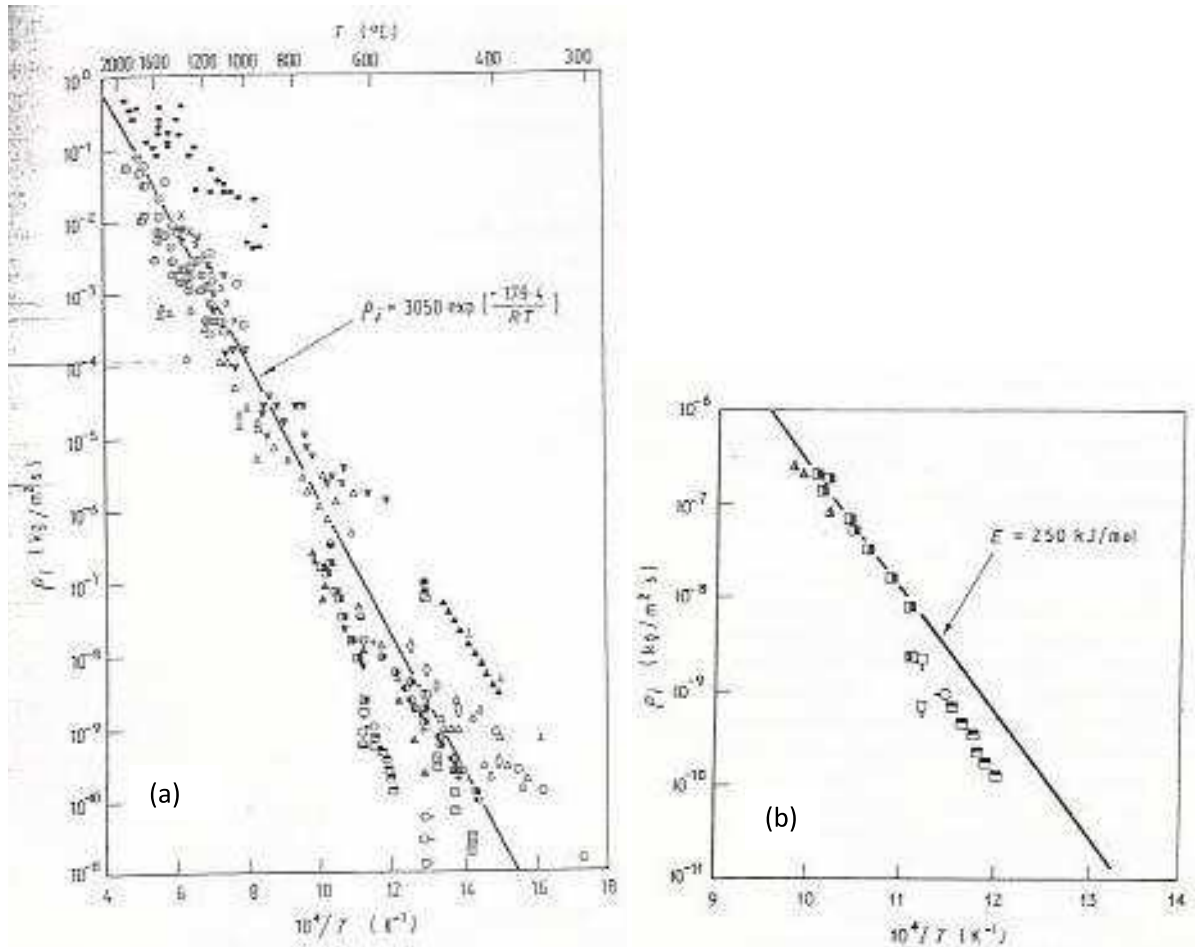


Figure I-28: cinétique moyenne d'oxydation ρ_i de différents carbones poreux (a) et de carbones denses (b) [Smith1977] en fonction de la température.

The intrinsic reactivity of carbons to oxygen: I. W. Smith

Table 1 Data on porous carbons

Reference	Carbon type	Temperature (K)	Oxygen pressure (kPa)	Particle size*, γ (mm)	Pore surface, A_p (10^3 m ² /kg)	Activation energy, E (kJ/mol)	Order, n	
							Experimental	Assumed
5		1227-2196	15-20	1.3×10^{-2} to 7×10^{-4}	0.96-1.4	113	-	1
(a) 6	Petroleum coke	676-752	51	0.15	2.0	195	0.6	-
6		773	21	1.2×10^{-1}	0.85	-	-	0.5
2	Brown-coal char	634-1788	10-20	4×10^{-3} to 1.5×10^{-2}	337-1346	138	0	-
7	Light coal char	573-673	10-61	0.21	550	-	-	0.5
5		1293-2304	15-20	7×10^{-3} to 1.2×10^{-2}	242-433	151	-	1
8	Anthracite	773	21	2.1×10^{-1}	150	100	-	0.5
1	Semi-anthracite	1389-2157	10-20	7×10^{-3} to 1.3×10^{-2}	20-400	167	1	-
5, 9		Bituminous-coal char	845-1665	20	6×10^{-3} to 1.2×10^{-1}	145-481	134	-
6	Metallurgical coke	773	21	0.12	-	-	-	0.5
10	Soot	1315-1650	4-12	7×10^{-6}	112	163	1	-
6	Pitch coke	773	21	0.12	-	-	-	0.5
11	Pitch resin	673-798	21	9.2×10^{-2}	50-370	163	-	0.5
12	Nuclear graphite	708-758	10-20	21	0.2	188	0.6	-
13		848-898	17	21	0.2	-	0.65	-
14	Cracker carbon (uncatalysed)	893	21	1.15	0.44	-	-	0.5
15		723-873	21	6.7×10^{-6}	2000	159	-	0.5
15	Cracker carbon (catalysed)	623-723	21	6.7×10^{-6}	2000	159	-	0.5
(a)16	AGKSP graphite	905-995	4.6-9	1.5	0.9	265	0.28	-
(b)16		990-1015	10	1.5	1.0	243	0.3	-
17		877-976	10	2.4	0.16	163	1	-
18	ALUF	699-851	10	0.23	0.88	155	1	-
19	SPI	898	13	0.4	1.7	222	0.6	-
19	SPI (boron doped)	898	13	0.4	2.7	222-193	0.6	-
20	SPI	834-889	21	1.7×10^{-3}	2.35	289	0.5	-
21	Spectroscopic graphite	894-803	101	1.6	0.86	175	0.6	-
22		793-923	7.1-27	2.5	2.5	209	1	-
(a) 20	Graphon	773-873	3.0-27	1.7×10^{-2}	80	-	0.7	-
20		773	33	-	110	205	0.54	-
14	Purified carbons	893	21	-	-	247-281	-	0.5
20	Sterling FT	873	33	-	11.8	230	0.5	-
23	Graphite NC	928	21	0.30	0.8	-	-	0.5
23	Graphite AFC4	892	21	1.19	0.86	-	-	0.5

* γ = particle volume/particle external area (Aris, *R. Chem. Engng Sci.* 1957, 6, 262)
 (a) Tyler (personal communication, 1974); (b) Wouterlood (personal communication, 1969)

Table 2 Data on 'non-porous' carbons

Reference	Material	Temperature (K)	Oxygen pressure (kPa)	Activation energy, E (kJ/mol)	Order, n	
					Experimental	Assumed
35	Diamond (111 face)	877-980	101	230	0	-
35	Diamond (100 face)	877-1026	101	230	-	-
36	Diamond dust	723-873	1-39	167	1	-
37	Pyrolytic graphite	1042-1104	21	180	-	1
14	Pyrolytic graphite	1333-2000	20-33	-	-	1
14	Pyrolytic graphite	1473-2674	21	-	-	1
38	Pyrolytic graphite	887-1273	21	155	0.5	-
39	Pyrolytic graphite	887-1273	21	180	-	0.5
39	Pyrolytic graphite	952-1054	21	180	-	0.5
40	Pyrolytic graphite - basal plane	985-1235	21	113-201	-	0.5
41	Pyrolytic graphite - edge face	882-1214	21	~147	-	0.5
42	Pyrolytic graphite - edge face	971-1075	2.6	197	0.6	-
40	Pyrolytic graphite - edge face	985-1235	21	109-142	-	0.5
39	Vitreous carbon	873-1036	21	234	-	0.5
25	Soot	1315-1650	4-12	163	1	-
35	Soot	1190	12-21	-	~1	-
15	Soot	1515-3850	5-50	-	~1	-

Tableaux I-7 et I-8 : énergies d'activation de la réaction de l'oxygène sur différents types de carbones : bibliographie réalisée par I. W. Smith [Smith1977]

Les valeurs d'énergie d'activation réactionnelles du carbone avec l'oxygène sont sensiblement les mêmes que celles calculées par Naslain [Naslain2004]. En faisant l'étude de l'oxydation de fibres de carbone et de l'interphase de pyrocarbone, il calcule une valeur $E_a = 185 - 195$ kJ/mol.

v. Influence de l'oxydation sur le comportement mécanique des CMCs

- Dégradation des propriétés

Y. Gogotsi et E. Lara Curzio ont observé le rôle néfaste de la formation de silice à la surface de fibres SiC. Ils constatent une chute de la contrainte de rupture des fibres et une chute de la durée de vie en fatigue statique. Ils attribuent ce phénomène à une augmentation de la criticité des défauts de surface suite à l'oxydation des fibres [Gogotsi1994], [Lara Curzio1998]. Gogotsi découvre ce phénomène expérimentalement aux températures inférieures à 850°C et Lara-Curzio a modélisé l'impact de la formation d'oxyde et de la consommation de la fibre sur la chute de la contrainte de rupture. T. Shimoo montre qu'un traitement thermique au-dessus de 1400°C provoque la coalescence de grains de SiC β provoquant la chute de la contrainte de rupture mais il n'attribue pas ce phénomène à la formation d'oxyde [Shimoo2003].

J. Martinez-Fernandez remarque lors d'essais de fatigue sur minicomposites SiC-SiC à haute température que la durée de vie sous air est plus grande à 1200°C qu'à 900°C. Il attribue ce phénomène à la formation de silice qui crée des pontages entre la matrice et les fibres. A 900°C, la silice a des propriétés mécaniques plus élevées qu'à 1200°C, ce qui entraîne des pontages plus pénalisants puisqu'ils entraînent l'apparition de concentrations de contraintes dans le minicomposite entraînant sa rupture prématurée [Martinez-Fernandez2000].

- Protection par oxydation aux températures supérieures ou égales à 1000°C

R. Naslain montre l'effet protecteur de la couche de silice formée dans les fissures matricielles et le met en valeur en explicitant les scénarii d'oxydation d'un composite C/SiC [Naslain2004].

La **figure I-29** montre le scénario d'endommagement dans un composite C/PyC/SiC. Les phénomènes d'oxydation sont hiérarchisés comme suit :

Etape i : diffusion de l'oxygène suivant la microfissure

Etape ii : diffusion de l'oxygène dans les pores créés par l'oxydation des phases carbonées

Etape iii : diffusion de l'oxygène jusqu'aux sites réactionnels à la surface des fibres de carbone

Etape iv : réaction à la surface des fibres

Etape v : Croissance d'une couche de silice dans la microfissure.

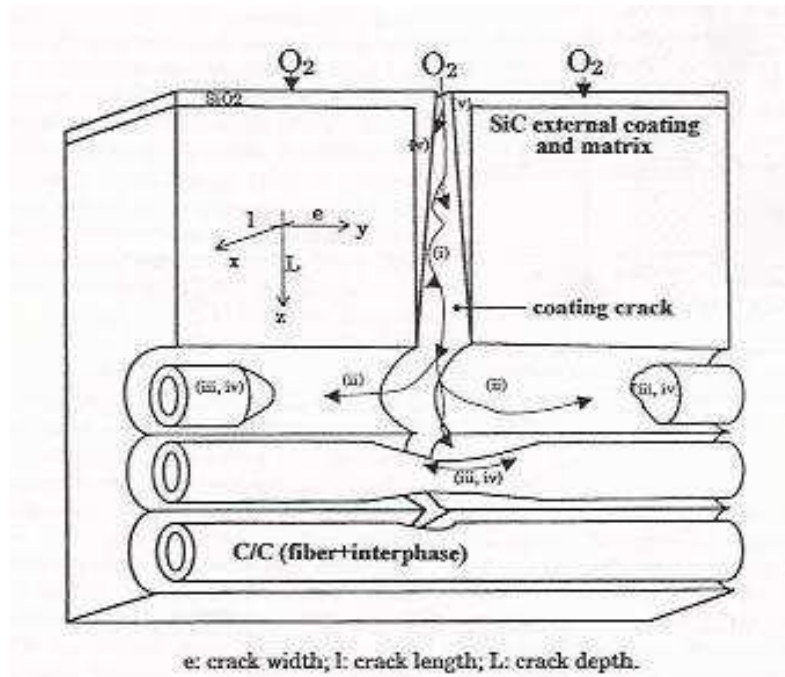


Figure I-29: mécanisme d'oxydation pour un composite 2D-C (T300)/PyC/SiC [Naslain 2004]

Aux faibles températures ($T < 1000^\circ\text{C}$), l'oxygène pénètre dans la fissure (Etape i) sans réagir avec la matrice SiC (ou très faiblement). Le flux d'oxygène gazeux arrive totalement au niveau des phases carbonées (étapes ii, iii, iv) : l'oxydation est active : il ne se forme pas d'oxyde solide et les espèces formées CO, CO₂ sont gazeuses : une importante perte de masse est observée.

Aux températures élevées ($T \geq 1000^\circ\text{C}$), l'oxygène arrive à la fissure et réagit avec le SiC matriciel pour former une couche d'oxyde (SiO₂). A cause de la silice formée, la microfissure devient de plus en plus étroite jusqu'à se boucher complètement. Le flux d'oxygène devient faible car la diffusion de l'oxygène se fait dans une phase solide. La réaction avec la phase carbonée se limite aux fibres à l'extrême surface du composite. L'oxydation est dite passive car une couche d'oxyde solide (SiO₂) est formée dans les fissures et à la surface de la matrice SiC : aucune perte de masse n'est observée et une augmentation de la masse du composite peut se produire si l'oxydation des fibres C est faible et si la formation de silice est importante.

Aux hautes températures, un composite C/PyC/SiC se dégrade moins rapidement qu'aux températures intermédiaires (800°C-1000°C) du fait de la formation de silice protectrice dans les fissures matricielles.

c. Le fluage

i. Mécanismes

Le mécanisme de fluage se caractérise par une déformation permanente en fonction du temps et est thermiquement activé. Dans la plupart des matériaux, le mécanisme de fluage se distingue par 3 domaines (**figure I-30**):

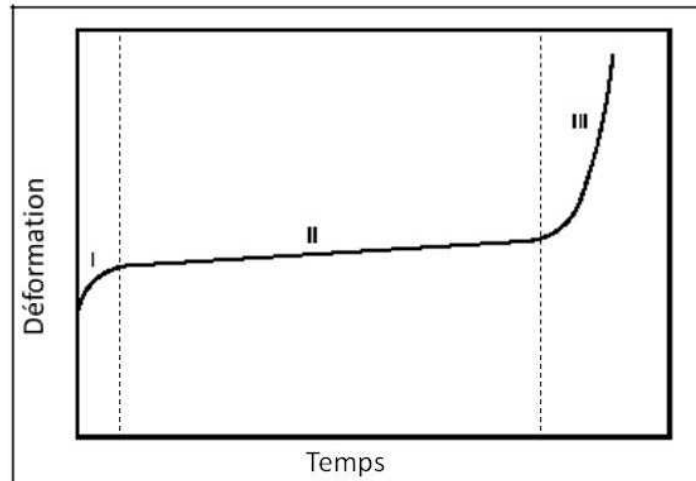


Figure I-30 : évolution de la déformation en fonction du temps lors du mécanisme de fluage

- Dans un premier temps (**Figure I-31, domaine I**), la vitesse de déformation croît fortement mais elle diminue au cours du temps jusqu'à stabilisation : c'est le fluage primaire. La déformation est réversible et elle est due généralement à des phénomènes de viscoélasticité. Différents formalismes sont utilisés pour le décrire mais la loi de Sherby-Dorn est la plus souvent utilisée (**I-48**) [Sherby1956]:

$$\dot{\varepsilon} = B \sigma^c t^p \exp\left(\frac{-Q}{R.T}\right) \quad (I - 48)$$

- Dans un deuxième temps (**figure I-31, domaine II**), la vitesse de déformation se stabilise et devient constante en fonction du temps. C'est le fluage stationnaire. Il traduit généralement un glissement des grains avec accommodation du glissement par diffusion aux joints de grains et/ou une croissance des grains avec parfois coalescence de ceux-ci. La déformation est irréversible. Le formalisme de Dorn est le plus couramment utilisé pour décrire ce phénomène (**I-49**) [Dorn1954] [Dorn1956]:

$$\dot{\varepsilon} = B \sigma^c \exp\left(\frac{-Q}{R.T}\right) \quad (I - 49)$$

- Enfin, lorsque le matériau est très endommagé (phénomènes de cavitation), la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture ultime. C'est le fluage tertiaire (**figure I-31, domaine III**).

Concernant les lois de Dorn et de Sherby-Dorn, **c** est le coefficient de contrainte, **p** le coefficient de fluage primaire, **Q** le terme énergétique d'activation du fluage, **σ** la contrainte appliquée et **T** la température.

Pour les matériaux céramiques, le fluage tertiaire est très rarement observé à part pour les faibles contraintes [Zhu1997]. Pour des contraintes élevées ou modérées, les céramiques rompent généralement dans le domaine de fluage stationnaire (**figure I-31**). Pour des contraintes appliquées faibles, Bodet observe une densification des fibres Hi-Nicalon précédant le fluage primaire lors

d'essais de fluage sous atmosphère neutre : la fibre se contracte puis s'allonge [Bodet1995] (*figure I-32*).

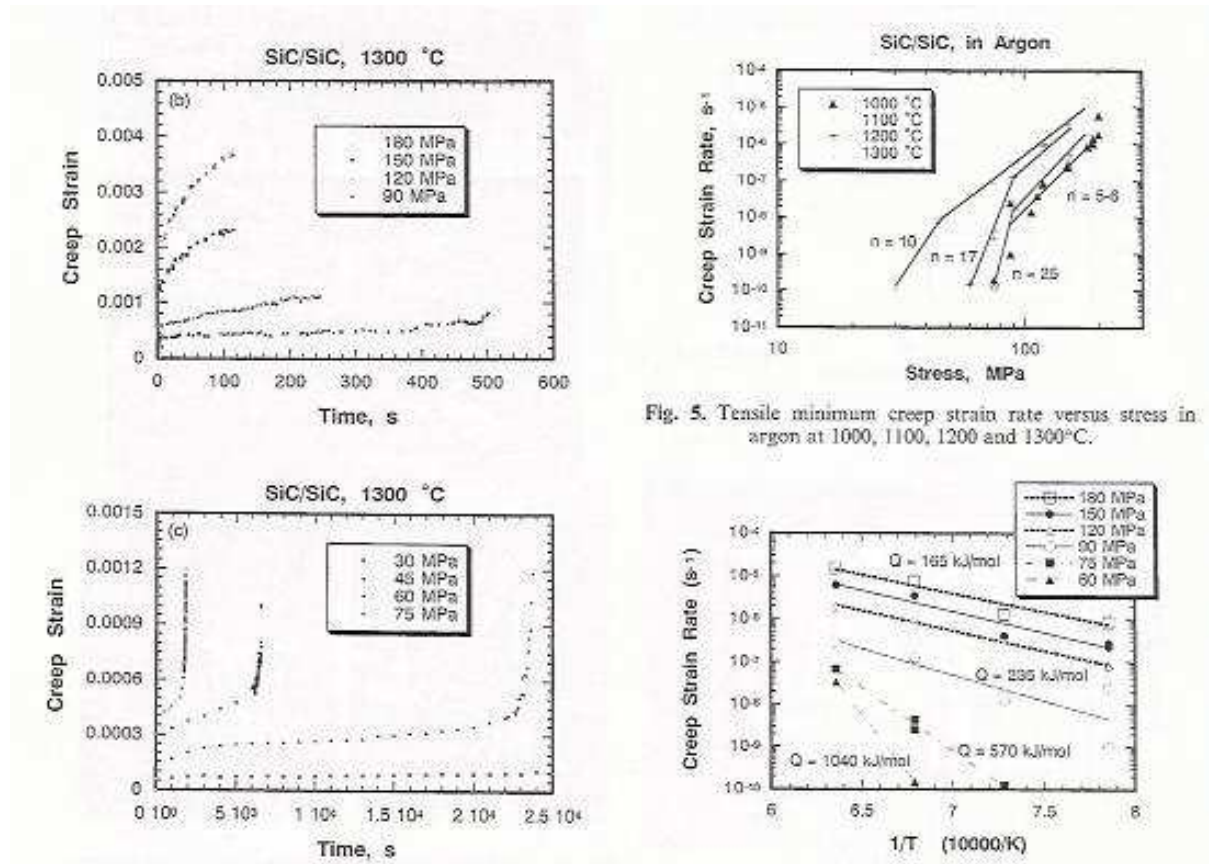


Fig. 5. Tensile minimum creep strain rate versus stress in argon at 1000, 1100, 1200 and 1300°C.

Figure I-31: Fluage de composites SiC-SiC sous atmosphère neutre et pour différentes contraintes de chargement [Zhu1997]

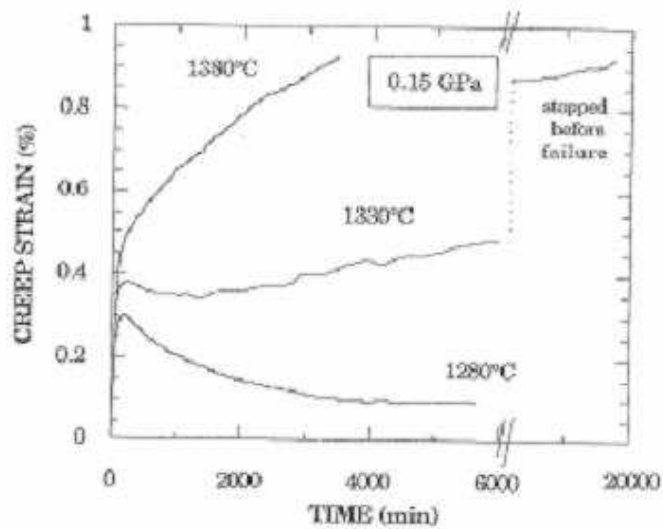


Figure I-32: Fluage de la fibre Hi-Nicalon sous atmosphère neutre pour différentes contraintes de chargement [Bodet1995]

Le phénomène de fluage des fibres en carbure de silicium a été étudié par de nombreux auteurs. Plusieurs auteurs démontrent que le fluage des fibres est causé par le glissement des grains de SiC β . Pour les fibres riches en phase Si-C-O aux joints de grain (fibres type Nicalon), le fluage primaire intervient vers 1000°C par glissement visqueux des grains de SiC β suite à la viscoplasticité de la phase Si-C-O à cette température [Chollon1997] [Bodet1995]

Pour les fibres pauvres en oxygène mais riches en carbone libre, le fluage secondaire est aussi causé par le glissement des grains de SiC β mais cette fois-ci il est provoqué par la réorganisation du carbone libre aux joints de grain : ce type de fluage intergranulaire s'accompagne de la diffusion du carbone et d'impuretés [Chollon 1997]. Chollon observe sur les fibres Hi-Nicalon deux mécanismes de fluage différents qui interviennent dans deux domaines de température distincts. A l'aide de l'équation de Dorn, il identifie deux processus suivant la température d'essai de fluage [Chollon1997]. En dessous de 1250°C, le mécanisme de fluage stationnaire se caractérise par la réorganisation du carbone aux joints de grain, responsable de la plasticité de la fibre Hi-Nicalon. Ce phénomène est thermiquement activé et son énergie d'activation vaut 220 kJ/mol (**figure I-33**).

À partir de de 1250°C, le glissement des grains de SiC β s'accompagne de mécanismes de diffusion d'espèces (Si, C) dans les grains de SiC β et les joints de grain. Ce type de glissement est de type Rachinger (pas de déformation des grains ni de phase vitreuse). Ce deuxième mécanisme de fluage est aussi thermiquement activé et son énergie d'activation vaut 680 kJ/mol (**figure I-33**).

Les travaux de G. Chollon ont été en partie remis en question par C. Sauder [Sauder2008]: C. Sauder a réalisé des essais de fluage à 1200°C sur monofilaments Hi-Nicalon (**figure I-34**) et il démontre que la durée du fluage primaire est supérieure à 140 heures et que le domaine de fluage stationnaire n'est pas atteint. Le mécanisme de fluage primaire de la fibre Hi-Nicalon est attribué à la déformation viscoélastique du carbone libre aux joints de grain. C. Sauder n'a jamais observé le fluage tertiaire sur ce type de fibres.

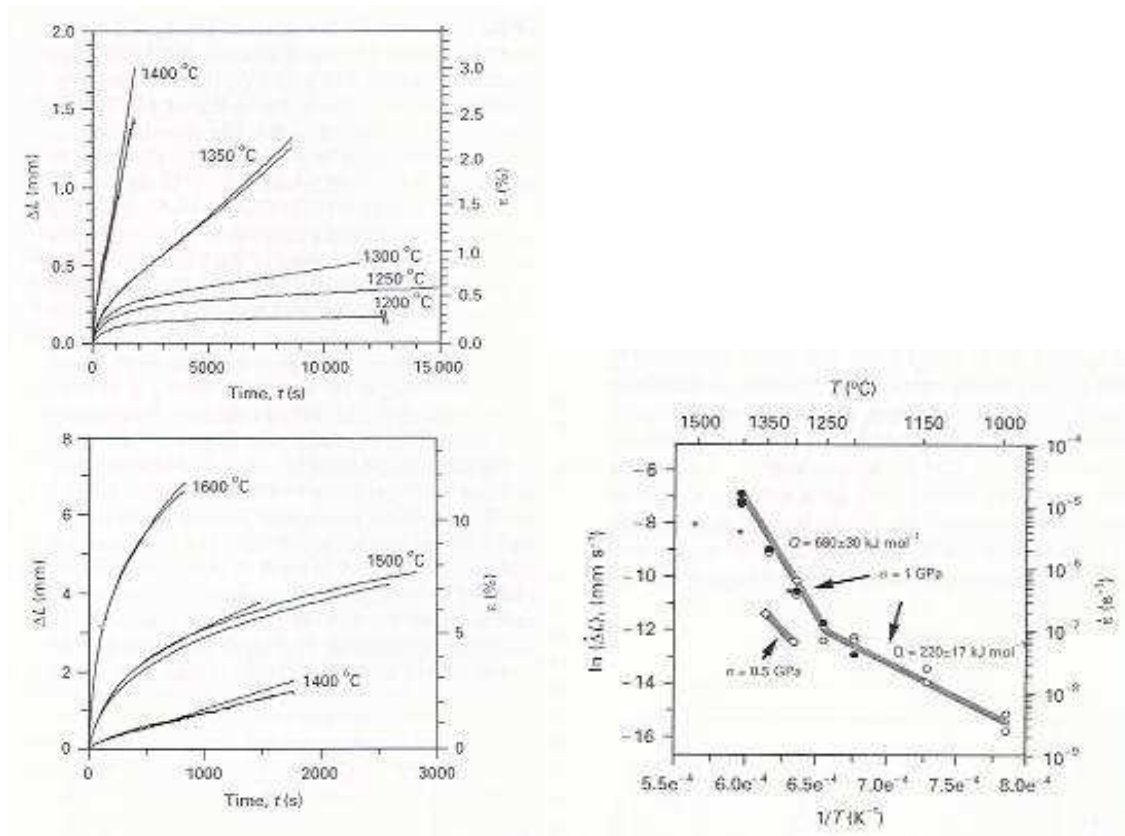


Figure I-33: fluage à différentes températures contrôlé par des mécanismes différents [Chollon1997]

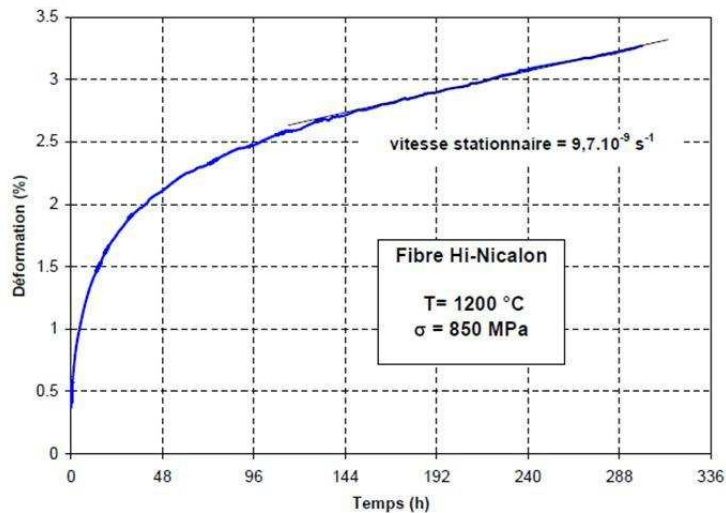


Figure I-34 : fluage de la fibre Hi-Nicalon à 1200°C, 850 MPa sous atmosphère neutre

A haute température, des chutes de propriétés des fibres céramiques sont observées. Sha a étudié le fluage des fibres Hi-Nicalon et il explique qu'à partir de 1100°C-1200°C les grains de SiC β croissent par coalescence des nanocristaux. Il met ainsi en évidence une chute de la contrainte de rupture de la fibre Hi-Nicalon. Il observe également des croissances de défauts et l'apparition de cavités à cause de la différence des coefficients de dilatation entre le carbone libre et les grains de

SiC β [Sha2004]. Ce phénomène est confirmé par M. Berger qui observe aussi une chute de la contrainte de rupture des fibres Hi-Nicalon lorsque la température dépasse 1200°C (*figure I-35*) [Berger1999]

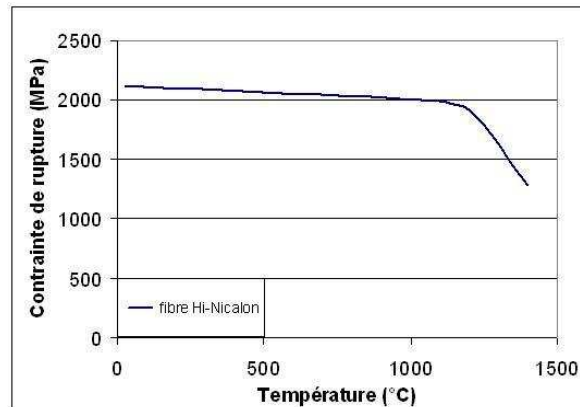


Figure I-35: évolution de la contrainte de rupture des fibres Hi-Nicalon en fonction de la température [Berger1999]

Au bilan, le fluage secondaire est causé par la viscoplasticité de la phase Si-C-O pour les fibres riches en oxygène type Nicalon et par la réorganisation du carbone libre aux joints de grain pour les fibres riches en carbone et pauvres en oxygène type Hi-Nicalon. Le *tableau I-8* résume les mécanismes de fluage pour différentes fibres céramiques renforçant les CMCs [Sauder2007], le *tableau I-9* donne les paramètres de Dorn de la fibre Hi-Nicalon pour des essais de fluage réalisés au-dessus de 1200°C sous air ou atmosphère neutre.

	Hi-Nicalon	Hi-Nicalon S	Tyranno SA3
Taille des grains de SiC (nm) (diffraction rayons X) [Sauder2007]	5-10	20	60 - 70
Composition chimique (% at)			
Si [Sauder2007]	41,3	48,1	46,0
C [Sauder2007]	58,5	51,5	53,6
O [Sauder2007]	0,2	0,3	0,2
Al [Sauder2007]	-	-	0,2
C/Si [Sauder2007]	1,41	1,07	1,16 (surface) 1,52 (Coeur)
Mécanismes de fluage [Sauder2007]	<p>Fluage primaire important car grande quantité de carbone aux joints de grain : mécanisme réversible de glissement aux joints de grains par glissement de plans de graphène.</p> <p>Fluage secondaire intergranulaire de type Rachinger (sans élongation des grains et sans phase vitreuse)</p> <p>Fluage tertiaire : volatilisation du silicium</p>	<p>Fluage primaire présent mais moins important que pour la fibre Hi-Nicalon</p> <p>Fluage secondaire intergranulaire de type Rachinger (sans élongation des grains et sans phase vitreuse) accommodé par la diffusion en volume de C ou Si</p> <p>Fluage tertiaire : volatilisation du silicium</p>	<p>Fluage primaire présent mais moins important que pour la fibre Hi-Nicalon</p> <p>Fluage secondaire intergranulaire de type Rachinger (sans élongation des grains et sans phase vitreuse) accommodé par la diffusion aux joints de grains de C, Si ou Al</p> <p>Fluage tertiaire : volatilisation du silicium</p>

Tableau I-8 : Mécanismes de fluage pour différentes fibres céramiques [Sauder2007]

atmosphère	n	Ea (kJ/mol)
Air sec	1,8-2 [Narisawa2001] [Sauder 2007]	190-200 [Narisawa2001] [Sauder 2007]
Argon	1,5-2 [Narisawa2001] 1,96-3,04 [Bodet1995]	155-160 [Narisawa2001] 344-423 [Bodet1995]

Tableau I-9 : valeurs des paramètres de Dorn pour la fibre Hi-Nicalon [Bodet1995] [Narisawa2001] [Sauder 2007]

ii. Durée de vie en fluage

J. A. Di Carlo et C.H. Henager démontrent lors d'essais de fatigue statique entre 1200°C et 1400°C que le mécanisme de fluage peut être responsable de l'avancée de fissures dans les fibres céramiques et les céramiques monolithiques [Di Carlo2004].

J.A. Di Carlo illustre ce phénomène en traçant le diagramme de Monkman-Grant pour différents types de fibres (**figure I-36**). Cette représentation relie la durée de vie t à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ en fluage stationnaire (**I-50**).

$$t = \frac{C_{ste}}{\dot{\epsilon}^m} \quad (I-50)$$

Avec m et C_{ste} des constantes spécifiques au matériau considéré.

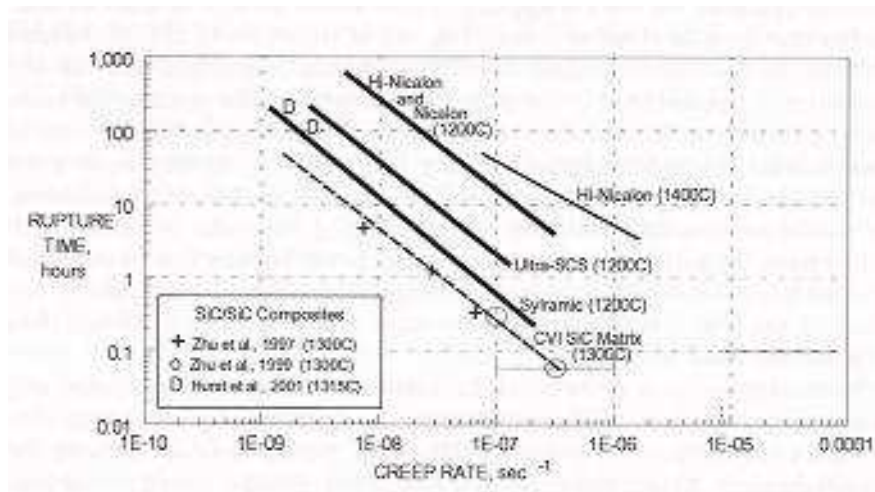


Figure I-36 : diagramme de Monkman-Grant de différentes fibres céramiques [Di carlo2004]

J. A. Di Carlo a aussi comparé les mécanismes de fluage en température sous air (**figure I-37**) et en atmosphère neutre [Di Carlo2004]. Le fluage sous air de fibres céramiques conduit à des durées de vie plus importantes. Sous atmosphère neutre et lors des essais de fluage, il constate une déformation plus importante que sous air sec. G. Chollon observe aussi ce phénomène [Chollon 1997]. Il attribue ce phénomène à la formation d'une couche de silice passivante qui limite la volatilisation d'espèces comme le silicium et le carbone et qui améliore la durée de vie du matériau en fatigue statique à haute température sous air.

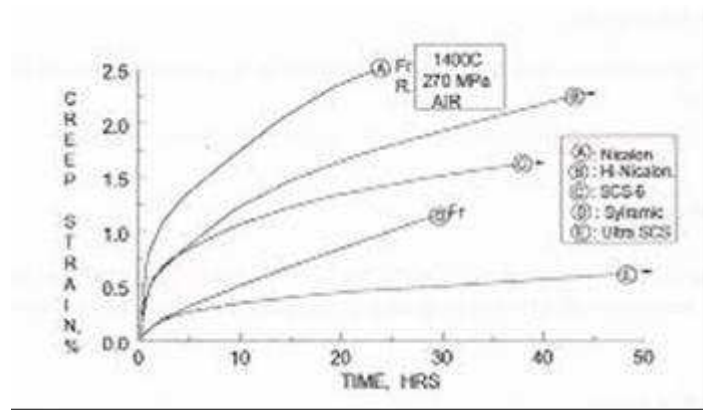


Figure I-37 : fluage sous air de différentes fibres céramiques [Di carlo2004]

- iii. Exemple de modélisation du phénomène de fluage sous atmosphère neutre de composites SiC/SiC unidirectionnels [Rugg1999].

Rugg a modélisé le comportement de composites unidirectionnels SiC/SiC à interphase de pyrocarbone contenant une seule fibre de type Hi-Nicalon (microcomposite) [Rugg1999]. A partir d'essais de fluage à 1200°C, 1300°C et 1400°C sous des contraintes de 100 MPa et 450 MPa, il a modélisé le comportement en fluage de composites fissurés et non fissurés. A 1300°C le fluage du composite est moins important que celui de la fibre seule car la matrice flue moins que la fibre. La modélisation de Rugg s'appuie sur les hypothèses suivantes :

- la contrainte sur fibre est égale à : $\sigma_f = \frac{\sigma_c}{V_f}$ (I-51) avec σ_c la contrainte appliqué sur le composite et V_f la fraction volumique de la fibre dans le composite.
- Pas de contraintes résiduelles
- Les contraintes évoluent en fonction des différences de comportement en fluage des différents matériaux.
- Les déformations dans l'axe de sollicitation sont les mêmes dans les différents constituants du composite.

Pour les composites non fissurés, la déformation totale de la fibre et de la matrice peut s'écrire (I-52):

$$\varepsilon_{f,m} = \underbrace{\frac{\sigma}{E}}_{\text{Composante élastique}} + \underbrace{A \cdot \sigma^{n_{f,m}} \cdot t^{p_{f,m}}}_{\text{Composante du fluage}} e^{-\frac{Q_{f,m}}{RT}} \quad (I-52)$$

Compte tenu de l'égalité (I-53), Rugg calcule la dérivée de la contrainte σ_f pour connaître son évolution en fonction du temps (I-54) et la déformation ε pour chaque itération Δt (I-55).

$$\varepsilon_{\text{composite}} = \varepsilon_{\text{matrice}} = \varepsilon_{\text{fibre}} \quad (I-53)$$

$$\dot{\sigma}_f = -\frac{V_m E_f E_m}{V_f E_f + V_m E_m} \left[A_m \left(\frac{\sigma - V_f \sigma_f}{V_m} \right) t^{p_m} \exp\left(\frac{-Q_m}{RT}\right) - A_f \sigma_f^{m_f} t^{p_f} \exp\left(\frac{-Q_f}{RT}\right) \right] \quad (I-54)$$

$$et \quad \varepsilon(t + \Delta t) = \varepsilon(t) + \left(\frac{\dot{\sigma}_f}{E_f} + A_f p_f \sigma_f^{m_f} t^{p_f-1} \right) \quad (I-55)$$

Avec :

$V_{m,f}$: fraction volumique de la matrice ou des fibres

$E_{f,m}$: module d'élasticité des fibres ou de la matrice

$A_{f,m}$: constante de la loi de fluage

n : exposant de contrainte en fluage

p : exposant du temps en fluage

Q : énergie d'activation du phénomène de fluage

Le calcul est itératif avec pas d'itération Δt

Dans le cas de minicomposites fissurés, il existe des décohésions entre les fibres et la matrice. La contrainte appliquée varie en fonction de l'emplacement dans le composite (**figure I-38**) :

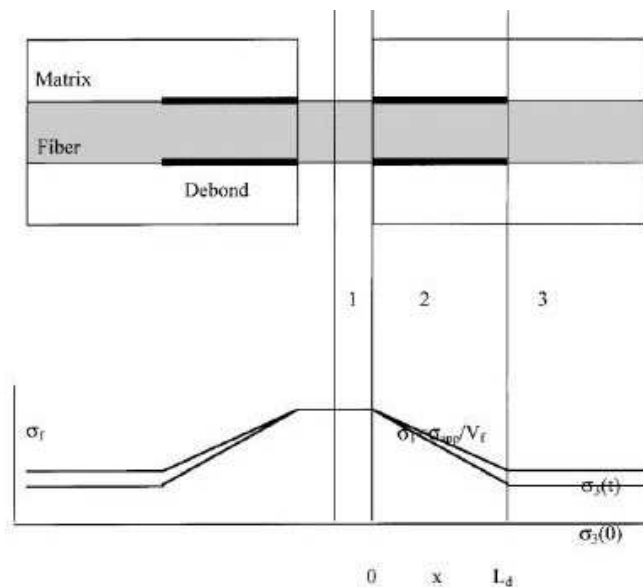


Figure I-38: Schéma d'un microcomposite au niveau d'une fissure matricielle montrant le champ de contrainte dans la fibre au niveau de la fissure [Rugg1999]

- Au niveau de la fissure, la fibre est complètement désolidarisée de la matrice $\sigma_1 = \sigma_{composite}/V_f$ **(I-56)**
- Au niveau de la décohésion, la contrainte dépend du transfert de charge entre la fibre et la matrice caractérisée par la contrainte de cisaillement interfacial τ **(I-57)**:

$$\sigma_2(x,t) = \frac{2\tau}{R}(x - L_d) + \sigma_3(t) = \frac{2\tau}{R}x + \sigma_1 \quad (I-57)$$

- Dans le composite intact (aucune décohésion), la contrainte appliquée est celle appliquée sur le minicomposite : $\sigma_3 = \sigma_{\text{composite}}$ (I-58)

La déformation totale est alors l'addition des déformations dans chaque zone (loi des séries) (I-59):

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_1(t) \frac{L_1}{L} + \varepsilon_2(t) \frac{L_2}{L} + \varepsilon_3(t) \frac{L_3}{L} \quad (I-59)$$

Avec ε_i la déformation en fluage de chaque zone i .

Rugg a alors modélisé le comportement en fluage du composite unidirectionnel pré-fissuré. Son modèle est complètement décrit dans [Rugg1999] (figure I-39)

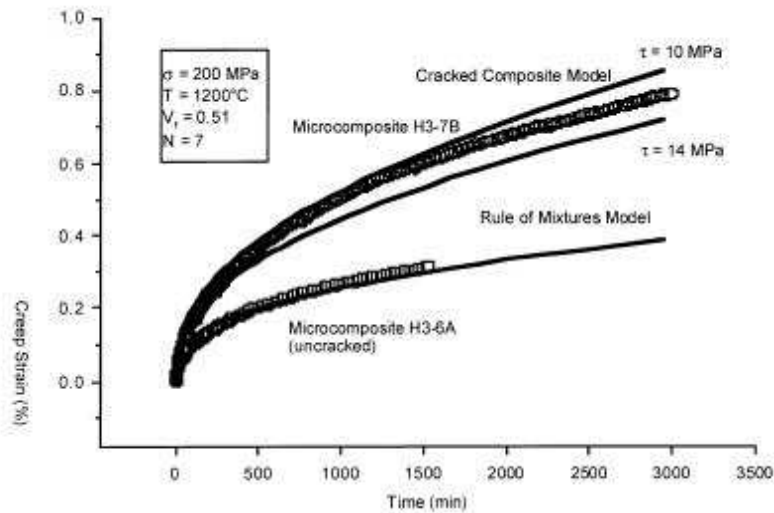


Figure I-39: fluage d'un microcomposite base fibre Hi-Nicalon à 1200°C sous 200 MPa dans le cas d'une matrice fissurée ou dans le cas d'une matrice non fissurée.

Conclusions

- *Les fibres contrôlent la rupture et le comportement du composite à température ambiante et aux hautes températures en présence d'endommagement de la matrice.*
- *La matrice permet de protéger les renforts de l'environnement oxydant.*
- *Le comportement des fibres et des fils a été peu étudié en fatigue statique sous air aux très hautes températures.*
- *Il intervient des phénomènes chimiques qui conduisent à la formation d'oxyde (l'oxydation du SiC produit SiO_2) et qui peuvent être à l'origine de la disparition d'une phase (carbone intergranulaire).*
- *La formation de la couche d'oxyde sur les fibres ralentit l'arrivée de l'oxygène.*
- *Les phénomènes chimiques sont à l'origine de l'avancée de fissure entre 500°C et 800°C mais aucune étude ne permet de confirmer que l'origine de la rupture différée des composites thermostructuraux aux plus hautes températures est provoquée par les mêmes phénomènes. Les chapitres suivants étudient la durée de vie des CMC's sous air à différentes échelles :*
 - *fils : l'étude de la durée de vie des renforts sous air aux très hautes températures est primordiale pour comprendre le comportement global du composite.*
 - *composites unidirectionnels Hi-Nicalon/Type PyC/SiC : l'influence de la matrice et de l'interphase sur la durée de vie des renforts Hi-Nicalon est étudiée afin de mieux comprendre les mécanismes de rupture à l'échelle du composite.*

- *composites unidirectionnels Hi-Nicalon/Type PyC/ B₄C : l'influence d'une matrice autocicatrisante à haute température sur la durée de vie des renforts Hi-Nicalon est étudiée à très haute température.*

A chaque échelle, des essais mécaniques à température ambiante, des diagrammes d'endurance à très haute température sous air et des caractérisations des faciès de rupture sont réalisées. Pour les fils Hi-Nicalon, une analyse statistique de la durée de vie et l'étude du comportement résiduel après oxydation à très haute température sont réalisées.

CHAPITRE II : ETUDE DES FILS HI-NICALON.....	56
1. Essais, procédure expérimentale	57
a. Traction monotone à température ambiante.....	57
b. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	59
c. Comportement en traction résiduelle	63
2. Caractérisation.....	64
a. Etude de la fractographie au MEB	64
b. Etude de la surface des fibres après essai de fatigue statique au MEB	64
3. Résultats et discussion	64
a. Caractérisation d'un fil Hi-Nicalon en traction monotone à température ambiante	64
i. Détermination des caractéristiques mécaniques et statistiques	64
ii. Etude fractographique.....	67
b. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	69
i. Courbes d'endurance à 900°C, 1000°C, 1200°C en mors chauds (température uniforme)	69
ii. Essais de fatigue statique sous air à 1000°C en mors froids (gradient de température)	72
iii. Mesure de la déformation à 1200°C.....	73
c. Traction résiduelle après maintien en température à 500°C, 800°C, 900°C et 1000°C	74
d. Caractérisation des échantillons au microscope électronique à balayage après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C	78
i. Etude fractographique après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C.	78
ii. Observation de la surface des fibres après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C	79

Chapitre II : étude des fils Hi-Nicalon

Introduction

Les fibres contrôlent le comportement mécanique et la rupture d'un composite. Ce chapitre détaille le comportement thermomécanique des renforts Hi-Nicalon en déterminant les principaux mécanismes contrôlant leur rupture :

- *grâce aux essais mécaniques à température ambiante, les paramètres statistiques de la loi de Weibull caractéristiques des fils Hi-Nicalon sont calculés,*
- *les essais de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C permettent de tracer les diagrammes d'endurance,*
- *l'étude du comportement mécanique résiduel après oxydation et les observations micrographiques des faciès de rupture permettent de déterminer expérimentalement la nature des mécanismes responsables de la rupture différée des fibres.*

Ces résultats expérimentaux et leur interprétation sont indispensables pour modéliser la durée de vie des composites en fatigue statique sous air à très haute température.

1. Essais, procédure expérimentale

Les échantillons utilisés sont des fils constitués de 500 monofilaments en carbure de silicium type Hi-Nicalon (*figure II-1*). Ces fils sont bruts d'élaboration et n'ont subi aucun traitement thermique ou thermochimique.

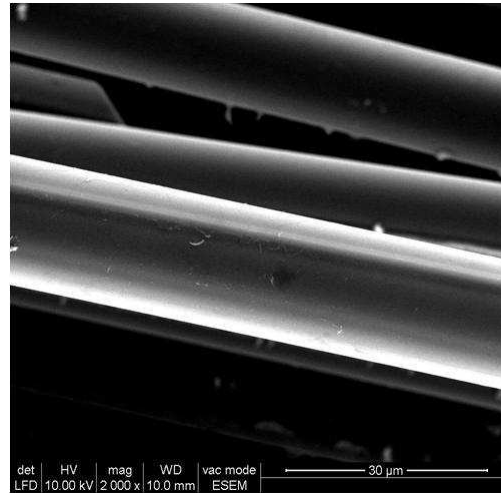


Figure II-1 : fibres Hi-Nicalon (désensimées pour l'observation)

a. Traction monotone à température ambiante

L'essai de traction monotone à température ambiante permet de connaître les principales caractéristiques mécaniques et statistiques d'un fil Hi-Nicalon à température ambiante. Ces essais sont réalisés avec un maximum de précaution, en utilisant toujours la même procédure normalisée [ENV-1007-5].

Les mors utilisés lors des essais de traction sont cylindriques, en aluminium et évidés pour permettre le collage des échantillons. Ces fils sont collés à l'aide d'une colle structurale (3M, 9353 A/B) qui est un produit bicomposant thixotrope comprenant une résine époxyde et un durcisseur. La longueur de jauge des fils est ajustée par un gabarit de collage à 25 mm, longueur permettant d'avoir la totalité de l'échantillon à une même température lors des essais de fatigue statique. 25 mm correspond à la zone du four à température constante.

Les fils sont ainsi centrés et tendus dans les mors afin d'obtenir le collage le plus reproductible possible (*figure II-2*). Les fils sont tendus en les fixant sur le gabarit à l'aide d'une colle à prise rapide type loctite. L'introduction de la colle bicomposant se fait avec un maximum de précaution ; elle est injectée à l'aide d'une seringue par l'arrière des mors. Le collage des fils est détaillé dans la procédure (MD06-0779).

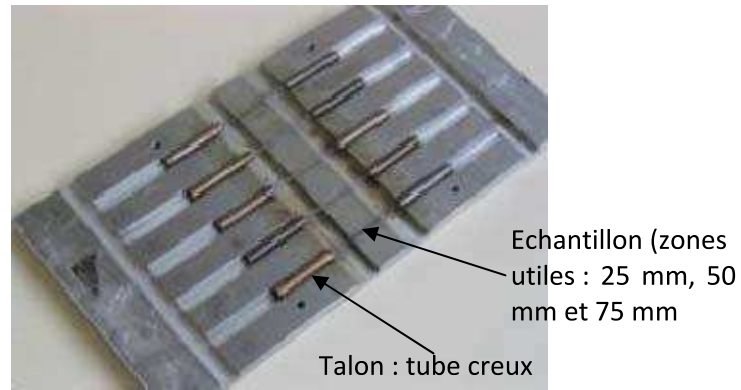


Figure II-2 : gabarit de préparation des fils pour les essais de traction monotone à température ambiante

Une fois collés, les échantillons sont installés sur la machine de traction. Ils sont fixés dans des mors en forme de demi-coquilles (*figure II-3*). La force et le déplacement de la traverse sont respectivement mesurés à l'aide d'un capteur de force d'une capacité de 500 N ($\pm 0,5$ N) et de deux capteurs de déplacement à demi-pont inductif (déplacement maximum : $2 \text{ mm} \pm 0,1\mu\text{m}$). Un moteur pas-à-pas assure le pilotage de la traverse à une vitesse constante de 0,05 mm par minute.

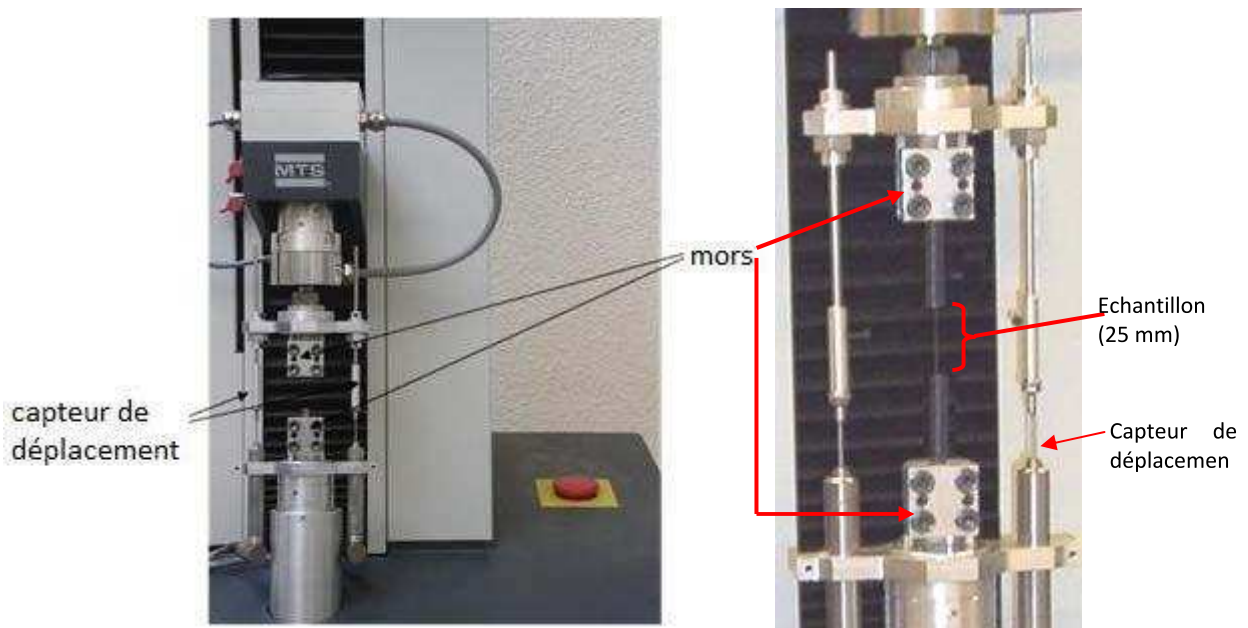


Figure II-3: machine de traction pour les essais de traction à température ambiante sur fil

La mesure du déplacement de la traverse ne donne pas seulement l'allongement de l'échantillon ; l'allongement du système de serrage y est inclus. L'allongement réel de l'échantillon est obtenu en déduisant la complaisance machine. La complaisance de la machine est déterminée en réalisant des essais sur des échantillons de longueurs de jauge différentes (*figure II-4*). La norme [ENV 1007-5] permet ensuite d'estimer la complaisance du système. Une procédure a également été mise au point au LCTS pour affiner l'estimation de la complaisance machine C_s . L'allongement du système de mesure est ensuite retranché à l'allongement total (**II-1**) (**annexe A**).

$$0,224 \mu\text{m/N} \leq C_s \leq 0,263 \mu\text{m/N} \text{ (II-1)}$$

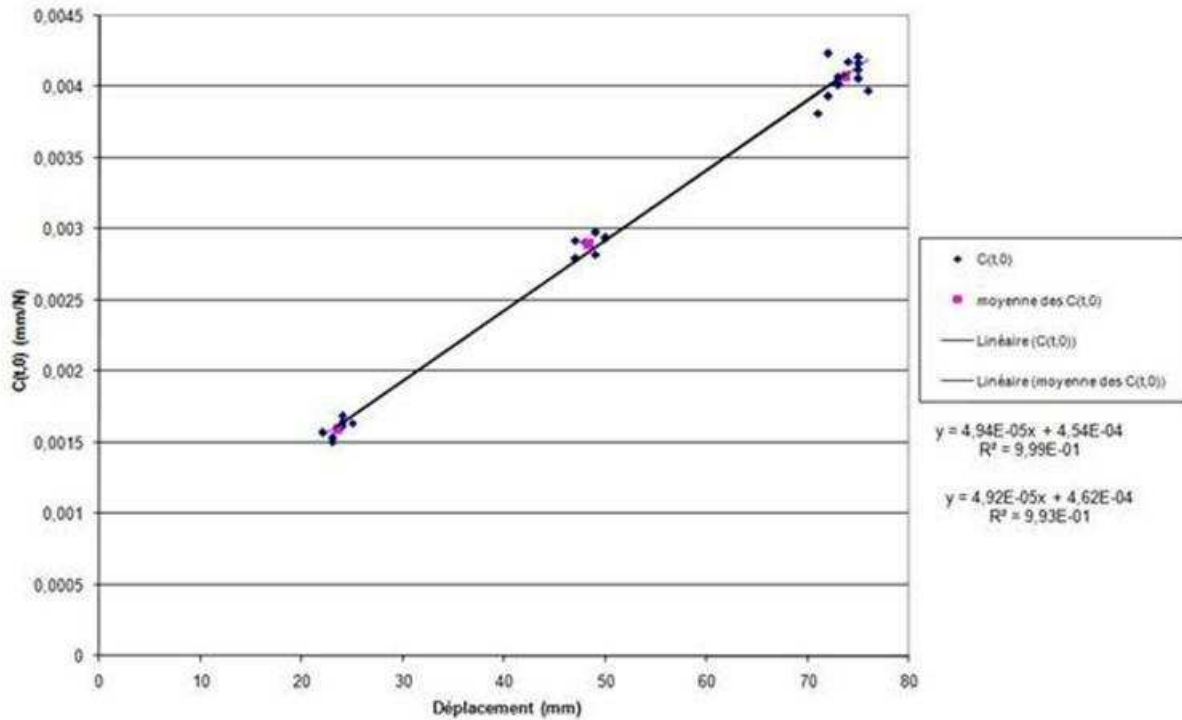


Figure II-4 : détermination de la complaisance pour trois longueurs de jauge : 25 mm, 50 mm et 75 mm

La complaisance machine C_s est ensuite prise en compte dans l'exploitation des résultats des essais de traction selon la procédure décrite dans la norme européenne [ENV 1007-5]. La déformation est calculée de la façon suivante (II-2):

$$\varepsilon_{\text{fil}} = d_{\text{tra}} - C_s \cdot F_a \quad (\text{II-2})$$

Où d_{tra} est le déplacement de la traverse

b. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C

Le principe des essais de fatigue statique sur fils est d'appliquer une charge constante à un fil dans le sens longitudinal. Par cet essai, la valeur mesurée est le temps à rupture (ou durée de vie). Lors d'un essai de fatigue statique, la déformation n'est pas mesurée. Une machine a néanmoins été conçue pendant cette thèse pour réaliser des essais de fatigue statique tout en mesurant la déformation afin de mieux comprendre les mécanismes provoquant la rupture différée des matériaux de l'étude.

La préparation des éprouvettes est une opération délicate. La procédure (MD06-0712) permet de réaliser cette préparation minutieusement. Les fils sont collés dans des tubes d'alumine à l'aide d'un ciment réfractaire. Les fils sont tendus et ajustés à l'aide d'un gabarit de collage similaire à celui utilisé pour les essais de traction (figure II-5). Il est important d'insister sur la méticulosité de cette préparation : en plus d'être tendus, les fils sont protégés par une barrière fugitive (résine Polypropylène) empêchant la diffusion par capillarité du ciment à l'intérieur de la zone testée. Cette résine est appliquée au bord des mors alumine pour garder une longueur de jauge de 25 mm.

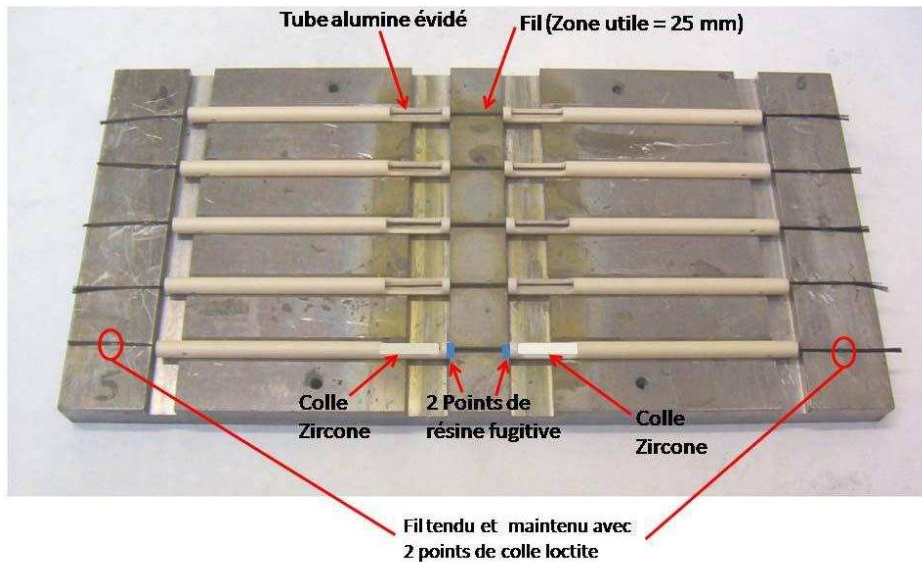


Figure II-5 : gabarit de préparation des échantillons pour les essais de fatigue statique à haute température.

Les premiers fils testés à 900°C sont collés à l'aide d'un ciment à base d'alumine mais il s'est révélé que ce type de ciment n'était plus adapté pour des températures d'essai supérieures à 800°C. En effet, les propriétés adhésives de ce ciment se dégradent dès 600°C (figure II-6). Ce phénomène a été observé en reportant sur un graphique le pourcentage d'essais valides (c'est-à-dire pour lesquels les fils ne sont pas cassés à la mise sous charge) en fonction de la température.

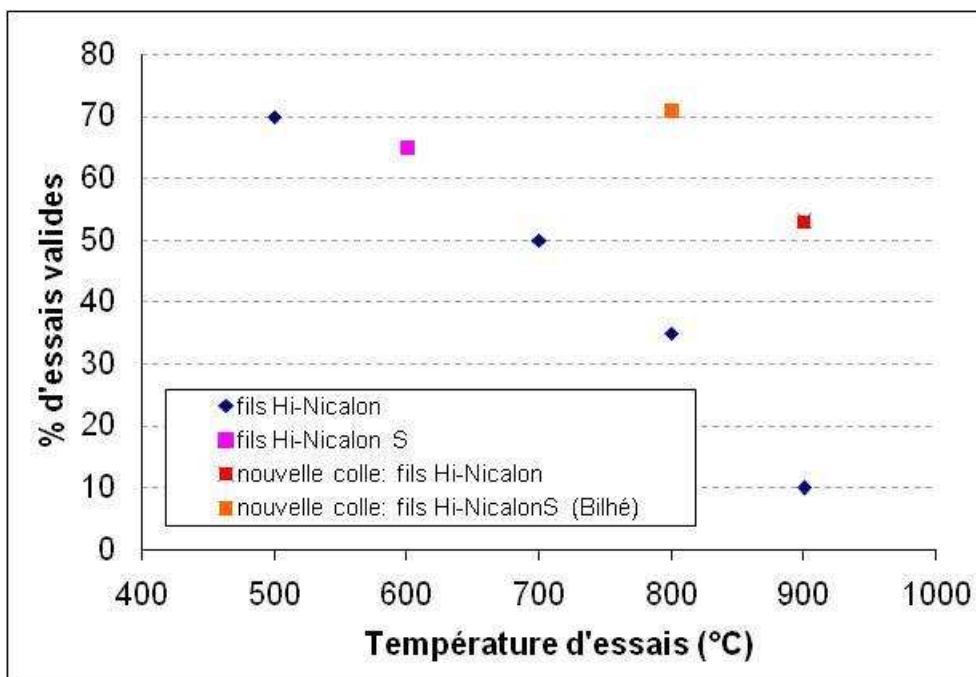


Figure II-6 : pourcentage d'essais valide pour le ciment alumine et le ciment zircon

D'autres ciments ont donc été essayés et deux d'entre eux ont été retenus. Un ciment à base de Zircon (ciment 8 de Sauereisen) est utilisé pour la préparation des échantillons testés à 900°C et 1000°C. Une colle à base de nitrure d'aluminium (Ceramabond 865 de Polytec PI) convient pour la réalisation des essais à 1200°C.

Les essais de fatigue statique sous air à 900°C et 1000°C ont été réalisés sur le banc d'essai représenté à la **figure II-7**. Ce banc d'essais comprend plusieurs fours résistifs pour lesquels la zone à température constante mesure au moins 25 mm. L'échantillon n'est alors soumis à aucun gradient de température. Des profils thermiques sont réalisés régulièrement pour valider leur bon dimensionnement (**annexe B**). Chacun des fours est équipé de tubes en silice protégeant l'échantillon de toute pollution. Ces tubes permettent également de contrôler l'atmosphère par introduction d'un flux gazeux (0,8 N₂ ; 0,2 O₂). Les essais sont réalisés majoritairement sous air ambiant. Quelques essais sont réalisés sous atmosphère contrôlée pour valider les essais sous air ambiant. L'influence de l'humidité dans l'air est donc vérifiée.

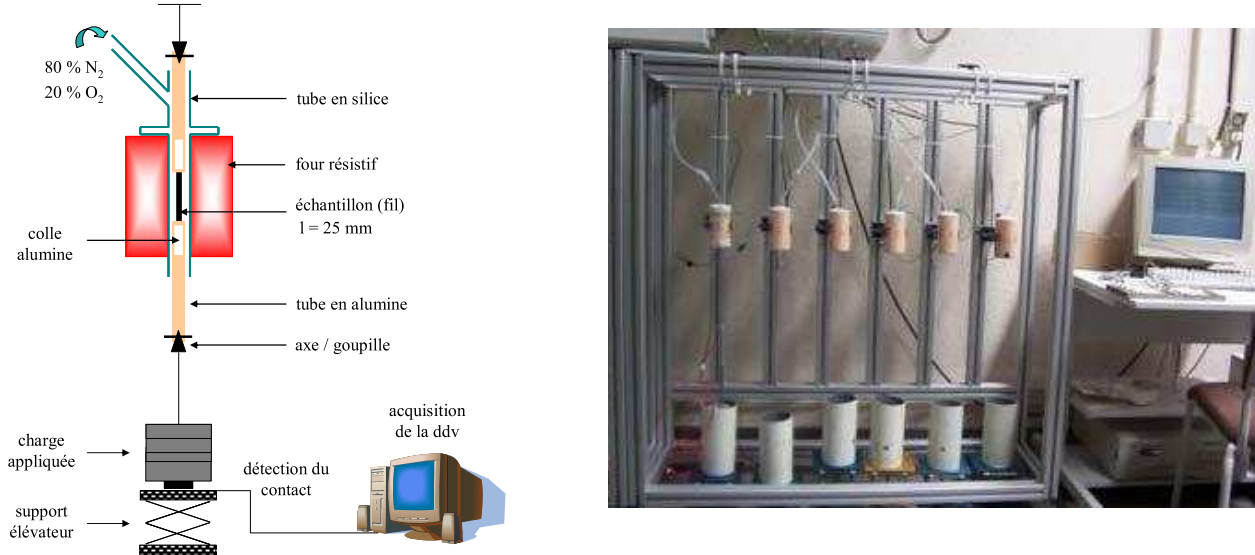


Figure II-7 : appareillage utilisé pour les essais de fatigue sous air à 900°C et 1000°C [Gauthier2007]

La procédure d'essai est la suivante :

- Le fil est introduit à l'intérieur du four
- Le mors supérieur est suspendu au bâti par goupillage sur une liaison flexible
- La charge est reliée au talon inférieur mais n'est pas appliquée à l'échantillon
- Le four est porté à la température désirée
- La charge est appliquée dès que la température de consigne est atteinte.

Le chronomètre se déclenche dès que l'échantillon est sous charge et s'arrête à la rupture de l'échantillon. La rupture est détectée par contact de la charge sur le sol lorsque l'échantillon casse et le chronomètre s'arrête. La mise en charge déclenche le chronomètre lorsqu'il n'y a pas contact entre la charge et le sol.

La contrainte appliquée sur le fil est évaluée à l'aide de la formule suivante **(II-3)** après avoir pesé et mesuré le fil avant collage **(II-4)** :

$$\sigma_{Fil} = \frac{F_a \rho_{Fil} \cdot \ell_{Fil}}{\left(1 - \frac{N(F_a)}{N_0}\right) \cdot m_{Fil}} \quad (II-3) \text{ avec } S_{Fil} = \frac{m_{Fil}}{\rho_{Fil} \cdot \ell_{Fil}} \quad (II-4)$$

F_a est la force appliquée, N₀ est le nombre initial de fibres non cassés, N(F_a) est le nombre de fibres cassées lors de la mise sous la charge F_a. m_{Fil}, ρ_{Fil} et ℓ_{Fil} sont respectivement la masse, la masse volumique et la longueur de 300 mm de fil. S_{Fil} est la section du fil. N₀ = 500 en posant l'hypothèse qu'aucun monofilament n'est rompu lors de la préparation de l'éprouvette. N(F_a) = 0 si F ≤ 70 N.

Remarque : la fraction $\frac{N(F_a)}{N_0}$ de monofilaments rompus lors de la mise sous charge comprend la fraction γ de monofilaments rompus avant essai et la fraction de monofilaments cassés dépendante de la valeur de la force de mise sous charge F_a (II-5).

$$\frac{N(F_a)}{N_0} = 1 - (1 - \gamma)(1 - \alpha) \quad (II - 5)$$

$\alpha = 0$ lors de la mise sous charge car tous les essais de fatigue statique sont réalisés pour des valeurs de F_a correspondantes à un comportement élastique du fil en traction monotone (Ch.II-3-a-i, figure II-9).

Lors des essais à 900°C, 1000°C et 1200°C, la force appliquée n'excède jamais 70 N mais il a été constaté lors d'essais de traction monotone que le fil contient toujours un nombre de monofilaments cassés lors de la préparation de l'échantillon. Cette proportion de fibres cassées avant essai est notée γ et la contrainte appliquée sur fil suit alors la relation (II-6) :

$$\sigma_{Fil} = \frac{F_a}{S_{Fil}(1 - \gamma)} \quad (II - 6)$$

Avec γ compris dans l'intervalle $0 \leq \gamma \leq 0,2$ (Ch.II-3-a-i, tableau II-1)

Les essais de fatigue statique à 1200°C (quelques-uns à 1000°C) sont réalisés sur un autre appareillage mis au point pendant la thèse (figure II-8) (annexes C, D, E). Les fours peuvent atteindre des températures plus élevées (1400°C au lieu de 1000°C) et la machine est équipée de capteurs de déplacement permettant de mesurer l'allongement de l'éprouvette au cours du temps. L'éprouvette est accrochée au bâti par l'intermédiaire de chaînes flexibles qui ne se déforment pas. Le bâti est isolé du four par refroidissement à eau et seul l'intérieur du four est soumis à de fortes températures. De la même façon, l'atmosphère peut être contrôlée par l'introduction d'un flux gazeux. Les capteurs de déplacement sont placés en dehors des fours et sont étalonnés en mesurant l'allongement de matériaux connus.

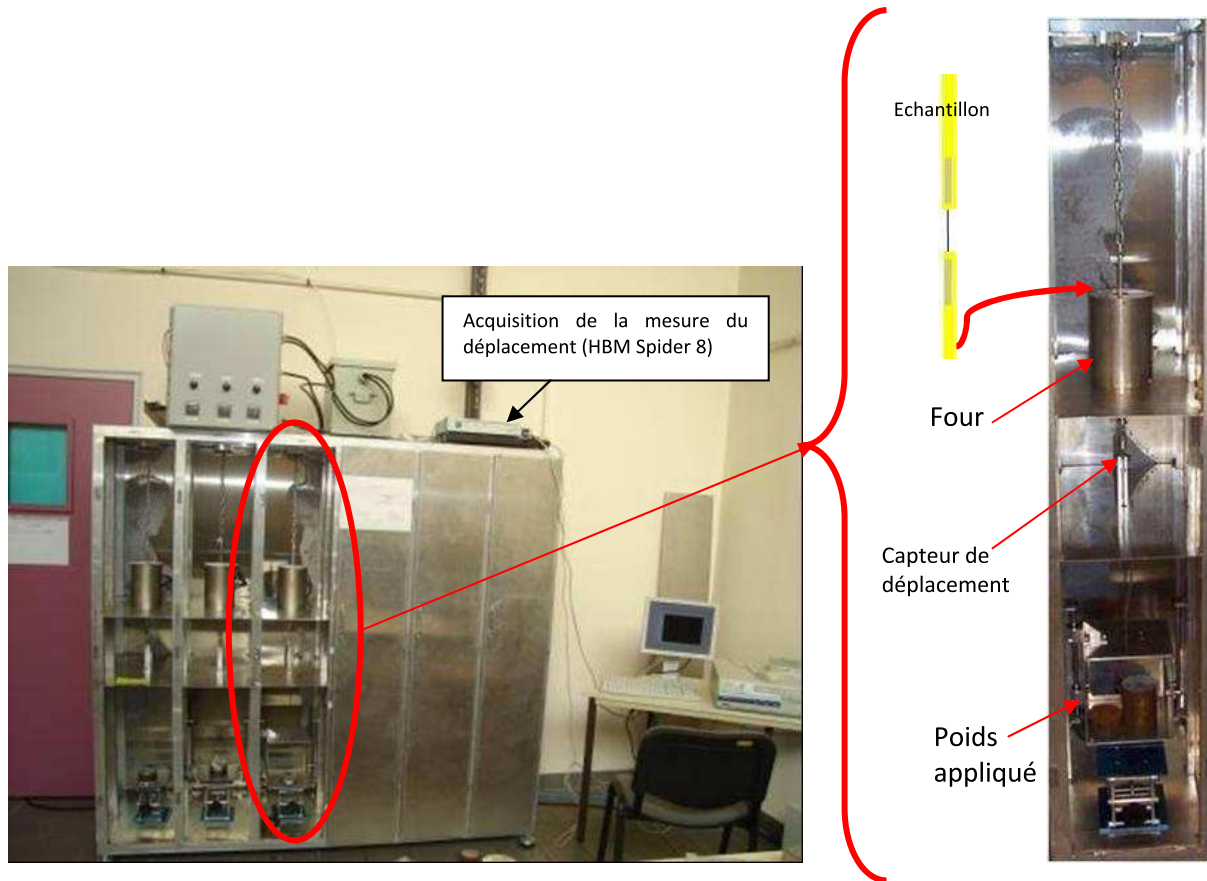


Figure II-8: machine de fatigue-fluage : essai de fatigue statique avec mesure de déformation

Remarque : quelques essais ont été réalisés en mors froid pour vérifier l'absence de déformation au-dessous de 1000°C. Le fil est collé dans des mors métalliques avec de la colle loctite et la zone collée est en dehors du four. Le fil est donc soumis à un gradient de température. Cet essai ne permet pas de relier la durée de vie à la température.

c. Comportement en traction résiduelle

Des essais de traction résiduelle à température ambiante ont été réalisés pour comparer le comportement d'un fil après oxydation à haute température à celui d'un fil brut. Les fils sont oxydés sous air à haute température dans les fours utilisés lors des essais de fatigue et ils sont ensuite préparés selon la procédure employée pour les essais de traction à température ambiante (MD06-0779). Les étapes suivantes ont été soigneusement respectées pour assurer la reproductibilité des résultats :

- Les fils sont placés dans les fours et les fibres sont maintenues parallèles entre elles en appliquant une charge très faible de 12g correspondant à une contrainte de 1,6 MPa
- Les fours sont mis en température sous air (20-30 minutes suivant la température à atteindre)
- Les fils sont soumis à une température constante pendant 15 minutes, 1 heure ou 2 heures
- Le four est ramené à température ambiante (durée : 20 minutes)
- Les fils sont collés dans les mors de traction pour une zone utile de 25 mm, la zone utile étant la partie du fil située dans la zone uniforme la plus chaude du four
- Les éprouvettes sont testées en traction monotone pour un déplacement imposé de 0.05 mm par minute suivant la norme ENV 1007-5

2. Caractérisation

a. Etude de la fractographie au MEB

Les faciès de rupture ont été observés à l'aide de deux microscopes électroniques à balayage (MEB) à émission de champ. Les observations sont réalisées pour la majorité en mode « électrons secondaires ». Toutes les micrographies sont accompagnées d'une légende indiquant la tension d'accélération des électrons émis en kV, le grandissement, et l'échelle en μm ou nm selon les grandissements.

b. Etude de la surface des fibres après essai de fatigue statique au MEB

Des échantillons ayant subi des tests de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C sont recouverts d'une couche de silice épaisse. Cette couche de silice est enlevée en immergeant les fibres dans un bain d'acide fluorhydrique à 40% pendant 1 heure, la fibre n'étant pas attaquée par l'acide. La surface des fibres est ensuite observée au microscope électronique à balayage.

3. Résultats et discussion

a. Caractérisation d'un fil Hi-Nicalon en traction monotone à température ambiante

i. Détermination des caractéristiques mécaniques et statistiques

L'essai de traction monotone à température ambiante permet de connaître la contrainte de rupture de chaque monofilament à l'intérieur du fil en utilisant la technique d'exploitation de N. Lissart. N. Lissart a employé une méthode permettant de déterminer la distribution des contraintes de rupture de chaque monofilament à l'intérieur d'un fil à partir d'un seul essai de traction [Lissart1994] [ENV 1007-5]. Les courbes de traction monotone présentent un domaine caractéristique de rupture contrôlée (**figure II-9**). Chaque monofilament du fil rompt successivement pour une force appliquée différente car la contrainte de rupture de chaque monofilament est statistique. La contrainte de rupture du premier filament est atteinte lorsque la courbe de traction n'est plus linéaire (**figure II-9**). La norme ENV 1007-5 permet de réaliser et d'exploiter cet essai et de déterminer la contrainte de rupture de chaque monofilament. La distribution statistique des contraintes de rupture est correctement décrite par une loi de Weibull à 2 paramètres. Le fil entier rompt lorsqu'une proportion critique de monofilaments (α_c) est cassée.

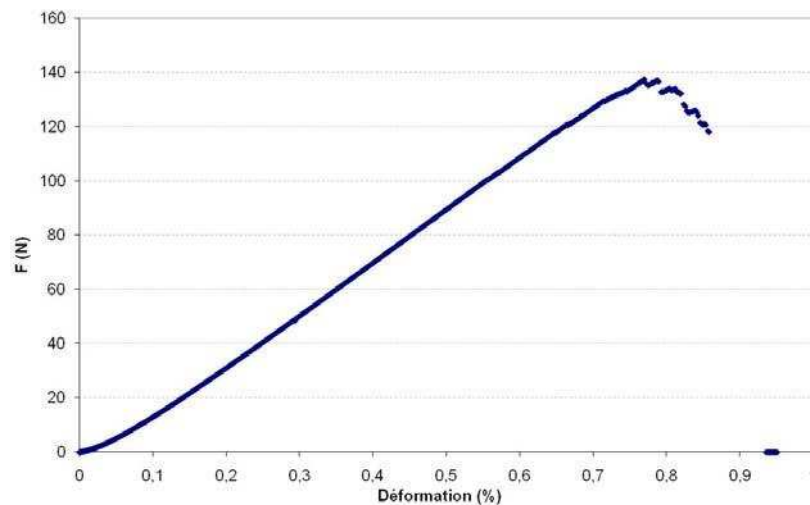


Figure II-9: essai de traction monotone à température ambiante sur fil Hi-Nicalon

Le **tableau II-1** rassemble les caractéristiques morphologiques et mécaniques issues des essais de traction sur fil Hi-Nicalon réalisés en 2008 par A. Tabeau au LCTS:

- La section moyenne S_{Fil} **(II-4)** et le volume moyen v_{Fil} des monofilaments Hi-Nicalon **(II-7)**:

$$v_{Fil} = \frac{m_{fil}}{\rho_{Hi-Ni}} \quad \text{(II-7)}$$

- le module d'Young apparent du fil E_{fil} déterminé à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe de traction $\frac{\Delta F}{\Delta \varepsilon}$ **(II-8)**. Celui-ci est plus faible que le module d'élasticité d'un monofilament E_{Hi-Ni} car tout fil contient une petite proportion de monofilaments rompus γ avant essai **(II-9)**.

$$E_{fil} = \frac{\Delta F_a}{S_{Fil} \cdot \Delta \varepsilon} \quad \text{(II-8) Avec } S_{Fil} \text{ la section totale du fil Hi-Nicalon (II-4)}$$

Et

$$\gamma = 1 - \frac{E_{fil}}{E_{Hi-Ni}} \quad \text{(II-9)}$$

- La déformation à rupture du fil ε_{RFil} donnée par la rupture brutale du fil (diminution brutale de F_a).
- Le rang du monofilament critique α_c entraînant la rupture totale du fil.
- La contrainte de rupture du fil σ_{RFil} en mesurant la force maximale F_{amax} :

$$\sigma_{RFil} = \frac{F_{a \max}}{S_{Fil} \cdot (1 - \alpha_c) \cdot (1 - \gamma)} \quad \text{(II-10)}$$

- Les paramètres de Weibull m_f et σ_{0f} de la distribution statistique des contraintes de rupture des monofilaments σ_f évalués par la méthode de N. Lissart pour exploiter un essai de traction sur fil multifilamentaires **(II-11)** [Lissart1997]

$$P = 1 - \exp \left[\frac{V_f}{V_0} \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad \text{(II-11)}$$

P est la probabilité de rupture telle que la contrainte de rupture du monofilament soit inférieure ou égale à σ_f . P correspond au rang du monofilament et donc à α **(II-12)**: $P_i = \alpha$ avec :

$$\alpha = \frac{N_i}{N_0 \cdot (1 - \gamma)} \quad \text{(II-12)}$$

N_i est le rang de la contrainte σ et N_0 est le nombre de monofilaments dans le fil.

Le **tableau II-1** donne la moyenne de toutes les caractéristiques mécaniques mesurées avec l'écart type associé entre parenthèses.

Longueur de jauge (mm)	Nombre d'essais	$S_{\text{Fil}} \text{ (m}^2\text{)}$	$V_{\text{Fil}} \text{ (IxS) (m}^3\text{)}$	$F_{\text{max}} \text{ (N)}$	$\sigma_{\text{RFil}} \text{ (MPa)}$	$\epsilon_{\text{RFil}} \text{ (\%)}$
74 (2)	12	$7,59 \cdot 10^{-8} \text{ (}7.10^{-10}\text{)}$	$1,12 \cdot 10^{-11} \text{ (}3.10^{-13}\text{)}$	136 (10)	1927 (256)	0,91 (0,10)
48 (2)	8	$7,57 \cdot 10^{-8} \text{ (}5.10^{-10}\text{)}$	$7,32 \cdot 10^{-12} \text{ (}2.10^{-13}\text{)}$	135 (9)	2006 (211)	0,91 (0,12)
24 (1)	8	$7,7 \cdot 10^{-8} \text{ (}3.10^{-9}\text{)}$	$3,54 \cdot 10^{-12} \text{ (}2.10^{-13}\text{)}$	145 (10)	2249 (372)	1,02 (0,12)

Longueur de jauge (mm)	$\gamma \text{ (\%)}$	$E_{\text{fil}} \text{ (Gpa)}$	$\alpha_c \text{ (\%)}$	$\sigma_0 \text{ (MPa)}$	m_f	$\sigma_f \text{ (}\alpha_c\text{) (MPa)}$
74 (2)	7 (5)	255 (7)	20 (8)	217 (140)	10 (3)	2226 (160)
48 (2)	11 (3)	242 (8)	22 (20)	351 (177)	13 (4)	2311 (204)
24 (1)	16 (5)	227 (14)	8 (6)	532 (307)	16 (6)	2376 (231)

Tableau II-1 : propriétés mécaniques et paramètres statistiques des fils déterminés lors d'essais de traction à température ambiante : valeur moyenne (Ecart type)(rajouter ϵ_{RFil})

Remarque : la fraction de fibres cassées pendant l'essai α est nulle pour toutes les contraintes inférieures à 1500 MPa. $\alpha = 0$ pour $\sigma_{\text{fil}} < 1500$ MPa

La **figure II-10** représente la distribution des contraintes de ruptures σ_f avec leur probabilité associée P après un essai de traction monotone à température ambiante.

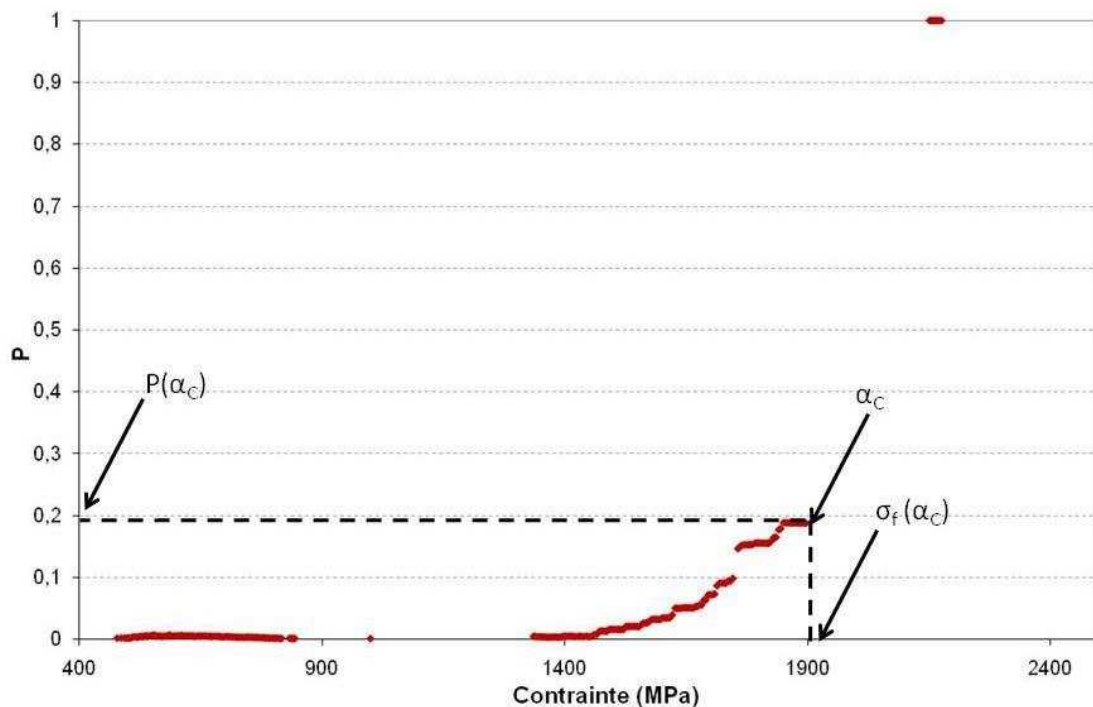


Figure II-10: distribution des contraintes de ruptures au sein d'un fil pour une longueur de jauge de 50 mm

D'après le **tableau II-1**, les valeurs des contraintes de rupture et des paramètres de Weibull augmentent lorsque la longueur de fil testée diminue. La contrainte de rupture décroît lorsque la longueur de jauge augmente, ce qui a été démontré par Calard [Calard2004]. Calard démontre que les interactions entre fibres provoquent une diminution de la contrainte de rupture. Comme le

nombre d'interactions augmente lorsque la longueur de jauge augmente, la contrainte de rupture du fil diminue [Calard 2004].

Les paramètres statistiques des fibres m_f et σ_0 permettent de modéliser le comportement d'un fil lors d'un essai de traction (**figure II-11**) [Calard2004] (II-13):

$$F = (1 - \gamma) S_f \sigma_f \cdot \exp \left[- \frac{v_f}{v_0} \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad \text{(II-13)}$$

Avec σ_f la contrainte appliquée, S_f la section du fil, v_f le volume d'une fibre, $v_0 = 1\text{m}^3$.

La déformation ε est reliée à la force F selon la relation (II-14) [ENV 1007-5] :

$$\varepsilon = \frac{d_{tra} - F_a \cdot C_s}{l_0} \quad \text{(II-14)}$$

d_{tra} est le déplacement de la traverse lors de l'essai de traction, l_0 la longueur de jauge et C_s est la complaisance déterminée précédemment. La superposition de cette courbe théorique avec la courbe de traction expérimentale permet de valider les valeurs des paramètres statistiques (**figure II-11**).

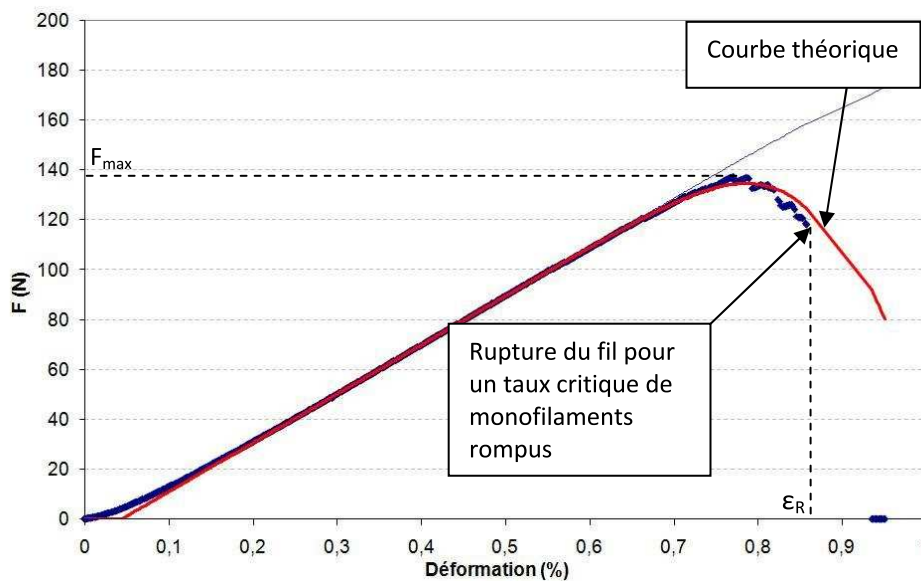


Figure II-11 : essai de traction monotone sur un fil Hi-Nicalon : comparaison courbe théorique-expérience

ii. Etude fractographique

Des faciès de rupture de fibres au sein de fils Hi-Nicalon sont observés après avoir été testés en traction monotone à température ambiante. L'observation est réalisée en microscopie électronique à balayage avec un appareil HITACHI à émission de champ. Les images suivantes montrent des faciès de rupture typiques d'une rupture brutale : les faciès sont dits miroirs (**Ch. I-2-b**) et la rupture est provoquée par la propagation brutale d'une fissure amorcée par un défaut de surface (**image II-1-a**), (**image II-1-b**). Quelques faciès lisses typiques d'une rupture brutale provoquée par la rupture des autres fibres sont aussi visibles mais ils représentent une minorité de fibres (**image II-2**). Certains faciès de rupture sont recouverts d'une couche organique (**image II-3**). Cette couche est le liant organique ajouté aux fibres pour qu'elles restent en mèche afin de

permettre une meilleure tenue du fil lors du bobinage. La présence de cette couche sur le faciès signifie que la fibre était rompue avant l'ensimage donc avant l'essai de traction. Cette observation confirme l'importance de calculer le pourcentage de fibres rompues avant essai γ (II-8).

La mesure du rayon des faciès miroirs permet d'estimer la contrainte de rupture de la fibre. La relation (I-5) est utilisée. La **figure II-12** représente la distribution de quelques contraintes de rupture à l'aide de cette méthode et la compare avec celle déterminée par la méthode de N. Lissart. La mesure de ces contraintes de rupture est entachée d'une forte incertitude liée à la difficulté de mesurer les rayons miroirs et l'incertitude liée à la constante $C = 3,5$ (II-15) (II-16). Il est remarquable de remarquer que les deux méthodes donnent des résultats similaires même si un léger décalage est observé.

$$\sigma_f = \frac{C}{\sqrt{r_f}} \quad (I-5)$$

L'incertitude $\Delta\sigma_f$ vaut : $\frac{\Delta\sigma_f}{\sigma_f} = \frac{\Delta C}{C} + \frac{\Delta r_f}{2r_f}$ avec $\Delta C = 0,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ et $\Delta r_f/r_f=0,1$ (II-15)

$$\frac{\Delta\sigma_f}{\sigma_f} = 0,2 \quad (II-16)$$

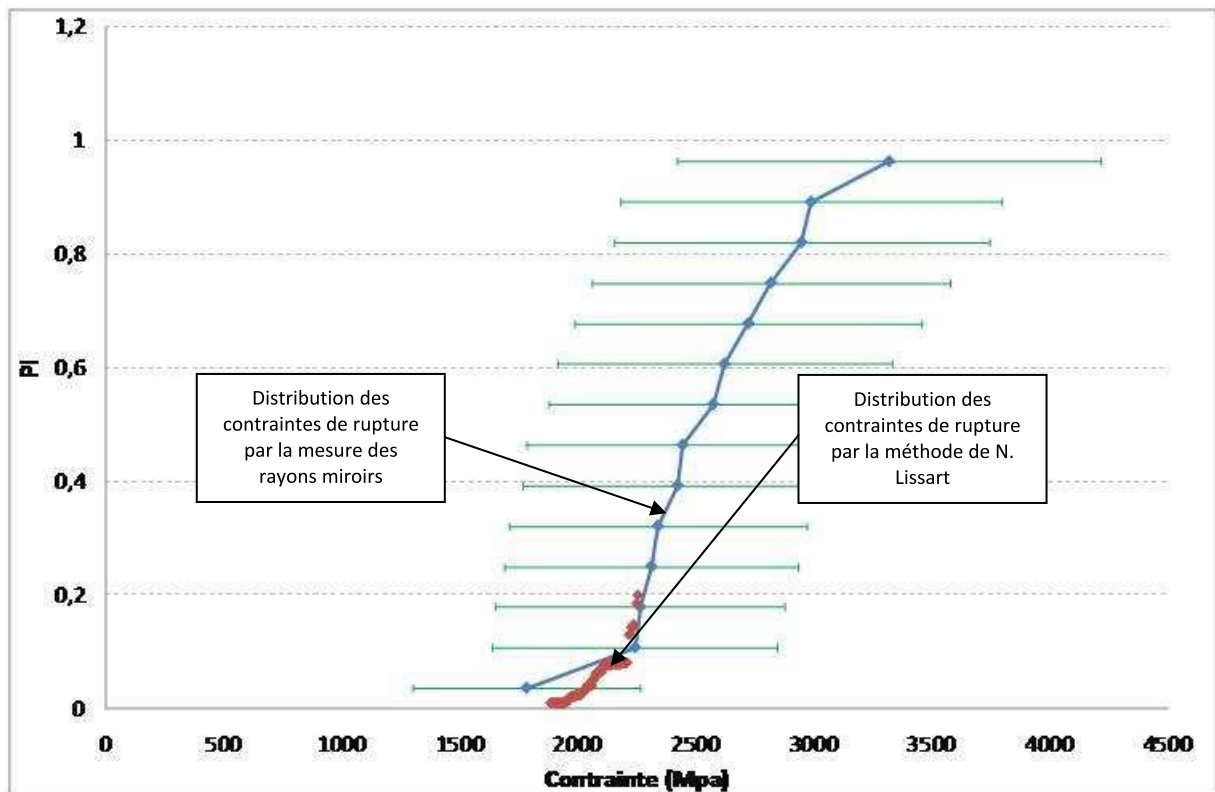
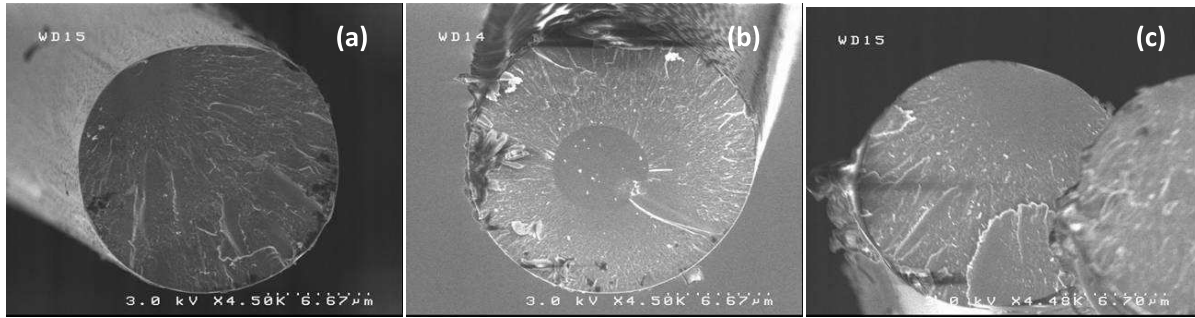


Figure II-12 : distribution des contraintes de rupture des monofilaments par mesure des rayons miroirs et par la méthode de N. Lissart [Lissart1994] [ENV 1007-5]



Images II-1-a,b,c : faciès de rupture miroirs

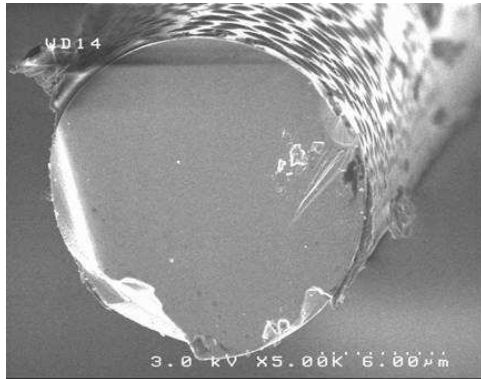


Image II-2 : faciès lisse

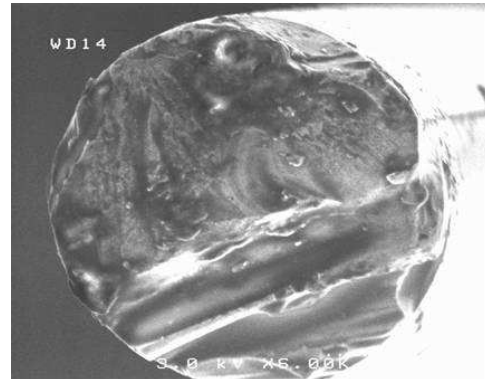


Image II-3 : fibre couverte d'ensimage (rompue avant essai)

b. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C

- i. Courbes d'endurance à 900°C, 1000°C, 1200°C en mors chauds (température uniforme)

La loi expérimentale moyenne de fissuration lente établie par W. Gauthier pour les températures inférieures ou égales à 800°C [Gauthier2008] a été appliquée pour chaque température (II-17).

$$t_{Fil} \cdot \sigma^n = A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (II-17)$$

$$A_0 = 5,62 \cdot 10^{17} \text{ s} \cdot \text{MPa}^n \text{ [Gauthier2008]}$$

$$R = 8,314$$

$$E_a = 181600 \text{ J/mol [Gauthier2008]}$$

t_{Fil} est la durée de vie et σ est la contrainte appliquée lors de l'essai en faisant l'hypothèse que la charge est répartie de la même façon sur chaque monofilament, $\alpha = 0$ et $\gamma = 0$ (II-4) (II-5).

Cette loi décrit le phénomène de fissuration sous-critique activé par la réaction d'oxydation du carbone libre des fibres. La durée de vie diminue avec l'augmentation de la température et de la contrainte appliquée.

Les figures II-13, II-14 et II-15 représentent les courbes d'endurance en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C. Les diagrammes d'endurance suivants (figures II-13, II-14, II-15) sont tracés en fonction de la contrainte appliquée σ en considérant que le nombre de monofilaments cassés est nul : $\gamma = 0$ et $\alpha = 0$ (II-18).

$$\sigma = \frac{F_a}{S_{Fil}} \quad (II-18)$$

Les résultats expérimentaux sont représentés en rouge et la loi expérimentale moyenne de durée de vie apparaît en bleu. Les essais qui ont du être arrêtés à cause d'incidents techniques sont surmontés d'une flèche.

Les incertitudes sur σ sont représentées sur les diagrammes d'endurance par des barres d'erreur en vert (*figures II-13, II-14 et II-15*). Les incertitudes sont représentées de la façon suivante :

$$\sigma_{min} = \sigma - \Delta\sigma^- \quad \text{et} \quad \sigma_{max} = \sigma + \Delta\sigma^+ \quad (\text{annexe F})$$

Le calcul de $\Delta\sigma$ est détaillé dans l'*annexe F* à partir de l'équation (II-6). Les incertitudes sur S_{Fil} et γ sont ainsi déterminées.

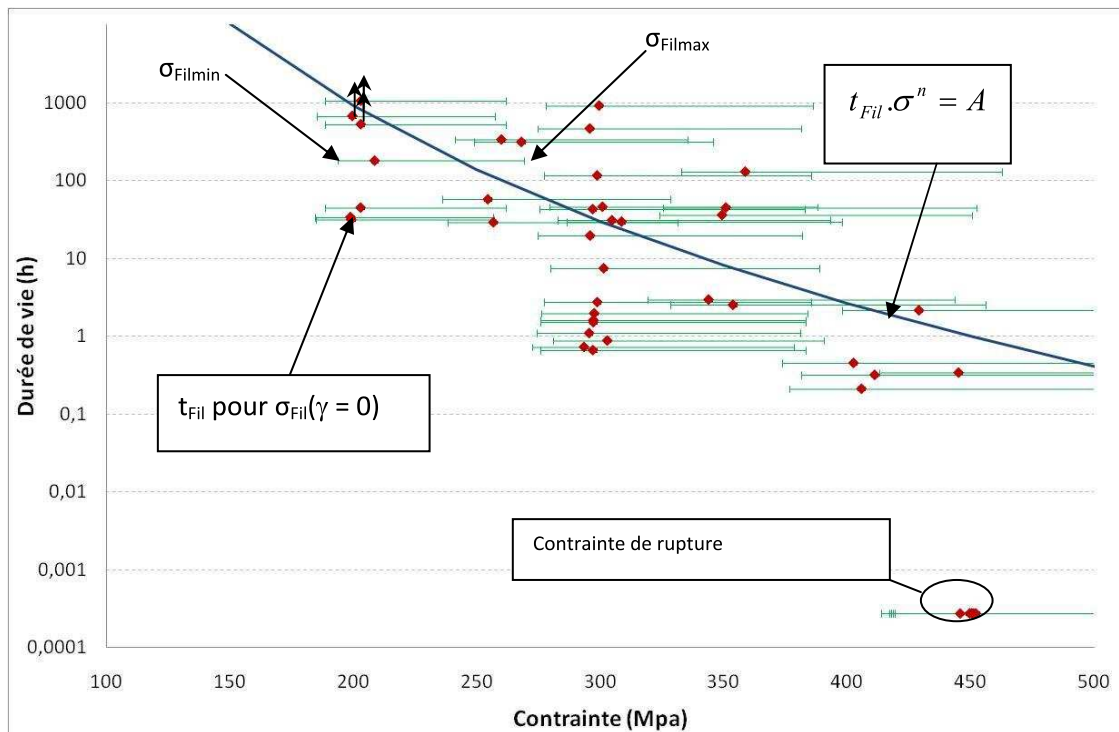


Figure II-13 : durée de vie des fils Hi-Nicalon en fatigue statique sous air à 900°C

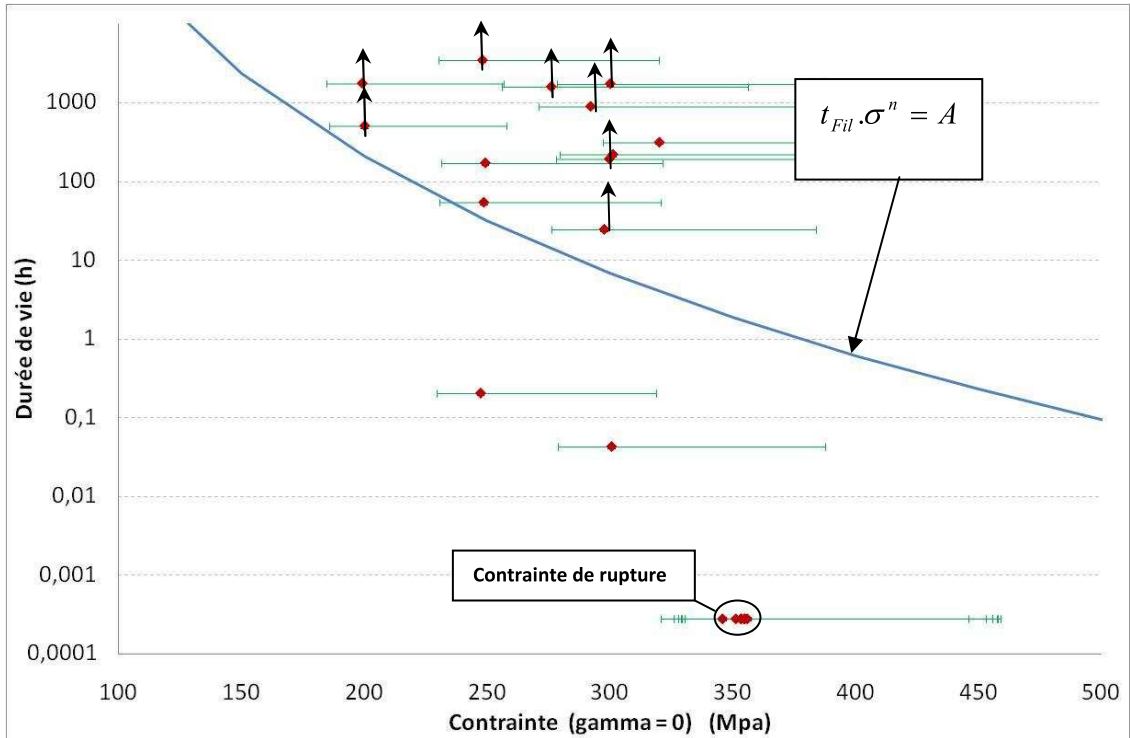


Figure II-14 : durée de vie des fils Hi-Nicalon en fatigue statique sous air à 1000°C

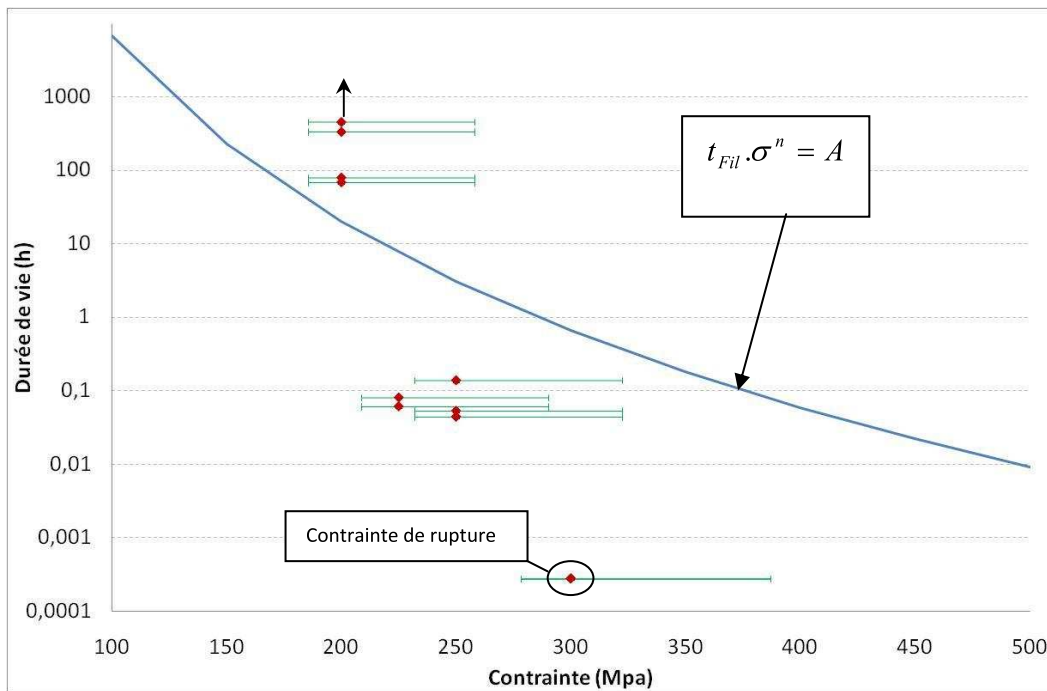


Figure II-15 : durée de vie des fils Hi-Nicalon en fatigue statique sous air à 1200°C

- A 900°C, les durées de vie obtenues expérimentalement sont correctement décrites par la loi expérimentale moyenne de Gauthier [Gauthier2008]. Les valeurs de durée de vie sont dispersées à cause du caractère statistique de la rupture de ce type de matériau [Gauthier2008] et de l'incertitude importante sur la contrainte appliquée.

- A 1000°C et 1200°C, la loi de fissuration lente est représentative des durées de vie obtenues expérimentalement mais une dispersion importante des résultats est observée : certaines durées de vie sont sur-estimées par la loi et d'autres sont sous-estimées.
- Enfin, pour toutes les températures d'essai, la contrainte de rupture instantanée chute : les ruptures sont instantanées pour $\sigma = 450$ MPa à 900°C, $\sigma = 350$ MPa à 1000°C et $\sigma = 300$ MPa à 1200°C.
 - ii. Essais de fatigue statique sous air à 1000°C en mors froids (gradient de température)

Deux essais de fatigue statique ont été réalisés avec des mors froids à 1000°C pour des contraintes $\sigma = 200$ MPa et $\sigma = 300$ MPa. Les échantillons sont soumis à un gradient de température. L'observation du fil après rupture et les mesures des déformations (**figure II-16**) conduisent aux remarques suivantes :

- Les fibres sont revêtues d'une couche de silice épaisse et sont collées entre elles dans la partie du fil exposée à 1000°C (600°C environ). A des températures inférieures le collage est peu important ou n'est pas observé.
- La rupture a lieu dans une zone du four à l'intérieur de laquelle la température est inférieure à 1000°C. Au niveau de la rupture, les fibres ne sont pas collées entre elles et la couche de silice est de faible épaisseur.
- Les déformations mesurées sont constantes pendant toute la durée de l'essai: le fil ne se déforme pas, que ce soit sous 200 MPa ou 300 MPa à des températures inférieures ou égales à 1000°C. le phénomène de fatigue statique a lieu en l'absence de fluage.

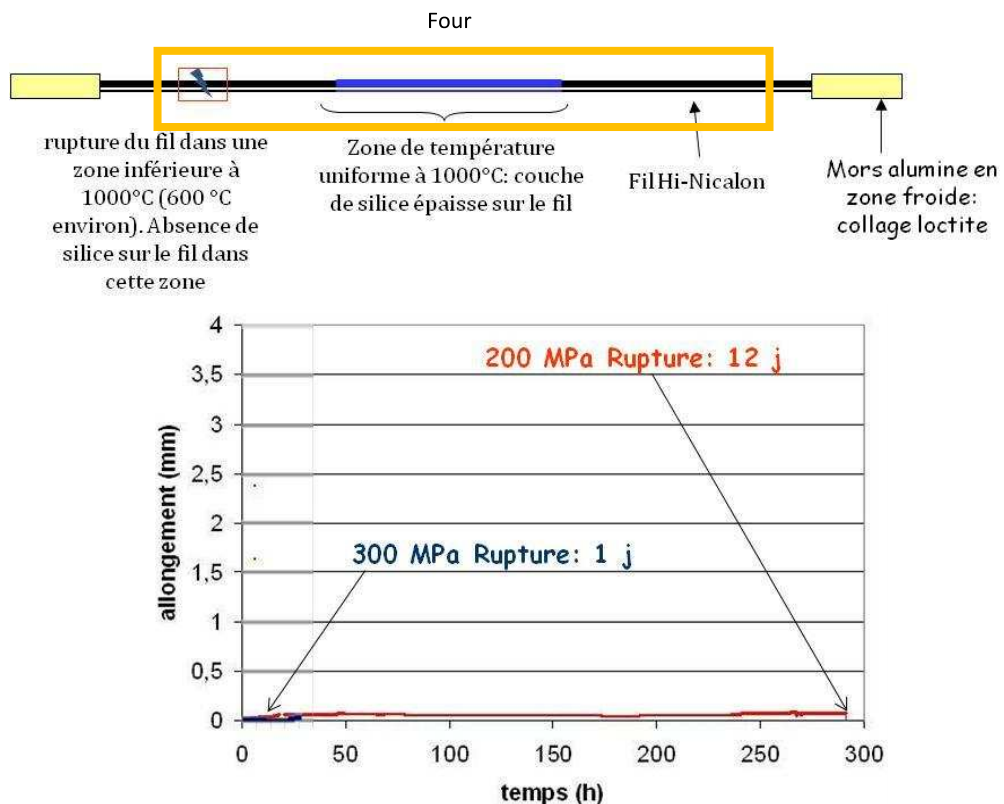


Figure II-16 : essais de fatigue statique sous air en mors froid à 1000°C : localisation de la rupture et mesure des déformations

iii. Mesure de la déformation à 1200°C

Les déformations ont été mesurées lors des essais de fatigue statique sous air à 1200°C pour différentes contraintes appliquées (**figures II-17 et II-18**). Elles ont été comparées aux déformations de fils Hi-Nicalon S soumis à différentes contraintes. Plusieurs phénomènes sont constatés :

- En dessous d'une contrainte appliquée $\sigma = 200$ MPa la déformation est très faible voire négative et les durées de vie obtenues pour ces contraintes sont très importantes (supérieures à 2 mois). Le fil se contracte à cause d'une réorganisation microstructurale et la contrainte appliquée n'est pas assez élevée pour activer le mécanisme de fluage (**figure II-17**)
- Pour des contraintes supérieures ou égales à 200 MPa, le fil Hi-Nicalon se déforme dès le début d'essai et les durées de vie sont faibles (quelques minutes seulement) (**figure II-18**).

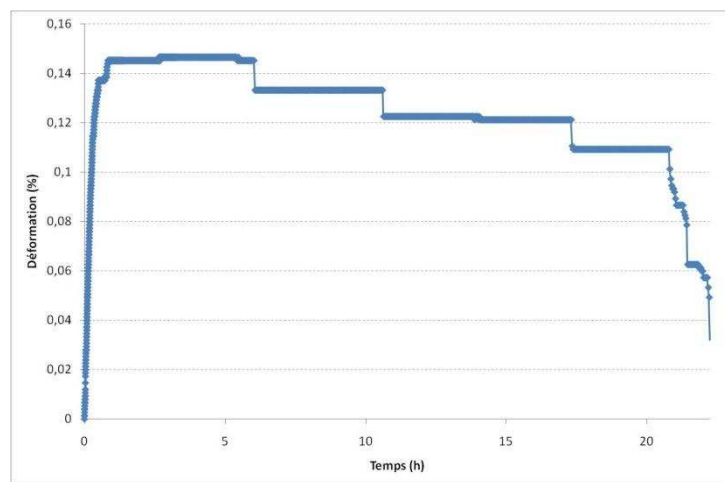


Figure II-17 : essai de fatigue statique sous faible charge ($\sigma < 20$ MPa) sous air à 1200°C, mesure de la déformation (non rupture)

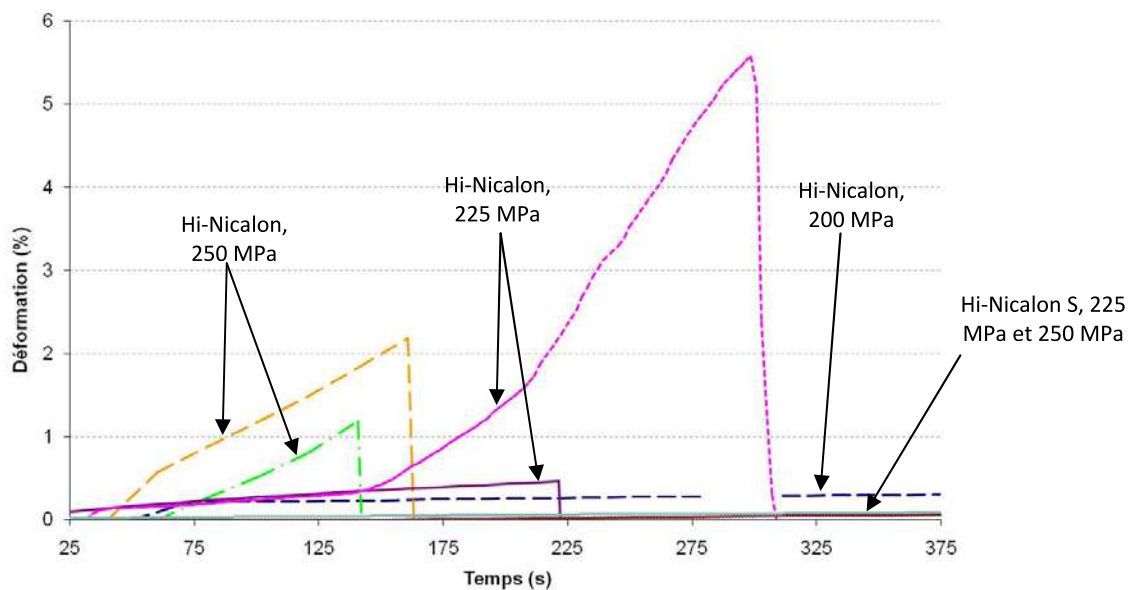


Figure II-18 : essais de fatigue statique sous air à 1200°C, mesure des déformations

c. Traction résiduelle après maintien en température à 500°C, 800°C, 900°C et 1000°C

La chute de la contrainte de rupture du fil Hi-Nicalon en fonction de la température observée lors des essais de fatigue statique (**Ch. 2-b-i**) a été comparée à celle d'un monofilament (**figure II-19**). Les contraintes de rupture des fils correspondent aux durées de vie nulles en fatigue statique sous air. Les contraintes de rupture des monofilaments en fonction de la température sous tirées de l'ouvrage « Fine Ceramic Fibers » écrit par M. Berger et A. Bunsell [Berger1999]. Celles-ci ont été obtenues lors d'essais de traction monotone sous air. Par rapport aux monofilaments, une chute importante de la contrainte de rupture est observée pour les fils pour des températures supérieures à 500°C.

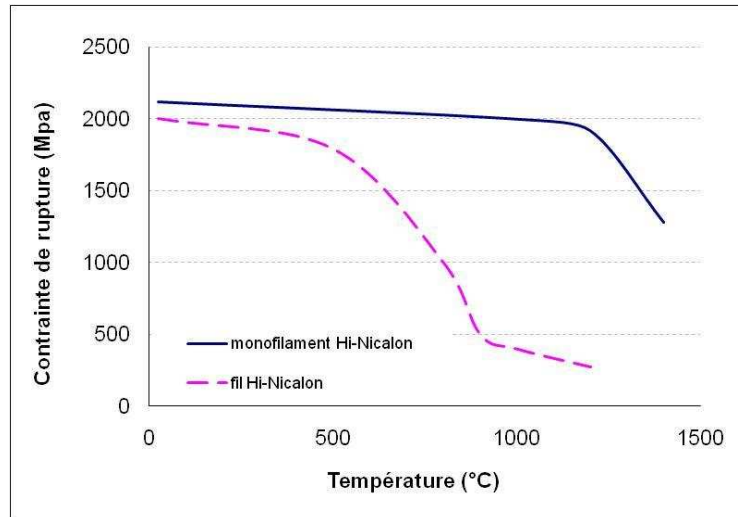


Figure II-19 : évolution sous air de la contrainte de rupture d'un monofilament Hi-Nicalon et d'un fil Hi-Nicalon en fonction de la température.

Le but des essais de traction résiduelle était de déterminer si l'exposition des échantillons à haute température sous air diminue les caractéristiques mécaniques d'un fil Hi-Nicalon. La **figure II-20** montre les résultats de traction monotone à température ambiante de fils Hi-Nicalon vieillis sous air pendant 15 minutes à différentes températures sous une charge de 0,2 MPa. Il est remarquable de constater que les propriétés du fil restent intactes après un vieillissement à 500°C pendant 15 minutes. Par contre, une chute de la contrainte de rupture est observée pour un essai de traction après vieillissement à 800°C pendant 15 minutes et pour tous les essais de traction de fils ayant subi un vieillissement à 900°C et 1000°C pendant 15 minutes. Plusieurs phénomènes sont observés lors des essais de traction résiduelle:

- Une chute de la contrainte de rupture du fil : à température ambiante et à 500°C elle vaut 1800 MPa (ce qui correspond à une force maximale $F_{\max} = 130$ N) ; à 900°C et 1000°C celle-ci diminue jusqu'à 360MPa ($F_{\max}=30$ N). Le **tableau II-2** présente les contraintes de rupture des fils après les différents vieillissements en température. La contrainte est calculée à l'aide de la relation **(II-18) et (II-3)**.
- Une succession de segments linéaires, ce qui suggère des ruptures successives par paquets de monofilaments.
- Des contraintes de rupture du même ordre de grandeur après vieillissements sous charge (0,2 MPa) à une même température pour des durées différentes (**tableau II-2 et figure II-21 pour $T = 1000^\circ\text{C}$**).

	$\gamma = 0$		$\gamma = 0,2$	
	$\sigma_{r \min}$ (MPa)	$\sigma_{r \max}$ (MPa)	$\sigma_{r \min}$ (MPa)	$\sigma_{r \max}$ (MPa)
T = 500°C, 15 min	1687	1750	2109	2188
T = 800°C, 15 min	1046	1769	1307,5	2211
T = 900°C, 15 min	498	964	623	1205
T = 1000°C, 15 min	590	871	738	1089
T = 1000°C, 1 h	366	803	458	1004
T = 1000°C, 2 h	551	761	689	952

Tableau II-2: contraintes de ruptures minimales et maximales des fils vieillissés à 500°C, 800°C, 900°C pendant 15 minutes et à 1000°C pendant 15 minutes, 1 heure et 2 heures

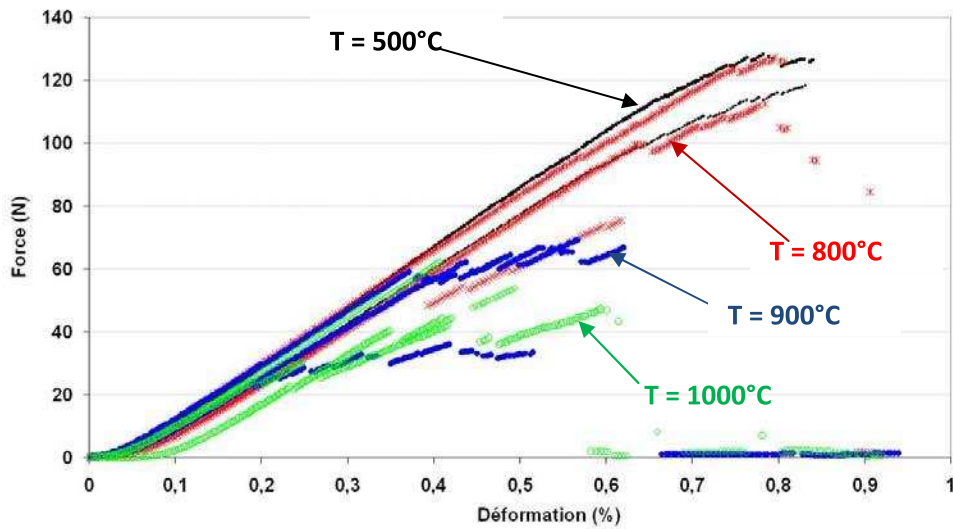


Figure II-20 : essai de traction monotone après vieillissement sous air à 500°C, 800°C, 900°C et 1000°C pendant 15 minutes

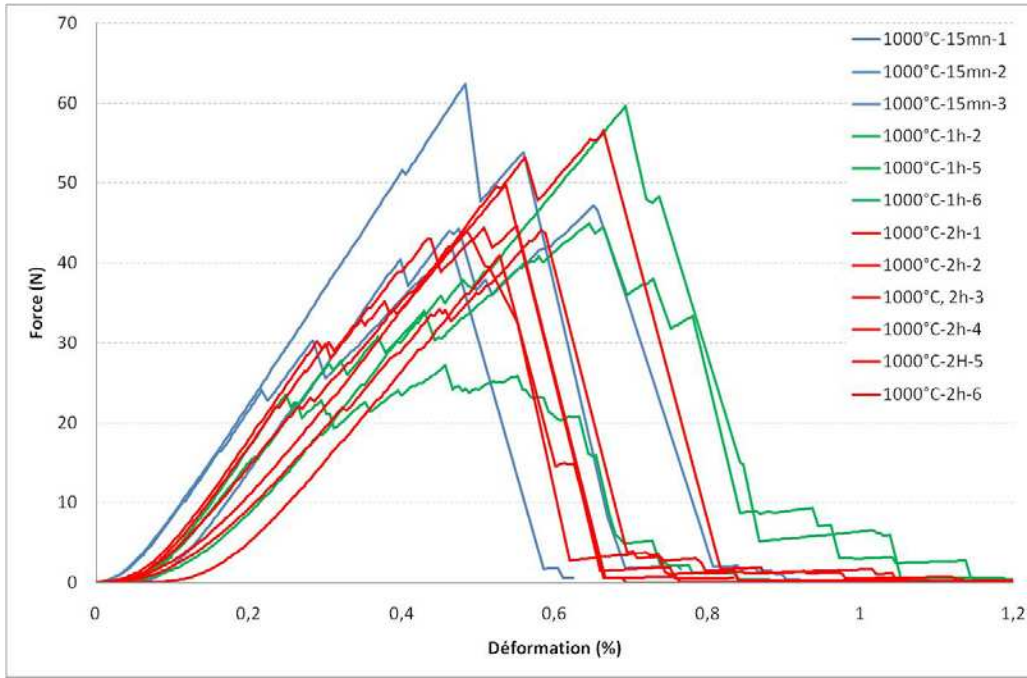


Figure II-21: Essais résiduels après vieillissement à 1000°C pendant 15 minutes, 1 heure et 2 heures

Il est possible de déterminer le nombre de fibres qui rompent par paquet en comparant les pentes de chaque segment linéaire (**figure II-22**) et en utilisant la relation (**II-19**) :

$$N_f^i - N_f^{i-1} = N_0 \cdot (1 - \gamma) \left(\frac{E_{Fil}^i - E_{Fil}^{i-1}}{E_f} \right) \quad (II - 19)$$

Remarque : le détail de ce calcul est en **annexe G**

$N_f^i - N_f^{i-1}$ est le nombre de fibres rompues dans le paquet i , E_f le module d'Young du monofilament et E_{Fil}^i est la constante d'élasticité du segment correspondant au paquet i (**II-20**):

$$E_{Fil}(i) = \frac{dF_a(i)}{d\varepsilon_{Fil}(i)} \cdot \frac{1}{S_{Fil}} \quad (II - 20)$$

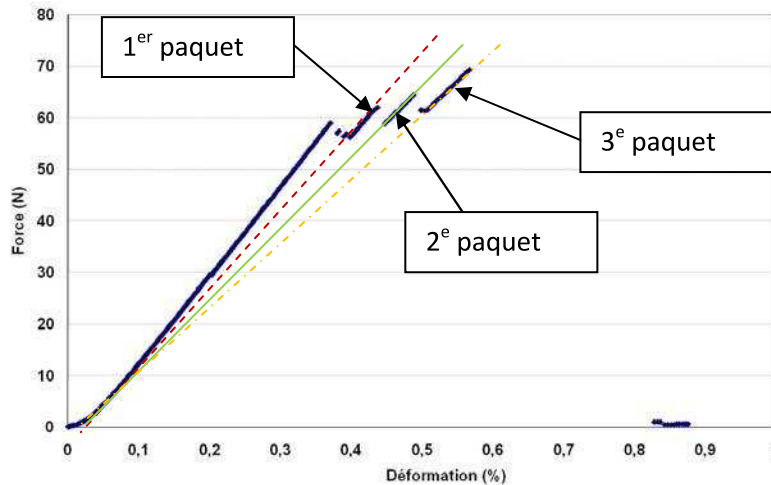


Figure II-22: essai de traction résiduelle d'un fil ayant été vieilli 15 minutes sous air à 500°C, détermination du nombre de fibres qui rompent par paquet

Le **tableau II-3** donne le nombre de monofilaments qui rompent par paquet après vieillissement à 800°C, 900°C et 1000°C pendant 15 minutes.

T°C	1er paquet	2 ^e	3 ^e	4 ^e	5 ^e	6 ^e	7 ^e
1000°C - 1	7	127	-	-	-	-	-
1000°C - 2	35	86	-	-	-	-	-
1000°C - 3	39	8	73	19	6	-	-
900°C - 1	49	31	29	-	-	-	-
900°C - 2	21	18	16	12	15	34	-
900°C - 3	23	23	31	14	19	40	28
800°C - 2	67	13	11	5	-	-	-
800°C - 3	31	-	-	-	-	-	-

Tableau II-3 : nombre de monofilaments qui rompent par paquet lors d'essais de traction après vieillissement à 500°C, 800°C, 900°C et 1000°C pendant 15 minutes sous la charge de 0,2 MPa

- La formation de silice à haute température entraîne la création de pontages entre fibres et une augmentation de leurs interactions.
- Ces interactions entraînent une chute de la contrainte de rupture du fil qui dépend de la température.

d. Caractérisation des échantillons au microscope électronique à balayage après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C

- i. Etude fractographique après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C.

Trois types de faciès de rupture de fibres ont été observés :

- Les faciès miroir (*image II-4*)

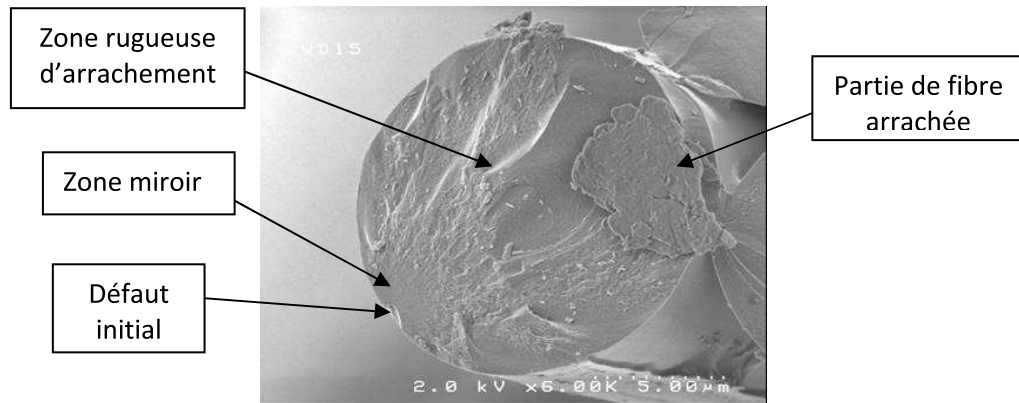


Image II-4 : exemple de faciès miroir d'une fibre au sein d'un fil Hi-Nicalon après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 300 MPa pendant 7 heures

Ces faciès sont typiques d'une rupture fragile (*I-2-b*). Le défaut initial, la zone de propagation de la fissure et la zone arrachée sont nettement visibles. Ce faciès de rupture est majoritaire lors d'études fractographiques d'un fil Hi-Nicalon après essai de traction monotone ou essai de fatigue statique sous air aux températures inférieures. Ce type de faciès a été également observé après essai de fatigue statique sous air à 900°C mais en moins grande quantité. Aucun faciès de ce type n'a été observé après essai de fatigue statique sous air à 1000°C.

- Les faciès de rupture lente (*images II-5-a et II-5-b*) (Ch. I-3-a)

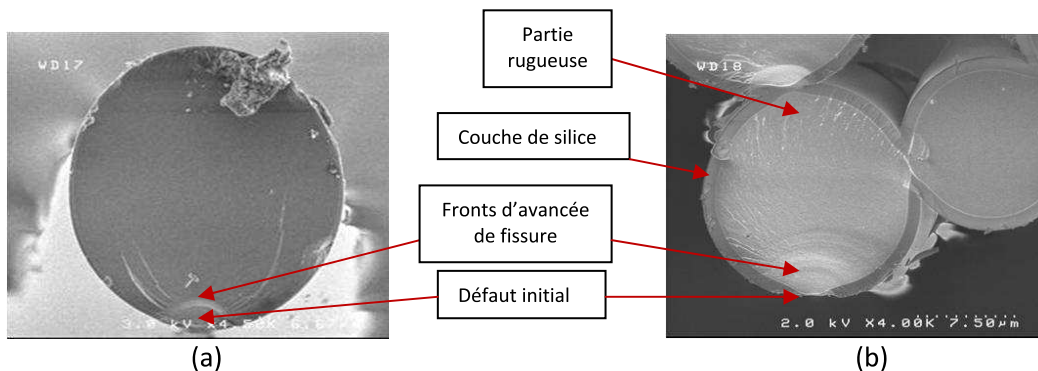


Image II-5 : étude fractographique après essai de fatigue statique sous air à 900°C et 1000°C

- (a) Exemple de faciès de rupture de certaines fibres d'un fil Hi-Nicalon après essai de fatigue statique à 900°C, air, sous 250 MPa pendant 14 jours : faible épaisseur de silice
- (b) Exemple de faciès de rupture de certaines fibres d'un fil Hi-Nicalon après essai de fatigue statique à 1000°C, 5% O₂ sous 250 MPa pendant 13 jours : forte épaisseur de silice

La fissure est amorcée au niveau d'un défaut de surface et la progression lente de la fissure s'identifie sur le faciès par des lignes courbes successives appelées fronts de fissuration. La partie de la fibre qui rompt brutalement s'observe tout aussi bien par une rugosité de surface typique d'un

arrachement. Il est important de noter que pour des durées de vie équivalentes, la couche de silice à la surface des fibres est bien plus importante après un essai à 1000°C par rapport à un essai à 900°C (*image II-5-b*). La formation de silice a pour effet de coller les fibres entre elles. Ce type de faciès de rupture n'est présent que sur quelques fibres (environ 4 sur 100) au sein d'un fil d'où la difficulté de les détecter.

- Les faciès lisses (*image II-6*)

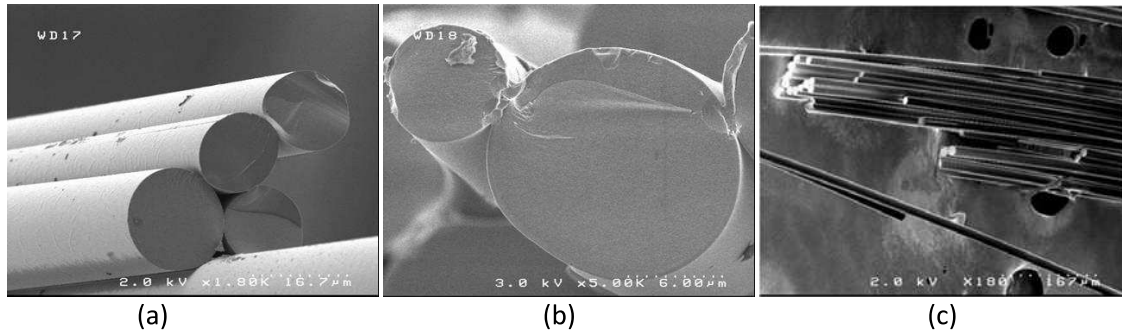


Image II-6: étude fractographique après essai de fatigue statique sous air à 900°C et 1000°C

- Faciès de ruptures de fibres Hi-Nicalon au sein d'un fil après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 7 heures et 300 MPa*
- Faciès de ruptures de fibres Hi-Nicalon au sein d'un fil après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 14 jours et 250 MPa*
- Faciès de ruptures de fibres Hi-Nicalon au sein d'un fil après essai de fatigue statique sous air (5% O₂) à 1000°C, 13 jours et 250 MPa*

Ils sont observés sur des fibres ayant rompu sur un même plan et collées entre elles à cause de la formation d'oxyde à haute température. La rupture d'une fibre au sein du paquet de fibres collées entraîne la propagation d'une fissure qui se propage instantanément dans les fibres avoisinantes et entraîne leur rupture fragile dans le même temps. Les faciès lisses apparaissent vraisemblablement quand la température d'essai est suffisante pour former rapidement de la silice qui colle les fibres entre elles. Ce type de faciès est présent pour les fils ayant rompu en fatigue statique sous air à 900°C et 1000°C.

- ii. Observation de la surface des fibres après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C

Les clichés ci-dessous (*images II-7-a-b-c-d*) mesurent 1 µm de côté et montrent des surfaces de fibres (sans la couche de silice) après essai de fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C, 1200°C. Ces surfaces sont comparées à celle d'une fibre brute dont l'ensimage a été brûlé à 600°C pendant 1 minute. Les durées de vieillissement aux différentes températures ne sont pas les mêmes mais cela n'a pas d'importance. Ces micrographies montrent que l'oxygène n'attaque pas préférentiellement certaines zones de la fibre : les grains de SiC sont réguliers (cercles rouges sur les photographies) et le front d'oxydation semble être parfaitement plan. L'oxydation des fibres ne semble pas engendrer des défauts sur un carré d'1 µm de côté pour des températures supérieures ou égales à 900°C.

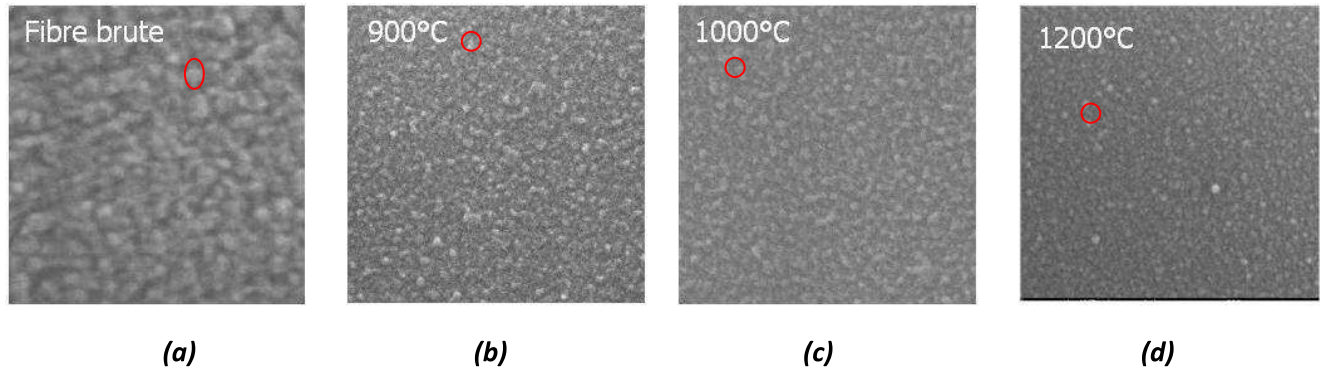


Image II-7 : comparaison de la surface du SiC des fibres après essais de fatigue statique sur fils pour des mêmes conditions d'observation au MEB (clichés de 1 μm de coté)

a : surface d'une fibre Hi-Nicalon brute après désensimage

b : surface d'une fibre Hi-Nicalon après traitement HF 1h et essai à 900°C 8 jours et 350 MPa

c : surface d'une fibre Hi-Nicalon après traitement HF 1h et essai à 1000°C, 37 jours, 300 MPa

d : surface d'une fibre Hi-Nicalon après traitement HF 1h et essai à 1200°C, 4 jours, 176 MPa (non rupture)

Conclusions

Les différents résultats expérimentaux obtenus dans ce Chapitre 2 permettent d'aboutir aux conclusions suivantes :

- la fissuration lente activée par l'oxydation est le phénomène de rupture différé prépondérant,
- les résultats suivent la tendance donnée par la loi de durée de vie $t. \sigma^n = A$. Néanmoins, la variabilité augmente avec la température et des durées de vie plus longues sont obtenues à partir 1000°C, ce qui met en évidence une influence croissante de la couche d'oxyde,
- l'incertitude de la contrainte appliquée sur les fils est importante et explique en partie la dispersion des durées de vie en fatigue statique,
- les échantillons aux durées de vie les plus élevées sont recouverts d'une couche d'oxyde épaisse, homogène et adhérente,
- lors d'essais en mors froid à 1000°C, l'échantillon rompt pour une température inférieure à 1000°C (de l'ordre de 600°C) dans une zone où l'épaisseur d'oxyde formé est très faible,
- la mesure de la déformation lors d'essais en mors froid à 1000°C permet d'affirmer que la rupture différée des fils Hi-Nicalon a lieu sans déformation pour toutes les températures inférieures ou égales à 1000°C,
- le fluage des fils Hi-Nicalon apparaît à 1200°C pour des contraintes supérieures ou égales à 200 MPa,
- la chute de la contrainte de rupture avec la température est expliquée par l'augmentation du nombre d'interactions entre les fibres à cause de la formation très rapide d'oxyde.

CHAPITRE III : MODELISATION DE LA DUREE DE VIE EN FATIGUE STATIQUE SOUS AIR DES FILS HI-NICALON	83
1. Modèle de fissuration lente: valeurs des constantes et des paramètres	84
2. Effets de la couche d'oxyde	85
a. Modèle de fissuration lente ralenti par formation d'oxyde	85
b. Effet de l'oxydation, réduction de diamètre de la fibre Hi-Nicalon.	90
c. Modèle de fissuration lente ralenti avec prise en compte des interactions.....	94
d. Prise en compte de tous les effets.....	95
3. Etude de la variabilité.....	97
a. Dispersion statistique de $\sigma_f(\alpha_c)$ mesurée en traction monotone	97
b. Dispersion statistique de la durée de vie des fils à 500°C.....	100
i. Test de Student sur les durées de vie.....	100
ii. Distribution statistique des durées de vie des fils	102

Chapitre III : modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon

Introduction

Les diagrammes de durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon à 900°C, 1000°C et 1200°C et les différentes observations du Chapitre 2 laissent à penser que le phénomène responsable de la rupture est la fissuration lente activée par l'environnement.

Cependant, les durées de vie obtenues sont dispersées et l'incertitude sur la contrainte appliquée n'explique pas à elle seule cette particularité. La formation massive de silice à très haute température et le caractère statistique de la rupture des matériaux céramiques semblent avoir une influence sur les résultats.

La contrainte de rupture des fils diminue significativement avec la température. Ceci est expliqué par l'augmentation du nombre d'interactions entre les fibres à cause de la formation massive et rapide de silice.

Ce Chapitre 3 intègre les résultats expérimentaux du Chapitre 2 dans un modèle de prévision de la durée de vie.

1. **Modèle de fissuration lente: valeurs des constantes et des paramètres**

Le **Chapitre I** présente le modèle de fissuration sous-critique de W. Gauthier (**Ch. I-3-a-iii**). La durée de vie d'un fil Hi-Nicalon est obtenue en intégrant la loi de propagation lente de fissure : la rupture se produit lorsqu'une fissure amorcée par un défaut de taille C_j atteint une longueur critique a_c dans la fibre dont la rupture provoque la rupture du fil (fibre critique correspondant à $\alpha = \alpha_c$) [Gauthier2007] (**Ch. I-3-a-iii**) (**I-30**) (**I-31**) (**I-32**).

$$t_{Fil} = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{\left(\frac{V}{V_0}\right)^{\frac{n-2}{m_f}}} \left[\ln\left(\frac{1}{1-\alpha_C}\right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} - \sigma^{n-2} \right] \quad (I-30)$$

$$A_1 = A_{10} \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (I-20)$$

$$\text{avec } \sigma_{f(\alpha_c)} = \sigma_{0f} \left[\frac{V_0}{V} \ln\left(\frac{1}{1-\alpha_C}\right) \right]^{\frac{1}{m_f}} \quad (I-31)$$

$$\text{et } A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A (n-2)} \sigma_{f(\alpha_c)}^{n-2} \text{ lorsque } \sigma \rightarrow 0 \quad (I-32)$$

Ce modèle prend en compte les caractéristiques mécaniques et statistiques des fibres dont la plupart ont été déterminées en traction à température ambiante au chapitre 2 (**tableau II-1**). A est la constante de la loi de fissuration lente expérimentale (**Ch. II-2-a**) (**II-17**). K_{1C} est le facteur d'intensité de contrainte. Y est le facteur de forme d'un défaut lenticulaire (**I-27**).

$$Y = \frac{2}{\sqrt{\Pi}} \quad (I-27)$$

Remarque : la contrainte σ du modèle est la contrainte appliquée sans prendre en compte le nombre de fibres cassées avant essai : $\sigma = \sigma_{Fil}(\gamma = 0)$ (**II-18**):

Remarque 2 : la durée de vie moyenne sera notée par la suite $\overline{t_{Fil}}$ (**III-1**) ; la contrainte moyenne de rupture du monofilament critique sera notée $\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}}$ (**tableau II-1**).

$$\overline{t_{Fil}} = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}^{n-2}} - \sigma^{n-2} \right] \quad (III-1)$$

Le tableau suivant donne les valeurs des constantes utilisées dans ce modèle (**tableau III-1**). Les paramètres statistiques ont tous été réévalués lors de cette thèse grâce aux essais de traction réalisés par A. Tabeau (**tableau II-1**).

Constantes de la loi expérimentale de fissuration lente	A_0 ($s^{-1} MPa^{-n}$)	$5,62 \cdot 10^{17}$
	n	8,40E+00
	E_a (J/mol)	181600
	R (J/mol/K)	8,314
Caractéristiques mécaniques et morphologiques des monofilaments Hi-Nicalon	Y	1,13
	K_{Ic} ($MPa \cdot \sqrt{m}$)	1,40
	V_0 (m^3)	1
	V_f (m^3) pour L= 0,025 m	$3,54 \cdot 10^{-12}$
Paramètres statistiques de weibull de la distribution des contraintes de rupture des monofilaments Hi-Nicalon	mf	10,1
	σ_0 (MPa)	532
	$\alpha_c(25^\circ C)$ (%)	8
	$\sigma_f(\alpha_c)$ (MPa)	2376

Tableau III-1 : significations et valeurs moyennes des constantes du modèle de fissuration sous-critique

2. Effets de la couche d'oxyde

a. Modèle de fissuration lente ralenti par formation d'oxyde

Les courbes d'endurance et les faciès de rupture (*image II-5, figure II-14*) montrent que la fissuration sous-critique est le mécanisme qui contrôle la durée de vie à 1000°C. Malgré tout, certaines durées de vie sont sous-estimées par le modèle de fissuration sous-critique (*figure II-14*).

D'après W. Gauthier, la fissure est amorcée par un défaut de surface et elle progresse grâce à l'oxydation du carbone libre des fibres [Gauthier2007]. Le terme A de la loi expérimentale de fissuration lente dépend de l'énergie d'activation de la réaction de l'oxygène sur le carbone libre des fibres (*II-17*).

Pour les éprouvettes dont les durées de vie à 1000°C sont sous-estimées par le modèle de Gauthier, il est remarquable de constater qu'une couche uniforme et épaisse de silice se forme à la surface des fibres. En effet, plus la température augmente plus la réactivité de l'oxygène augmente [Deal1965]. Aux températures élevées l'oxygène réagit directement à la surface des fibres pour former rapidement une couche de silice uniforme. Deal et Grove démontrent que la pression d'oxygène à l'interface SiC-oxyde devient très faible lors de l'oxydation du SiC [Deal1965]. Il est donc raisonnable de penser que la pression d'oxygène à l'interface fibre Hi-Nicalon-silice est très faible. L'oxygène a alors plus de difficultés pour pénétrer dans les fissures et le front d'oxydation devient plan, ce qui est confirmé par les observations du SiC après attaque au HF (*image II-7*). Lorsqu'une couche de silice suffisante est formée, l'oxygène n'a donc pas accès directement à la fissure (*figure III-1*). Comme le phénomène de fissuration sous-critique est activé par l'oxygène [Gauthier2007], la vitesse d'avancée de fissure est ralentie.

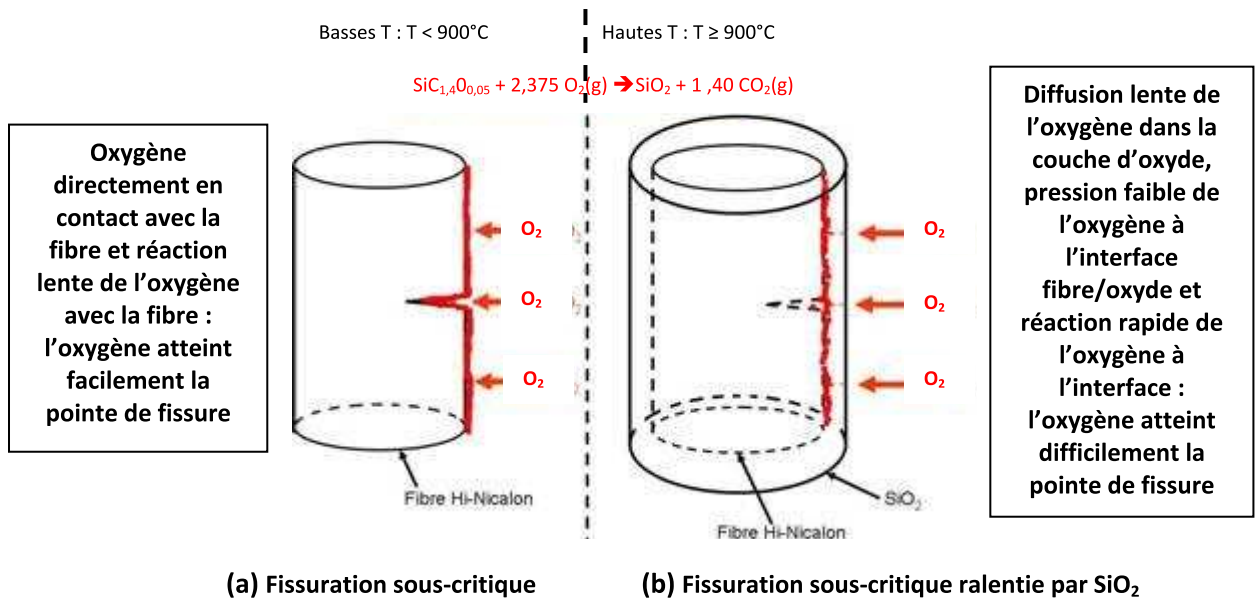


Figure III-1 : schématisation des modes d'endommagement par fissuration sous-critique aux températures intermédiaires et aux très hautes températures

Cette diminution de la vitesse de fissuration peut être interprétée comme une énergie supplémentaire à fournir pour faire avancer la fissure. Des travaux sur les céramiques et les verres mettent en lumière l'aspect énergétique de la vitesse de fissuration. En s'inspirant des travaux de Wiederhorn sur les verres [Wiederhorn1967], la constante A de la loi de fissuration lente (II-17) peut s'écrire de la façon suivante (III-2) :

$$A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{R.T} + f_{SiO_2}(t_0)\right) \quad (III-2)$$

Où $f_{SiO_2}(t_0)$ est fonction retard prenant en compte le ralentissement de la vitesse de fissuration

$f_{SiO_2}(t_0)$ est la fonction retard. Ce paramètre s'ajoute à l'énergie d'activation lorsqu'une épaisseur limite de silice est formée au bout d'un temps t_0 (III-3) (III-4). Le bouchage complet d'un joint de grain ($e_{j.d.g}$) détermine la valeur de l'épaisseur limite de silice formée ($e_{SiO_2(t_0)}$). Le calcul de cette épaisseur limite prend en compte la consommation des grains de la fibre ($\Delta r_{f(t_0)}$) lors de la formation de l'oxyde ($e_{SiO_2(t_0)}$) (III-5). Pour boucher des joints d'une largeur moyenne de 40 nm il faut former 50 nm de silice (III-5) (figure III-2). L'oxygène atteint alors plus difficilement le carbone libre en pointe de fissure ce qui se traduit par une augmentation de la barrière énergétique à franchir pour permettre l'avancée de la fissure.

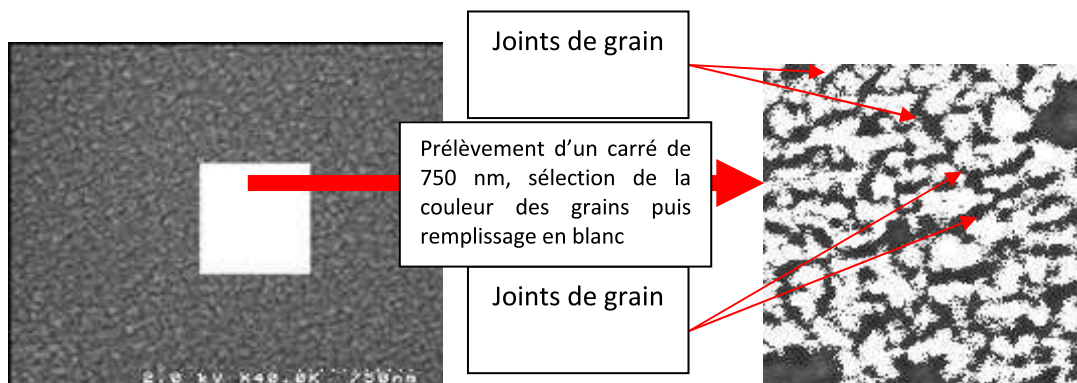


Figure III-2: mesure des joints de grains de fibres Hi-Nicalon par analyse d'image

Chapitre III : modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon

La fonction $f_{SiO_2}(t_0)$ dépend du temps et est effective lorsqu' une épaisseur de 50 nm de silice s'est formée à la surface des fibres. Ce temps t_0 est déterminé à l'aide des lois cinétiques d'oxydation dépendantes de la pression d'oxygène présent dans l'atmosphère autour du fil [Avril2005] **(I-37) (I-38) (III-6)** [Boyer2005].

$$f_{SiO_2}(t_0) = F_{SiO_2} \cdot H(t - t_0) = F_{SiO_2} \cdot H\left(t - \frac{e_{SiO_2}(t_0)^2}{k(T_{essai})}\right) \quad (III - 3) \quad t_0 = \frac{e_{SiO_2}(t_0)^2}{k(T_{essai})} \quad (III-4)$$

$H = 0$ quand $t < t_0$ et $H = 1$ quand $t \geq t_0$

$$F_{SiO_2} = 3$$

$$e_{SiO_2}(t_0) = \Delta r_{f(t_0)} + \frac{1}{2} e_{j.d.g} = \left[\frac{M_f \rho_{SiO_2}}{M_{SiO_2} \rho_f} \right] \cdot e_{SiO_2}(t_0) + \frac{1}{2} e_{j.d.g} \Rightarrow e_{SiO_2}(t_0) = 50nm \quad (III - 5)$$

$$k = 1,07 \cdot 10^{-11} \cdot \exp\left(-\frac{20326}{T}\right) \quad (\text{modèle Boyer, Rebillat}) \quad \text{à } T < 1000^\circ C \quad (III - 6)$$

$$k = 2,5 \cdot 10^{-19} \cdot \exp\left(-\frac{91000}{RT}\right) P_{O_2}^{0,89} \quad (\text{modèle Avril, Rebillat}) \quad \text{à } 1000^\circ C \quad (I - 37)$$

$$k = 1,1 \cdot 10^{-3} \cdot \exp\left(-\frac{91000}{RT}\right) P_{O_2}^{0,95} \quad (\text{modèle Avril, Rebillat}) \quad \text{à } 1200^\circ C \quad (I - 38)$$

La vitesse de fissuration diminue lorsque les durées de vie sont supérieures à t_0 (**figure III-3**). Lorsque les joints de grain des fibres Hi-Nicalon sont complètement bouchés, le phénomène de fissuration sous-critique est ralenti. Cette diminution de la vitesse de fissuration permet d'expliquer l'augmentation de la durée de vie en fissuration sous-critique à 1000°C (**tableau III-2 et figures III-4 et III-5**).

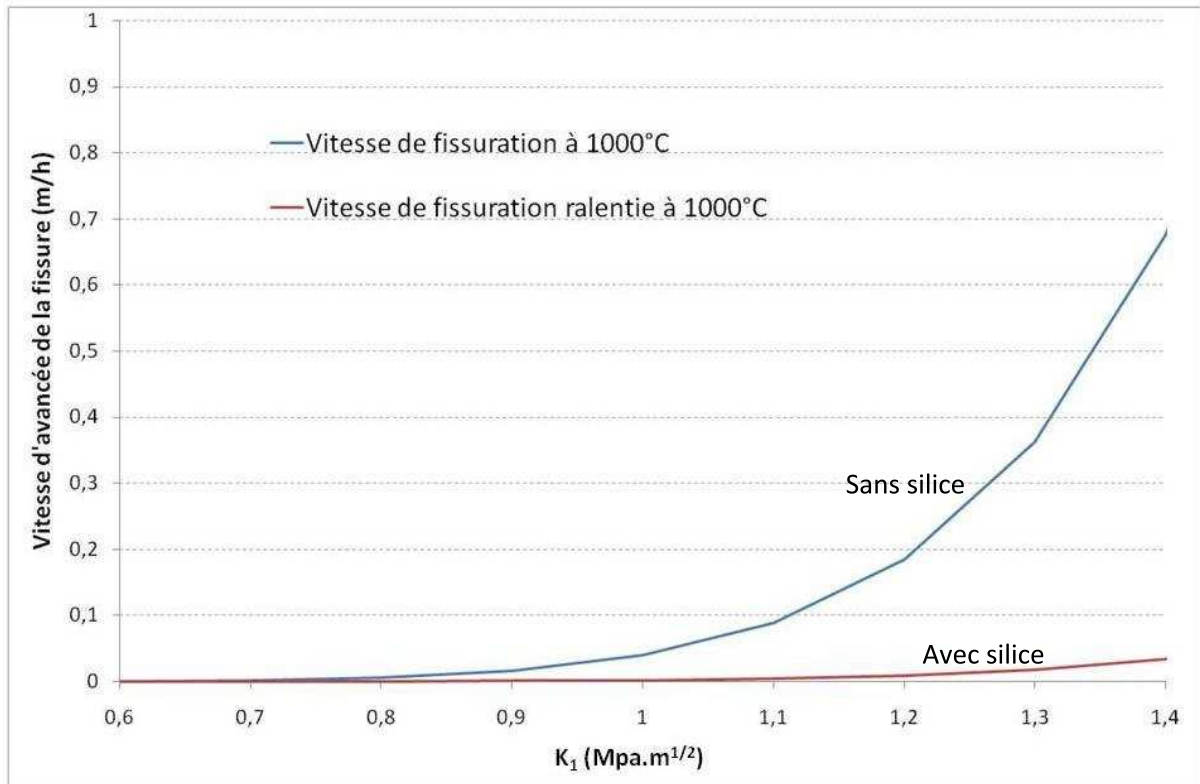


Figure III-3: vitesses d'avancée de fissure à 1000°C en présence d'une couche de silice ou non

	k ($\text{s}\cdot\text{m}^{-2}$)	t_0 (h)
500°C	$4,08\cdot 10^{-24}$	170258 (= 236 mois)
800°C	$6,4\cdot 10^{-21}$	109 (= 4.6 jours)
900°C	$3,2\cdot 10^{-20}$	22
1000°C	$3,1\cdot 10^{-19}$	2,24
1200°C	$2.2\cdot 10^{-18}$	0.31

Tableau III-2 : valeurs de la constante cinétique k et de t_0 en fonction de la température

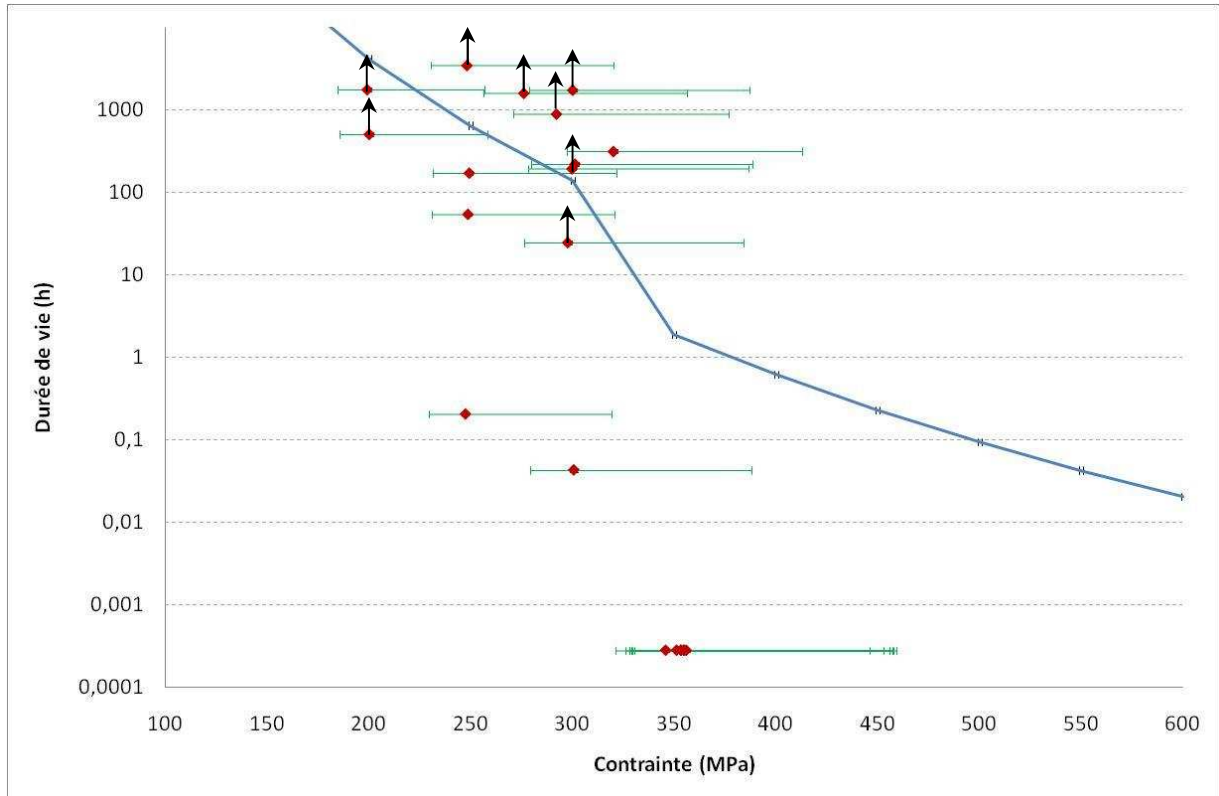


Figure III-4: prévision de la durée de vie moyenne d'un fil Hi-Nicalon en fatigue statique sous air à 1000°C (fissuration sous-critique ralentie)

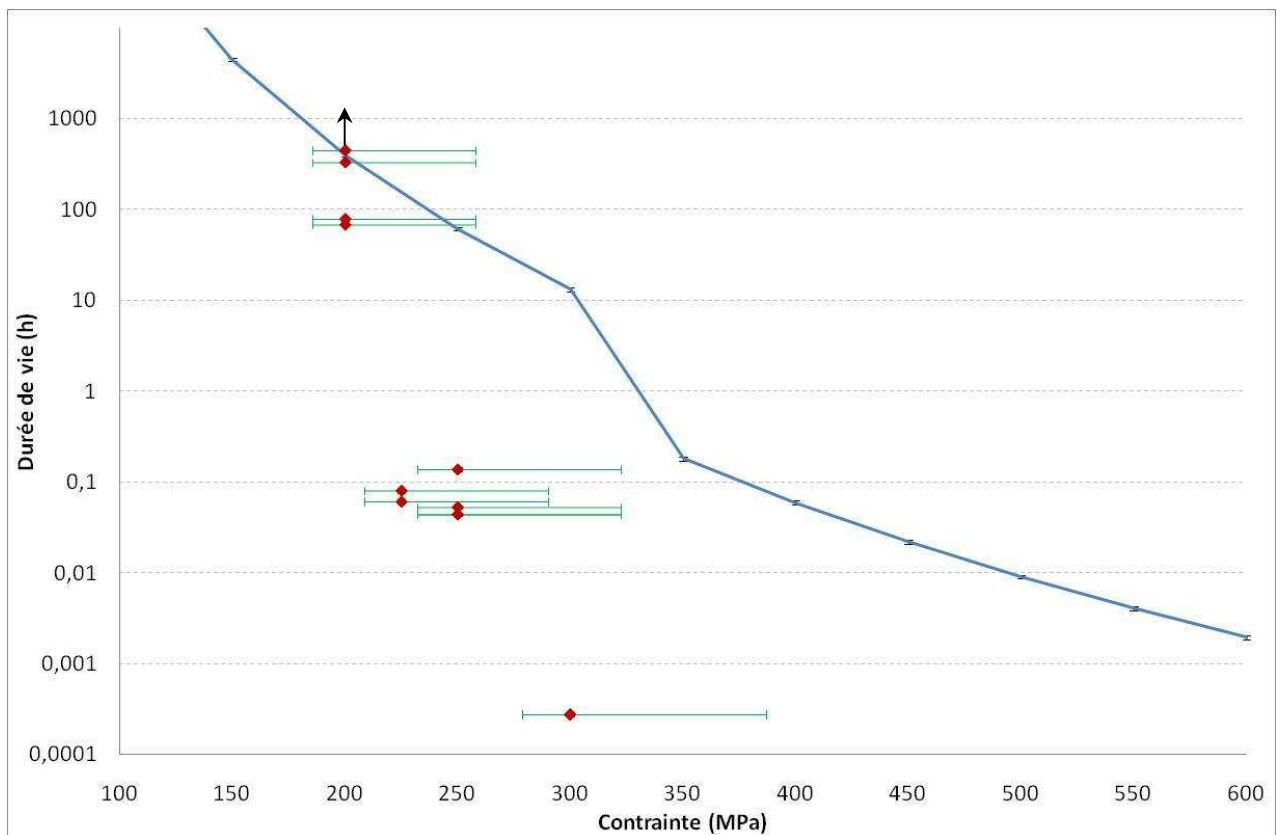


Figure III-5: prévision de la durée de vie moyenne d'un fil Hi-Nicalon en fatigue statique sous air à 1200°C (fissuration sous-critique ralentie)

Conclusions :

- La prise en compte de l'influence de la couche de silice sur la cinétique de propagation de la vitesse permet de prévoir les durées de vie sous estimées par le modèle de fissuration sous-critique.
- Il reste maintenant à expliquer la chute de la contrainte de rupture avec la température et les durées de vie sur-estimées par le modèle de fissuration sous-critique.

b. Effet de l'oxydation, réduction de diamètre de la fibre Hi-Nicalon.

A haute température, les fibres s'oxydent en cours d'essai de fatigue statique : la section de la fibre diminue au cours du temps et une couche de silice croît (*image III-1*).

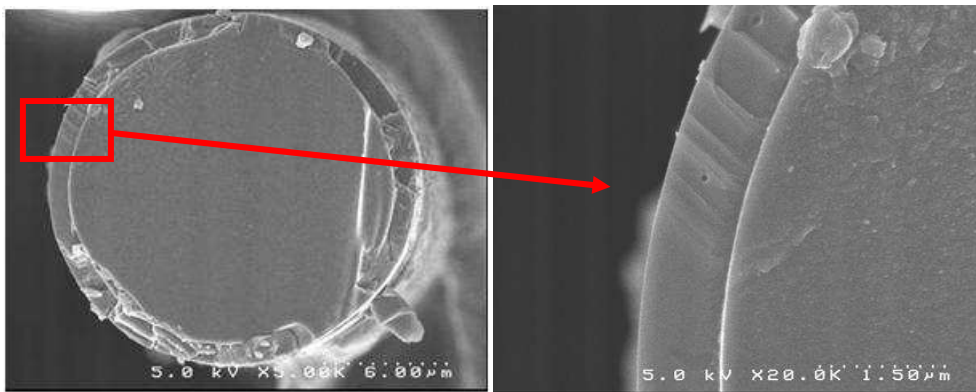


Image III-1: exemple de faciès de rupture de certaines fibres d'un fil Hi-Nicalon après essai de fatigue statique à 1000°C, sous air pendant 20 jours et sous 250

Lorsque la fibre est suffisamment oxydée, l'ensemble fibre-silice peut-être considéré comme un composite à liaison forte car aucune décohésion n'est observée (*image III-1 et figure III-6*). Il est donc possible de calculer le module d'Young du composite (Hi-Nicalon-SiO₂) $E_c(t)$ grâce à la loi des mélanges (III-7). La section de la fibre $S_f(t)$, la surface d'oxyde $S_{SiO_2}(t)$ varient en fonction du temps et obéissent à des cinétiques d'oxydation dont les équations sont détaillées au chapitre I (I-37), (I-38), (I-39), (III-8), (III-9). Ces cinétiques d'oxydation permettent de modéliser la croissance d'oxyde au cours du temps $e_{SiO_2}(t)$ et la consommation de la fibre Hi-Nicalon $\Delta r_f(t)$ (III-10) (III-11) (III-12).

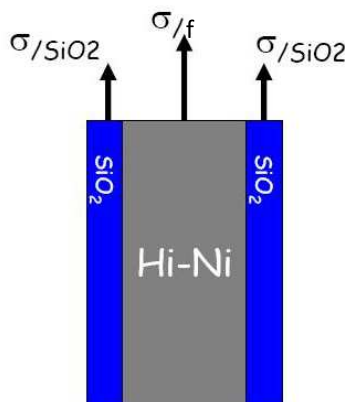


Figure III-6 : composite fibre-silice et contraintes appliquées

Chapitre III : modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon

$$E_C(t) = E_{f, SiO_2}(t) = \frac{E_f \cdot S_f(t)}{S_f(t) + S_{SiO_2}(t)} + \frac{E_{SiO_2} \cdot S_{SiO_2}(t)}{S_f(t) + S_{SiO_2}(t)} \quad (III-7)$$

Avec $E_f = 270$ GPa et $E_{SiO_2} = 60$ GPa à 1000°C et 1200°C

$$S_f(t) = \Pi \cdot (r_{f0} - \Delta r_f(t))^2 \quad (III-8)$$

$$S_{SiO_2}(t) = \Pi \left[(r_{f0} - \Delta r_f(t) + e_{SiO_2}(t))^2 - (r_{f0} - \Delta r_f(t))^2 \right] \quad (III-9)$$

$$e_{SiO_2}(t) = \sqrt{k(1273^\circ\text{K}) \cdot t} = \sqrt{0,19 \cdot 10^{-3} \cdot \exp\left(-\frac{91000}{RT}\right) P_{O_2}^{0,89} \cdot t} \quad (\mu\text{m}) \text{ à } 1273^\circ\text{K} \quad (III-10)$$

$$e_{SiO_2}(t) = \sqrt{k(1473^\circ\text{K}) \cdot t} = \sqrt{1,1 \cdot 10^{-3} \cdot \exp\left(-\frac{91000}{RT}\right) P_{O_2}^{0,95} \cdot t} \quad (\mu\text{m}) \text{ à } 1473^\circ\text{K} \quad (III-11)$$

$$\Delta r_f(t) = \left[\frac{M_f \rho_{SiO_2}}{M_{SiO_2} \rho_f} \right] \cdot e_{SiO_2}(t) \quad (III-12 \text{ d'après } I-36)$$

La contrainte appliquée sur les fibres en fonction du temps $\sigma_{f(t)}$ peut ainsi être facilement calculée (III-13) puisque la déformation des fibres ϵ_f est égale à celle du composite (Hi-Nicalon-Silice) ϵ_c (III-14) :

$$\epsilon_f = \epsilon_c \quad (III-13)$$

En considérant que la silice et les fibres se partagent l'effort appliqué, alors la contrainte sur les fibres Hi-Nicalon $\sigma_{f(t)}$ vaut :

$$\begin{aligned} \rightarrow \frac{\sigma_{f(t)}}{E_f} &= \frac{\sigma_{fC}}{E_C(t)} = \frac{F_a}{(S_{SiO_2}(t) + S_f(t)) E_C(t)} \\ \rightarrow \sigma_{f(t)} &= E_f \frac{F_a}{(S_{SiO_2}(t) + S_f(t)) E_C(t)} \end{aligned} \quad (III-14)$$

Dans le cas le plus pénalisant, la cohésion entre la silice et les fibres est très faible et le fil supporte alors seul l'effort (III-15).

$$\sigma_{f(t)} = \frac{F_a}{S_f(t)} \quad (III-15)$$

La rupture des fibres Hi-Nicalon a lieu lorsque la contrainte appliquée sur les fibres atteint la contrainte de rupture des fibres. La **figure III-7** montre l'évolution relative de la contrainte appliquée $\frac{\Delta \sigma_{f(t)}}{\sigma_{f(t)}}$ en fonction de la diminution relative du rayon des fibres Hi-Nicalon $\frac{\Delta r_f}{r_{0f}}$ pour une contrainte initiale de 250 MPa ($F_a = 16,7$ N) quelle que soit la température.

Remarque : au sein d'un fil, si les fibres sont considérées indépendantes alors $\sigma_{f(t)} = \sigma_{réelle(fil)}(t)$

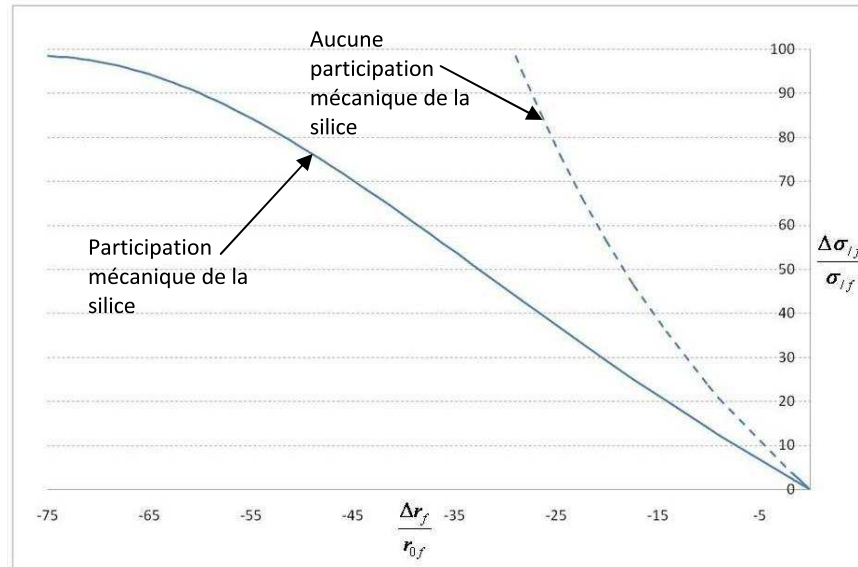


Figure III-7 : évolution de la contrainte relative (%) appliquée en fonction de la diminution relative du rayon des fibres (%)

Par oxydation des fibres, la durée de vie est obtenue lorsque la contrainte appliquée sur les fibres σ_f atteint la contrainte de rupture des fibres σ_f (III-16).

$$\sigma_f(t) = \sigma_f \text{ (III-16)} \quad \text{avec } 500 \text{ MPa} \leq \sigma_{Rf} \leq 2700 \text{ MPa} \quad \text{(figure II-10)}$$

Les figures III-8 et III-9 montrent l'évolution de la contrainte appliquée sur les fibres en fonction du temps à 1000°C et 1200°C. La contrainte initialement appliquée est de 250 MPa. La contrainte appliquée augmente au cours du temps et celle-ci atteint la contrainte de rupture de la fibre au bout de 40000 h à 1000°C et 10000 h à 1200°C dans le cas le plus pénalisant (III-15). La rupture des fibres par réduction de diamètre est donc à exclure pour des essais de fatigue statique à 1000°C et 1200°C sous air pour des contraintes inférieures ou égales à 250 MPa.

Remarque : Le cas pénalisant est défini par l'augmentation de la contrainte appliquée la plus rapide (la silice ne participe pas mécaniquement) et par la contrainte de rupture de la fibre la plus faible ($\sigma_f = 500 \text{ MPa}$).

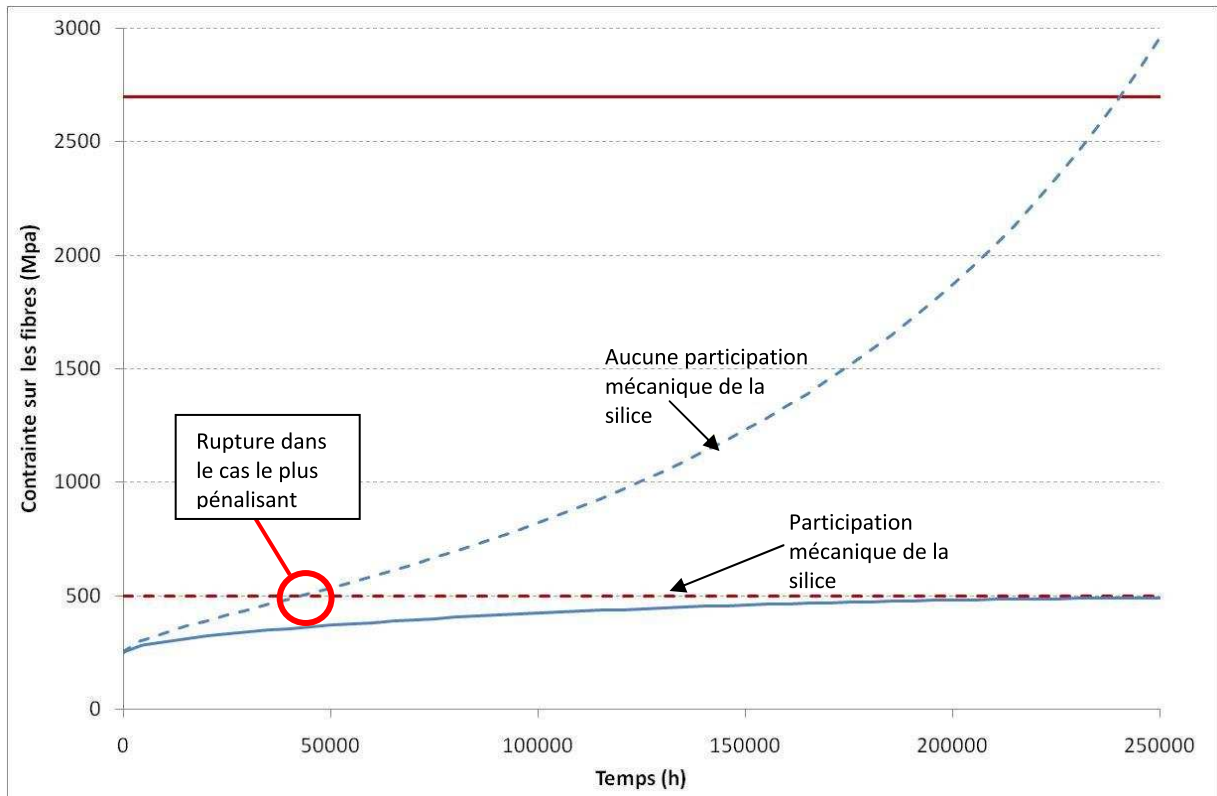


Figure III-8 : modélisation de l'augmentation de la contrainte appliquée par réduction de diamètre à 1000°C

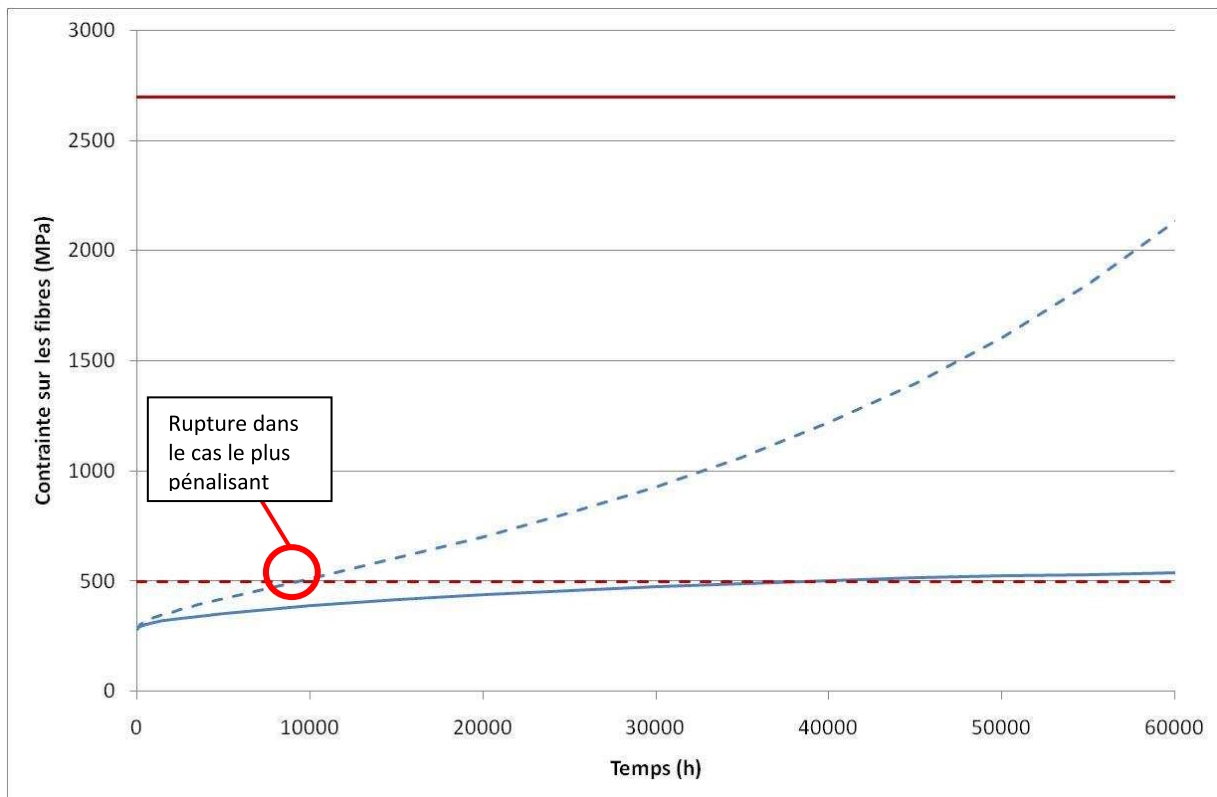


Figure III-9 : modélisation de l'augmentation de la contrainte appliquée par réduction de diamètre à 1200°C

Conclusion

- La consommation des fibres par oxydation ne semble pas contrôler la durée de vie des fils car les durées de vie expérimentales sont largement inférieures à celles prévues par le modèle de réduction de diamètre.

c. *Modèle de fissuration lente ralenti avec prise en compte des interactions*

La diminution de la force de rupture du fil avec la température est plus importante que celle du monofilament (**figure II-19**).

Vincent Calard a démontré que les interactions entre fibres au sein d'un fil Nicalon entraînent des perturbations et une diminution de la force de rupture du fil (**figure III-10**) [Calard2004].

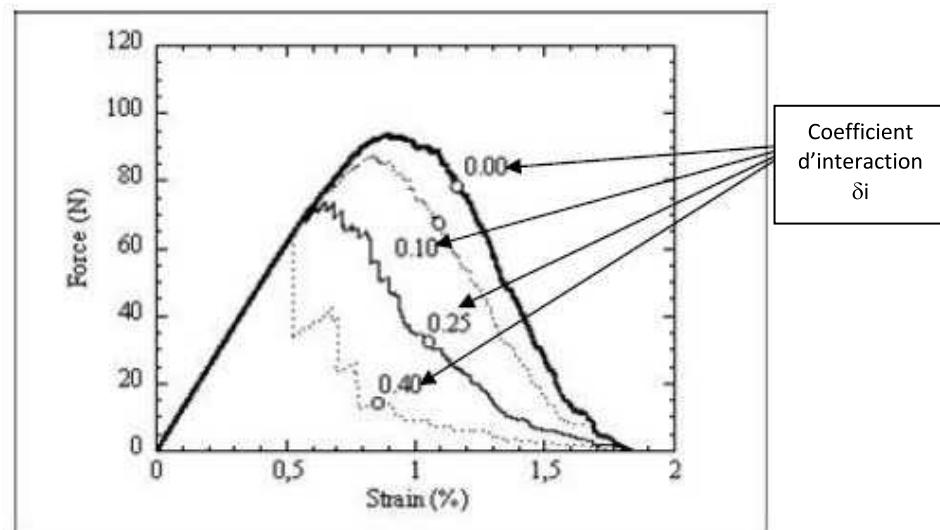


Figure III-10: influence du taux de contacts entre fibres δ_i sur la courbe de comportement d'un fil SiC Nicalon [calard2004].

Il y a lieu de penser que la diminution de la contrainte de rupture d'un fil Hi-Nicalon en fatigue statique sous air est certainement liée à l'augmentation des interactions entre fibres lorsque la température augmente.

Des essais de traction résiduelle sur fils après montée en température sous air et maintien en température pendant 15 minutes (**figure II-20**) ont montré que la contrainte de rupture chute à partir de 800°C et que le fil rompt par paquets de fibres (**figures II-20 et II-21**). Les observations en microscopie électronique à balayage mettent également en évidence les collages des fibres importants dès 900°C au bout de quelques minutes (**images II-6-a-b-c**). Lors de l'oxydation d'un fil Hi-Nicalon, les monofilaments se collent à cause de la formation d'oxyde à la surface des fibres. Les interactions entre fibres sont liées à un phénomène de collage.

La durée de vie est calculée à l'aide de l'équation (**III-17**) pour les contraintes de rupture minimale $\sigma_{r \min}$, moyenne $\sigma_{r \text{ moy}}$ et maximale $\sigma_{r \max}$ des fils Hi-Nicalon.

$$t_{Fil} = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} [\sigma_R - \sigma^{n-2}] \quad (III-17)$$

$$t_{Fil \min} = t_{Fil}(\sigma_{R \min}) \quad t_{Fil \max} = t_{Fil}(\sigma_{R \max}) \quad \overline{t_{Fil}} = t_{Fil}(\sigma_{R \text{ moy}})$$

Chapitre III : modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon

Lorsqu'un essai de fatigue statique est réalisé (F_a donné), la contrainte de rupture du fil est comprise entre la contrainte minimale de rupture $\sigma_{r \min}$ au taux de collage le plus pénalisant et la contrainte maximale de rupture $\sigma_{r \max}$ lorsque le taux de collage est nul. La contrainte minimale de rupture $\sigma_{r \min}$ est la contrainte minimale de rupture obtenue lors des essais de fatigue statique sous air. Les essais de fatigue statique montrent que cette contrainte minimale de rupture dépend de la température (**Ch. II-3-b-i**) (**tableau III-5**). La contrainte maximale de rupture est celle obtenue en traction monotone à température ambiante (**tableau II-1**) (**tableau III-5**). En effet, l'oxyde ne se forme pas à 25°C : les fibres sont donc en interaction minimale (**tableau III-5**). La contrainte moyenne de rupture $\sigma_{r \text{ moy}}$ est la moyenne des contraintes de rupture à toutes les températures après vieillissement sous air pendant 15 minutes (**tableau III-5**).

$\sigma_{r \min}$ (MPa)			$\sigma_{r \max}$ (MPa)	$\sigma_{r \text{ moy}}$ (MPa)
900°C	1000°C	1200°C		
450	350	300	2240	1130

Tableau III-3: valeurs des contraintes de ruptures minimales, moyennes et maximales obtenues par les essais de fatigue statique sous air et les essais de traction résiduelle

d. Prise en compte de tous les effets

- Les courbes d'endurance ont été tracées (**figures III-11, III-12 et III-13**) pour différentes températures. Ce modèle permet de prendre en compte le ralentissement de la fissuration sous-critique par formation d'oxyde et la chute de la contrainte de rupture en température à cause de l'augmentation des interactions entre fibres (collages fibre-oxyde-fibre).
- Les nouvelles courbes d'endurance calculées avec ce modèle donnent des résultats satisfaisants : en effet, le modèle estime correctement les valeurs de durée de vie obtenues expérimentalement puisque tous les résultats expérimentaux sont compris entre les courbes de durées de vie minimales et maximales (**figures III-11, III-12 et III-13**).
- Les valeurs d'entrée du modèle sont répertoriées dans le **tableau III-7**

	1173°K (900°C)	1273°K (1000°C)	1473°K
A_0 ($s^{-1} MPa^{-n}$)	5,62E+17	5,62E+17	5,62E+17
E_a (J/mol)	181600	181600	181600
γ	0,1	0,1	0,1
R (J/mol/K)	8,314	8,314	8,314
Y	1,13	1,13	1,13
K_{IC} (MPa. \sqrt{m})	1,25	1,25	1,25
$\sigma_{r \min}$ (MPa)	450	350	300
$\sigma_{r \max}$ (MPa)	2240	2240	2240
$\sigma_{r \text{ moy}}$ (MPa)	1130	1130	1130
A_1 ($MPa^{-n} s^{-1} m^{1-n/2}$)	1,25E-08	2,61E-08	5,54E-07
F	3	3	3
k (m^2/s)	3,10E-19	3,20E-20	2,21E-18
n	8,4	8,4	8,4
épaisseur silice limite (m)	5,00E-08	5,00E-08	5,00E-08

Tableau III-4 : constantes et paramètres du modèle révisé

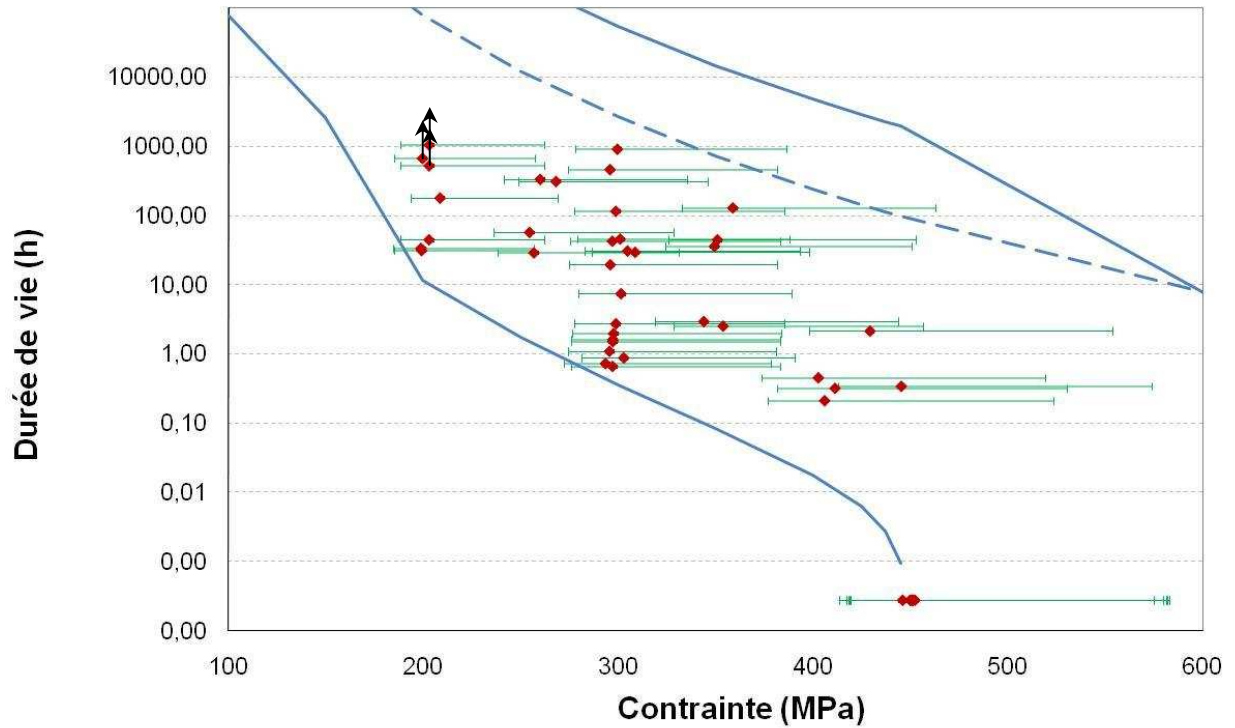


Figure III-11 : durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon à 900°C : résultats expérimentaux et prévision

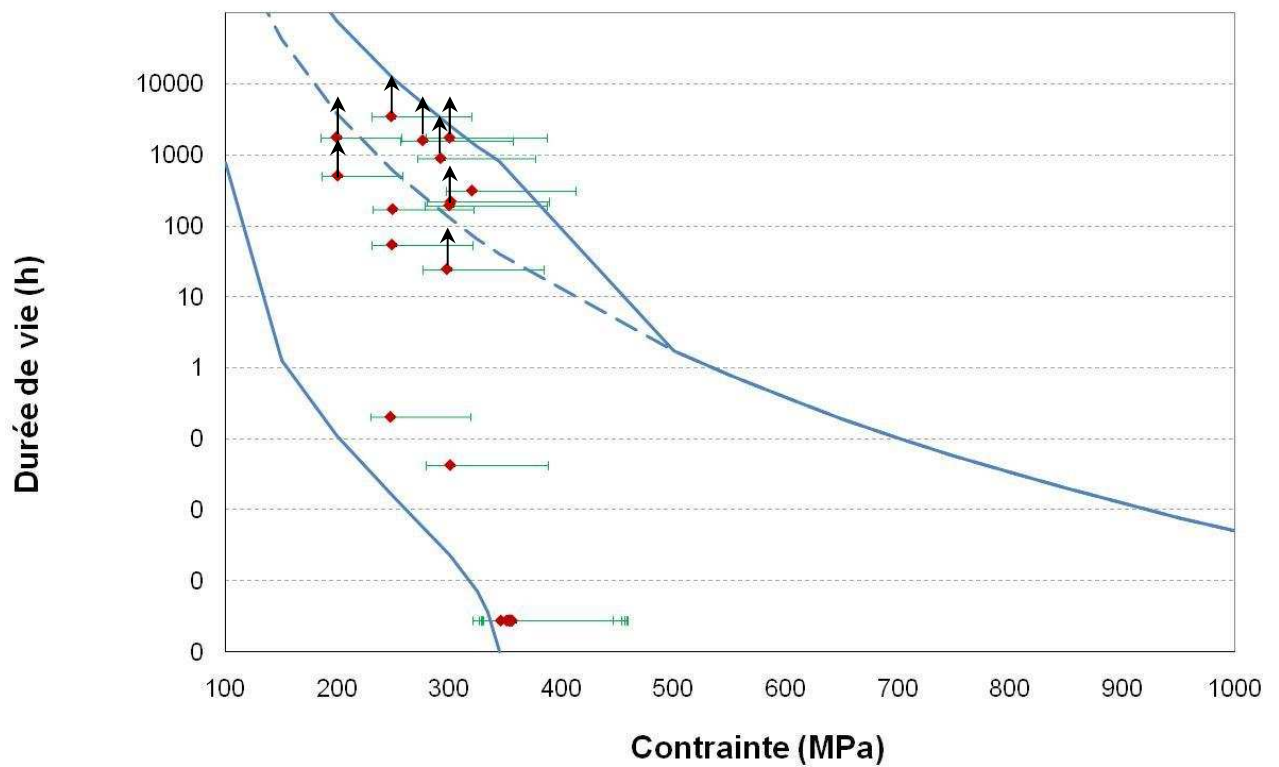


Figure III-12 : durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon à 1000°C : résultats expérimentaux et prévision

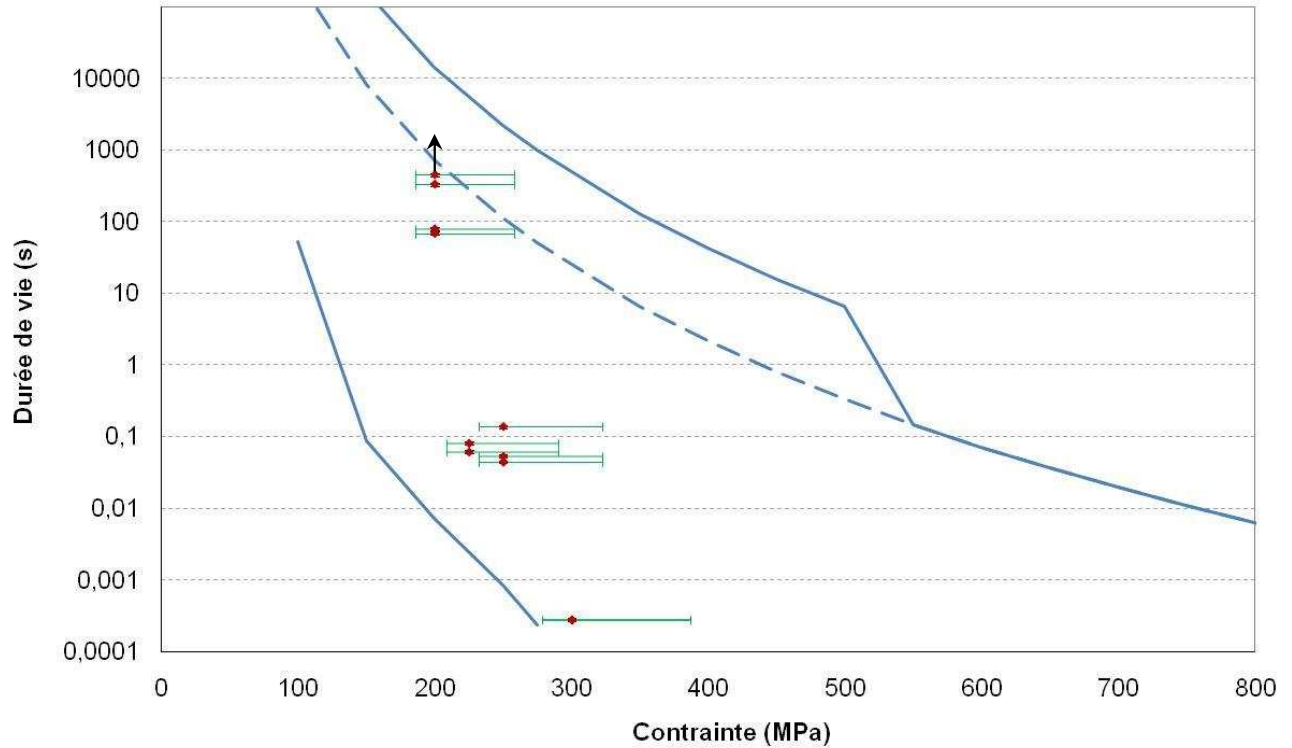


Figure III-13 : durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon à 1200°C : résultats expérimentaux et prévision

3. Etude de la variabilité

a. Dispersion statistique de $\sigma_f(\alpha_c)$ mesurée en traction monotone

Ce paragraphe se consacre à l'étude de l'influence des paramètres statistiques m , σ_0 , α_c sur le modèle de Gauthier (I-30) (I-31) (I-32). C'est le terme $\sigma_f(\alpha_c)$ du modèle qui dépend de ces paramètres statistiques : il représente la contrainte de rupture du monofilament critique qui varie selon les échantillons. (I-31).

$$\sigma_{f(\alpha_c)} = \sigma_{0f} \left[\frac{V_0}{V} \ln \left(\frac{1}{1 - \alpha_c} \right) \right]^{\frac{1}{m_f}} \quad (I-31)$$

Le modèle de Gauthier donne la prévision moyenne de la durée de vie mais l'influence des paramètres statistiques n'a jamais été étudiée. Le **tableau II-1** donne la valeur et l'écart type de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ pour une longueur de jauge de 25 mm.

Grâce au calcul de la valeur moyenne $\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}}$ et de son écart type $e_c(\sigma_{f(\alpha_c)})$, il est possible de déterminer la probabilité $p(\sigma_{f(\alpha_c)})$ pour que chaque mesure individuelle de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ soit comprise dans l'intervalle : $[\sigma_{f(\alpha_c)\min} = \overline{\sigma_{f(\alpha_c)}} - S_t \cdot e_c(\sigma_{f(\alpha_c)}) ; \sigma_{f(\alpha_c)\max} = \overline{\sigma_{f(\alpha_c)}} + S_t \cdot e_c(\sigma_{f(\alpha_c)})]$ (III-18).

S_t est le coefficient inverse de Student. L'**annexe H** donne les valeurs de S_t en fonction de la probabilité que la mesure soit dans l'intervalle désiré et du nombre de mesures. Plus le nombre de mesures est important, plus S_t est petit car en multipliant le nombre de mesures, l'écart type et la

Chapitre III : modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon

moyenne de ces mesures sont de plus en plus précis. $S_{t.e.c}(X)$ est communément appelé « incertitude élargie » symbolisée par $\Delta(X)$, X étant la grandeur étudiée.

D'après le **tableau II-1**, les valeurs de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ pour une longueur de jauge de 25 mm sont comprises dans l'intervalle $[2376 - S_t \times 231] ; 2376 + S_t \times 231$ **(III-19)**.

D'après la table de Student (**annexe H**), et pour 8 échantillons, c'est-à-dire 8 essais de traction monotone à température ambiante dans notre cas, S_t prend les valeurs suivantes pour différentes probabilités $p(\sigma_{f(\alpha_c)})$ associées :

- $S_t = 1,12$ pour $p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 70 \%$ de chance que $\sigma_{f(\alpha_c)}$ soit dans l'intervalle $[2376 - 1,12 \times 231] ; 2606 + 1,12 \times 231$
- $S_t = 2,36$ pour $p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 90 \%$ de chance que $\sigma_{f(\alpha_c)}$ soit dans l'intervalle $[2376 - 2,36 \times 231] ; 2606 + 2,36 \times 231$
- $S_t = 3,50$ pour $p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 99 \%$ de chance que $\sigma_{f(\alpha_c)}$ soit dans l'intervalle $[2376 - 3,50 \times 231] ; 2606 + 3,50 \times 231$

Le **tableau III-5** donne les valeurs moyennes, minimales et maximales de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ en fonction de la probabilité associée de présence de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ dans l'intervalle $[\sigma_{f(\alpha_c)\min} ; \sigma_{f(\alpha_c)\max}]$:

	$p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 70 \%$	$p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 90 \%$	$p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 99 \%$
$\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}} \text{ (MPa)}$	2376	2376	2376
$\sigma_{f(\alpha_c)\min} \text{ (MPa)}$	2117	1831	1568
$\sigma_{f(\alpha_c)\max} \text{ (MPa)}$	2635	2921	3185

Tableau III-5 : valeurs moyennes, minimales et maximales de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ en fonction de leur probabilité d'appartenance à l'intervalle $[\sigma_{f(\alpha_c)\min} ; \sigma_{f(\alpha_c)\max}]$

Les durées de vie moyennes ($\overline{t_{Fil}}$), minimales ($t_{Fil(\min)}$) et maximales ($t_{Fil(\max)}$) correspondantes à chaque valeur moyenne, minimale et maximale de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ du tableau ont été calculées à l'aide du modèle de fissuration lente **(III-20) (III-21) (III-22)**.

$$t_{Fil}(\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}}) = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}}^{n-2} - \sigma^{n-2} \right] \quad (III - 20)$$

$$t_{Fil}(\sigma_{f(\alpha_c)\min}) = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\sigma_{f(\alpha_c)\min}^{n-2} - \sigma^{n-2} \right] \quad (III - 21)$$

$$t_{Fil}(\sigma_{f(\alpha_c)\max}) = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\sigma_{f(\alpha_c)\max}^{n-2} - \sigma^{n-2} \right] \quad (III - 22)$$

Les résultats obtenus sont présentés sous forme de courbes d'endurance associées à $p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 99\%$ pour 900°C, 1000°C et 1200°C (**figures III-14, III-15, III-16**).

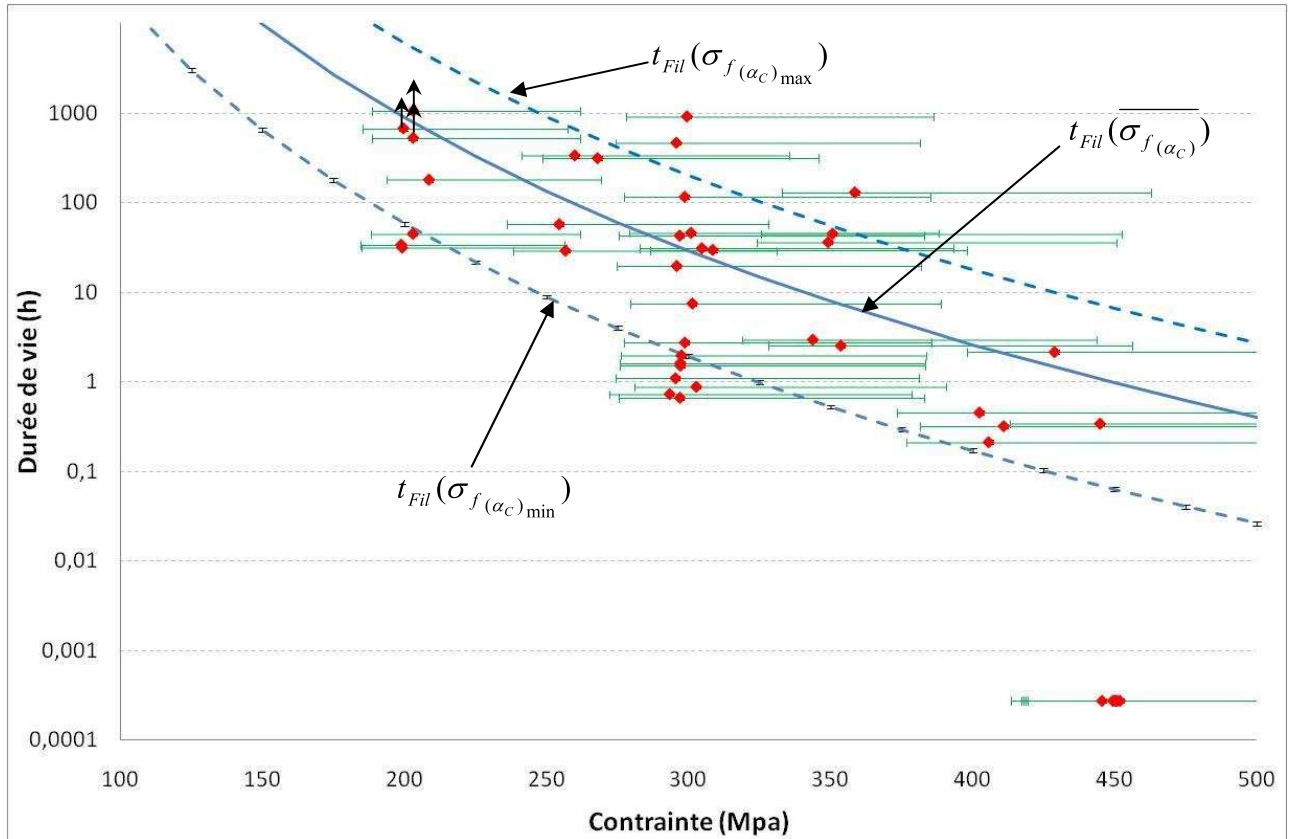


Figure III-14 : influence de la valeur de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ sur le modèle pour $p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 99\%$ à 900°C

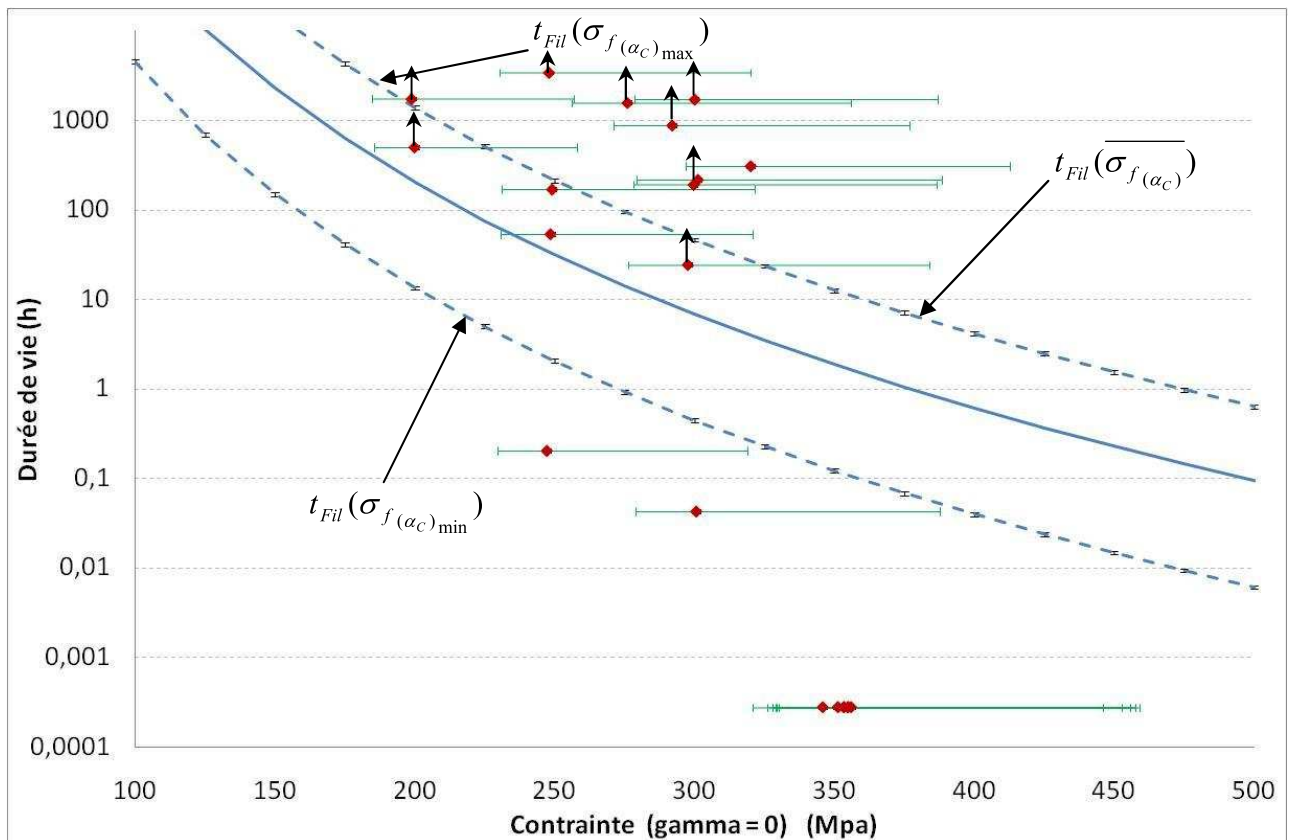


figure III-15: influence de la valeur de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ sur le modèle pour $p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 99\%$ à 1000°C

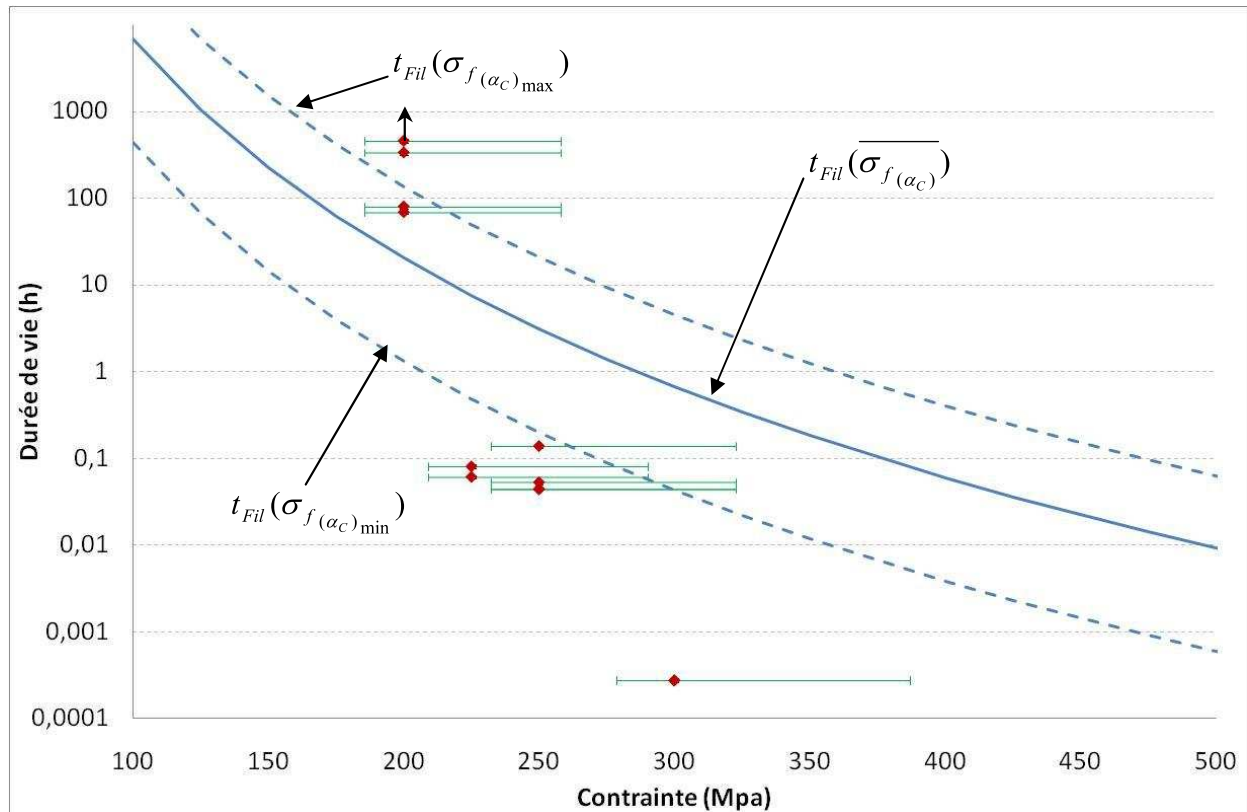


figure III-16: influence de la valeur de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ sur le modèle pour $p(\sigma_{f(\alpha_c)}) = 99\%$ à 1200°C

Conclusions

- A 900°C , le modèle tient compte des points expérimentaux de manière satisfaisante. Seuls les échantillons rompant instantanément ne sont pas pris en compte par le modèle.
- A 1000°C et 1200°C , le modèle sous-estime ou surestime certaines valeurs de durée de vie même en prenant en compte les incertitudes expérimentales et la variabilité des paramètres statistiques.

A 1000°C et 1200°C , des phénomènes autres que la fissuration sous-critique seule contrôlent la durée de vie des fils Hi-Nicalon en fatigue statique sous air. L'étude fractographique d'échantillons soumis à faible contrainte (durées de vie supérieures aux prévisions de W. Gauthier) mettent en valeur la présence d'une couche épaisse de silice autour des monofilaments et la création de pontages interfibres (Ch. II-3-c-i). Les essais de traction résiduelle après vieillissement de 15 minutes à haute température démontrent quant à eux la fragilisation du fil à cause d'interaction interfibres (Ch. II-3-d).

Lors d'essais de fatigue statique sous air à 1000°C et 1200°C , la formation de silice autour des fibres semble entraîner une augmentation de la durée de vie pour les faibles contraintes et une diminution de celle-ci aux contraintes les plus élevées.

b. Dispersion statistique de la durée de vie des fils à 500°C

i. Test de Student sur les durées de vie

La dispersion statistique des durées de vie en fatigue statique a été étudiée à 500°C pour deux contraintes données : A. Tabeau a réalisé 30 essais de fatigue statique sous air ambiant pour les contraintes $\sigma = 1000 \text{ MPa}$ et $\sigma = 1500 \text{ MPa}$.

Chapitre III : modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon

La température de 500°C a été choisie car le mécanisme de fissuration sous-critique des fibres intervient seul (effet limité voire nul de la couche d'oxyde). Les essais résiduels démontrent l'absence d'interactions à cette température (**figure II-20**) et les résultats expérimentaux de durée de vie montrent l'absence d'un ralentissement du phénomène de fissuration lente provoqué par la formation de silice [Gauthier 2007] (**figure III-17**).

Les essais sont réalisés pour des contraintes appliquées élevées afin d'obtenir des durées de vie ne dépassant pas la semaine. Il est alors possible de réaliser un nombre important d'essais. La population des durées de vie est alors étudiée en appliquant des méthodes statistiques.

Le nombre de 30 essais par contrainte a été choisi parce que nombreuses études statistiques démontrent que ce nombre d'essais est juste suffisant pour caractériser avec précision une population.

La **figure III-17** superpose les essais réalisés par A. Tabeau à 1000 MPa et 1500 MPa aux résultats expérimentaux obtenus par W. Gauthier en fatigue statique à 500°C. Les prévisions de la durée de vie sont tracées en bleu en appliquant le modèle de Gauthier et pour 3 valeurs de $\sigma_f(\alpha_c)$ (**tableau III-2**):

$$\sigma_f(\alpha_c)_{\min} = 1568 \text{ MPa}$$

$$\overline{\sigma_f(\alpha_c)} = 2376 \text{ MPa}$$

$$\sigma_f(\alpha_c)_{\max} = 3185 \text{ MPa}$$

Les incertitudes sur les valeurs expérimentales sont calculées pour les valeurs extrêmes des durées de vie obtenues par A. Tabeau à 1000 MPa et 1500 MPa (**annexe G**). Les incertitudes sont représentées en vert sur la **figure III-17**.

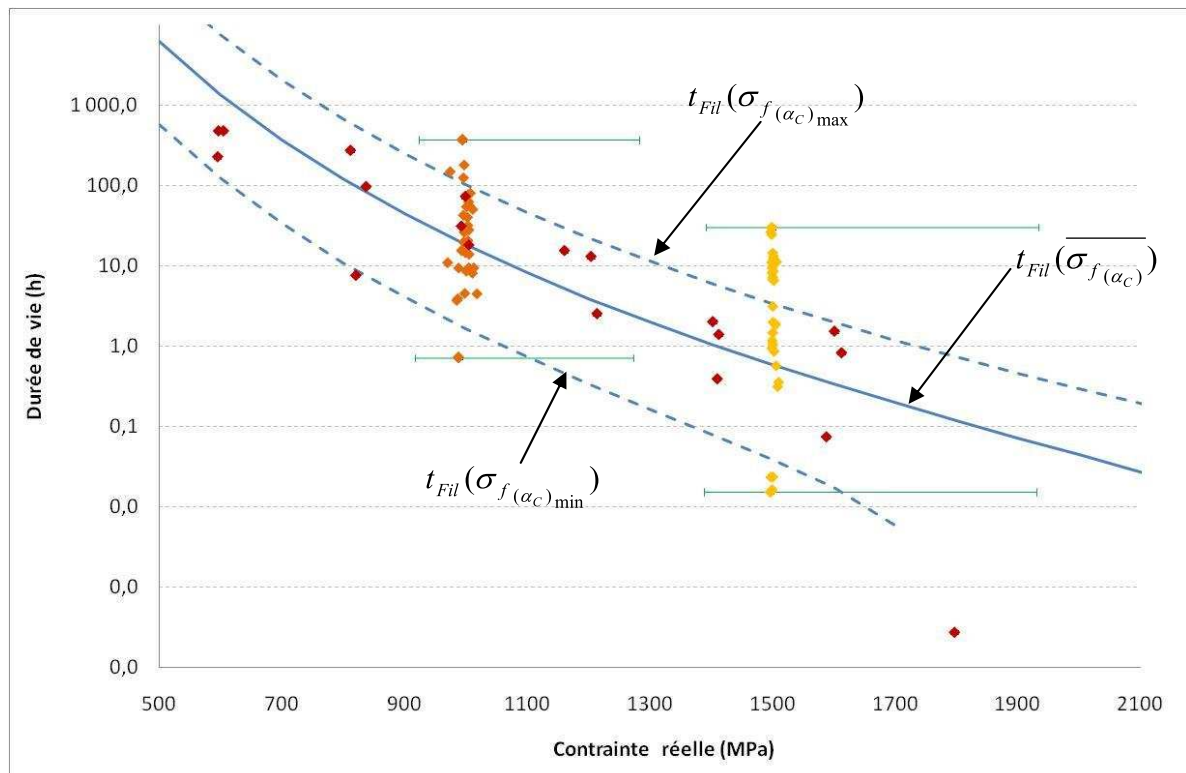


Figure III-17 : durée de vie en fatigue statique sous air à 500°C (résultats expérimentaux de W. Gauthier en rouge, résultats expérimentaux de A. Tabeau en orange et jaune)

Chapitre III : modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon

En considérant les incertitudes et la variabilité des paramètres statistiques caractérisant la rupture des fils Hi-Nicalon, la majorité des durées de vie sont prises en compte par le modèle de fissuration sous-critique (**figure III-17**). Néanmoins, une étude statistique des durées de vie à 1000 MPa et 1500 MPa est effectuée.

ii. Distribution statistique des durées de vie des fils

Le **tableau III-6** rassemble les durées de vie obtenues à (500°C-1000MPa) et (500°C-1500 MPa) classées par ordre croissant. Un rang i leur est attribué et la probabilité $P_{i,(\sigma,T)}(t_{Fil})$ telle que la durée de vie $t_{Fil} \leq t_{Fil}(i)$ est calculée selon l'estimateur $P_{i,(\sigma,T)}(t_{Fil}) = \frac{i - 0,5}{N}$ (**III-23**) avec N le nombre total d'essais.

Le **tableau III-7** donne les caractéristiques statistiques de la population des durées de vie obtenues pour (500°C-1000 MPa) et (500°C-1500 MPa):

- La moyenne arithmétique des durées de vie: $\text{moyenne} = \frac{\sum_{i=1}^{i=N} t_{Fil}(i)}{N}$
- La médiane des durées de vie : 50 % des résultats sont situés de part et d'autre de la médiane.

Si $N = 2p$ est pair, la médiane est le centre de l'intervalle $[x_p ; x_{p+1}]$

Si N est impair, la médiane est le nombre x_p où $p = (n + 1)/2$.

Remarque : lorsque la médiane est très différente de la moyenne, cela signifie que la population contient des valeurs extrêmes par rapport à la majorité des autres valeurs.

- Le rapport $\frac{\max imum}{\min imum}$: il caractérise l'importance de la dispersion des durées de vie

Durée de vie		Rang	Probabilité	Durée de vie		Rang	Probabilité
(s)	(h)			(s)	(h)		
2612	0,73	1	0,02	56	0,016	1	0,02
13438	3,73	2	0,05	60	0,017	2	0,05
14052	3,90	3	0,08	86	0,024	3	0,09
16195	4,50	4	0,11	86	0,024	4	0,12
16386	4,55	5	0,15	1148	0,319	5	0,16
29241	8,12	6	0,18	1300	0,361	6	0,19
31008	8,61	7	0,21	2081	0,578	7	0,22
33905	9,42	8	0,24	3146	0,874	8	0,26
33957	9,43	9	0,27	3453	0,959	9	0,29
34137	9,48	10	0,31	3866	1,074	10	0,33
39518	10,98	11	0,34	4261	1,184	11	0,36
50205	13,95	12	0,37	5369	1,491	12	0,40
52700	14,64	13	0,40	6803	1,890	13	0,43
56072	15,58	14	0,44	7240	2,011	14	0,47
71298	19,81	15	0,47	11420	3,172	15	0,50
74099	20,58	16	0,50	23900	6,639	16	0,53
94451	26,24	17	0,53	25041	6,956	17	0,57
100728	27,98	18	0,56	29709	8,253	18	0,60
114539	31,82	19	0,60	31223	8,673	19	0,64
144820	40,23	20	0,63	34023	9,451	20	0,67
153422	42,62	21	0,66	34148	9,486	21	0,71
182008	50,56	22	0,69	40071	11,131	22	0,74
196280	54,52	23	0,73	40728	11,313	23	0,78
202380	56,22	24	0,76	44588	12,386	24	0,81
225628	62,67	25	0,79	48126	13,368	25	0,84
278471	77,35	26	0,82	52695	14,638	26	0,88
288711	80,20	27	0,85	89101	24,750	27	0,91
448951	124,71	28	0,89	95798	26,611	28	0,95
536286	148,97	29	0,92	109083	30,301	29	0,98
647954	179,99	30	0,95				
1345475	373,74	31	0,98				

Tableau III-6 : Durées de vie obtenues en fatigue statique sous air à 500°C pour 1000 MPa et 1500 MPa

moyenne	moyenne
50	7
ecartype	ecartype
75	8
médiane	médiane
21	3
maximum/minimum	maximum/minimum
515	1948

Tableau III-7 : caractéristiques statistiques des durées de vie obtenues en fatigue statique à (500°C ; 1000 MPa) à gauche et (500°C; 1500 MPa) à droite

La médiane est très différente de la moyenne et le rapport maximum/minimum est très élevé (**tableau III-7**) : la population des durées de vie est caractérisée par des valeurs extrêmes et les durées de vie sont fortement dispersées. Le rapport maximum/minimum du **tableau III-7** montre que les durées de vie à (500°C ; 1500MPa) sont plus dispersées que celles obtenues à (500°C; 1000 MPa). L'écart entre la moyenne et la médiane est important : certaines durées de vie extrêmes ne sont pas caractéristiques de la majorité des autres valeurs.

Une analyse statistique de Weibull est adaptée pour caractériser ces deux populations (**III-24**) :

$$P_{i(\sigma,T)}(t_{Fil}) = 1 - \exp \left[- \frac{V_{Fil}}{V_0} \left(\frac{t_{Fil}(i)}{t_{0Fil}} \right)^{\beta_{Fil}} \right] \quad (III-24)$$

Les paramètres de la loi de Weibull sont déterminés à partir du **tableau III-8** en traçant $\ln(\ln(1/(1-P_{i(\sigma,T)}))) = f(t_{Fil})$. L'ordonnée à l'origine de la régression linéaire permet de calculer le paramètre t_{0Fil} et le coefficient directeur de la droite détermine le coefficient β_{Fil} (III-25). V_0 est le volume de référence (1 m^3), β_{Fil} et t_{0Fil} les facteurs de forme et d'échelle.

$$\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1 - P_{i(\sigma,T)}} \right) \right) = \underbrace{\beta_{Fil}}_{\text{Coefficient directeur}} \cdot \ln(t_{Fil}(i)) + \underbrace{\ln \left(\frac{V_{Fil}}{V_0} \right) - \beta_{Fil} \cdot \ln(t_{0Fil})}_{\text{ordonnée à l'origine}} \quad (III-25)$$

Les **figures III-18 et III-19** montrent que la distribution des durées de vie est correctement décrite par une loi de Weibull (III-32). Les paramètres sont obtenus par régression linéaire :

$$\beta_{Fil} = 0,907 \text{ et } t_{0Fil} = 9,80 \cdot 10^{-9} \text{ h pour } 500^\circ\text{C et } 1000 \text{ MPa}$$

$$\beta_{Fil} = 0,532 \text{ et } t_{0Fil} = 2,21 \cdot 10^{-16} \text{ h pour } 500^\circ\text{C et } 1500 \text{ MPa}$$

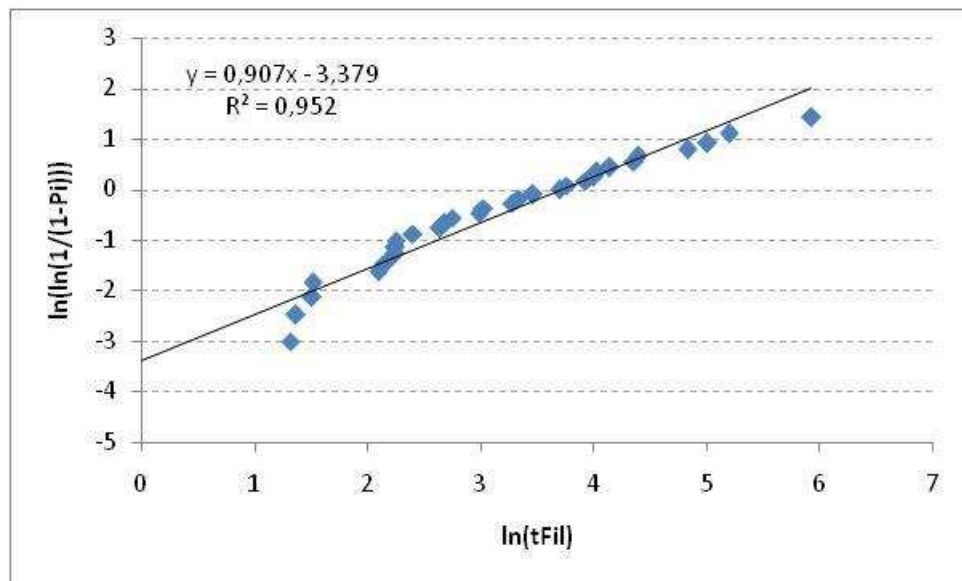


Figure III-18: détermination des paramètres de Weibull de la loi (III-35) à (500°C, 1000 MPa)

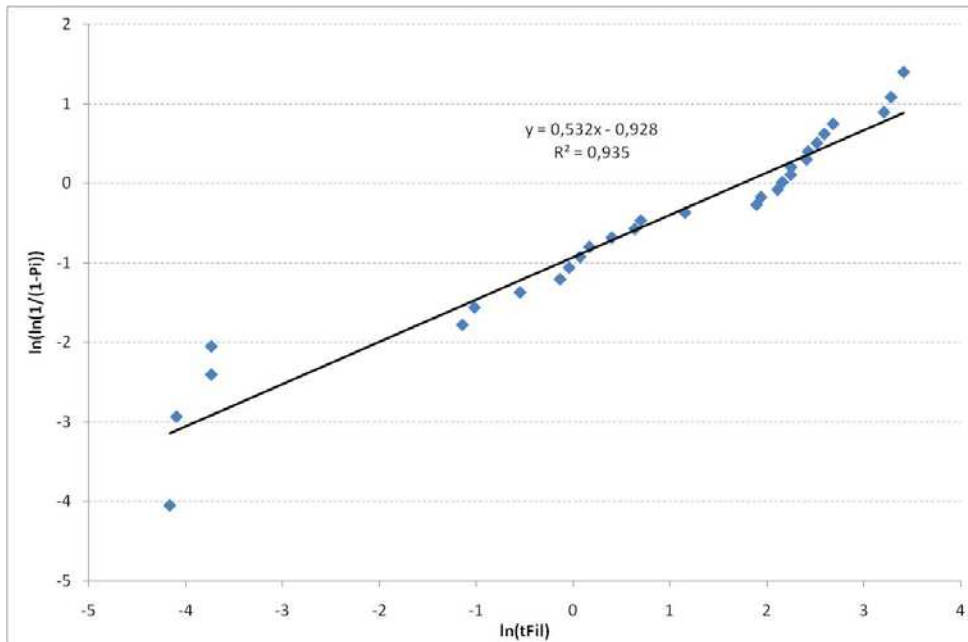


Figure III-19 : détermination des paramètres de Weibull de la loi (III-32) à (500°C, 1667 MPa)

Grâce à cette loi statistique, toutes les probabilités telles que $t_{Fil} \leq t_{Fil}$ ($P_{i,(\sigma,T)}$) peuvent être calculées pour 1000 MPa à 500°C et 1500 MPa à 500°C (tableau III-8).

$P_{i,(1111 \text{ MPa}, 500^\circ\text{C})}(t_{Fil})$	Durée de vie (h)	$P_{i,(1667 \text{ MPa}, 500^\circ\text{C})}(t_{Fil})$	Durée de vie (h)
0,01	0,15	0,01	0,00
0,1	2,54	0,1	0,08
0,15	4,25	0,15	0,19
0,2	6,21	0,2	0,34
0,25	8,42	0,25	0,55
0,3	10,88	0,3	0,82
0,35	13,64	0,35	1,18
0,4	16,72	0,4	1,62
0,45	20,17	0,45	2,18
0,5	24,07	0,5	2,87
0,55	28,50	0,55	3,75
0,6	33,60	0,6	4,86
0,65	39,53	0,65	6,27
0,7	46,56	0,7	8,11
0,75	55,10	0,75	10,57
0,8	65,85	0,8	14,00
0,85	80,15	0,85	19,07
0,9	101,02	0,9	27,44
0,95	138,34	0,99	100,99
0,99	231,24		

Tableau III-8 : durées de vie calculées en fonction de la probabilité $P_{i,(\sigma,T)}(t_{Fil})$ à l'aide d'une loi statistique de type Weibull pour (500°C, 1000 MPa) à gauche et (500°C, 1500 MPa) à droite

Chapitre III : modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des fils Hi-Nicalon

- Les valeurs de durée de vie sont très dispersées à (500°C ; 1000 MPa) et (500°C ; 1500 MPa).
- Les paramètres de Weibull sont différents pour les deux séries d'essai (500°C ; 1000 MPa) et (500°C ; 1500 MPa) : les durées de vie sont plus dispersées à 1500 MPa car le rapport maximum/minimum est plus grand et le module de Weibull β_{Fi} est plus petit.
- La **figure III-17** montre que la majorité des durées de vie sont caractéristiques d'un mécanisme de fissuration sous-critique si la sensibilité des paramètres statistiques de rupture des fils Hi-Nicalon et les incertitudes sont prises en compte dans le modèle de fissuration sous-critique.
- La dispersion des durées de vie est reliée au caractère statistique de la rupture des fils céramiques et à l'incertitude concernant le nombre de monofilaments rompus dans le fil avant essai (γ).
- La loi statistique de Weibull permet de calculer la probabilité de durée de vie des fils Hi-Nicalon pour un couple (contrainte, température) donné. Les paramètres de cette loi sont différents pour chaque couple (contrainte, température), ce qui demande la réalisation d'une quantité importante d'essais

Conclusions

Le modèle de prévision de la durée de vie des fils Hi-Nicalon en fatigue statique sous air entre 900°C et 1200°C tient compte des mécanismes de rupture suivants :

- le mécanisme de fissuration sous-critique est prépondérant à 900°C, 1000°C et 1200°C,
- le ralentissement de la vitesse de fissuration par la formation rapide d'oxyde permet de prendre en compte les durées de vie sous-estimées par le modèle de fissuration sous-critique à 1000°C et 1200°C. Une fonction retard intervient dans le modèle lorsqu'une couche d'oxyde suffisamment épaisse s'est formée :

$$A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{R.T} + f_{SiO_2}(t_0)\right) \quad (III - 2)$$

- la consommation des fibres Hi-Nicalon et donc leur réduction de diamètre n'influence pas leur rupture,
- la création de pontages entre fibres à cause de la formation importante d'oxyde fragilise le fil Hi-Nicalon, ce qui conduit à une diminution de sa contrainte de rupture. Ce phénomène a été mis en évidence par les essais de traction résiduelle :

$$t_{Fil} = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} [\sigma_R - \sigma^{n-2}] \quad (III - 17)$$

$$t_{Fil \min} = t_{Fil}(\sigma_{R \min}) \quad t_{Fil \max} = t_{Fil}(\sigma_{R \max}) \quad \overline{t_{Fil}} = t_{Fil}(\sigma_{R \text{ moy}})$$

- la formation rapide d'oxyde autour des fibres entraîne donc une augmentation de la durée de vie pour les faibles contraintes et une diminution de celle-ci aux contraintes plus élevées,
- la dispersion des durées de vie est reliée au caractère statistique de la rupture des fils céramiques et à l'incertitude concernant le nombre de monofilaments rompus dans le fil avant essai.

Cette étude sur la prévision de la durée de vie des renforts est primordiale pour comprendre la rupture différée des composites sous air aux très hautes températures.

CHAPITRE IV : ETUDE DES MINICOMPOSITES HI-NICALON/TYPE PYC/SiC	109
1. Etude préliminaire, morphologie	110
2. Essais, procédure expérimentale	112
a. Traction monotone à température ambiante.....	112
b. Traction cyclée de charge-décharge à température ambiante.....	112
c. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	113
3. Caractérisation	114
a. Analyse EDX	114
b. Microscopie électronique à balayage	114
c. Analyse Auger	114
4. Résultats et discussion	115
a. Essais de traction à température ambiante.....	115
i. Essais de traction monotone	115
ii. Essais de traction cyclée charge-décharge à température ambiante.....	116
iii. Caractéristiques mécaniques déterminées par les essais de traction.....	119
b. Durée de vie en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C	119
i. Durées de vie moyennes à 900°C, 1000°C et 1200°C	119
ii. Application de la loi expérimentale de W. Gauthier	122
c. Etude fractographique en analyse EDX.....	124
d. Etude fractographique en microscopie électronique à balayage	125
e. Etude fractographique en analyse Auger.....	130
i. Analyse Auger d'un faciès miroir (850°C, 695 MPa, 0,7 h)	130
ii. Analyse Auger d'un faciès de fissuration sous-critique (880°C, 814 MPa, 0,8h)	132
f. Mesure des déformations à 1200°C et 1300°C.....	135
5. Modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC	139
a. Application du modèle de fissuration sous-critique des fils Hi-Nicalon de W. Gauthier	139
a. Prise en compte du ralentissement du phénomène de fissuration lente par la présence de matrice SiC. 141	
b. Prise en compte du ralentissement du phénomène de fissuration lente par la présence de matrice et par la formation d'oxyde protecteur.	144
c. Notions de durées de vie minimale et maximale.....	144
i. Matrice non efficace : durée de vie minimale	144
ii. Matrice efficace : durée de vie moyenne	145
iii. Matrice efficace et formation de silice protectrice : durée de vie maximale.....	146

Chapitre IV : étude des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC

Introduction

Une étude similaire à celle réalisée au chapitre II permet de comparer le comportement en fatigue statique sous air d'un composite unidirectionnel Hi-Nicalon/type PyC/SiC avec celui d'un fil Hi-Nicalon seul.

- *Des essais de traction monotone et de charge-décharge à température ambiante mettent en évidence les propriétés mécaniques du minicomposite : la saturation de la fissuration matricielle, la contrainte de rupture et la contrainte de cisaillement interfacial entre les fibres et la matrice.*
- *Les essais de fatigue statique à très haute température sous air permettent de tracer les courbes d'endurance du minicomposite. La contrainte appliquée sur le minicomposite est déterminée de telle façon que les diagrammes d'endurance du minicomposite sont comparables à ceux du fil Hi-Nicalon*
- *Les études fractographiques au microscope électronique à balayage et en spectroscopie Auger aident à comprendre les mécanismes de rupture différée.*
- *Les mesures de déformation pendant l'essai de fatigue statique mettent en évidence le mécanisme de fluage à 1200°C.*
- *Enfin, tous ces mécanismes identifiés permettent de construire un modèle de prévision de la durée de vie des minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC.*

1. Etude préliminaire, morphologie

Les minicomposites sont des composites unidirectionnels composés d'un fil (Hi-Nicalon), d'une interphase de pyrocarbone (type PyC) et d'une matrice en carbure de silicium (SiC) déposée par CVI. Ils ont été fabriqués à Snecma propulsion Solide en utilisant un montage élaboré au LCTS (*figure IV-1*).

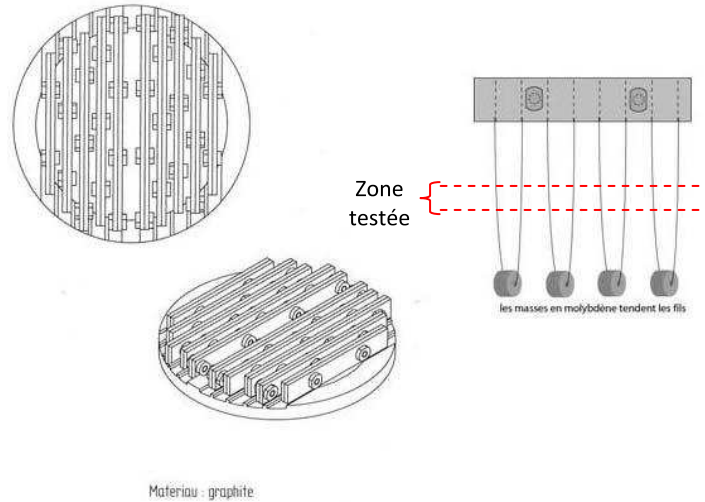


Figure IV-1 : plan de montage permettant de maintenir les fils droits lors de l'infiltration de la matrice

Ces minicomposites ont été observés au microscope électronique à balayage pour mesurer les épaisseurs de matrice et d'interphase (*images IV-1, IV-2, IV-3*). Toutes les mesures ont été réalisées à mi-longueur des minicomposites, là où le dépôt est optimal et le plus homogène. Des porosités de 20 à 30 μm sont présentes aléatoirement mais le dépôt reste régulier sur toutes les fibres.

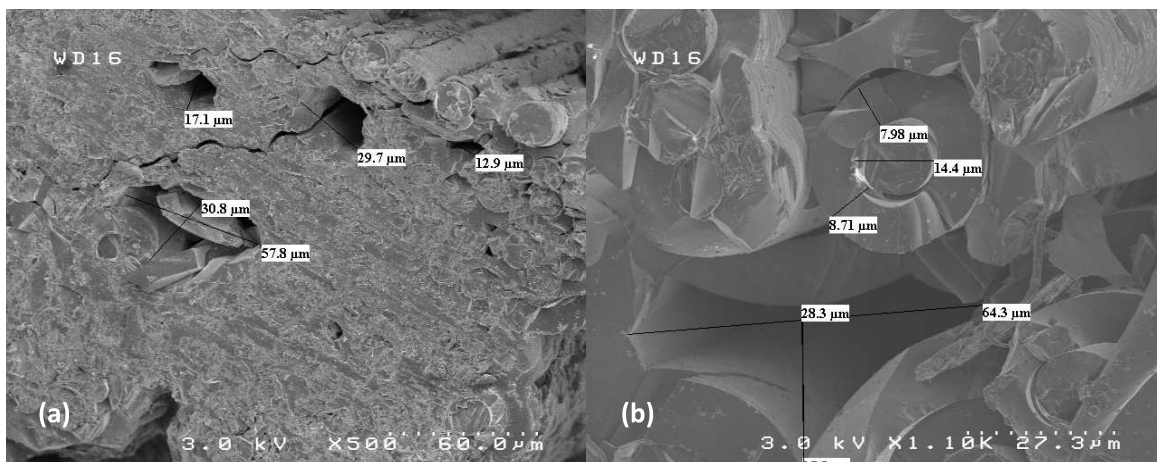


Image IV-1 a-b : coupe transverse à mi-longueur d'un minicomposite Hi-Nicalon/Type PyC/SiC

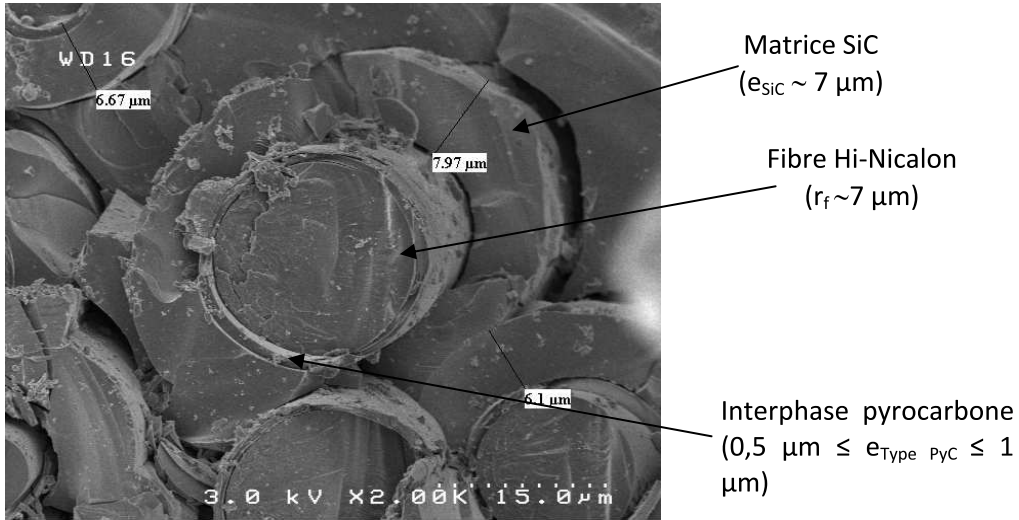


Image IV-2 : coupe transverse à mi-longueur d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC

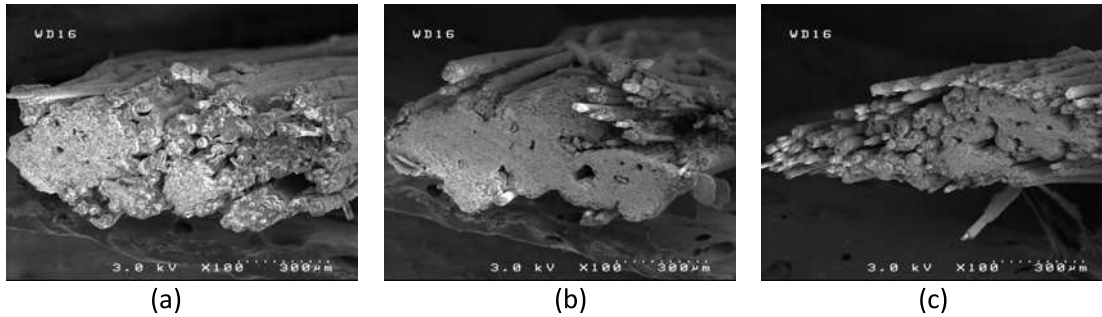


Image IV-3 a-b-c : minicomposite coupé à la scie à fil à différentes positions :

- (a) : milieu du minicomposite
- (b) : milieu du minicomposite + 20 mm
- (c) : milieu du minicomposite + 40 mm

La fraction volumique de fil V_{fil} et le module d'Young du composite $E_{miniSiC}$ ont été calculés pour la zone du minicomposite la plus homogène en appliquant la loi des mélanges : en connaissant la densité des fibres Hi-Nicalon ρ_{Hi-Ni} et celle de la matrice SiC ρ_{SiC} , il suffit de peser une même longueur de fil l_{fil} et de minicomposite $l_{miniSiC}$ pour calculer les fractions volumiques de fibre V_{fil} et de matrice V_{mat} (IV-1) (IV-2) (IV-3).

$$V_{fil} = \frac{m_{fil}}{m_{miniSiC}} \cdot \frac{\rho_{SiC}}{\rho_{Hi-Ni}} \cdot \frac{1}{1 - \frac{m_{fil}}{m_{miniSiC}} + \frac{m_{fil}}{m_{miniSiC}} \cdot \frac{\rho_{SiC}}{\rho_{Hi-Ni}}} \quad (IV-1)$$

$$V_{SiC} = 1 - V_{fil} \quad (IV-2)$$

m_{fil} : masse de 30 mm de fil

$m_{miniSiC}$: masse de 30 mm de minicomposite ($l_{miniSiC}$) à mi-longueur

ρ_{SiC} : masse volumique de la matrice (3,15 g/cm³)

ρ_{Hi-Ni} : masse volumique de la fibre Hi-Nicalon (2,74 g/cm³)

$$S_{\text{miniSiC}} = \frac{m_{\text{mini}}}{V_{\text{fil}} \cdot \rho_{\text{Hi-Ni}} + (1 - V_{\text{fil}}) \cdot \rho_{\text{SiC}}} \cdot \frac{1}{l_{\text{mini}}} \quad (\text{IV-3})$$

$$E_{\text{miniSiC}} = V_{\text{fil}} E_f + (1 - V_f) E_{\text{SiC}} \text{ avec } E_f = 270 \text{ GPa et } E_{\text{SiC}} = 400 \text{ GPa}$$

Le **tableau IV-1** donne les caractéristiques morphologiques des minicomposites à matrice. SiC:

V_f (%)	V_m (%)	E_{miniSiC} (GPa)	S_{miniSiC} (mm²)
29	71	363	0,25

Tableau IV-1: caractéristiques morphologiques d'un minicomposite Hi-Nicalon/Type PyC/SiC

Remarque : la quantité d'interphase est négligeable devant celle des fibres et de la matrice.

2. Essais, procédure expérimentale

a. Traction monotone à température ambiante.

Les essais de traction monotone à température ambiante sur minicomposites sont comparables à ceux réalisés sur fils Hi-Nicalon. Les procédures de collage et de microtraction sont les mêmes. Seule la technique de détermination de la complaisance machine (C_s) est différente. La complaisance machine est évaluée en utilisant l'équation (IV-4) à partir du module théorique du minicomposite E_{miniSiC} et du module expérimental E_{exp} déterminé en mesurant la pente de la partie linéaire de la courbe de traction (IV-5) (IV-6) (tableau IV-1).

$$E_{\text{exp}} = \frac{\Delta F_a}{\Delta d_{\text{tra}}} \frac{L_0}{S_{\text{miniSiC}}} \quad (\text{IV-4})$$

$$\text{Et } C_s = \frac{\Delta d_{\text{tra}}}{\Delta F_a} \left(1 - \frac{E_{\text{exp}}}{E_{\text{miniSiC}}} \right) \quad (\text{IV-5})$$

$\frac{\Delta F_a}{\Delta d_{\text{tra}}}$: pente de la portion linéaire de l'essai de traction (IV-6)

S_{miniSiC} : section du minicomposite

L_0 : longueur de jauge du minicomposite

$C_s = 0,255 \mu\text{m/N}$ (du même ordre de grandeur que la valeur de complaisance sur fils)

b. Traction cyclée de charge-décharge à température ambiante

Des essais de traction cyclée charge/décharge ont été réalisés sur la machine de traction utilisée pour les essais de traction monotone à température ambiante. La procédure de collage reste la même. La machine de traction est programmée pour effectuer des cycles de chargement-déchargement. Le protocole de traction cyclée charge-décharge est le suivant :

- Mise en charge à 0,05 mm/min pour $\Delta d_{\text{tra}} = 0,03 \text{ mm}$ ($\epsilon \sim 0,1 \%$)
- Décharge à - 0,05 mm/min pour $\Delta d_{\text{tra}} = 0,03 \text{ mm}$ ($\epsilon \sim 0,1 \%$)
- Répétition du cyclage charge-décharge jusqu'à rupture.

c. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C

La procédure pour les essais de fatigue statique est similaire à celle des fils Hi-Nicalon. Seuls les collages sont légèrement modifiés à cause de la structure des minicomposites. En effet, la surface de contact avec la colle est bien plus faible pour un minicomposite : de nouveaux mors en alumine sont utilisés : leur longueur de collage est doublée pour éviter le glissement de l'échantillon sous de fortes charges. Tous les essais sont réalisés sur le banc de fatigue-fluage avec mesure de la déformation. Les essais sont tous réalisés en mors chaud : l'échantillon est exposé à une température uniforme.

Les diagrammes d'endurance obtenus en fatigue statique sont tracés en fonction de la contrainte équivalente sur les fibres dont le calcul est détaillé ci-dessous.

Pour comparer les résultats de durée de vie des minicomposites à matrice SiC avec ceux des fils Hi-Nicalon, il est nécessaire de connaître la contrainte appliquée sur les fibres dans le minicomposite. Cette contrainte est appelée « contrainte équivalente sur fil » $\sigma_{eq,fil}$ et est déterminée graphiquement en comparant un essai de traction monotone sur fil avec un essai de traction monotone sur minicomposite (**figure IV-2**). Elle correspond à la même déformation pour le fil et le minicomposite.

A partir des données de traction expérimentales brutes, les déformations du fil (ε_{Fil}) et du minicomposite ($\varepsilon_{miniSiC}$) sont corrigées de la déformation du système ε_s et de la pré-tension du fil ε_t (**IV-7**) (**IV-8**):

$$\varepsilon_{Fil} = \varepsilon - \varepsilon_s - \varepsilon_t = \frac{d_{tra}}{L_0} - \frac{C_{S(Fil)} F_{Fil}}{L_0} - \varepsilon_t \quad (IV - 7)$$

$$\varepsilon_{miniSiC} = \varepsilon - \varepsilon_s = \frac{d_{tra}}{L_0} - \frac{C_{S(miniSiC)} F_{miniSiC}}{L_0} \quad (IV - 8)$$

d_{tra} : déplacement de la traverse (mm)
 L_0 : longueur de l'éprouvette (mm)
 $C_{S(Fil)}$: complaisance système lors d'essais sur fils (N/mm)
 F_{Fil} : force exercée sur le fil (N)
 $C_{S(miniSiC)}$: complaisance système lors d'essais sur minicomposite à matrice SiC (N/mm)
 $F_{miniSiC}$: force exercée sur le minicomposite (N)

ε_t est l'abscisse de la régression linéaire du comportement élastique du fil (**figure 1**).

Le comportement en traction sur minicomposite est alors comparé au comportement élastique d'un fil Hi-Nicalon corrigé de la prétension ε_t (**figure IV-2**).

La contrainte équivalente est calculée à partir de l'exploitation graphique des deux essais de traction (**figure IV-2**) (**IV-9**) :

$$\sigma_{eq,fil} = \frac{F_{eq.Fil}(\varepsilon_i)}{(1 - \gamma)N_0 S_f} \quad (IV-9) \quad \text{pour une force appliquée sur minicomposite } F_{miniSiC}(\varepsilon_i)$$

Remarque : lors des essais de fatigue statique, la charge appliquée choisie correspond à une force sur fil $F_{eq,fil}$ dans le domaine élastique de la courbe de traction des fils ($\alpha = 0$).

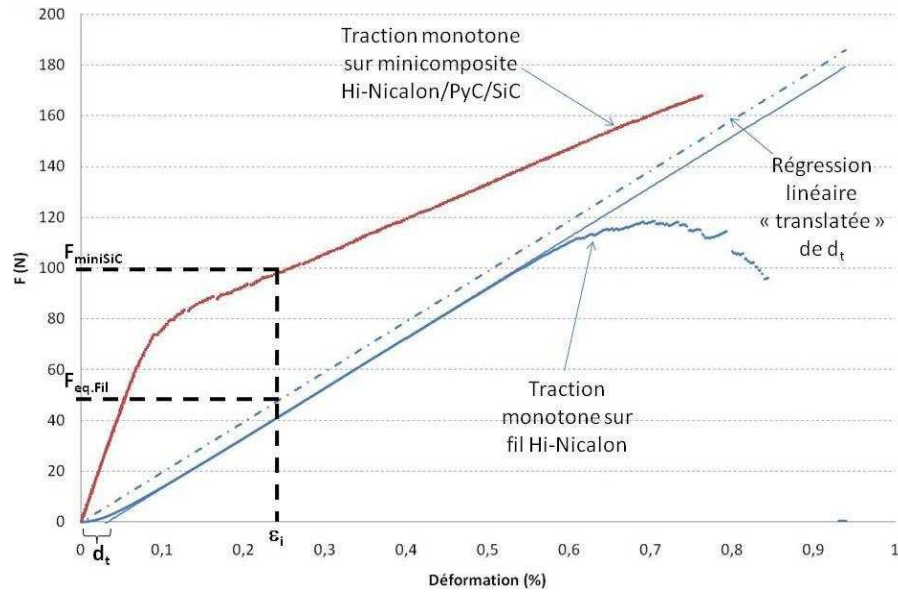


Figure IV-2 : détermination graphique de la force équivalente sur fil $F_{eq.Fil}$

- La majorité des essais de fatigue statique est réalisée à une contrainte telle que la matrice est fissurée au départ de l'essai. Les essais pour lesquels la matrice n'était pas fissurée n'ont jamais rompu.
- Deux essais de fatigue statique sous air avec mesure de la déformation ont été réalisés à 1300°C afin de calculer les paramètres de Dorn du mécanisme de fluage.

3. Caractérisation

a. Analyse EDX

L'analyse EDX (spectrométrie X à énergie dispersive) permet d'analyser la surface d'un échantillon lors d'observations MEB. La surface de l'échantillon est excitée par bombardement électronique puis la relaxation des atomes qui la constitue est étudiée. Chaque élément émet une quantité d'électrons propre. Ces électrons sont appelés électrons secondaires. Cette méthode d'analyse est plutôt qualitative car sa résolution latérale est de plusieurs μm . Cette analyse est réalisée avec l'aide M. Alrivie et de P. Weisbecker au LCTS sur le microscope environnemental.

b. Microscopie électronique à balayage

Les faciès de rupture ont été observés au LCTS à l'aide de deux microscopes électroniques à balayage à émission de champ. Les observations sont réalisées pour la majorité en mode « électrons secondaires ». Un des deux microscopes permet également de réaliser les analyses EDX. Toutes les micrographies sont accompagnées d'une légende indiquant la tension d'accélération des électrons émis en kV, le grandissement, et l'échelle en μm ou nm selon les grandissements.

c. Analyse Auger

La spectroscopie des électrons Auger (AES : « Auger electron spectroscopy ») induite par les électrons est une technique d'analyse des surfaces qui permet d'identifier les éléments (sauf H et He) constituant les toutes premières couches atomiques (quelques nanomètres) de la surface des solides avec une résolution latérale qui peut atteindre quelques nanomètres et une limite de détection de quelques dizaines ou moins d'atomes identiques. Son principe repose sur le mécanisme de l'effet Auger avec l'émission d'électrons ayant des énergies cinétiques caractéristiques des éléments dont ils sont issus et indépendantes de l'énergie des particules excitatrices incidentes. Par décapages

ioniques successifs, il est également possible de réaliser des analyses Auger en profondeur avec une résolution latérale toujours égale à quelques nm. Cette méthode spectroscopique est donc très intéressante pour analyser différents points des faciès de rupture. Cette méthode est beaucoup plus précise que l'analyse EDX. L'analyse Auger est réalisée au CECAMA par M. Lahaye en collaboration avec le LCTS.

4. Résultats et discussion

a. Essais de traction à température ambiante

i. Essais de traction monotone

Les courbes force-déformation obtenues en traction monotone à température ambiante présentent plusieurs singularités (*figures IV-3, IV-4*):

- La première partie de la courbe est linéaire élastique : les fibres et la matrice se partagent les efforts.
- Une diminution de la pente de la courbe avec l'augmentation de la déformation est ensuite observée : la matrice se fissure.
- la dernière partie de courbe est linéaire : les efforts sont totalement supportés par les fibres.

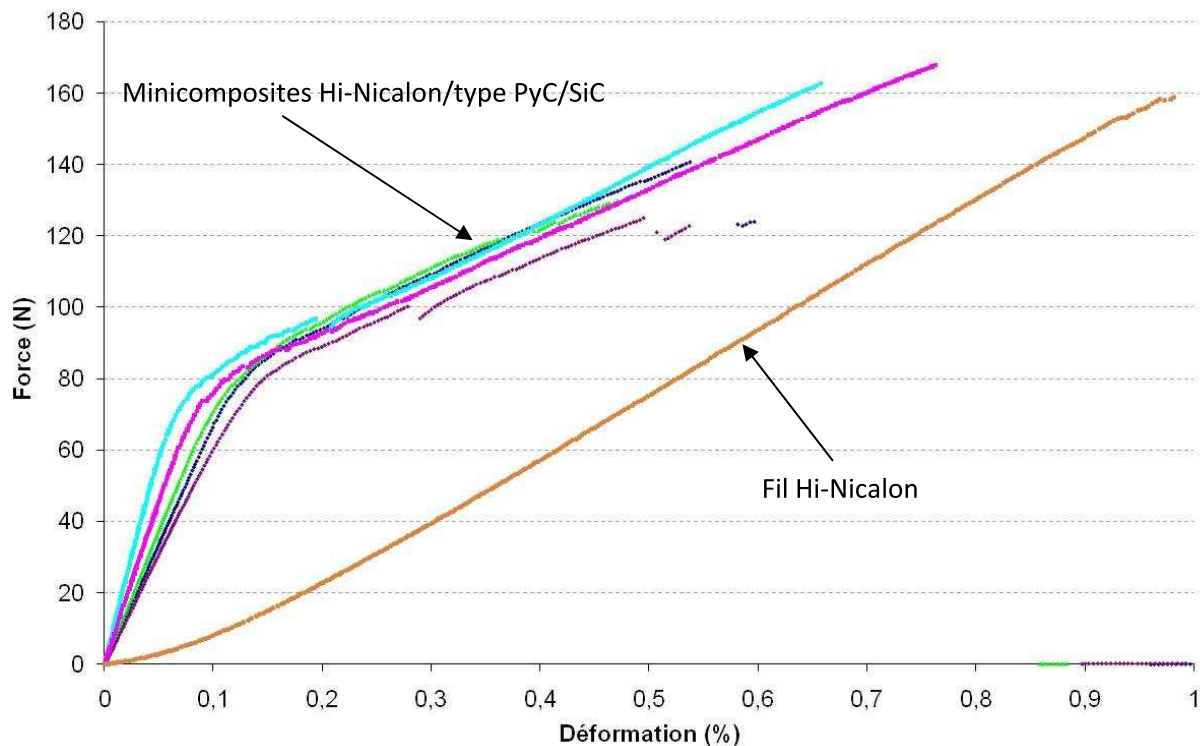


Figure IV-3 : traction monotone de minicomposites H-Nicalon/type PyC/SiC (5 essais)

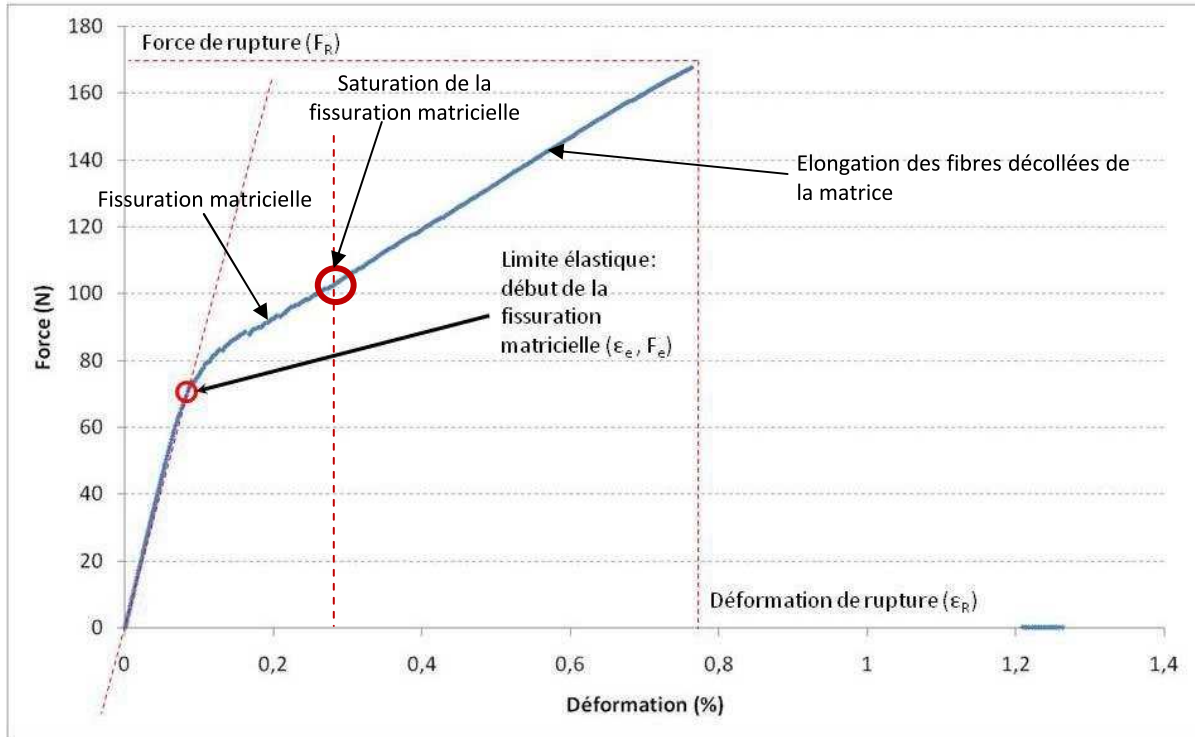


Figure IV-4 : traction monotone d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC

ii. Essais de traction cyclée charge-décharge à température ambiante

Les essais de traction cyclée charge-décharge permettent de calculer la force de cisaillement interfacial entre la matrice et les fibres. La première partie de la courbe de traction est linéaire et traduit une déformation élastique du composite. Dans la deuxième partie de la courbe, le comportement est non linéaire : la matrice puis les fibres s'endommagent. Lorsque la matrice est totalement fissurée (saturation), la courbe de traction devient à nouveau linéaire et l'effort est supporté intégralement par les fibres (figures IV-5, IV-6).

Les courbes de traction charge-décharge sont tracées en contrainte (σ)-allongement (d_{tra}) ou contrainte (σ)-déformation (ϵ) pour pouvoir déterminer la contrainte de cisaillement τ (IV-10), (IV-11), (IV-12), (IV-13).

$$\sigma = \frac{F_a}{S_{miniSiC}} \quad \text{(IV-10)}$$

$$\epsilon = \frac{d_{tra} - C_S \cdot F_a}{L_0} \quad \text{(IV-11)}$$

F_a est la force, $S_{miniSiC}$ est la section du minicomposite, C_S la complaisance machine (= 0,255 $\mu\text{m/N}$), d_{tra} le déplacement de la traverse et L_0 la longueur de minicomposite testée (= 25 mm).

La contrainte de cisaillement interfacial a été déterminée en utilisant la largeur de la boucle d'hystérésis lors du dernier cycle de décharge-recharge (figure IV). La contrainte de cisaillement interfacial τ est déterminée à l'aide de l'équation suivante, établie pour des microcomposites [LAMON1995] (IV-12) (IV-13) :

$$\tau = \frac{b_2 \cdot N \cdot (1 - a_1 \cdot V_{fil})^2 \cdot r_f}{2 \cdot V_{fil}^2 \cdot E_{SiC}} \left(\frac{\sigma_p^2}{\delta\Delta} \right) \left(\frac{\sigma}{\sigma_p} \cdot \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_p} \right) \right) \quad \text{(IV-12)}$$

$$\text{Avec } a_1 = \frac{E_f}{E_{min iSiC}}$$

$$\text{Et } b_2 = \frac{(1 + \nu) \cdot E_{SiC} \cdot [E_f + (1 - 2 \cdot \nu) \cdot E_{min iSiC}]}{E_f \cdot [(1 + \nu) \cdot E_f + (1 - \nu) \cdot E_{min iSiC}]} \quad \text{(IV-13)}$$

$\delta\Delta$: largeur de la boucle d'hystérésis

σ : contrainte appliquée durant le cycle de charge-décharge (**figure IV-6**)

σ_p : contrainte maximale au point de décharge (**figure IV-6**)

$E_{min iSiC}$: module d'Young du minicomposite

r_f : rayon de la fibre

ν : coefficient de Poisson ($\nu = 0,2$)

N : nombre de fissures dans la matrice correspondant au cycle considéré

Le nombre de fissures a été déterminé après rupture au microscope électronique à balayage et après un traitement Murakami (NaOH-K₃Fe(CN)₆) (**Image IV-4**). Le nombre de fissures N est déterminé en prenant la moyenne du nombre de fissures après plusieurs observations. Le dernier cycle a donc été considéré pour le calcul de τ .

$N = 119 \pm 73$ pour un échantillon de longueur $L_0 = 25$ mm

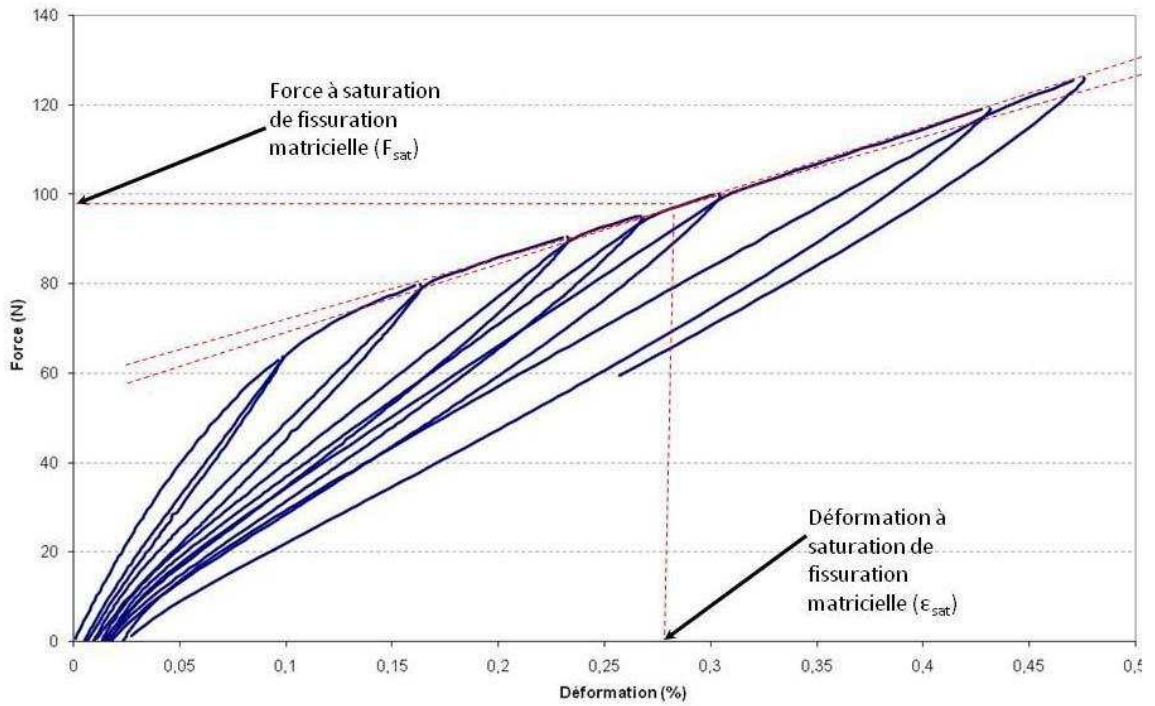


Figure IV-5 : traction cyclée de charge-décharge d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC

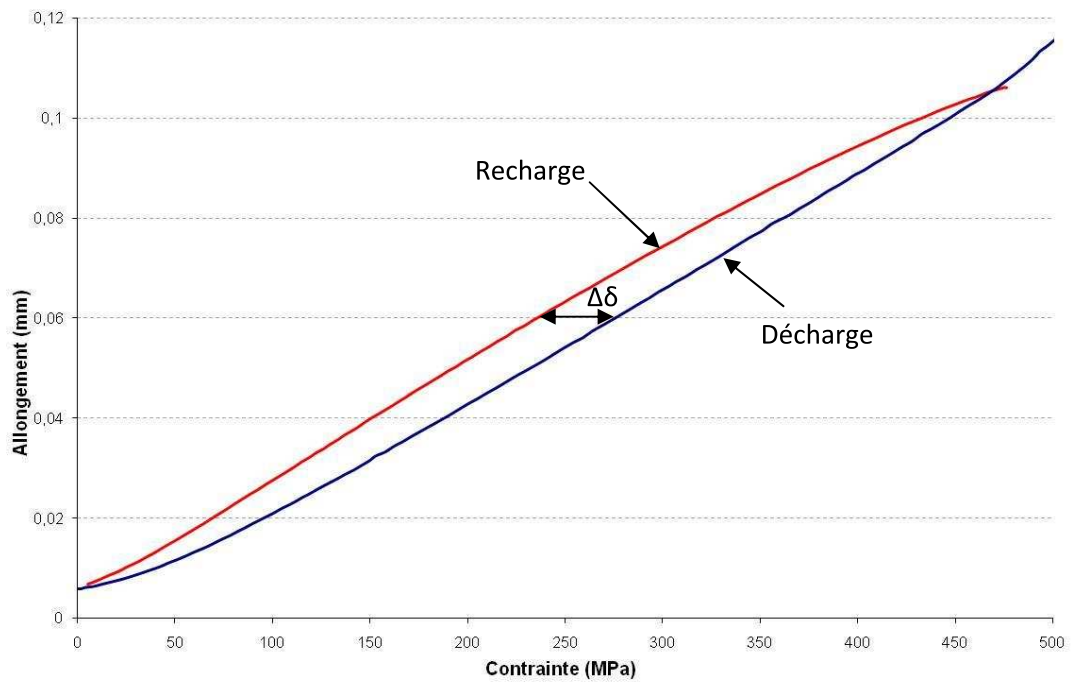


Figure IV-6 : dernier cycle de charge-décharge : boucle d'hystérésis

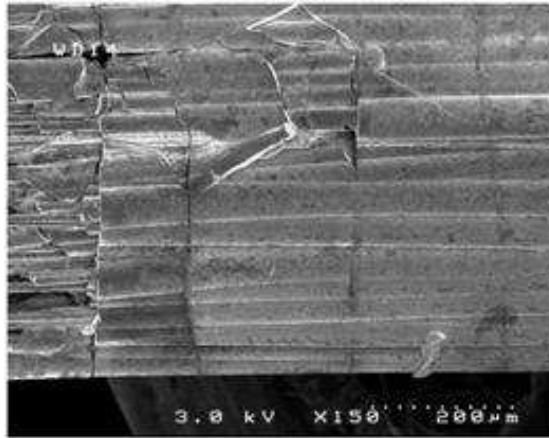


Image IV-4 : observation longitudinale d'un minicomposite après traitement Murakami : comptage des fissures

iii. Caractéristiques mécaniques déterminées par les essais de traction

Le **tableau IV-2** récapitule les propriétés mécaniques des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC :

	Minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC
$S_{\text{minicomposite}}$ (mm ²)	0,25
V_{fil} (%)	29
F_R (N)	130 - 167
σ_R (MPa)	520 - 668
ϵ_R (MPa)	0,48 - 0,76
F_e (N)	58 - 73
σ_e (MPa)	232 - 292
ϵ_e (%)	0,052 - 0,12
$E_{\text{minicomposite}}$ (GPa)	362
$F_{\text{saturation}}$ (N)	98
$\sigma_{\text{saturation}}$ (MPa)	392
$\epsilon_{\text{saturation}}$ (%)	0,28
τ (MPa)	60 - 200

Tableau IV-2 : propriétés mécaniques des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC (5 tractions monotones, 3 tractions charge-décharge)

b. Durée de vie en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C

i. Durées de vie moyennes à 900°C, 1000°C et 1200°C

Les durées de vie obtenues en fatigue statique sous air permettent de tracer les diagrammes d'endurance à 900°C, 1000°C et 1200°C (**figures IV-7, IV-8, IV-9**). Ils représentent la durée de vie des minicomposites en fonction de la contrainte équivalente appliquée sur les fibres $\sigma_{\text{eq.Fil}}$. Une loi puissance moyenne (**I-24**) dont les paramètres A et n sont calculés par la méthode des moindres carrés sur les résultats expérimentaux est déterminée pour chaque température d'essai (**figures IV-6, IV-7, IV-8, tableau IV-3**).

Le **tableau IV-3** donne les paramètres de la loi puissance moyenne pour chaque température. Les diagrammes d'endurance à 900°C, 1000°C et 1200°C sont représentés sur les **figures IV-7, IV-8, IV-9**.

	900°C	1000°C	1200°C
n	5,4	4,3	3,8
A (s. MPaⁿ)	$9,94 \cdot 10^{18}$	$3,47 \cdot 10^{15}$	$1,08 \cdot 10^{14}$

Tableau IV-3 : valeurs des paramètres la loi $t \cdot \sigma^n = A$

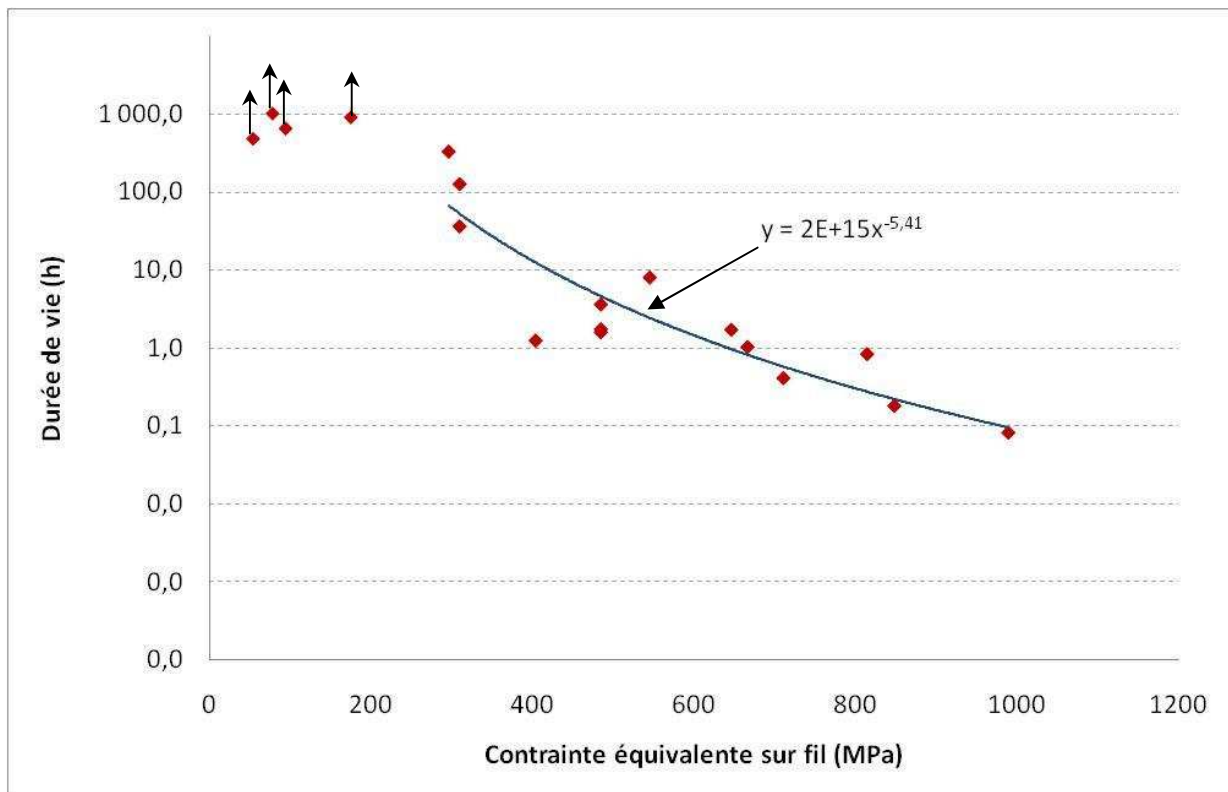


Figure IV-7 : durée de vie en fatigue statique sous air à 900°C d'un minicomposite Hi-Nicalon/Type PyC/SiC

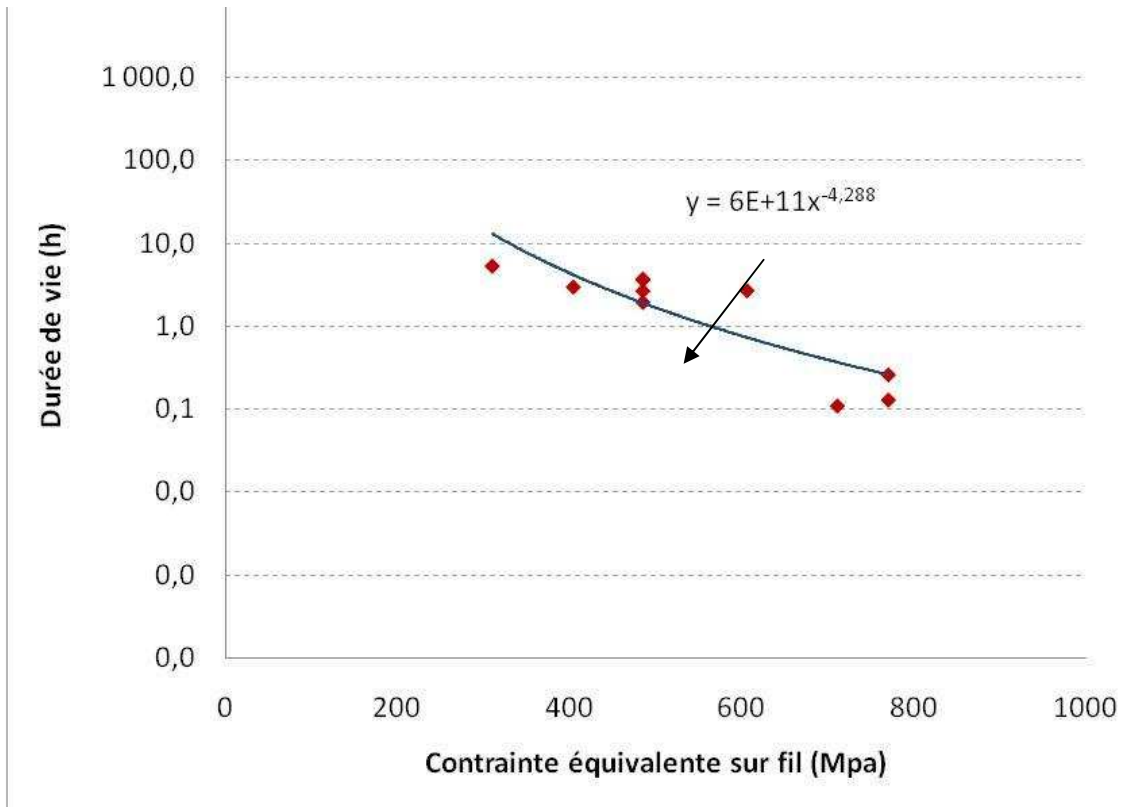


Figure IV-8 : durée de vie en fatigue statique sous air à 1000°C d'un minicomposite Hi-Nicalon/Type PyC/SiC

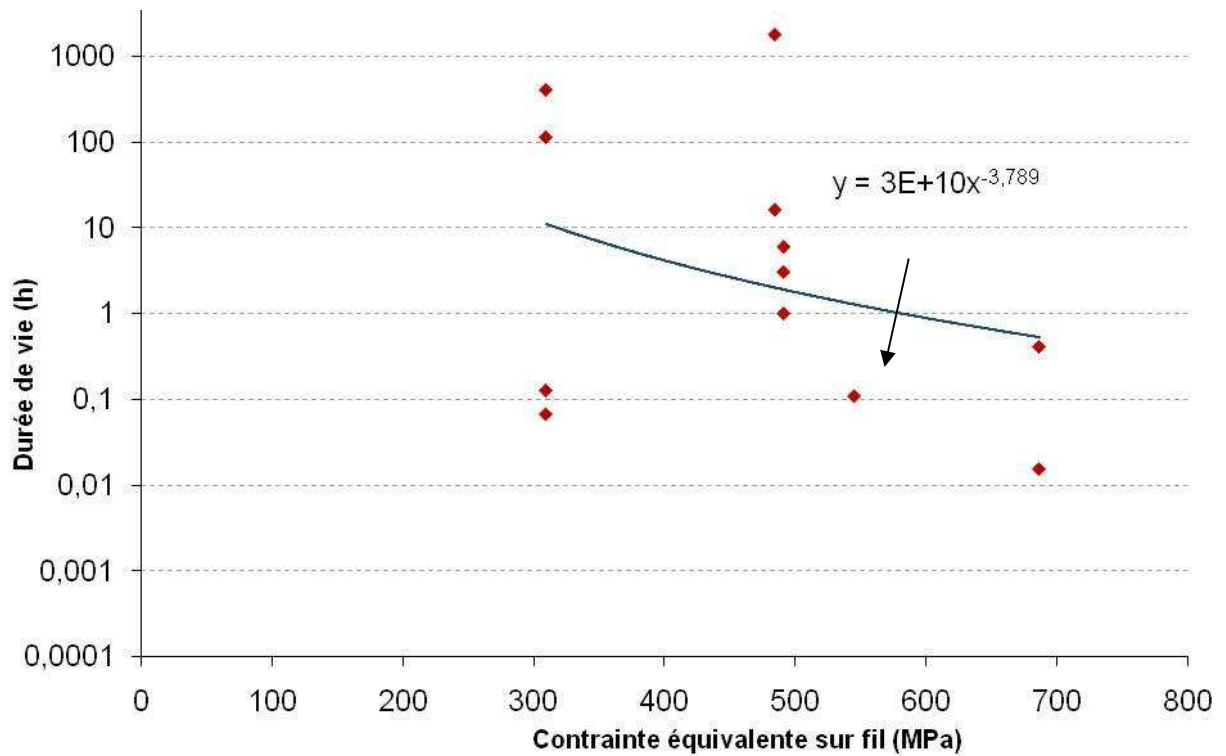


Figure IV-9 : durée de vie en fatigue statique sous air à 1200°C d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC

Remarques :

- les incertitudes sur la contrainte appliquée n'ont pas pu être déterminées. Le nombre d'essais réalisé sur les minicomposites n'est pas suffisant pour déterminer une incertitude. Les résultats sont donc présentés sans barre d'incertitude.
- Les points expérimentaux dont la durée de vie n'est pas exactement connue (essais arrêtés pour panne technique) n'ont pas été pris en compte pour le calcul de la loi puissance moyenne. Les essais arrêtés avant rupture sont surmontés d'une flèche sur les diagrammes d'endurance.
- Tous les échantillons testés à 1000°C ont rompu dans la zone collée (dans les mors) qui est soumise à une température légèrement inférieure à 1000°C.

Conclusions :

- La rupture des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC en fatigue statique sous air est décrite par une loi puissance typique d'un processus de fissuration sous-critique (**Ch.I-3-a**).
- Toutefois, les résultats de durée de vie à 1200°C sont très dispersés autour de la loi puissance moyenne.

ii. Application de la loi expérimentale de W. Gauthier

A 900°C et 1000°C, la durée de vie semble suivre une loi de fissuration sous-critique. En effet, les paramètres obtenus par une loi puissance moyenne sont assez proches de ceux obtenus pour les fils Hi-Nicalon surtout que les incertitudes sur la contrainte appliquée et la durée de vie sont importantes (**Ch.II-b-i**). La loi des fils Hi-Nicalon (**II-17**) a été appliquée aux minicomposites Hi-Nicalon/Type PyC/SiC, pour les paramètres des fils du **tableau III-1**.

Les durées de vie de minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC et la loi de fissuration lente des fils ont été superposées sur les **figures IV-10, IV-11, IV-12**. La loi des fils Hi-Nicalon donne une bonne prévision de la durée de vie minimale des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC à 900°C, 1000°C et 1200°C.

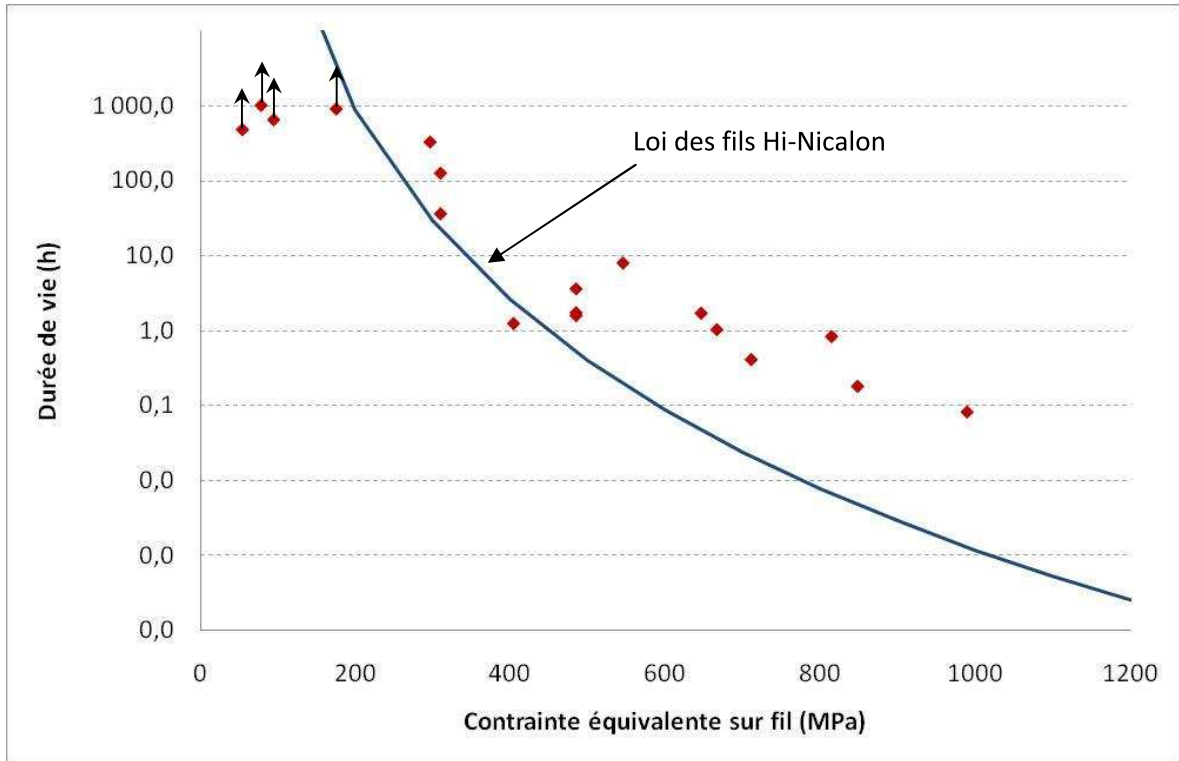


Figure IV-10 : Durée de vie des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC à 900°C et loi expérimentale de fissuration lente des fils Hi-Nicalon à 900°C

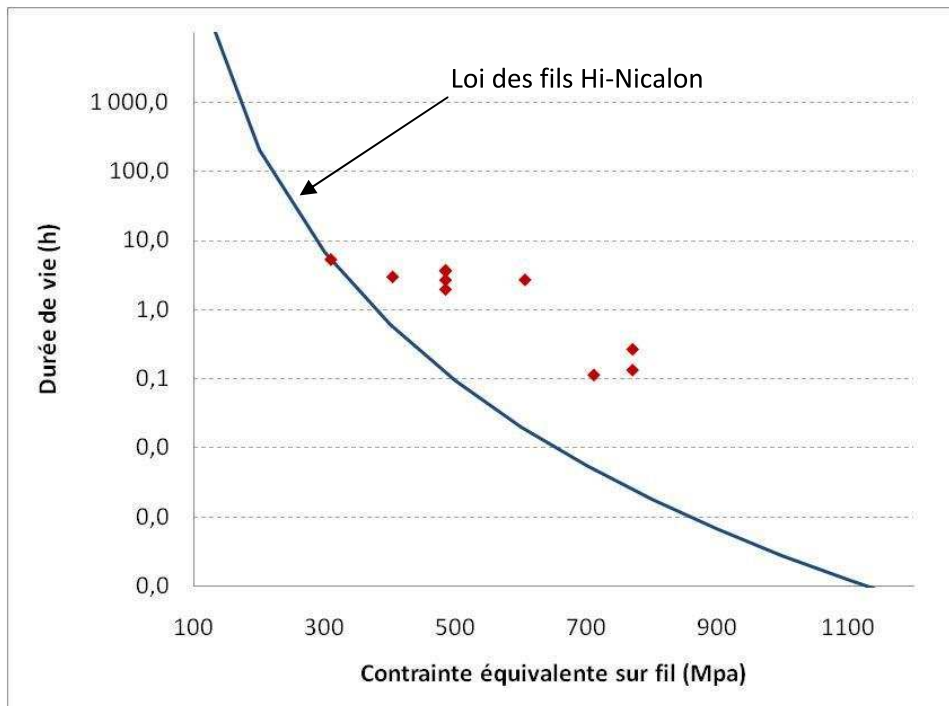


Figure IV-11: Durée de vie des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC à 1000°C et loi expérimentale de fissuration lente des fils Hi-Nicalon à 1000°C

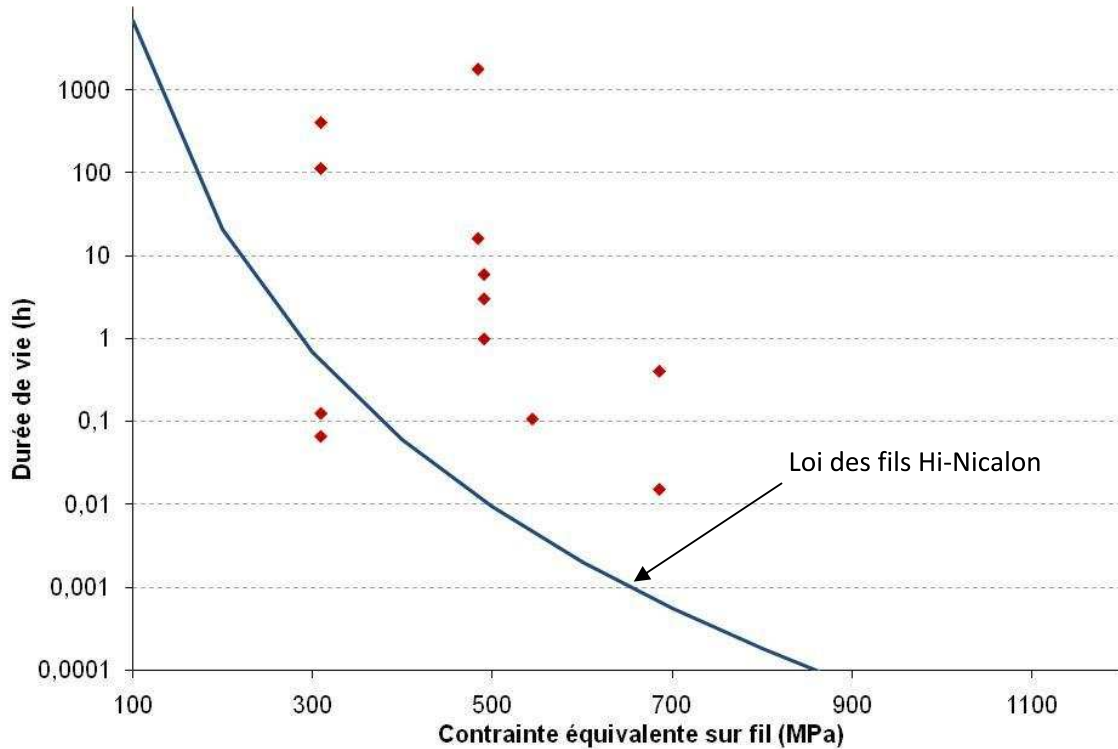


Figure IV-12 : Durée de vie des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC à 1200°C et loi expérimentale de fissuration lente des fils Hi-Nicalon à 1200°C

Conclusion

A première vue, le phénomène de fissuration sous-critique est ralenti. La présence de matrice autour des fibres a sûrement son influence. Une étude fractographique des échantillons rompus peut conforter cette hypothèse.

c. Etude fractographique en analyse EDX

L'analyse EDX présentée ici confirme la composition des différentes phases observées au microscope électronique à balayage (*image IV-5*). La cartographie ci-dessous présente l'analyse EDX d'une zone d'un faciès de rupture d'un minicomposite testé en fatigue statique sous air pendant 16 h à 1200°C sous 525 MPa. Les zones riches en SiO₂ apparaissent en gris foncé, les zones riches en SiC en gris clair. Une troisième zone non attendue apparaît : certaines zones sont enrichies en silicium et sont quasiment pures en silicium. Ces zones apparaissent en blanc sur les faciès de rupture observés en microscopie électronique à balayage. D'après la bibliographie, il est possible d'avoir une ségrégation lors du dépôt de SiC en CVI : certaines zones de la matrice sont constituées de silicium quasiment pur.

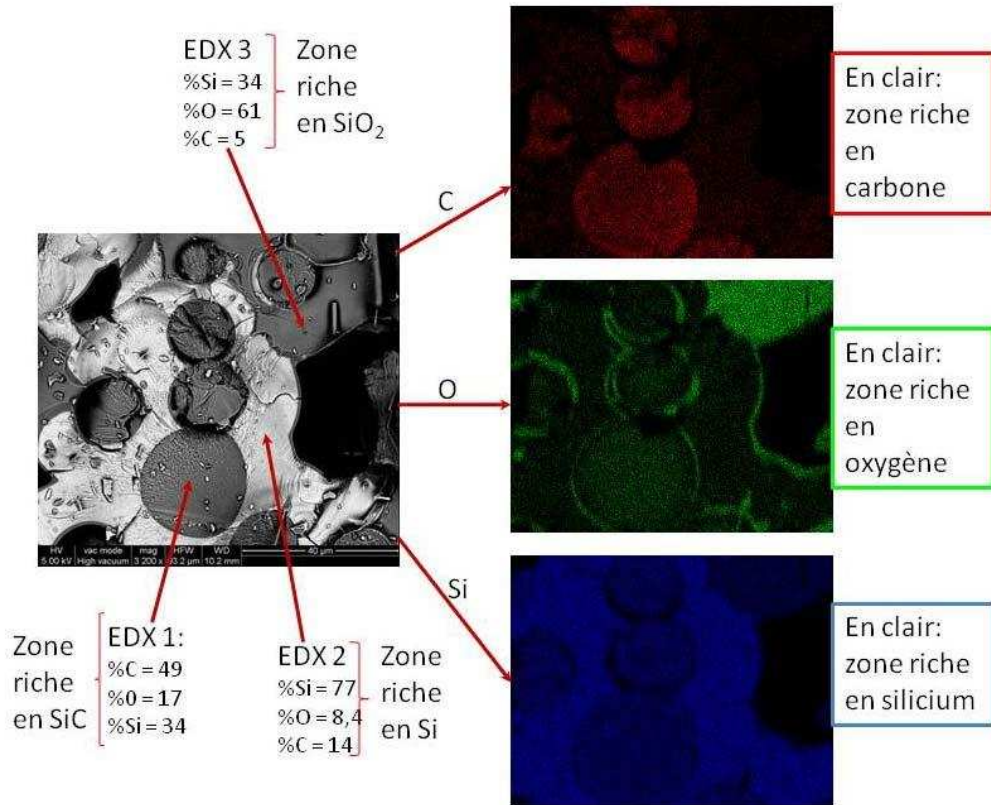


Image IV-5: cartographie EDX d'une partie d'un faciès de rupture d'un minicomposite Hi-Nicalon/Type PyC/SiC testé en fatigue statique sous air à 1200°C pendant 16 heures.

d. Etude fractographique en microscopie électronique à balayage

L'étude fractographique permet de confirmer l'origine de la rupture des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC. En effet, dans le chapitre 2, les faciès de rupture correspondant à différents mécanismes ont été mis en évidence. Les micrographies mettent en évidence les phénomènes suivants :

- La présence majoritaire de faciès miroirs (**Image IV-6-a**): contrairement aux fils, les faciès miroirs sont nombreux. Les faciès lisses ne sont d'ailleurs quasiment pas observés, ce qui signifie une diminution du nombre d'interactions entre fibres par rapport aux fils testés aux mêmes températures.
- la présence d'un mécanisme de fissuration lente (**image IV-6-c**). Des faciès de fissuration sous-critique ont été identifiés sur les bords du faciès de rupture du minicomposite.
- La disparition quasi-totale de l'interface de pyrocarbone aux températures supérieures ou égales à 900°C (**image IV-6-c**).
- La formation importante de silice à 1200°C. Celle-ci comble en partie l'espace laissé par la combustion du pyrocarbone et elle recouvre la matrice et les fibres (**image IV-7**).
- La non-uniformité de l'épaisseur de la couche de silice : les couches de silice mesurées sont beaucoup plus épaisses dans les zones affectées par des fissures matricielles (**Image IV-8**).

Remarque : les échantillons rompus à 1000°C n'ont pu être observés en raison d'une rupture au sein du collage.

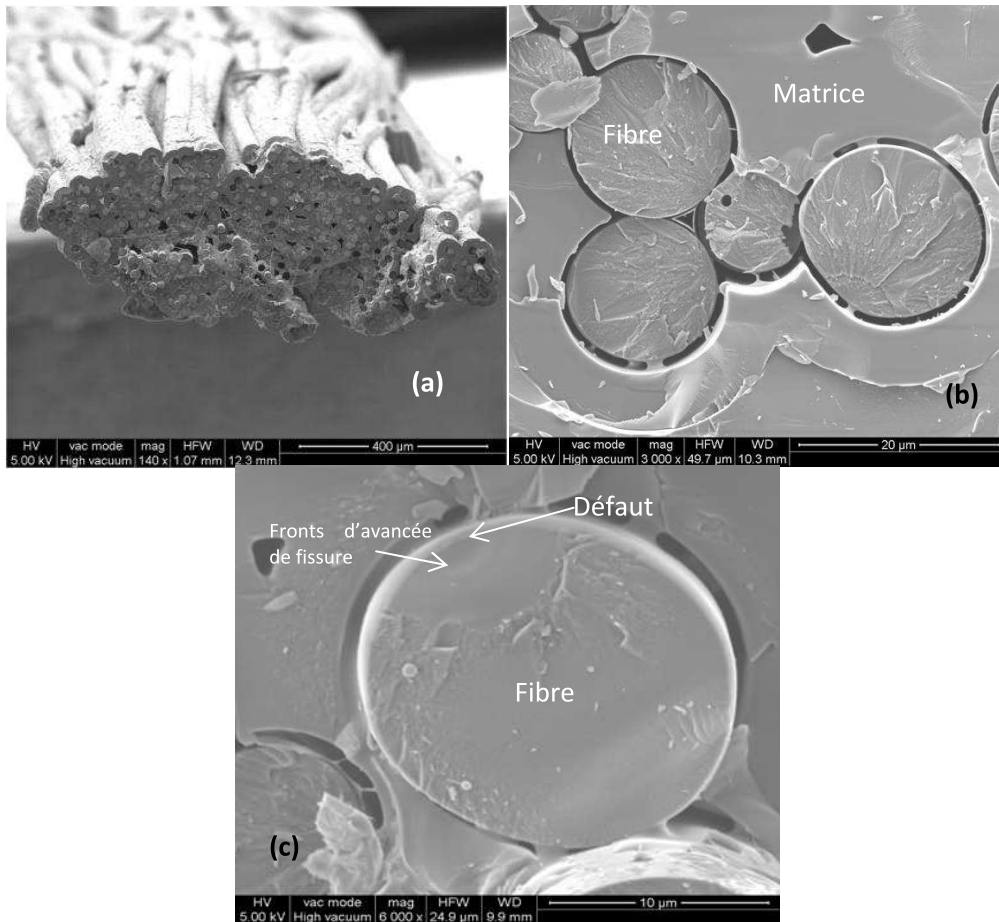


Image IV-6 : faciès de rupture d'un minicomposite testé en fatigue statique sous air à 900°C sous 896 MPa pendant 1 heure

- (a) *Faciès de rupture de minicomposite, zones de rupture planes et zones avec extraction de fibres*
- (b) *Faciès miroirs, disparition du pyrocarbone interfacial entre les fibres et la matrice*
- (c) *Faciès de fissuration sous-critique*

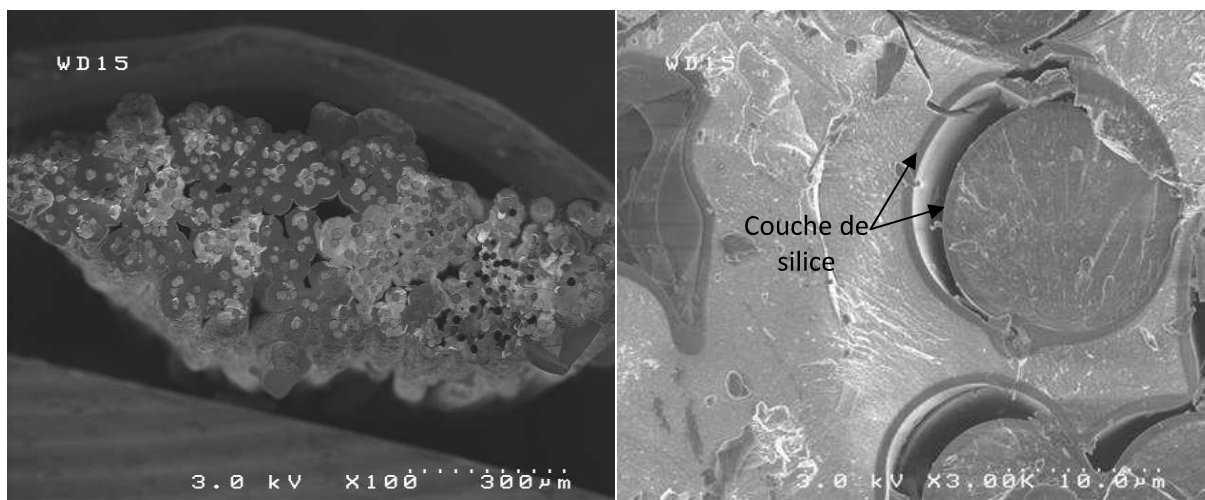


Image IV-7 : faciès de rupture d'un minicomposite testé en fatigue statique sous air à 1200°C sous 525 MPa pendant 16 heures (zones sombres : fibres et matrice recouvertes de silice)

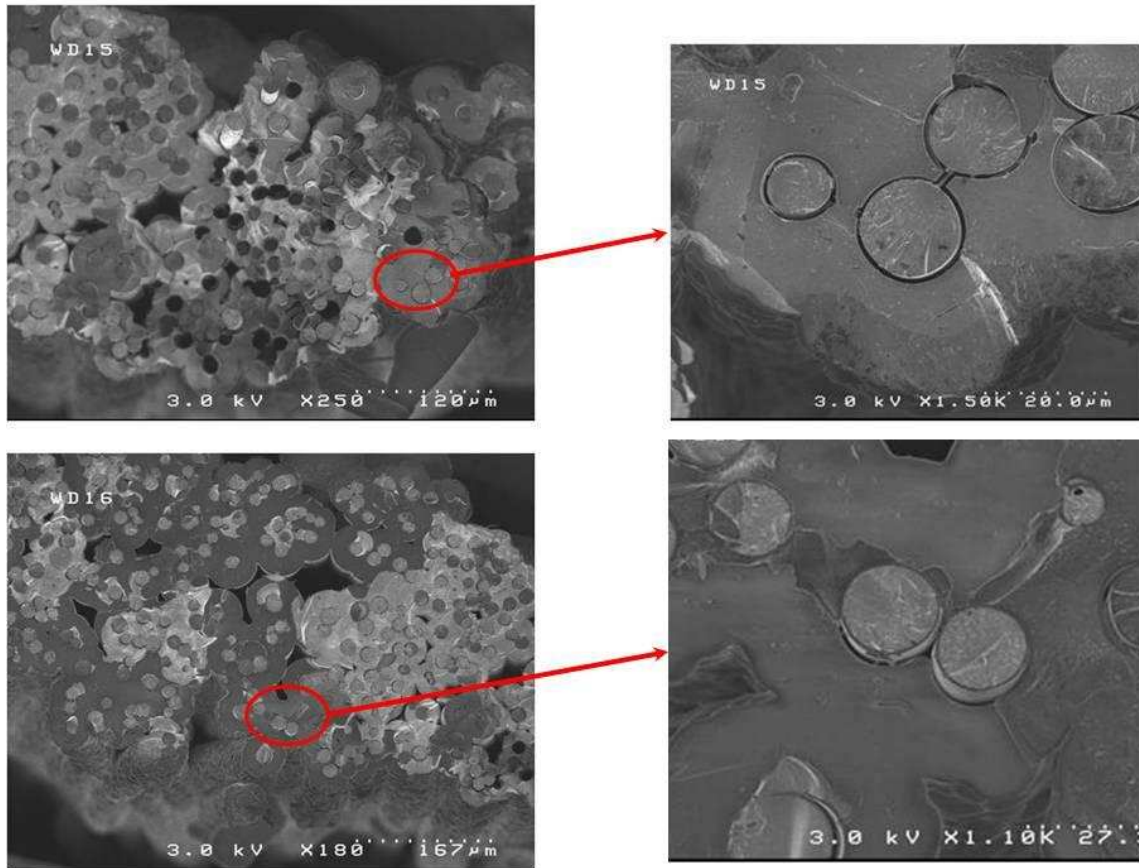


Image IV-8 : deux zones en bord de minicomposite (16h, 525 MPa, 1200°C) où les fibres sont très oxydées (en bas à droite) ou pas oxydées du tout (en haut à droite)

Zones gris foncé : SiO_2

Zones gris clair : SiC

L'étude des faciès miroirs permet de calculer la contrainte de rupture des fibres (I-5). 21 rayons miroirs ont pu être mesurés sur un minicomposite testé 3 heures en fatigue statique sous air à 900°C, 525 MPa. La distribution des contraintes de rupture des fibres a été superposée à celle d'un fil testé en traction monotone à température ambiante et il est remarquable de constater que les distributions se superposent aux incertitudes près (II-15) (figure IV-13) (les barres d'incertitudes sont représentées en vert).

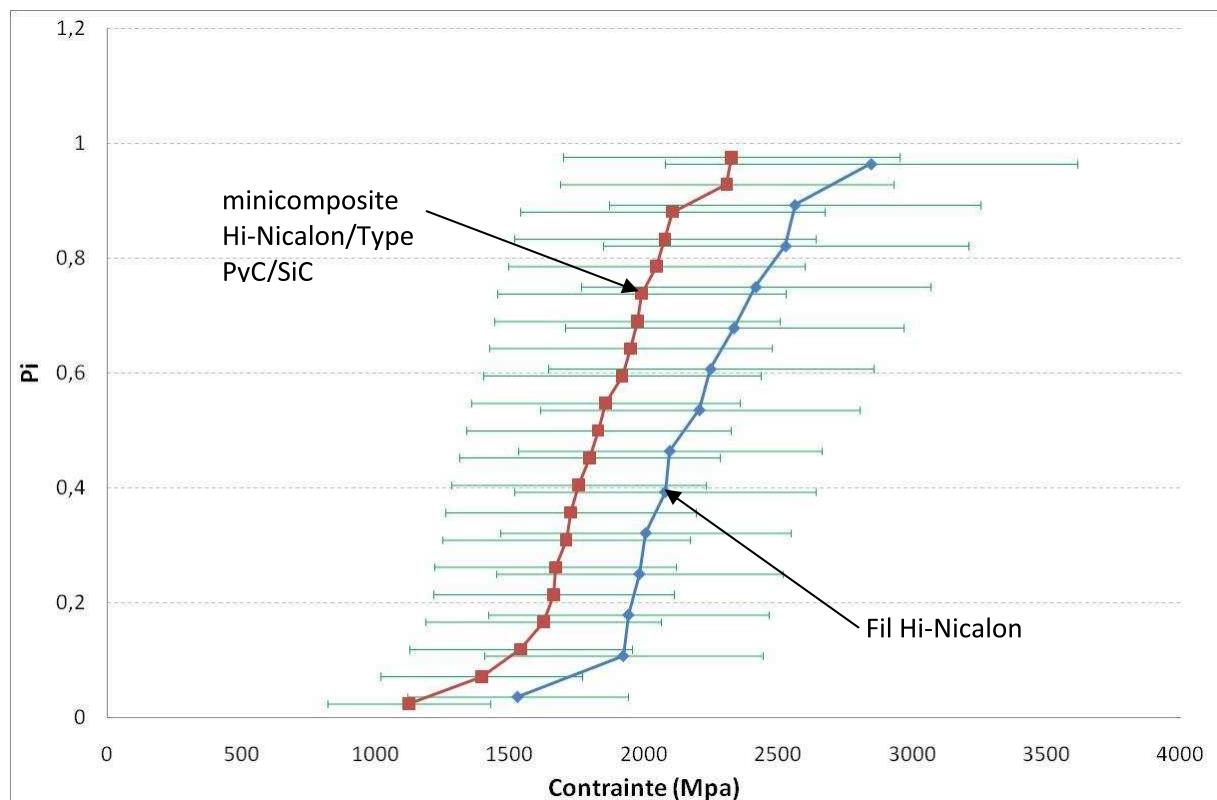


Figure IV-13 : distribution des contraintes de rupture à partir de la mesure des rayons miroirs sur un minicomposite testé en fatigue statique sous air (contrainte équivalente sur fil = 484 MPa, 900°C, 3h) et un fil testé en traction monotone à température ambiante (figure II-12).

Remarque :

Ces deux distributions sont très bien décrites par une loi statistique de Weibull (figures IV-14 et IV-15) et les paramètres de Weibull sont très proches de ceux déterminés par la méthode de N. Lissart, notamment le module de Weibull m_f :

- Paramètres de Weibull par mesure des rayons miroir après essai de traction sur un fil Hi-Nicalon ($L_0 = 25$ mm) :

$$m_f = 7,8 \text{ et } \sigma_0 = 79 \text{ MPa}$$

- Paramètres de Weibull par mesure des rayons miroir après essai de fatigue statique sur minicomposite à 525 MPa à 900°C ($L_0 = 25$ mm) :

$$m_f = 7,4 \text{ et } \sigma_0 = 54 \text{ Mpa}$$

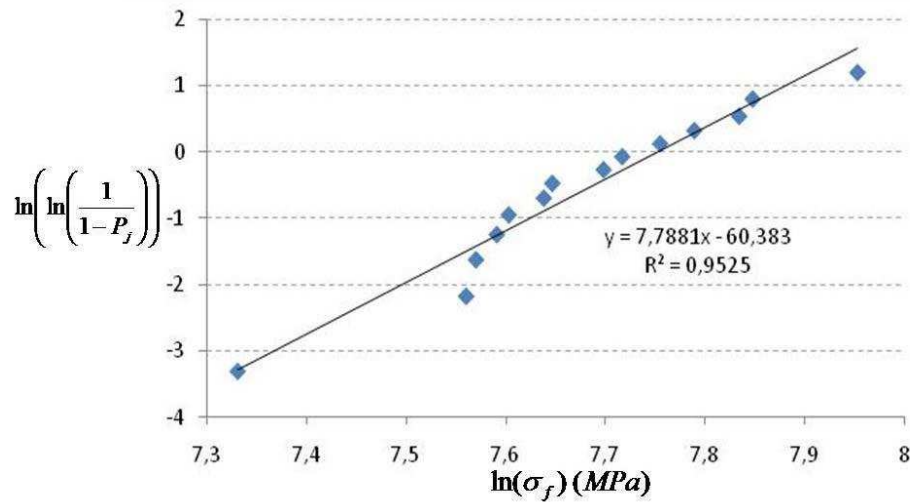


Figure IV-14 : Distribution de type Weibull des contraintes de ruptures des fibres au sein d'un fil Hi-Nicalon par mesure des rayons miroir

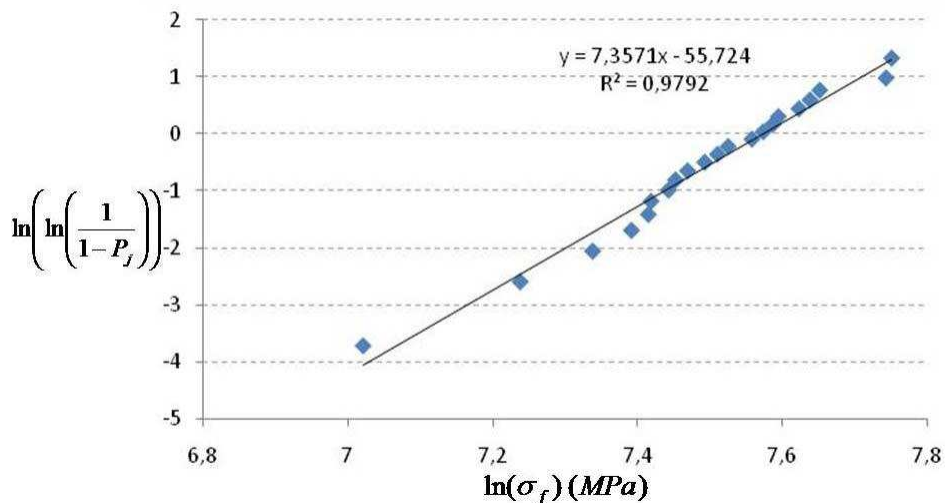


Figure IV-15 : Distribution de type Weibull des contraintes de ruptures des fibres au sein d'un minicomposites SiC/type PyC/SiC par mesure des rayons miroir

Conclusions :

L'analyse des faciès de rupture met en valeur la présence des mêmes phénomènes observés sur les fils Hi-Nicalon testés en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C, à savoir :

- La formation massive mais non uniforme de silice autour des fibres et sur la matrice, surtout à 1200°C
- La présence de faciès de fissuration sous-critique, ce qui confirme la rupture par phénomène de fissuration lente
- La présence majoritaire de faciès miroir, ce qui confirme la rupture brutale des fibres après rupture par fissuration lente de certaines fibres.
- Une distribution des contraintes de rupture des fibres après fatigue statique sous air à 900°C sur un minicomposite identique à celle d'un fil après essai de traction monotone à

température ambiante. Les fibres ne sont pas dégradées à l'intérieur d'un minicomposite à matrice SiC.

e. Etude fractographique en analyse Auger

Cette méthode a été utilisée pour doser le silicium, le carbone et l'oxygène sur différents types de faciès de rupture. L'analyse est réalisée en fonction de la profondeur en différents points sur les faciès de rupture. Cette analyse est précise et quantitative.

Pour une meilleure compréhension des résultats de l'analyse, les proportions des éléments ont été normalisées par rapport au silicium. La quantité de silicium est constante car il ne se volatilise pas même quand il s'oxyde (I-R.5). Les variations en proportion de silicium sont donc causées par la variation de la quantité de l'oxygène et du carbone qui passent de l'état solide à l'état gazeux en formant du CO₂ (réaction) :



La quantité de silicium en fonction de la profondeur d'analyse d , $X_{\text{Si}}(d)$ est donc constante et est fixée arbitrairement à $N_{\text{Si}} = 1$ (IV-14).

$$\frac{N_{\text{Si}}}{X_{\text{Si}}(d)} = \lambda(d) \text{ (IV-14)}$$

La quantité des autres éléments est recalculée (IV-15) et (IV-16) :

$$N_{\text{O}} = \lambda(d) \cdot X_{\text{O}} \text{ (IV-15)}$$

$$N_{\text{C}} = \lambda(d) \cdot X_{\text{C}} \text{ (IV-16)}$$

i. Analyse Auger d'un faciès miroir (850°C, 695 MPa, 0,7 h)

La première analyse a été réalisée pour un faciès miroir qui symbolise la rupture brutale d'une fibre lors d'un essai de fatigue statique. Seule l'oxydation du défaut de surface est possible puisque la propagation de fissure est supposée infiniment rapide et la rupture instantanée. L'image IV-9 présente les zones d'analyse Auger et la figure IV-16 présente les profils en pourcentage atomique de C, O et Si aux différents endroits de l'analyse en fonction de la profondeur.

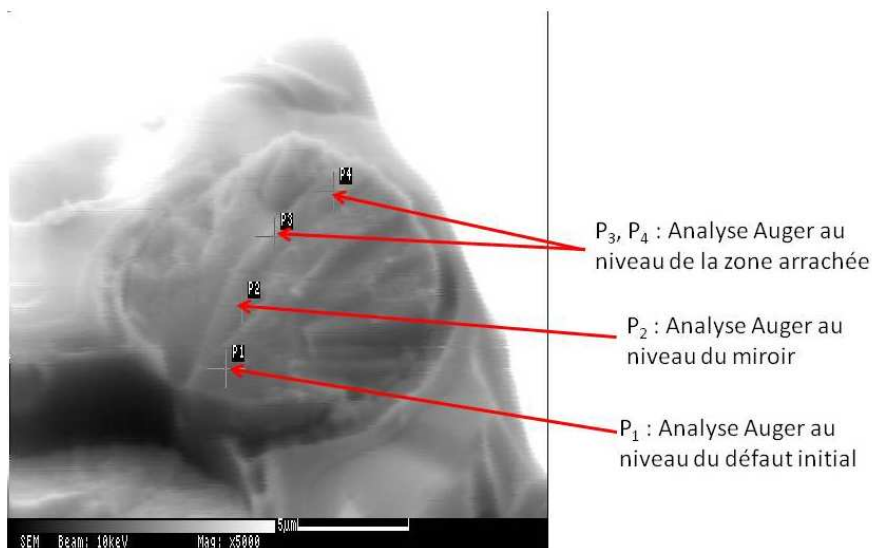


Image IV-9 : analyse Auger d'un faciès miroir en différents points

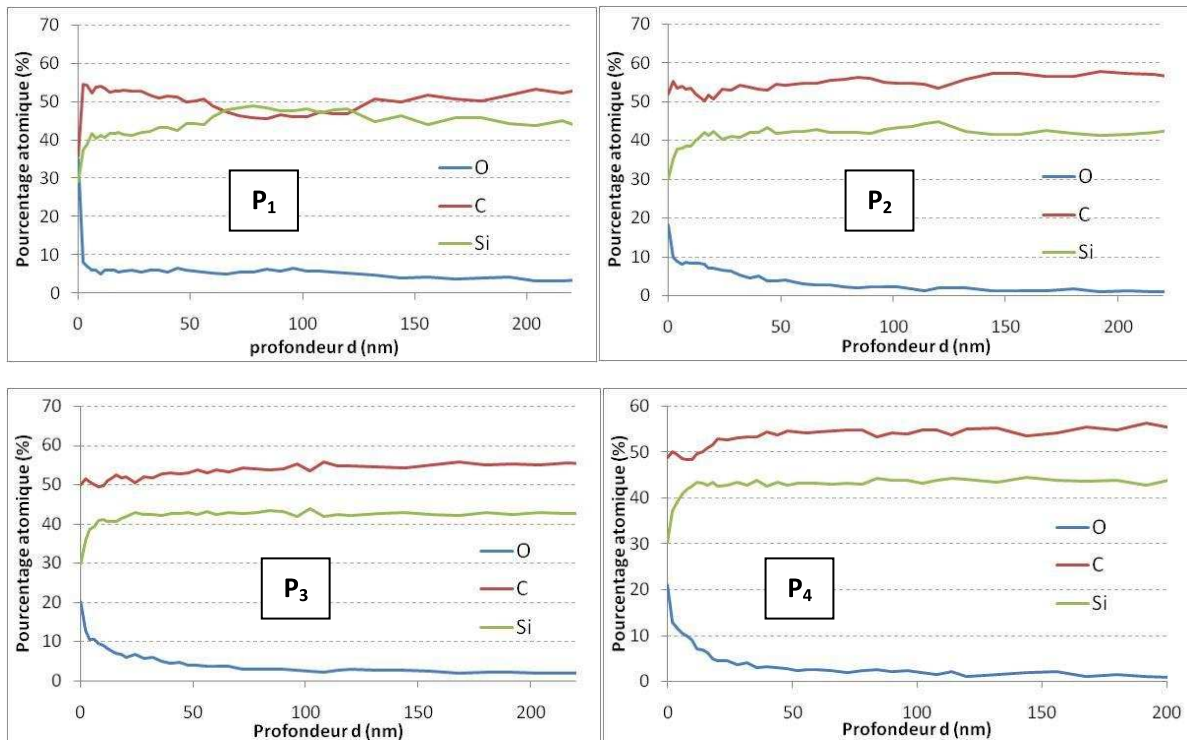


Figure IV-16 : pourcentages atomiques des éléments O, C et Si en fonction de la profondeur pour chaque point d'analyse

Les graphiques ci-dessus montrent que les pourcentages atomiques de carbone et d'oxygène sont plus faibles au niveau du défaut de surface (analyse P₁). La proportion de carbone normalisée par rapport au silicium a été tracée en fonction de la profondeur pour toutes les zones du faciès de rupture (**figure IV-17**). La proportion de carbone est la plus faible au niveau du défaut de surface et le rapport C/Si est égal à 1. Dans les autres zones le rapport C/Si oscille entre 1,2 et 1,4 qui est le rapport C/Si d'une fibre Hi-Nicalon brute.

Remarque : lors d'un arrachement soudain, une oxydation flash de surface est possible. C'est pour cette raison que C/Si < 1,4 à la surface du faciès miroir

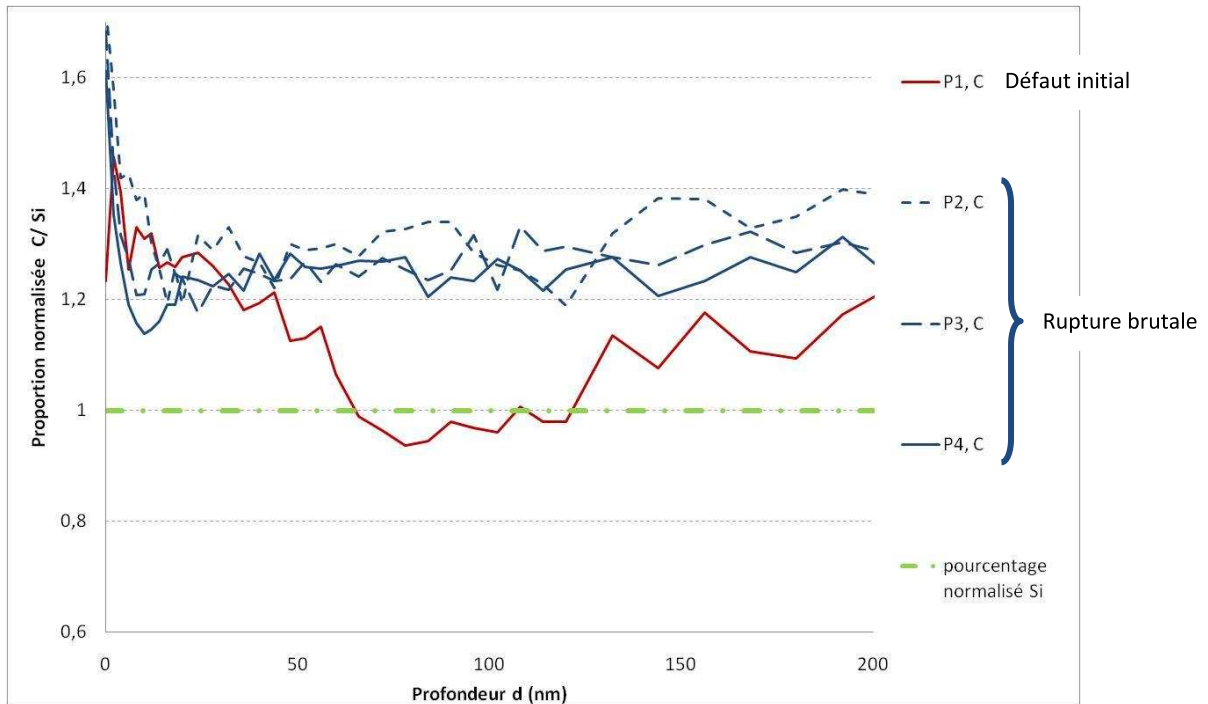


Figure IV-17 : profil de la proportion C/Si en fonction de la profondeur sur un faciès miroir (850°C, 695 MPa, 0,7 h)

- ii. Analyse Auger d'un faciès de fissuration sous-critique (880°C, 814 MPa, 0,8h)

La deuxième analyse Auger a été réalisée sur un faciès de fissuration sous-critique : la fissure s'amorce au niveau d'un défaut de surface de la fibre et progresse très lentement dans la fibre jusqu'à la rupture ultime. Une oxydation progressive est attendue au niveau de la fissure avec des quantités d'oxyde formé ou de fibre consommée différentes selon la zone du faciès analysée. L'analyse Auger a donc été réalisée point par point et la surface de la fibre a été analysée du défaut initial jusqu'à la zone de rupture brutale (*image IV-10, figure IV-18*).

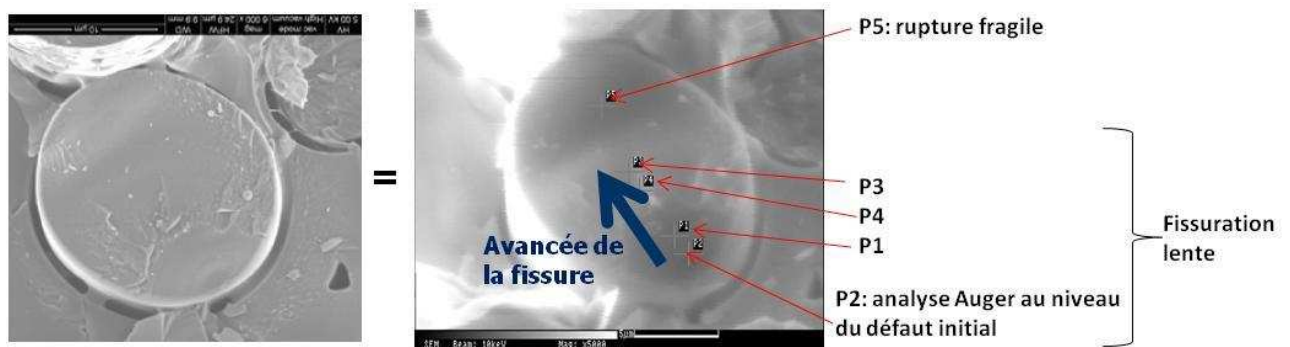


Image IV-10 : analyse Auger d'un faciès de fissuration sous-critique en différents points

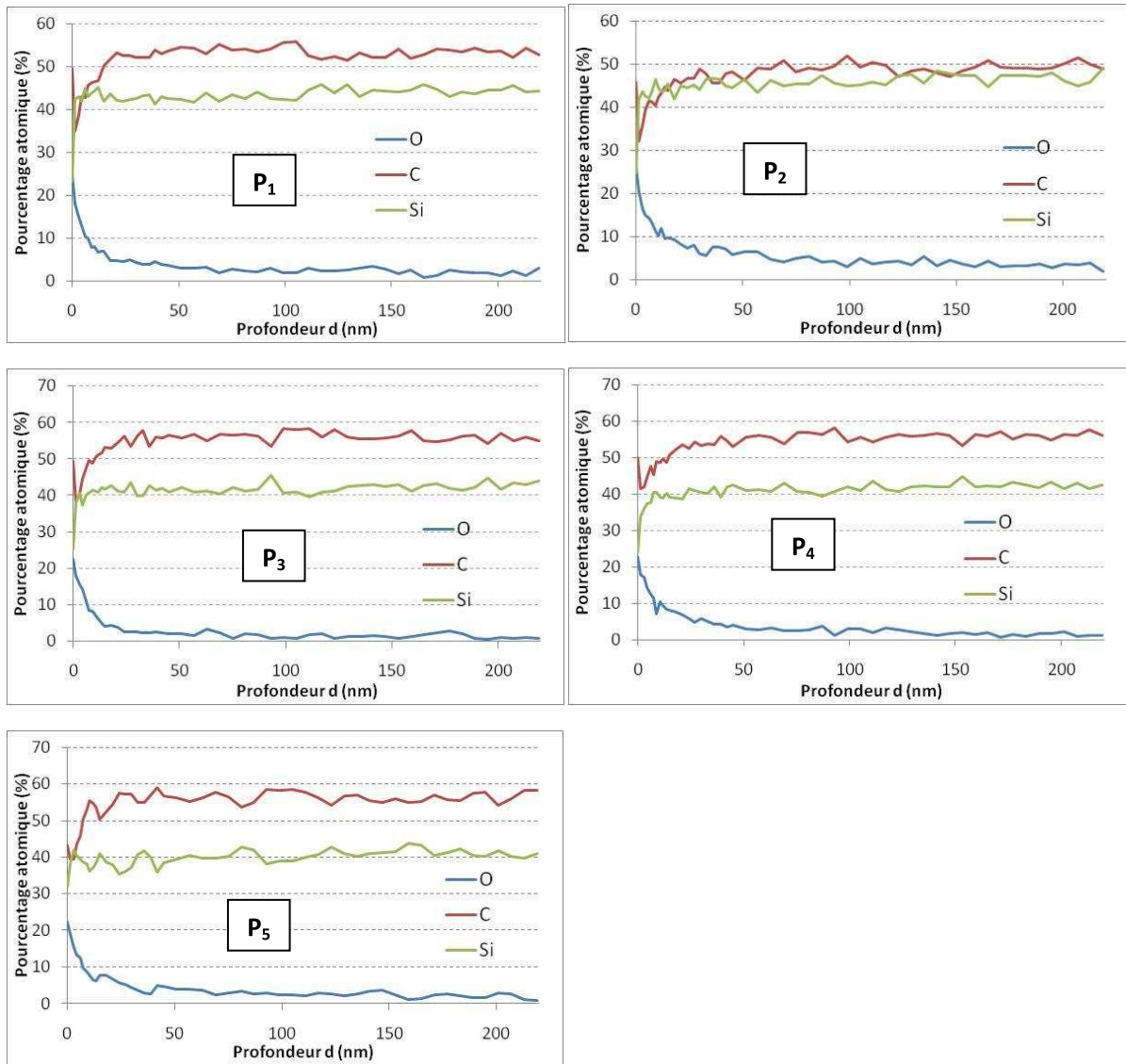


Figure IV-18: pourcentages atomiques des éléments O, C et Si en fonction de la profondeur pour chaque point d'analyse

Les graphiques ci-dessus présentent l'évolution des pourcentages atomiques de C, O, Si en fonction de la profondeur d'analyse pour les points P₁, P₂, P₃, P₄ et P₅ (*image IV-10*). Ces graphiques montrent que le pourcentage atomique de C est plus faible au niveau du point P₂

Les graphiques suivants représentent la proportion normalisée par rapport au silicium du carbone C en fonction de la profondeur d'analyse (*figure IV-19*).

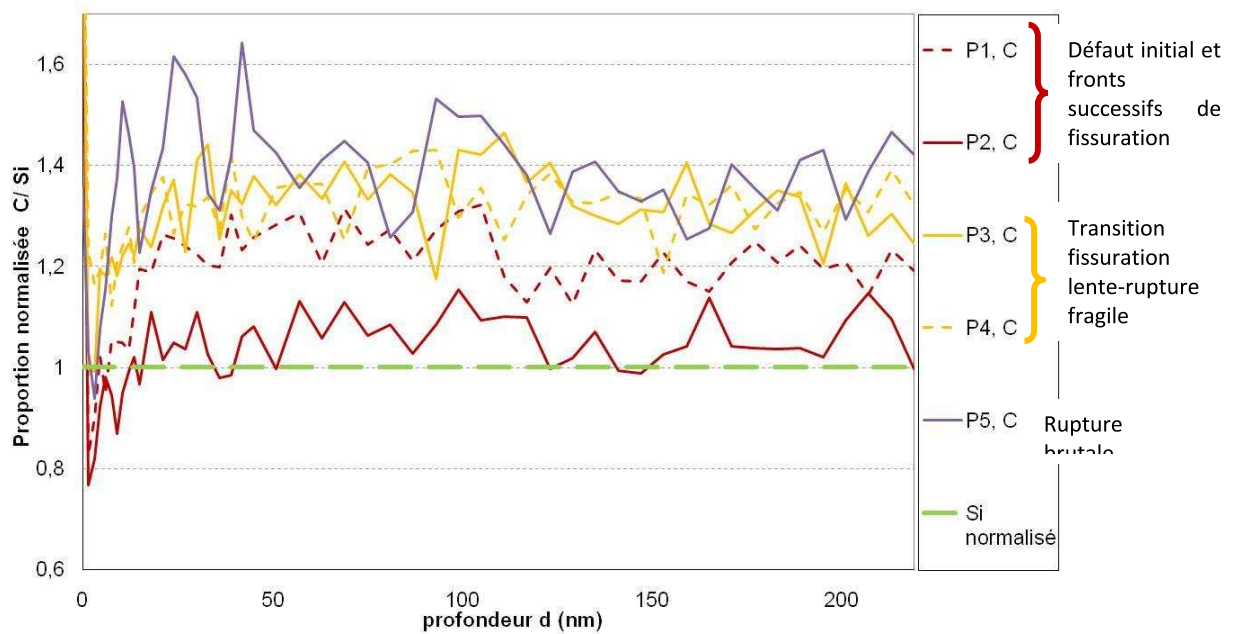


Figure IV-19 : proportion normalisée du carbone par rapport au silicium à différents endroits du faciès de fissuration sous-critique

$\frac{N_C(P_2)}{N_{Si}} = 1$: les quantités de C et Si sont en proportion stœchiométrique SiC au niveau du défaut initial. La quantité de carbone disparue est égale à la quantité de carbone libre.

$\frac{N_C(P_{1,3,4,5})}{N_{Si}} > 1$: la quantité de carbone est supérieure à celle de silicium ce qui signifie une présence de carbone libre dans la fibre. La proportion de carbone semble augmenter du point P₁ au point P₅ pour atteindre 1,4 Si, ce qui est la quantité de carbone observée dans les fibres Hi-Nicalon brute (Cf Ch. 1)

Le carbone libre se serait oxydé en CO₂ au niveau du défaut initial et du front de fissuration lente, puisque la quantité de carbone est soit égale à celle du silicium, soit légèrement supérieure.

Conclusions

- Sur les faciès de fissuration sous-critique, le pourcentage de carbone est minimal au niveau du défaut de surface et semble s'accroître le long du front de fissuration jusqu'à atteindre une valeur maximale au niveau de la zone arrachée. C'est une confirmation des résultats de W. Gauthier qui montrent que le mécanisme de fissuration lente résulte de l'oxydation du carbone libre.
- Sur les faciès miroir, le pourcentage de carbone est minimal au niveau du défaut de surface et est maximal sur toutes les autres zones. L'oxydation a bien eu lieu au niveau du défaut de surface mais n'a pas provoqué de fissuration sous-critique dans ce cas.
- Néanmoins, les deux analyses Auger sont assez similaires. Ce qui est important de retenir, c'est que le défaut de surface est un site privilégié d'oxydation car tout le carbone libre de la fibre a disparu.

f. Mesure des déformations à 1200°C et 1300°C

La mesure des déformations à 1200°C et 1300°C pendant les essais de fatigue statique donne des résultats relativement intéressants concernant le mécanisme de fluage. Les fluages primaires et secondaires sont observés et les minicomposites rompent avant l'apparition du fluage tertiaire ce qui signifierait que le fluage ne serait pas responsable de la rupture. Les **figures IV-20, IV-21 et IV-22** présentent trois essais de fatigue statique sous air effectués dans les conditions suivantes :

- 1200°C, 320 MPa (durée de vie = 114 h)
- 1200°C, 525 MPa (durée de vie : 16 h)
- 1300°C, 224 MPa (durée de vie : 42h)

Les **figures IV-23, IV-24, IV-25** montrent la présence d'un domaine linéaire des courbes de fluage secondaire. La pente permet de calculer la vitesse de déformation stationnaire de l'essai de fluage. La loi de Dorn (I-49) exprime la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte et de la température. En combinant les équations de Dorn pour les 3 conditions d'essai présentées ci-dessus (IV-17) (IV-18) (IV-19), il est possible de déterminer les termes **c**, **Q** et **B** (IV-20) (IV-21) (IV-22).

$$\dot{\varepsilon} = B\sigma^c \exp\left(\frac{-Q}{R.T}\right) \quad (I - 49)$$

Avec **Q** l'énergie d'activation du fluage stationnaire, **c** le coefficient de contrainte, σ la contrainte appliquée et **B** une constante.

Les paramètres de la loi de Dorn pour les minicomposites Hi-Nicalon/Type PyC/SiC sont déterminés par rapport à la contrainte équivalente appliquée sur les fibres σ_{Fil} .

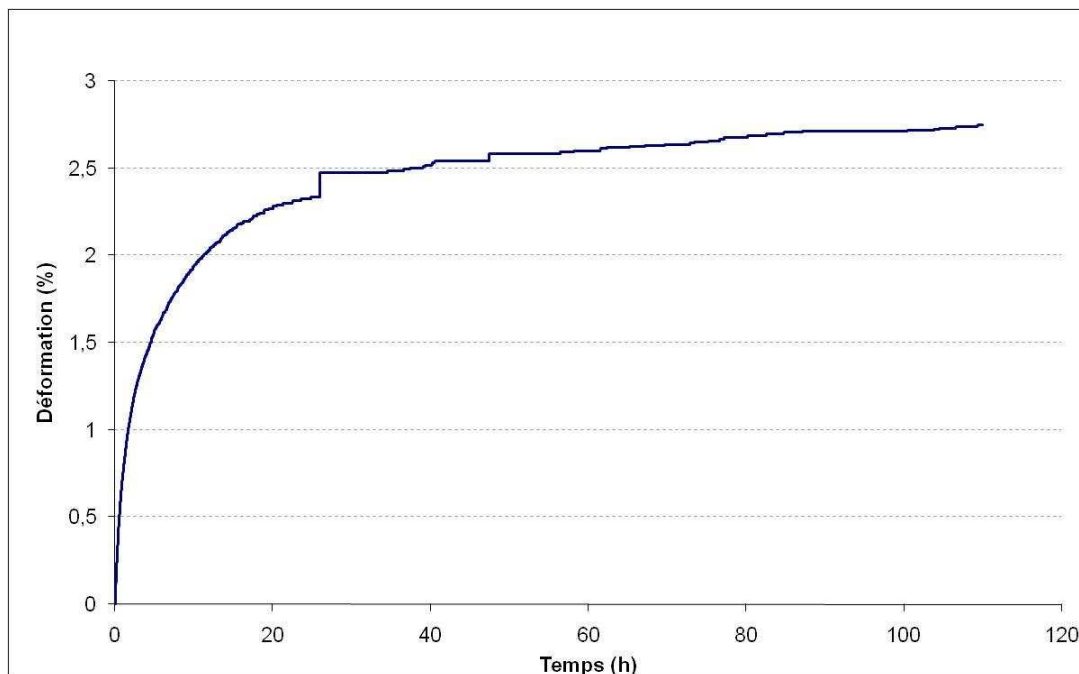


Figure IV-20 : essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1200°C, 320 MPa, 114 h

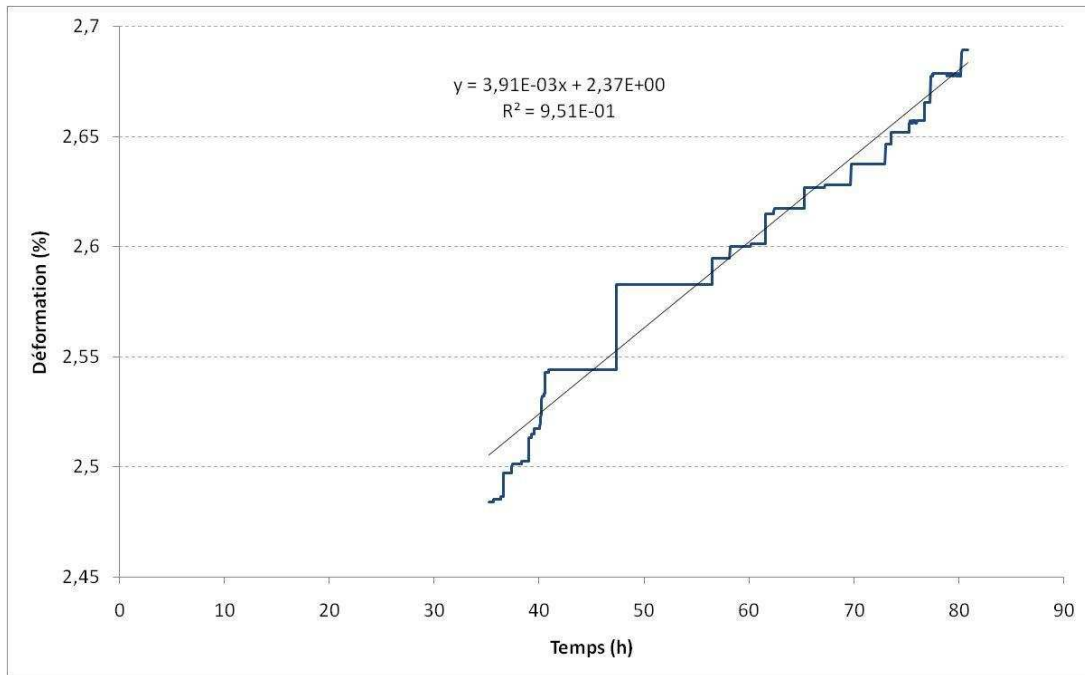


Figure IV-21 : Mesure de la pente déformation = $f(\text{Temps})$ en fluage secondaire : vitesse stationnaire (1200°C, 320 MPa, 114 h)

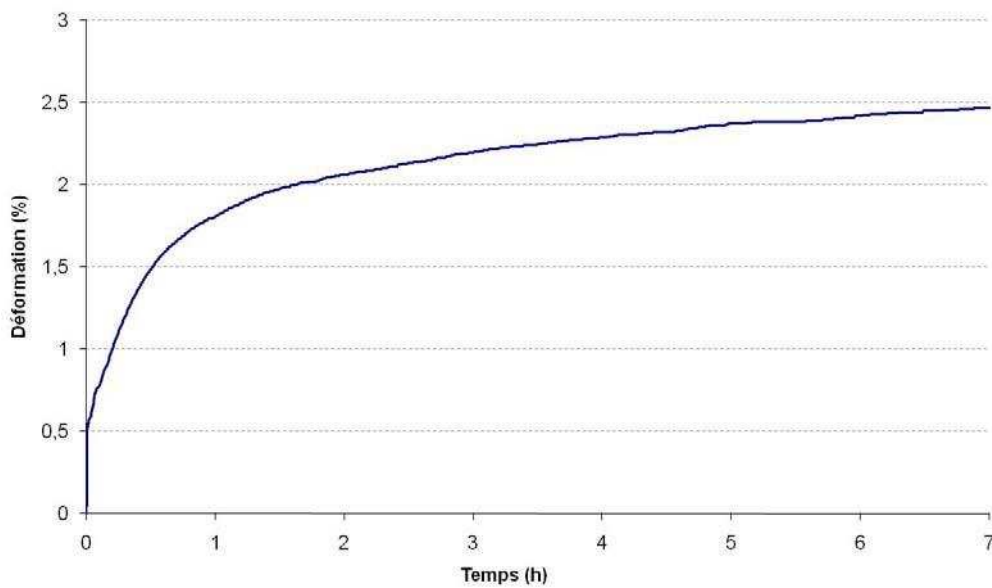


Figure IV-22: Essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1200°C, 525 MPa, 16 h

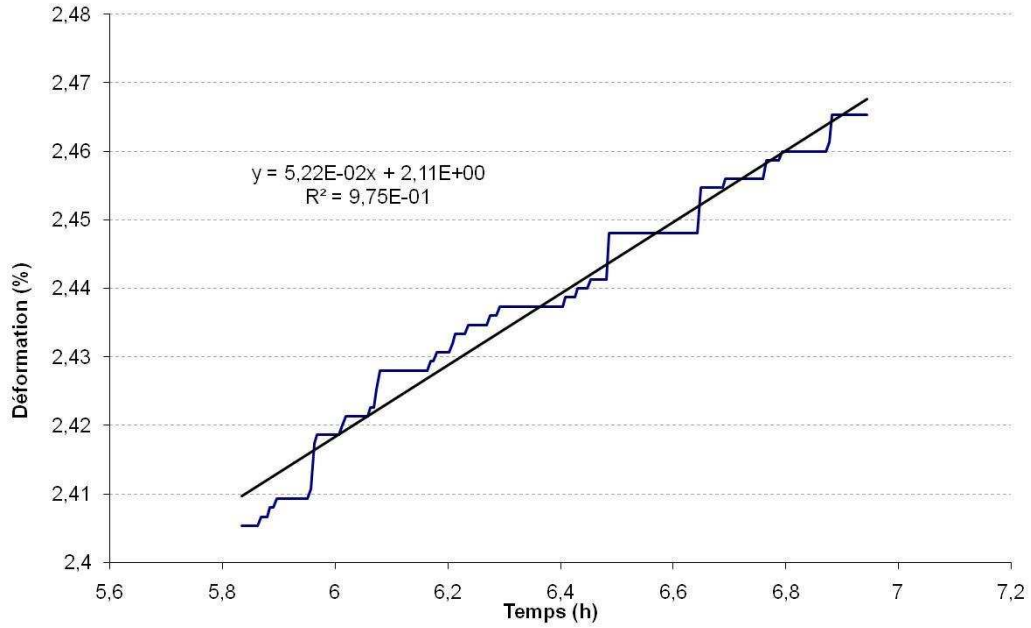


Figure IV-23 : Mesure de la pente déformation = f(Temps) en fluage secondaire : vitesse stationnaire (1200°C, 525 MPa, 16 h)

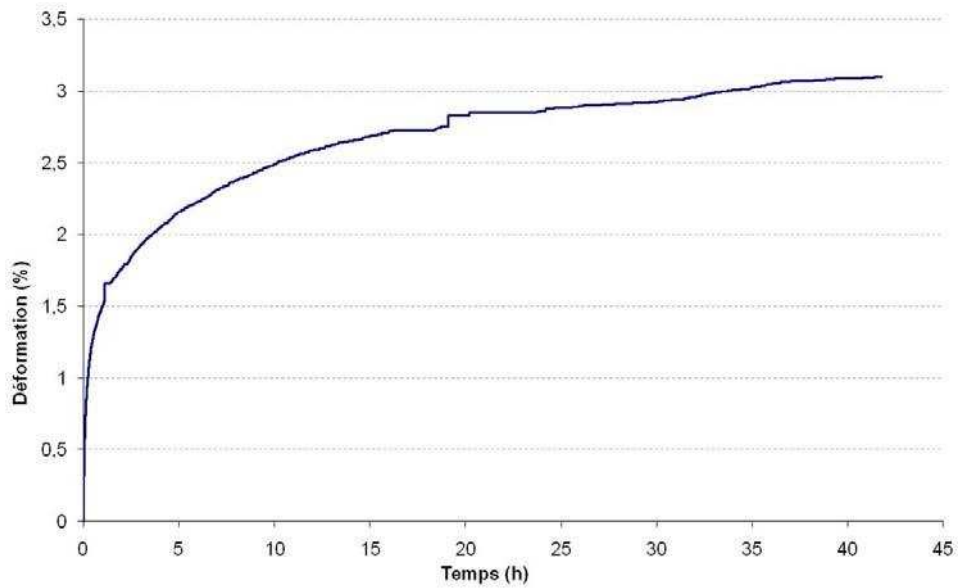


Figure IV-24 : Essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1300°C, 224 MPa, 42 h

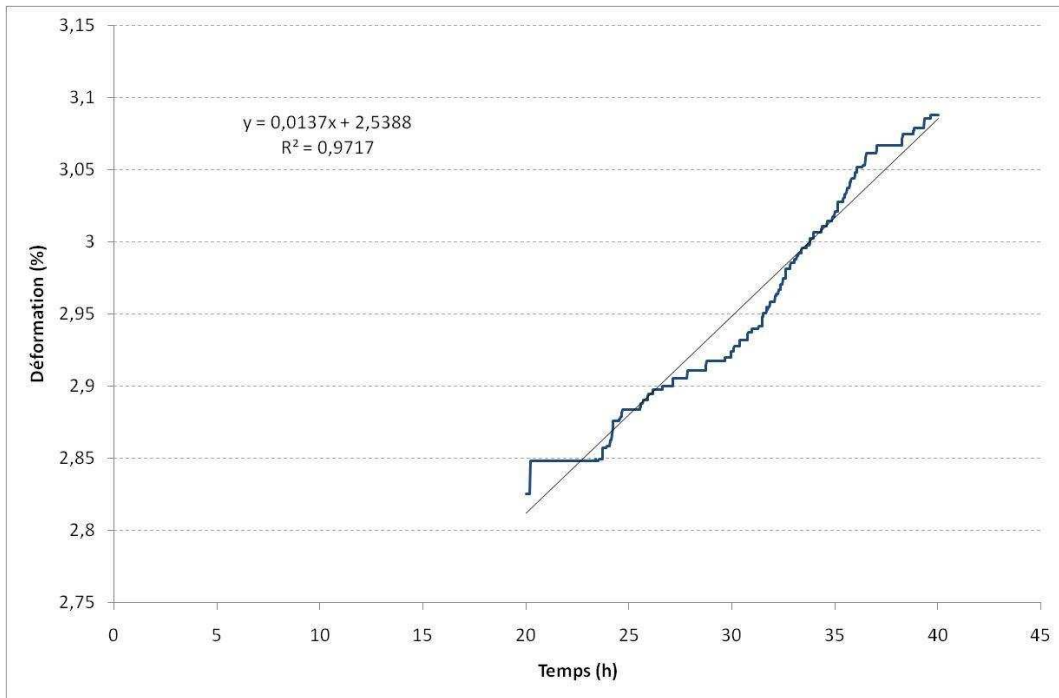


Figure IV-25 : Mesure de la pente déformation = f(Temps) en fluage secondaire : vitesse stationnaire (1300°C, 224 MPa, 42 h)

La pente de la partie stationnaire des courbes de fluage permet d'obtenir les vitesses de déformation suivantes :

- Essai de fatigue statique à 1200°C, 343 MPa, 114h :

$$3,91 \cdot 10^{-3} = B \cdot (320)^c \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot 1473}\right) \quad (IV-17)$$

- Essai de fatigue statique à 1200°C, 538 MPa, 16h :

$$5,22 \cdot 10^{-2} = B \cdot (525)^c \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot 1473}\right) \quad (IV-18)$$

- Essai de fatigue statique à 1200°C, 538 MPa, 16h :

$$1,37 \cdot 10^{-2} = B \cdot (224)^c \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot 1573}\right) \quad (IV-19)$$

Le quotient (IV-22)/(IV-21) permet de déterminer c :

$$\frac{5,22 \cdot 10^{-2}}{3,91 \cdot 10^{-3}} = \left(\frac{525}{320}\right)^c \rightarrow c = 5,23 \quad (IV-20)$$

Connaissant la valeur de c, le quotient (IV-19)/(IV-17) permet de calculer Q :

$$\frac{1,37 \cdot 10^{-2}}{3,91 \cdot 10^{-3}} = \left(\frac{224}{320}\right)^{5,23} \cdot \exp\left[Q \left(\frac{1}{8,314 \cdot 1473} - \frac{1}{8,314 \cdot 1573}\right)\right] \rightarrow Q = 600889 \text{ J/mol} \quad (IV-21)$$

L'équation (I-50) permet de calculer B :

$$3,91 \cdot 10^{-3} = A \cdot 320^{5,23} \cdot \exp\left(\frac{-600889}{8,314 \cdot 1473}\right) \rightarrow B = 630052 \quad (IV-22)$$

Le fluage sur minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC peut donc être décrit par la relation (IV-23) :

$$\dot{\varepsilon} = 630052 \cdot \sigma_{eq.Fil}^{5,23} \exp\left(\frac{-600889}{R.T}\right) \quad (IV - 23)$$

c = 5,23, Q = 600889 J/mol, B = 630052

Conclusion :

Les valeurs des paramètres de la loi de Dorn établis pour les minicomposite à matrice SiC à partir de la contrainte équivalente sur fil $\sigma_{eq.Fil}$ ne sont pas du même ordre de grandeur que celles obtenues sur fibres Hi-Nicalon à 1200°C sous air (**tableau I-9**). En effet, C. Sauder a démontré que le fluage secondaire n'intervenait qu'au bout de 6 jours pour les fibres Hi-Nicalon [Sauder2004]. Les essais de fluage présentés ici n'ont pas duré plus de 4 jours ce qui signifie que le domaine de fluage secondaire n'aurait pas été atteint lors de ces essais. la rupture du minicomposite a donc lieu au cours du fluage primaire des fibres.

5. Modélisation de la durée de vie en fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC

a. Application du modèle de fissuration sous-critique des fils Hi-Nicalon de W. Gauthier

Il est rappelé que la contrainte représentée sur les diagrammes d'endurance est la contrainte équivalente sur fil $\sigma_{eq.Fil}$.

Le phénomène de fissuration sous-critique semble être responsable de la rupture à 900°C, 1000°C et 1200°C. Le modèle de Gauthier des fils Hi-Nicalon a donc été appliqué aux résultats de durée de vie des minicomposites (III-20) (III-21) (III-22). Les courbes de prévision moyenne, minimale et maximale prenant en compte la sensibilité du modèle aux paramètres statistiques ont été tracées (**figures IV-26, IV-27 et IV-28**).

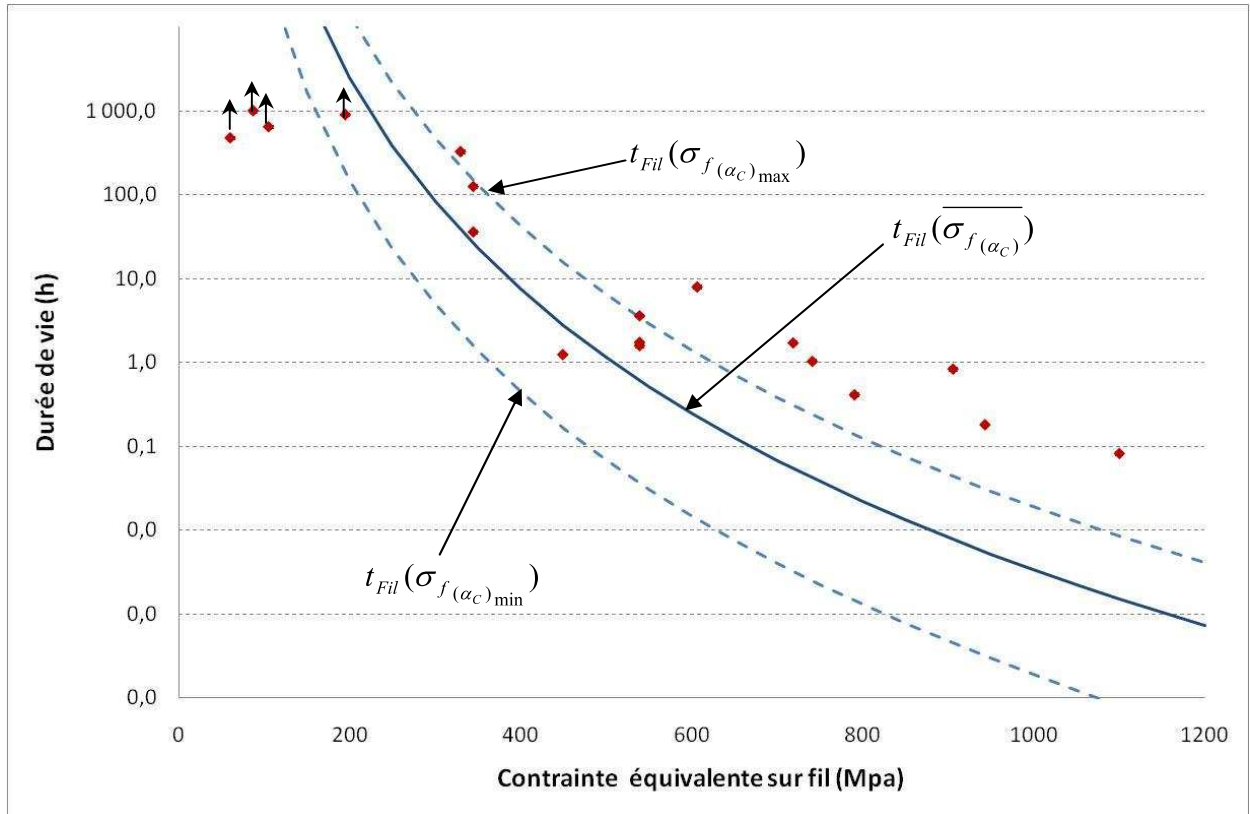


Figure IV-26 : fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/ type PyC/SiC à 900°C : expérience et prévision par le modèle de W. Gauthier

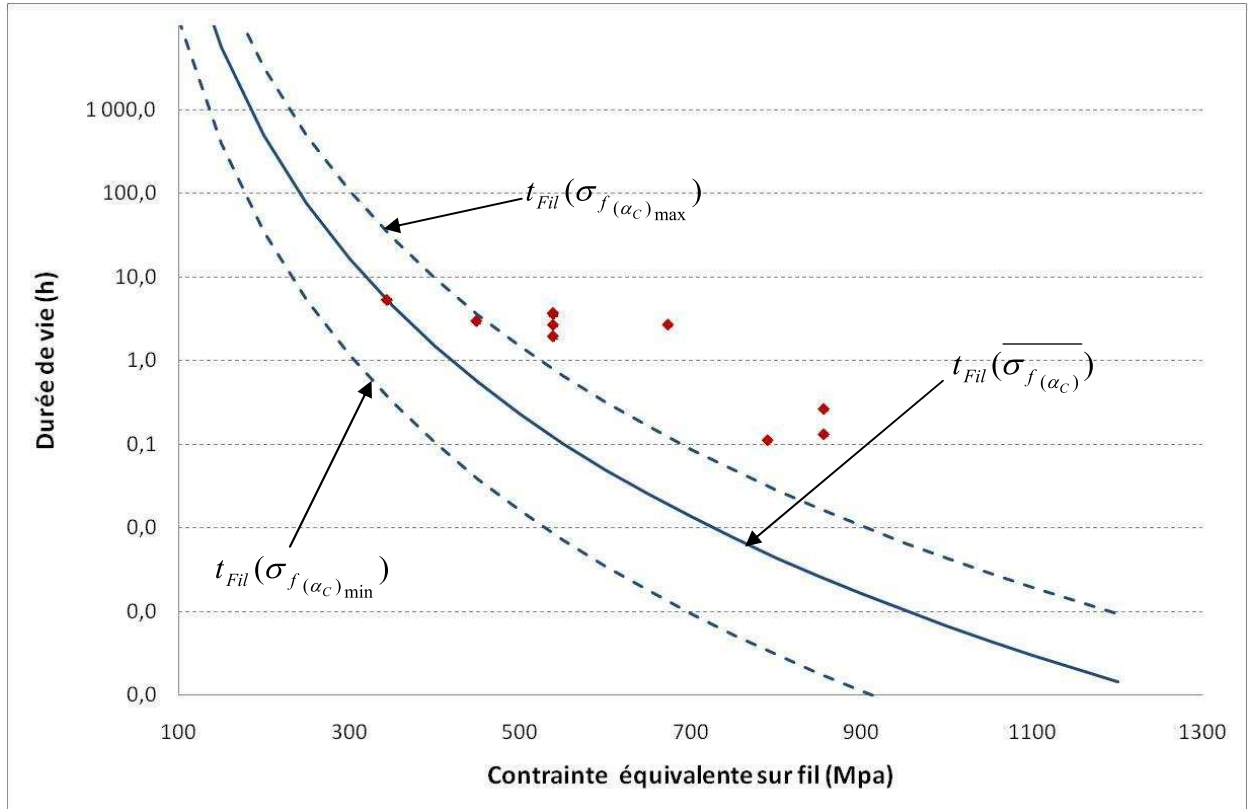


Figure IV-27 : fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/ type PyC/SiC à 1000°C : expérience et prévision par le modèle de W. Gauthier

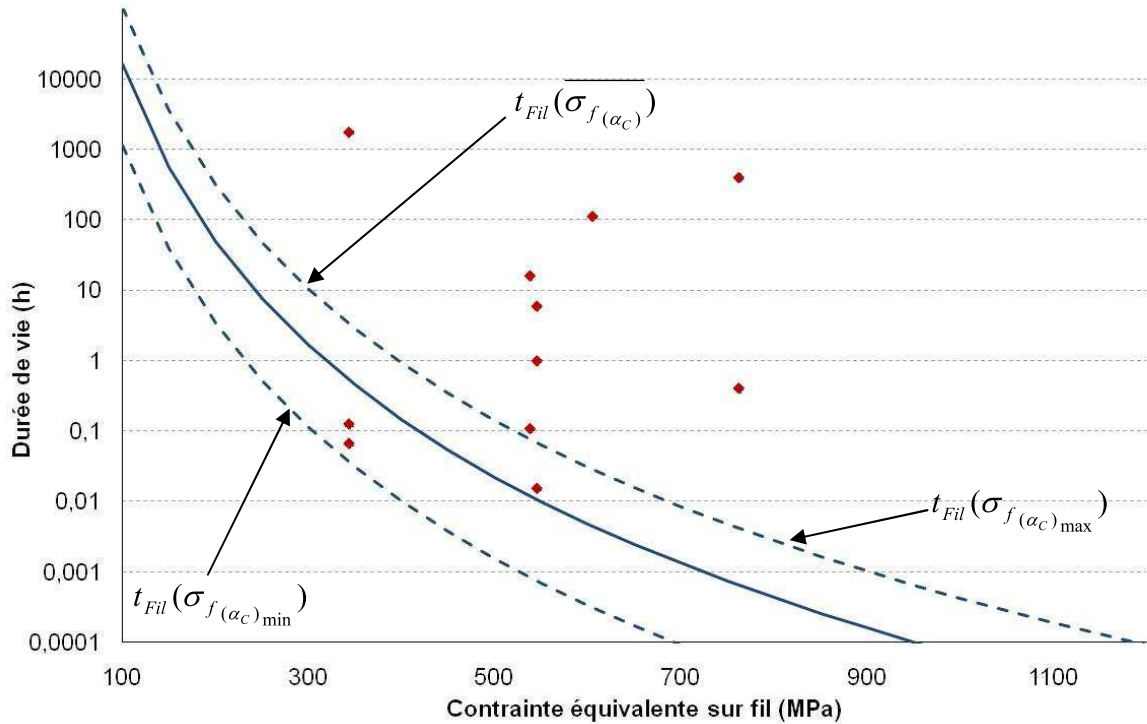


Figure IV-28 : fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/ type PyC/SiC à 1200°C : expérience et prévision par le modèle de W. Gauthier

D'après les **figures IV-23, IV-24 et IV-25**, le modèle de prévision de la durée de vie des fils donne une bonne prévision minimale de la durée de vie des minicomposites. Le phénomène de fissuration sous-critique des fibres est ralenti pour la majorité des essais car il est raisonnable de penser qu'un fil infiltré de matrice n'a pas le même comportement qu'un fil directement en contact avec l'atmosphère oxydante.

Il est également remarquable de constater que l'effet des interactions entre fibres au sein du minicomposite est faible. En effet, il n'est pas observé de chute de la contrainte de rupture à 900°C, 1000°C et 1200°C. Les fibres séparées les unes des autres par la matrice sont plus indépendantes et le taux de pontage entre fibres est donc beaucoup moins important (la présence de nombreux faciès miroirs et l'absence de faciès lisses le confirment).

On remarque également que les résultats expérimentaux de durée de vie sont beaucoup plus dispersés à 1200°C. Comme pour les fils, il semble que la formation rapide et massive de silice ralentisse le phénomène de fissuration sous-critique (**Ch.III-3-b**).

a. Prise en compte du ralentissement du phénomène de fissuration lente par la présence de matrice SiC.

L'analyse des faciès miroirs après essai de fatigue statique montre que la distribution des contraintes de rupture des fibres au sein du minicomposite est identique à celle observée après essai de traction à température ambiante (**figure IV-12**) : les caractéristiques mécaniques des fibres au sein des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC sont donc inchangées par rapport à celles observées à température ambiante. La présence importante de faciès miroirs et la présence minoritaire de faciès lisses montre également que les interactions entre fibres sont faibles (**Image IV-6-b**).

La matrice autour des fibres représente une barrière physique pour l'accès de l'oxygène aux fibres. L'étude fractographique précédente le montre très bien : certaines zones du minicomposite sont oxydées et d'autres ne le sont pas car l'oxygène n'a pas pu diffuser (*Image IV-8*). L'oxygène accède aux fibres grâce aux fissures matricielles et l'oxygène ne réagit pas sur toutes les fibres et sur toute leur longueur.

La matrice SiC peut-être considérée comme un élément ralentisseur de la fissuration sous-critique. Tout comme la silice, le dépôt de SiC autour de fibres ne facilite pas l'accès de l'oxygène aux fibres. Une fonction retard semblable à celle utilisée pour le modèle revisité sur fil est utilisée (**Ch.III-3-b**) (**III-18**) à la différence que cette fonction retard est une constante car elle est opératrice dès le début de l'essai de fatigue statique (**IV-24**). En effet la matrice SiC est présente au temps $t = 0$. La constante A du modèle est revisitée afin de prendre en compte l'effet de la matrice (**IV-24**) (**IV-25**). Les courbes d'endurance sont tracées à 900°C, 1000°C et 1200°C et le modèle de prévision de la durée de vie moyenne des minicomposites est superposé aux résultats expérimentaux (**I-30**) (**I-32**) (**II-20**).

$$A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{RT} + F_{SiC}\right) \quad (\text{IV-24}) \text{ avec } F_{SiC} \text{ la constante retard.}$$

F_{SiC} est ajustée de telle façon que la loi puissance utilisant cette nouvelle constante A donne une prévision moyenne de la durée de vie à 900°C, 1000°C et 1200°C (*figures IV-29, IV-30, IV-31*). une bonne corrélation est obtenue pour :

$$F_{SiC} = 3 \quad (\text{IV-25})$$

Remarque: il apparait que:

$$F_{SiC} = F_{SiO_2} \quad (\text{Ch. III-3-b})$$

La matrice agit de la même façon que la couche de la silice. Elle recouvre uniformément les fibres et représente une barrière physique quasi-identique pour l'oxygène.

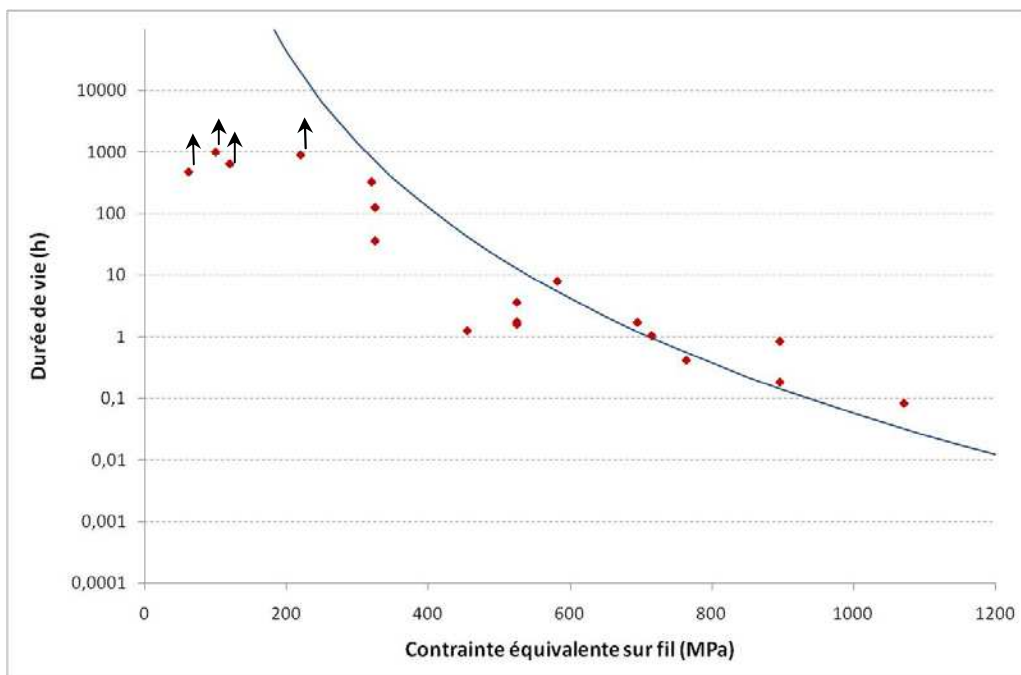


Figure IV-29: prévision moyenne de la durée de vie d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC en fatigue statique sous air à 900°C (modèle de fissuration sous-critique ralentie)

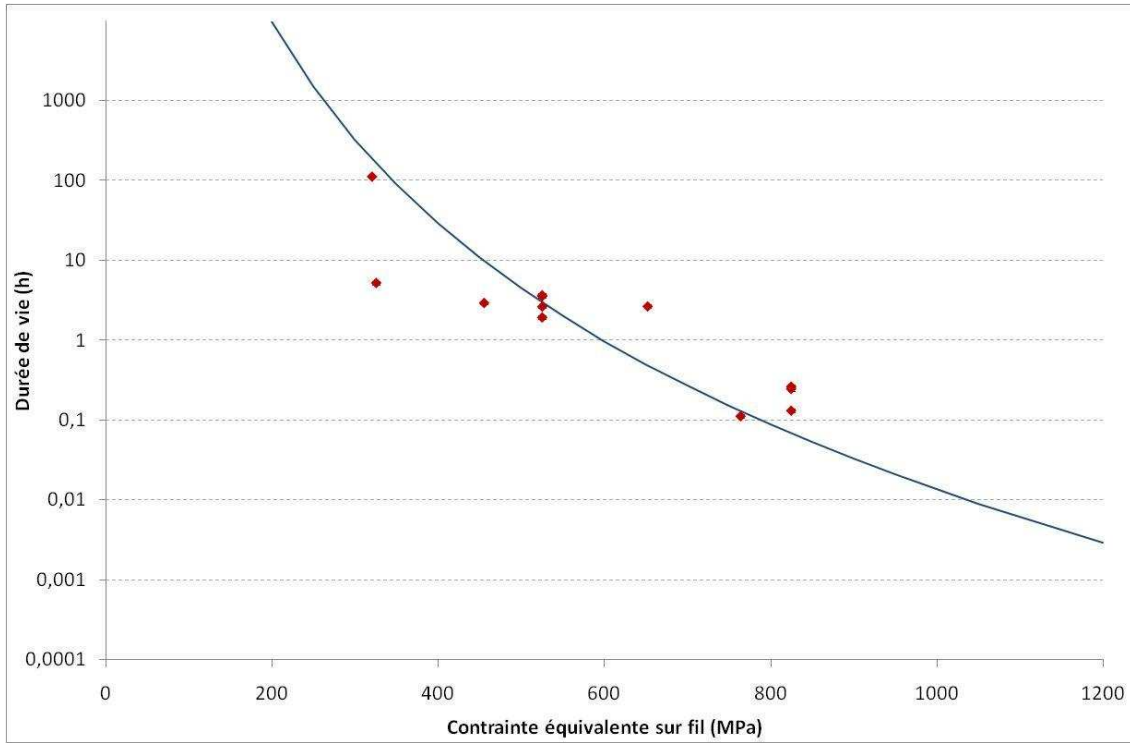


Figure IV-30: prévision moyenne de la durée de vie d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC en fatigue statique sous air à 1000°C (modèle de fissuration sous-critique ralentie)

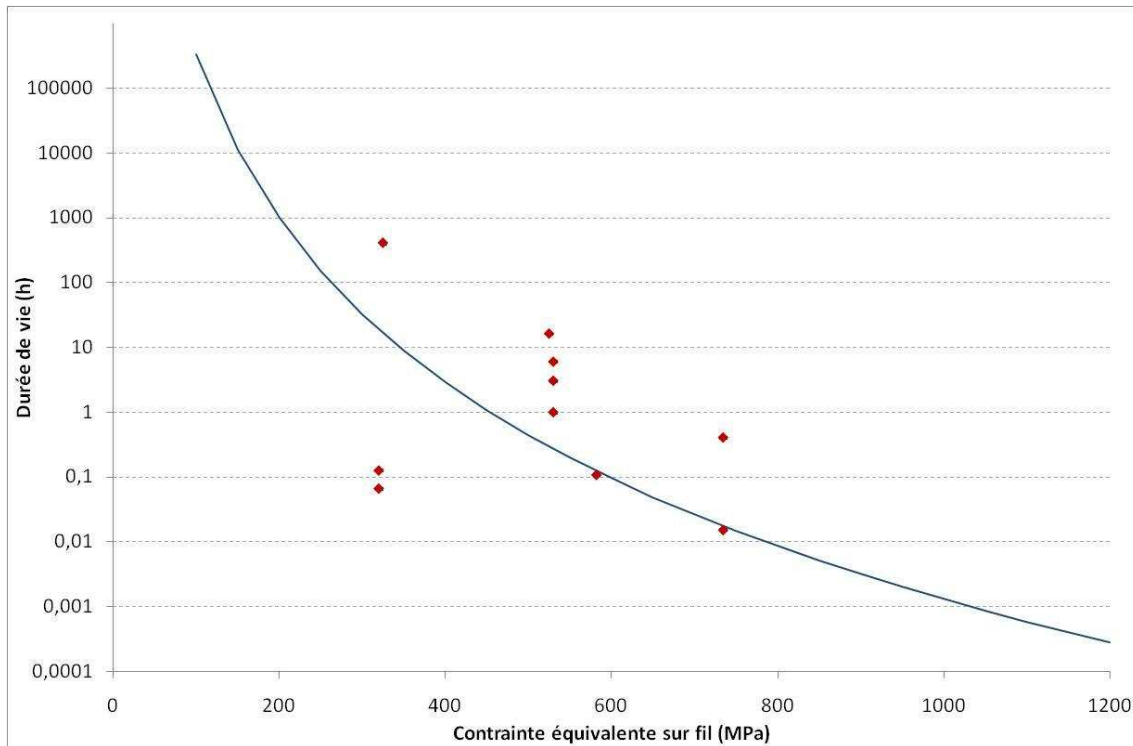


Figure IV-31: prévision moyenne de la durée de vie d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC en fatigue statique sous air à 1200°C (modèle de fissuration sous-critique ralentie)

Conclusion :

Ce modèle prenant en compte l'effet de la matrice donne une prévision moyenne satisfaisante de la durée de vie à 900°C, 1000°C et 1200°C mais il ne décrit pas la dispersion des durées de vie, notamment à 1200°C.

b. *Prise en compte du ralentissement du phénomène de fissuration lente par la présence de matrice et par la formation d'oxyde protecteur.*

A 1200°C, une couche épaisse de silice se forme autour des fibres et sur la matrice : à la matrice s'ajoute une épaisseur de silice qui représente une barrière en plus à franchir pour l'oxygène. La formation de silice à haute température est donc aussi à prendre en compte dans le modèle. Elle représente une résistance en plus à l'accès de l'oxygène aux fibres. D'après la loi des séries, la fonction retard liée à la formation de la silice s'ajoute donc à celle liée à la présence de matrice dans le terme énergétique de la constante A (IV-26):

$$A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{RT} + F_{SiC} + f_{SiO_2}(t_0)\right) \quad \text{(IV-26)}$$

c. *Notions de durées de vie minimale et maximale.*

i. Matrice non efficace : durée de vie minimale

Le modèle de W. Gauthier sur fil est une bonne prévision de la durée de vie minimale. En effet, dans le cas le plus pénalisant, la matrice est fissurée de telle façon que l'oxygène a accès à toutes les fibres. L'oxygène accède aux fibres sur toute leur longueur en consommant au préalable l'interphase de pyrocarbone. La **figure IV-32** illustre ce mécanisme.

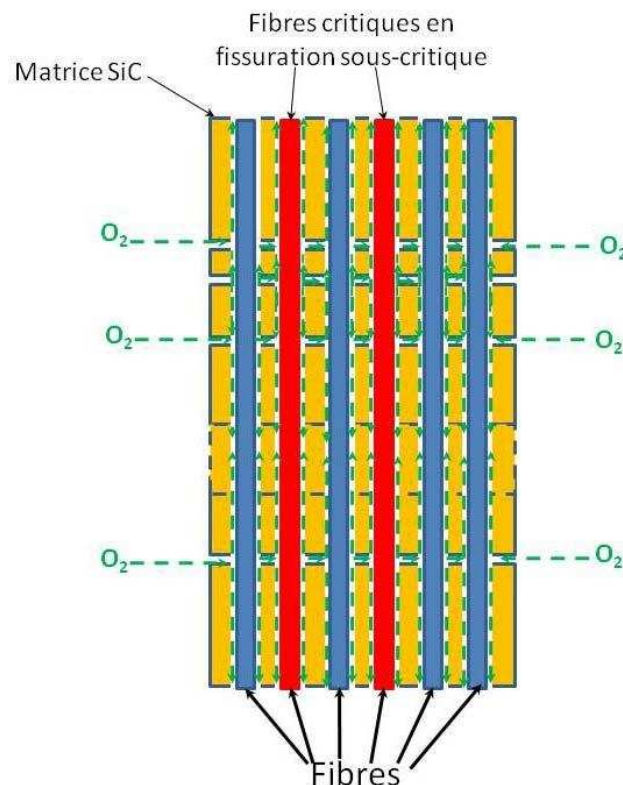


Figure IV-32: illustration de l'oxydation d'un minicomposite dans le cas où l'oxygène a accès à toutes les fibres

Dans le **chapitre III (Ch.III-2)**, l'étude de la sensibilité du modèle aux paramètres statistiques montre que la durée de vie minimale du fil prévue par le modèle est $t_{Fil}(\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}} - 3,5.e_c(\sigma_{f(\alpha_c)}))$

Pour le minicomposite Hi-Nicalon/Type PyC/SiC, la durée de vie minimale est la durée de vie minimale d'un fil Hi-Nicalon dont les équations sont rappelées ci-dessous **(III-20) (I-32) (II-17)**:

$$t_{HiNi/PyC/SiC \min}(\sigma_{eq.Fil}) = t_{Fil}(\sigma_{f(\alpha_c)_{\min}}, \sigma_{eq.Fil}) = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma_{eq.Fil}^n} \left[\sigma_{f(\alpha_c)_{\min}}^{n-2} - \sigma_{eq.Fil}^{n-2} \right] \quad (III - 20)$$

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A (n-2)} \sigma_{f(\alpha_c)}^{n-2} \quad (I - 32)$$

Avec

$$et \quad A = A_0 \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (II - 17)$$

ii. Matrice efficace : durée de vie moyenne

Lorsque la matrice n'est pas fissurée au niveau de fibres rompant en fissuration sous-critique, le phénomène de fissuration lente est ralenti par la matrice SiC (**figure IV-33**). Le modèle de durée de vie tient compte de l'effet protecteur de la matrice grâce à la constante retard F_{SiC} **(III-21) (I-32) (IV-24)**.

$$\overline{t_{HiNi/PyC/SiC}}(\sigma_{eq.Fil}) = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma_{eq.Fil}^n} \left[\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}}^{n-2} - \sigma_{eq.Fil}^{n-2} \right] \quad (III - 21)$$

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A (n-2)} \sigma_{f(\alpha_c)}^{n-2} \quad (I - 32)$$

Avec

$$et \quad A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{RT} + F_{SiC}\right) \quad (IV - 24)$$

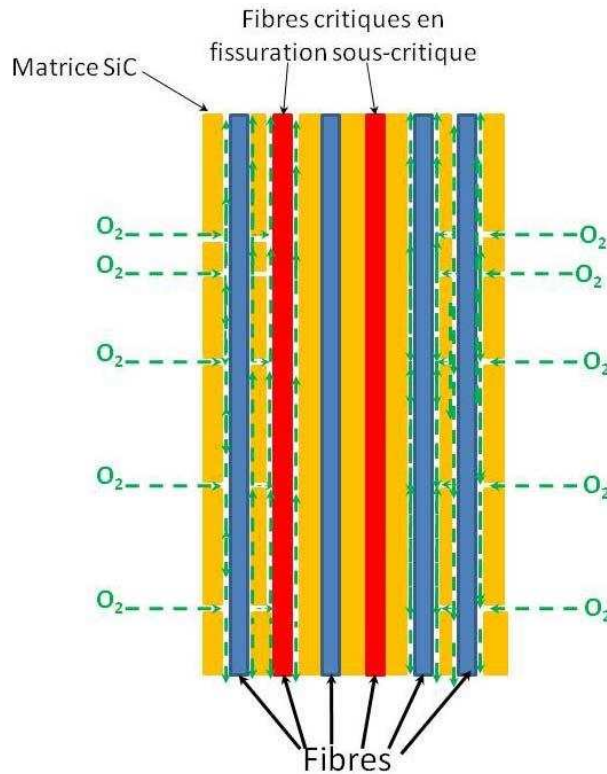


Figure IV-33 : illustration de l'oxydation d'un minicomposite dans le cas où l'oxygène n'a pas accès à toutes les fibres

- iii. Matrice efficace et formation de silice protectrice : durée de vie maximale

Lorsque l'oxygène n'atteint pas directement les fibres par les fissures matricielles, notamment les plus faibles, le terme retard F_{SiC} lié à la matrice intervient de même que le terme retard $f_{SiO_2}(t_0)$ lié à la formation de silice lorsque le temps t_0 a été atteint (IV-26) (figure IV-34). La durée de vie est maximale lorsque la matrice et la silice protègent les fibres et lorsque la contrainte de rupture $\sigma_{f(ac)}$ est elle aussi maximale : $\sigma_{f(ac)max} = \overline{\sigma_{f(ac)}} + 3,5.e_c(\sigma_{f(ac)})$ (III-18), (III-22) .

$$t_{HiNi / PyC / SiC \max}(\sigma_{eq.Fil}) = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma_{eq.Fil}^n} \left[\sigma_{f(ac)max}^{n-2} - \sigma_{eq.Fil}^{n-2} \right] \quad (III - 22)$$

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A (n-2)} \sigma_{f(ac)}^{n-2} \quad (I - 32)$$

Avec

$$et \quad A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{RT} + F_{SiC} + f_{SiO_2}(t_0)\right) \quad (IV - 26)$$

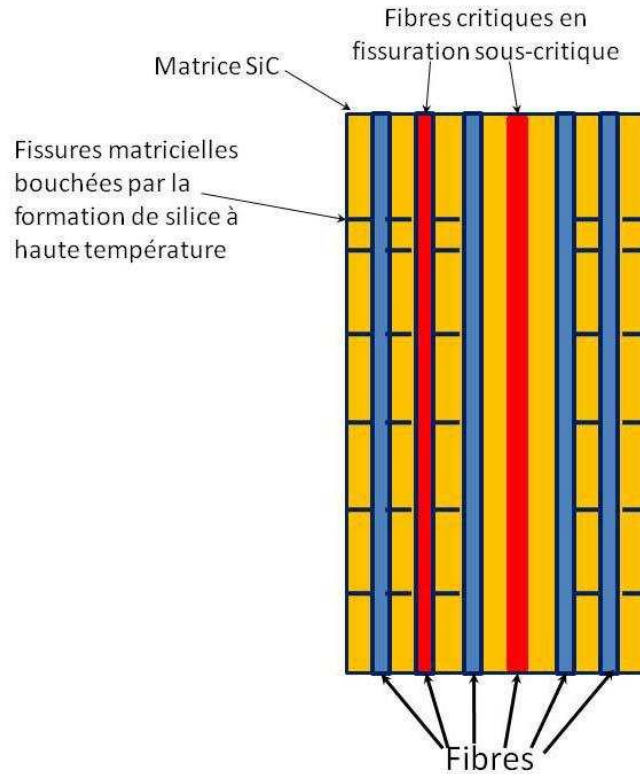


Figure IV-34: illustration de la cicatrisation des fissures matricielles par la formation de silice

Conclusions :

Les **figures IV-35, IV-36** et **IV-37** présentent les durées de vie en fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/Type PyC/SiC à 900°C, 1000°C, 1200°C associées de leur prévisions de durée de vie minimale, moyenne et maximale.

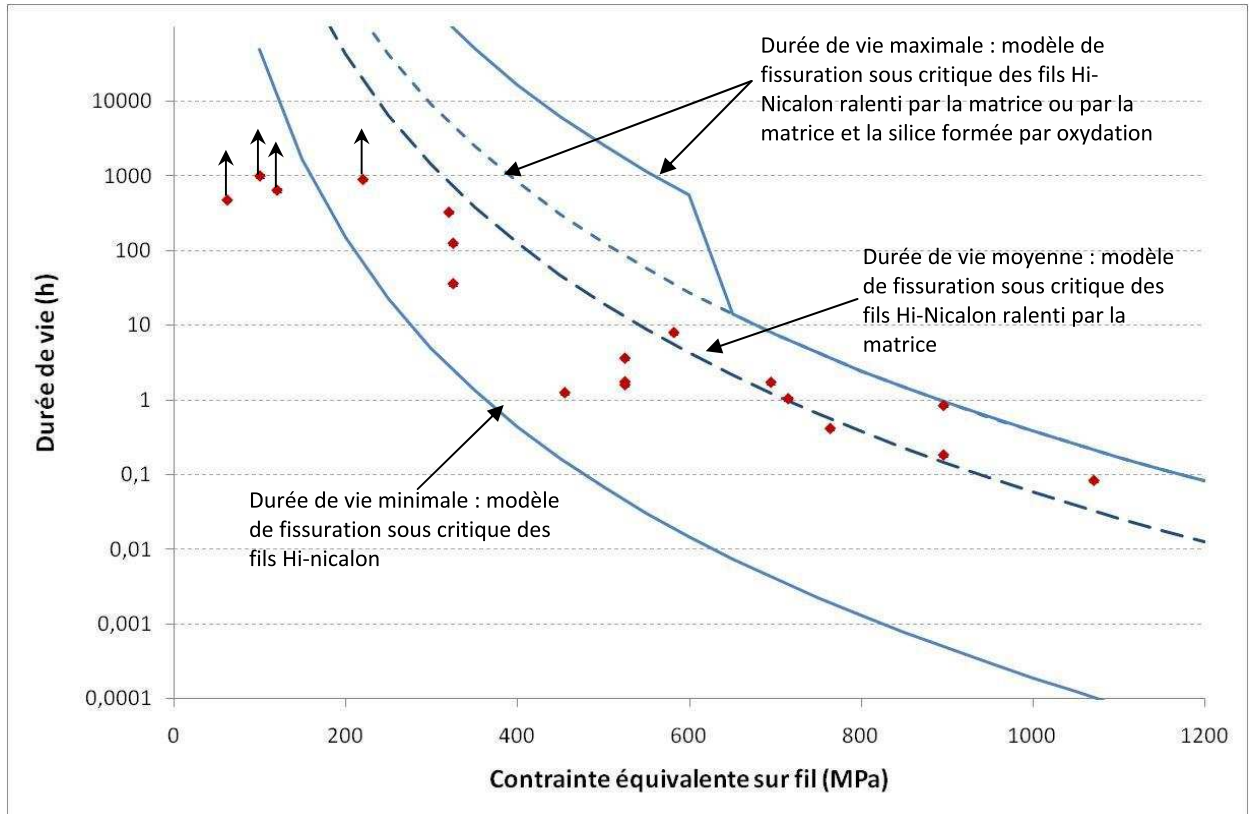


Figure IV-35: durée de vie en fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC à 900°C : résultats expérimentaux et prévision.

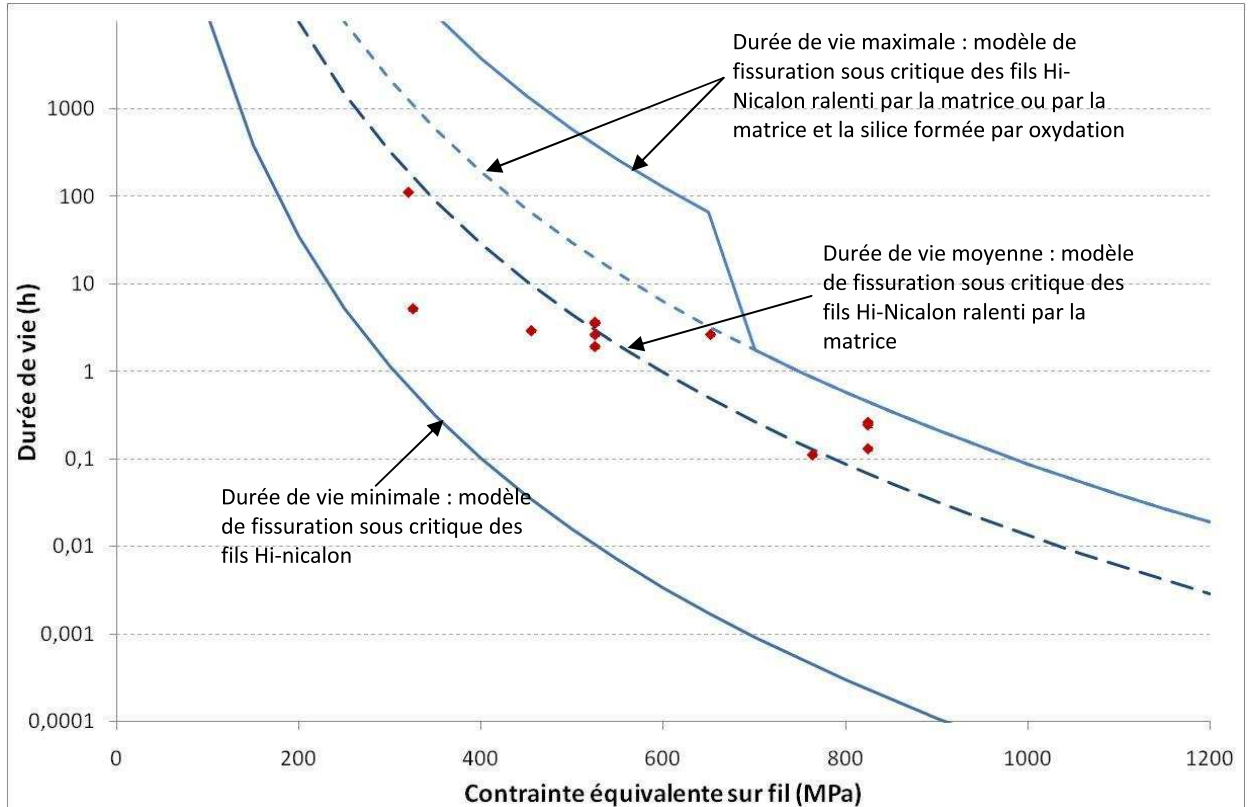


Figure IV-36: durée de vie en fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC à 1000°C : résultats expérimentaux et prévision.

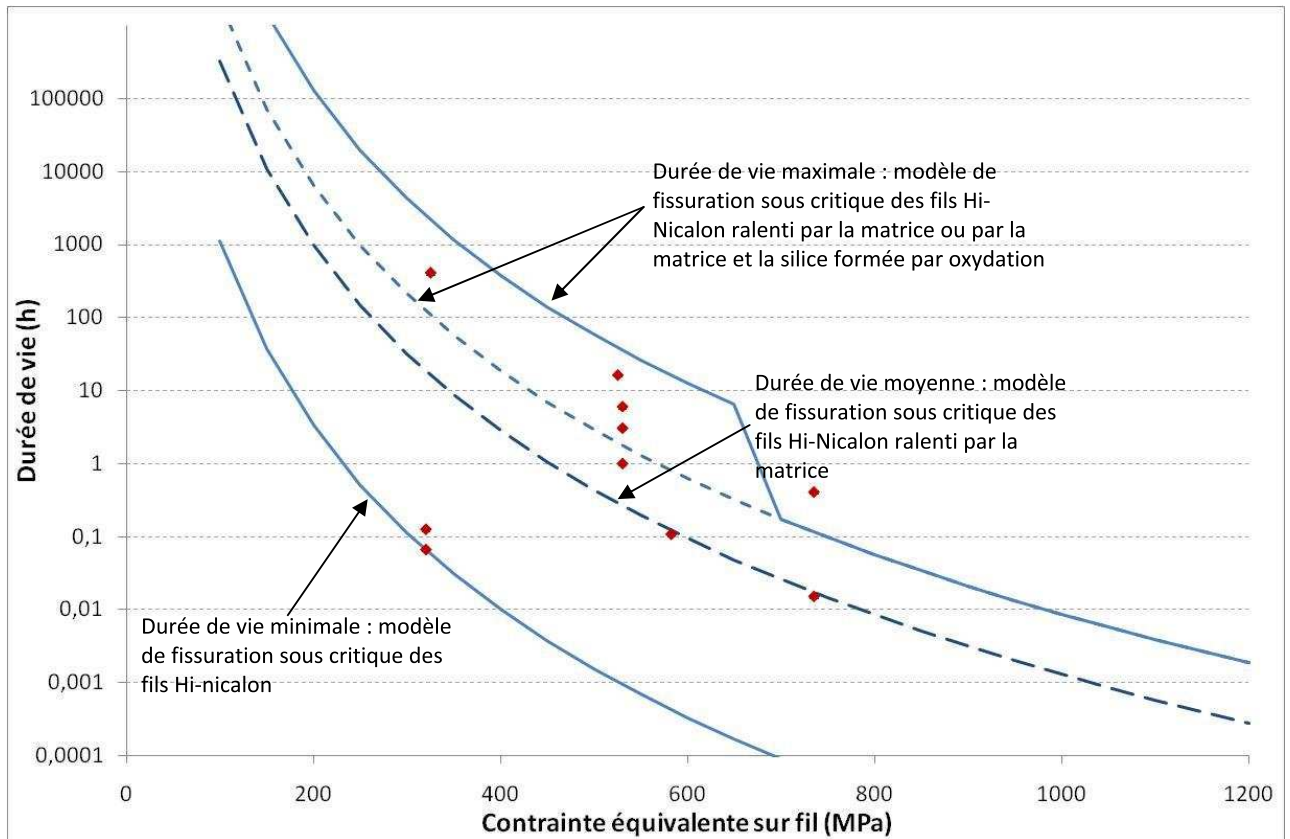


Figure IV-37: durée de vie en fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC à 1200°C : résultats expérimentaux et prévision.

- Tous les résultats expérimentaux à 900°C, 1000°C et 1200°C sont pris en compte par le modèle (à part les points dont on ne connaît pas la durée de vie exacte).
- La durée de vie d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC en fatigue statique sous air à haute température se rapproche de celle des fils seuls. Le mécanisme responsable de la rupture est la fissuration sous-critique ralenti par la présence de matrice et la formation d'oxyde protecteur.
- L'effet des interactions entre fibres observé sur fil est annihilé par la présence de matrice autour des fibres.

Conclusions

Les essais de traction monotone et de charge-décharge sur les minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC à température ambiante ont permis de déterminer la limite élastique, la saturation de la fissuration matricielle, la contrainte de rupture et la contrainte de cisaillement interfacial.

La rupture des minicomposites en fatigue statique sous air est contrôlée par le mécanisme de fissuration sous-critique à 900°C, 1000°C et 1200°C :

- les études de caractérisation au microscope électronique à balayage et en spectroscopie Auger mettent en évidence le mécanisme d'avancée de la fissure : la fissure s'amorce au niveau du défaut de surface et avance dans la fibre par oxydation du carbone libre, ce qui confirme les résultats de W. Gauthier [Gauthier2008]
- à 1200°C, le mécanisme de fluage intervient mais il ne semble pas contrôler la durée de vie du minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC car toutes les ruptures interviennent dans le domaine de fluage primaire.
- la vitesse de fissuration sous-critique est ralentie par :
 - la présence de matrice SiC protectrice qui limite l'accès de l'oxygène jusqu'aux fibres surtout lorsque la matrice n'est pas fissurée,
 - la formation rapide d'oxyde autour des fibres et sur la matrice, ce qui limite l'accès direct de l'oxygène dans la fissure.

Les courbes d'endurance obtenues à 900°C, 1000°C et 1200°C sous air ont permis de proposer un modèle de prévision de la durée de vie des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/ SiC. Les fonctions retard relatives à la formation rapide d'oxyde et à la présence de matrice SiC interviennent dans la constante A du modèle de fissuration lente :

$$A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{RT} + F_{SiC} + f_{SiO_2}(t_0)\right) \quad (IV - 26)$$

CHAPITRE V : ETUDE DES MINICOMPOSITES HI-NICALON/TYPE PYC/B₄C.....	152
1. Etude préliminaire, morphologie	153
2. Essais, procédure expérimentale	154
a. Traction monotone à température ambiante.....	154
b. Traction cyclée de charge-décharge à température ambiante.....	154
c. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C.....	155
3. Caractérisation en microscopie électronique à balayage	155
4. Résultats et discussion	155
a. Essais de traction à température ambiante.....	155
i. Essais de traction monotone	155
ii. Essais de traction cyclée charge-décharge à température ambiante.....	158
iii. Caractéristiques mécaniques déterminées lors des essais de traction	159
b. Durée de vie en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C	160
i. Durées de vie moyennes et calcul d'incertitude à 900°C, 1000°C et 1200°C	160
ii. Application de la loi expérimentale de W. Gauthier à 900°C	161
c. Etude fractographique en microscopie électronique à balayage	162
d. Mesures des déformations à 900°C, 1000°C et 1200°C	169
5. Modélisation de la durée de vie en fatigue sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C	174
a. Mécanismes de rupture à 900°C, 1000°C, 1200°C	174
i. Fissuration sous-critique ralentie à 900°C	174
ii. Oxydation rapide de la matrice B ₄ C et oxydation accélérée des fibres à 1000°C.....	175
iii. Oxydation rapide de la matrice B ₄ C, oxydation accélérée des fibres et fluage des fibres à 1200°C	176
b. Application d'un modèle de fissuration sous-critique ralenti à 900°C.....	176
c. Application d'un modèle de réduction de diamètre des fibres à 1000°C.....	177
d. Application d'un modèle de réduction de diamètre des fibres à 1200°C.....	182

Chapitre V : étude des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C

Introduction

L'objectif de l'étude des composites unidirectionnels Hi-Nicalon/type PyC/B₄C est de comprendre le rôle de la matrice autocicatrisante B₄C entre 900°C et 1200°C à savoir :

- *si son rôle protecteur vis-à-vis des espèces oxydantes n'est pas dégradé,*
- *si l'espèce B₂O₃ formée par l'oxydation de B₄C cicatrise les fissures sans attaquer les fibres,*
- *si le mécanisme de rupture est toujours le mécanisme de fissuration sous-critique des fibres Hi-Nicalon.*

Des études similaires à celles réalisées sur les minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC ont été réalisées :

- *une caractérisation mécanique à température ambiante (traction monotone et traction cyclée de charge-décharge) pour déterminer la saturation de la fissuration matricielle, la limite élastique, la contrainte de rupture et la contrainte de cisaillement interfacial.*
- *des diagrammes d'endurance sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C*
- *des essais de fatigue statique avec mesure des déformations pour étudier l'influence du mécanisme de fluage sur la durée de vie.*
- *des études fractographiques au microscope électronique à balayage.*

Ces études permettent de proposer plusieurs modèles de prévision de la durée de vie en fatigue statique sous air entre 900°C et 1200°C.

1. Etude préliminaire, morphologie

Tout comme les minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC, les minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C ont été fabriqués à l'aide du montage élaboré au LCTS (*figure IV-1*). Les couches de pyrocarbone (type PyC) et de carbure de bore (B₄C) sont déposées par CVI à Snecma Propulsion Solide.

Ces minicomposites ont été observés au microscope électronique à balayage et leur structure est la même que celle des minicomposites à matrice SiC : le dépôt est optimal à mi-longueur du minicomposite et les épaisseurs de dépôt sont quasi-identiques. Seule l'épaisseur de B₄C est plus importante. Les épaisseurs de dépôt ont été mesurées sur un faciès de rupture d'un minicomposite après essai de traction cyclée charge-décharge (*image V-1*) :

$$e_{B_4C} \sim 10 \mu m \text{ et } 0,5 \leq e_{\text{Type PyC}} \leq 1 \mu m$$

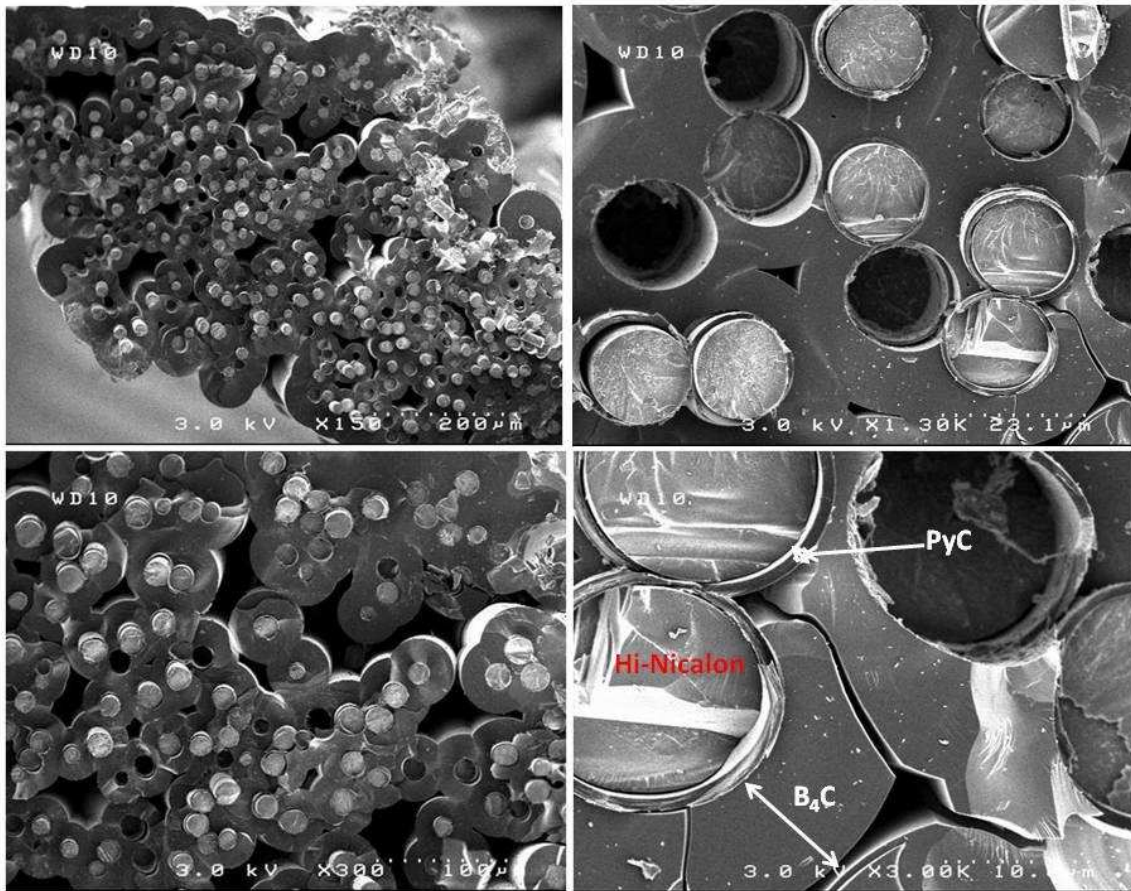


Image V-1 : faciès de rupture d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C après essai de traction cyclée charge-décharge

La méthode appliquée dans le chapitre IV (**Ch.IV-1-a**) a été utilisée pour déterminer la fraction volumique des fibres V_{fil} , le module d'Young du minicomposite à matrice B₄C E_{miniB_4C} et sa section S_{miniB_4C} (**V-1**) (**V-2**) (**V-3**)(**V-4**) :

$$V_{fil} = \frac{m_{fil}}{m_{miniB_4C}} \cdot \frac{\rho_{B_4C}}{\rho_{Hi-Ni}} \cdot \frac{1}{1 - \frac{m_{fil}}{m_{miniB_4C}} + \frac{m_{fil}}{m_{miniB_4C}} \cdot \frac{\rho_{B_4C}}{\rho_{Hi-Ni}}} \quad (V-1)$$

$$V_{B_4C} = 1 - V_{fil} \quad (V-2)$$

m_{fil} : masse de 30 mm de fil

$m_{miniB4C}$: masse de 30 mm de minicomposite ($l_{miniB4C}$) à mi-longueur

ρ_{B4C} : masse volumique de la matrice (2,52g/cm³)

ρ_{Hi-Ni} : masse volumique de la fibre Hi-Nicalon (2,74 g/cm³)

$$S_{miniB4C} = \frac{m_{miniB4C}}{V_{fil} \cdot \rho_{Hi-Ni} + (1 - V_{fil}) \cdot \rho_{B4C}} \cdot \frac{1}{l_{miniB4C}} \quad \text{(V-3)}$$

Et $E_{miniB4C} = V_{fil} E_f + (1 - V_f) E_{B4C}$ **(V-4)** avec $E_f = 270$ GPa et $E_{B4C} = 430$ GPa [Pasquier1997]

Le **tableau V-1** donne les caractéristiques morphologiques du minicomposite :

V_f (%)	V_m (%)	E_{miniB4C} (Gpa)	S_{miniB4C} (mm²)
18	82	402	0,41

Tableau V-1 : caractéristiques morphologiques d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C

2. Essais, procédure expérimentale

a. Traction monotone à température ambiante

Les essais de traction monotone à température ambiante sur minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C sont comparables à ceux réalisés sur minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC. Les procédures sont identiques et la complaisance machine est déterminée avec la même méthode (**Ch.IV-2-a**) **(V-5)** **(V-6)** **(V-7)**.

$$E_{exp} = \frac{\Delta F_a}{\Delta d_{tra}} \frac{L_0}{S_{miniB4C}} \quad \text{(V-5)}$$

$$\text{Et } C_S = \frac{\Delta d_{tra}}{\Delta F_a} \left(1 - \frac{E_{exp}}{E_{miniB4C}} \right) \quad \text{(V-6)}$$

$$\frac{\Delta F_a}{\Delta d_{tra}} \quad \text{(V-7) : pente de la portion linéaire de l'essai de traction}$$

$S_{miniB4C}$: section du minicomposite

L_0 : longueur de jauge du minicomposite

$$C_S = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ mm/N}$$

b. Traction cyclée de charge-décharge à température ambiante

La procédure est identique à celle des essais de traction cyclée charge-décharge sur minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC (**Ch.V-2-b**) :

- Mise en charge à 0,05 mm/min pour $\Delta d_{tra} = 0,03$ mm

- Décharge à - 0,05 mm/ min pour $\Delta d_{tra} = 0,03$ mm
- Répétition du cyclage charge-décharge jusqu'à rupture.

c. Fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C

Les essais de fatigue statique sont réalisés sur la machine permettant de mesurer la déformation au cours du temps. En première approximation, la contrainte représentée sur les diagrammes d'endurance est la contrainte appliquée sur les fibres sans prendre en compte la matrice B₄C (II-6). En effet, la contrainte de cisaillement interfacial fibre-matrice est très faible (Ch.5-4-iii) et la matrice B₄C s'oxyde rapidement en verre B₂O₃ liquide ou gazeux dont les propriétés mécaniques sont négligeables devant celles de fibres.

$$\sigma_{Fil} = \frac{F_a}{S_{Fil}(1-\gamma)} \quad \text{en MPa} \quad \text{(II-6)}$$

S_{fil} est la section d'une fibre en mm² (II-4)

F_a est la force appliquée en N

γ est la fraction de fibres cassées dans le fil avant essai : $0 \leq \gamma \leq 0,2$

α est la fraction de fibres cassées lors de l'application de la charge : $0 \leq \alpha \leq 0,14$ (tableau II-1)

Remarque 1 : lorsque les courbes d'endurance sont tracées en fonction de la contrainte appliquée sur le fil, la contrainte est représentée sur les graphiques pour $\gamma = 0$

Remarque 1: En considérant la cinétique d'oxydation du B₄C à haute température (I-43) (I-44), les durées pour lesquelles une épaisseur de 10 μ m de B₄C disparaît sont rassemblées dans le **tableau V-2**.

T (°C)	1173	1273	1473
Temps de disparition de B ₄ C (h)	4,80	2,18	0,62

Tableau V-2 : temps de disparition de B₄C sous air à 900°C (1173 K), 1000°C (1273 K) et 1200°C (1473 K)

Remarque 2 : les essais de fatigue statique à 900°C ont tous été réalisés au-dessus de la limite élastique du minicomposite : la charge est supportée par les fibres dès le départ de l'essai à 900°C mais $\alpha = 0$ car $\sigma_{fil} < 1500$ MPa (Ch.II 3-a-i).

3. Caractérisation en microscopie électronique à balayage

Les faciès de rupture sont observés au LCTS à l'aide de deux microscopes électroniques à balayage à émission de champ. Les observations sont réalisées en mode « électrons secondaires ». Toutes les micrographies sont accompagnées d'une légende indiquant la tension d'accélération des électrons émis en kV, le grandissement, et l'échelle en μ m ou nm.

4. Résultats et discussion

a. Essais de traction à température ambiante

i. Essais de traction monotone

Les courbes force-déformation présentent deux particularités (*figure V-1*) (*figure V-2*) (*figure V-3*):

- La déformation en rupture est plus faible que celle des fils Hi-Nicalon et des minicomposites à matrice SiC :
 $\epsilon_R = 0,5\%$ maximum
- Le comportement en début de traction est parfaitement linéaire mais dès que la matrice commence à se fissurer, le comportement présente de nombreuses chutes de force, qui laissent supposer la formation de quelques fissures accompagnées d'une décohésion importante.

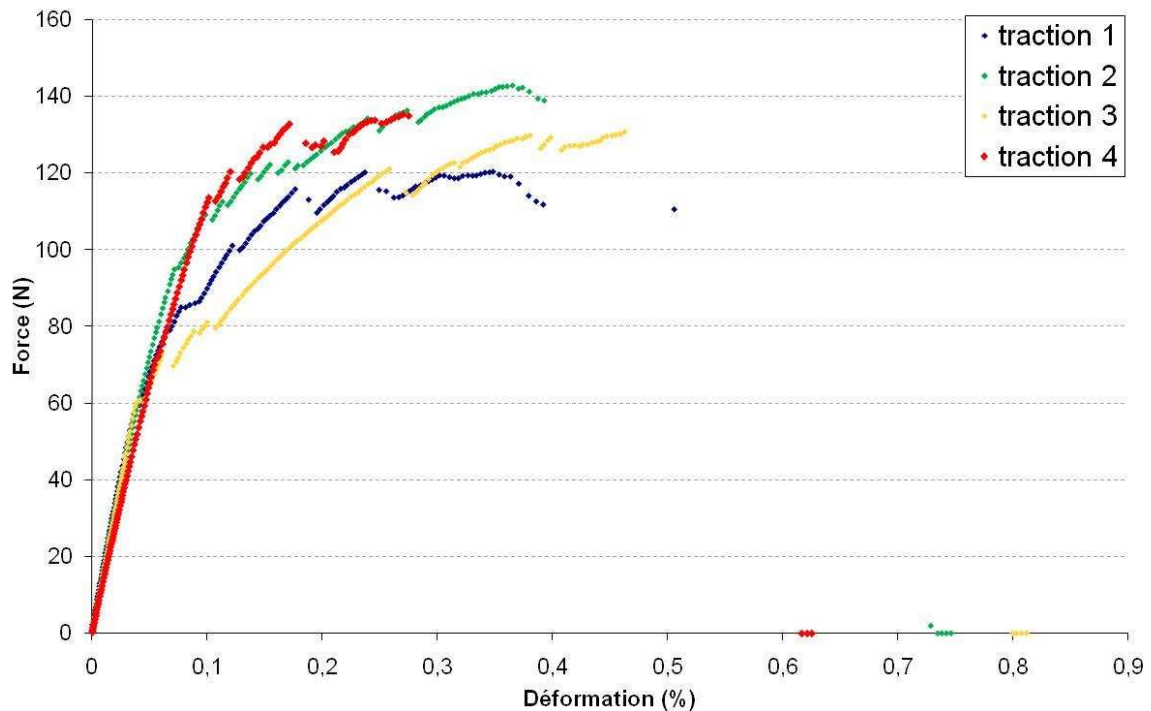


Figure V-1 : 4 essais de traction monotone à température ambiante sur minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C

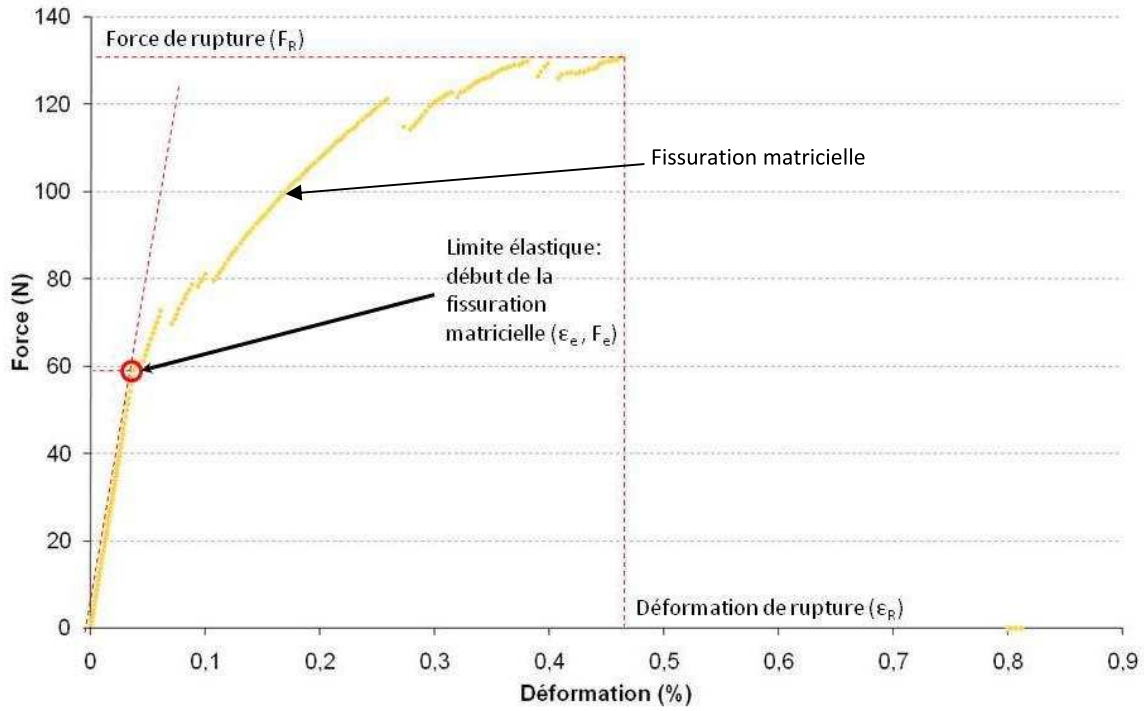


Figure V-2 : essai de traction monotone sur un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C : limites élastiques et de rupture

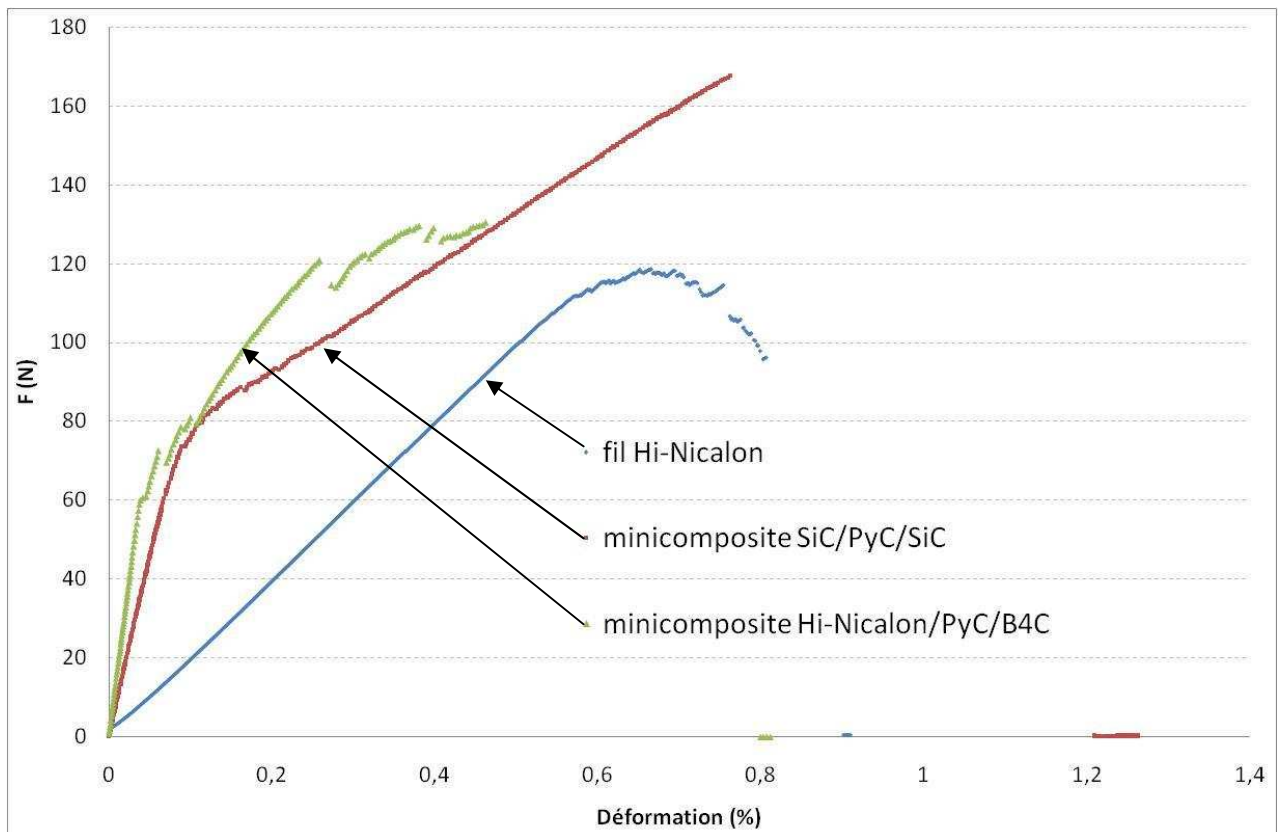


Figure V-3 : comportements en traction monotone à température ambiante d'un fil Hi-Nicalon, d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC et d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C

ii. Essais de traction cyclée charge-décharge à température ambiante

Les figures V-4, V-5 représentent respectivement un essai de traction cyclée charge-décharge et le dernier cycle décharge-recharge nécessaire pour calculer la contrainte de cisaillement interfacial τ (IV-9) (IV-10).

La première partie de la courbe de traction est linéaire et traduit une déformation élastique du composite. Dans la deuxième partie de la courbe, le comportement est non linéaire et très instable: la matrice puis les fibres s'endommagent. Lorsque la matrice est totalement fissurée (saturation), la tendance de la courbe de traction devient à nouveau linéaire et l'effort est supporté intégralement par les fibres.

Remarque : la courbe de traction charge-décharge est typique d'un matériau composite à liaison interfaciale faible à cause d'une déformation résiduelle importante et de cycles d'hystérésis largement ouverts.

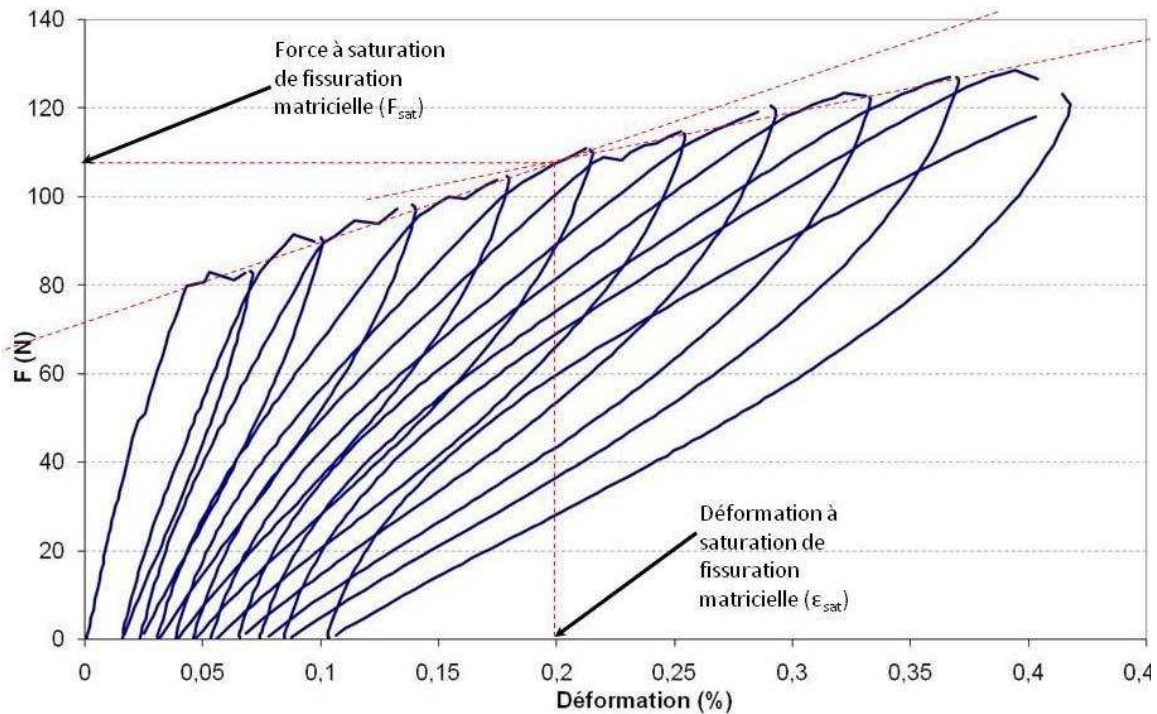


Figure V-4: essai de traction charge-décharge à température ambiante sur un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C

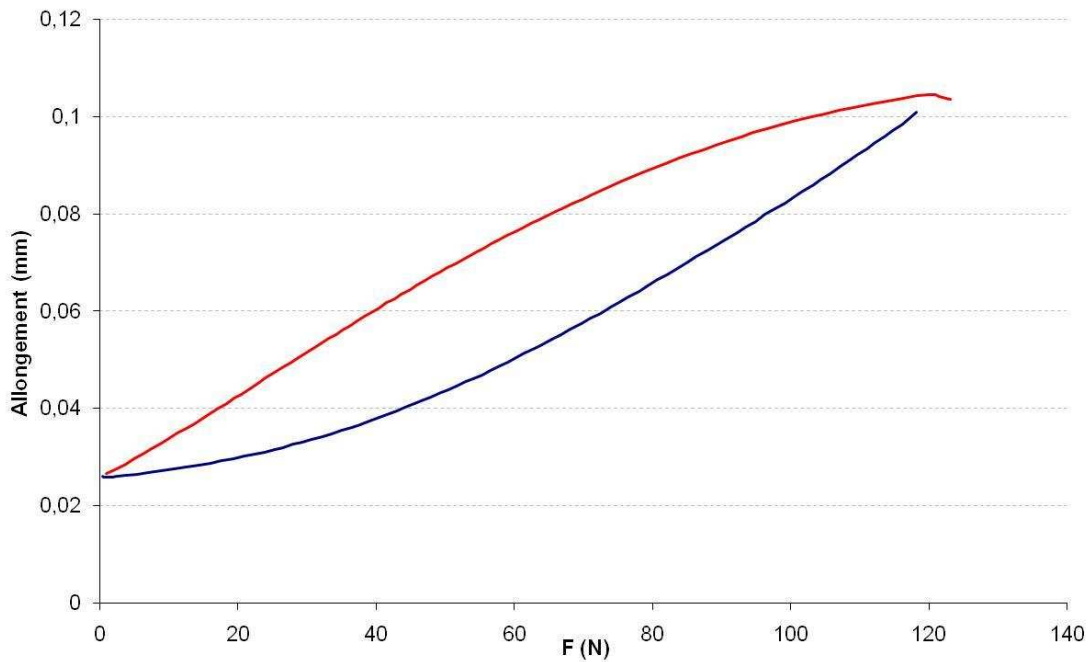


Figure V-5 : dernier cycle de décharge-recharge : détermination de la contrainte de cisaillement interfacial τ

L'**image V-2** représente un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC observé en microscopie électronique à balayage après essai de charge-décharge et après traitement Murakami. La matrice est très peu fissurée (**N = 13 ± 1 fissures sur L₀ = 25 mm**), l'interface entre la matrice et les fibres est faible, ce qui est en accord avec la forme de la partie non linéaire de la courbe en traction (**figure V-1**).

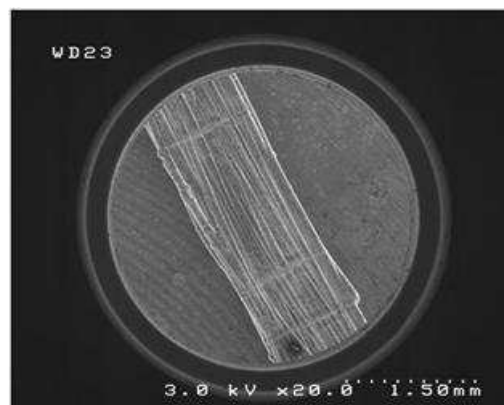


Image V-2 : observation des fissures au microscope électronique à balayage après essai de traction charge-décharge et traitement Murakami

iii. Caractéristiques mécaniques déterminées lors des essais de traction

Le **tableau V-2** récapitule les caractéristiques mécaniques d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C.

	Minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B ₄ C
$S_{\text{minicomposite}} \text{ (mm}^2\text{)}$	0,41
$V_{\text{fil}} \text{ (\%)} $	18
$F_R \text{ (N)}$	110 - 140
$\sigma_R \text{ (MPa)}$	268 - 341
$\epsilon_R \text{ (MPa)}$	0,27 - 0,46
$F_e \text{ (N)}$	60 - 70
$\sigma_e \text{ (MPa)}$	146 - 171
$\epsilon_e \text{ (\%)} $	0,033 - 0,053
$E_{\text{minicomposite}} \text{ (GPa)}$	404
$F_{\text{saturation}} \text{ (N)}$	105
$\sigma_{\text{saturation}} \text{ (MPa)}$	257
$\epsilon_{\text{saturation}} \text{ (\%)} $	0,2
$\tau \text{ (MPa)}$	3,0 - 4,0

Tableau V-2 : caractéristiques mécaniques d'un minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C (4 essais de traction monotone, 2 essais de traction cyclée charge-décharge)

b. Durée de vie en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C

i. Durées de vie moyennes et calcul d'incertitude à 900°C, 1000°C et 1200°C

La **figure V-6** présente les résultats de durée de vie en fatigue statique sous air à 900°C, 1000°C et 1200°C. Les courbes de durée de vie expérimentales moyennes calculées à partir de la méthode des moindres carrés sont également tracées (**figure V-6**). Les incertitudes ont été calculées suivant la méthode utilisée pour les fils Hi-Nicalon (**annexe F**) et sont représentées en vert (**figure V-6**).

- A 900°C, la valeur du paramètre n de la loi puissance moyenne est environ deux fois plus faible que la valeur de n caractérisant la rupture par fissuration sous-critique des fils Hi-Nicalon.

$$n = 3,8 \text{ pour les minicomposites et } n = 8,4 \text{ pour les fils}$$

Le phénomène responsable de la rupture à 900°C semble être le mécanisme de fissuration sous-critique.

- A 1000°C et 1200°C, le coefficient n est légèrement inférieur à 1 et l'allure des courbes d'endurance n'est pas typique d'une loi de fissuration lente. il n'apparaît pas de manière manifeste que la durée de vie diminue lorsque la contrainte augmente.

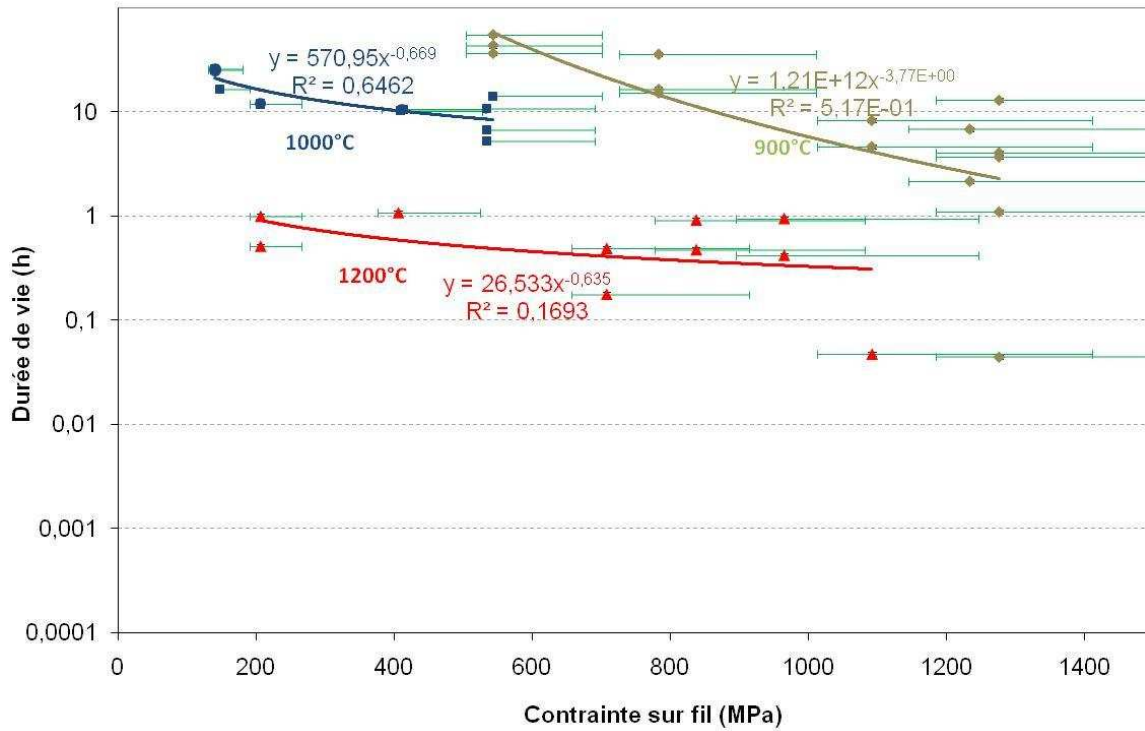


Figure V-6: durée de vie des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C en fatigue statique à 900°C, 1000°C, 1200°C

ii. Application de la loi expérimentale de W. Gauthier à 900°C

Les résultats de durée de vie des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C à 900°C et la courbe expérimentale obtenue laissent à penser que le phénomène de fissuration sous-critique contrôle la durée de vie. La loi de fissuration sous-critique des fils (II-19) a été appliquée aux résultats expérimentaux de fatigue statique sous air à 900°C (figure V-7).

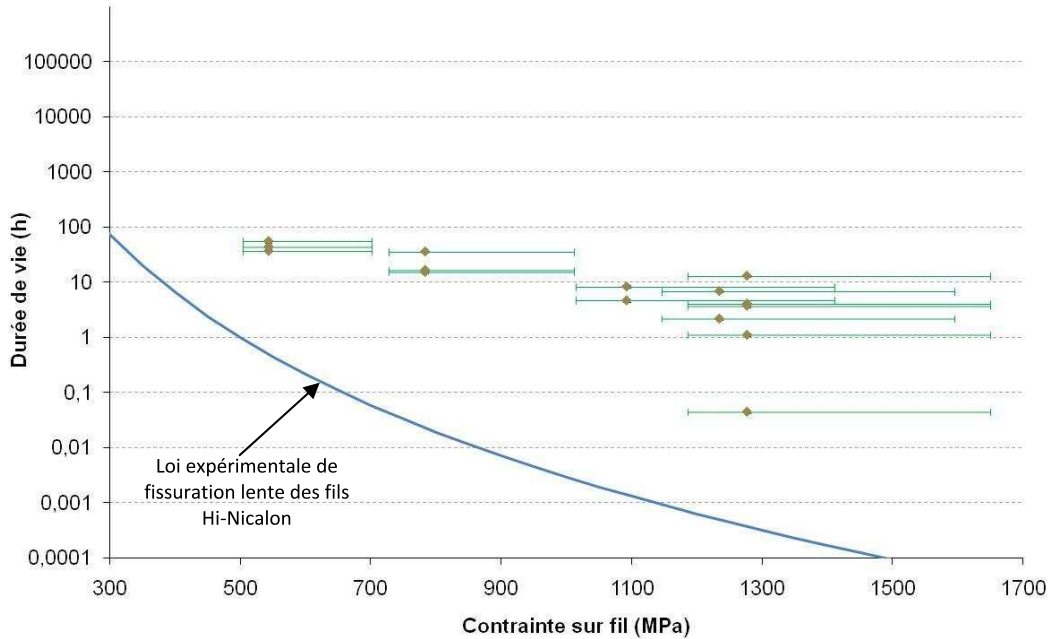


Figure V-7 : durée de vie des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C et loi de fissuration lente sur fils hi-Nicalon

Les durées de vie des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C à 900°C sont sous-estimées par la loi de fissuration lente des fils Hi-Nicalon.

Conclusions :

- Le mécanisme de rupture à 900°C en fatigue statique sous air pourrait être un phénomène de fissuration sous-critique ralenti.
- A 1000°C et 1200°C, des phénomènes autres que la fissuration sous-critique semblent contrôler la durée de vie.
- Une étude fractographique des faciès de rupture peut donner des indications sur les mécanismes de rupture.

c. Etude fractographique en microscopie électronique à balayage

Comme pour les fils Hi-Nicalon et les minicomposites Hi-Nicalon/Type PyC/SiC, les faciès de rupture ont été observés en microscopie électronique à balayage.

Les **images V-3** et **V-4** montrent le faciès de rupture d'un échantillon testé en fatigue statique sous air à 900°C pendant 3,7 h, durée normalement suffisante pour faire disparaître la quasi-totalité de la matrice B₄C en utilisant les lois cinétiques d'oxydation **(I-43)** et **(I-44)**. Les **images V-3, V-4, V-5** et **V-6** montrent le contraire : la matrice B₄C est encore présente en quantité importante et les fibres sont protégées de l'oxygène : au centre du minicomposite, l'interphase de pyrocarbone ne s'est pas oxydée et les fibres ne sont pas recouvertes de silice (**images V-4 et V-5**). Sur les bords du minicomposite, le B₄C s'est oxydé et une quantité importante de verre entoure le minicomposite (**image V-6**). Il s'infiltré dans les fissures matricielles et les bouche (**images V-6, V-7**).

Les **images V-8** et **V-9** montrent le faciès de rupture d'un minicomposite testé à 1000°C sous très faible charge pendant 25 heures. La matrice B₄C s'est complètement oxydée et un nombre important de fibres sont directement en contact avec l'air à cause de l'écoulement de l'oxyde B₂O₃

liquide à cette température. Certaines fibres sont très oxydées car elles sont « effilées » au niveau de la rupture (*image V-8*). Les faciès observés sont de type miroir (*image V-10*).

Les *images V-11* et *V-12* montrent le faciès de rupture d'un minicomposite testé en fatigue statique sous air à 1200°C pendant 0,4 heures. Le B₄C s'est totalement oxydé et le verre liquide mouille les fibres sur toute leur longueur. Les faciès de rupture sont difficilement observables car recouverts de verre B₂O₃. Au bout de 0,4 heures, le diamètre de certaines fibres a considérablement diminué : certains diamètres ont été mesurés à moins de 3 µm alors que le diamètre des fibres Hi-Nicalon est compris entre 9 µm et 20 µm. Sur les *images V-11 et V-12*, la réduction de diamètre est considérable : ~ 6 µm en partant de l'hypothèse que le plus petit diamètre mesuré sur une fibre oxydée appartenait à une fibre de 9 µm de diamètre avant essai. Le verre B₂O₃ est très liquide et une bonne partie s'est écoulee le long des fibres ou s'est volatilisée.

Remarque : du verre s'est déposé par condensation sur les mors et les parties froides du four pour toutes les températures d'essai: ceci montre la volatilisation non négligeable du verre à 900°C, 1000°C et 1200°C.

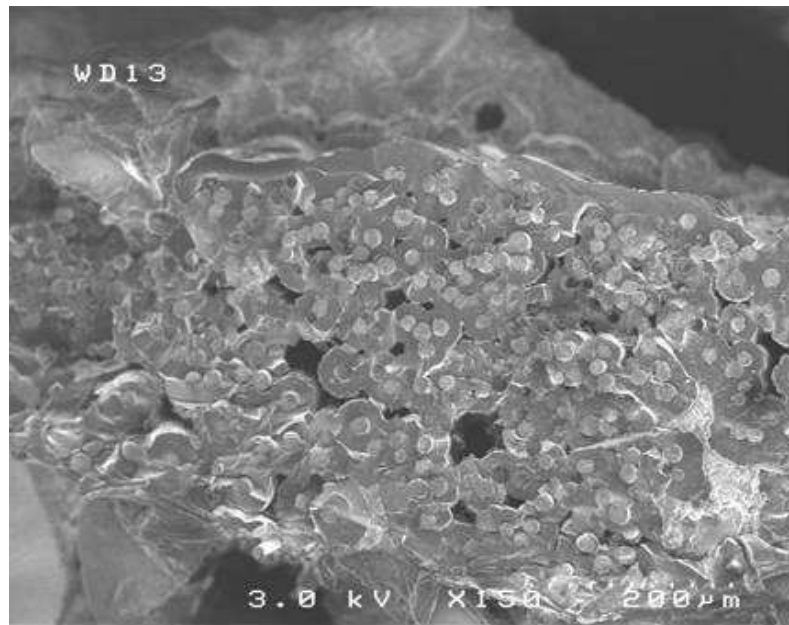


Image V-3: faciès de rupture d'un minicomposite testé en fatigue statique à 900°C, 1280 MPa sur fibres (durée de vie : 3,7h)

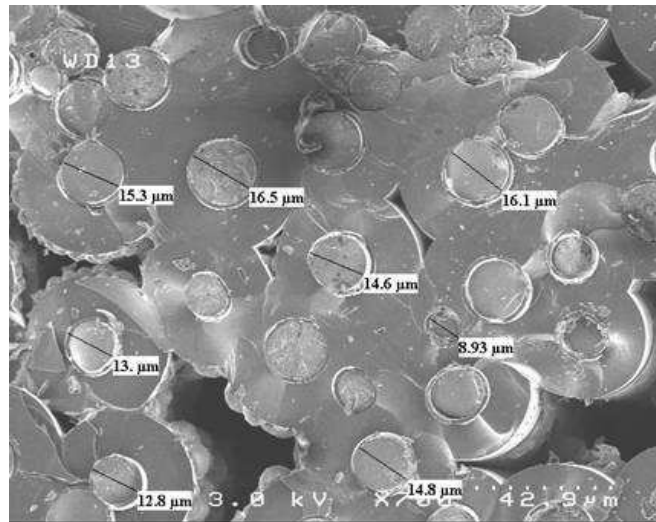


Image V-4: faciès de rupture de fibres « au cœur » d'un minicomposite testé en fatigue statique à 900°C, 1280 MPa sur fibres (durée de vie : 3,7h)

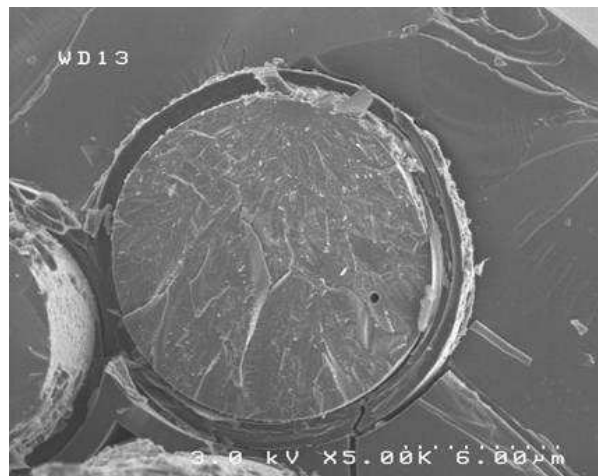


Image V-5: faciès de rupture d'une fibre « au cœur » d'un minicomposite testé en fatigue statique à 900°C, 1280 MPa sur fibres (durée de vie : 3,7h)

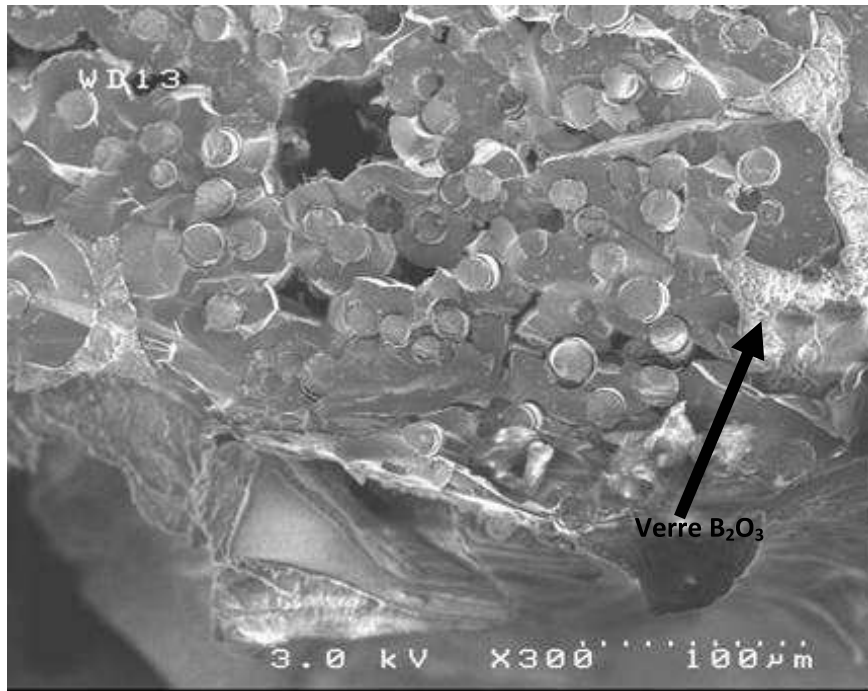


Image V-6 : faciès de rupture « sur le bord » d'un minicomposite testé en fatigue statique à 900°C, 1280 MPa sur fibres (durée de vie : 3,7h)

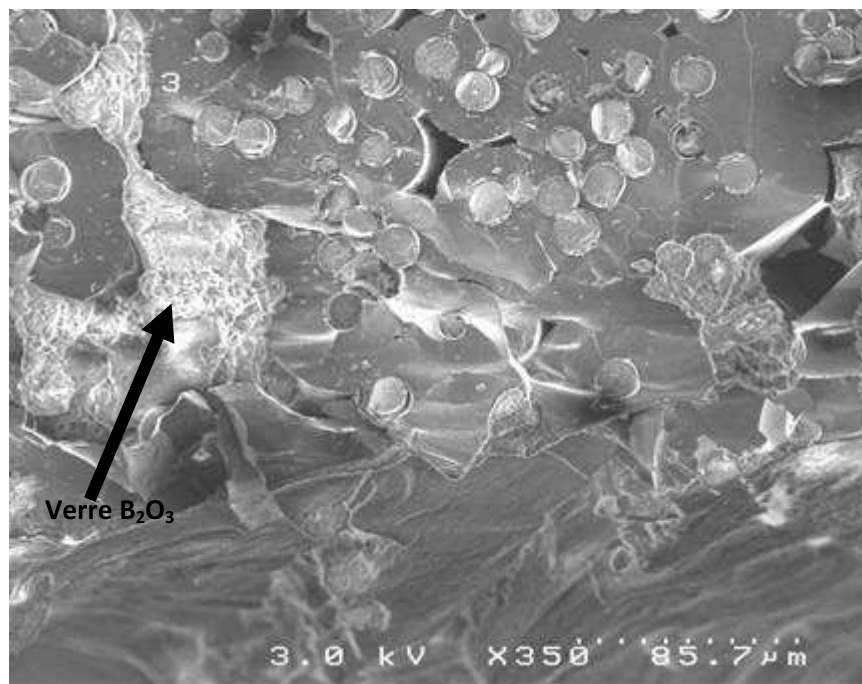


Image V-7 : faciès de rupture « sur le bord » d'un minicomposite testé en fatigue statique à 900°C, 1280 MPa sur fibres (durée de vie : 3,7h)

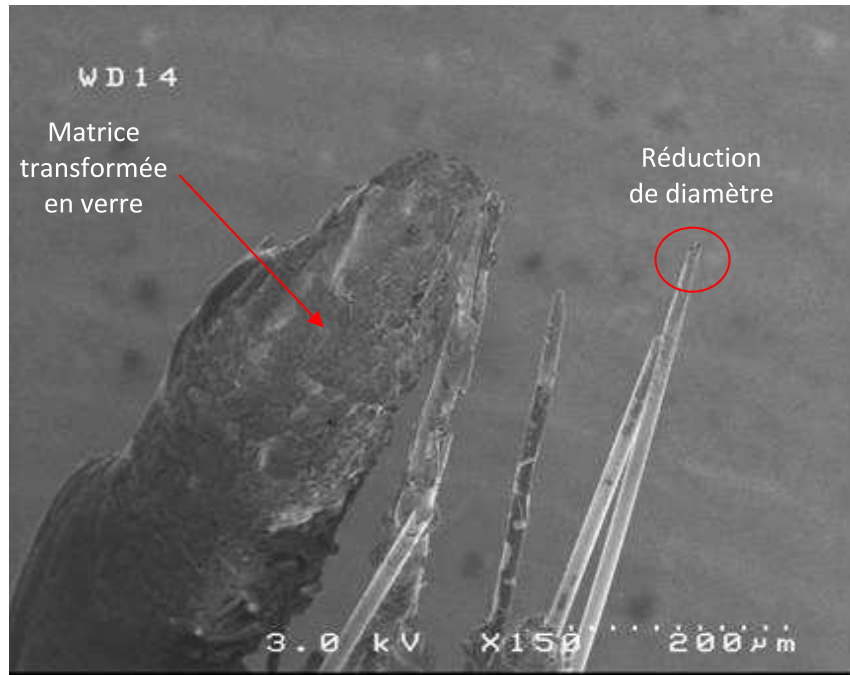


Image V-8 : faciès de rupture d'un minicomposite testé en fatigue statique à 1000°C, 140 MPa sur fibres (durée de vie : 25 h)

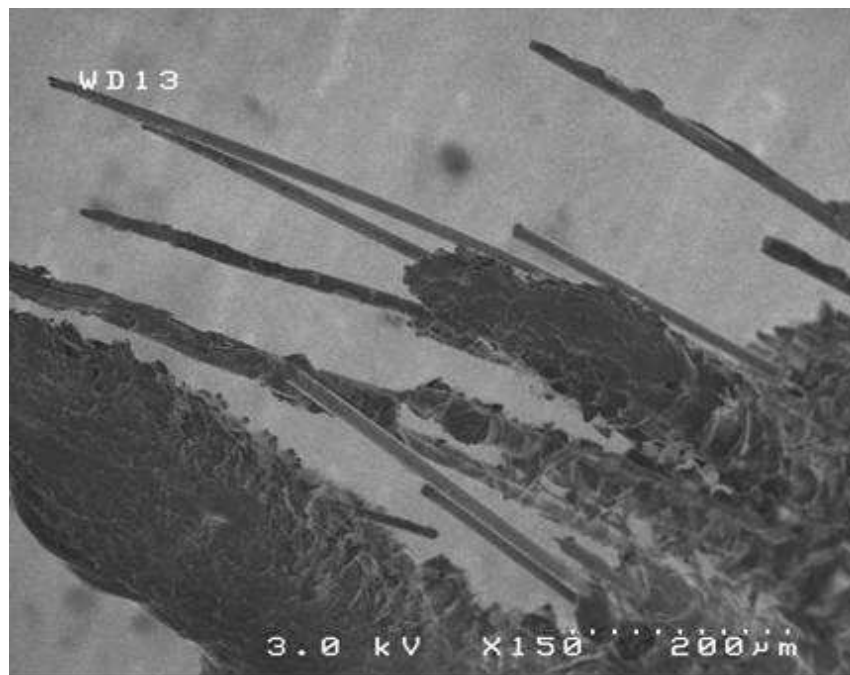


Image V-9 : faciès de rupture d'un minicomposite testé en fatigue statique à 1000°C, 140 MPa sur fibres (durée de vie : 25 h)

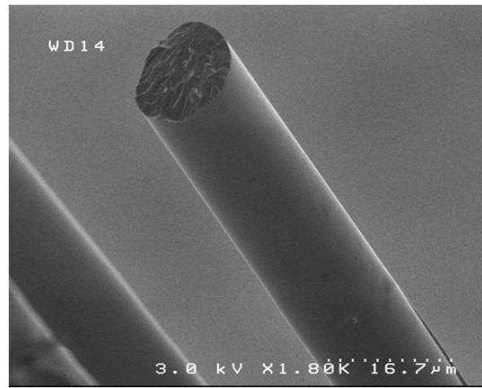


Image V-10 : faciès de rupture miroir d'une fibre au sein d'un minicomposite testé en fatigue statique à 1000°C, 140 MPa sur fibres (durée de vie : 25 h)

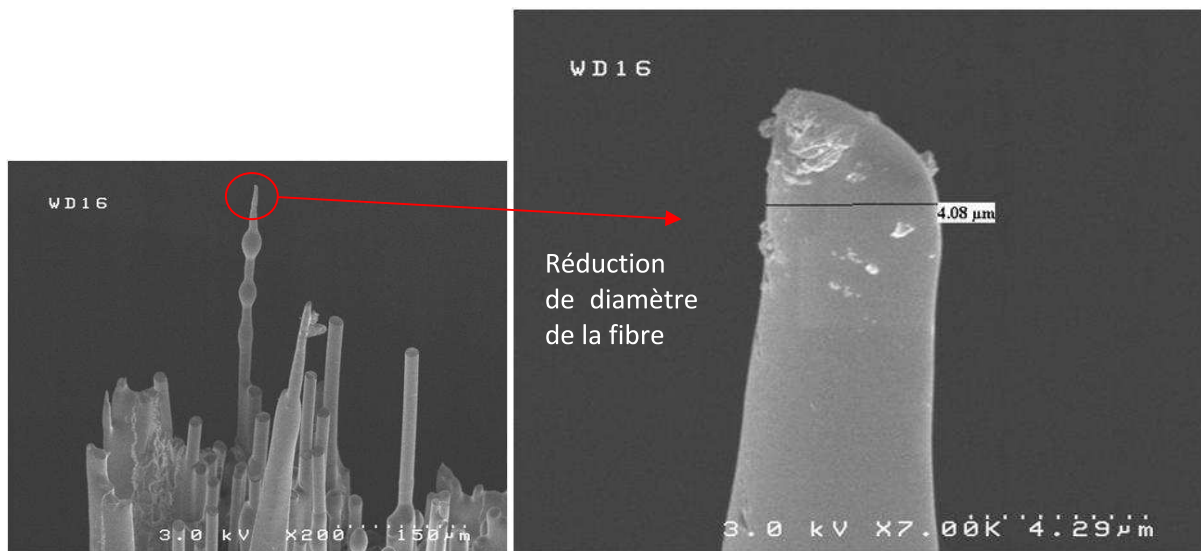


Image 11: diminution de diamètre d'une fibre au sein d'un minicomposite testé en fatigue statique à 1200°C, 968 MPa sur fibres (durée de vie : 0,4 h)

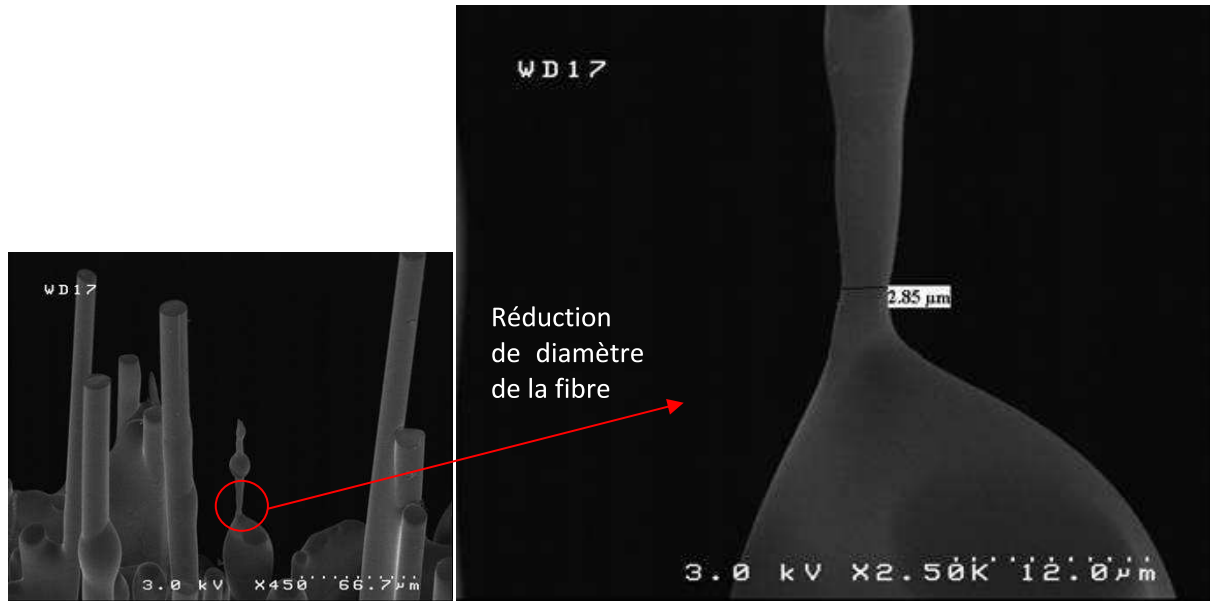


Image V-12: diminution de diamètre d'une fibre au sein d'un minicomposite testé en fatigue statique à 1200°C, 968 MPa sur fibres (durée de vie : 0,4 h)

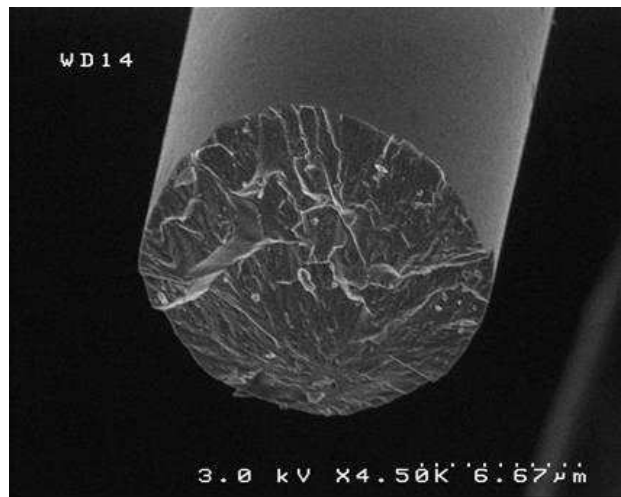


Image V-13: faciès de rupture miroir d'une fibre au sein d'un minicomposite testé en fatigue statique à 1200°C, 710 MPa sur fibres (durée de vie : 0,2 h)

Conclusions :

- A 900°C, la matrice B₄C s'oxyde autour du minicomposite pour former du verre B₂O₃ liquide qui bouche les fissures matricielles et empêche l'oxygène d'accéder aux fibres.
- A 1000°C, le B₄C s'oxyde rapidement en B₂O₃ liquide ou visqueux et l'oxydation des fibres est accélérée : une réduction de leur diamètre est observée.
- A 1200°C, la matrice B₄C s'oxyde instantanément pour former un verre très liquide. Les fibres s'oxydent très rapidement et c'est ce qui semble entraîner la rupture du matériau. L'accélération de la cinétique d'oxydation des fibres est causée par la présence de B₂O₃ qui augmente la cinétique d'oxydation des fibres à partir de 800°C [garitte2007]

d. Mesures des déformations à 900°C, 1000°C et 1200°C

Les **figures V-8, V-9, V-11, V-13** montrent que le phénomène de fluage apparaît dès 900°C sur les minicomposites à matrice B₄C. Ce type de fluage n'est certainement pas un mécanisme de glissement aux joints des grains dans les fibres Hi-Nicalon (**Ch.I-3-c-i**) car celui-ci intervient avant 1200°C. Les **figures V-8, V-9, V-11, V-13** montrent l'existence de fluage tertiaire responsable de la rupture mis en évidence par une augmentation de la vitesse de déformation en fin d'essai (**figure V-15**). Le fluage tertiaire apparaît au bout de 15 heures à 900°C, 9h à 1000°C et 30 minutes à 1200°C (**figures V-8, V-9, V-11, V-13**).

Remarque 1: La rupture intervient dans le domaine de fluage tertiaire pour tous les essais à 1000°C et 1200°C. A 900°C, la plupart des ruptures intervient pour des durées de vie inférieures à 15 heures, lorsque le domaine de fluage tertiaire n'est pas atteint.

Comme pour les minicomposites à matrice SiC, 3 essais de fatigue statique avec mesure des déformations sont analysés pour pouvoir déterminer les paramètres de la loi de Dorn :

- 1200°C, 898 MPa (durée de vie = 0,47 h)
- 1000°C, 442 MPa (durée de vie : 9,5 h)
- 1200°C, 759 MPa (durée de vie : 0,49h)

Remarque 2: Les contraintes sont calculées à l'aide de la relation (**II-6**)

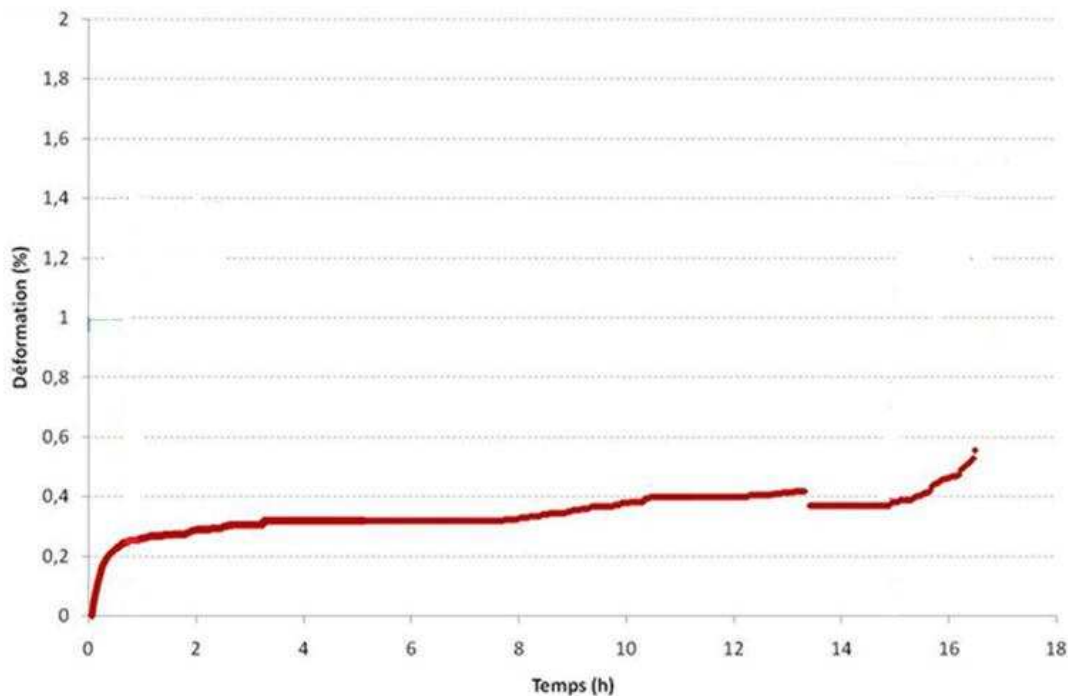


Figure V-8 : essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 900°C sous air, 783 MPa, durée de vie : 16,5h

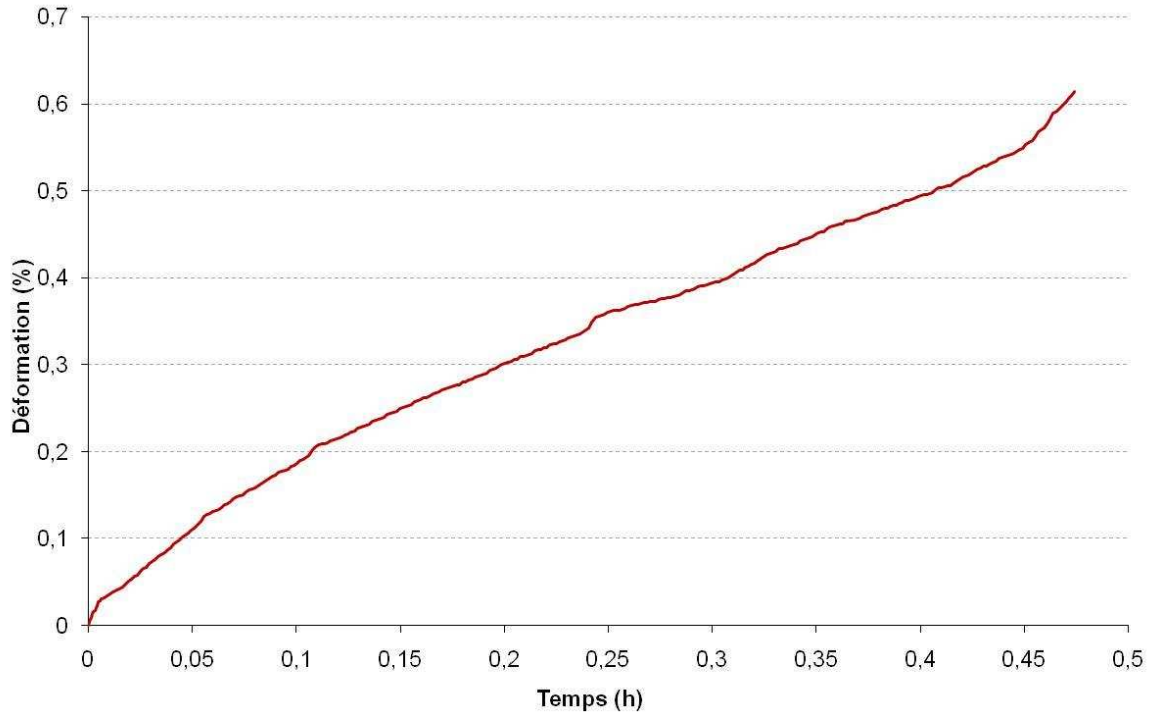


Figure V-9 : essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1200°C sous air, 898 MPa, durée de vie : 0,47 h

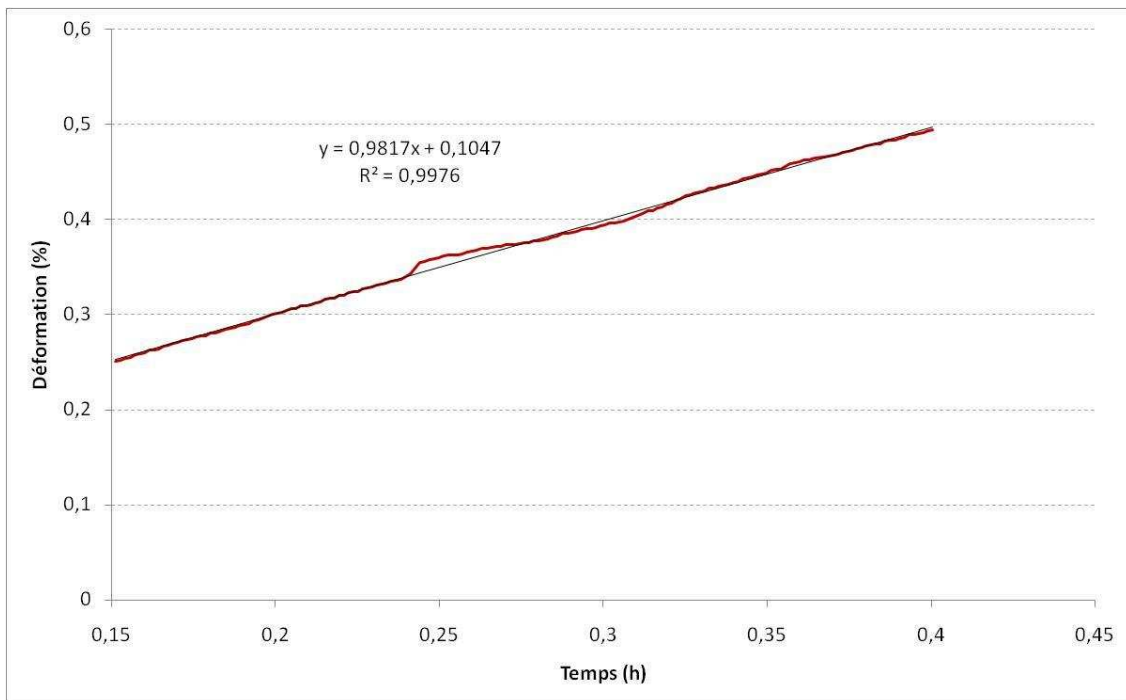


Figure V-10: mesure de la pente déformation = f(Temps) en fluage secondaire : vitesse stationnaire (1200°C, 898 MPa, durée de vie : 0,47 h)

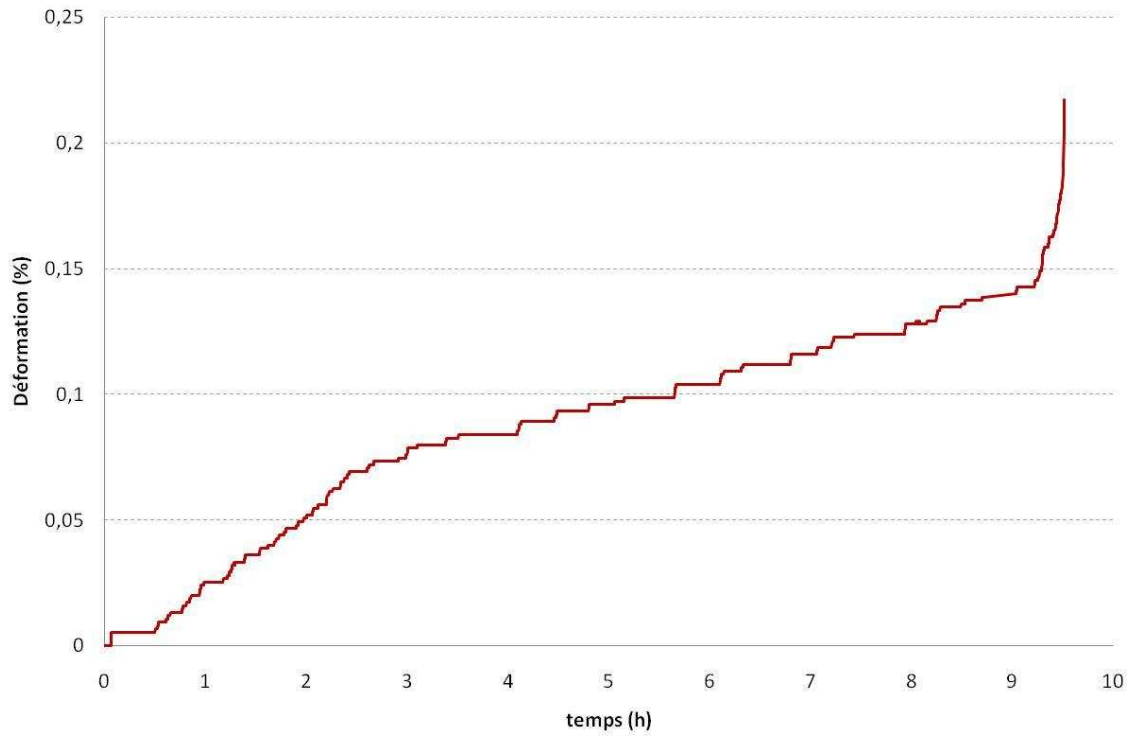


Figure V-11: essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1000°C sous air, 442 MPa, durée de vie : 9,5 h

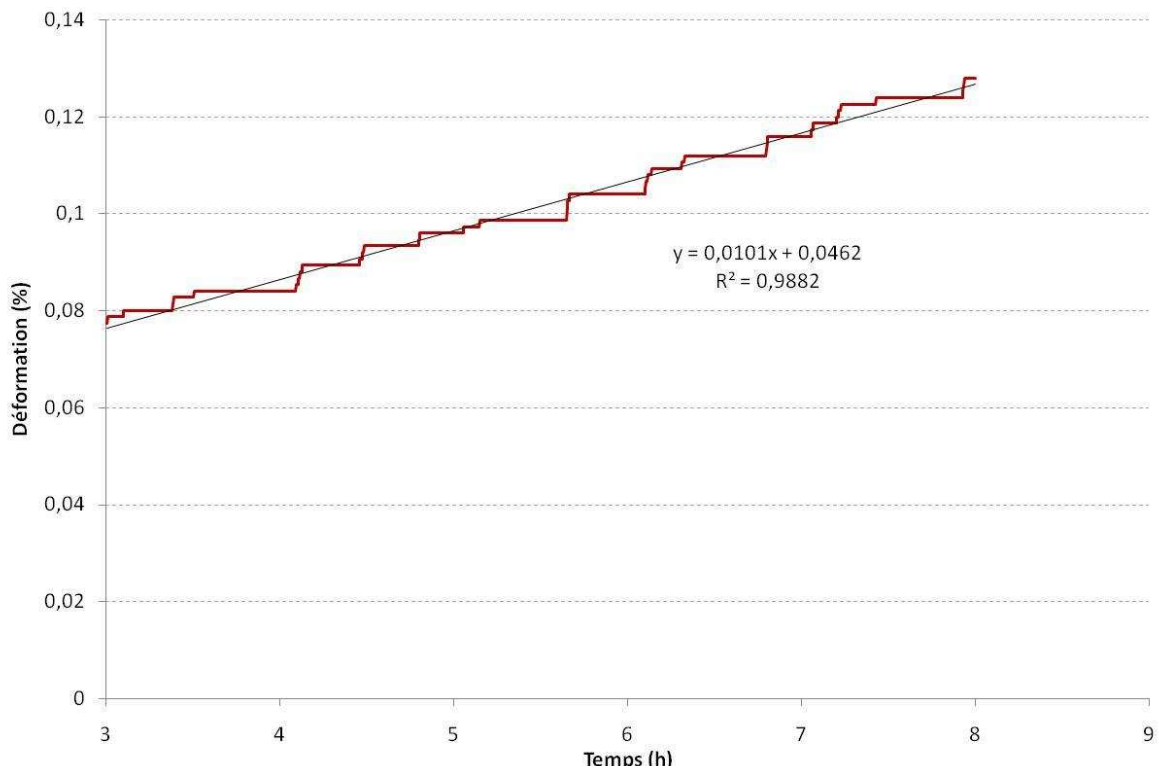


Figure V-12: mesure de la pente déformation = f(Temps) en fluage secondaire : vitesse stationnaire (1000°C, 442 MPa, durée de vie : 9,5 h)

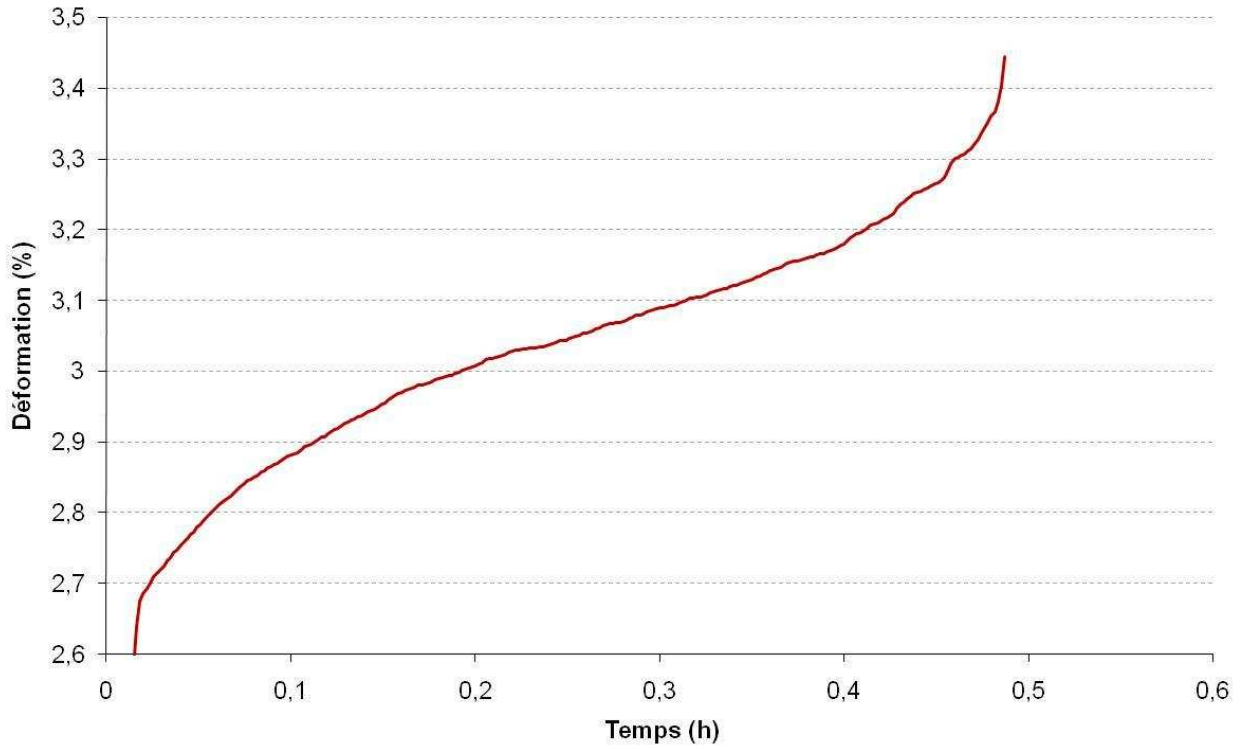


Figure V-13: essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1200°C sous air, 759 MPa, durée de vie : 0,49 h

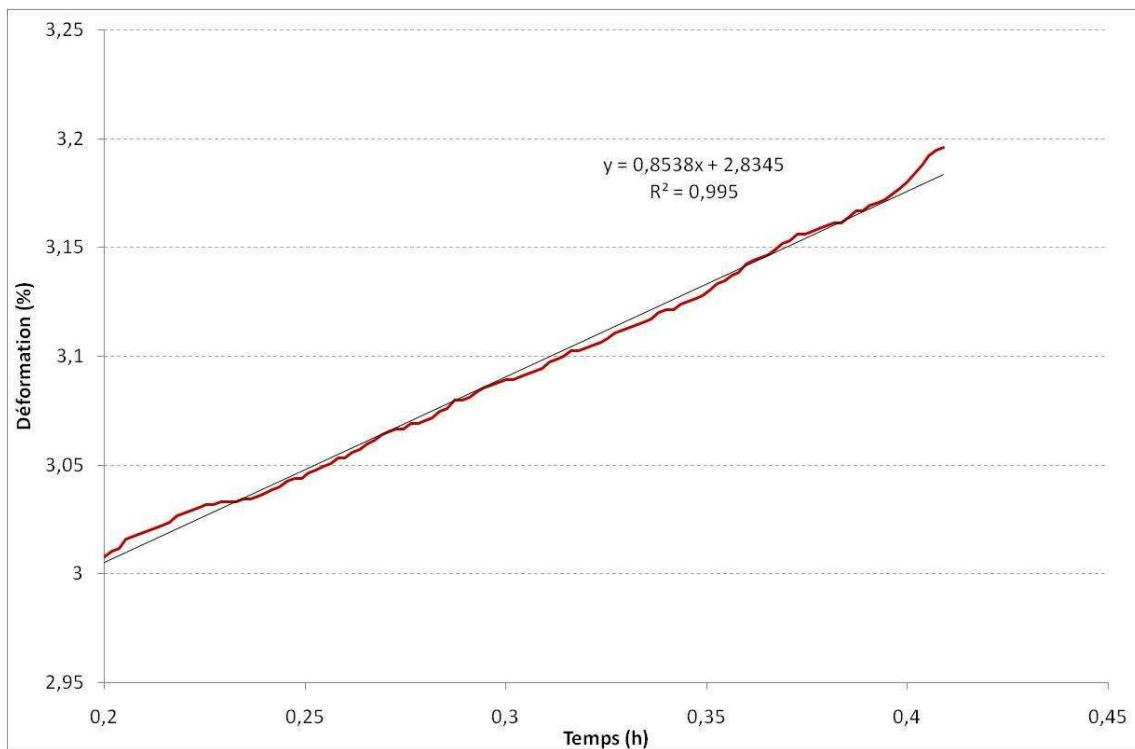


Figure V-14: Mesure de la pente déformation = f(Temps) en fluage secondaire : vitesse stationnaire (1200°C, 759 MPa, durée de vie : 0,49 h)

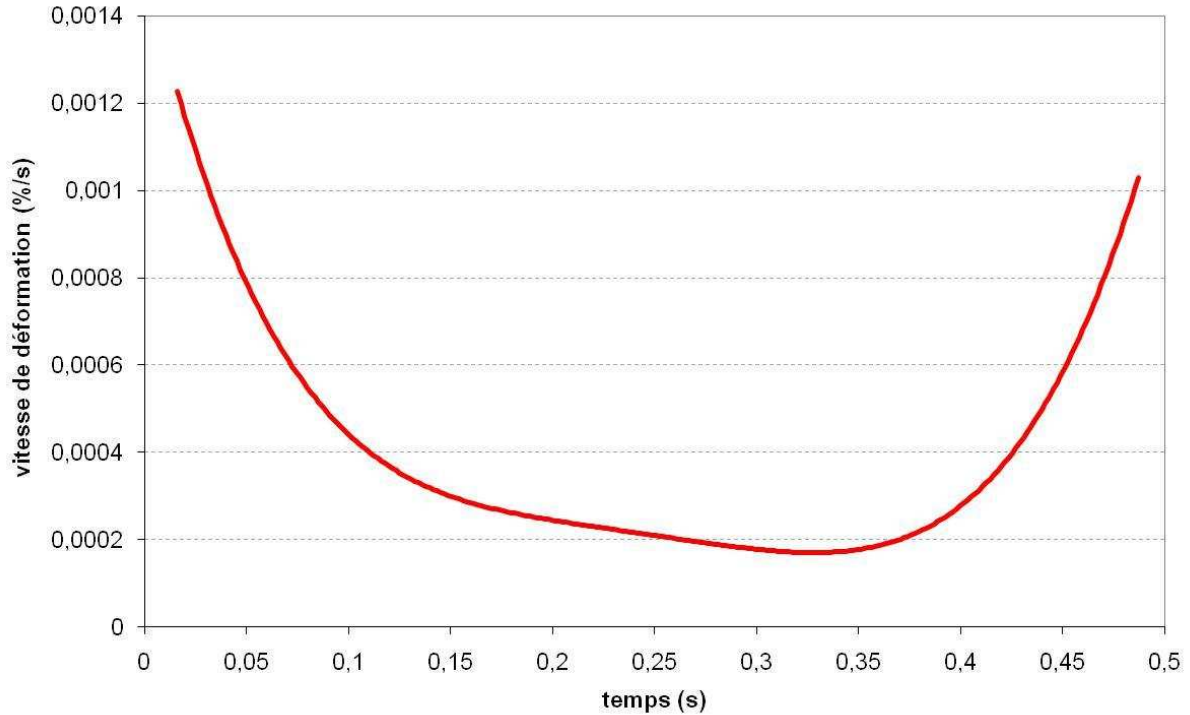


Figure V-15: essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1200°C, 759 MPa, durée de vie : 0,49 h – évolution de la vitesse de déformation en cours d'essai.

La pente de la partie stationnaire des courbes de fluage permet d'obtenir les vitesses de déformation suivantes :

- Essai de fatigue statique à 1200°C, 898 MPa, 0,47h (**figure V-9**) :

$$9,82 \cdot 10^{-1} = B \cdot (898)^c \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot 1473}\right) \quad (V-8)$$

- Essai de fatigue statique à 1000°C, 442 MPa, 9,5 h (**figure V-11**):

$$1,01 \cdot 10^{-2} = B \cdot (442)^c \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot 1273}\right) \quad (V-9)$$

- Essai de fatigue statique à 1200°C, 759 MPa, 0,49h (**figure V-13**):

$$8,54 \cdot 10^{-1} = B \cdot (759)^c \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot 1573}\right) \quad (V-10)$$

Le quotient **(V-8)/(V-10)** permet de déterminer c :

$$\frac{9,82 \cdot 10^{-1}}{8,54 \cdot 10^{-1}} = \left(\frac{898}{759}\right)^c \rightarrow c = 0,83 \quad (V-11)$$

Connaissant la valeur de c, le quotient **(V-10)/(V-9)** permet de calculer Q :

$$\frac{8,54 \cdot 10^{-1}}{1,01 \cdot 10^{-2}} = \left(\frac{759}{442}\right)^{0,83} \cdot \exp\left[Q \left(\frac{1}{8,314 \cdot 1273} - \frac{1}{8,314 \cdot 1473}\right)\right] \rightarrow Q = 770746 \text{ J/mol} \quad (V-12)$$

L'équation **(V-10)** permet de calculer B :

$$8,54.10^{-1} = B.759^{0,83} \cdot \exp\left(\frac{-770746}{8,314.1473}\right) \rightarrow A = 7,47.10^{24} \quad (\text{V-13})$$

Le fluage sur minicomposites Hi-Nicalon/Type PyC/SiC peut donc être décrit par la relation (V-14) :

$$\dot{\varepsilon} = 7,47.10^{24} \cdot \sigma_{réelle(Fil)}^{0,83} \exp\left(\frac{-770746}{R.T}\right) \quad (\text{V-14})$$

$$A = 7,47.10^{24} \quad Q = 770746 \text{ J/mol} \quad c = 0,83$$

Conclusion :

- Le fluage sur les minicomposites à matrice B₄C est responsable de la rupture car le fluage tertiaire est observé
- Le fluage intervient dès 1000°C pour des charges relativement faibles
- Le fluage secondaire n'est pas typique du fluage de type Rachinger des fibres Hi-Nicalon (Ch.I-3-c-i) car il apparaît pour des températures inférieures à 1200°C.
- Le paramètre de contrainte (c~1) est typique de phénomènes diffusionnels.

5. Modélisation de la durée de vie en fatigue sous air des minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C

a. Mécanismes de rupture à 900°C, 1000°C, 1200°C

i. Fissuration sous-critique ralentie à 900°C

D'après les résultats expérimentaux de durée de vie en fatigue statique sous air des minicomposites Hi-Nicalon/Type PyC/B₄C à 900°C et les observations fractographiques, la courbe d'endurance semble pouvoir être attribuée à un mécanisme de fissuration sous-critique (**figure V-6**).

D'après les images en microscopie électronique à balayage, il se forme du verre B₂O₃ autour du minicomposite qui comble les fissures matricielles (**images V-6 et V-7**). Le pyrocarbone et les fibres à l'intérieur du minicomposite ne sont pas oxydés après rupture: le verre formé diminue voire empêche l'accès de l'oxygène jusqu'aux fibres (**figure V-16**).

Il est raisonnable de penser que le mécanisme responsable de la rupture à 900°C est la fissuration sous-critique ralentie par formation de verre B₂O₃.

Remarque : au-dessus de 15 heures d'essai, la rupture intervient dans un domaine de fluage tertiaire. Les ruptures obtenues au-dessus de cette durée sont donc contrôlées par le phénomène de fluage (**figure V-8**).

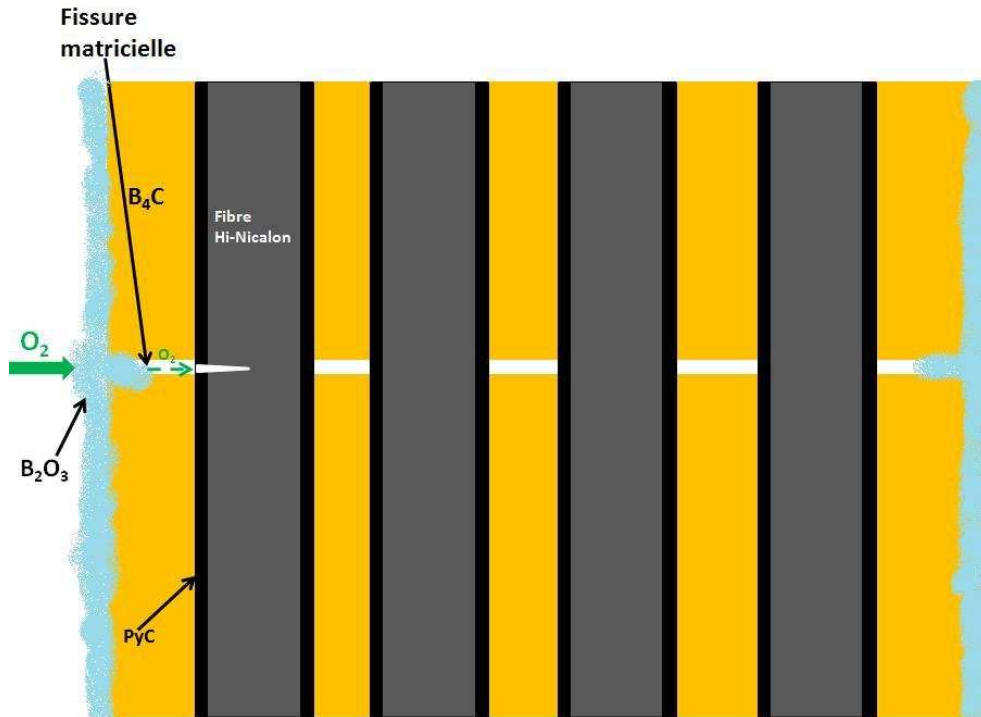


Figure V-16 : illustration du ralentissement du phénomène de fissuration sous-critique par formation de verre B₂O₃

ii. Oxydation rapide de la matrice B₄C et oxydation accélérée des fibres à 1000°C.

Les résultats expérimentaux de durée de vie en fatigue statique sous air à 1000°C montrent que le mécanisme responsable de la rupture n'est pas le phénomène de fissuration sous-critique : les minicomposites rompent rapidement, même pour de très faibles charges (**figure V-6**) et la courbe d'endurance n'est pas typique d'un phénomène de fissuration lente : elle ne montre pas une dépendance manifeste de la durée de vie à la contrainte.

Les images en microscopie électronique à balayage montrent que, lors de la rupture, la matrice s'est complètement oxydée pour former du verre B₂O₃ (**images V-8, V-9**). Le faciès de rupture du minicomposite n'est pas plan et le diamètre des fibres diminue par oxydation accélérée (**image V-8**). La littérature appuie cette hypothèse car le verre B₂O₃ accélère l'oxydation des fibres aux hautes températures [Garitte2007].

La mesure des déformations au cours des essais de fatigue à 1000°C met également en évidence un phénomène de fluage qui n'est pas observé sur fil seul ou sur les minicomposites à matrice SiC pour cette température (**figure V-11**): l'oxyde B₂O₃ formé par oxydation affecte les propriétés des fibres Hi-Nicalon.

Une rupture par réduction du diamètre des fibres est envisageable : à cause de l'oxydation, la section des fibres diminue et la contrainte appliquée augmente au cours du temps jusqu'à rupture. Les mécanismes de fissuration sous-critique et de réduction de diamètre entrent en compétition à cause de l'accélération de la cinétique d'oxydation des fibres et le mécanisme de rupture par réduction de diamètre est prépondérant à 1000°C (**figure V-17**).

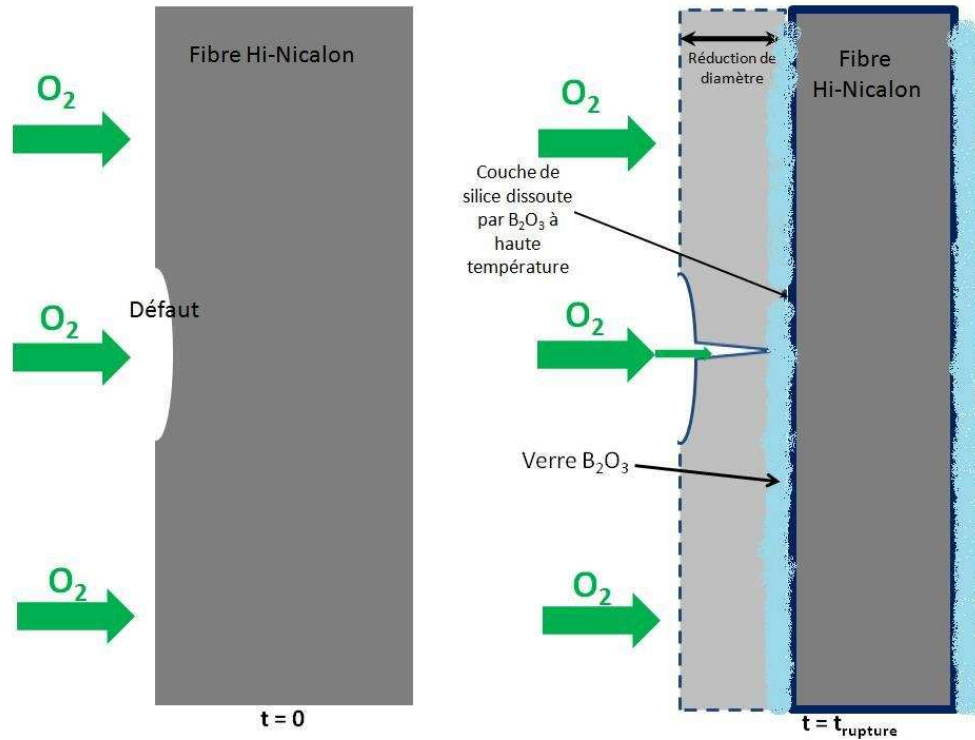


Figure V-17 : illustration de la compétition de deux mécanismes de rupture : fissuration sous-critique et réduction de diamètre des fibres par oxydation en présence de B₂O₃

iii. Oxydation rapide de la matrice B₄C, oxydation accélérée des fibres et fluage des fibres à 1200°C

A 1200°C, les observations sont identiques à celles faites à 1000°C sauf que la cinétique des phénomènes est accrue :

- Les durées de vie en fatigue statique sous air ne dépassent pas 1 heure et ce, pour toutes les contraintes appliquées (**figure V-6**).
- Les observations en microscopie à balayage montrent que la cinétique de réduction de diamètre est beaucoup plus rapide (**images V-12, V-13**) (6 µm de diminution de diamètre en 0,4 h).
- Les mesures de déformation confirment une rupture par réduction de diamètre par la présence d'un fluage tertiaire, lequel n'était observé sur les fibres ou sur les minicomposites à matrice SiC (**figures V-9, V-13**).

b. Application d'un modèle de fissuration sous-critique ralenti à 900°C

Il est rappelé que la contrainte représentée sur les diagrammes d'endurance est la contrainte équivalente sur les fibres $\sigma_{réelle(fil)}$.

Un modèle de fissuration sous-critique ralenti a été appliqué pour expliquer la rupture des minicomposites à matrice B₄C à 900°C. En effet, la quasi-totalité des ruptures ont lieu lorsque le domaine de fluage tertiaire n'est pas atteint (durées de vie inférieures à 15 heures : **Ch. V-4-d**). Le modèle prend en compte le phénomène de fissuration sous-critique (**I-30**) et le ralentissement de la vitesse de fissuration dès le départ de l'essai (**V-15**). En effet le ralentissement du phénomène de

fissuration lente est opérationnel dès le départ de l'essai à cause de la formation de verre cicatrisant lors de la montée en température des fours.

$$A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{RT} + F_{B_2O_3}\right) \quad (\text{V-15})$$

Avec $F_{B_2O_3} = 9$ obtenu par ajustement avec les résultats expérimentaux.

Les courbes de prévision de la durée de vie (**figure V-18**) ont été tracées pour $F_{B_2O_3} = 9$ tout en tenant compte de la variabilité des paramètres statistiques (**tableau III-5**, **(III-20)**, **(III-21)**, **(III-22)**).

La **figure V-18** montre un excellent accord avec les résultats expérimentaux, ce qui confirme l'hypothèse d'un processus de fissuration sous-critique ralenti.

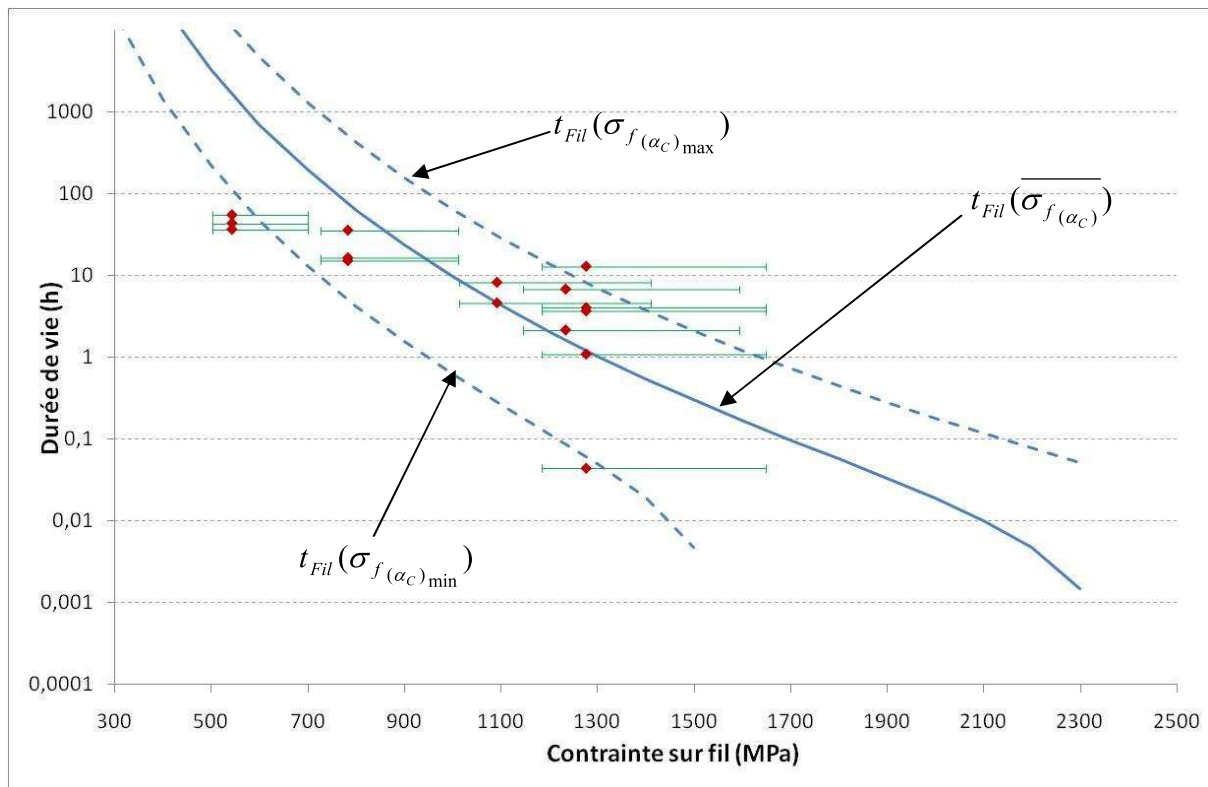


Figure V-18: courbes de prévision de la durée de vie d'un minicomposite à matrice B₄C en prenant en compte le ralentissement de la fissuration sous-critique par la formation instantanée de B₂O₃

c. Application d'un modèle de réduction de diamètre des fibres à 1000°C

L'étude fractographique en microscopie électronique à balayage montre que les fibres s'oxydent très rapidement (**images V-8**, **V-9**). D'après la littérature, la formation de verre B₂O₃ accélère l'oxydation des fibres en carbure de silicium à partir de 800°C [Garitte2007]. Le modèle de réduction de diamètre présenté ici est similaire à celui présenté au Chapitre 3 (**Ch. III-3-a**). On pose l'hypothèse que les fibres commencent à s'oxyder quand la couche de B₄C a disparu (**V-16**) :

$$t_{\text{miniB4C}} = t_{\text{oxydation B4C}} + t_{\text{Fil (red. diam)}} \quad (\text{V-16})$$

t_{miniB4C} est la durée de vie du minicomposite à matrice B₄C, $t_{\text{oxydation B4C}}$ est la durée d'oxydation totale de la matrice B₄C (**V-17**) et $t_{\text{Fil(red. diam)}}$ est la durée de vie d'un fil en appliquant un modèle de réduction de diamètre.

$$t_{\text{oxydation B}_4\text{C}} = \frac{e_{\text{B}_4\text{C}}^2(t=0)}{k'_p(\text{B}_4\text{C})} \quad (\text{V-17})$$

$e_{\text{B}_4\text{C}}(t=0)$ est l'épaisseur de matrice B₄C autour des fibres avant oxydation et $k'_p(\text{B}_4\text{C})$ est la constante cinétique d'oxydation de la matrice B₄C (I-45). $e_{\text{B}_4\text{C}}$ est obtenue grâce à la connaissance de la section moyenne du minicomposite $S_{\text{miniB}_4\text{C}}$ (tableau V-1) et du rayon moyen des fibres avant oxydation $r_f(t=0)$ (V-18) (V-19):

$$e_{\text{B}_4\text{C}}(t=0) = \sqrt{\frac{S_{\text{miniB}_4\text{C}}}{N_0 \cdot \Pi} - r_f(t=0)^2} \quad (\text{V-18})$$

$$r_f(t=0) = \sqrt{\frac{S_{\text{Fil}}}{N_0 \cdot \Pi}} = 7,00 \mu\text{m} \quad (\text{V-19})$$

Avec $N_0 = 500$ et $S_{\text{Fil}} = 77000 \mu\text{m}^2$ ($7,7 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2$) (tableau II-1)

La durée de vie du fil par réduction de diamètre est contrôlée par la cinétique de report de charge sur les fibres σ_{fibres} (V-20) au fur et à mesure que leur rayon diminue. Quand la contrainte appliquée sur les fibres atteint la contrainte de rupture du monofilament critique $\sigma_{f(\alpha_c)}$, le fil rompt pour la durée de vie $t_{\text{Fil (red. diam.)}}$.

$$\sigma_{\text{fibres}} = E_{\text{Hi-Nicalon}} \cdot m \cdot g \cdot \frac{1}{E_{\text{Hi-Nicalon}} \cdot S_{\text{Fil}}(t) + E_{\text{B}_4\text{C}} \cdot S_{\text{B}_4\text{C}}(t)} \quad (\text{V-20})$$

$S_{\text{Fil}}(t)$ et $S_{\text{B}_4\text{C}}(t)$ représentent les sections de fil et de matrice B₄C lors de l'essai de fatigue statique sous air à haute température. Elles évoluent au cours du temps à cause de leur oxydation rapide (V-21) (V-22):

$$S_{\text{B}_4\text{C}}(t) = N_f \cdot \Pi \cdot \left[\left[e_{\text{B}_4\text{C}}(t=0) + r_f(t=0) - \sqrt{k'_p(\text{B}_4\text{C}) \cdot t} \right]^2 - r_f^2 \right] \quad (\text{V-21})$$

$$S_{\text{Fil}}(t) = N_f \cdot \Pi \cdot \left[r_f(t=0) - \sqrt{k'_{p(\text{B}_2\text{O}_3)}(\text{Hi-Ni}) \cdot t} \right]^2 \quad (\text{V-22})$$

Avec $k'_{p(\text{B}_2\text{O}_3)}(\text{Hi-Ni})$ la constante cinétique d'oxydation des fibres Hi-Nicalon sous air en présence d'oxyde B₂O₃.

La durée de vie moyenne du fil par réduction de diamètre $\overline{t_{\text{Fil (red. diam.)}}}$ est obtenue lorsque $\overline{\sigma_{\text{fibres}}} = \overline{\sigma_{f(\alpha_c)}}$ (tableau III-2) (V-23):

$$\overline{t_{\text{Fil (red. diam.)}}} = \frac{1}{k'_p(\text{Hi-Ni})} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\overline{\sigma_{\text{fibres}}} \cdot r_f(t=0)^2}{\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}}}} \right]^2 \quad (\text{V-23})$$

$k'_{p(\text{B}_2\text{O}_3)}(\text{Hi-Ni})$ est paramétrée à partir des résultats expérimentaux de durée de vie car la cinétique d'oxydation des fibres dans B₂O₃ n'est pas connue à 1000°C. L'influence des paramètres statistiques est également prise en compte en calculant les durées de vie minimales $t_{\text{Fil (red. diam.)min}}$ et

maximales $t_{Fil (red. diam)max}$ pour les valeurs de $\sigma_{f(\alpha_c)}$ minimales et maximales dont les valeurs sont données dans le **tableau III-2 (V-24) (V-25)** .

$$t_{Fil(red.diam)min} = \frac{1}{k'_p(Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f fibres} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c)min}}} \right]^2 \quad (V-24)$$

$$t_{Fil(red.diam)max} = \frac{1}{k'_p(Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f fibres} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c)max}}} \right]^2 \quad (V-25)$$

Les prévisions de durée de vie moyennes, minimales et maximales d'un minicomposite à matrice B₄C s'écrivent de la façon suivante **(V-26) (V-27) (V-28)**:

$$t_{miniB_4C} = \frac{e_{B_4C}^2(t=0)}{k'_p(B_4C)} + \frac{1}{k'_p(Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f fibres} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c)}}} \right]^2 \quad (V-26)$$

$$t_{miniB_4Cmin} = \frac{e_{B_4C}^2(t=0)}{k'_p(B_4C)} + \frac{1}{k'_p(Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f fibres} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c)min}}} \right]^2 \quad (V-27)$$

$$t_{miniB_4Cmax} = \frac{e_{B_4C}^2(t=0)}{k'_p(B_4C)} + \frac{1}{k'_p(Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f fibres} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c)max}}} \right]^2 \quad (V-28)$$

Les constantes d'entrée du modèle utilisées dans cette modélisation sont récapitulées dans le **tableau V-3**. La **figure V-19** représente les courbes d'endurance obtenues par le modèle de réduction de diamètres des fibres.

$S_{miniB_4C} (\mu m^2)$	$e_{B_4C}(t=0) \mu m$	$r_f(t=0) \mu m$	$k'_p(B_4C) \mu m^2/h$	$k'_{pB_2O_3}(Hi-Ni) \mu m^2/h$	$\overline{\sigma_{f(\alpha_c)}} (MPa)$	$\sigma_{f(\alpha_c)min} (MPa)$	$\sigma_{f(\alpha_c)max} (MPa)$
410000	9,21	6,87	45,9	1,5	2376	1568	3185

Tableau V-3: paramètres d'entrée du modèle de réduction de diamètre des fibres à 1000°C

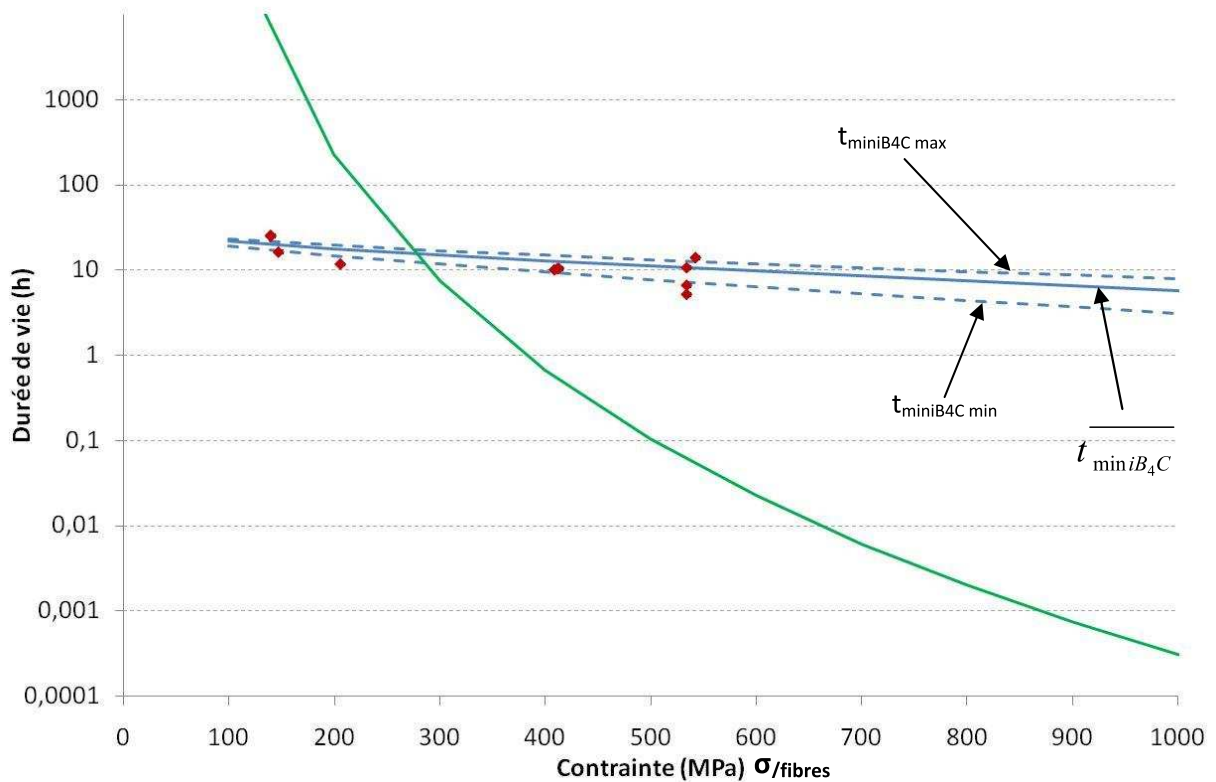


Figure V-19: courbes des prévisions moyennes, minimales et maximales de la durée de vie en appliquant le modèle de réduction de diamètre (en bleu) – comparaison avec la prévision moyenne par la loi de fissuration lente (en vert)

Remarque :

En connaissant l'évolution de la contrainte exercée sur les fibres au cours du temps, il est possible de connaître l'évolution de la déformation au cours du temps puisque la déformation du minicomposite est identique à celle des fibres (V-29):

$$\epsilon_{\text{miniB}_4\text{C}} = \frac{\sigma_{\text{fibres}}}{E_{\text{Hi-Nicalon}}} \quad (\text{V-29})$$

Les figures V-20 et V-21 représentent les déformations modélisées pour deux conditions d'essai différentes pour $E_{\text{Hi-Nicalon}}$ constant. Elles sont comparées aux mesures expérimentales de déformation. La déformation modélisée est en accord avec celle mesurée expérimentalement même si un léger décalage est observé. Ce léger décalage donne à penser que $E_{\text{Hi-Nicalon}}$ varie peu.

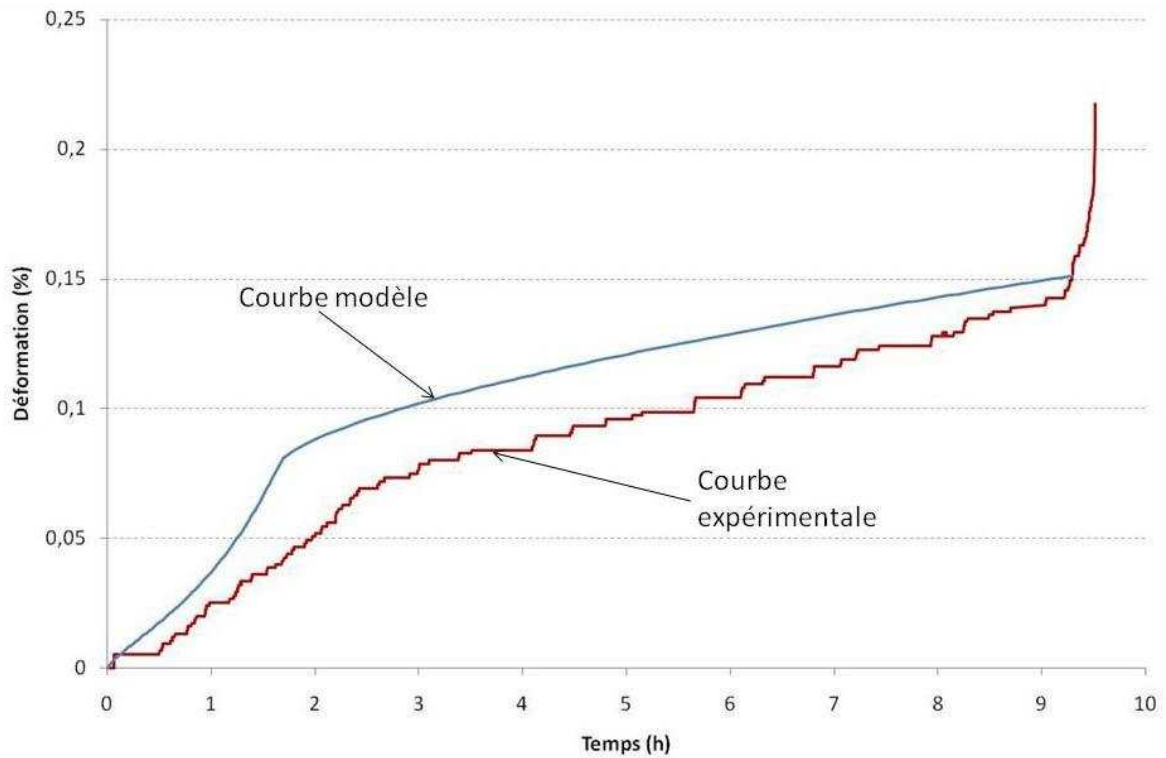


Figure V-20: essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1000°C, durée de vie : 9,5 h, force appliquée : 30,6 N (comparaison modèle – expérience)

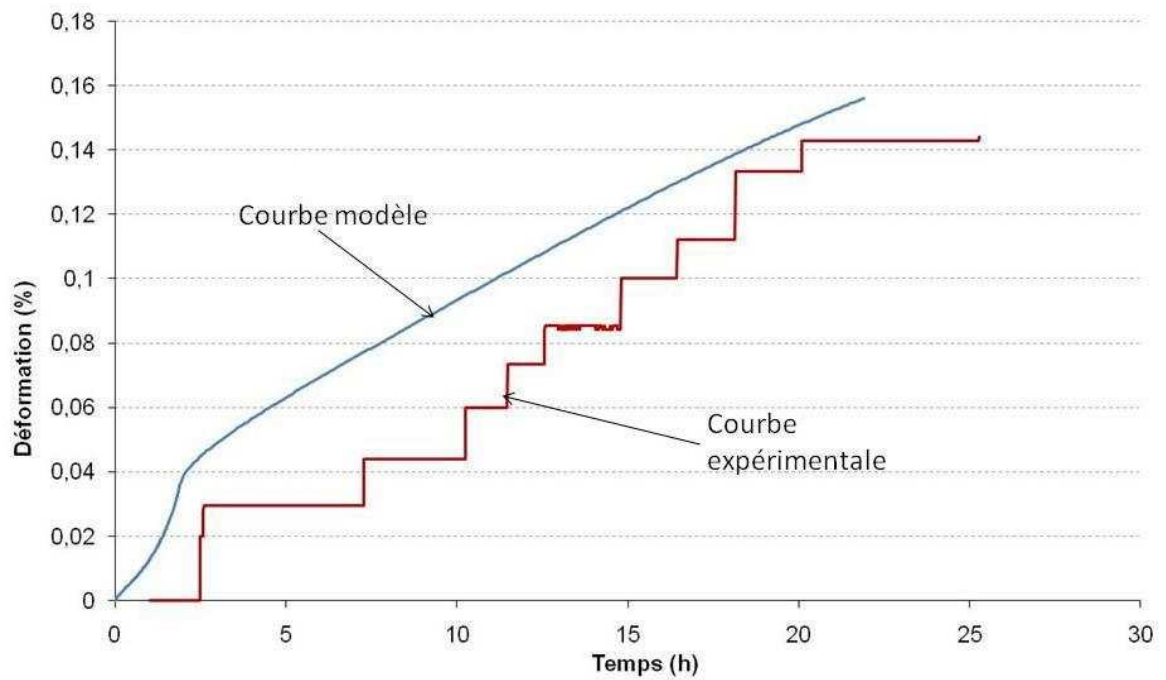


Figure V-21: essai de fatigue statique avec mesure de la déformation à 1000°C, durée de vie : 25 h, force appliquée : 10,4 N (comparaison modèle – expérience)

d. Application d'un modèle de réduction de diamètre des fibres à 1200°C

Pour estimer la durée de vie à 1200°C, un modèle de réduction de diamètre a été appliqué. En effet c'est la réduction accélérée du diamètre des fibres qui entraîne la rupture du minicomposite à matrice B₄C. Le modèle de durée de vie est le même qu'à 1000°C sauf qu'on considère que la matrice B₄C s'oxyde totalement pendant la montée en température des fours : la matrice B₄C est totalement oxydée en B₂O₃ au départ de l'essai de fatigue statique (V-30) (V-31) (V-32) (V-33):

$$t_{\text{miniB}_4\text{C}} = t_{\text{Fil (red. diam)}} \quad (\text{V-30})$$

$$t_{\text{miniB}_4\text{C}} = \frac{1}{k'_p (Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f \text{ fibres}} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c)}}} \right]^2 \quad (\text{V-31})$$

$$t_{\text{miniB}_4\text{C min}} = \frac{1}{k'_p (Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f \text{ fibres}} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c) \text{ min}}}} \right]^2 \quad (\text{V-32})$$

$$t_{\text{miniB}_4\text{C max}} = \frac{1}{k'_p (Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f \text{ fibres}} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c) \text{ max}}}} \right]^2 \quad (\text{V-33})$$

Le **tableau V-4** rassemble les paramètres d'entrée du modèle et la **figure V-22** représente les courbes de prévision de durée de vie moyenne, minimale et maximale en appliquant un modèle de réduction de diamètre à 1200°C. Comme précédemment à 1000°C, il apparaît que la durée de vie est contrôlée par la réduction de diamètre.

$S_{\text{miniB}_4\text{C}} (\mu\text{m}^2)$	$e_{\text{B}_4\text{C}}(t=0) \mu\text{m}$	$r_f(t=0) \mu\text{m}$	$k'_{p\text{B}_2\text{O}_3}(\text{Hi-Ni}) \mu\text{m}^2/\text{h}$	$\sigma_{f(\alpha_c)} (\text{MPa})$	$\sigma_{f(\alpha_c) \text{ min}} (\text{MPa})$	$\sigma_{f(\alpha_c) \text{ max}} (\text{MPa})$
410000	9,21	6,87	15	2376	1568	3185

Tableau V-4: paramètres d'entrée du modèle de réduction de diamètre des fibres à 1200°C

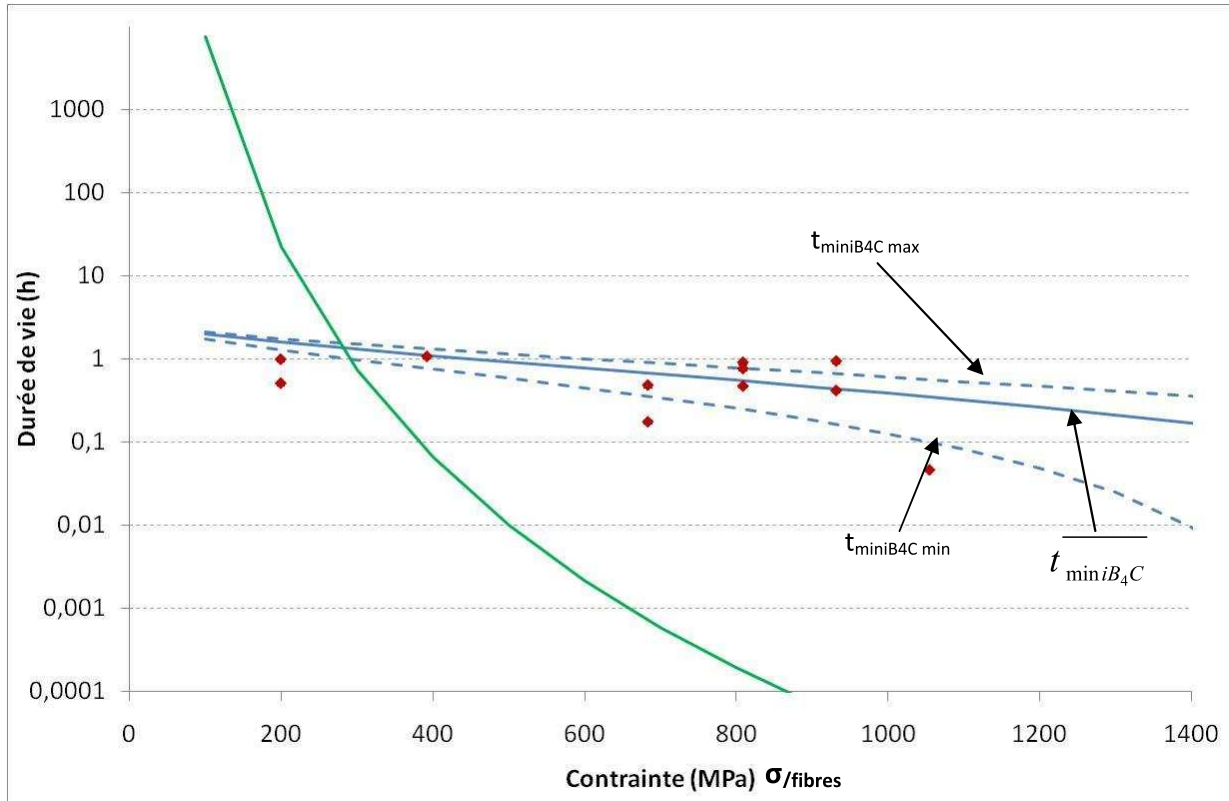


Figure V-22: courbes des prévisions moyennes, minimales et maximales de la durée de vie en appliquant le modèle de réduction de diamètre (en bleu) – comparaison avec la prévision moyenne par la loi de fissuration lente (en vert)

Conclusions :

- A 900°C, le mécanisme de fissuration sous-critique ralenti par la formation d'oxyde B₂O₃ cicatrisant est prépondérant en dessous de 15 heures d'essai. Au dessus de cette durée, la rupture est contrôlée par un mécanisme de fluage typique de phénomènes diffusionnels.
- A 1000°C, la matrice B₄C disparaît très rapidement et la formation massive de verre B₂O₃ accélère la cinétique d'oxydation des fibres. le mécanisme conduisant à la rupture est un phénomène de report de charge sur les fibres jusqu'à leur contrainte de rupture par simple phénomène de réduction de diamètre. Les durées de vie obtenues ne dépassent pas la journée quelle que soit la contrainte appliquée.
- A 1200°C, le phénomène de rupture est identique à celui observé à 1000°C. Seule la cinétique d'oxydation des fibres augmente, ce qui conduit à des durées de vie ne dépassant pas l'heure quelle que soit la contrainte appliquée.
- A 900°C, la prévision de la durée de vie est évaluée par un modèle de fissuration lente ralenti par la cicatrisation des fissures par B₂O₃. Une fonction retard intervient dans la constante A du modèle:

$$A = A_0 \cdot \exp\left(\frac{E_a}{RT} + F_{B_2O_3}\right) \quad (V-15)$$

- A 1000°C et 1200°C, un modèle de réduction de diamètre contrôlée par l'oxydation des fibres dans B₂O₃ permet de prévoir la durée de vie :

$$\overline{t_{\min iB_4C}} = \frac{1}{k'_p(Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f \text{ fibres}} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c)}}} \right]^2 \quad (V-31)$$

$$t_{\min iB_4C \min} = \frac{1}{k'_p(Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f \text{ fibres}} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c) \min}}} \right]^2 \quad (V-32)$$

$$t_{\min iB_4C \max} = \frac{1}{k'_p(Hi - Ni)} \left[r_f(t=0) - \sqrt{\frac{\sigma_{f \text{ fibres}} \cdot r_f(t=0)^2}{\sigma_{f(\alpha_c) \max}}} \right]^2 \quad (V-33)$$

Conclusion générale et perspectives

Ces travaux de thèse au LCTS s'inscrivent dans un contexte plus large de prévision de la durée de vie de structures en matériau composite. Cette première approche multi-échelle à très haute température permet de comprendre les mécanismes de rupture en fatigue statique et leur prépondérance en fonction de la température, des matériaux considérés et de l'atmosphère. L'approche microscopique des mécanismes est destinée à alimenter des modèles permettant une prévision précise de la durée de vie.

A l'aide de moyens d'essais uniques développés au laboratoire, des essais de fatigue statique sous air avec mesure des déformations ont pu être effectués sur des fils Hi-Nicalon, des composites unidirectionnels à matrice céramique et à matrice autocicatrisante. L'analyse des résultats, la caractérisation microscopique et spectroscopique des faciès de rupture permettent de proposer et valider plusieurs modèles de prévision de la durée de vie. Ces modèles s'appuient sur un grand nombre de données expérimentales.

Ce mémoire de thèse examine également la dispersion des durée de vie. Les raisons de cette dispersion ont été identifiées :

- l'incertitude sur la contrainte appliquée qui peut être importante suivant le nombre de fibres cassées avant essai,
- la dispersion statistique de la contrainte à rupture des fils,
- les phénomènes qui affectent le processus de fissuration sous-critique.

Le tableau suivant récapitule les mécanismes intervenant dans la rupture des différents matériaux de l'étude lors d'essais de fatigue statique sous air. Il met en évidence les limites de l'oxyde autocicatrisant B_2O_3 . En effet, il accélère la cinétique d'oxydation des fibres à partir de 1000°C. Le mécanisme de réduction de diamètre devient alors prépondérant par rapport au mécanisme de fissuration sous-critique des fibres.

Température	900°C	1000°C	1200°C
Fil Hi-Nicalon	<ul style="list-style-type: none"> - Rupture par fissuration sous-critique 	<ul style="list-style-type: none"> - Rupture par fissuration sous-critique ralentie par formation de silice protectrice. - Chute de la contrainte de rupture par augmentation des pontages entre fibres 	<ul style="list-style-type: none"> - Rupture par fissuration sous-critique ralentie par formation de silice protectrice. - Chute de la contrainte de rupture par augmentation des pontages entre fibres - Fluage à partir d'une contrainte appliquée de 200 MPa (de type Rachinger : glissement aux joints de grains)
Minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/SiC	<ul style="list-style-type: none"> - Disparition quasi-instantanée de l'interphase de pyrocarbone au niveau des fissures matricielles - Rupture par fissuration sous-critique ralentie par la présence de matrice SiC protectrice 	<ul style="list-style-type: none"> - Disparition quasi-instantanée de l'interphase de pyrocarbone au niveau des fissures matricielles - Rupture par fissuration sous-critique ralentie par la présence de matrice SiC protectrice 	<ul style="list-style-type: none"> - Rupture par fissuration sous-critique ralentie par la présence de matrice SiC protectrice et par la formation de silice dans les fissures matricielles et autour des fibres. - Fluage des fibres (de type Rachinger : glissement aux joints de grains)
Minicomposite Hi-Nicalon/type PyC/B₄C	<p>En dessous de 15 heures d'essai :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Oxydation de la matrice B₄C en surface et dans les fissures matricielles - Bouchage des fissures matricielles par le verre B₂O₃ issu de l'oxydation de la matrice - Interphase de pyrocarbone et fibres non oxydées à cœur du minicomposite - Fissuration sous-critique ralentie par la formation de verre B₂O₃ protecteur <p>Au dessus de 15 heures d'essai :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Dégradaation des fibres par oxydation accélérée (dissolution de la silice protectrice par le B₂O₃ liquide) 	<ul style="list-style-type: none"> - Oxydation homogène de la matrice B₄C et oxydation totale rapide de la matrice et de l'interphase de pyrocarbone - Formation d'un verre B₂O₃ liquide non cicatrisant, voire agressif vis-à-vis des fibres - Accélération de l'oxydation des fibres à cause de la dissolution de la silice protectrice par B₂O₃ - Rupture du minicomposite par mécanisme de réduction de diamètre. - Fluage des fibres 	<ul style="list-style-type: none"> - Oxydation homogène de la matrice B₄C et oxydation totale rapide de la matrice et de l'interphase de pyrocarbone - Formation d'un verre B₂O₃ liquide non cicatrisant, voire agressif vis-à-vis des fibres - Accélération de l'oxydation des fibres à cause de la dissolution de la silice protectrice par B₂O₃ - Rupture du minicomposite par mécanisme de réduction de diamètre. - Fluage des fibres

Tableau: mécanismes d'endommagement et de rupture des matériaux de l'étude lors d'essais de fatigue statique sous air à très haute température

Les différents mécanismes contrôlant la rupture différée et les facteurs responsables de la variabilité ont été introduits dans les modèles de fissuration sous-critique :

- Le modèle de fissuration sous-critique ralenti par la formation de silice protectrice : à partir de 1000°C, une couche épaisse de silice se forme rapidement. Cet oxyde provient de l'oxydation des fibres et limite l'accès de l'oxygène aux fibres. La vitesse d'avancée de la fissure est ralentie. Ce phénomène se traduit dans le modèle de fissuration sous-critique par l'introduction d'une fonction retard dans la constante A du modèle (**Ch.III-3**). Celle-ci est opérationnelle lorsqu'une quantité suffisante de silice s'est formée. Ce modèle de durée de vie s'applique pour les fils Hi-Nicalon mais il décrit aussi la durée de vie minimale des composites à matrice SiC lorsque la matrice est totalement fissurée.
- Le modèle de fissuration sous-critique ralenti avec prise en compte des interactions interfibres : ce modèle s'applique aux fils Hi-Nicalon. La formation massive d'oxyde entraîne un ralentissement de la vitesse de fissuration lente mais aussi la formation de pontages entre fibres diminuant la contrainte de rupture du fil (**Ch. III-4**)
- Le modèle de fissuration sous-critique ralenti par présence de matrice SiC protectrice : lorsque la matrice SiC n'est pas totalement fissurée, certaines fibres critiques sont toujours protégées par la matrice et l'accès de l'oxygène jusqu'aux fibres est limité. Une fonction retard est introduite dans le modèle et celle-ci est opérationnelle instantanément (**Ch.IV-5-c-ii**). Ce modèle de durée de vie s'applique pour les minicomposites à matrice SiC.
- Dans le cas le plus favorable, les effets de protection par la silice et par la matrice s'ajoutent. Les deux fonctions retard sont introduites dans le modèle. Ce modèle décrit les durées de vie maximales observées lors des essais de fatigue statique sur minicomposites à matrice SiC sous air à 1200°C (**Ch. IV-5-c-iii**).
- Le modèle de fissuration sous-critique ralenti par formation de verre B_2O_3 cicatrisant : ce modèle s'applique à 900°C sur les minicomposites à matrice B_4C pour des durées d'essai inférieures à 15 heures environ. Le verre formé par l'oxydation du B_4C comble les fissures matricielles et protège les fibres de l'oxydation. L'efficacité de cette protection est introduite dans le modèle à l'aide d'une fonction retard opérationnelle instantanément grâce à la formation très rapide d'oxyde B_2O_3 (**Ch. V-5-b**)
- Le modèle de réduction de diamètre : lorsque la cinétique de réduction de diamètre est supérieure à la cinétique d'avancée de fissure, la durée de vie est contrôlée par la cinétique d'oxydation des fibres. A cause des faibles caractéristiques mécaniques de l'oxyde formé, la charge sur les fibres augmente jusqu'à atteindre la contrainte de rupture du matériau. Ce modèle caractérise la durée de vie des minicomposites à matrice B_4C à partir de 1000°C. en effet, le verre B_2O_3 formé par oxydation du B_4C augmente très fortement la cinétique d'oxydation des fibres ce qui rend le mécanisme de réduction de diamètre prépondérant par rapport au mécanisme de fissuration sous-critique (**Ch. V-5-c, Ch. V-5-d**).

Remarque : le mécanisme de fluage semble entraîner la rupture des fils Hi-Nicalon à 1200°C pour des contraintes supérieures à 200 MPa mais le phénomène n'a pas été modélisé.

Il convient de terminer ce mémoire par quelques perspectives :

- Ces travaux fournissent des données pour l'étude des composites 2D et de structures composites. O. Loseille est en 3^e année de thèse au LCTS et étudie la durée de vie des matériaux composites 2D à haute température.
- Au vu de la dispersion importante des durées de vie, des approches statistiques et fiabilistes devront être menées. O. Loseille travaille également dans ce domaine.
- Les mécanismes identifiés dans ce travail et les modèles de durée de vie pourront être introduits progressivement dans des logiciels de calcul permettant de prévoir la durée de vie de structures composites. Ces travaux sont réalisés par M. Genet à l'ENS Cachan et par Pierre Pineau au LCTS. Des essais très longue durée sont également réalisés sur composites à matrice autocicatrisante au CEAT dans le cadre du CPR « Modélisation-extrapolation-validation de la durée de vie des composites à matrice céramique autocicatrisante ». Ces essais visent à confirmer les prévisions théoriques.

ANNEXE A

DETERMINATION DE LA COMPLAISANCE SYSTEME

I. METHODES DE CALCUL DE LA COMPLAISANCE

i. Complaisance de Wilfried Gauthier

C'est la valeur obtenue à partir des travaux de Wilfried Gauthier : $C_{S,WG} = 0,0003 \text{ mm/N}$.

Cette valeur de complaisance système donne des valeurs de γ (nombre de fibre rompues avant essai) négatifs.

ii. Complaisance expérimentale

Il s'agit de la complaisance obtenue à partir des résultats de traction monotone pour des longueurs de jauge de 25 mm, 50 mm et 75 mm, selon la prénorme européenne ENV 1007-5 (1998).

Pour chaque essai de traction monotone, le coefficient directeur de la partie linéaire des courbes de traction est calculé (*figure 1*).

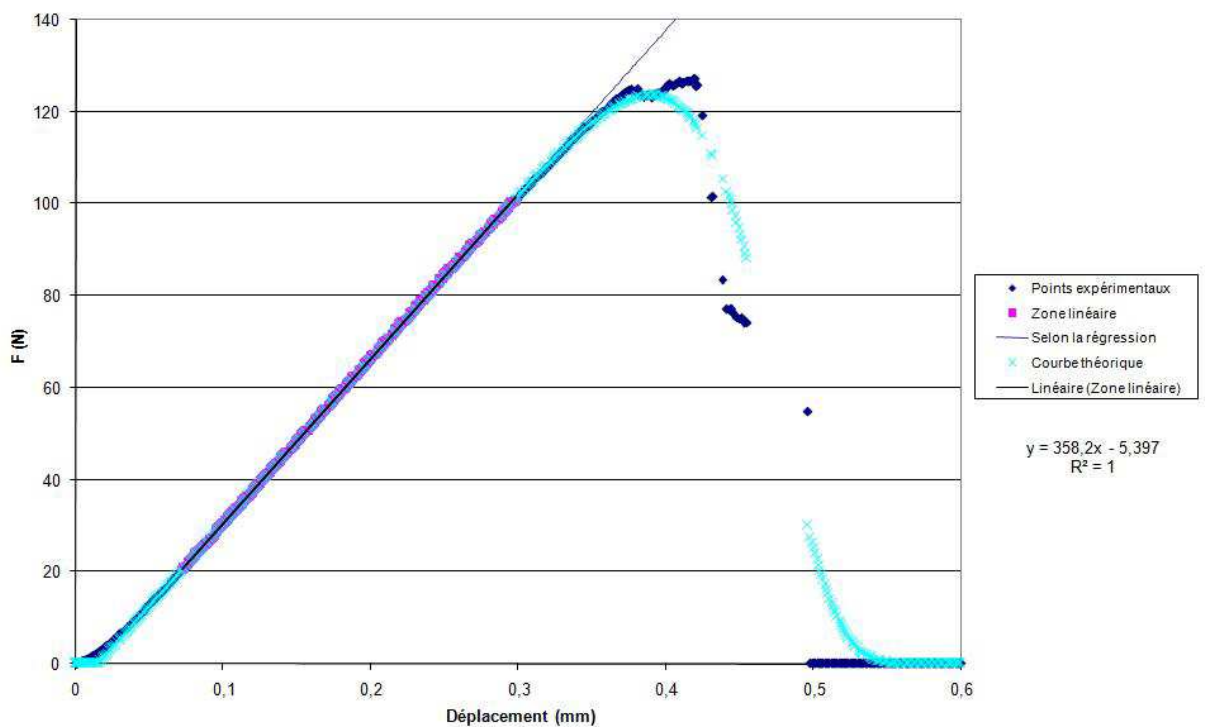


Figure 1 : Courbe d'évolution de la force en fonction du déplacement pour un essai de traction monotone

Ce coefficient directeur correspond à l'inverse de la complaisance totale $C_{t,0}$ chaque essai (1).

$$\text{Pente} = \frac{1}{C_{t,0}} \quad (1)$$

Les valeurs de la complaisance en fonction de la longueur de jauge sont représentées sur la **figure 2**. Une régression linéaire est réalisée sur les trois nuages de points correspondant aux trois longueurs de jauge et la complaisance système $C_{S,RL}$ est égale à l'ordonnée à l'origine **(2)**.

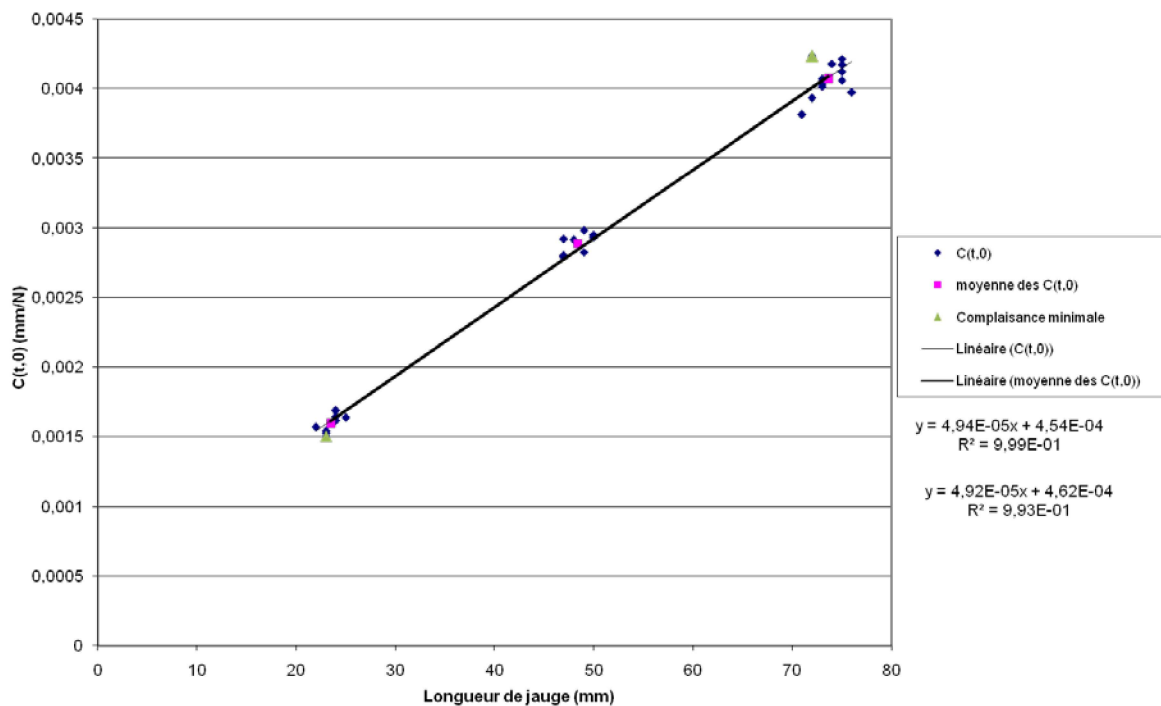


Figure 2 : Détermination de la complaisance système par régression linéaire sur les complaisances totales des différents essais

$$C_{S,RL} = 0,000458 \text{ mm/N (2)}$$

Les valeurs de complaisance $C_{t,0}$ ne sont pas parfaitement reproductibles pour chaque longueur de jauge et cette méthode de calcul de la complaisance système reste approximative.

Cette valeur de complaisance, appliquée par la suite aux différents essais de traction monotone, mène elle aussi à des valeurs de γ négatifs. γ représentant la fraction de fibres rompues avant essai, une valeur négative de γ implique que la valeur de la complaisance système est surestimée.

iii. Complaisance selon la méthode AT/JL

Il s'agit d'une méthode "statistique" : statistiquement, l'essai correspondant au γ le plus faible sur la totalité des essais réalisés est considéré comme ayant un γ nul en réalité. La valeur correspondante de la complaisance système est calculée pour cet essai particulier (γ nul), et c'est cette complaisance système qui est appliquée par la suite pour les autres essais (**tableau 1**).

La complaisance système obtenue $C_{S,AT/JL} = 0,000263 \text{ mm/N (3)}$ correspond en fait à une valeur maximale de la complaisance système au-delà de laquelle certains γ deviennent négatifs.

	γ (pour $C_S = C_{S,RL}$)	γ (pour $C_S = C_{S,AT/JL}$)
Jauge de 25 mm	-0,055	0,000
	-0,010	0,041
	0,021	0,070
	0,017	0,066
	0,007	0,058
	0,031	0,079
	0,008	0,057
	-0,040	0,017
	0,004	0,055
	-0,005	0,049
	0,003	0,054
	0,062	0,108
Jauge de 50 mm	0,069	0,137
	0,009	0,085
	0,013	0,089
	0,049	0,119
	0,055	0,122
	-0,004	0,072
	0,005	0,077
	0,015	0,086
Jauge de 75 mm	0,038	0,181
	-0,061	0,103
	-0,070	0,098
	-0,039	0,120
	-0,022	0,125
	0,058	0,187
	0,032	0,168
	0,054	0,188

Tableau 1 : Valeurs de γ pour les complaisances système calculées selon la prénorme ENV 1007-5 et la méthode AT/JL

iv. Complaisance expérimentale minimale

Afin de déterminer un encadrement plus précis de la complaisance totale (la méthode AT/JL reste une approximation), une valeur minimale $C_{S,RLmin}$ de la complaisance système est calculée **(4)**.

A partir des extrema des résultats expérimentaux, cette complaisance système minimale est déterminée par régression linéaire en appliquant la méthode de détermination de la complaisance du paragraphe ii.

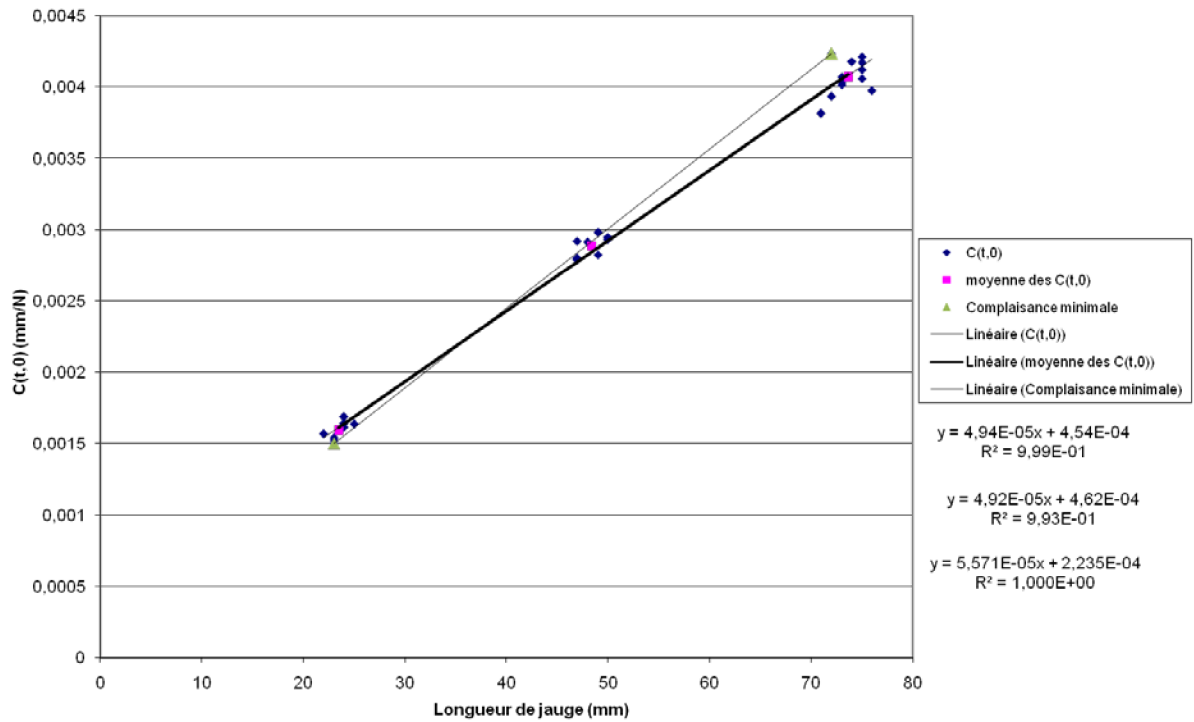


Figure 3 : Détermination de la complaisance système par régression linéaire sur les extrema des complaisances totales

$$C_{S,RLmin} = 0,000224 \text{ mm/N (4).}$$

II. CONCLUSION

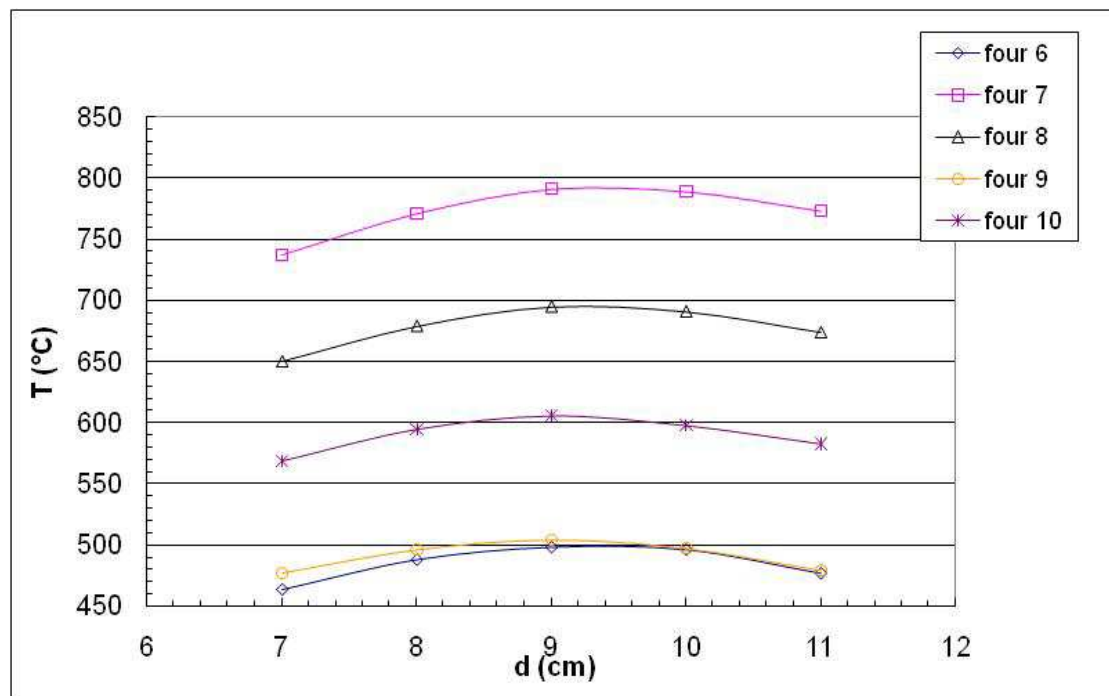
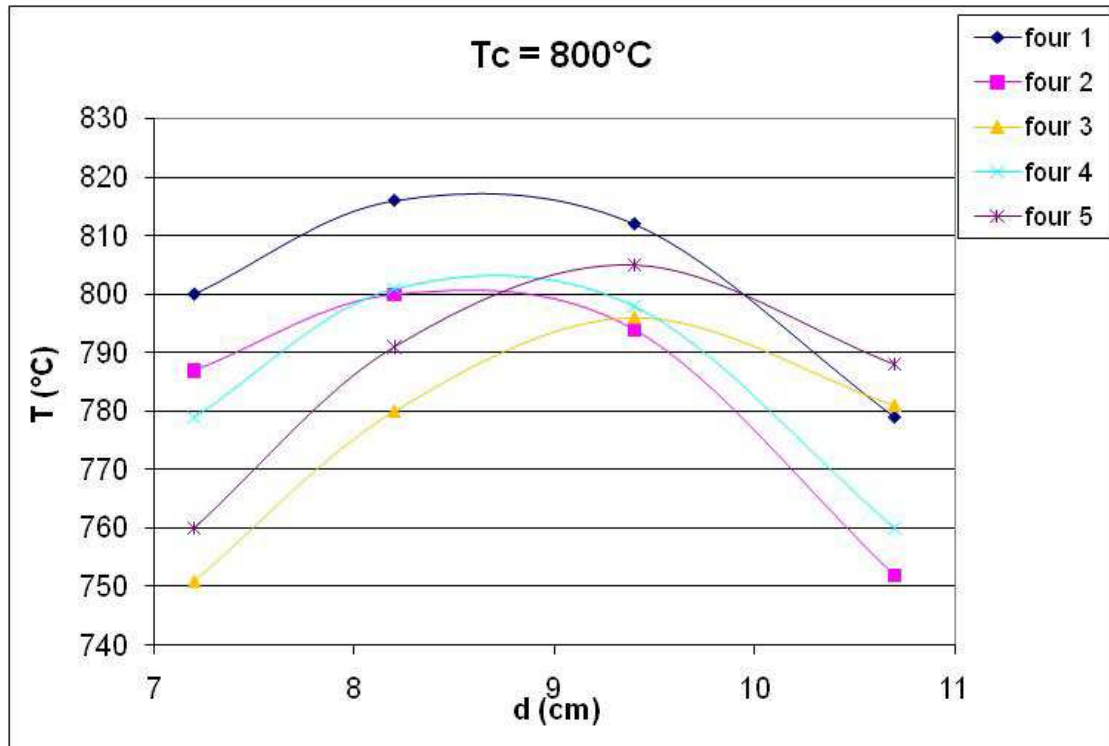
Un encadrement pertinent de la valeur de la complaisance totale est obtenu, soit **(3) (4) (5)**:

$$C_{S,RLmin} \leq C_s \leq C_{S,AT/JL} \text{ (mm/N)}$$

$$0,000224 \leq C_s \leq 0,000263 \text{ (mm/N) (5)}$$

Annexe B

Profil thermique des fours du banc d'essai de fatigue statique utilisé pour les essais sur fils à 900°C et 1000°C



Annexe C

Fatigue statique sous air de minicomposites et fils céramiques à haute température sous air. Mode d'emploi

a. Avant de démarrer l'essai (Image 1)

- Mettre la machine en route :
 - Démarrer la machine à l'aide de l'interrupteur général situé sur le côté de l'armoire électrique.
 - Mettre sous tension chaque four et appareil de contrôle à l'aide des interrupteurs particuliers situés sur la face avant du four.
 - Démarrer le système d'acquisition de la déformation **Spider 8**: le voyant « **power** » s'allume en vert et le voyant « **transfer** » clignote en orange si les capteurs sont correctement connectés.
 - Lorsque le voyant « **error** » clignote, l'acquisition de la déformation ne fonctionne pas (problème de connexion des capteurs).

- Mettre le système informatique en route :
 - Sur le bureau de l'ordinateur ouvrir le dossier **Spider 8** et démarrer le programme labview nommé « **Fatigue-Fluage 3.0.vi** ».
 - Entrer la valeur du pas de mesure de déformation (ms) et cliquer à l'aide de la souris sur la flèche de démarrage du programme en haut à gauche.
 - Le fichier « **essai 1** » s'ouvre automatiquement, cliquer sur « **essai.txt** » : ce fichier texte enregistre les valeurs de déformation pour chaque essai.

b. Préparation des échantillons (image 2)

Les échantillons sont préparés suivant le mode d'emploi MD06-0712A référencé dans la base de données GEDEON. Le fil ou le minicomposite est fixé entre 2 talons en alumine usinés à l'aide d'un ciment spécifique aux domaines de température d'essai :

- Colle base alumine (AREMCO CERAMABOND 503) jusqu'à 800°C
- Colle base Zircone (SAUEREISEN CEMENT 8) entre 800°C et 1000°C
- Colle base nitrure d'aluminium (AREMCO CERAMABOND 865) entre 1000°C et 1400°C

Remarque : la surface de contact entre la colle et le minicomposite est plus faible que celle d'un fil pour une même longueur de collage : les talons alumine utilisés ont donc une zone de collage plus grande (40 mm au lieu de 20 mm).

c. Installation des échantillons

Les échantillons sont installés sur la machine selon le mode opératoire suivant :

- Placer les poids correspondant à la charge désirée sur le plateau. Il faut bien sûr tenir compte de la masse des plateaux et du système d'accrochage dans le calcul de la charge (fours 1 et 2 : $m = 0,271 \text{ kg}$; four 3 : $m = 1,560 \text{ kg}$).
- Introduire délicatement l'éprouvette à l'intérieur du four.
- Goupiller le mors alumine supérieur sur la chaîne à l'aide du clou prévu à cet effet (**Image 3**).
- Placer les deux feuilles isolantes sur le dessus du four autour du talon alumine afin d'éviter l'effet cheminée (**Image 3**).
- Goupiller le mors inférieur à la tige filetée sans application de la charge et mettre en place le capteur de déplacement.
- Aligner la charge avec l'éprouvette.
- Vérifier que la pointe du capteur soit en contact avec l'aimant du levier (**image 4**).

d. Mise en chauffe des fours (image 5)

- Une fois l'échantillon accroché et le capteur de déplacement mis en place, mettre en chauffe le four à l'aide de l'appareil de contrôle de la température correspondant de la marque EUROTHERM.
- Pour programmer la température de consigne désirée choisir « **ProG LiSt** » dans le menu déroulant du programmeur et appuyer sur la touche « **entrée** ».
- Dans « **ProG LiSt** » faire défiler le programme à l'aide de la touche « **entrée** » et programmer la température de consigne dans « **tGt** » à l'aide des flèches.
- Appuyer en même temps sur « **menu déroulant** » et « **entrée** » pour revenir à l'écran de départ
- Faire défiler le menu, entrer dans « **run LiSt** ». Entrer dans « **StAt** » et choisir « **run** » à l'aide des flèches pour démarrer le programme.

Remarque : pour connaître la température à programmer sur l'EUROTHERM correspondant à la température au milieu de l'échantillon, consulter les abaques situés sur une des portes de la machine.

e. Mise en charge de l'éprouvette une fois la température de consigne atteinte

- Un système de bras de levier aimanté relie la charge au capteur de déplacement : régler et serrer la butée qui repose sur le bras de levier de telle façon que la pointe du capteur soit entièrement ressortie (**image 4**).
- Mettre en charge l'éprouvette en descendant le monte-charge très lentement.
- Lorsque le plateau ne touche plus le monte-charge, lancer le programme de mesure de déformation. A l'aide de la souris, entrer le pas de temps désiré et baisser le levier qui démarre la mesure de déformation (**image 6**).
- La mesure de la déformation de l'éprouvette est retransmise en direct sur les écrans « **essai 0** », « **essai 1** » et « **essai 2** » (**image 6**).

Remarque : **essai 0** correspond au **four 1**

Essai 1 correspond au **four 2**

Essai 2 correspond au **four 3**

Essai 3 correspond à la déformation témoin (capteur relié à aucune charge)

f. Arrêt de l'essai

- Lorsque l'éprouvette a rompu, éteindre le four par le système de contrôle EUROTHERM : dans le menu « **run LiSt** » choisir « **Stat off** » à l'aide des flèches.
- Arrêter le programme informatique en levant le levier correspondant à l'essai. Enregistrer l'essai en cliquant sur « **création fichier** » (*image 6*)

g. Récupération des données

- Dans l'ordinateur, aller dans « **C** » et récupérer les données enregistrées en fichier texte.
 - **essaiXt** collecte les données temps en ms
 - **essaiXd** collecte les données déplacement du capteur en mm
 - **essaiXfinal** collecte les données temps et déplacement en s et mm.

X = 0 pour le **four 1** ; **X = 1** pour le **four 2** et **X = 2** pour le **four 3**

Remarque : l'allongement de l'échantillon est obtenu en divisant le déplacement du capteur par 3 (le rapport du bras de levier est 3/1)

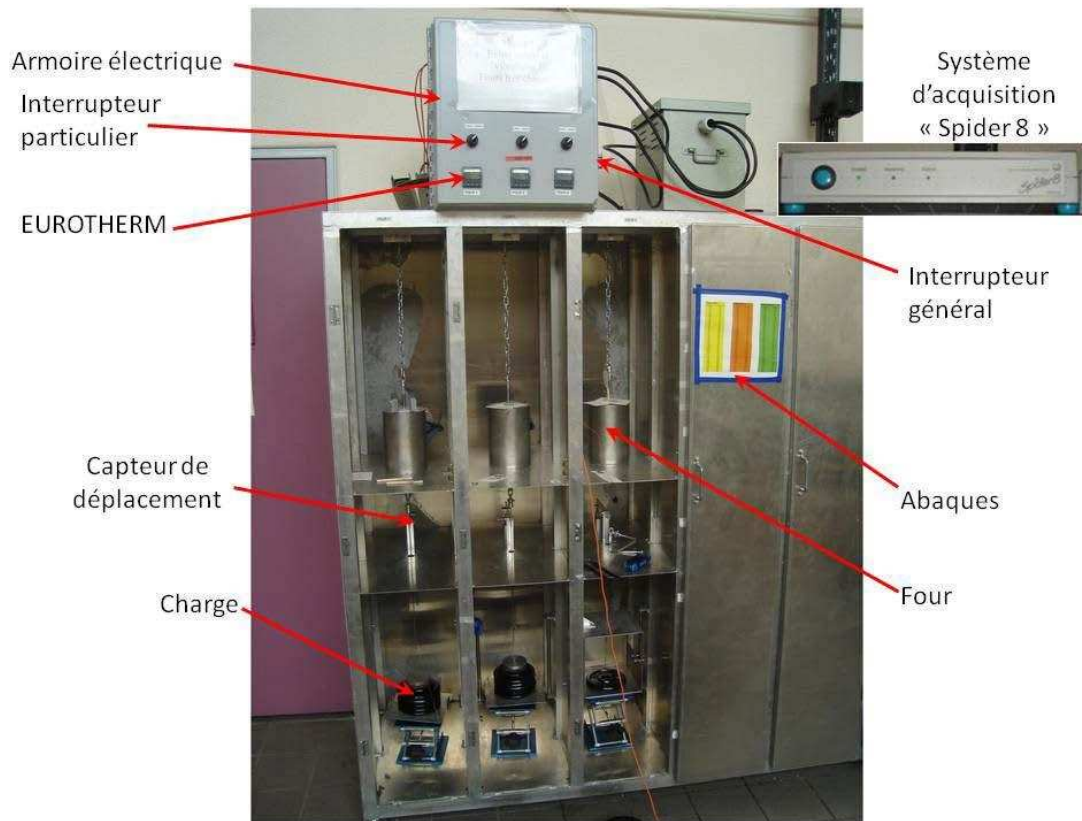


Image 1 : machine de fatigue statique avec mesure des déformations

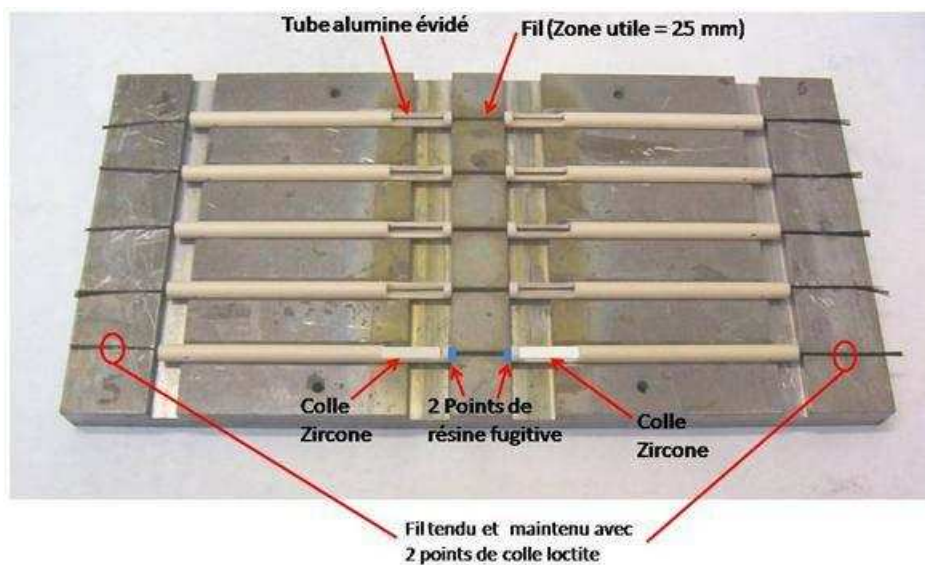


Image 2 : préparation de 5 éprouvettes destinées aux essais de fatigue statique

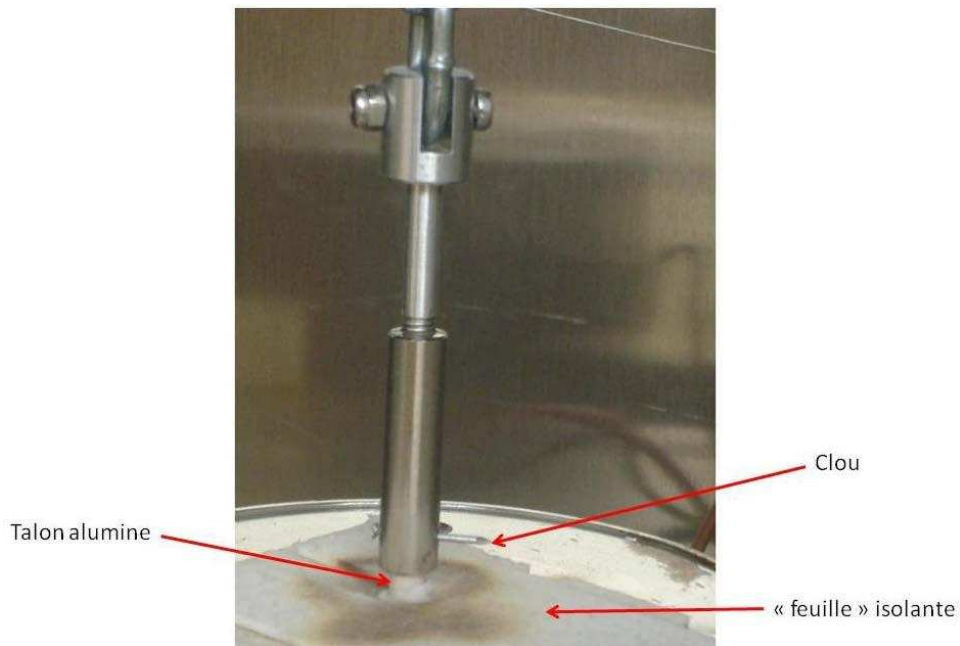


Image 3 : accrochage de l'éprouvette après son introduction dans le four

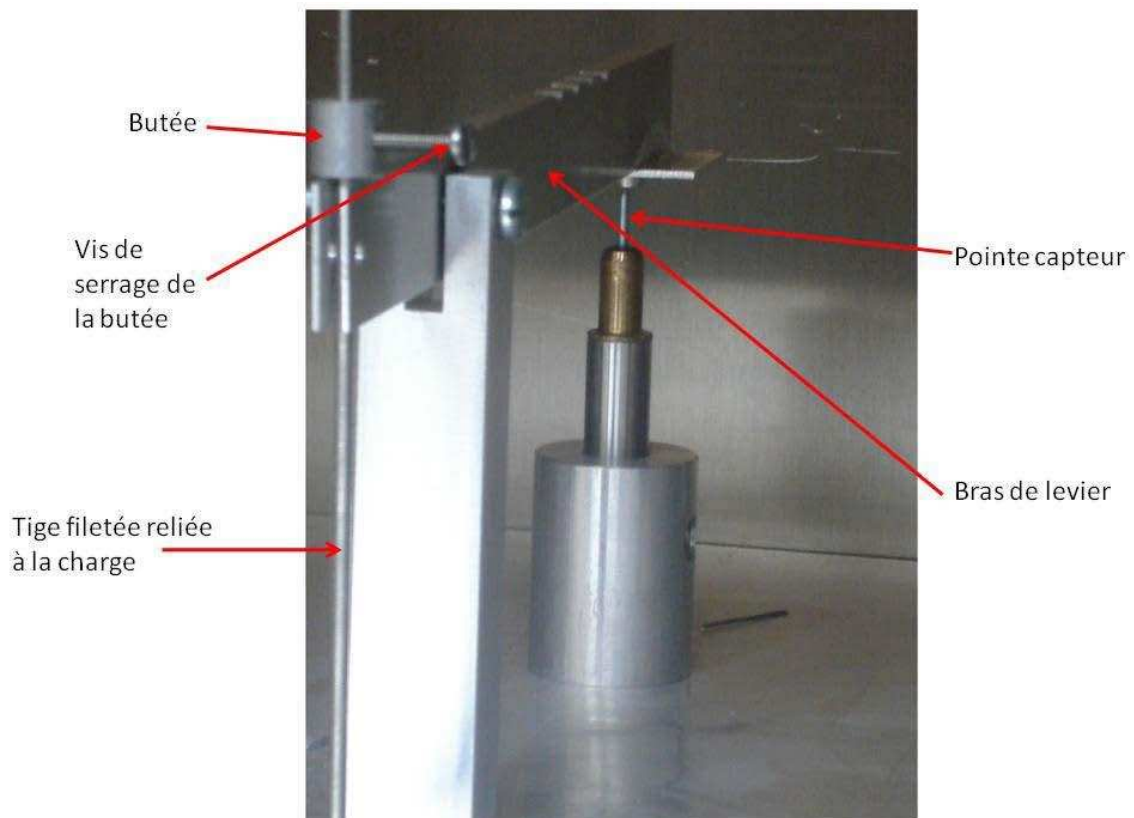
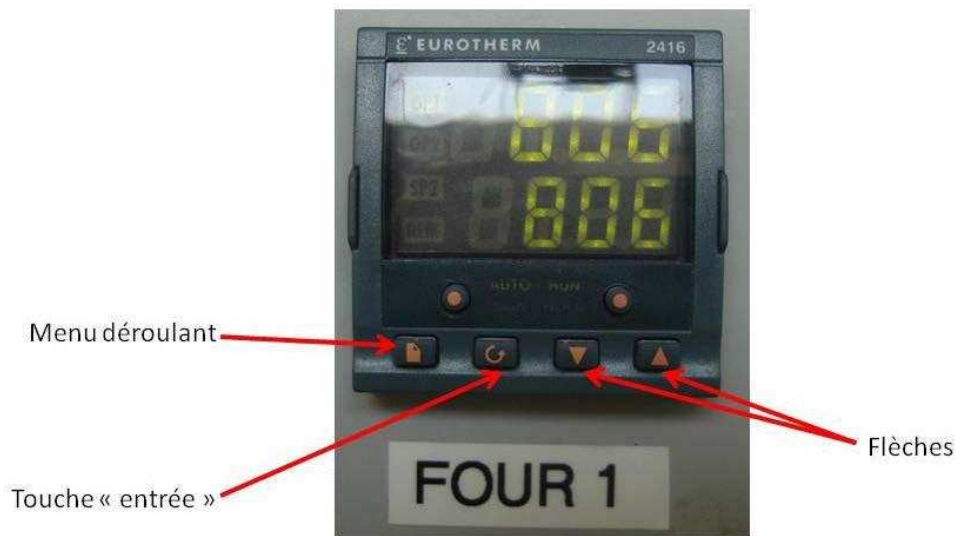


Image 4 : mise en place du capteur de déplacement



Programmation de la température



Mise en route du programme

Image 5 : mise en route du programmeur de température des fours

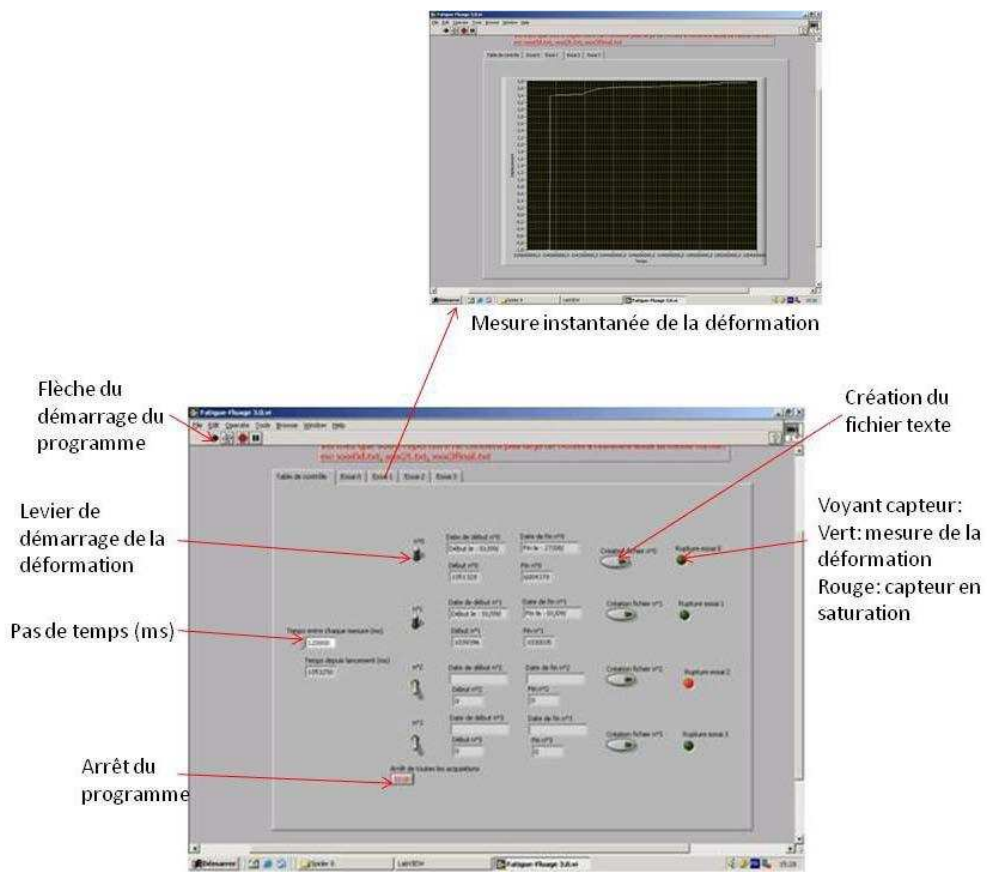


Image 6 : acquisition informatique de la déformation

Annexe D

Equivalences de température entre l'affichage de l'EUROTHERM et le température réelle au milieu de l'échantillon

T échantillon (°C)	T eurotherm (°C)
500	410
550	459
600	509
650	558
700	608
750	657
800	707
850	756
900	806
950	855
1000	904
1050	954
1100	1003
1150	1053
1200	1102

Four 1

T échantillon (°C)	T eurotherm (°C)
500	393
550	441
600	490
650	538
700	587
750	635
800	684
850	732
900	781
950	829
1000	878
1050	926
1100	975
1150	1023
1200	1072

Four 2

T échantillon (°C)	T eurotherm (°C)
500	420
550	468
600	516
650	564
700	612
750	660
800	708
850	756
900	804
950	852
1000	900
1050	948
1100	996
1150	1044
1200	1092

Four 3

T échantillon (°C)	T eurotherm (°C)
500	289
550	342
600	395
650	448
700	501
750	554
800	606
850	659
900	712
950	765
1000	818
1050	871
1100	924
1150	977
1200	1030

Four 3 bis

Annexe E

Températures pour différentes positions à l'intérieur du four :
la température est prise au milieu de l'échantillon pour
différentes positions à l'intérieur du four.

Hauteur / milieu du four (cm)	T échantillon (°C)	T eurotherm (°C)
-2	824	
0	900	806
2	895	
		Four 1

Hauteur / milieu du four (cm)	T échantillon (°C)	T eurotherm (°C)
-2	856	
0	900	781
2	792	
		Four 2

Hauteur / milieu du four (cm)	T échantillon (°C)	T eurotherm (°C)
-2	780	
0	900	712
2	784	
		Four 3 bis

Annexe F : incertitude sur la contrainte appliquée

D'après l'équation (II-5), la contrainte appliquée sur les fils est déterminée en utilisant la loi :

$$\sigma_{Fil} = \frac{F_a}{S_{Fil}(1-\alpha)(1-\gamma)} = \frac{F_a \cdot \rho_{Fil} \cdot l_{Fil}}{m_{Fil}(1-\alpha)(1-\gamma)}$$

Avec $F_a = M \cdot g$, M étant la masse appliquée sur le fil

Avec $\alpha = 0$ car tous les essais sont réalisés dans le domaine élastique du fil.

L'incertitude est calculée pour σ_{Fil} ($\gamma_{min} = 0$) : l'incertitude négative ne prend donc pas en compte l'incertitude sur γ alors que l'incertitude positive prend en compte doublement l'incertitude sur γ .

Les incertitudes sur les différents paramètres sont les suivantes:

$$\frac{\Delta F_a}{F_a} = \frac{\Delta M}{M} + \frac{\Delta g}{g} = 0,025 + 0,002 = 0,03$$

$$\frac{\Delta l_{Fil}}{l_{Fil}} = \frac{1}{30} = 0,04$$

$$\frac{\Delta m_{Fil}}{m_{Fil}} = \frac{1 \cdot 10^{-4}}{0,06} = 0,002$$

$$\frac{\Delta \gamma}{\gamma} = \frac{0,1}{0,1} = 1$$

Les incertitudes valent donc :

Incertitude négative :

$$\Delta \sigma_{Fil}^- = \sigma_{Fil} \left[\frac{\Delta F_a}{F_a} + \frac{\Delta l_{Fil}}{l_{Fil}} + \frac{\Delta m_{Fil}}{m_{Fil}} \right] = \sigma_{Fil} [0,03 + 0,04 + 0,002] = 0,072 \cdot \sigma_{Fil}$$

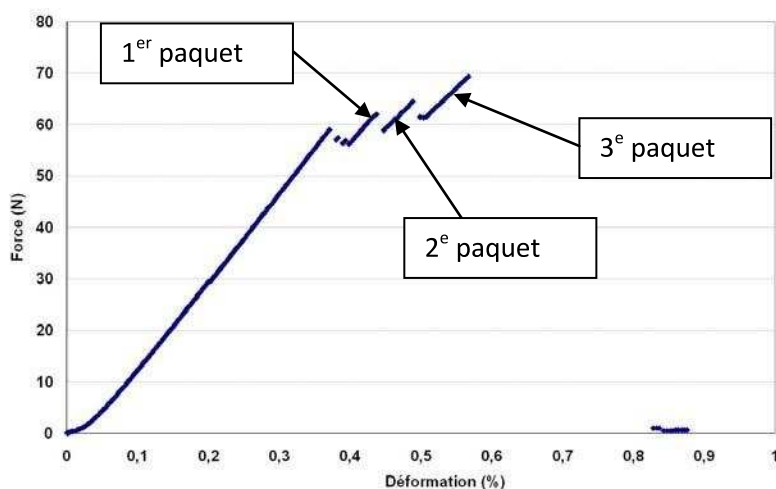
Incertitude positive :

$$\Delta \sigma_{Fil}^+ = \sigma_{Fil} \left[\frac{\Delta F_a}{F_a} + \frac{\Delta l_{Fil}}{l_{Fil}} + \frac{\Delta m_{Fil}}{m_{Fil}} + 2 \frac{\Delta \gamma}{1-\gamma} \right] = \sigma_{Fil} [0,03 + 0,04 + 0,002 + 0,22] = 0,292 \cdot \sigma_{Fil}$$

La contrainte réellement appliquée sur les fils est donc dans l'intervalle :

$$[\sigma_{Fil} (\gamma_{min} = 0) - \Delta \sigma_{Fil}^- ; \sigma_{Fil} (\gamma_{min} = 0) + \Delta \sigma_{Fil}^+] = [\sigma_{min} ; \sigma_{max}]$$

Annexe G : calcul du nombre de fibres rompant par paquet



Soient :

i le rang du paquet ($i = 1$ lorsque le premier paquet de fibres rompt)

E_f le module de la fibre, N_0 le nombre total de fibres dans un fil

E_{Fil}^i le module du fil mesuré pour le paquet i , N_f^i le nombre de fibres non cassées lors de la rupture du paquet i .

$$N_f^i = N_0 \frac{E_{Fil}^i}{E_f}$$

Par exemple, le nombre de fibres « survivantes » après rupture du paquet 1 vaut :

$$N_f^1 = N_0 \frac{E_{Fil}^1}{E_f}$$

De même, le nombre de fibres survivantes après rupture du paquet 2 vaut :

$$N_f^2 = N_0 \frac{E_{Fil}^2}{E_f}$$

En connaissant le nombre de fibres survivantes après rupture du paquet 1 et celles survivantes après rupture du paquet 2, il est donc possible de calculer le nombre de fibres rompues dans le paquet 2 :

$$\text{Nombre de fibres rompues dans le paquet 2} = N_f^2 - N_f^1 = N_0 \left(\frac{E_{Fil}^2 - E_{Fil}^1}{E_f} \right)$$

De la même façon, le nombre de fibres rompant dans le paquet i vaut :

$$\text{Nombre de fibres rompues dans le paquet } i = N_f^i - N_f^{i-1} = N_0 \left(\frac{E_{Fil}^i - E_{Fil}^{i-1}}{E_f} \right)$$

Annexe H: utilisation de la méthode de Student

L'incertitude élargie $\Delta(X)$ au niveau de confiance spécifié dans le tableau en % vaut:

$\Delta(X) = S_t \cdot e_t(X)$ avec S_t le coefficient de Student fonction du nombre de mesures N et $e_t(X)$ l'écart-type de la série de mesure

Le résultat de la série de mesures s'exprime alors sous la forme :

$X = \bar{X} \pm \Delta(X)$ avec \bar{X} la moyenne des résultats des mesures.

Niveau de confiance (%)	S_t								
	2	3	4	5	6	7	8	9	
99	63,66	9,92	5,84	4,60	4,03	3,71	3,50	3,36	
95	12,71	4,30	3,18	2,78	2,57	2,45	2,36	2,31	
90	6,31	2,92	2,35	2,13	2,02	1,94	1,89	1,86	
85	4,17	2,28	1,92	1,78	1,70	1,65	1,62	1,59	
80	3,08	1,89	1,64	1,53	1,48	1,44	1,41	1,40	
75	2,41	1,60	1,42	1,34	1,30	1,27	1,25	1,24	
70	1,96	1,39	1,25	1,19	1,16	1,13	1,12	1,11	
65	1,63	1,21	1,10	1,06	1,03	1,01	1,00	0,99	
60	1,38	1,06	0,98	0,94	0,92	0,91	0,90	0,89	
55	1,17	0,93	0,87	0,84	0,82	0,81	0,80	0,79	
50	1,00	0,82	0,76	0,74	0,73	0,72	0,71	0,71	

Table des coefficients de Student S_t

Références bibliographiques

[Avril2005] : Avril L., Rebillat F., Legallet S., Louchet C., Guette A., "Quantitative approach to oxidation of Hi-Nicalon SiC fibers", presented during "Journées du Groupe Français des Céramiques", 2005, Paris.

[Baskaran1987] : S. Baskaran, H. L. Lee, D. P. H. Hasselman, "Role of crack size in the bi-modal static fatigue failure of a cordierite glass and glass-ceramic", J. Mat. Sci., 22, pp. 871-876, 1987.

[Berger1999]: M. Berger, N. Hochet, and R. Bunsell, "Small-Diameter SiC-Based fibers"; p. 265 in Fine Ceramics fibers. Edited by A. R. Bunsell and M. H. Berger. Marcel Dekker, New York, 1999.

[Bertrand1998] : S. Bertrand, "Amélioration de la durée de vie de composites SiC/SiC à interphases nanoséquencées (PyC/SiC)_n et (BN/SiC)_n", Thèse de doctorat, n° 98, 1998

[Bertrand2000]: S. Bertrand, R. Pailler, J. Lamon, "SiC/SiC minicomposites with nanoscale multilayered fibre coatings", Composites science and Technology 61 (2001), 363, 367

[Bodet1995]: R. Bodet, X. Bourrat, J. Lamon, R. Naslain, Tensile creep behaviour of a silicon carbidebased fibre with a low oxygen content, vol. 30, number 3, 1995, p 661-677.

[Bouillon1991] : E. Bouillon, F. Langlais, R. Pailler, R. Naslain, F. Cruege, P.V. Huong, J.C. Sarthou, A. Delpuech, C. Laffon, P. Lagarde, M. Monthieux, A. Oberlin, "Conversion mechanisms of a polycarbosilane precursor into an SiC-based ceramic material", J. Mat. Sci., 26, pp. 1333-45, 1991.

[Boyer2005] : M. Boyer, « Oxydation/corrosion de composites à matrice céramique dans des atmosphères de type aéronautique », rapport interne, 2005.

[Bunsal1998]: N.P. Bunsal, Y.L. Chen, "Microstructural, Chemical and Mechanical Characterization of polymer-derived Hi-Nicalon fibers with surfaces coatings, Nasa/TM-1998-208502.

[Bunsell2000] : A.R Bunsell, M.H. Berger, "Fine diameter ceramic fibres", J. Eur. Ceram. Soc., vol. 20, pp. 2249-2260, 2000.

[Calard2002] V. Calard, J. Lamon, "A probabilistic-statistical Approach to the ultimate failure of ceramic matrix composites- Part 1 -: experimental investigation of 2D woven SiC-SiC composites, Composites Science and Technology 62 (2002) 385-393.

[Calard2002]: V. Calard, "A probabilistic-statistical approach to the ultimate failure of ceramic matrix composites – Part 2- : macroscopic model", Composites Science and Technology 62 (3) (2002) 395-399.

[Calard2004] V. Calard, J. Lamon, « Failure of fibre bundles », Composites Science and technology 64 (2004) 701-710.

[Carrère1996] : P. Carrère, "Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC", Thèse de Doctorat, n°1592, Université Bordeaux I, 1996.

[Carrere2003]: P. Carrere, J. Lamon, "Creep Behaviour of a SiC/Si-B-C composite with a self-healing multilayered matrix", Journal of the European Ceramic Society 23 (2003) 1105-1114.

[Charles1962] : R.J Charles, W.B. Hillig, "The kinetics of glass failure by stress corrosion", Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of Improving It, Florence, Italy, pp. 511-527, 1991. Union Scientifique Continentale du Verre, Charleroi, Belgium, 1962.

[Chollon1995] : G. Chollon, "Fibres céramiques à base de carbure de silicium et à faible taux d'oxygène", Thèse de Doctorat, n°1280, Université Bordeaux I, 1995.

[Chollon1997]: G. Chollon, R. Pailler, R. Naslain, « Correlation between microstructure and mechanical behaviour at high temperatures of a SiC fibre with a low oxygen content (Hi-Nicalon), Journal of Materials Science 32 (1997) 1133-1147

[Choury1989]: "Thermostuctural composite materials in aeronautics and space applications, Proceedings Of GIFAS Aeronautical and Space conference, Bangalore, Delhi, India, 1-18, February 1989.

[Christin1977] : F. Christin, R. Naslain, P. Hagenmuller, J.J. Choury, "Pièce poreuse carbonée densifiée in-situ par dépôt chimique en phase vapeur de matériaux réfractaires autres que le carbone et procédé de fabrication", brevet français, 77/26979, septembre 1977.

[Christin2005] : F. Christin, "A Global Approach to Fiber nD Architectures and Self-Sealing Matrices : From Research to Production", Int. J. Appl. Ceram. Technol., 2, 2, pp. 97-104, 2005.

[Davige1973] : R.W. Davidge, J.R. McLaren, G. Tappin, "Strength-probability-time (SPT) relationships in ceramics", J. Mat. Sci., 8, pp. 1699-1705, 1973.

[Deal1965] : B.E. Deal and A.S. Grove, "General relationship for the thermal oxidation of silicon, J. of Applied Physics 36 [12] (1965) 3770-3778.

[Dicarlo2004] : J.A. Dicarlo, H.M. Yun, J.B. Hurst "Fracture mechanisms for SiC fibers and SiC/SiC composites under stress-rupture conditions at high temperatures", Applied Mathematics and Computation 152 (2004) 473-481

[Dong2001] : S. M. Dong, G. Chollon, C. Labrugère, M. Lahaye, A. Guette, J. L. Bruneel, M. Couzi, R. Naslain, D. L. Jiang, "Characterization of nearly stoichiometric SiC ceramic fibres", J. Mat. Sci., 36, pp. 2371-81, 2001.

[Dorn1954]: J.E. Dorn, O.D. Sherby, R.L. Orr, Sympo. N.P.L. Trans. A.S.M., vol. 46 (1954).

[Dorn1956]: J.E. Dorn, Symp. on Creep and Fracture of Metals at High temperatures, Londres (1956).

[Droillard 1996] : C. Droillard, J. Lamon, "Fracture toughness of 2D woven SiC/SiC CVI composites with multilayered interphases", Journal of the American Ceramic Society, vol. 79, n° 4, pp. 849-858, 1996.

[Evans1997]: A.G. Evans, " Design and life-prediction issues for high-temperature engineering ceramics and their composites. *Acta Mater* 45 (1) (1997) 23-40

[Farizy2005]: G. Farizy, J.L. Chermant, J. Vicens, J.C. Sangleboeuf, "Understanding of the behavior and the influence of oxidation during creep of SiC_f-SiBC Composites in air", *Advanced Engineering Materials* 2005, 7, No. 6

[Forio 1997] : P. Forio, "Influence de l'endommagement sur le comportement thermomécanique d'un composite C/SiC", Rapport interne au L.C.T.S., ref. 97-PF/2, juin 1997.

[Forio2000] : P. Forio, F. Lavaire, J. Lamon, "Durée de vie en fatigue statique à hautes températures de fibres SiC Nicalon", *Comptes rendus des 12ème Journées Nationales sur les Composites (JNC 12)*, AMAC, vol. II, pp. 941-950, 2000.

[Garitte2007] : E. Garitte, "Etude de l'oxydation/corrosion des composites céramiques", Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, n° 3484, 2007.

[Gauthier2007] : W. Gauthier, "Rupture différée en fatigue statique, aux températures intermédiaires (<800°C), de fils et de fibres à base de carbure de silicium", Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, n° 3303, 2007.

[Gauthier2008]: Gauthier W., Lamon J., "Delayed failure of silicon carbide fibers in static fatigue at intermediate temperatures (500-800°C) in air", *Ceram. Engineering and Science Proceedings*, Volume 28, Issue 2, edited by Edgar Lara-Curzio, John Wiley & Sons, Inc., USA, 423-431,2008.

[Gogotsi1994]: Y.G. Gogotsi, M. Yoshimura, Oxidation and Properties Degradation of SiC Fibres Below 850°C, *J. Mater. Sci. Lett.* 13, 680-683 (1994)

[Guillaumat1993]: L. Guillaumat, J. Lamon, Multifissuration de composites SiC-SiC, dans "Microstructure, comportements thermomécaniques et modélisation de composites céramique-céramique à fibres, édité par J.L. Chermant et G. Fantozzi, *Rev. Comp. Mat. Avancés* (1993) pp. 6631-6643.

[Hasegawa2000] : A. Hasegawa, A. Kohyama, R.H Jones, L.L Snead, B. Riccardi, P. Fenici, "Critical issues and current status of SiC / SiC composites for fusion", *Journal of Nuclear Materials*, vol. 283-287, pp. 128-137, 2000.

[Henager1998] : C.H. Henager, G.E. Youngblood, D.J. Senor, G.A. Newsome, J.J. Woods, "Dimensional stability and tensile strength of irradiated Nicalon-CG and Hi-Nicalon fibers", *Journal of Nuclear Materials*, vol. 253, pp. 60-66, 1998.

[Héraud1981] : L. Héraud, F. Christin, R. Naslain, P. Hagenmuller, "Properties and applications of oxidation resistant composite materials obtained by SiC-infiltration", *Proc. 8th Int. Conf. CVD*, J.M. Blocher et al., eds., The Electrochem. Soc., Pennington, p. 782, 1981.

[Hirai 1988] : T. Hirai, M. Sasaki, "Silicon carbide prepared by chemical vapor deposition", *Silicon Carbide ceramics – I : fundamental and solid reaction* (Elsevier Applied Science), p. 77-98, 1988.

[Ichikawa2000] : T. Ishikawa, S. Kajii, T. Hisayuki, "High heat-resistant SiC-Polycrystalline fiber and its fiber-bonded ceramic", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, vol. 21, n°4, pp. 323-331, 2000.

[Jones2000] : R.E. Jones, D. Petrak, J. Rabe, A. Szveda, "SYLRAMIC SiC fibers for CMC reinforcement", *Journal of Nuclear Materials*, vol. 283-287, pp. 556-559, 2000.

[Jones2003] : R.H. Jones, SiC/SiC composite for advanced nuclear applications, paper ECD-S1-18-2003, *ibid.* ref. 6

[Jones2005] : R.H. Jones, C.H. Henager Jr., "Subcritical crack growth processes in SiC/SiC ceramic matrix composites", *Journal of the European Ceramic Society* 25 (2005) 1717-1722

[Kakawa1997]: Y. Kagawa, K. Goto, "Notch sensitivity of two-dimensional woven SiC fiber-reinforced SiC matrix composite fabricated by the polymer conversion process. *Journal of Materials Science Letters* 16 (1997) 850-854

[Kern1968] : E.L. Kern, D.W. Hamill, K.A. Jacobson, "Fabricating SiC parts by chemical vapor deposition", *Advanced Technique for Material Investigation and Fabrication*, vol. 14, II-2B-3, 1968.

[Laffon1989] : C. Laffon, A.M. Flank, P. Lagarde, "Study of Nicalon based ceramic fibres and powders by EXAFS spectrometry X-ray diffractometry and some additional methods", *J. Mater. Sci.*, vol. 24, n°4, pp. 1503-1512, 1989.

[Lamon2001]: J. Lamon, "A micromechanics-based approach to the mechanical behavior of brittle-matrix composites", *Composites Science and Technology* 61(2001) 2259-2272

[Lamon2005] : J. Lamon, "Les Composites à Matrice Céramique", *Ann. Chim. Sci. Mat.*, vol. 30, n°6, pp. 541-546, 2005.

[Lamon2005]: J. Lamon, "Chemical Vapor Infiltrated SiC/SiC Composites (CVI SiC/SiC), *Handbook of ceramic Composites*, Edited by Narottam P. Bansal, Kluwer Academic Publishers, Boston/Dordrecht/London, pp. 55-76, 2005

[Lamouroux1999] : F. Lamouroux, S. Bertrand, R. Paillet, R. Naslain, M. Cataldi, "Oxidation-resistant carbon-fiber-reinforced ceramic matrix composites", *Composites Sciences and Technology*, vol. 59, pp. 1073-1085, 1999.

[Lara-Curzio1998]: E. Lara-Curzio, "Oxidation induced stress-rupture of fiber bundles", *Journal of engineering materials and technology*, April 1998, Vol. 120/ 105.

[Lavaire1999] : F. Lavaire, "Etude de la durée de vie de minicomposites SiC/PyC/SiC à haute température", rapport de stage de DEA, ISMRA Caen, LCTS, 1999.

[Lecoustumer1993] : P. Lecoustumer, M. Monthieux, A. Oberlin, "Understanding Nicalon Fibre", *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 11, pp. 95-103, 1993.

[Lepoche 2003] : H. Lepoche, « Mécanismes chimiques de CVD/CVI de pyrocarbones laminaires issues du propane : cinétique, texture et composition gazeuse, Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, n°2657, 2003.

[Lewinsohn1998]: C.A. Lewinsohn, R.H. Jones, G.E. Youngblood, C.H. Henager Jr, "Fiber creep rate and high-temperature properties of SiC/SiC composites" Journal of Nuclear Materials, Volumes 258-263, Part 2, October 1998, Pages 1557-1561.

[Lewinsohn1999]: C. Lewinsohn, L. A. Gianuzzi, C.E. Bakis, R. E. Tressler, "High-temperature creep and microstructural evolution of chemically vapor-deposited silicon carbide fibers", Journal of American Ceramic Society, 82 [2] 407 – 13 (1999)

[Li 1986] : Z. Li, R.C. Bradt, "Thermal expansion of the cubic (3C) polytype of SiC", J. Mater. Sci., vol. 21., p. 4366-4368, 1986.

[Lissart1997]: N. Lissart, "Damage and failure in ceramic matrix composite: experimental study and model, Acta Metall. 45 (1997) 1025.

[Martinez-Fernandez2000]: J. Martinez-Fernandez, G.N. Morscher, "Room and elevated temperature tensile properties of single tow Hi-Nicalon, carbon interphase, CVI SiC matrix minicomposites", Journal of the European Society 20 (2000) 2627 2636.

[McHenry1977] : K.D. McHenry, R.E. Tressler, "Subcritical crack growth in silicon carbide", J. Am. Ceram. Soc., vol. 12, n°7-8, pp. 567-575, 1977.

[MCIC1979] : MCIC Report / August, In Engineering Property Data on selected Ceramics, vol . 2 – Carbides (Reprinted 1987), 1979.

[Morscher1995] : G.N. Morscher, H. M. Yun, J. C. Goldsby, "Bend stress relaxation and tensile primary creep of a polycrystalline SiC fiber", rapport NASA-TM-111683, 1995.

[Narisawa2001]: M. Narisawa, K. Sano, Y. Katase, K. Okamura, "temperature-atmosphere dependence of creep behaviour of advanced SiC-based fibers", Proceedings of the 7th Intl Conference on Creep and Fatigue at Elevated Temperatures, CREEP 7, Japan Society of Mechanical Engineers, Tsukuba, Japan, June 3-8, 2001, pp 281-285.

[Naslain 1995] : R. Naslain, " The concept of layered interphase in SiC/SiC", High-Temperature Ceramic-Matrix Composites II: Manufacturing and Materials Development, eds. A.G. Evans and R. Naslain, Ceramic Transaction, p 23-39, 1995.

[Naslain2003] : R. Naslain, "Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview", Composite Science and Technology, 2003.

[Naslain2004]: R. Naslain, A. Guette, F. Rebillat, S. Le Gallet, F. Lamouroux, L. Filipuzzi, C. Louchet, « Oxidation mechanisms and kinetics of SiC-matrix composites and their constituents », Journal of Materials Science 39 (2004) 7303-7316.

[Newsome1997] : G.A. Newsome, "The effect of neutron irradiation on silicon carbide fibres", Ceram. Eng. Sci. Proc., vol. 18, n°3, 1997.

[Osborne1998] : M.C. Osborne, C.R. Hubbard, L.L. Snead, D. Steiner, "Neutron irradiation effects on the density, tensile properties and microstructural changes in Hi-Nicalon and Sylramic SiC fibers", Journal of Nuclear Materials, vol. 253, pp. 67-77, 1998.

[Pailler2005] : R. Pailler, J. Lamon, A. Guette, C. Sauder, I. Martin-Litas, "Les fibres céramiques non oxydes. Relations entre nanostructure ou composition et propriétés", Ann. Chim. Sci. Mat., vol. 30, n°6, pp. 565-578, 2005.

[Pasquier1997] : S. Pasquier, "Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC à interphase séquencée, effet de l'environnement" Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, no 1727, 1997.

[Ramana1985] : S. Ramana Murthy, "Elastic properties of boron carbide", J. Mat. Sci.Letters, vol. 4, pp. 603-605, 1985.

[Rebillat2000]: F. Rebillat, J. Lamon, A. Guette, "The concept of a strong interface applied to SiC/SiC composites with a BN interphase, Acta Mater. 48 (2000) 4609-4618.

[Rugg1999]: K.L. Rugg, R. E. Tressler, C. E. Bakis, J. Lamon, "Creep of SiC-SiC Microcomposites", Journal of the European Ceramic Society (1999) 2285-2296.

[Sacks1999]: M.D. Sacks, "Effect of composition and heat treatment conditions on the tensile strength and creep resistance of SiC-based fibers", Journal of the European Ceramic Society 19(1999) 2305-2315.

[Sauder2004] : C. Sauder, "Effet de l'irradiation sur le comportement des fibres de carbure de silicium", rapport interne au LCTS, SEMEC-050001, 2004.

[Sauder2007]: C. Sauder, J. Lamon, The tensile creep behaviour of SiC-based fibers with low oxygen content, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 90, Number 4, p 1146-1156, 2007

[Sezer2001] : A.O. Sezer, J.I. Brand, "Chemical vapor deposition of boron carbide", Mater. Sci. Eng., vol. B79, p. 191-202, 2001.

[Sha2004]: J.J. Sha, T. Nozawa, J.S. Park, Y. Katoh, A. Kohyawa, "Effect of heat treatment on the tensile strength and creep resistance of advanced SiC fibers", Journal of Nuclear Materials 329-333 (2004) 592-596.

[Sha2006]: J.J. Sha, J.S. Park, T. Hinoki, I. Kohyama, "Heat treatment effects on creep behavior of polycrystalline SiC fibers", Materials Characterization 57 (2006) 6-11.

[Sherby1956]: O.D. Sherby, T.A. Trozera, J.E. Dorn Trans. ASTM, 56 (1956).

[Shimoo2000]: T. Shimoo, F. Toyoda, K. Okamura, "Oxidation kinetics of low-oxygen silicon carbide fiber", Journal of Materials Science 35 (2000) 3301-3306.

[Shimoo2003] : T. Shimoo, K. Okamura, « Oxidation behavior and mechanical properties of low-oxygen SiC fibers prepared by vacuum heat-treatment of electron-beam-cured poly(carbosilane) precursor", Journal of Materials Science 38 (2003) 1653-1660

[Shimoo2004] T. Shimoo, K. Okamura, "Suppression of active-oxidation of Si-C fibers (Hi-Nicalon) under reduced pressure by carbon or silica coating", *Journal of Materials Science* 39 (2004) 1547-1555

[Siron1996] : O. Siron, "Approche micro-macro du comportement micro-macro du comportement mécanique et de la rupture d'un composite carbone-carbone à architecture fibreuse multidirectionnelle", Thèse de doctorat n°1498, Université de Bordeaux I, 1996.

[Smith1977]: I. W. Smith, "The intrinsic reactivity of carbons to oxygen", *FUEL*, 1978, Vol 57, july

[Snead2000] : L.L. Snead, Y. Katoh, A. Kohyama, J.L. Bailey, N.L. Vaughn, R.A. Lowden, "Evaluation of neutron irradiated near-stoichiometric silicon carbide fiber composites", *Journal of Nuclear Materials*, vol. 283-287, pp. 551-555, 2000.

[Takeda1999]: M. Takeda, Y. Yoshikazu Imai, H. Ichikawa, N. Kasai, T. Seguchi, K. Okamura, "Thermal stability of SiC fiber prepared by an irradiation-curing process, *Composites science and Technology* 59 (1999) 793-799.

[Viricelle1997] : J.P. Viricelle, « Study of the oxidation behaviour », Brite-Euram Contract, Université de Limoges, 1997.

[Wiederhorn1967]: S.M. Wiederhorn, "Influence of water vapor on crack propagation in Soda-lime glass", *Journal of the American Ceramic Society*, 1967, 50:407-414.

[Wiederhorn1970] : S.M. Wiederhorn, L.H. Boltz, "Stress Corrosion and Static Fatigue of Glass", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 53, pp. 543-548, 1970.

[Wiederhorn1974] : S.M. Wiederhorn, "Subcritical Crack Growth in Ceramics", *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol. 2, Edited by R.C. Bradt, D.P. Hasselman, F.F. Lange, Plenum Press, New York, 1974.

[Yajima1976] : S. Yajima, J. Hayashi, M. Omori, K. Okamura, "Development of a silicon carbide fibre with high tensile strength", *Nature*, vol. 261, pp. 683-685, 1976.

[Youngblood2001] : G.E. Youngblood, C. Lewinsohn, R.H. Jones, A. Kohyama, Jones R.H. and Kohyama A., "Tensile Strength and fracture surface characterization of Hi-Nicalon SiC fibers", *Journal of Nuclear Materials*, vol. 289, pp. 1-9, 2001.

[Yun1996]: H.M. Yun, J. Di Carlo, « Thermomechanical behavior of advanced SiC fiber Multifilament tows », *Nasa Technical Memorandum* 107366.

[Zhu1997]: S. Zhu, M. Mizuno, Y. Nagano, Y. Kagawa, "Tensile creep behavior of a SiC-fiber/SiC composite at elevated temperatures" *Composites Science and Technology* 57 (1997) 1629-1637

[Zhu1999] : S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, Y. Mutoh "Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composites: a review", *composites Science and Technology* 59 (1999) 833-851

La rupture différée des fibres SiC de type Hi-Nicalon à l'échelle multifilamentaire, des minicomposites de type Hi-Nicalon/PyC/SiC et Hi-Nicalon/type PyC/B₄C a été étudiée à l'aide de moyens d'essais spécifiques et innovants. Des essais de fatigue statique sous air aux très hautes températures (900°C-1300°C) avec mesure des déformations ont ainsi pu être réalisés sur ces différents matériaux. Les résultats expérimentaux obtenus (durée de vie, déformation, lois de comportement en traction) ont permis de comprendre et de modéliser les mécanismes responsables de la rupture différée aux différentes échelles :

- Les fils Hi-Nicalon rompent par mécanisme de fissuration lente activé par l'oxydation du carbone libre des fibres. Le mécanisme de fissuration est perturbé par la formation rapide d'oxyde SiO₂ à partir de 1000°C : pour les faibles contraintes, la cinétique de fissuration lente est ralentie par formation d'oxyde protecteur empêchant l'accès de l'oxygène aux fissures ; pour les fortes contraintes, la rupture des fils est prématurée à cause de collages inter-fibres (fibre-oxyde-fibre). A 1200°C, le mécanisme de fluage semble être à l'origine de la rupture quasi-instantanée du matériau pour des contraintes supérieures à 200 MPa.
- Les minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC rompent par mécanisme de fissuration lente ralenti par la présence de matrice SiC et par la formation d'oxyde SiO₂ limitant l'accès de l'oxygène aux fibres. le mécanisme de fluage est observé à partir de 1200°C mais il n'a jamais été responsable de la rupture du matériau.
- Les minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/B₄C rompent par mécanisme de fissuration lente ralenti par formation d'oxyde B₂O₃ à 900°C pour les fortes contraintes. Pour les autres températures et pour les faibles contraintes à 900°C le mécanisme de rupture est la diminution rapide du diamètre des fibres à cause de l'augmentation de la cinétique d'oxydation des fibres par l'oxyde B₂O₃.

Des modèles analytiques basés sur ces différents mécanismes permettent de prévoir la durée de vie du matériau en prenant en compte les incertitudes de mesure et la variabilité des résultats de durée de vie.

Mots clés : fibre SiC, fil, minicomposite, matrice autocatrisante, fatigue statique, rupture différée, durée de vie, fissuration lente, oxydation, fluage, prévision

Delayed failure of SiC Hi-Nicalon multifilament tows (500 fibers), minicomposites Hi-Nicalon/type PyC/SiC and Hi-Nicalon/type PyC/B₄C was investigated in static fatigue, in air, at high temperatures (900°C – 1300°C) using specific and innovative devices. Static fatigue tests with measure of strain were performed on these materials. The experimental results (lifetime, strain, tensile behavior) have helped to understand and model the mechanisms responsible for the delayed failure at the different scales:

- *Hi-Nicalon tows rupture is caused by subcritical crack growth mechanism activated by oxidation of free carbon in the fibres. This phenomenon is disrupted by fast oxide SiO₂ formation over 900°C: subcritical crack growth kinetic slows down for low stresses because of protective oxide formation which prevents the cracks from oxygen; For high stresses, the lifetime of Hi-Nicalon tows is weaker because of fibers interactions (fiber-oxide-fiber). At last, creep seems to cause the rupture of the tows for stresses over 200 MPa at 1200°C.*
- *Hi-Nicalon/type PyC/SiC minicomposites break by subcritical crack growth slowed down by the SiC matrix and by the SiO₂ formation which limit the access of the oxygen to the fibers. Creep occurs at 1200°C but it isn't responsible of the rupture.*
- *Hi-Nicalon/type PyC/B₄C minicomposites break by subcritical crack growth slowed down by the formation of B₂O₃ oxide at 900°C for high stresses. The rupture is caused by the fast decrease of the diameter of the fibers at the other temperatures and for low stresses at 900°C. The oxidation kinetic of the fibers increases because of the dissolution of silica coating by B₂O₃ oxide.*

Analytical modeling was performed to schedule the lifetime of these materials and the variability of the experimental results is studied.

Keywords: SiC fiber, tow, minicomposite, self-healing matrix, static fatigue, delayed failure, lifetime, slow crack growth, oxidation, creep, forecast