



**HAL**  
open science

# Comportement thermomécanique et durée de vie de composites à matrice céramique : théorie et expérience

Gauthier-Antoine Lebrun

► **To cite this version:**

Gauthier-Antoine Lebrun. Comportement thermomécanique et durée de vie de composites à matrice céramique : théorie et expérience. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Bordeaux 1, 1996. Français. NNT: . tel-03616963

**HAL Id: tel-03616963**

**<https://hal.science/tel-03616963>**

Submitted on 23 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.





## REMERCIEMENTS

*Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (Unité Mixte de Recherche du CNRS, de la Société Européenne de Propulsion et de l'Université de Bordeaux I).*

*Monsieur le Professeur Roger NASLAIN, Directeur du Laboratoire des Composites Thermostructuraux, m'a permis d'effectuer ce travail au sein de son groupe de recherche. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.*

*Monsieur J. Lamon, Directeur de Recherche au CNRS, a bien voulu me guider dans mon travail de recherche. Je le remercie pour son aide et ses précieux conseils.*

*Je suis particulièrement sensible à l'intérêt que Messieurs O. Allix, Professeur à l'ENS Cachan et A. Mocellin, Professeur à l'École des Mines de Nancy ont porté à ce travail en me faisant l'honneur de le juger. Je leur adresse mes sincères remerciements.*

*Messieurs J.P. Bernadou, Professeur à l'ENSAE (Sup-Aéro), L. Delneste, Chef du Groupe Technique SEP, D. Gay, Professeur et Directeur du LGM de Toulouse, ont aimablement accepté de participer à mon jury de thèse. Je leur adresse mes sincères remerciements.*

*Je suis particulièrement sensible à l'intérêt que Monsieur P. Lamicq m'a témoigné au cours de ce travail.*

*Monsieur F. Abbé, Ingénieur à la Société Européenne de Propulsion, a bien voulu me conseiller durant mon travail de recherche. Qu'il soit remercié pour son aimable collaboration.*

*Je tiens à remercier vivement B. Humez, Technicien du LCTS, pour ses conseils avisés et pour le sérieux avec lequel il a réalisé les essais mécaniques.*

*Je tiens à exprimer ma reconnaissance aux membres du LCTS pour leur amitié et le soutien qu'ils m'ont apporté, particulièrement Nathalie Lissart, Olivier Siron, Franck Lamouroux et G. Camus.*

*Je tiens également à remercier Josette Forget, Cécile Dupouy, Florence Croizer, Michel Coignard et Henri Zawierta pour toute l'aide qu'ils m'ont apporté durant mon séjour au LCTS.*

*Enfin, je remercie le CNRS et la SEP pour m'avoir fait bénéficier d'une bourse de recherche.*



## NOMENCLATURE

a	Paramètre de microstructure (expression II.33)
$\alpha$	Taux de fibres rompues
$\alpha_L$	Coefficient de dilatation longitudinal (parallèle à l'axe des fibres) ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )
$\alpha_r$	Coefficient de dilatation radial (perpendiculaire à l'axe des fibres) ( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )
$\beta$	Paramètre d'endommagement (expression II.49)
C	Complaisance exprimée en $\%/N$ ( $C^{-1} = \partial F / \partial \varepsilon$ )
c	Concentration molaire
$c_T$	Concentration totale des espèces gazeuses
D	Coefficient de diffusion
$D_i$	Distance inter fissures ( $\mu\text{m}$ )
$\varepsilon$	Déformation (%)
$\varepsilon_r$	Déformation résiduelle au cours de la traction (%)
E	Module d'Young (GPa)
$E_a$	Énergie d'activation (kJ/mole)
e	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )
F	Force (N)
$F_e$	Force limite du comportement linéaire élastique (N)
$F_M$	Force maximale au cours d'un cycle de charge - décharge (N)
$F_{\text{sat}}$	Force à la saturation (N)
$F^*$	Force de transition : fissures ouvertes - fissures fermées (N)
$F'$	Force de reprise de la fissuration (N)
$\gamma$	Paramètre d'endommagement après saturation ( $= l/l^*$ )
$K_0$	Nombre total de fibres
K	Nombre de fibres rompues
k	Vitesse d'oxydation ( $\text{s}^{-1}$ )
L	Longueur de jauge (mm)
l	Longueur ineffective ( $\mu\text{m}$ )
$l^*$	Pas de fissuration à saturation ( $\mu\text{m}$ )
$l_e$	Longueur d'extraction des fibres après rupture ( $\mu\text{m}$ )
$\mathcal{M}$	Masse molaire (mg/mole)
M	Masse (mg)
$M_0$	Expression II.18 ou II.19
$M_1$	Expression II.46
$M_2$	Expression II.26
m	Module de Weibull
n	Nombre de fissures créées
N	Nombre de fissures total à saturation

P	Probabilité globale
$P_{O_2}$	Pression partielle d'oxygène (kPa)
p	Périmètre (longueur de la limite fibres - matrice) (mm)
$\phi$	Distance entre fibres voisines ( $\mu\text{m}$ )
$\rho$	Densité
r	Rayon des fibres ( $\mu\text{m}$ )
S	Section transverse ( $\text{mm}^2$ )
$S_{cycle}$	Aire des boucles d'hystérésis (N.%)
$s_f$	Section d'une fibre ( $\mu\text{m}^2$ )
$\sigma$	Contrainte (MPa)
$\sigma_0$	Facteur d'échelle (loi de Weibull) (MPa pour un volume $V_0$ de $1 \text{ mm}^3$ )
$\bar{\sigma}_m^*$	Contrainte moyenne d'apparition d'une fissure (MPa)
T	Température ( $^{\circ}\text{C}$ )
$T_e$	Température d'élaboration ( $^{\circ}\text{C}$ )
$T_0$	Température ambiante ( $^{\circ}\text{C}$ )
$T^*$	Température de transition : fissures ouvertes - fissures fermées ( $^{\circ}\text{C}$ )
$\tau$	Cisaillement interfacial (MPa)
t	Temps (s)
u	Ouverture des fissures ( $\mu\text{m}$ )
V	Fraction volumique (%)
$\tilde{V}$	Volume ( $\text{mm}^3$ )
v	Fraction massique (%)

### Indice

$x_c$	Relatif au composite
$x_e$	Relatif à l'élaboration
$x_f$	Relatif à la fibre
$x_{fil}$	Relatif au fil brut
$x_i$	Relatif à l'interphase
$x_m$	Relatif à la matrice
$x_R$	Relatif à la rupture
$x_{SiO_2}$	Relatif à la silice
$x^{th}$	Relatif à une grandeur d'origine thermique
$x_0$	Relatif aux conditions initiales
$\bar{x}$	Moyenne arithmétique

## SOMMAIRE

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>I Présentation des matériaux</b>	<b>4</b>
I.1 La fibre T300	4
I.2 Fibre Nicalon NL 202	8
I.3 Interphase de pyrocarbone	9
I.4 Matrice de carbure de silicium	12
I.5 Dilatation différentielle	13
I.6 Minicomposites C/C/SiC	15
I.6.1 Élaboration	15
I.6.2 Influence de la répartition spatiale des fibres sur les sections des matériaux déposés	16
I.6.3 Décohésion interphase - matrice	17
I.6.4 Courbe de comportement à température ambiante des minicomposites C/C/SiC	17
I.6.5 Cisaillement interfacial	19
I.6.6 Rupture à température ambiante	22
I.7 Minicomposites SiC/SiC	22
I.8 Conclusion	25
<b>II Modélisation du comportement thermomécanique des C.M.C. unidirectionnels</b>	<b>26</b>
II.1 Introduction	26
II.2 Hypothèses	27
II.3 Fissuration de la matrice dans un C.M.C	28
II.3.1 Expressions	28
II.3.2 Détermination expérimentales des constantes statistiques	30
II.4 Ouverture des fissures matricielles sous sollicitation thermomécanique	31
II.4.1 Expressions	31
II.4.2 Température et force d'ouverture des fissures	33
II.4.3 Détermination expérimentale	34
II.5 Contraintes dans la matrice et dans les fibres	34
II.5.1 Contraintes d'origine thermique	34
II.5.2 Contraintes totales en traction	36
II.6 Courbe de traction d'un composite unidirectionnel sous sollicitation thermomécanique	37
II.6.1 Longueur totale	37



II.6.2	Courbe de traction à température donnée	38
II.6.2.1	<i>Expression</i>	38
II.6.2.2	<i>Module d'Young du composite au cours de la traction</i>	39
II.6.2.3	<i>Déformation résiduelle au cours de la traction</i>	39
II.6.2.4	<i>Influence de la rupture des fibres sur le comportement en traction.</i>	40
II.6.3	Dilatation	41
II.7	Application	42
II.7.1	Fissuration de la matrice	43
II.7.2	Traction à température ambiante	43
II.7.2.1	<i>Influence de la dispersion des contraintes à rupture de la matrice</i>	43
II.7.2.2	<i>Influence des propriétés thermoélastiques</i>	44
II.7.2.3	<i>Influence du transfert de charge fibres-matrice</i>	44
II.7.2.4	<i>Influence de la section de matrice</i>	45
II.7.2.5	<i>Influence de la rupture des fibres au droit des fissures matricielles</i>	46
II.7.3	Traction en température	47
II.7.3.1	<i>Matériau non endommagé à température ambiante</i>	47
II.7.3.2	<i>Matériau totalement endommagé à température ambiante</i>	47
II.7.3.3	<i>Matériau partiellement endommagé à température ambiante</i>	48
II.7.4	Dilatation	49
II.8	Discussion : relation longueur ineffective-cisaillement interfacial	49
II.8.1	Matériau localement non saturé	50
II.8.2	Matériau localement saturé	51
II.9	Conclusion	52
<b>III</b>	<b>Multifissuration de la matrice SiC</b>	<b>53</b>
III.1	Introduction	53
III.2	Procédure expérimentale	53
III.3	Résultats	54
III.3.1	Contrainte moyenne d'apparition d'une fissure en fonction du volume de matrice sollicité (méthode 1).	54
III.3.2	Dispersion de la contrainte d'apparition d'une fissure pour un volume unitaire (méthode 2)	55
III.3.3	Nombre de fissures en fonction de la contrainte matricielle (méthode 3)	56
III.3.4	Comparaisons avec les données obtenues pour des minicomposites SiC/SiC	57

III.4 Applications	58
III.5 Conclusion	59
<b>IV Ouverture des fissures en fonction de la charge et de la température</b>	<b>60</b>
IV.1 Introduction	60
IV.2 Ouverture des fissures à charge nulle et à température ambiante	61
V.2.1 Relation entre ouverture des fissures - pas de fissuration à saturation	61
V.2.2 Étude de la distribution des ouvertures de fissures	62
IV.3 Ouverture des fissures en fonction de la charge appliquée à température ambiante	63
V.3.1 Matériaux saturés	63
V.3.2 Influence de la multifissuration	64
IV.4 Ouverture des fissures sous charge et à haute température	65
IV.5 Conclusion	66
<b>V Comportement mécanique à température ambiante de C.M.C. unidirectionnels</b>	<b>68</b>
V.1 Introduction	68
V.2 État initial avant traction	69
V.2.1 Minicomposites SiC/SiC	69
V.2.2 Minicomposites C/C/SiC	69
V.3 Comportement en traction	70
V.3.1 Relation émission acoustique - taux de création de fissures	70
V.3.2 Évaluation du domaine de fissuration	70
V.3.3 Évolution de l'allongement résiduel et de la raideur	71
V.3.4 Courbe de comportement F - $\epsilon$	71
V.3.4.1 <i>Minicomposites SiC/SiC</i>	71
V.3.4.2 <i>Minicomposites C/C/SiC</i>	72
V.4 Conclusion	72
<b>VI Dilatation et effets de la température</b>	<b>74</b>
VI.1 Introduction	74
VI.2 Procédure expérimentale	74
VI.3 Dilatation des minicomposites C/C/SiC	75
VI.4 Traction à haute température sur des minicomposites pré-endommagés	76
VI.5 Conclusion	77

<b>VII Prévision de la durée de vie de C.M.C. à haute température et sous air</b>	<b>78</b>
VII.1 Introduction	78
VII.2 Modèle de prévision de la durée de vie	79
VII.2.1 Détermination des vitesses d'oxydation	79
VII.2.1.1 <i>Fibre de carbone</i>	79
VII.2.1.2 <i>Pyrocarbone</i>	79
VII.2.1.3 <i>Minicomposite C/C/SiC</i>	80
VII.2.2 Critère de rupture	82
VII.3 Application : prévisions des durées de vie	84
VII.3.1 Fils bruts	85
VII.3.2 Minicomposites C/C	86
VII.3.3 Minicomposites C/C/SiC	87
VII.4 Implications	88
VII.5 Conclusion	90
<b>Conclusion générale</b>	<b>92</b>
<b>Annexes</b>	<b>95</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>110</b>



*INTRODUCTION*



## INTRODUCTION

Les matériaux composites sont élaborés dans un but précis : compléter, améliorer les caractéristiques d'un matériau (matrice) par l'introduction d'un renfort (particules, whiskers, fibres ...) qui lui confère des propriétés supplémentaires, à première vue contradictoires : on cherche, par exemple, à augmenter la résistance et le module d'élasticité d'un polymère, tout en conservant une faible masse volumique. Pour les composites à matrice métallique, le renforcement permet de maintenir, à haute température, les propriétés initiales. Dans le cas particulier des composites à matrice céramique (C.M.C.), l'introduction d'un renfort vise à pallier le problème aigu de la fragilité de ces matériaux tout en respectant, si possible, les caractéristiques de faible densité, de haute résistance et rigidité en température, et d'inertie chimique des céramiques monolithiques. Les C.M.C. seront des candidats privilégiés pour les applications à hautes températures dans des conditions sévères d'environnement et avec des spécifications strictes de fiabilité (propulseurs, écrans thermiques, etc.).

Afin de remplir un tel cahier des charges, depuis une vingtaine d'années, d'importants efforts de recherche sont développés, essentiellement suivant trois axes : élaboration des C.M.C., caractérisation thermomécanique et compréhension des mécanismes mis en jeu.

En ce qui concerne l'élaboration, le concept même de matériau composite introduit un grand nombre de degrés de libertés : choix des constituants (fibre, matrice, interphase), architecture du renfort (1D, 2D, 3D, etc...), traitements superficiels, et procédé de densification (par voie liquide, par C.V.D., C.V.I., etc...). De ce fait, une recherche empirique de l'optimum n'est pas raisonnablement envisageable. Il apparaît nécessaire de disposer de modèles validés par l'expérience. Ces modèles permettront alors de dégager des critères pour le choix des constituants et de leurs interactions. Ce travail s'inscrit dans cette problématique. En effet, la compréhension des phénomènes fondamentaux (micro mécanismes) et leur modélisation ont pour but de déterminer le rôle des différents paramètres afin d'optimiser les conditions d'élaboration et, par la suite, les propriétés thermomécaniques du composite.

Les composites à matrice céramique ont été essentiellement étudiés à température ambiante : c'est dans ce domaine que l'on trouve le plus grand nombre de résultats expérimentaux et de modèles, en particulier sur les lois de comportement et l'influence

des phénomènes interfaciaux. Les microcomposites et les minicomposites sont apparus à cet égard des concepts intéressants.

Le comportement à haute température a, jusqu'à ce jour, fait l'objet de moins de travaux, voire d'un nombre très limité. Cela peut tenir à plusieurs raisons. Les difficultés rencontrées ici ou là dans la mise au point de matériaux composites, présentant un comportement mécanique acceptable ou satisfaisant à température ambiante et la difficulté de réaliser des essais à haute température.

Dans la famille des composites à matrice SiC élaborés par infiltration en phase vapeur (voie C.V.I.), le comportement à température ambiante et à haute température, et la durée de vie sont déterminés par les interphases de carbone qui sont déposées sur les fibres pour favoriser la déviation des fissures. Leur dégradation modifie le partage des efforts entre les fibres et la matrice et affecte donc la durée de vie.

L'objectif de ce travail est donc de proposer un modèle micromécanique de durée de vie pour les composites de type C/SiC avec une interphase de carbone. Pour cela, une approche micromécanique de la fissuration de la matrice est proposée. Elle permet de calculer le nombre de fissures ainsi que leur ouverture. Cette approche porte sur des minicomposites. Les minicomposites sont constitués des fibres sur lesquelles sont déposées l'interphase et la matrice. Ils constituent l'élément fondamental des composites tissés et ils sont des échantillons commodes pour étudier l'influence de la fissuration de la matrice et de l'interphase sur le comportement mécanique et la durée de vie.

Le premier chapitre présente les principales propriétés des constituants des minicomposites C/C/SiC et SiC/SiC, constitués de fibres de carbone ou de carbure de silicium, d'une interphase de carbone et d'une matrice de carbure de silicium. Ces propriétés sont issues de la littérature, mais, pour la plupart, de mesures réalisées lors du présent travail. Le second chapitre présente le modèle théorique permettant la détermination du nombre de fissures et de leur ouverture et du comportement thermomécanique des minicomposites. Dans les chapitres suivants, chacun des aspects est étudié expérimentalement et le modèle est validé : dans le chapitre III, le phénomène de fissuration de la matrice est étudié grâce à des essais de traction réalisés sous un microscope électronique à balayage sur minicomposites C/SiC. L'approche est ainsi validée, et les paramètres décrivant ce phénomène ont été déterminés. Dans le chapitre IV, le phénomène d'ouverture des fissures a été étudié à l'aide d'essais de traction réalisés à haute température sur des minicomposites C/SiC. La pertinence de l'approche est démontrée. Dans le chapitre V, le comportement mécanique à température ambiante a été

étudié à partir d'essais de traction sur minicomposites C/SiC et SiC/SiC [1]. Les résultats ont permis de montrer que l'approche adoptée, bien que particulièrement adaptée aux composites C/SiC, peut être appliquée à d'autres systèmes. Dans le chapitre VI, la dilatation et l'effet de la température sur le comportement sont examinés. La pertinence de l'approche proposée pour décrire l'influence de la température est démontrée. Enfin, le chapitre VII, qui repose sur l'ensemble des résultats précédents, présente le modèle de durée de vie à haute température et sous atmosphère oxydante et sa validation à l'aide de résultats expérimentaux mesurés en fatigue statique.



*Chapitre I*

*PRÉSENTATION DES MATÉRIAUX ÉTUDIÉS*



## I - PRÉSENTATION DES MATÉRIAUX ÉTUDIÉS ET DÉTERMINATION DES PRINCIPALES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Dans le cadre d'une approche micromécanique pour décrire le comportement thermomécanique, il est nécessaire de connaître les propriétés des constituants des composites étudiés (fibres, interphase, matrice). Nous nous sommes donc efforcés, dans ce premier chapitre de regrouper les données disponibles dans la littérature, ou de les déterminer, lorsque l'étude de la bibliographie n'apportait pas de réponse satisfaisante.

Ce chapitre est constitué de 7 parties dont les 4 premières fournissent les propriétés mécaniques (contraintes à rupture et modules d'Young longitudinaux) et dilatométriques des constituants : fibre T300<sup>(\*)</sup>, fibre Nicalon NL202<sup>(\*\*)</sup>, l'interphase de pyrocarbone, la matrice de carbure de silicium. La cinquième partie décrit la nouvelle méthode utilisée pour la détermination des coefficients de dilatation longitudinaux de fibres et de la matrice et les résultats obtenus pour les couples T300 - SiC et Nicalon - SiC. Les dernières parties présentent les composites utilisés lors de cette étude. Il s'agit de composites unidirectionnels de type minicomposites, constitués d'un fil brut de fibres, infiltré, tout d'abord, par une interphase de pyrocarbone, puis par une matrice de carbure de silicium : les minicomposites SiC/SiC [1], C/C et C/C/SiC. Cette géométrie d'échantillon est particulièrement appropriée pour la validation des modèles proposés dans les chapitres II et VII.

### I.1 - Fibre de carbone T300

Obtenues à partir de précurseurs polyacrylonitrile (P.A.N.), brai ou rayonne, les fibres de carbone forment toute une famille dont la microtexture évolue en fonction des traitements thermiques du processus de fabrication [2]. La nuance T300 utilisée, est une fibre ex-P.A.N. haute résistance (H.R.), fabriquée par Toray.

La section des fibres T300 est de forme ellipsoïdale, dont le grand axe est égal à 7,4 (0,4)  $\mu\text{m}$  et le petit axe 5,6 (0,4)  $\mu\text{m}$ . La section moyenne est égale à 34,7  $\mu\text{m}^2$  avec un écart type de 2,7  $\mu\text{m}^2$ . L'histogramme des sections est présenté à la figure I.1, elles ont été déterminées au cours du présent travail à partir de mesures de 82 aires, sur

---

(\*) Fibre de carbone à haute résistance de Toray, Japon

(\*\*) Fibre Si-C-O de Nippon Carbon, Japon

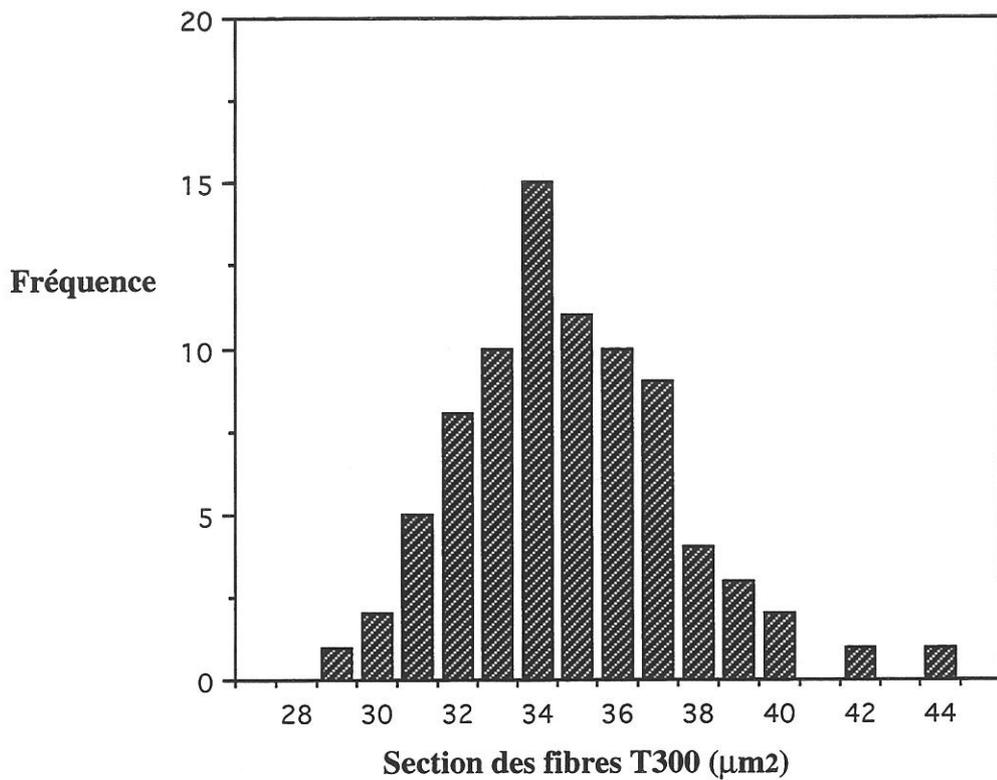


Figure I.1 : Histogramme des sections des fibres T300

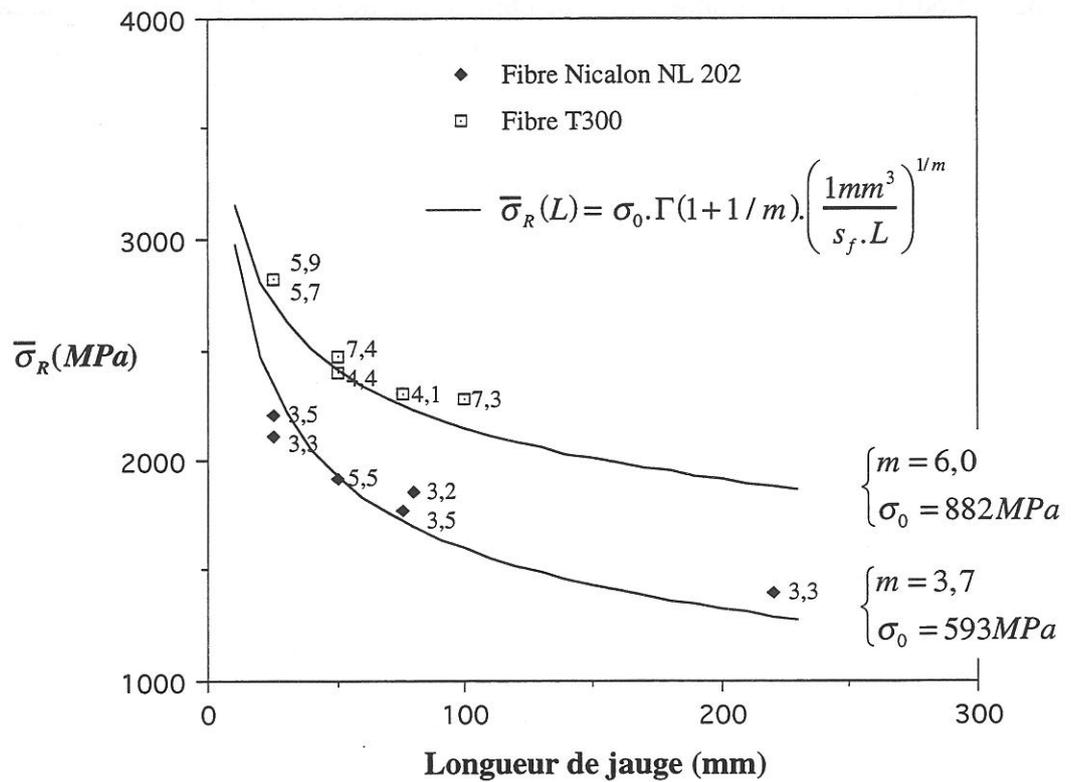


Figure I.2 : Contrainte moyenne à rupture des fibres en fonction de la longueur de jauge. A chaque point est associé un module de Weibull lié à la dispersion des contraintes à rupture pour la longueur de jauge étudiée.

photographies prises au microscope électronique à balayage. Ce résultat est confirmé par des mesures de volume, effectuées grâce à un pycnomètre à hélium, sur des fils bruts contenant 3000 filaments. On obtient, en effet, une section totale de  $0,109 \text{ mm}^2$ , soit une section moyenne pour les fibres de  $36,3 \text{ }\mu\text{m}^2$ .

Pour la fibre T300, les caractéristiques suivantes sont données par le fabricant : contrainte à rupture 3530 MPa, module d'Young longitudinal 230 GPa, déformation à rupture 1,5 % (mesuré à partir d'un fil imprégné) et densité 1,76.

Les fibres ont un comportement élastique fragile et la dispersion des contraintes à rupture est décrite par la loi de Weibull (annexe 0).

Lissart [3] et Bunsell et Somar [4] ont déterminé, à partir d'essais de traction sur monofilaments, **la dispersion statistique des contraintes à rupture** pour différentes longueurs de jauge (tableau I.1) (fig. I.2).

Longueur de jauge (mm)	$\bar{\sigma}_R$ (MPa)	$\bar{\varepsilon}_R$ (%)	$m_f$	$\sigma_{0f}$ (MPa) ( $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ )
25 [3]	2820 (581)	1,10 (0,33)	5,9	928
50 [3]	2400 (679)	0,98 (0,23)	4,4	628
75 [3]	2300 (532)	0,92 (0,19)	4,1	599
25 [4]	2820 (590)		5,7	891
50 [4]	2470 (390)		7,4	1121
100 [4]	2280 (370)		7,3	1124

**Tableau I.1** : Données relatives à la rupture des fibres T300

Baxevanakis et al [5] ont étudié la multifragmentation d'une fibre seule enrobée dans une matrice époxyde. Ils obtiennent  $m_f = 6,25$  et  $\sigma_{0f} = 1872 \text{ MPa}$  (par unité de longueur,  $L_0 = 1 \text{ mm}$ ) soit  $\sigma_{0f} = 362 \text{ MPa}$  (ramené à un volume unitaire de la fibre,  $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ ). De même, pour valider son modèle, ils ont procédé à des tests de traction sur fibres seules de longueur 50 mm. Ils obtiennent une contrainte moyenne de 2470 MPa avec  $m_f = 6,7$  et  $\sigma_{0f} = 2660 \text{ MPa}$  (par unité de longueur,  $L_0 = 1 \text{ mm}$ ) soit  $\sigma_{0f} = 574 \text{ MPa}$  ( $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ ). Ces résultats sont tout à fait comparables à ceux obtenus par les auteurs précédents.

Au cours du présent travail, les caractéristiques de la rupture des fibres T300 ont été déterminées à partir de l'exploitation des courbes de traction de fils bruts. Cette

approche [6], [1] suppose que les fibres n'ont aucun lien physique entre elles. La rupture du fil brut résulte de la rupture séquentielle des fibres. Les hypothèses sont les suivantes :

- la contrainte à rupture de chaque fibre est décrite par la loi de Weibull,
- la population de défauts est unique (loi uni modale),
- les fibres rompues sont déchargées sur toute la longueur de jauge,
- le partage de la charge est global.

Le nombre de fibres rompues  $K$  au cours du chargement est donnée par la relation :

$$K = \alpha \cdot K_0 = K_0 \cdot \left[ 1 - \exp \left( -s_f \cdot L \cdot \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right) \right] \quad (\text{I.1})$$

avec  $K_0$  le nombre initial de fibres,  $s_f$  la section d'une fibre,  $L$  la longueur de jauge,  $m_f$  et  $\sigma_{0f}$  les paramètres statistiques relatifs à la rupture des fibres seules et  $\sigma_f$  la contrainte dans les fibres non rompues, donnée par :

$$\sigma_f = \frac{F}{(1 - \alpha) \cdot S_f} \quad (\text{I.2})$$

avec  $S_f$  la section totale de fibre avant traction ( $= K_0 \cdot s_f$ ).

Au cours de la traction, la force passe par un maximum. Daniels [6] a démontré que la distribution de la force maximale de rupture d'un fil tend vers une loi normale quand le nombre de fibres tend vers l'infini, la moyenne et la variance sont alors données par :

$$\bar{\sigma}_R^{fil} = \frac{\bar{F}_R^{fil}}{S_f} = \sigma_{0f} \cdot (m_f \cdot e \cdot s_f \cdot L)^{-1/m_f} \quad (\text{I.3})$$

$$\text{var}(\sigma_R^{fil}) = (\bar{\sigma}_R^{fil})^2 \cdot \frac{e^{1/m_f} - 1}{K_0} \quad (\text{I.4})$$

avec  $e = 2,718$

Le chargement maximal correspond à un taux critique de fibres rompues,  $\alpha_c$  [7] :

$$\alpha_c = 1 - e^{-1/m_f} \quad (\text{I.5})$$

La courbe de traction mesurée à déplacement imposé, pour un fil brut T300 de longueur de jauge 50 mm et contenant 3000 fibres est représentée à la figure I.3.

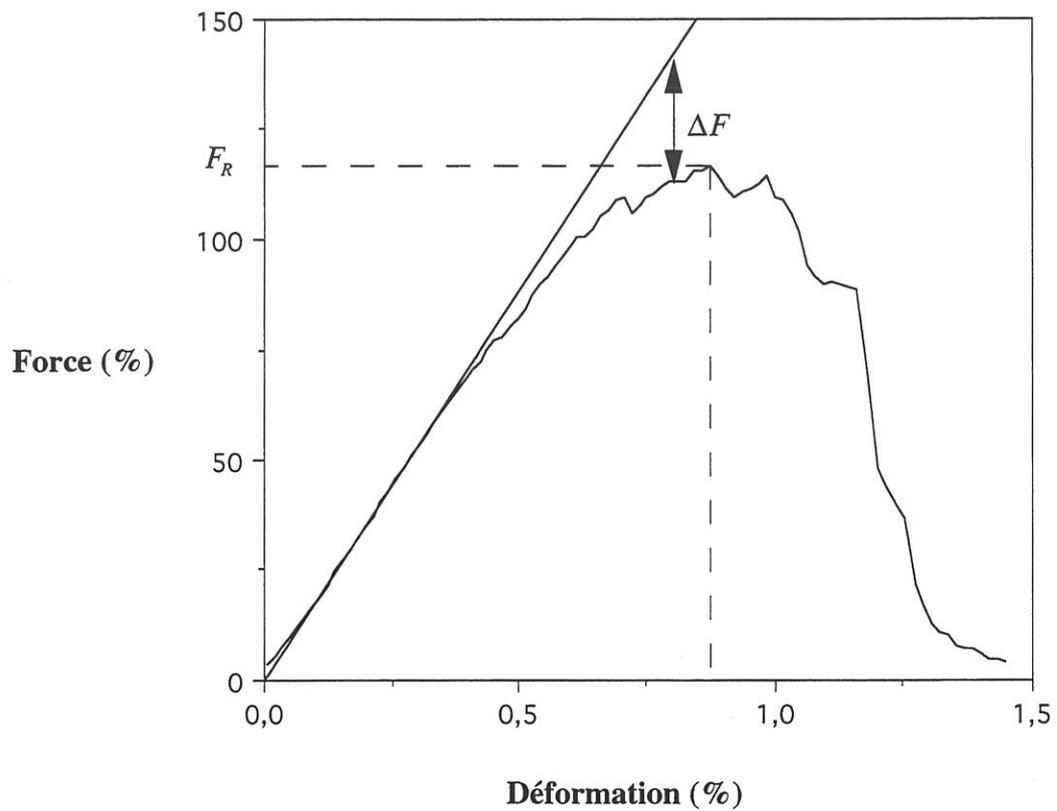


Figure I.3 : Courbe de traction d'un fil brut T300 3K

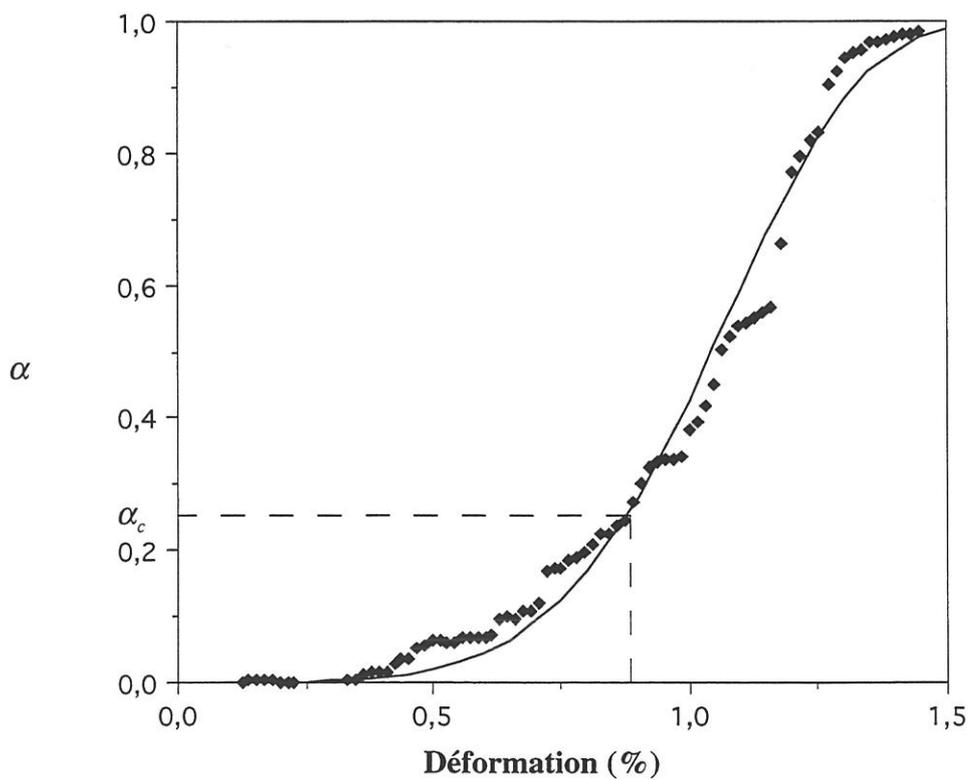


Figure I.4 : Evolution du taux de fibres rompues au cours de l'essai de traction ; détermination du taux critique

La fraction de ruptures individuelles de fibres  $\alpha$  au cours de la traction (fig. I.4) est donnée par la chute de force par rapport à la force que supporterait le fil en l'absence de rupture de fibres (fig. I.3).

$$\alpha = \frac{\Delta F}{F + \Delta F} \quad (\text{I.6})$$

avec  $F$  la charge supportée par le fil.

Une fois la valeur de  $\alpha$  connue, il est possible de déterminer les paramètres statistiques  $m_f$  et  $\sigma_{0f}$  des fibres par régression linéaire fondée sur l'équation (I.1) (fig. I.5, méthode 1). Lissart [1] a ainsi démontré la pertinence du modèle, en l'appliquant aux fibres SiC Nicalon.

Les paramètres statistiques  $m_f$  et  $\sigma_{0f}$  peuvent être aussi déterminés à partir du taux critique de fibres rompues, et de la contrainte maximale (équations (I.3) et (I.5), méthode 2). Les résultats sont donnés au tableau I.2. Il est à remarquer qu'un certain nombre de fibres étaient rompues avant l'essai. La raideur des fils a permis d'en estimer le taux.

	$m_f$	$\sigma_{0f}$ (MPa, $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ )	Fils bruts	
			$\alpha_c$ (%)	$\bar{\sigma}_R^{fil}$ (MPa)
Monofilament	6,0 (1,2)	882 (278)	15 (3) *	1598 **
Fil brut méthode 1	4,8 (0,7)	682 (194)	19 (2) *	1499 **
Fil brut méthode 2	3,8 (1,3) *	473 (205) **	24 (6)	1413 (125)

\* équation (I.5), \*\* équation (I.3)

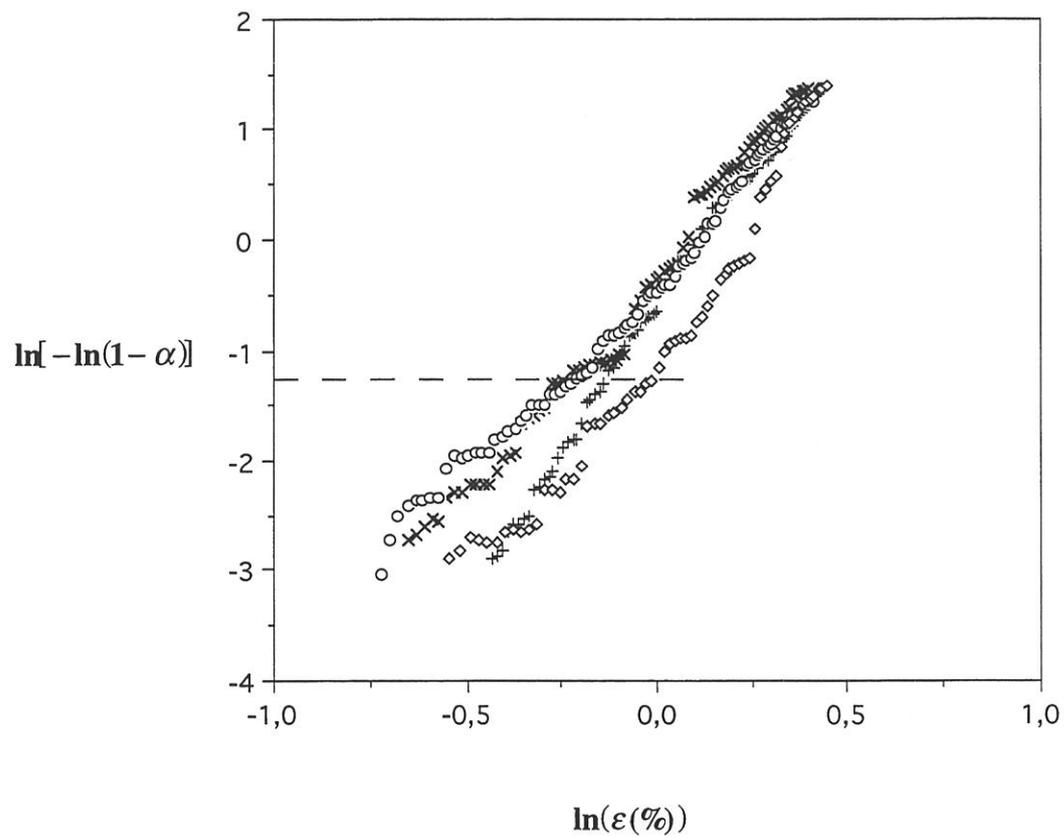
**Tableau I.2 :** Paramètres statistiques de la fibre T300, à partir d'essais sur monofilaments et sur fil brut (en italique les valeurs déduites des résultats expérimentaux)

Il apparaît que les caractéristiques statistiques des fibres peuvent être déduites des courbes de traction sur fil brut, ce résultat confirmant celui de Lissart. Cependant l'utilisation du taux critique des fibres rompues pour déterminer le module de Weibull (méthode 2) semble la moins adéquate.

Ces travaux ont, de plus, confirmé la valeur de 230 GPa pour le module d'Young.

L'anisotropie du graphite affecte fortement les **coefficients de dilatation thermique** radial  $\alpha_r$  et longitudinal  $\alpha_L$  des fibres.

Menessier et al [8] ont établi l'expression suivante pour  $\alpha_L$  entre 0 et 430°C :



**Figure I.5 : Détermination des paramètres statistiques relatifs à la rupture des fibres T300 (méthode 1)**

$$\alpha_L = (-0,24 + 3,4 \cdot 10^{-3} \cdot T + 1,59 \cdot 10^{-6} \cdot T^2) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad (\text{I.7})$$

Sur le domaine de température [ 0 - 1000°C ], Yasuda et al [9] ont déterminé le coefficient de dilatation longitudinal des fibres par dilatométrie différentielle sur une mèche imprégnée. Ils ont obtenu :

$$\alpha_L = (-0,5 + 3,2 \cdot 10^{-3} \cdot T) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad (\text{I.8})$$

Villeneuve a déduit  $\alpha_L$  des mesures directes de déformation de fibres individuelles entre 25 et 800°C réalisées par microscopie électronique à transmission, [10] :  $\alpha_L = 4,5 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  . Il est important de remarquer que les valeurs de  $\alpha_L$  de Villeneuve sont très différentes de celles de Menessier et de Yasuda. Il apparaît que les valeurs mesurées dans le cadre de ce travail montrent que **les valeurs obtenues par Villeneuve sont à écarter.**

Menessier [8] a déterminé  $\alpha_r$  pour les fibres T300 dans l'intervalle de température [25 - 430°C] par dilatométrie différentielle sur des composites à matrice verre. Il a proposé l'expression suivante :

$$\alpha_r = (8,8 + 0,76 \cdot 10^{-3} \cdot T - 0,33 \cdot 10^{-5} \cdot T^2) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad (\text{I.9})$$

Pour l'intervalle de température [25 - 800°C], Villeneuve a obtenu un coefficient de dilatation radial égal à  $6,8 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  .

Ces valeurs sont bien inférieures à celles généralement employées, notamment par Lamon et al [11] et Bobet [12] :  $18 \cdot 10^{-6} \leq \alpha_r \leq 22 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ .

Il reste que la détermination de ce coefficient est rendue difficile par le fait que la section de la fibre n'est pas circulaire. Pour la suite de l'étude, on retiendra que **le coefficient de dilatation radial** de la fibre T300 est supérieur ou égal à  $10 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  en moyenne sur [0 - 1000°C].

## I.2 - Fibre de carbure de silicium Nicalon NL 202

Obtenu à partir de polycarbosilane (P.C.S.) suivant un procédé proche de celui utilisé pour les fibres de carbone, la fibre est constituée de carbure de silicium sous sa

forme basse température ( $\beta$  SiC), de carbone libre et d'un oxycarbure de silicium amorphe  $\text{SiO}_x\text{C}_y$ .

Sa section est de forme circulaire de diamètre 14,8 (2,0)  $\mu\text{m}$  et de section 175 (47)  $\mu\text{m}^2$ . La figure I.6 présente l'histogramme des sections des fibres [1].

Lissart [1] et Lesniewski et Bunsell [13] ont étudié la rupture des fibres Nicalon NL 202. Leurs résultats sont donnés au tableau I.3 (fig. I.2).

Longueur de jauge (mm)	$\bar{\sigma}_R$ (MPa)	$\bar{\epsilon}_R$ (%)	$m_f$	$\sigma_{0f}$ (MPa) ( $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ )
25 [1]	2203 (584)	1,00 (0,25)	3,5	514
50 [1]	1914 (388)	0,90 (0,18)	5,5	870
75 [1]	1773 (466)	0,84 (0,19)	3,5	561
25 [13]	2110 (600)		3,3	430
80 [13]	1850 (600)		3,2	558
220 [13]	1400 (500)		3,3	623

**Tableau I.3** : Données relatives à la rupture des fibres Nicalon NL 202 .

Ces auteurs ont, de plus, confirmé la valeur du module d'Young : 200 GPa. Enfin, la densité est donnée par le fabricant égale à 2,55.

Concernant les coefficients de dilatation, étrangement, peu d'études ont été effectuées sur un large domaine de température [0 - 1000°C]. Sur le domaine [0 - 200°C], le fabricant donne  $\alpha_L = 3,1 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$ . Sur l'intervalle [25 - 800°C] Villeneuve a mesuré les valeurs suivantes :  $\alpha_L = 3,9 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$  et  $\alpha_f = 2,9 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$ .

### I.3 - Interphase de carbone

L'interphase de carbone entrant dans la composition des matériaux utilisés est élaborée par infiltration chimique en phase vapeur (C.V.I.) selon le même procédé que la matrice. Les carbones obtenus par cette méthode sont dénommés carbones pyrolytiques ou pyrocarbones. Ils sont formés de "grains" qui se développent en strates, de sorte que les feuillets graphitiques élémentaires sont parallèles à la surface de dépôt.

Des études par microscopie à transmission [14] ont mis en évidence les différentes microtextures de l'interphase relevées sur le composite C/SiC. Le schéma de la figure I.7

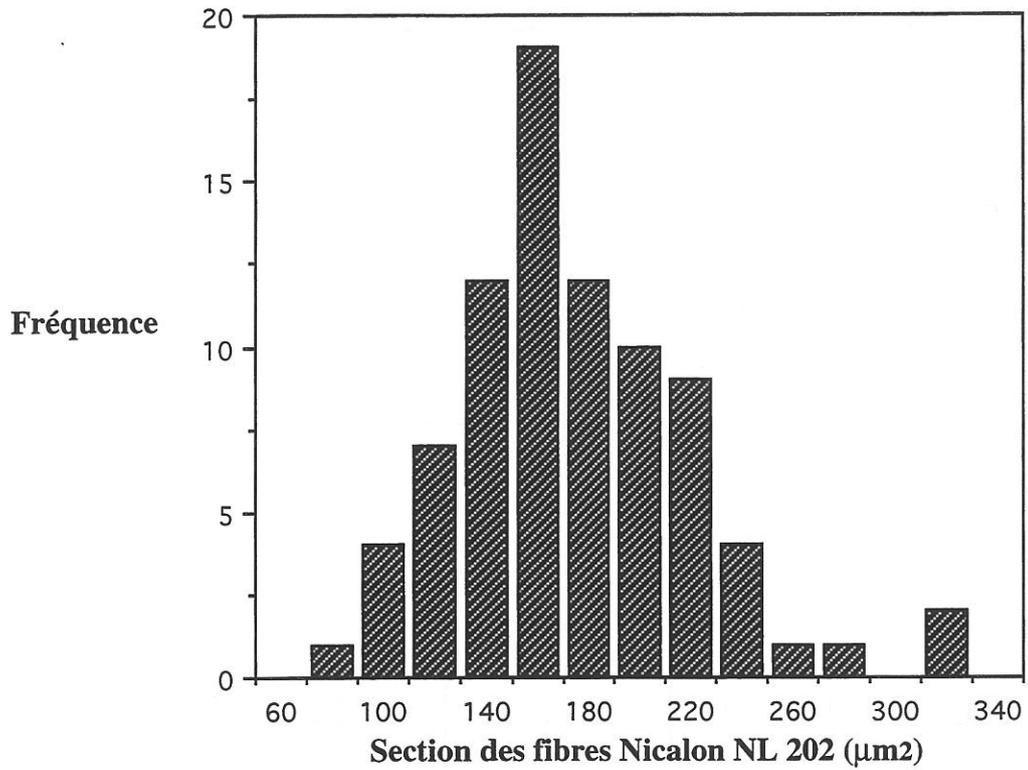


Figure I.6 : Histogramme des sections des fibres Nicalon NL 202 [Lissart, 1994]

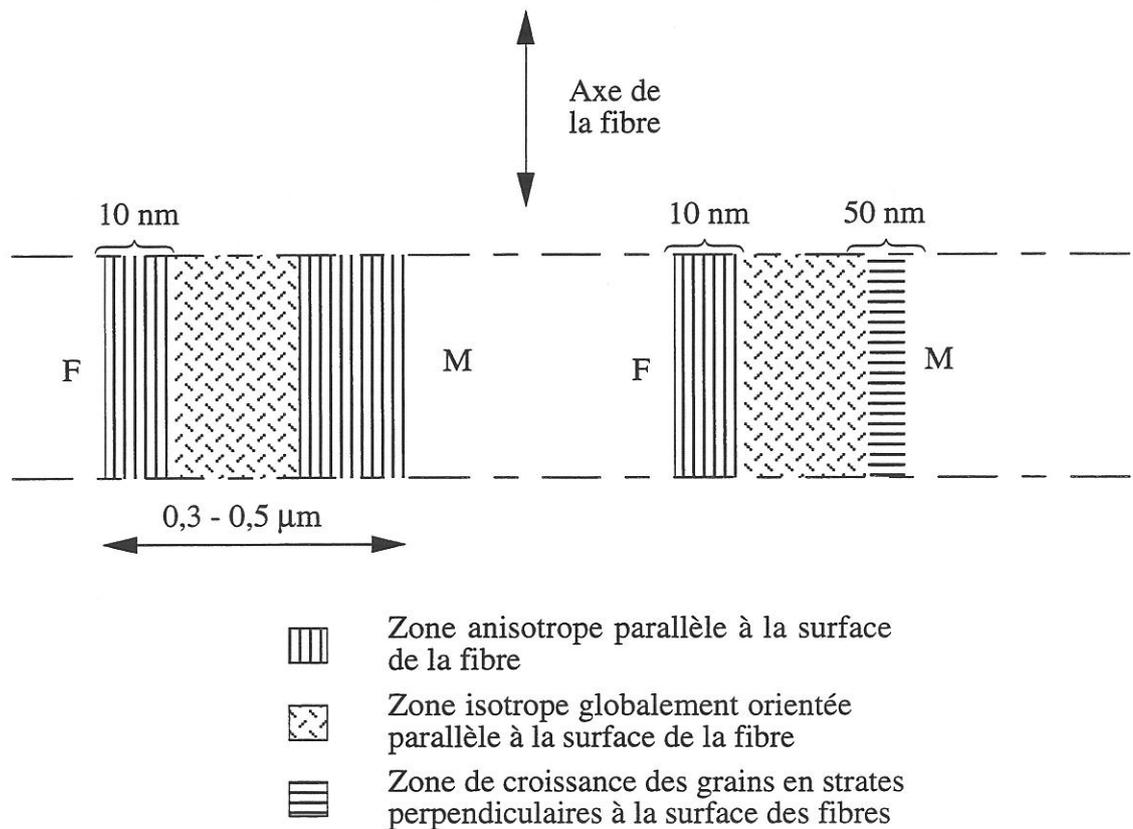


Figure I.7 : Schémas de microtextures relevées dans les interphases de pyrocarbone du C/SiC [Despres, 1993]

indique que, suivant l'épaisseur, les grains peuvent se développer dans diverses directions. Il conviendrait donc de déterminer les propriétés mécaniques et dilatométriques en fonction de celles du monocristal de graphite, et d'une fonction de distribution des orientations des grains.

La microtexture des pyrocarbones déposés est identifiée à partir de l'anisotropie optique. Pour cela le matériau poli est observé au microscope optique en lumière polarisée. L'angle de rotation de l'analyseur, nécessaire à l'extinction, est égal à  $12 (1)^\circ$ , indiquant que la microtexture est de type laminaire lisse, proche du laminaire sombre [15]. Ces pyrocarbones se situent donc à mi chemin entre un pyrocarbone très anisotrope (laminaire rugueux) et un pyrocarbone isotrope.

Peu de données sont disponibles sur **le module d'Young** (selon la direction de l'axe des fibres) du pyrocarbone dans la littérature. Rappeneau et al [16] ont comparé les valeurs des modules d'Young d'un pyrocarbone déposé à environ  $1600^\circ\text{C}$ , (11,2 GPa), d'un pyrographite (pyrocarbone déposé vers  $2100^\circ\text{C}$ ) (30 GPa) et d'un graphite nucléaire (8 à 10 GPa). Il apparaît que le pyrocarbone a un module d'Young très faible par rapport à celui des fibres T300.

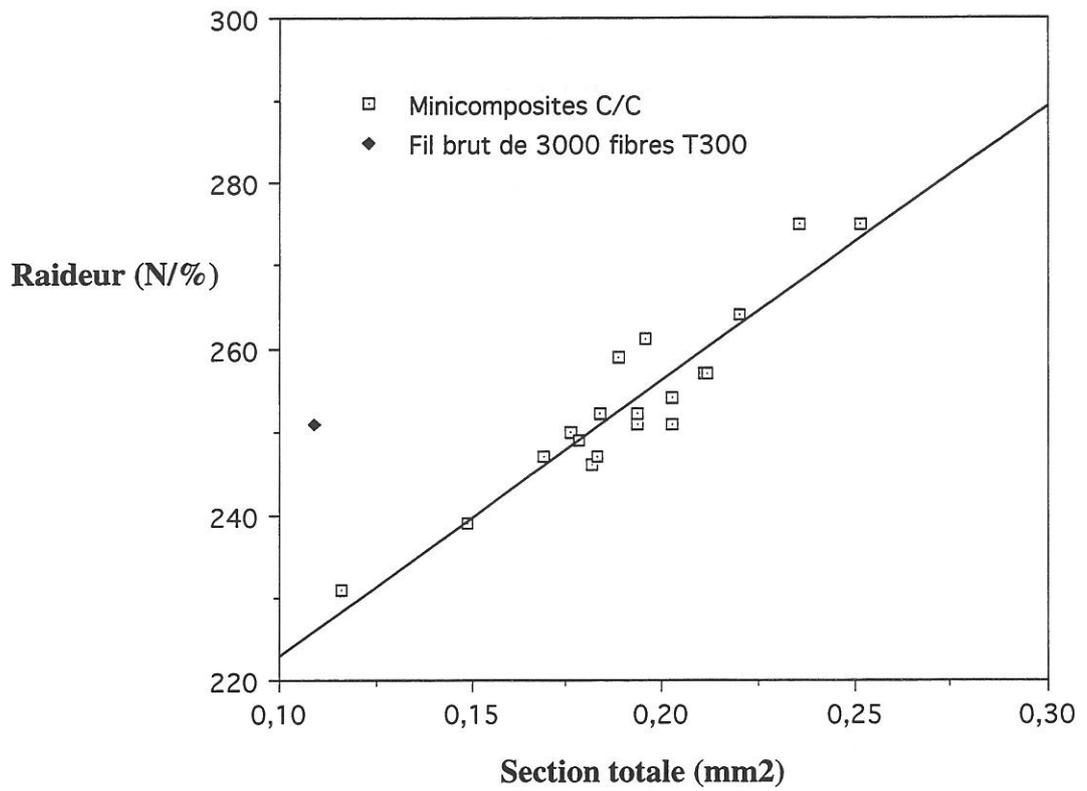
Les essais de traction uniaxiale que nous avons réalisés sur des minicomposites C/C à température ambiante et en température ont montré que le comportement mécanique est analogue à celui d'un matériau fragile : le comportement est linéaire élastique jusqu'à la rupture. Aucune émission acoustique n'est enregistrée, indiquant qu'aucun endommagement ne survient au cours de la traction.

Ces essais de traction sur minicomposites C/C nous ont permis d'estimer le module d'Young du pyrocarbone, à partir de la loi des mélanges :

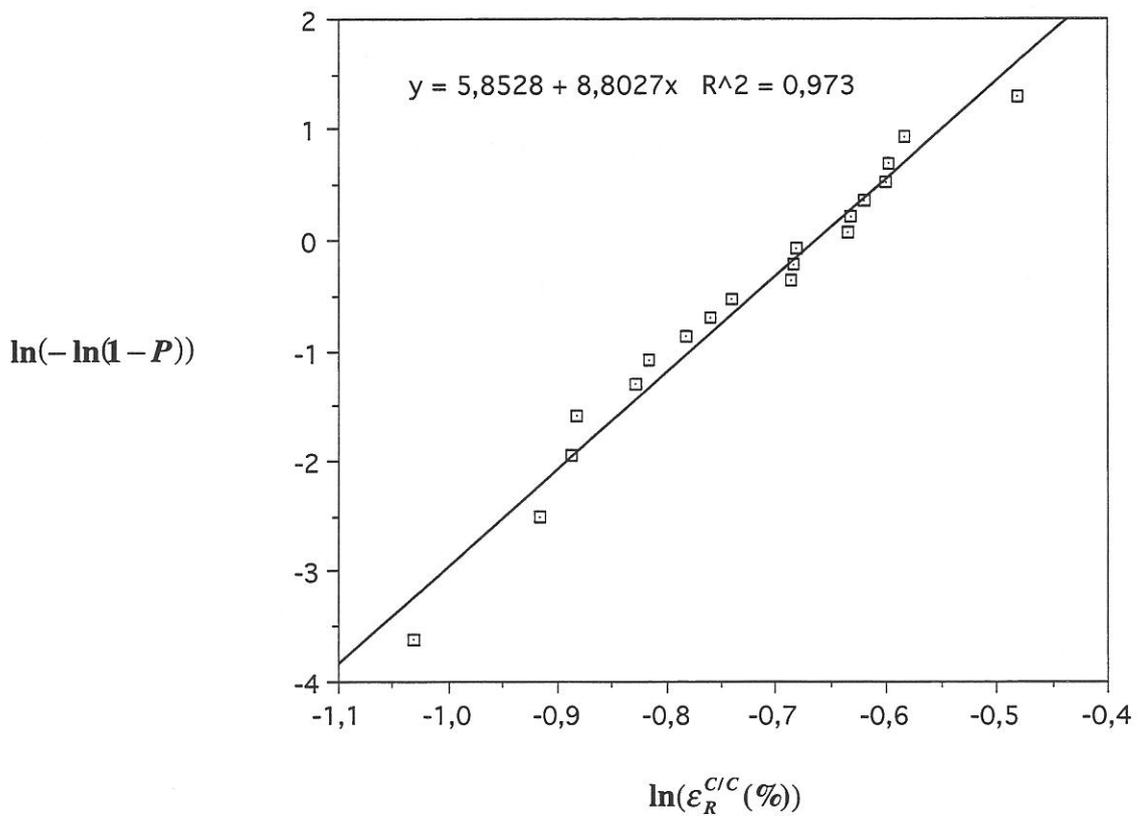
$$E_c \cdot S_c = \frac{dF}{d\varepsilon} = (E_f - E_i) \cdot S_f + E_i \cdot S_c \quad (\text{I.10})$$

$E_f$  et  $E_i$  sont respectivement les modules d'Young des fibres et du pyrocarbone,  $S_f$  est la section totale de fibres,  $S_c$  la section totale du minicomposite mesurée au pycnomètre à hélium.  $E_c \cdot S_c$  est déterminé à partir de la courbe de traction.

Les minicomposites possédaient différents taux de pyrocarbone (de 30 à 60 %). Par régression linéaire, nous avons obtenu un module d'Young égal à 33 (7) GPa (fig. I.8).



**Figure I.8 : Détermination du module d'Young du pyrocarbone**



**Figure I.9 : Rupture des minicomposites C/C.  
Détermination des paramètres statistiques à partir de la distribution des déformations à rupture**

Si l'on assimile les minicomposites C/C à des matériaux monolithiques, la **rupture** peut être caractérisée par une loi de Weibull. La rupture intervient pour une charge moyenne de 127 (11) N soit une contrainte correspondante de 686 (123) MPa. L'allongement moyen à rupture est égal à 0,49 (0,07) %. Le module de Weibull est déterminé par regression linéaire à partir des contraintes à rupture, classées par ordre croissant et auxquelles on attribue une probabilité liée à leur rang  $i$  (avec  $N$  le nombre d'essais):

$$P_i = \frac{i - 0,5}{N} \quad (\text{I.11})$$

On obtient un module de Weibull égal à 8,8 et un terme constant de 202 MPa ( $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ ) (fig. I.9).

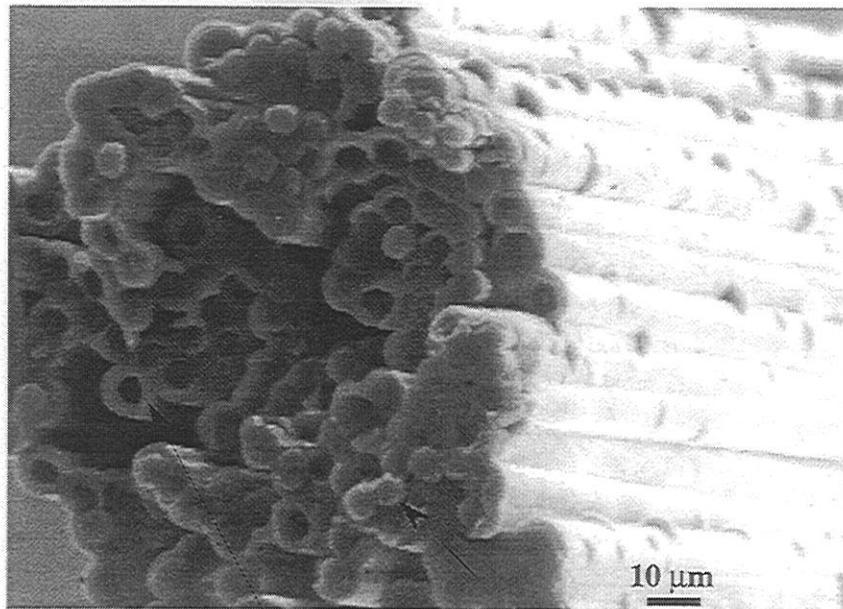
L'examen des faciès de rupture (fig. I.10) montre la présence d'un nombre limité de fibres extraites de la gaine de pyrocarbone. Les longueurs d'extractions sont, de plus, faibles (quelques  $\mu\text{m}$ ). Il semble que la rupture soit de nature brutale sans endommagement préalable. La rupture est soit contrôlée par la matrice de pyrocarbone, soit par les fibres. Plusieurs processus peuvent être envisagés :

- (i) - la fissure matricielle libère les fibres sur une certaine longueur, les fibres rompent alors de manière séquentielle, jusqu'à atteindre un taux critique conduisant à la rupture globale du minicomposite [17] (rupture gouvernée par les fibres avec partage global de l'effort),
- (ii) - une fissure amorcée dans la matrice se propage dans les fibres,
- (iii) - la rupture d'un certain nombre de fibres entraîne la rupture de leurs voisines qui cause la propagation catastrophique de la rupture des fibres (rupture gouvernée par les fibres avec partage local de l'effort).

Le processus (i) est d'emblée écarté dans la mesure où la rupture intervient sans endommagement préalable.

En supposant que la rupture suit le processus (ii), la contrainte à rupture des minicomposites C/C permet d'estimer la contrainte à rupture du pyrocarbone (fig. I.11). On obtient, sous cette hypothèse, que la contrainte moyenne à rupture du pyrocarbone est égale à 151 (13) MPa, pour un allongement de 0,49 (0,07) %. Les paramètres statistiques correspondant aux distributions statistiques des contraintes et des déformations sont respectivement les suivants :  $m = 8,8$  et  $13,6$  et le facteur d'échelle est compris entre 176 et 202 MPa ( $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ ).





Pyrocarbone

Fibres

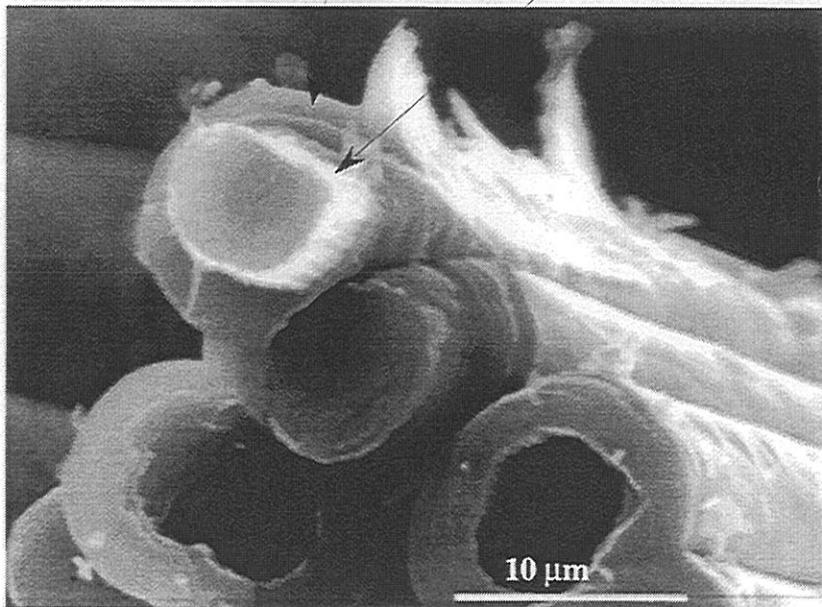
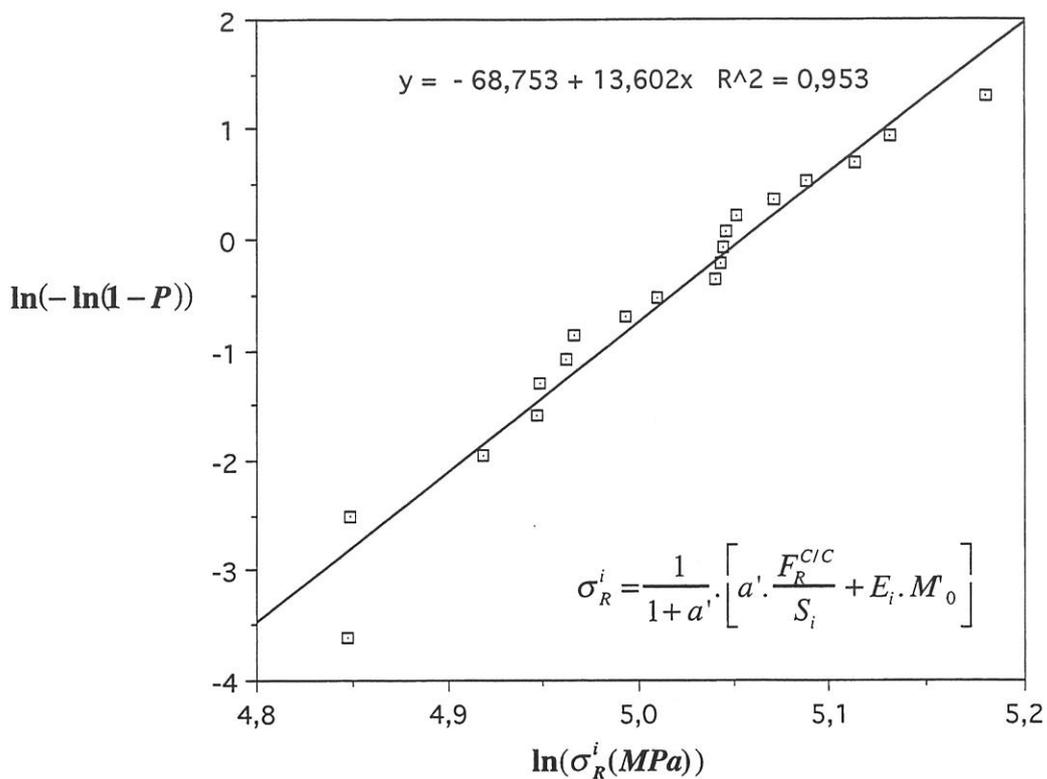
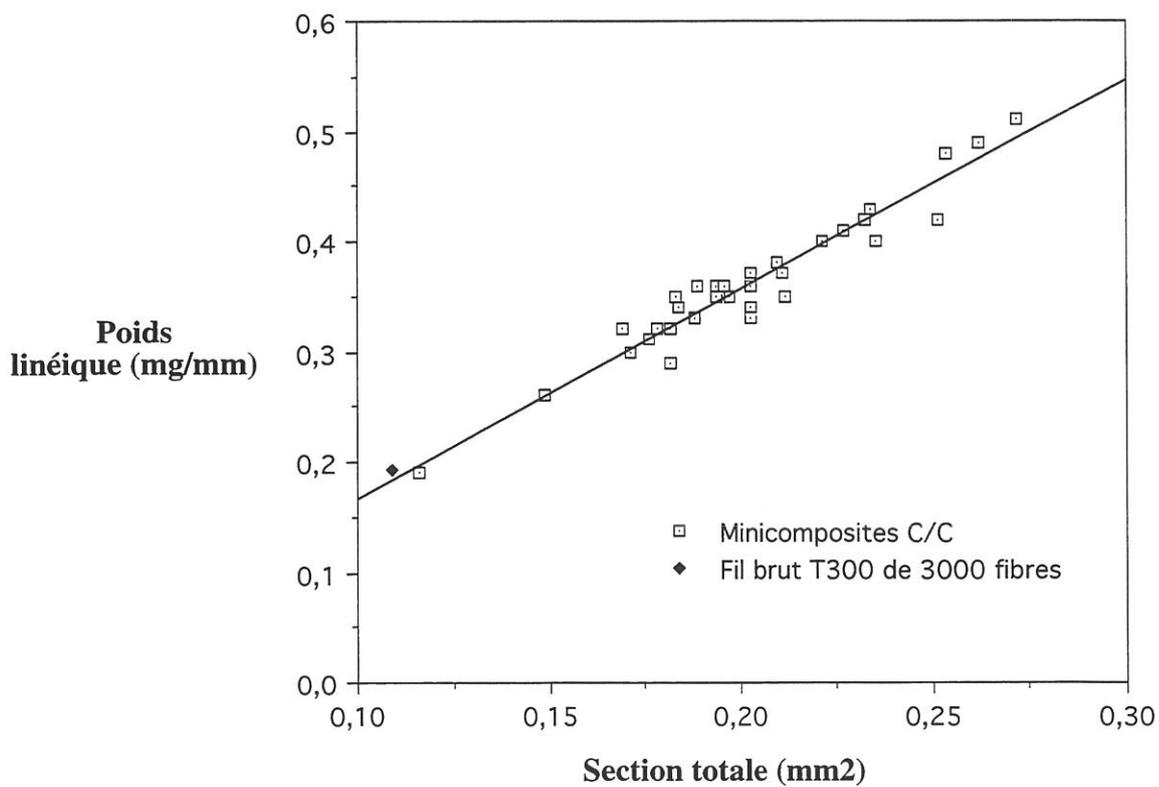


Figure I.10 : Faciès de rupture des minicomposites C/C





**Figure I.11 : Rupture des minicomposites C/C  
Rupture conditionnée par la rupture de la matrice**



**Figure I.12 : Détermination de la densité du pyrocarbone**

La comparaison des contraintes à rupture des fibres dans le fil brut et dans les minicomposites C/C, ne permet pas de conclure quant à l'origine de la rupture dans les minicomposites C/C (processus ii ou iii). En effet, au moment de la rupture, la contrainte dans les fibres vaut 1052 (93) MPa (en supposant les contraintes d'origine thermique nulles). Cette dernière contrainte est à comparer avec la contrainte des fibres dans le fil brut au moment de la première rupture de fibre et au moment de la rupture ultime. Dans le fil brut, la contrainte de rupture de la première fibre vaut : 966 (98) MPa et la contrainte des fibres au moment de la rupture ultime vaut : 1413 (125) MPa. Il apparaît ainsi que la rupture des minicomposites C/C se produit alors que la contrainte dans les fibres est proche (voire égale vu les écarts types) de la contrainte des fibres au moment de la première rupture de fibre (partie inférieure de la distribution des contraintes à rupture des fibres). Ceci confirme que la rupture des minicomposites C/C se produit alors que très peu de fibres sont rompues : une contrainte de 1052 MPa correspond à un taux de fibres rompues égal à 0,5 % (environ 15 fibres rompues).

La **densité** a été déterminée par pesée, le volume des minicomposites ayant été mesuré au pycnomètre à hélium :

$$\frac{M_c}{L} = (\rho_f - \rho_i) \cdot S_f + \rho_i \cdot S_c \quad (\text{I.12})$$

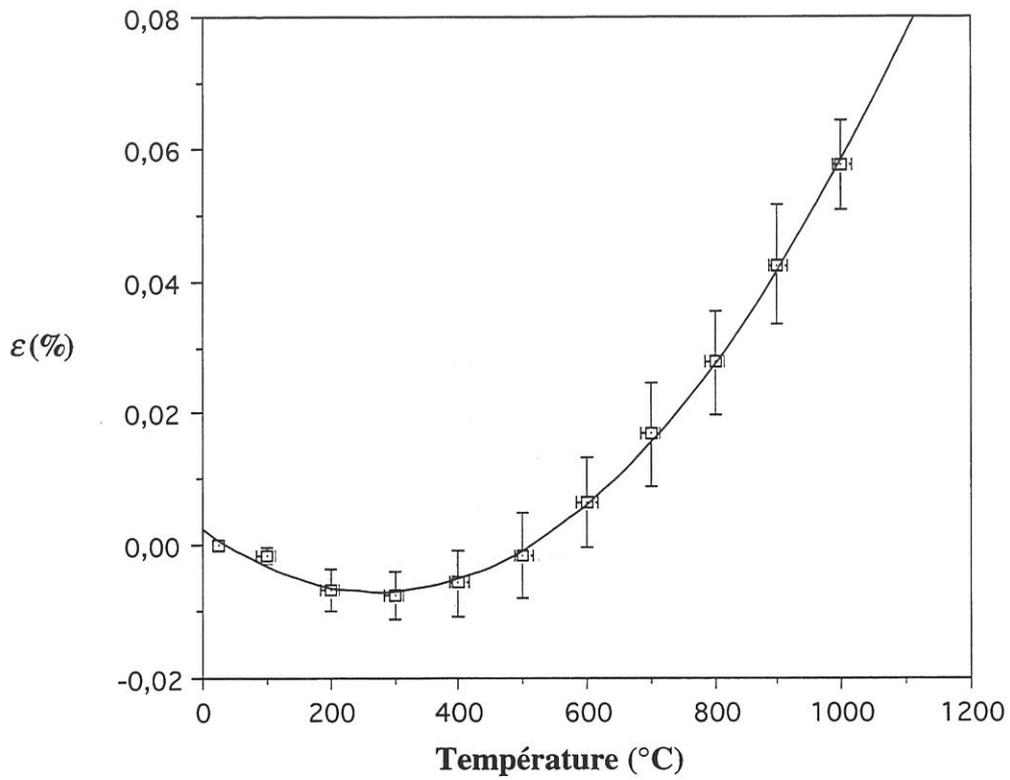
où  $M_c$  est la masse du minicomposite correspondant à la longueur  $L$ .

Il apparaît (fig. I.12) que la densité est de 1,85 (0,10).

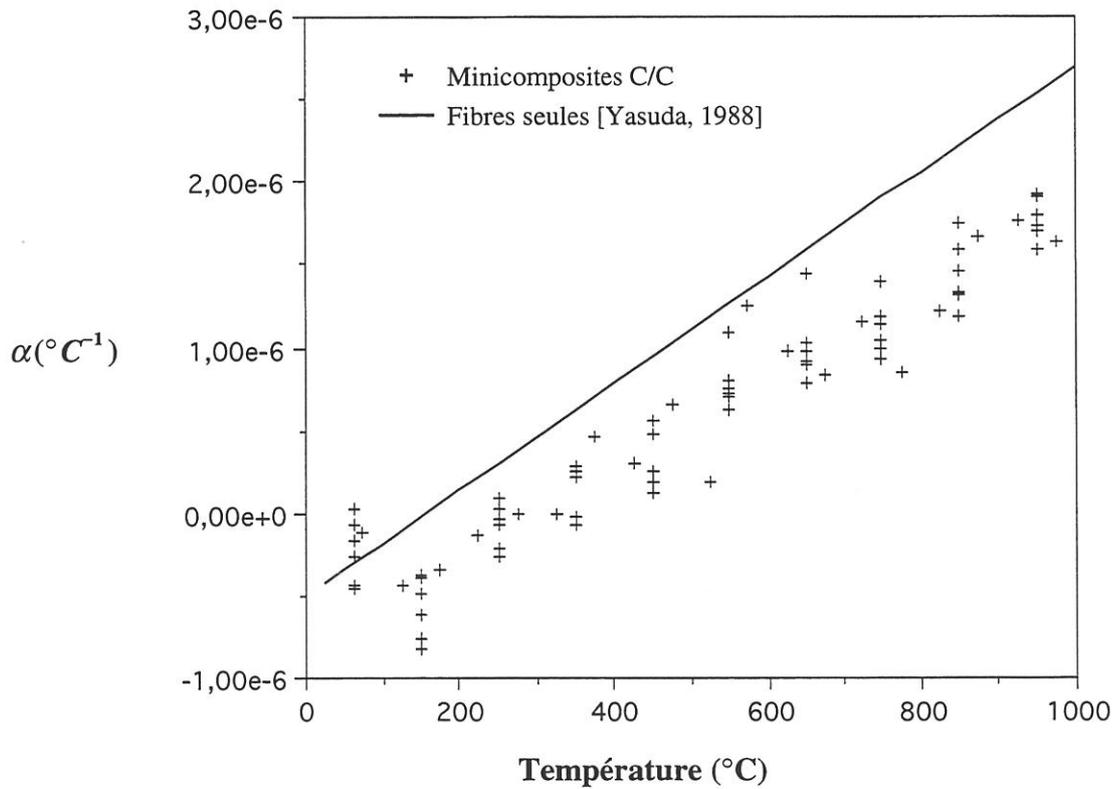
Le **coefficient de dilatation** du pyrocarbone dépend de la microtexture et de l'épaisseur déposée. La dilatation longitudinale de minicomposites C/C a été étudiée jusqu'à 1000°C au cours du présent travail (cf. chapitre VII) (fig. I.13). Les résultats indiquent que le coefficient de dilatation du C/C est proche (voire identique vu les incertitudes de mesure) de celui des fibres donné par Yasuda et al [9] (fig. I.14).

#### I.4 - Matrice de carbure de silicium

La contrainte à **rupture** de la matrice SiC élaborée par C.V.I. a été estimée à partir de la limite de linéarité (apparition de la première fissure dans la matrice) de minicomposites SiC/SiC de longueur 75 mm par Lissart [1]. Les résultats sont regroupés au tableau I.4.



**Figure I.13 : Dilatation de minicomposites C/C**



**Figure I.14 : Coefficient de dilatation de minicomposites C/C, comparaison avec le coefficient de dilatation des fibres T300**

$S_m$ (mm <sup>2</sup> )	$\bar{\sigma}_R$ (MPa)	$m_m$	$\sigma_{0m}$ (MPa) ( $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ )
0,030 (0,006)	626 (127)	5,4	795
0,155 (0,034)	195 (34)	6,2	315
0,372 (0,140)	146 (37)	5,1	296

**Tableau I.4** : Données relatives à la rupture de la matrice SiC élaborée par C.V.I. [1].

La matrice de carbure de silicium, obtenue par C.V.I., est formée de SiC  $\beta$ , mis en évidence par diffraction des rayons X [18]. La technique C.V.I. implique une croissance radiale du dépôt, qui, en conséquence, devrait présenter une certaine anisotropie. Des investigations ont été entreprises sans réellement démontrer cette anisotropie [18]. L'hypothèse d'isotropie est communément admise.

A partir de l'étude effectuée par Li et Bradt [19] sur les constantes élastiques du monocristal SiC  $\beta$ , le **module d'Young** peut être estimé. On retiendra qu'il est compris entre 350 et 400 GPa. Le module de la matrice SiC a été aussi déterminé à partir du module d'Young de minicomposites SiC/SiC à l'aide de la loi des mélanges [1].

Le **coefficient de dilatation** du monocristal de SiC  $\beta$  est isotrope [19]. Le coefficient de dilatation de la matrice SiC (polycristalline) est par conséquent isotrope et est déduit des travaux de Li et Bradt [19], pour des température comprises entre [25 - 1000°C] :

$$\alpha_m = (3,19 + 3,60 \cdot 10^{-3} \cdot T - 1,68 \cdot 10^{-6} \cdot T^2) \cdot 10^{-6} (\text{°C}^{-1}) \quad (\text{I.13})$$

La **densité** de la matrice SiC élaborée par voie C.V.I. vaut : 3,2 (valeur communément admise).

## I.5 - Dilatation différentielle

La connaissance de la différence de dilatation entre les différents constituants d'un matériau composite est essentielle, en particulier lorsqu'ils sont élaborés à haute température et qu'ils sont destinés à des applications à température ambiante et à haute température. La différence de dilatation entre des fibres T300 et Nicalon NL 202 et la matrice SiC élaborée par C.V.I., a été mesurée sous microscope électronique à balayage, au cours d'une montée en température.

A cet effet, des microcomposites C/SiC (constitués d'une fibre de carbone unique enrobée de matrice) ont été préalablement oxydés à 800°C pendant 3 heures. Ce traitement d'oxydation permet de récupérer des tubes de SiC C.V.I. monolithiques. On colle parallèlement les fibres et le tube sur un support. La longueur utile des échantillons est  $L_0 = 10,5$  (0,5) mm, de telle sorte que la variation de longueur des échantillons soit suffisamment importante au cours de la montée en température. L'ensemble est ensuite installé dans un four intégré au microscope électronique à balayage, de façon que l'extrémité des échantillons se trouve en vis à vis de la fenêtre d'observation (fig. I.15). La zone isotherme du four s'étend sur une longueur de 10 mm de part et d'autre de la fenêtre. Ainsi les échantillons sont à la même température sur toute leur longueur utile. Tout les 25°C, et jusqu'à 1000°C, on mesure la distance qui sépare l'extrémité des échantillons. La valeur des allongements obtenus est connue à  $\pm 0,023\%$  près.

En fonction de la température, la matrice et les fibres se dilatent de manière différente. La différence d'allongement est égale à :

$$\varepsilon_m - \varepsilon_f = \frac{\Delta L}{L_0} = \int_{25}^T (\alpha_m - \alpha_f) . dT \quad (I.14)$$

Expérimentalement, la différence d'allongement évolue de manière linéaire en fonction de la température (pour des températures inférieures à 1000°C). La pente de cette courbe (fig. I.16) donne la valeur moyenne de la différence entre les coefficients de dilatation  $\alpha_m$  et  $\alpha_f$  sur l'intervalle de température [25 - 1000°C].

Pour le système T300/SiC, on obtient (fig. I.16) :  $\bar{\alpha}_m - \bar{\alpha}_f = 3,27(0,16) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Ces résultats expérimentaux sont comparés à la différence de déformation  $\varepsilon_m - \varepsilon_f$  calculée à l'aide de l'équation (I.14) et des valeurs des coefficients de dilatation des fibres T300 sur [0 - 1000°C] obtenues par Yasuda et al [9], et du carbure de silicium obtenues par Li et Bradt [19] (fig. I.10). Il est à noter que l'évolution de cette différence  $\varepsilon_m - \varepsilon_f$  est quasiment linéaire sur l'intervalle concerné, et est comparable aux résultats expérimentaux. La différence correspondante des coefficients de dilatation  $\bar{\alpha}_m - \bar{\alpha}_f$  sur [25 - 1000°C] est égale à  $3,25 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . On obtient donc une bonne corrélation entre nos mesures et certaines données de la littérature.

En ce qui concerne la fibre Nicalon, on obtient expérimentalement (fig. I.16) :  $\bar{\alpha}_m - \bar{\alpha}_f = -0,32(0,19) \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Le terme entre parenthèses correspond à un intervalle de confiance de 95% sur la valeur de la pente. Ce résultat n'est pas en accord avec le coefficient de dilatation donné par Villeneuve. Cependant, il est à noter que la méthode utilisée par Villeneuve a été mise en défaut précédemment pour les fibres T300 et peut

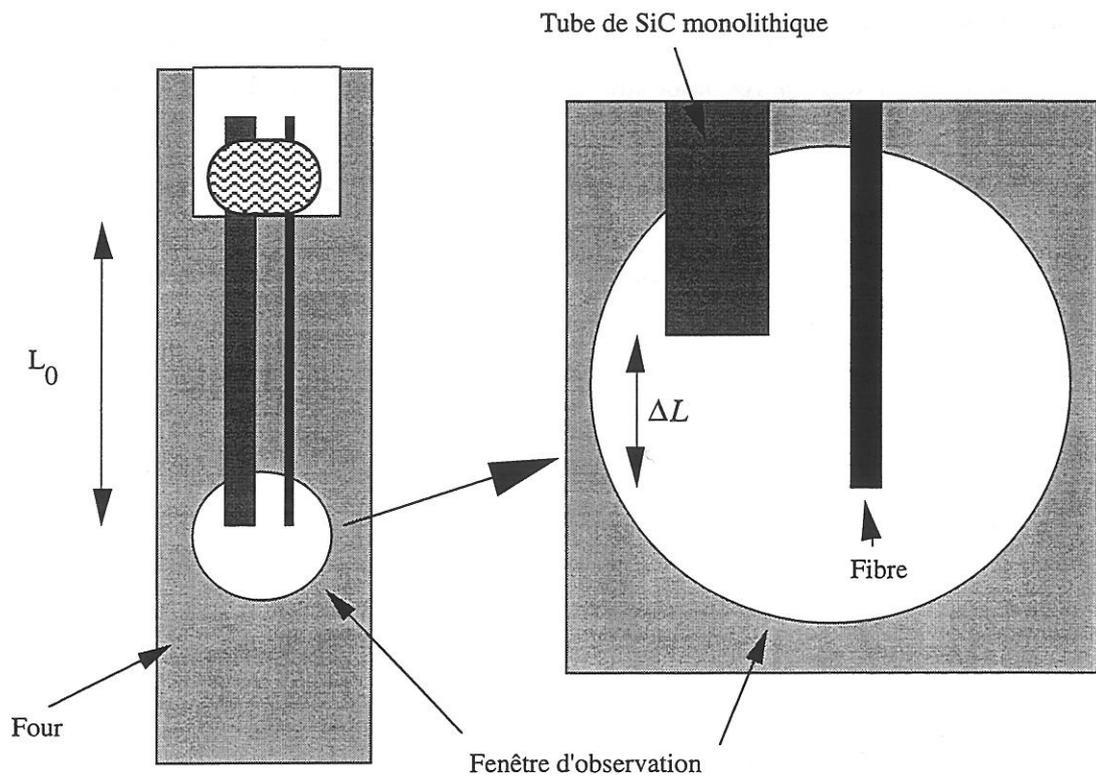


Figure I.15 : Mode expérimental pour la mesure de la dilatation différentielle

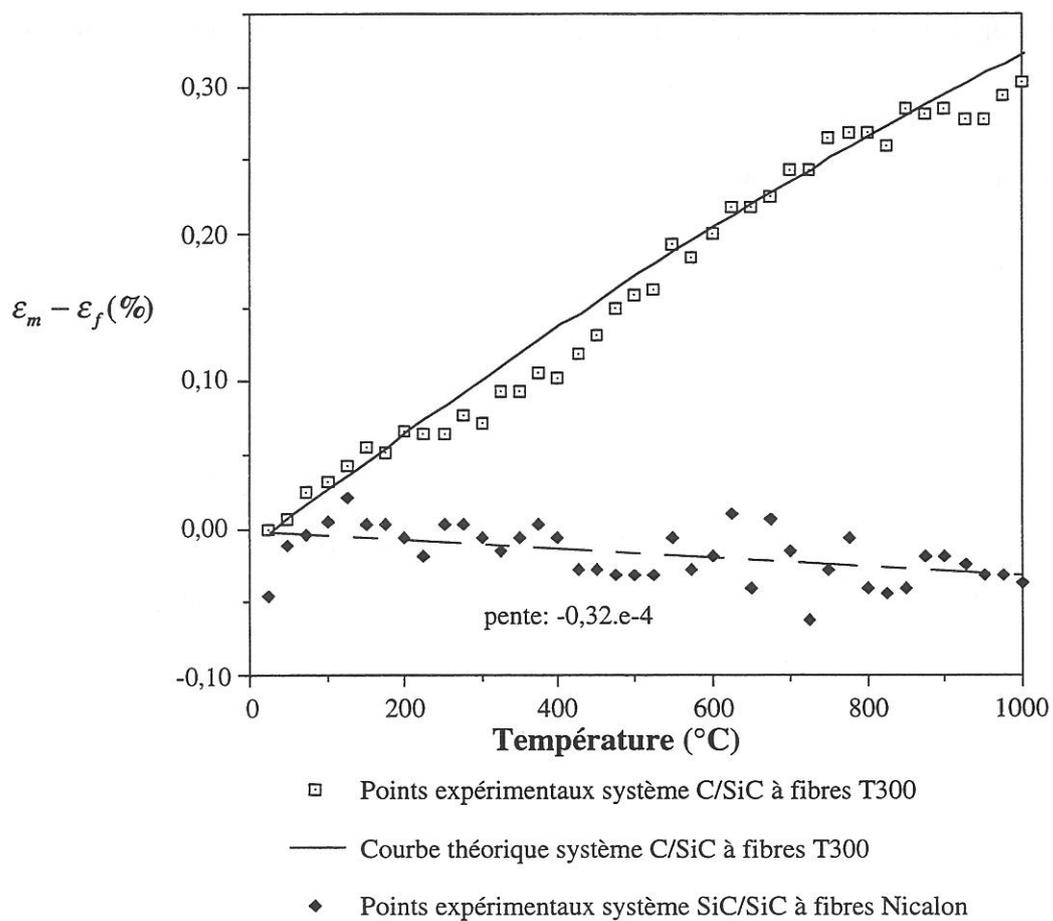


Figure I.16 : Evolution de la différence de dilatation entre les fibres et la matrice

donc être mise en doute pour la fibre SiC Nicalon. En outre, sur le domaine de température [0 - 200°C], la différence entre le coefficient de dilatation de la fibre fourni par le fabricant et celui de la matrice SiC est effectivement proche de 0.

Le tableau I.5 rassemble les principales propriétés des fibres, du pyrocarbone et de la matrice.

Matériau	Fibre T300	Fibre Nicalon NL 202	Pyrocarbone	Matrice SiC C.V.I.
m	6,0 (1,2)	3,7 (0,9)		5,7 (0,6)
$\sigma_0$ (MPa)	882 (278)	593 (150)		305
E (GPa)	230	200	33 (7)	400
$\alpha_L (10^{-6} \cdot ^\circ C^{-1})$	$-0,5+3,2 \cdot 10^{-3} \cdot T$			$3,5+1,9 \cdot 10^{-3} \cdot T$
$\bar{\alpha}_L (10^{-6} \cdot ^\circ C^{-1})$	1,1	4,8		4,5
$\bar{\alpha}_r (10^{-6} \cdot ^\circ C^{-1})$	$\geq 10$	2,9 (?)		4,5
densité	1,76	2,55	1,85 (0,10)	3,2

**Tableau I.5** : Principales propriétés des constituants des composites C/C/SiC et SiC/C/SiC élaborés par C.V.I.

(les moyennes sont calculées sur l'intervalle [25 - 1000°C]).

## I.6 - Minicomposites C/C/SiC

### I.6.1 - Élaboration

Les fils de 3000 fibres T300 ont été fixés sur des cadres en graphite. Ces cadres ont été ensuite enveloppés dans du tissu T300, afin de créer les conditions de C.V.I. lors de l'infiltration du pyrocarbone et du SiC. Les cadres ont été préalablement infiltrés par du pyrocarbone, l'épaisseur du dépôt est égale à 3,8 (0,2)  $\mu\text{m}$ . Un cadre de minicomposites C/C a été alors extrait. Ces minicomposites C/C serviront à caractériser le cœur des minicomposites C/C/SiC. Ensuite une épaisseur de 24,4 (2,7)  $\mu\text{m}$  de SiC a été déposée. Les épaisseurs de pyrocarbone et de SiC dans la zone externe des minicomposites sont identiques pour tous les échantillons. Elles ont été mesurées sur des coupes transversales polies observées au microscope électronique à balayage. Ainsi l'infiltration y est homogène.

### I.6.2 - Influence de la répartition spatiale des fibres sur les sections des matériaux déposés

Bien que l'infiltration soit homogène, la partie interne des minicomposites présente des disparités importantes dans la répartition des matériaux. Trois familles sont à considérer (fig. I.17) :

famille 1 : la partie interne est peu infiltrée,

famille 2 : la partie interne est infiltrée en pyrocarbone uniquement,

famille 3 : la partie interne est infiltrée en pyrocarbone et en SiC.

Les coupes transversales des minicomposites ont été observées au microscope optique en lumière polarisée. Ceci permet de révéler le pyrocarbone par rapport aux autres constituants (fig. I.18). Enfin les clichés pris sous microscope électronique à balayage permettent de distinguer la matrice des autres constituants (fig. I.19).

La section de fibres est supposée identique d'un minicomposite à l'autre ( $= 0,109 \text{ mm}^2$ ). Les sections de pyrocarbone et de carbure de silicium varient d'un minicomposite à l'autre. Un paramètre caractéristique de la distance entre fibres a été défini grâce à une méthode de traitement d'image. La section transversale des minicomposites est subdivisée en régions concentriques en partant de la frontière externe. Pour chacune de ces régions, le taux de matrice SiC et le taux de carbone sont déterminés. Il apparaît que le taux de carbone est constant dans la partie interne des échantillons (fig. I.20).

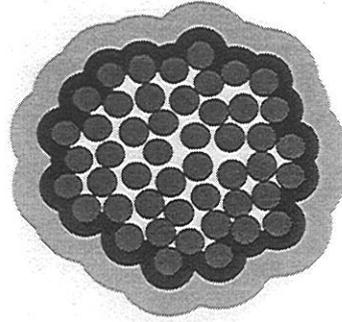
A partir de cette valeur asymptotique du taux de fibre ( $V_f$ ), on déduit la distance moyenne entre fibres voisines ( $\phi$ ) en considérant que les fibres sont disposées suivant un motif régulier de base carrée. L'espace occupé par une fibre correspond à  $\phi^2$ , ainsi la section totale vaut  $K_0 \cdot \phi^2$  où  $K_0$  est le nombre de fibres. La section totale de fibre est connue ( $S_f = 0,109 \text{ mm}^2$ ), d'où le taux de fibre dans la partie interne et :

$$\phi = \sqrt{\frac{S_f}{K_0 \cdot V_f}} \quad (\text{I.15})$$

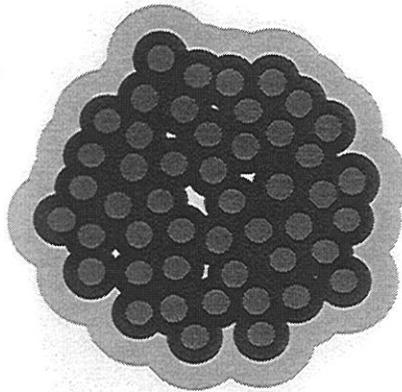
Sur la figure I.21 sont représentées les sections de pyrocarbone et de carbure de silicium mesurées en fonction de la distance moyenne entre fibres.

Lorsque la distance moyenne entre fibre est proche de  $7 \mu\text{m}$  le pyrocarbone ne peut pas pénétrer au cœur du composite, il en est de même a fortiori pour la matrice. Le minicomposite présente alors 3 zones distinctes : le cœur est composé uniquement de fibres, non liées entre elles par le pyrocarbone. Ce cœur est enrobé, tout d'abord, d'une couche composée de fibres et de pyrocarbone, puis d'une couche de matrice.

Lorsque la distance entre fibres voisines est plus élevée, le pyrocarbone peut infiltrer le cœur du composite, en revanche, la matrice SiC ne peut se déposer que sur le

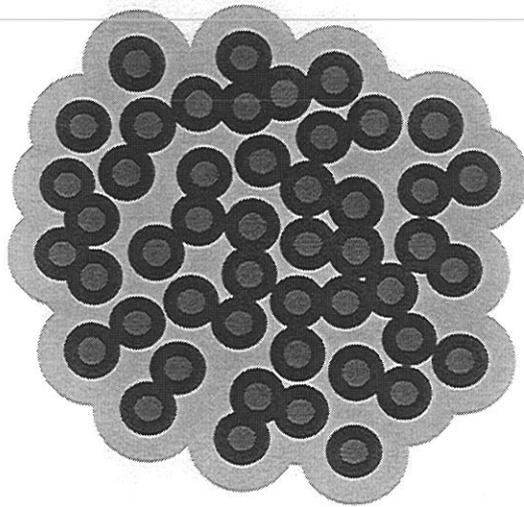


Famille 1



Famille 2

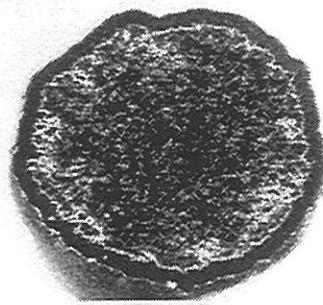
- Fibres
- Pyrocarbone
- Matrice SiC



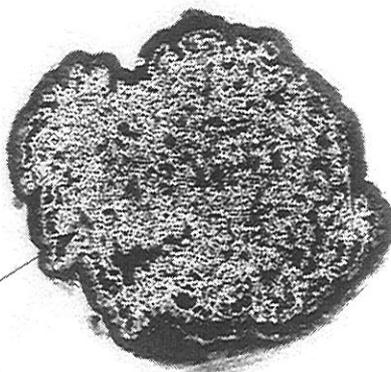
Famille 3

**Figure I.17 : Représentation schématique des coupes transversales des minicomposites C/C/SiC suivant la distance inter fibres au moment de l'élaboration**



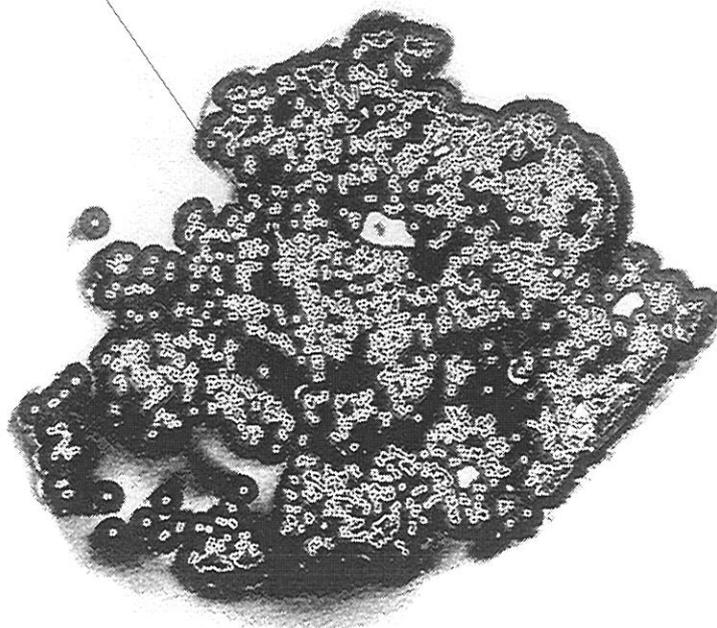


Famille 1



Pyrocarbone

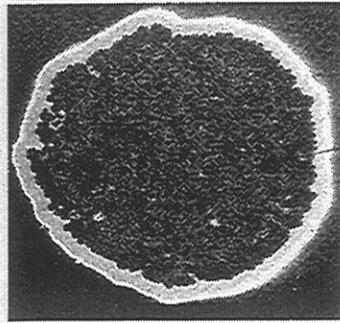
Famille 2



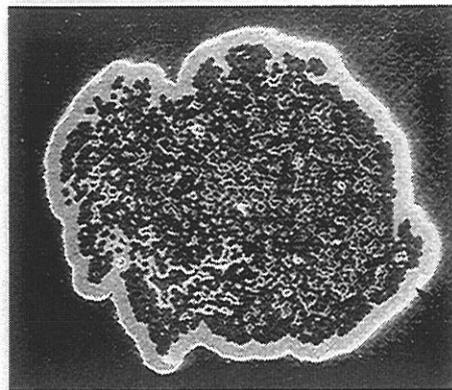
Famille 3

Figure I.18 : Coupes transversales de minicomposites C/C/SiC observées en lumière polarisée



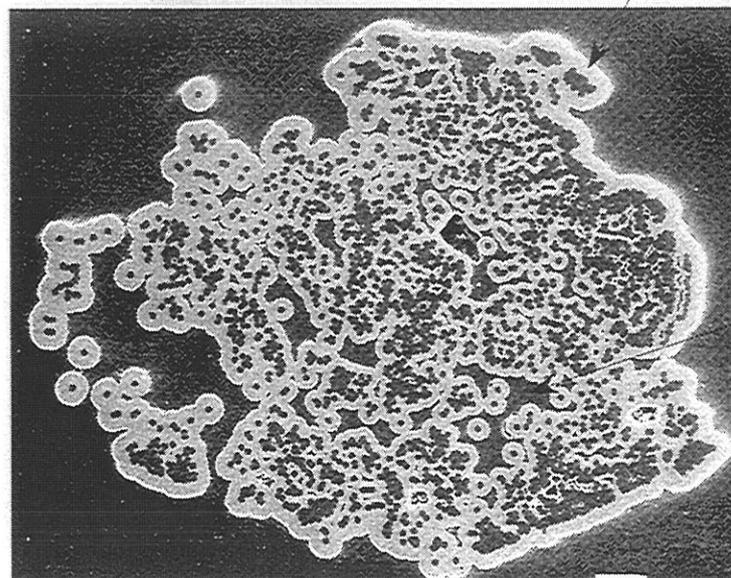


Famille 1



Famille 2

Matrice SiC

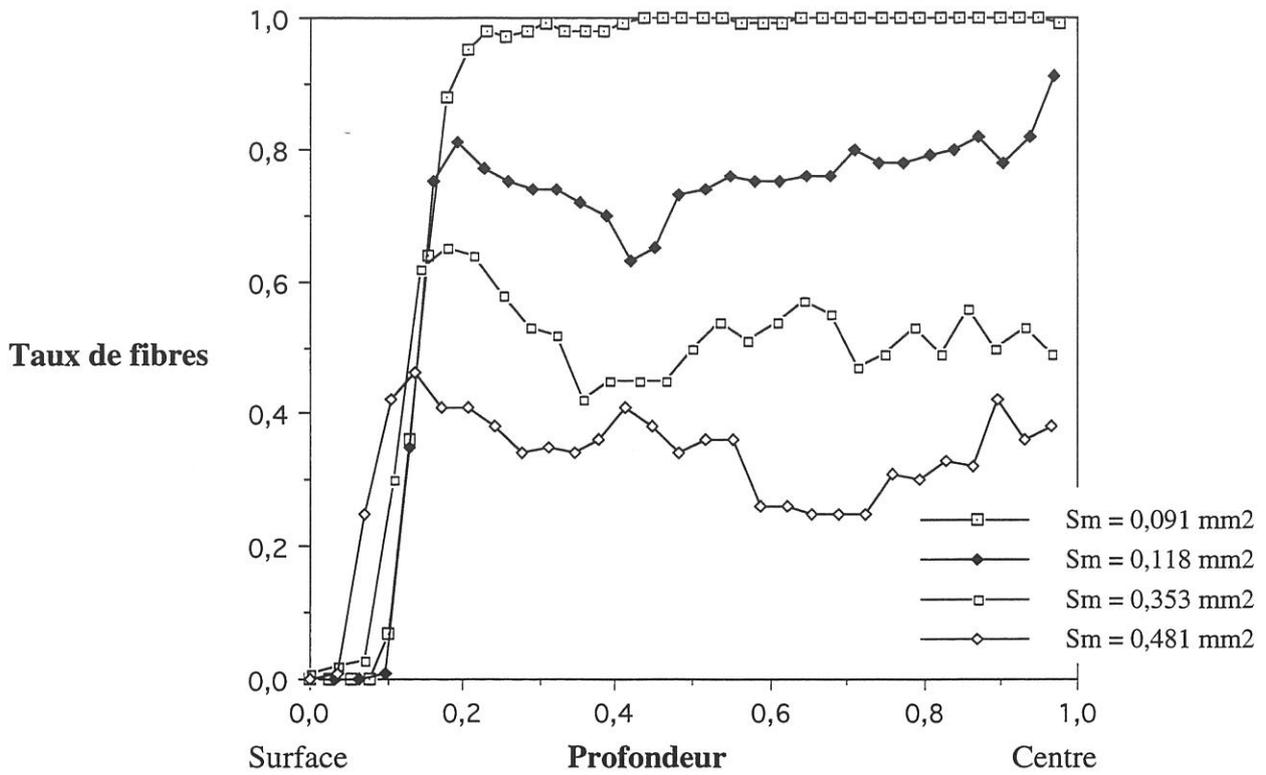


Porosité

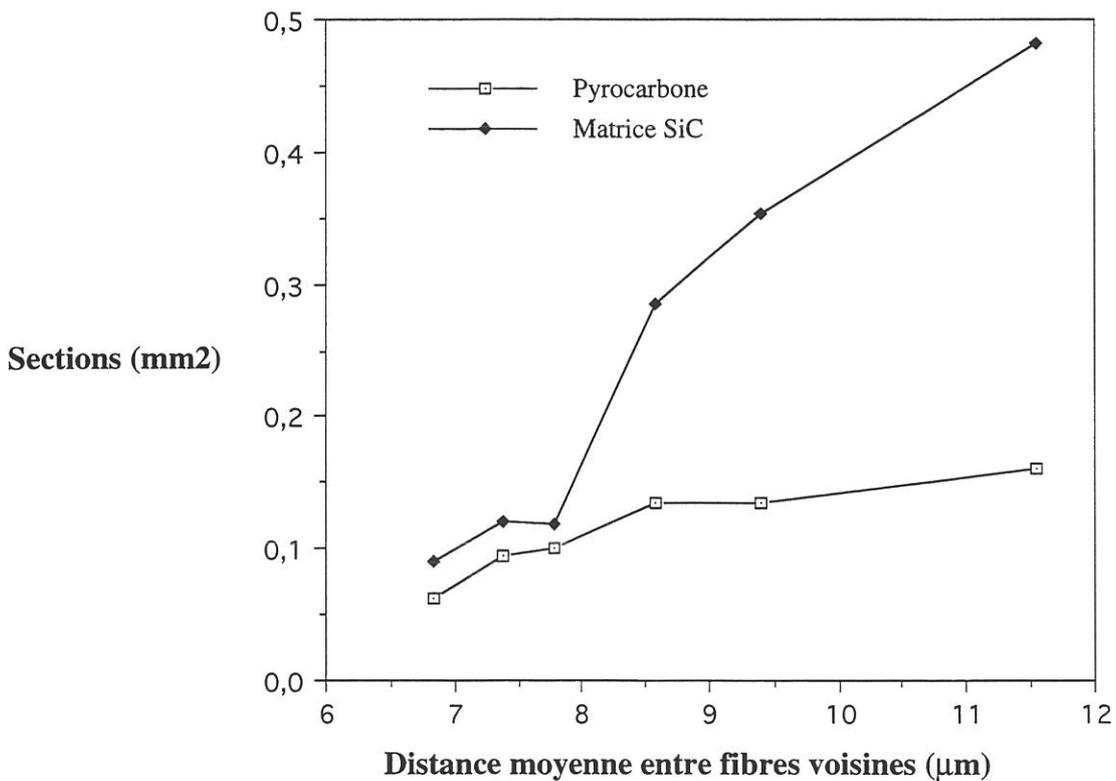
Famille 3

Figure I.19 : Coupes transversales de minicomposites C/C/SiC observées au Microscope Electronique à Balayage





**Figure I.20 : Variation du taux de fibres en fonction de la profondeur dans les minicomposites C/C/SiC**



**Figure I.21 : Relation entre la distance moyenne entre fibres au moment de l'élaboration et les sections de matériaux déposés**

pourtour, étant donné que le pyrocarbone obstrue la porosité ouverte. Dans ce domaine, la section de pyrocarbone augmente avec l'espacement entre les fibres. Le matériau présente alors 2 zones distinctes : le cœur du matériau est composé de fibres et de pyrocarbone qui lie les fibres entre elles. Il est ensuite enrobé d'une couche de carbure de silicium.

Lorsque la distance entre fibres continue d'augmenter, la section de pyrocarbone a tendance à se stabiliser. En revanche, la matrice peut de plus en plus infiltrer le cœur du minicomposite (sa section va donc augmenter) (tableau I.6).

	$\phi$ ( $\mu\text{m}$ )	$S_i$ ( $\text{mm}^2$ )	$S_m$ ( $\text{mm}^2$ )
Famille 1	$\sim 7$	0,077 (0,016)	0,076 (0,015)
Famille 2	7 - 8	0,112 (0,021)	0,126 (0,028)
Famille 3	$\geq 8$	0,145 (0,020)	[0,15 - 0,5]

**Tableau I.6** : Données morphologiques des C/C/SiC étudiés.

$S_i$  et  $S_m$  les sections respectivement de pyrocarbone et de matrice.

### I.6.3 - Décohésions interphase - matrice

La décohésion interphase-matrice intervient au cours de la fissuration matricielle. La fissure amorcée dans la matrice par une contrainte axiale, est déviée parallèlement à la fibre à l'**interface interphase-matrice** ou **dans une zone proche de cette interface** (fig. I.22). Le lieu de cette déviation est conditionné par le taux de relaxation d'énergie [20] et donc par la microtexture du pyrocarbone rencontré. Ceci n'a pas été abordé dans le présent travail.

### I.6.4 - Courbes de comportement à température ambiante des minicomposites C/C/SiC

La distribution spatiale de fibres influence de manière radicale le comportement des minicomposites C/C/SiC [21].

Un montage expérimental adaptable sur une machine de traction Instron, a été spécialement conçu pour des essais de traction sur minicomposites (fig. I.23). Les extrémités des minicomposites sont maintenues serrées dans des mors en demi-coquille par l'intermédiaire de tiges cylindriques dans lesquelles elles ont été préalablement collées. Un système de réglage (cylindres coniques et vis de centrage) permet d'assurer l'alignement des mors. La longueur de jauge a été prise égale à 75 mm. **L'allongement**

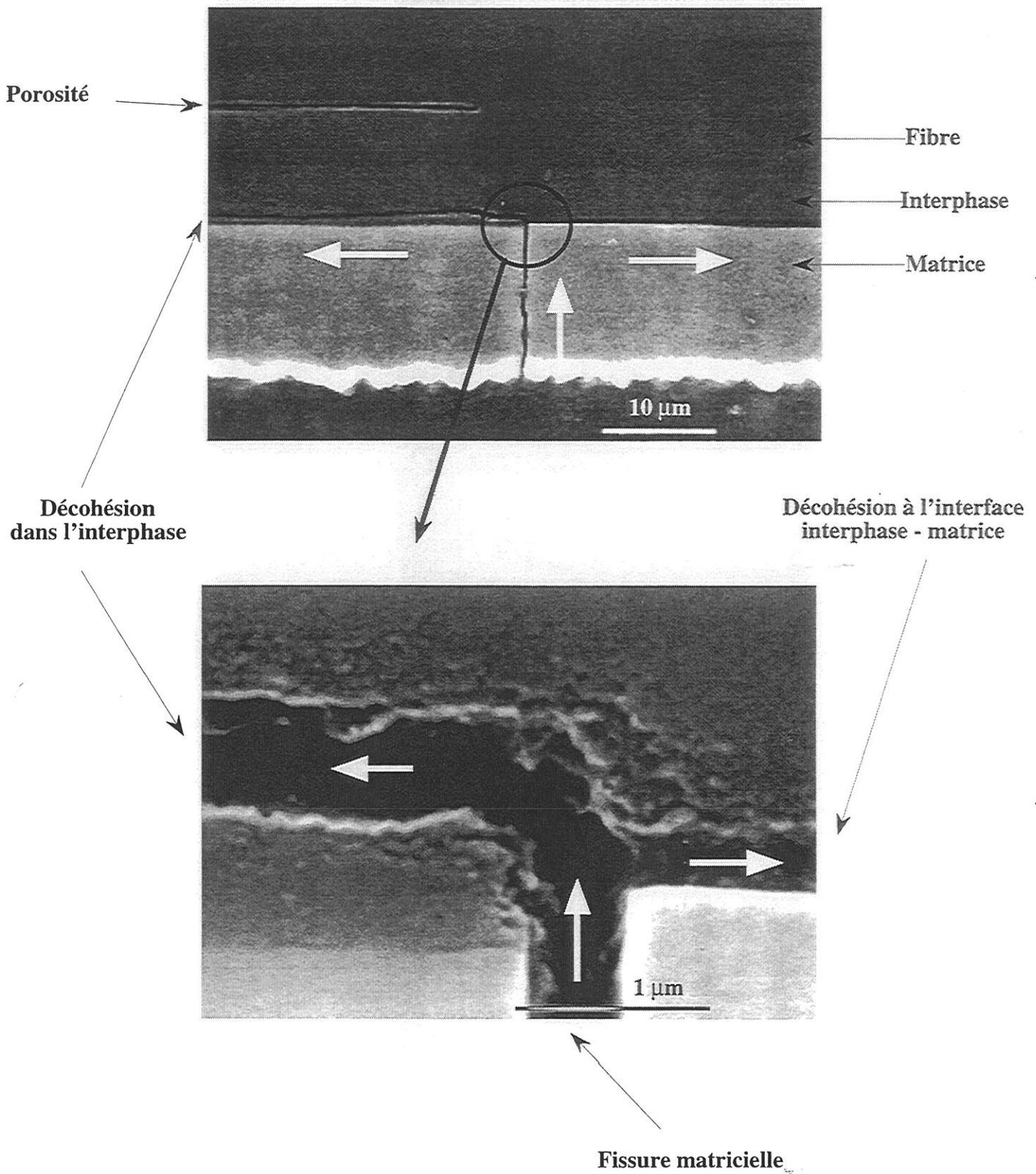
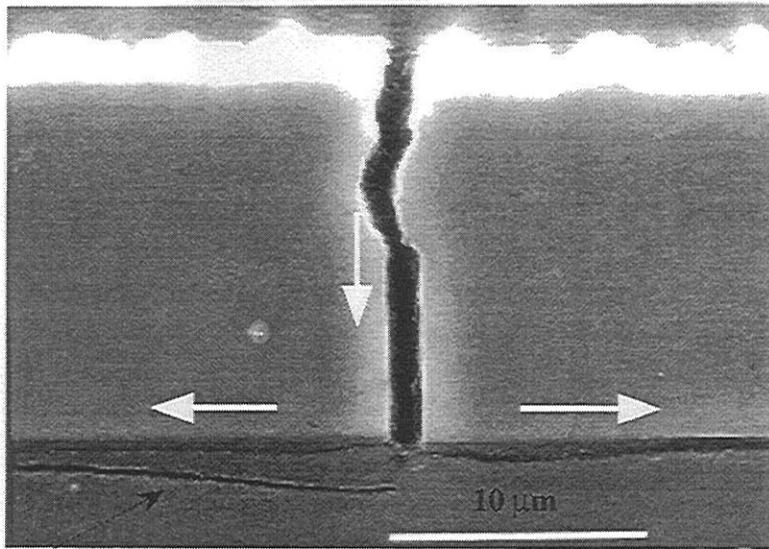
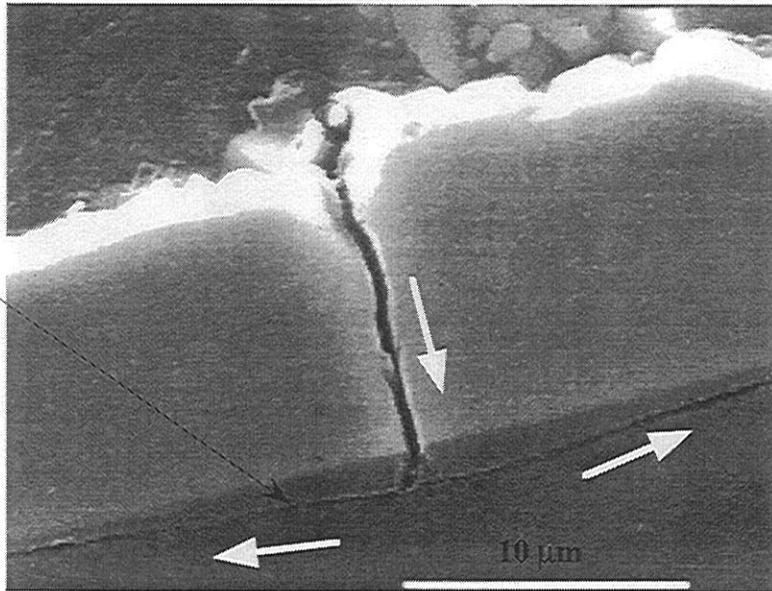


Figure I.22 a : Décohésion dans les minicomposites C/C/SiC

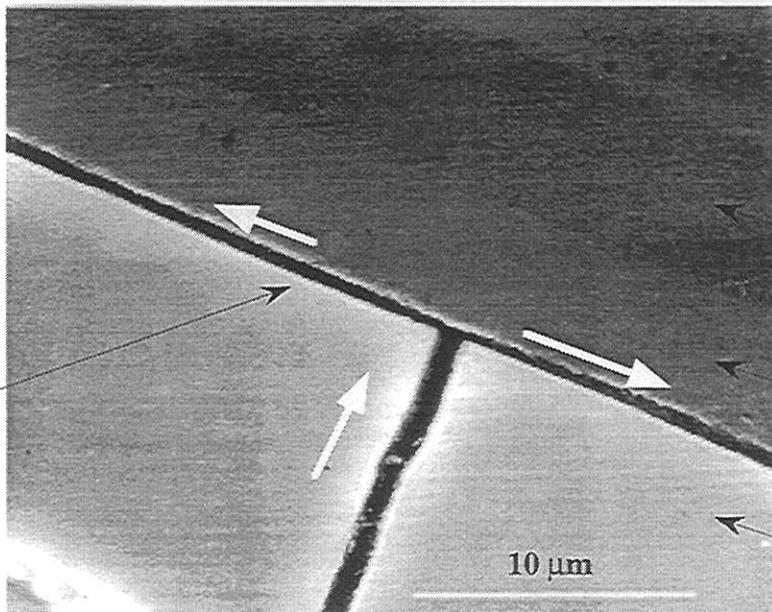




Décohésion dans l'interphase



Décohésion à l'interface interphase - matrice



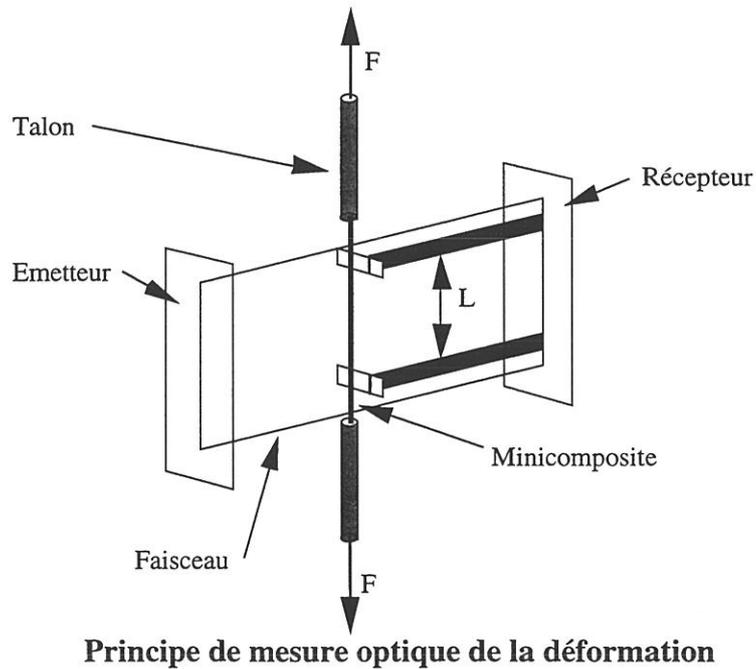
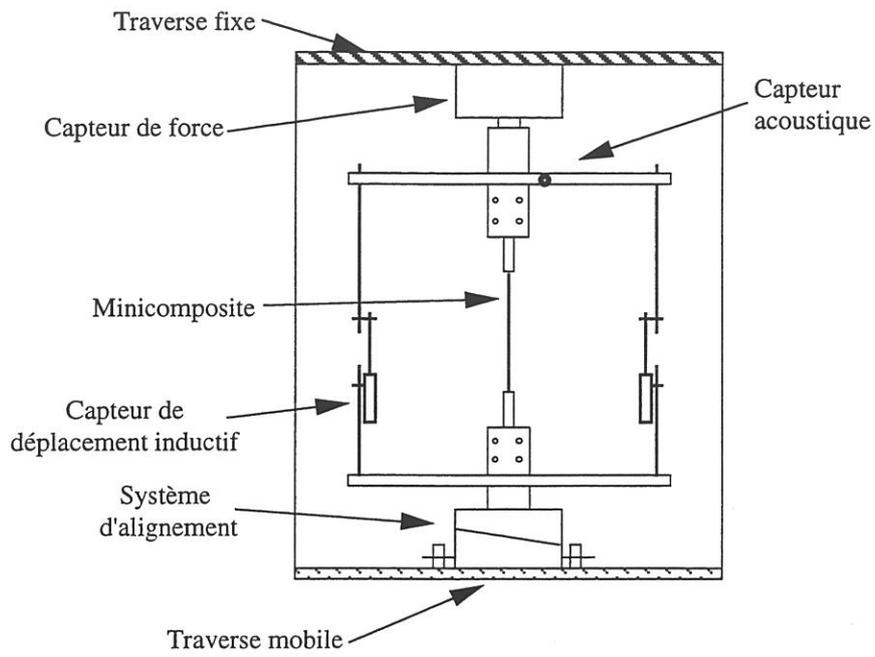
Fibre

Interphase

Matrice

Figure I.22 b : Décohésion dans les minicomposites C/C/SiC





**Figure I.23 : Montage expérimental de traction à température ambiante de minicomposites**

des minicomposites est mesuré, d'une part, à l'aide de deux capteurs inductifs et, d'autre part, à l'aide d'un système de mesure optique. Les capteurs inductifs sont placés de part et d'autre des minicomposites de façon à compenser les déformations de flexion parasites. Leur sensibilité est de 0,1  $\mu\text{m}$ . **La mesure optique de l'allongement s'effectue grâce à un système de balayage laser entre deux obstacles collés directement sur le minicomposite.** La sensibilité est moindre que celle des capteurs inductifs, cependant, ce système permet de s'affranchir de l'allongement parasite d'une partie de l'outillage. Les mesures de force sont effectuées à l'aide d'un capteur d'une capacité de 500 N pour une précision de 0,1 N. Un capteur d'émission acoustique est placé lors des tractions sur le bras supérieur supportant les plongeurs du système de mesure inductif.

*\* Famille 1 (fig. I.24)*

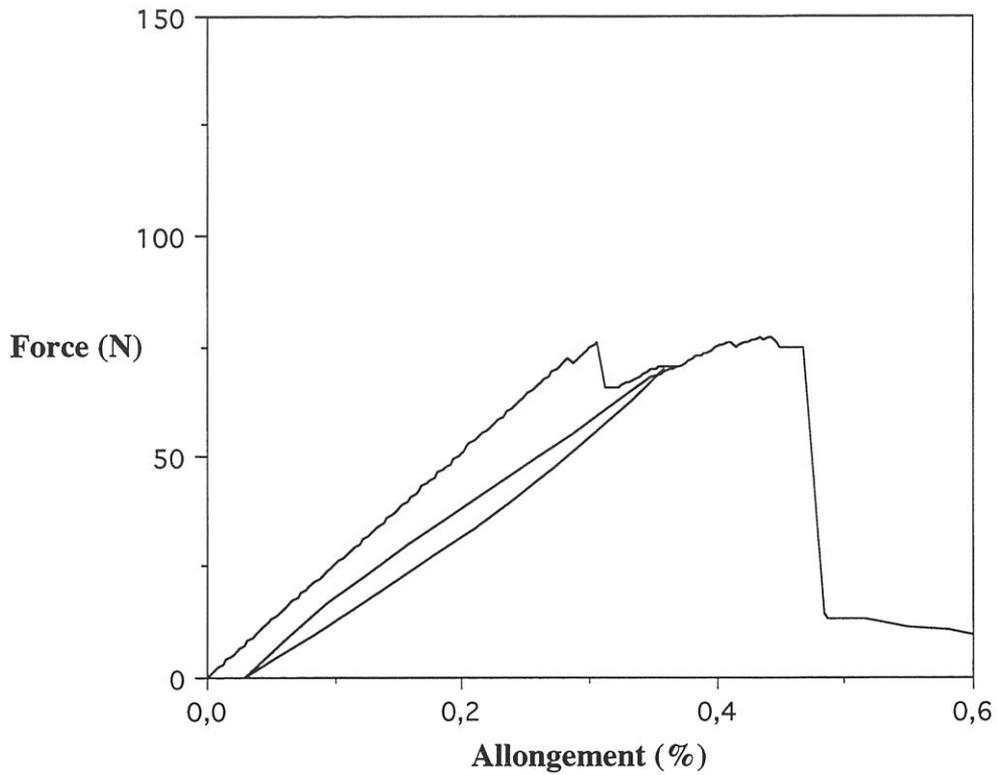
Pour les minicomposites de la famille 1, la courbe force-déplacement se décompose en deux parties : une partie linéaire élastique suivie de ruptures, caractérisées par des chutes de force de fortes amplitudes. **La raideur initiale est proche de celle du C/C seul.** Le matériau a été fortement endommagé au cours du refroidissement. Ceci est confirmé par l'absence d'émission acoustique au cours de la traction. **Les ruptures intervenant ensuite, proviennent des fibres, seul élément intact (rupture stable).**

*\* Famille 2 (fig. I.25)*

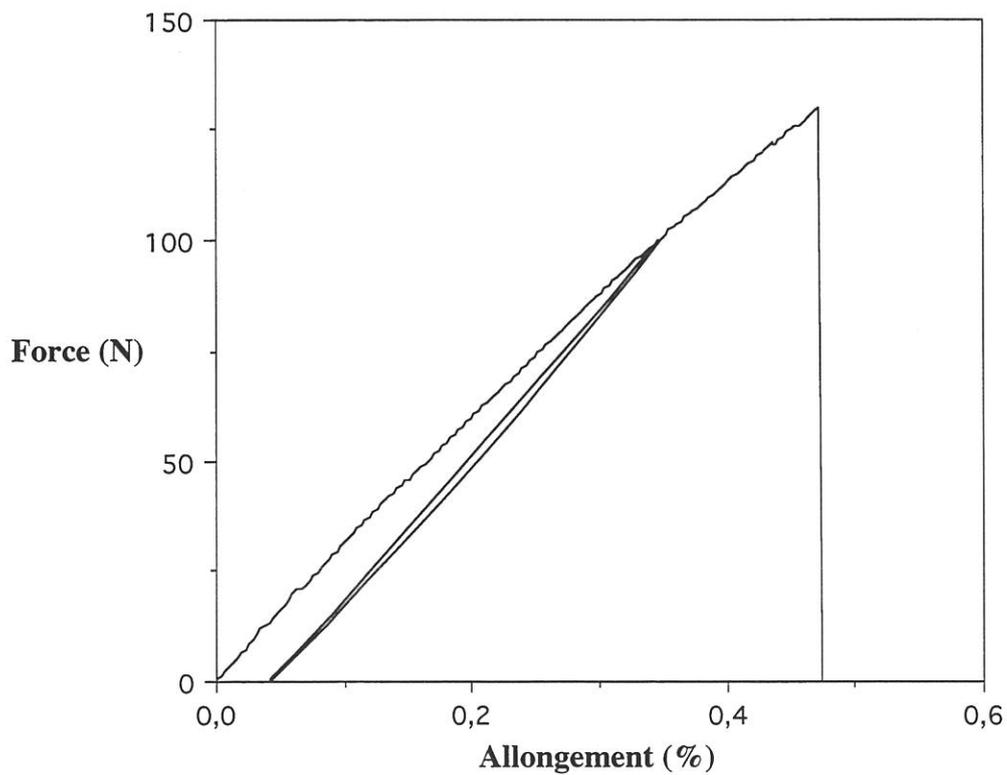
Pour les minicomposites de la famille 2, la courbe de comportement en traction se subdivise en deux phases : une première phase linéaire élastique, caractérisée par une **raideur plus élevée que celle du C/C, suivie d'une deuxième phase linéaire mais non élastique.** Cette deuxième phase est attribuée à des glissements fibres-matrice. Elle est accompagnée **d'émissions acoustiques** et d'un **allongement résiduel.**

*\* Famille 3 (fig. I.26)*

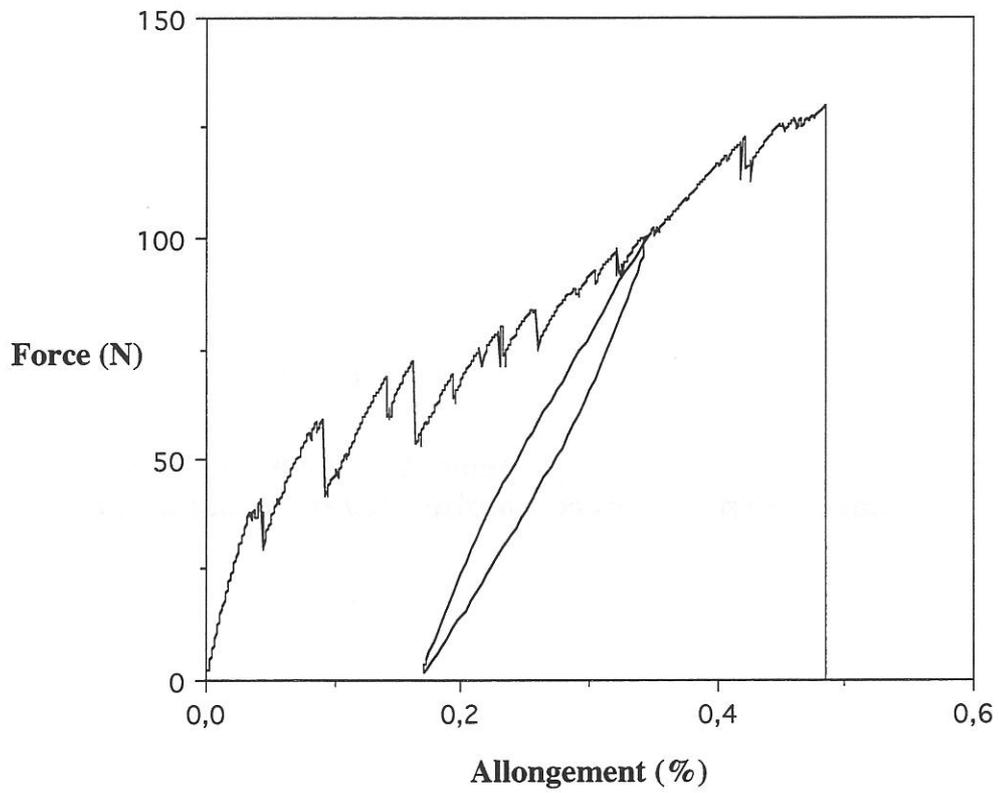
L'endommagement initial est faible. En effet la **raideur initiale est significativement supérieure à celle du C/C.** La première partie linéaire élastique



**Figure I.24 : Courbe de comportement en traction et à température ambiante d'un minicomposite C/C/SiC de la famille 1**



**Figure I.25 : Courbe de comportement en traction et à température ambiante d'un minicomposite C/C/SiC de la famille 2**



**Figure I.26 : Courbe de comportement en traction et à température ambiante d'un minicomposite C/C/SiC de la famille 3**

est peu étendue. Très rapidement des chutes de force sont enregistrées, accompagnées d'une **émission acoustique intense**, d'une **baisse de rigidité** et d'un **allongement résiduel**. Elles correspondent à une **multifissuration de la matrice SiC**. Ensuite la fréquence d'apparition des chutes de force diminue, il apparaît alors une zone linéaire non élastique, correspondant à des glissements fibres-matrice.

Sur la figure I.27 est représentée la raideur initiale ( $\frac{\partial F}{\partial \varepsilon}$  en (N/%)) en fonction du taux de matrice. Les points expérimentaux sont issus de 60 essais de traction effectués à température ambiante pour différents taux de matrice. Les quantités de constituants ont été déterminées pour chacun des échantillons grâce à des mesures de volume au pycnomètre à hélium et à des pesées. Il apparaît que **plus la quantité de matrice est élevée, plus la raideur est proche de celle du matériau non endommagé, déterminée par la loi des mélanges** et plus elle s'écarte de celle du matériau totalement endommagé (C/C seul). Il est à noter que plus la quantité de matrice est élevée, plus la raideur du matériau est sensible à la fissure. Autrement dit, lorsque le matériau a une quantité de matrice importante, la présence d'une fissure matricielle provoque une forte chute de la raideur, tandis que, pour un matériau à faible taux de matrice, cette chute est faible. De plus, pour les minicomposites peu endommagés (famille 3) la raideur est telle que la valeur mesurée est entachée d'une erreur liée à la complaisance du système d'attache des minicomposites. La raideur réelle est sous estimée à cause de cette erreur systématique (elle est cependant négligeable pour les échantillons à faible raideur).

La figure I.28 montre l'influence de la répartition et la quantité des matériaux présents dans les minicomposites C/C/SiC sur le comportement à température ambiante.

### I.6.5 - Cisaillement interfacial

Le long de la décohésion, la matrice est rechargée. La manière dont ce transfert de charge des fibres vers la matrice s'effectue, est dictée par la nature de l'interphase et par l'état de contrainte radial dans l'interphase. La caractérisation de ce transfert de charge a fait l'objet de nombreuses publications tant au niveau théorique qu'expérimental (indentation, pull out, traction de minicomposites...). Les principaux modèles se subdivisent en trois catégories suivant les hypothèses adoptées : interface liée [22], interface non liée [23] [24] [25], transfert de charge sous cisaillement constant (shear-lag analysis) [26] [27]. Cette dernière hypothèse est souvent utilisée car elle conduit à des expressions simples et aisément exploitables. De nombreux auteurs se sont ainsi attachés

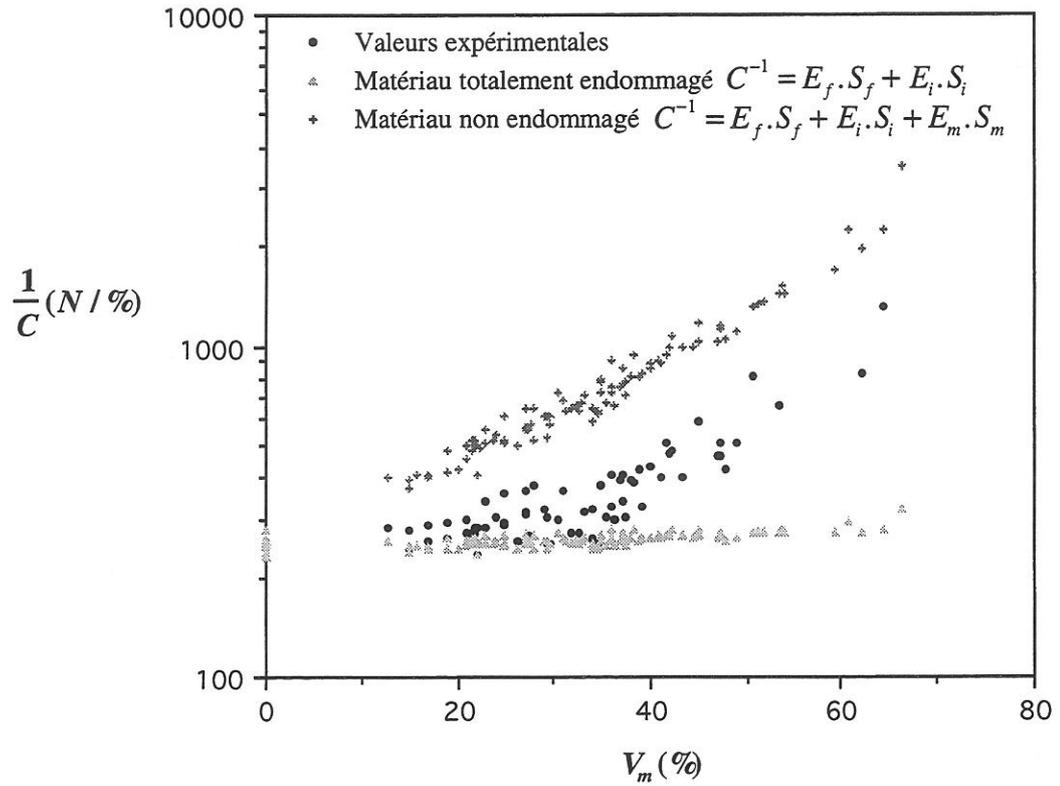


Figure I.27 : Modules d'Young initiaux en fonction du taux de matrice

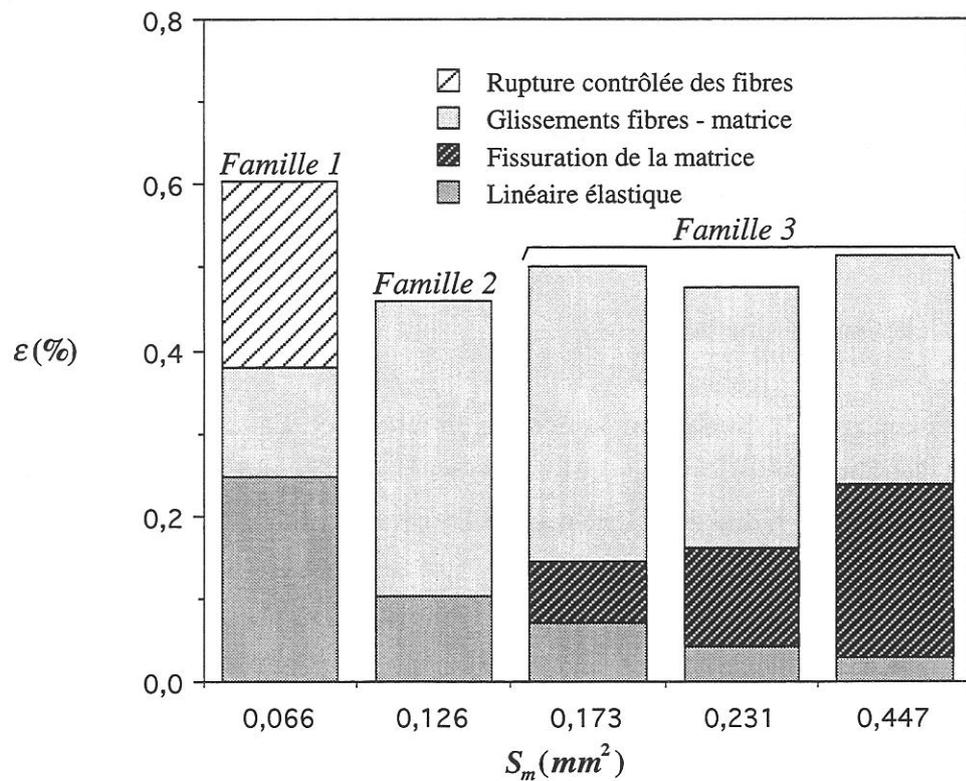


Figure I.28 : Résumé des phases observées au cours de la traction de minicomposites C/C/SiC et des allongements associés, en fonction de la section de matrice SiC

à relier le pas de fissuration à saturation  $l^*$  au cisaillement interfacial  $\tau$  [17] [28]. Il ressort que  $l^*$  s'exprime de la manière suivante :

$$l^* = \lambda \cdot \frac{S_m \cdot \bar{\sigma}_m^*}{p \cdot \tau} \quad (\text{I.16})$$

où  $\lambda = 1,337$  ;  $p$  désigne la longueur de la frontière entre les fibres et la matrice dans la section (pour un composite monofilamentaire, il s'agit du périmètre de la fibre) ;  $S_m$  la section de matrice. Enfin  $\bar{\sigma}_m^*$  correspond à la contrainte moyenne d'apparition d'une fissure dans le composite, dont l'expression est établie dans le chapitre II (équation (II.6)) à partir d'une analyse statistique du phénomène de multifissuration matricielle. Il vient alors :

$$l^* = \left[ \lambda \cdot \Gamma(1 + 1/m_m) \cdot \frac{S_m^{(m_m-1)/m_m} \cdot \sigma_{0m}}{p \cdot \tau} \right]^{m_m/(m_m+1)} \quad (\text{I.17})$$

$m_m$  et  $\sigma_{0m}$  sont les paramètres statistiques relatifs à la rupture de la matrice,  $\Gamma$  est la fonction définie sur  $\mathbf{R}$ , qui coïncide sur  $\mathbf{N}$  avec la factorielle  $\Gamma(x) = (x-1)!$ .

Le terme  $p$  est variable d'un minicomposite C/SiC à l'autre. En effet, l'épaisseur de matrice étant constante, une section importante de matrice signifie qu'une quantité plus grande de matrice a pénétré au coeur du composite, et donc que  $p$  est élevé. On estimera  $p$  en supposant qu'il peut être approché par :

$$p = \frac{S_m}{e_m} \quad (\text{I.18})$$

avec  $e_m$  l'épaisseur de matrice déposée.

A partir des pas de fissuration relevés dans les minicomposites (chapitres III et IV), et des paramètres statistiques de la rupture de la matrice déterminés dans le chapitre III, il apparaît (tableau I.7) que le **cisaillement interfacial est constant d'une famille à l'autre et est égal à 20 MPa.**

	$S_m$ (mm <sup>2</sup> )	$p$ (mm)	$l^*$ (μm)	$\tau$ (MPa)
Famille 1	0,076 (0,015)	3,1 (0,6)	563 (143)	<b>16</b>
Famille 2	0,146 (0,028)	6,0 (1,1)	434 (94)	<b>20</b>
Famille 3	0,309 (0,095)	13 (4)	372 (56)	<b>22</b>

**Tableau I.7** : Détermination du cisaillement interfacial à partir du pas de fissuration à saturation dans les minicomposites C/C/SiC.

Le cisaillement interfacial conditionne l'ouverture des boucles d'hystérésis lors des cycles de charge-décharge effectués au cours de la traction. Les travaux de Peres [29], McMeeking [30], Cox [31] et Reynaud [32] permettent d'établir la relation entre l'aire des boucles d'hystérésis et le cisaillement interfacial (annexe 1). Pour les minicomposites C/SiC étudiés, les mesures sont effectuées après saturation du processus de multifissuration de la matrice. La relation suivante sera donc utilisée :

$$S_{cycle} = S_0 \cdot \frac{\tau}{\tau^*} \cdot \left[ 1 - \frac{4}{3} \cdot \frac{\tau}{\tau^*} \right] \quad (I.19)$$

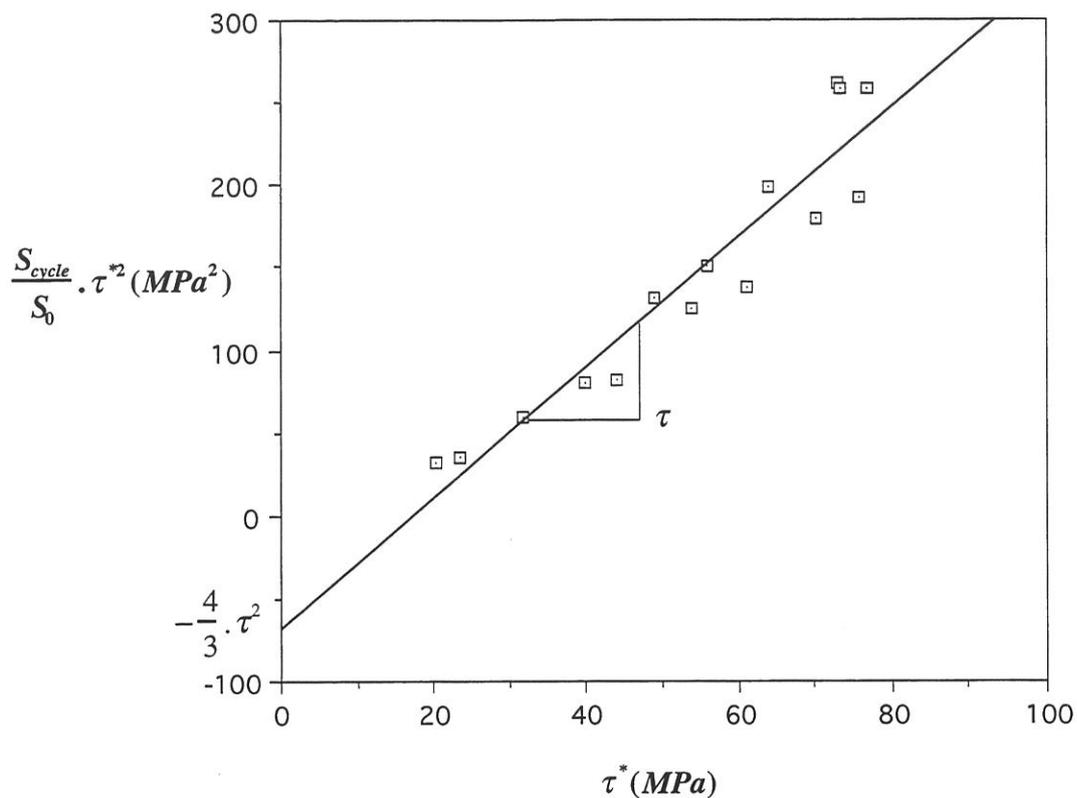
$$\text{avec } S_0 = \left( 1 + \frac{E_f \cdot S_f}{E_m \cdot S_m} \right)^{-1} \cdot \frac{F_M^2}{E_f \cdot S_f} \quad (I.20)$$

$$\tau^* = 2 \cdot \left( 1 + \frac{E_f \cdot S_f}{E_m \cdot S_m} \right)^{-1} \cdot \frac{F_M}{p \cdot l^*} \quad (I.21)$$

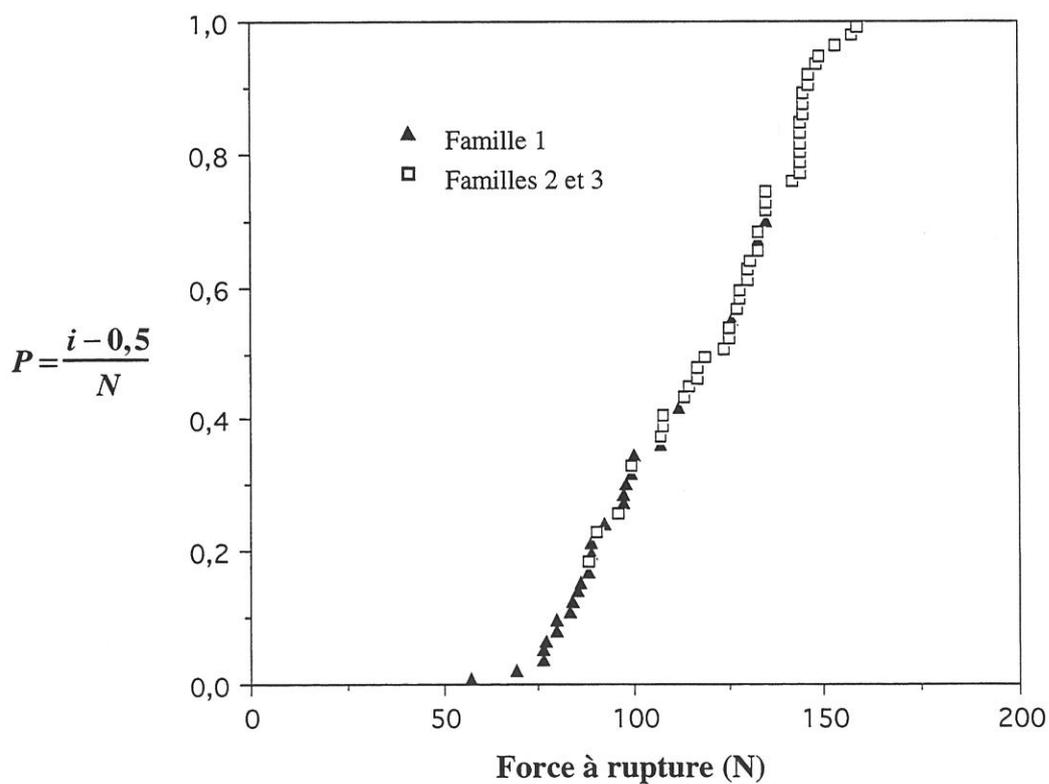
avec  $E_m$  et  $E_f$  les modules d'Young respectivement de la matrice et des fibres et  $F_M$  la charge maximale au cours du cycle.

Ayant effectué des cycles de charge-décharge sur des minicomposites C/C/SiC possédant différentes sections et pour une charge maximale  $F_M$  de 100 N (à cette charge la saturation est atteinte), on déduit, du diagramme  $\frac{S_{cycle}}{S_0} \cdot \tau^{*2}$  en fonction de  $\tau^*$  (fig. I.29), par regression linéaire,  $\tau = 4$  (1) MPa.

Cette valeur est du même ordre de grandeur que celles obtenues dans le tableau I.7. **Le cisaillement interfacial dans les minicomposites C/C/SiC est donc compris entre 4 et 20 MPa, ce qui correspond à un faible cisaillement relativement à celui déterminé dans les minicomposites SiC/SiC.**



**Figure I.29 : Détermination du cisaillement interfacial dans les minicomposites C/C/SiC à partir des cycles de charge - décharge**



**Figure I.30 : Rupture des minicomposites C/SiC : identification de deux types de rupture suivant la famille**

### I.6.6 - Rupture à température ambiante

Deux types de rupture ont été identifiées à partir de la charge à rupture (fig. I.30), du faciès de rupture (fig. I.31) et de la courbe de comportement au moment de la rupture (fig. I.25, I.26 et I.27).

**Les minicomposites de la famille 1 présentent une rupture contrôlée** comme le montre la courbe de comportement. **La fissuration de la matrice a entraîné la rupture de la gaine externe, composée de pyrocarbone et de fibres** (endommagement de la partie interne). Ceci a libéré le **coeur du minicomposite composé uniquement de fibres**, le pyrocarbone n'ayant pas pénétré cette partie, comme le montre le faciès de rupture (fig. I.31). La rupture du minicomposite est consécutive à la rupture séquentielle des fibres avec partage global de la charge. La charge à rupture des minicomposites de cette famille vaut 93 (19) N. Elle est effectivement proche de celle du fil brut (= 106 (10) N).

Pour les minicomposites des **familles 2 et 3, la fissuration de la matrice SiC a libéré le coeur du matériau** (sans l'endommager). **La décohésion se situant à l'interface interphase-matrice, le coeur du matériau est composé de pyrocarbone et de fibres, liées entre elles par le pyrocarbone** (contrairement aux minicomposites C/C/SiC de la famille 1). **La rupture est alors contrôlée par le coeur de C/C** (considéré ici comme un matériau monolithique). La charge à rupture vaut 130 (18) N, ce qui correspond à une contrainte dans le coeur composé de C/C de 644 (89) MPa. Cette valeur est comparable à la contrainte à rupture des minicomposites C/C. En étudiant la rupture à partir de la contrainte dans le C/C, et en appliquant la loi de Weibull, la figure I.32 montre que le module de Weibull est égal à celui caractérisant la rupture des minicomposites C/C (= 8,8). **La rupture des minicomposites des familles 2 et 3 est directement contrôlée par le C/C.**

### I.7 - Minicomposites SiC/SiC

Les **courbes de comportement de minicomposites SiC/SiC** sont issues du travail de thèse de Nathalie Lissart [1]. Ces minicomposites sont constitués de 500 fibres Nicalon NL 202 (soit une section de  $0,081 \text{ mm}^2$ ), recouvertes d'une interphase de pyrocarbone ( $\sim 0,1 \mu\text{m}$ ). L'ensemble est ensuite densifié par une matrice de carbure de silicium, infiltrée par voie gazeuse (C.V.I.). Trois lots de minicomposites ont été distingués :

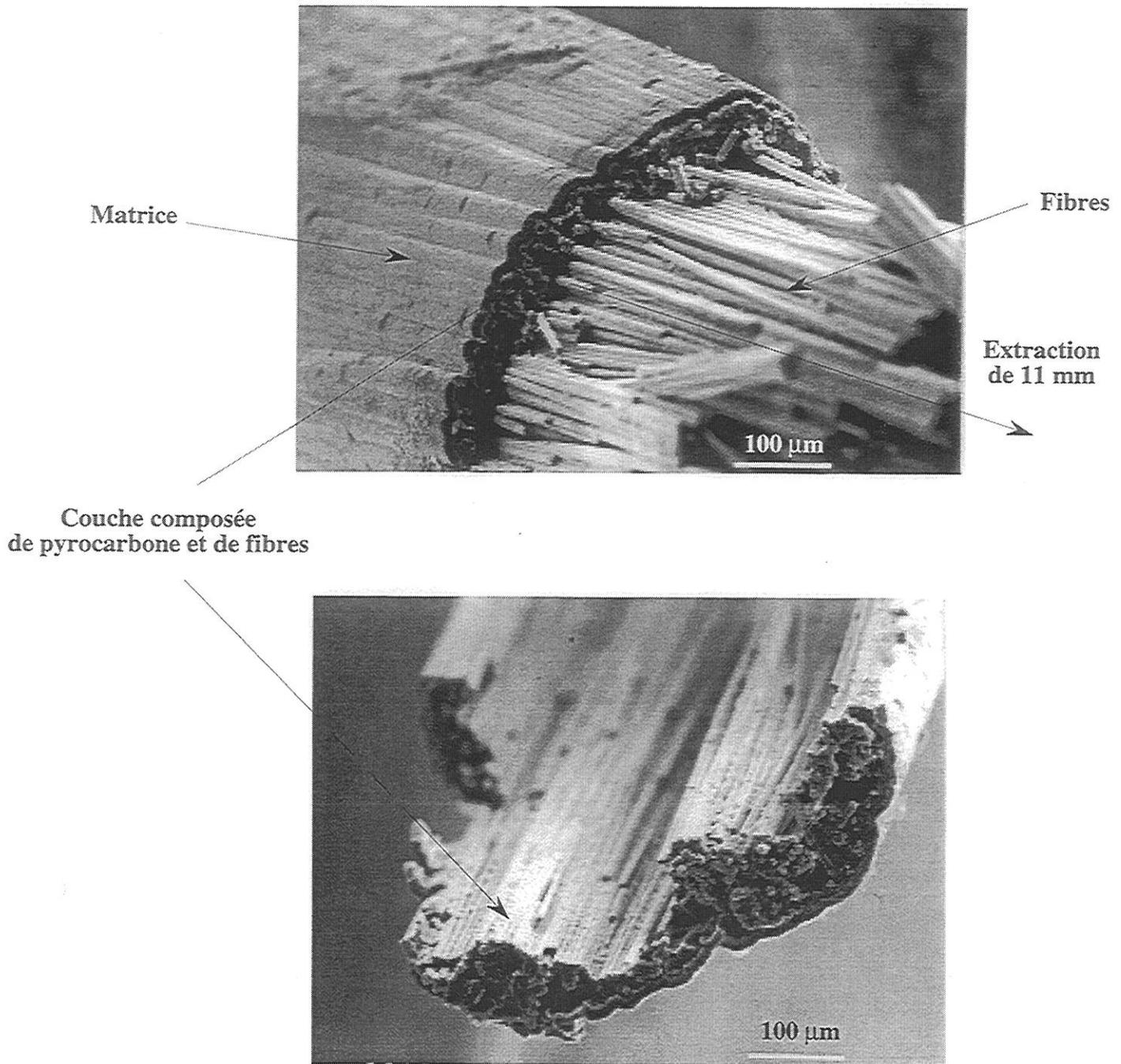
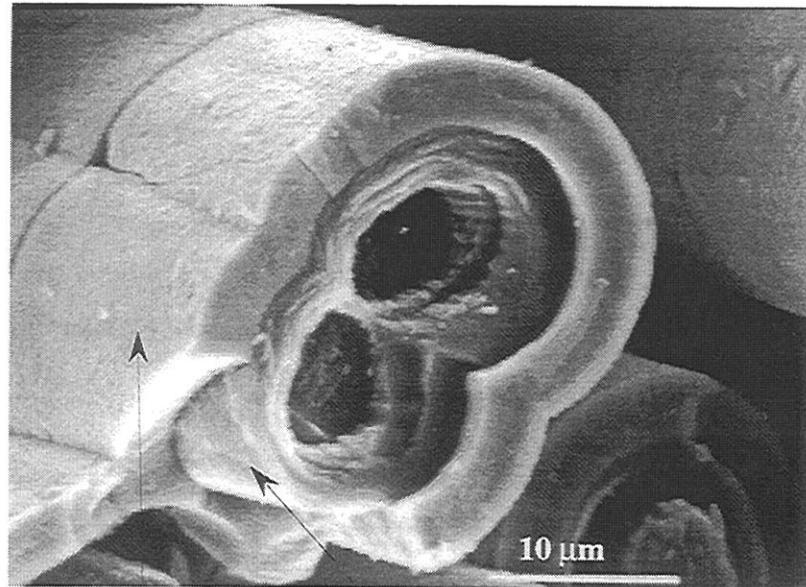


Figure I.31 a : Faciès de rupture d'un minicomposite C/C/SiC de la famille 1

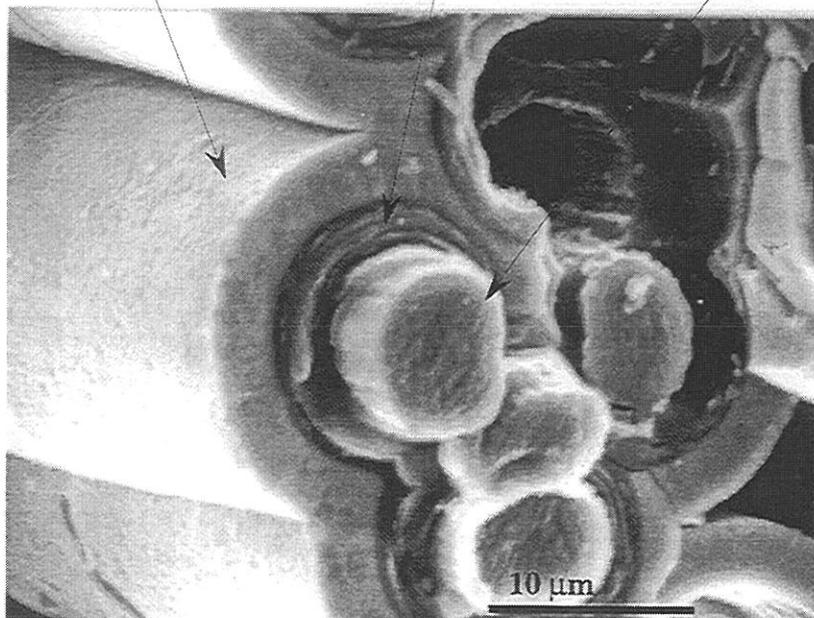




Matrice SiC

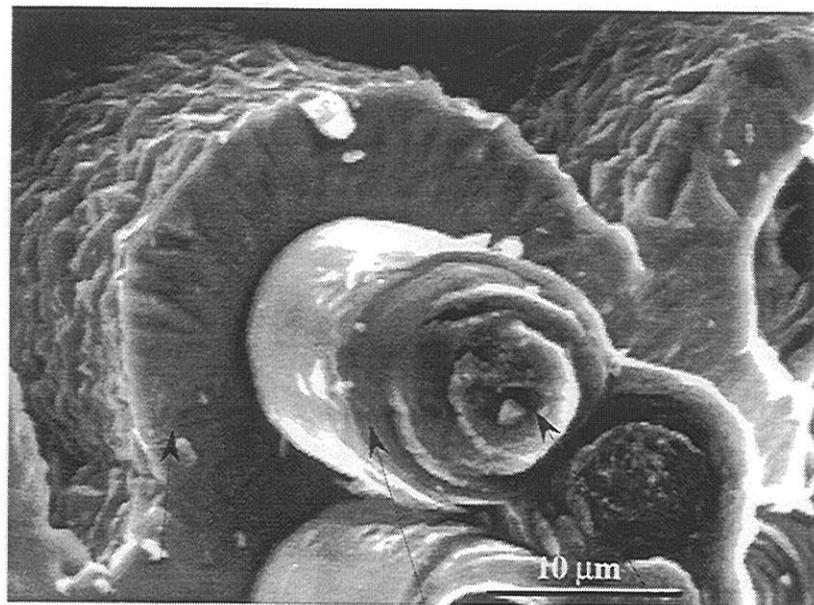
Pyrocarbone

Fibre



**Figure I.31 b : Faciès de rupture de C/C/SiC (familles 2 et 3)  
extraction de la fibre de la gaine de pyrocarbone**

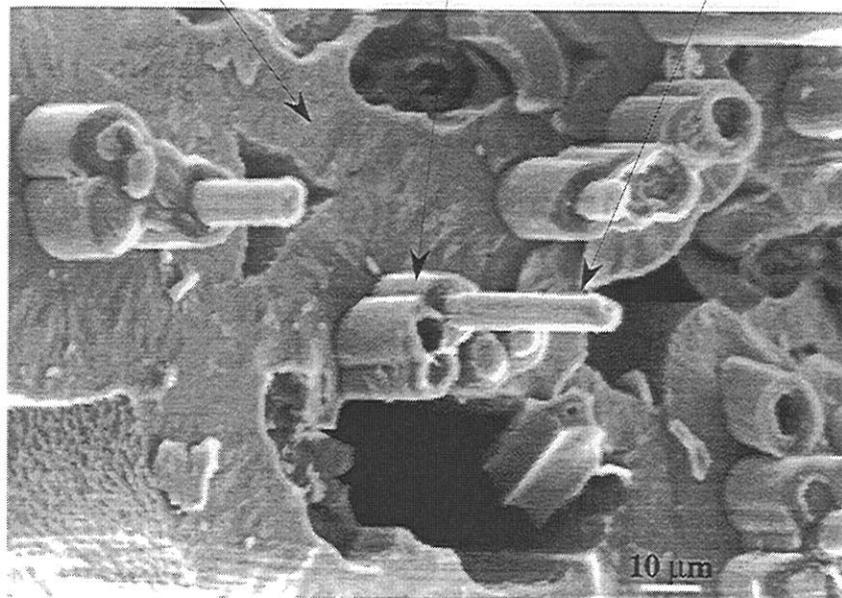




Matrice SiC

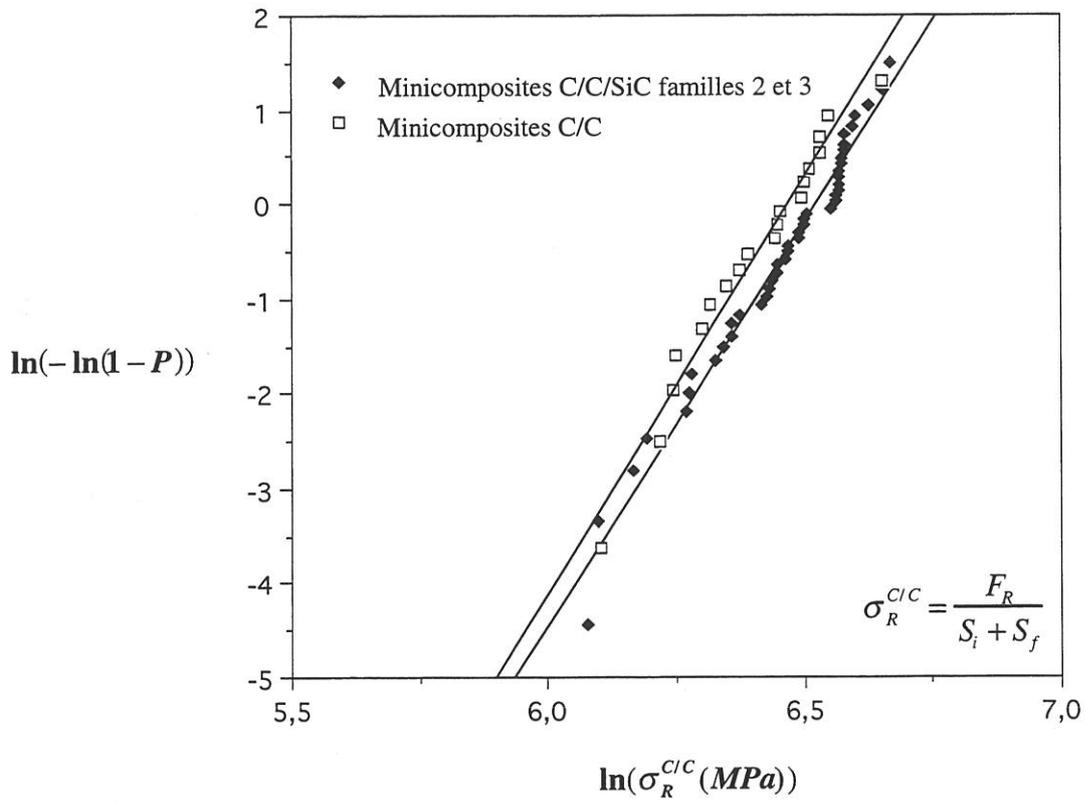
Pyrocarbone

Fibre



**Figure I.31 c : Faciès de rupture de C/C/SiC (familles 2 et 3)  
extraction de l'ensemble fibre - interphase de la matrice SiC  
et de la fibre du pyrocarbone**





**Figure I.32 : Rupture des minicomposites C/C et C/SiC des familles 2 et 3. Détermination des paramètres statistiques.**

- Lot A et B prélevés au sein d'un composite unidirectionnel,
- Lot C élaboré par infiltration directe de fils bruts individuels.

Le lot A, caractérisé par un faible taux de matrice, sera écarté, à cause de la présence de fissures longitudinales avant essai.

Les coupes transversales polies (fig. I.33) montrent que chaque fibre est entourée de matrice.

Les enregistrements force-déformation mettent en évidence un comportement non linéaire : après une première phase linéaire ( $F \leq F_e$ ), apparaît une phase d'endommagement lié à la multifissuration de la matrice ( $F_e \leq F \leq F_{sat}$ ), puis éventuellement une nouvelle phase linéaire (fig. I.34), correspondant à la reprise des efforts par les fibres, et se terminant par une phase de rupture séquentielle des fibres. L'émission acoustique enregistrée au cours de la traction, révèle clairement ces différentes phases d'endommagement (fig. I.35). Il apparaît ainsi que pour le lot C, la rupture finale intervient avant saturation de la fissuration matricielle.

Les observations après traction de coupes longitudinales polies ont permis de déterminer le pas de fissuration ( $l^*$ ) (fig. I.36). De même, l'observation du faciès de rupture donne les longueurs de déchaussement ( $l_e$ ).

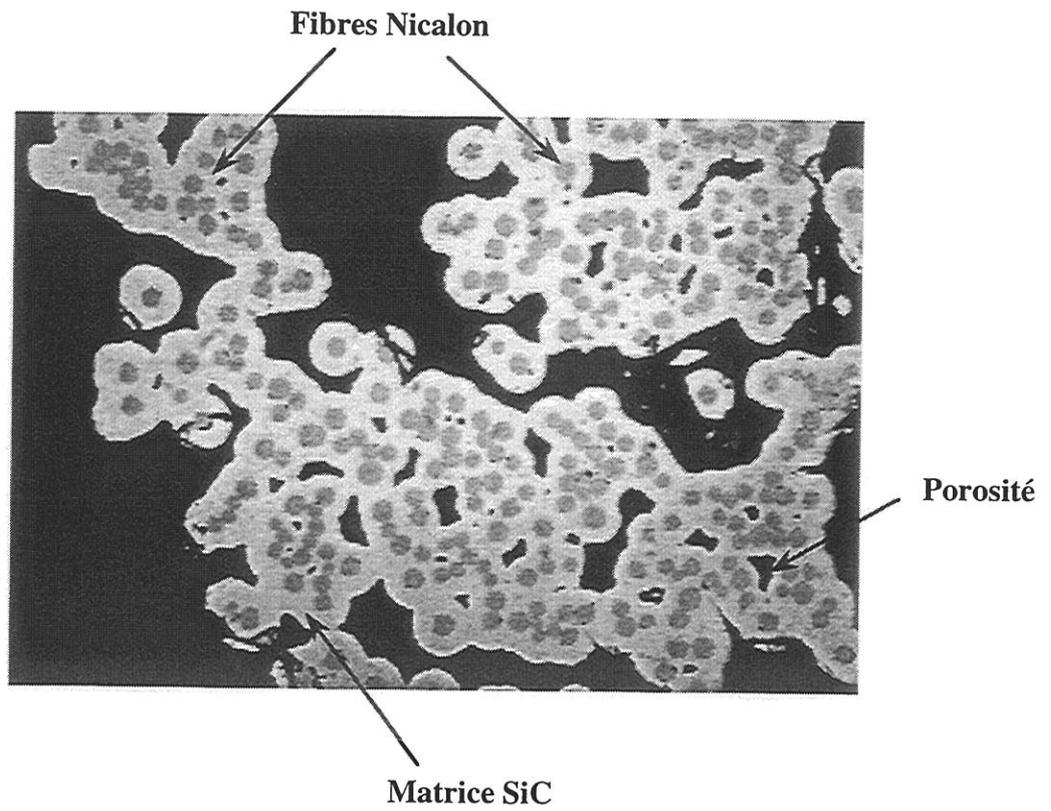
Suivant le lot considéré, des différences importantes ont été observées (tableau I.8) sur la courbe de comportement et sur les caractéristiques déterminées après rupture.

	Lot B	Lot C
$S_m$ (mm <sup>2</sup> )	0,155 (0,014)	0,372 (0,032)
$F_e$ (N)	39 (6)	58 (11)
$F_{sat}$ (N)	114 (7)	
$F_R$ (N)	143 (13) / 106 (21) (*)	132 (10)
$\epsilon_R$ (%)	0,82 (0,10) / 0,45 (0,10) (*)	0,41 (0,10)
$l^*$ ( $\mu$ m)	71 (50) / 120 (96) (*)	480 (350)
$l_e$ ( $\mu$ m)	69 (47)	43 (24)

(\*) désigne les minicomposites à rupture prématurée

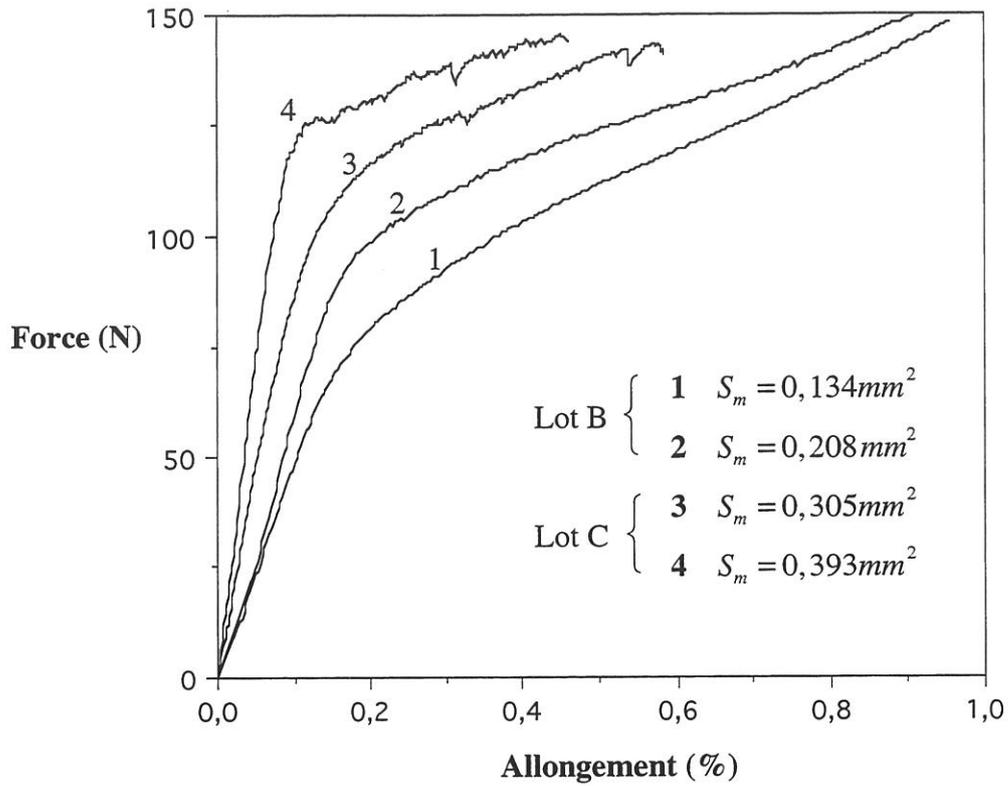
**Tableau I.8** : Caractéristiques du comportement en traction des minicomposites SiC/SiC [1].

La détermination du **cisaillement interfacial** est effectuée à partir de trois données : à savoir le pas de fissuration à saturation, les longueurs d'extraction et l'aire

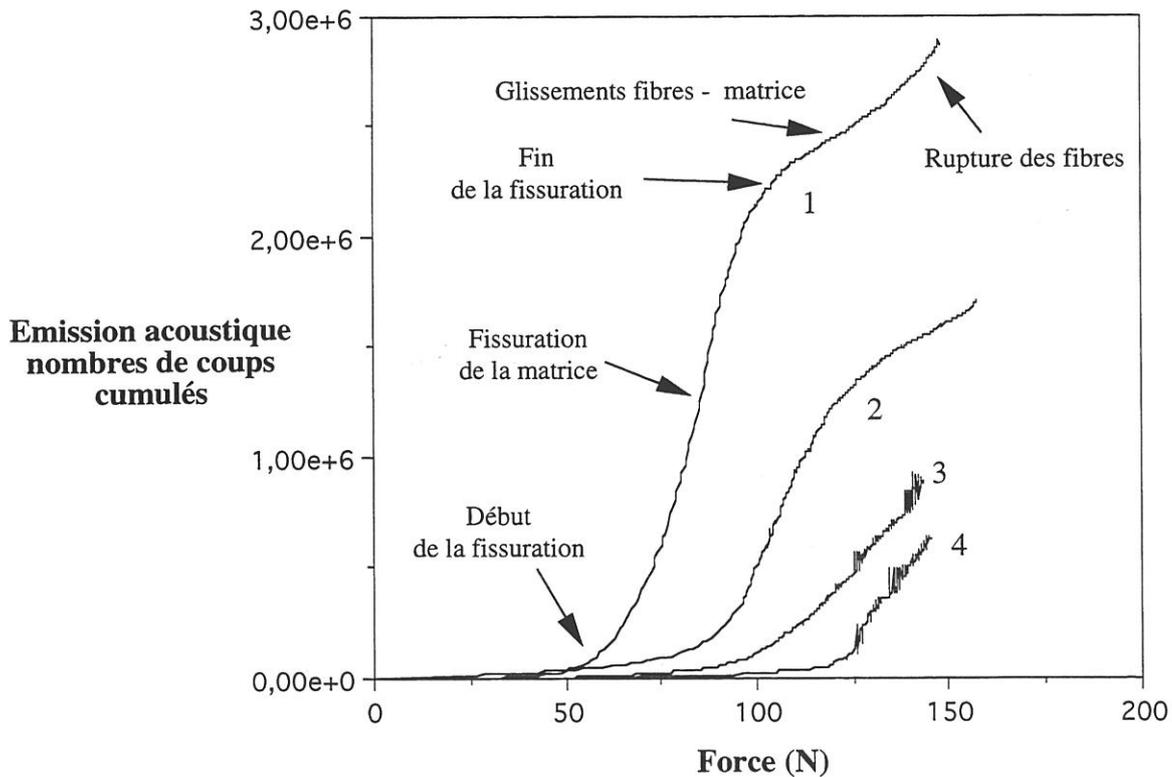


**Figure I.33 : Coupe transversale d'un minicomposite SiC/SiC du lot C observé sous microscope électronique à balayage**



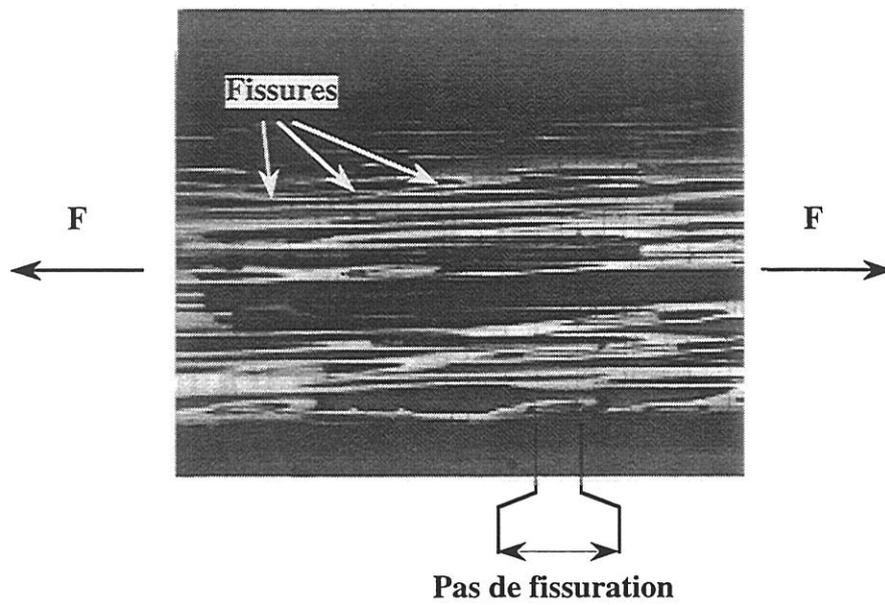


**Figure I.34 : Courbes de comportement en traction et à température ambiante de minicomposites SiC/SiC [Lissart, 1994]**



**Figure I.35 : Émission acoustique au cours de la traction de minicomposites SiC/SiC : mise en évidence des différentes phases d'endommagement [Lissart, 1994]**





**Figure I.36 : Coupe longitudinale d'un minicomposite  
SiC/SiC lot B :  
Pas de fissuration à saturation**



des boucles d'hystérésis lors des cycles de charge-décharge. Le **pas de fissuration** des minicomposites du lot B indique que la **valeur du cisaillement interfacial est égale à 48 MPa**, déterminé à partir de l'équation (I.17). Les minicomposites du lot C n'ayant pas atteint la saturation, cette méthode ne peut pas être utilisée. La longueur d'extraction des fibres pour les lots B et C sont proches, indiquant que le cisaillement interfacial doit être proche pour les deux lots. Curtin [17] a proposé la relation suivante entre la longueur moyenne d'extraction des fibres de la matrice au cisaillement interfacial :

$$\bar{l}_e = \frac{1}{4} \cdot \frac{\lambda_2(m_f)}{\lambda_1(m_f)} \cdot \left[ \Gamma(1 + 1/m_f) \cdot \frac{r \cdot \sigma_{0f} \cdot S_f^{-1/m_f}}{\tau} \right]^{m_f/(m_f+1)} \quad (\text{I.22})$$

avec, pour  $m_f = 3,7$ ,  $\lambda_2/\lambda_1 = 1$  [17],  $r$  le rayon des fibres,  $S_f$  la section d'une fibre.

**Le cisaillement interfacial déterminé à partir de la longueur d'extraction est de l'ordre de 150 MPa.**

Des cycles de charge-décharge ont été effectués au cours de la traction pendant le phénomène de multifissuration matricielle. L'expression utilisée pour déduire le cisaillement interfacial est donc la suivante (annexe 1) :

$$S_{cycle} = \frac{1}{12} \cdot \frac{n}{N} \cdot S_0 \cdot \frac{\tau^*}{\tau} \quad (\text{I.23})$$

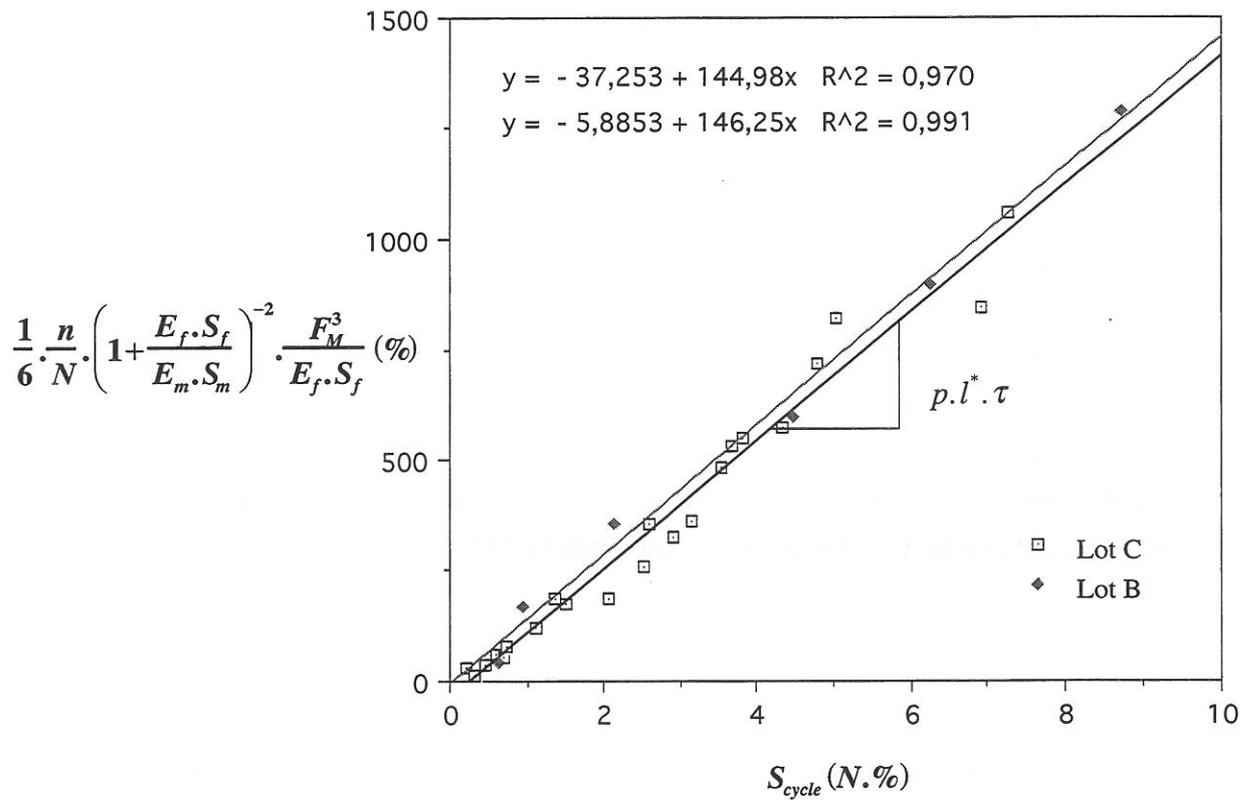
avec  $n$  le nombre de fissures apparues au cours de la traction initiale,  $N$  le nombre de fissures à saturation ( $n/N$  est estimé grâce à la tangente à la courbe de traction, à la fin de la recharge ( $F \approx F_M$ ) [32]).

Pour les minicomposites SiC/SiC, l'interphase est de faible épaisseur ( $0,1 \mu\text{m}$ ), la matrice a pénétré le coeur du composite et est donc en contact avec chaque fibre. Ainsi  $p$  peut être estimé par :

$$p = K_0 \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \quad (\text{I.24})$$

avec  $K_0$  le nombre de fibres et  $r$  le rayon moyen des fibres.

Par regression linéaire on détermine la valeur de  $p \cdot l^* \cdot \tau$  pour les deux lots. Il apparaît sur la figure I.37 que les deux lots sont identiques et que  $p \cdot l^* \cdot \tau = 147 \text{ N}$ . Ce qui donne une valeur pour **le cisaillement interfacial de 94 MPa**. Cette valeur est



**Figure I.37 : Détermination du cisaillement interfacial dans les minicomposites SiC/SiC à partir de l'aire des cycles de charge - décharge**

comparable à celles obtenues par Lissart [1] à partir de l'ouverture des cycles d'hystérésis.

Enfin l'équation suivante décrivant la mesure de la différence d'allongement entre la charge et la décharge, correspondant à une charge identique, a été utilisée pour déterminer  $\tau$  :

$$\varepsilon^+(F) - \varepsilon^-(F) = \frac{n}{N}(F_M) \cdot \left(1 + \frac{E_f \cdot S_f}{E_m \cdot S_m}\right)^{-2} \cdot \frac{(F_M - F) \cdot F}{E_f \cdot S_f \cdot p \cdot l^* \cdot \tau} \quad (I.25)$$

On obtient par cette méthode  $p \cdot l^* \cdot \tau = 180$  N pour le lot B et  $p \cdot l^* \cdot \tau = 222$  N pour le lot C. Ceci confirme que  $\tau$  est **identique dans les deux lots et est de l'ordre de 100 MPa pour les minicomposites SiC/SiC.**

## I.8 - Conclusion

Dans ce chapitre, une base de données des principales propriétés des constituants des minicomposites étudiés durant ce travail de thèse, a été établie à partir des données de la littérature ou de mesures. Ces propriétés sont nécessaires pour utiliser les différentes expressions établies dans le chapitre II pour exploiter ou prévoir le comportement mécanique des minicomposites C/C ou C/C/SiC ou SiC/SiC à diverses températures. Ces différents matériaux ont tout d'abord été étudiés à température ambiante lors d'essais de traction. Dans ce chapitre, le comportement mécanique à température ambiante a été présenté en fonction de la disposition des fibres au sein des minicomposites. Dans les chapitres suivants, les différentes phases du comportement mécanique et de la durée de vie seront modélisées et étudiées.



*Chapitre II*

*MODÈLE DE COMPORTEMENT THERMOMÉCANIQUE  
DES C.M.C. UNIDIRECTIONNELS*



## II - MODÈLE DE COMPORTEMENT THERMOMÉCANIQUE DES C.M.C. UNIDIRECTIONNELS

### II.1 - Introduction

Pour un composite à matrice céramique unidirectionnel, le comportement en traction est dicté par plusieurs phénomènes. Lorsque la contrainte de la matrice atteint sa limite à rupture, les fibres doivent supporter un supplément de charge. Si leur nombre est suffisant, cette surcharge n'entraîne pas leur rupture, mais elles vont continuer à se déformer. Le comportement mécanique du composite est alors non-linéaire. C'est le cas des C/SiC et des SiC/SiC [33], [34].

L'amorçage de la fissuration de la matrice a été étudiée par plusieurs auteurs [26], [35], [36], [37], [29]. La rupture des matériaux céramiques est caractérisée par une dispersion importante des contraintes, qui peut être décrite par une loi de Weibull [38] [39]. Une approche de type probabiliste se basant sur la théorie de Weibull a été développée pour modéliser le phénomène de fissuration [40] [41] [42].

L'interphase liant les fibres à la matrice est un élément important pour le comportement des composites [43], [18]. Elle a deux fonctions, d'une part, transmettre une partie de l'effort de la fibre vers la matrice, d'autre part, dissiper l'énergie libérée lors de la fissuration de la matrice. Une liaison trop forte empêche la dissipation de l'énergie le long de l'interphase. La dissipation d'énergie a alors tendance à se produire dans les fibres, dont elle entraîne la rupture. En revanche, si la liaison est trop faible, la décohé sion se propage le long de toute l'interphase. Dans le cas intermédiaire, la fissure, amorcée dans la matrice, se propage dans l'interphase sur une distance, appelée **longueur de décohé sion**. **La matrice est rechargée sur la longueur de la décohé sion**. Ce rechargement a été modélisé sous l'hypothèse soit d'une interface liée [22], soit non liée [23], soit d'un transfert de charge par cisaillement constant [26].

L'interphase est le lieu d'une multitude de phénomènes mécaniques complexes difficilement modélisables. C'est pourquoi, **la nouvelle approche** proposée ici utilise un paramètre, dont l'évolution est conditionnée par l'ensemble des phénomènes cités ci-dessus. **Ce paramètre l**, appelé **longueur ineffective**, représente le **domaine équivalent situé de part et d'autre d'une fissure matricielle, sur lequel la**

**matrice peut être considérée comme totalement désolidarisée des fibres.** Sur ce domaine seules les fibres supportent la charge. Au delà de ce domaine, la charge est répartie entre les fibres et la matrice, le système correspondant à un bimatériau à liaison parfaite.

À tous ces phénomènes de rupture, s'ajoutent des phénomènes mécaniques liés aux traitements thermiques et à l'élaboration. En effet l'élaboration s'effectue à haute température. Les coefficients de dilatation des constituants étant différents, le refroidissement génère des contraintes dans la matrice, dans l'interphase et dans les fibres. Les composantes radiales de ces contraintes résiduelles placent l'interphase soit en tension et le système est décohésif (C/SiC), soit en compression, la matrice frette alors les fibres (SiC/SiC). Les composantes axiales peuvent solliciter la matrice en traction et entraîner une fissuration précoce (C/SiC).

L'objectif du présent chapitre est de présenter un modèle de comportement thermomécanique, qui tient compte des phénomènes prepondérants. Il s'appuie sur la description du phénomène de multifissuration de la matrice et sur l'effet des contraintes résiduelles d'origine thermique. L'approche est de type micromécanique et intègre les propriétés thermomécaniques de chacun des constituants. L'ouverture des fissures ainsi que la déformation sous sollicitations thermomécaniques sont alors déterminées. L'influence des différents paramètres est étudiée, et rend compte des phénomènes déjà observés par ailleurs.

## II.2 - Hypothèses

Dans la suite de ce chapitre, les effets radiaux (effet Poisson, dilatation radiale) ne sont pas explicitement pris en compte. Ils sont inclus dans la définition de la longueur ineffective.

Les minicomposites sont composés de fibres, sur lesquelles sont déposées par voie gazeuse une interphase puis une matrice. Dans la mesure où les effets radiaux ne sont pas pris en compte, et suite aux observations des coupes transversales, le composite est supposé être équivalent au système à symétrie cylindrique suivant : fibres et interphase forment le coeur du composite, la matrice se situe à la périphérie.

Lorsque le matériau présente  $n$  fissures, il peut être considéré comme une succession de  $n$  blocs indépendants (fig. II.1).

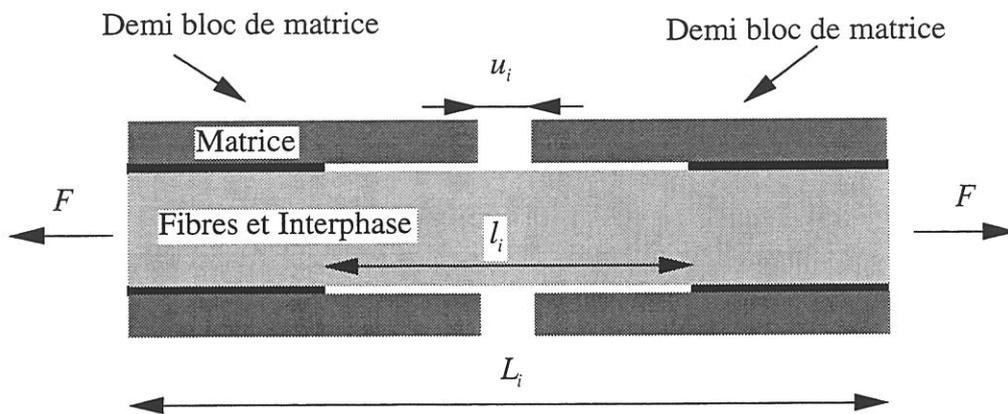


Figure II.1 : Géométrie modèle du minicomposite fissuré

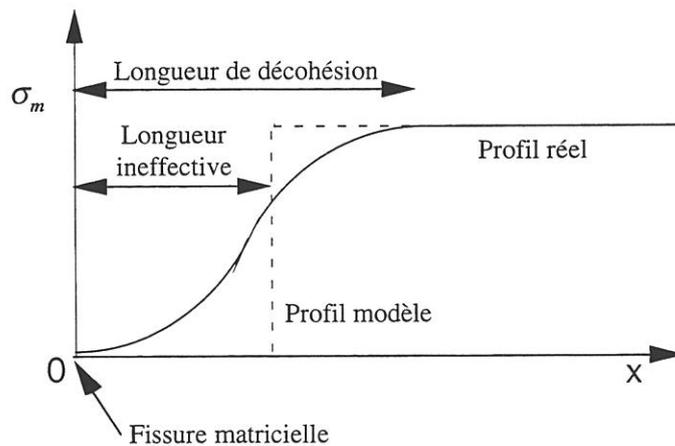


Figure II.2 : Profil de contrainte dans la matrice au niveau de la décohesion ; définition de la longueur inefficace

$$L = \sum_1^n L_i \quad (\text{II.1})$$

où  $L$  est la longueur de jauge, et  $L_i$  la longueur de chacun des blocs.

Les profils de contrainte dans la matrice, donnés sur la figure II.2, permettent de définir la longueur ineffective, de telle sorte que l'ouverture de la fissure soit égale à l'ouverture obtenue à partir du profil réel.

Toutes les longueurs sont exprimées à partir de l'état initial des fibres avant élaboration et à température ambiante. Il s'agit des longueurs qu'auraient les fibres si elles étaient libres de se déformer :

$$L_0 = \sum_1^n L_{0i} \quad (\text{II.2})$$

où  $L_0$  est la longueur des fibres avant élaboration et  $L_{0i}$  la longueur des fibres avant élaboration correspondant au bloc  $i$ .

### II.3 - Fissuration de la matrice dans un C.M.C. unidirectionnel

La description du phénomène de fissuration matricielle est identique à celle adoptée par Baxevanakis [5] pour décrire le phénomène de multifragmentation d'une fibre unitaire dans une matrice polymère.

#### II.3.1 - Expressions

La rupture des matériaux céramiques est gouvernée par différents facteurs :

- le champ des contraintes,
- le volume de matière sous contrainte,
- la distribution des caractéristiques des défauts : taille, orientation,...etc.

Pour un matériau monolithique non fissuré, la loi de Weibull permet d'estimer la probabilité de rupture (création d'une fissure) en fonction du volume et du champ de contrainte. Elle s'exprime de la façon suivante [38], [39] lorsque la rupture se produit à partir de défauts situés dans le volume :

$$P = 1 - \exp \left[ - \int_V \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \cdot dV \right] \quad (\text{II.3})$$

où P est la probabilité de rupture, V le volume de matériau considéré,  $\sigma$  la contrainte à laquelle est soumise la tranche dV, m le module de Weibull,  $\sigma_0$  le facteur d'échelle,  $\sigma_u$  la contrainte en deçà de laquelle aucune rupture ne se produit ( $P = 0$ ).

A saturation du processus de fissuration de la matrice, le minicomposite présente un certain nombre de fissures réparties de façon relativement uniforme. Les fissures sont séparées les unes des autres d'une distance quasiment constante, appelée pas de fissuration. Différents auteurs ont relié ce pas de fissuration aux caractéristiques de l'interphase et au cisaillement interfacial permettant le rechargement de la matrice le long de la décohésion [26].

On considère que la matrice du minicomposite est un ensemble de N blocs de longueur  $l^*$ , indépendants, en série (fig. II.3). N est le nombre maximal de fissures uniquement fonction de la longueur ineffective maximale. Cette longueur correspond au pas de fissuration  $l^*$  du matériau saturé :

$$N \cdot l^* = L \quad (\text{II.4})$$

L étant la longueur de jauge.

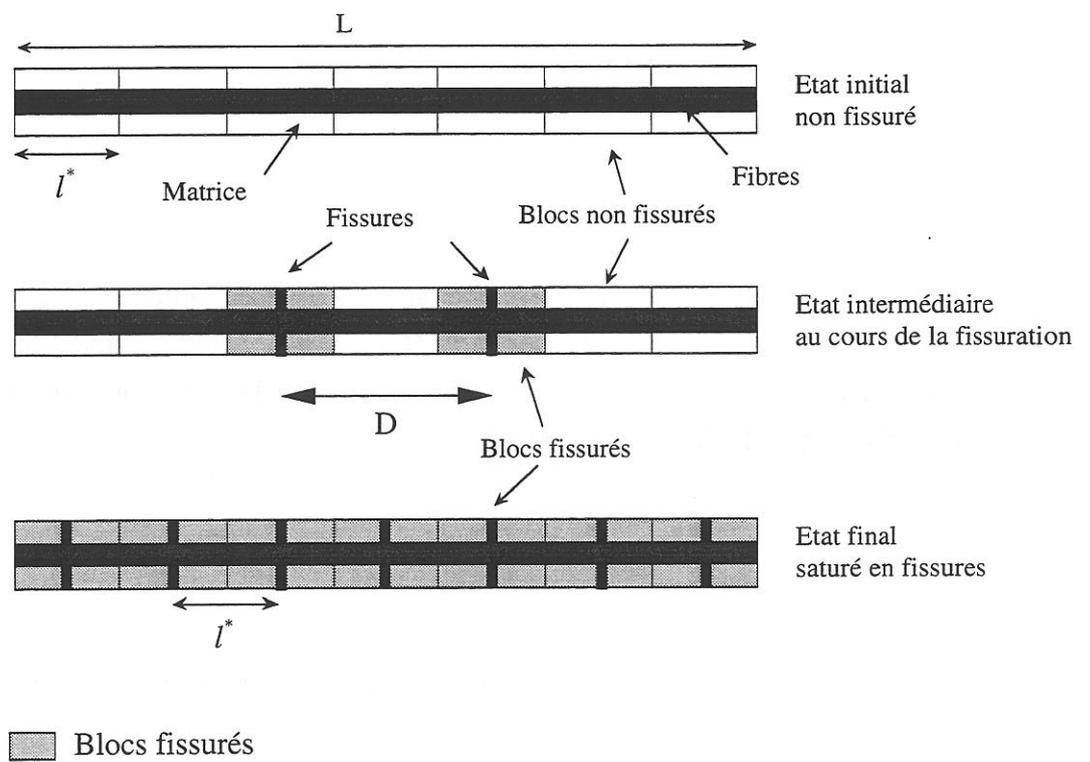
D'après les hypothèses précédentes et en supposant la présence d'une seule population de défauts, la contrainte dans la matrice étant constante sur chaque bloc non fissuré, il est possible d'intégrer l'expression II.2. Ainsi la probabilité que la matrice se fissure à une contrainte  $\sigma_m$  dans l'un de ces blocs est donnée par la relation :

$$p_m = 1 - \exp \left[ - S_m \cdot l^* \cdot \left( \frac{\sigma_m}{\sigma_{0m}} \right)^{m_m} \right] \quad (\text{II.5})$$

$S_m$  étant la section de matrice et en supposant que  $\sigma_u = 0$ .

Ainsi la contrainte moyenne d'apparition d'une fissure dans un bloc de longueur  $l^*$  est :

$$\bar{\sigma}_m^* = \sigma_{0m} \cdot \Gamma(1 + 1/m_m) \cdot (S_m \cdot l^*)^{-1/m_m} \quad (\text{II.6})$$



**Figure II.3 : Représentation du modèle de fissuration de la matrice**

Lorsque l'on considère l'ensemble de la matrice du minicomposite, pour un nombre élevé de fissures à saturation ( $l^* \ll L$ ), cette probabilité est égale au rapport du nombre de blocs fissurés moyen sur le nombre de blocs susceptibles de se fissurer (= le nombre de fissures à saturation). Ainsi :

$$P_m = \frac{n}{N} \quad (\text{II.7})$$

Cette expression permet d'estimer la contrainte d'apparition de la  $n^{\text{ième}}$  fissure et par conséquent de la première fissure ( $n = 1$ ) et de la saturation ( $n = N-1$ ) :

$$\sigma_m^n = \sigma_{0m} \cdot (S_m \cdot l^*)^{-1/m_m} \cdot \left[ -\ln\left(1 - \frac{n}{N}\right) \right]^{1/m_m} \quad (\text{II.8})$$

$$\sigma_m^1 \approx \sigma_{0m} \cdot (S_m \cdot L)^{-1/m_m} \quad (\text{II.9})$$

$$\sigma_m^s = \sigma_{0m} \cdot (S_m \cdot l^*)^{-1/m_m} \cdot \left[ \ln\left(\frac{L}{l^*}\right) \right]^{1/m_m} \quad (\text{II.10})$$

La probabilité qu'une fissure se forme dans un volume constitué de  $N'$  blocs consécutifs non fissurés est donnée par la relation :

$$P_m = 1 - (1 - p_m)^{N'} \quad (\text{II.11})$$

Ainsi la probabilité d'apparition de la première fissure dans la matrice d'un minicomposite est ( $N' = N$ ) :

$$P_m = 1 - \exp\left[ -S_m \cdot L \cdot \left( \frac{\sigma_m}{\sigma_{0m}} \right)^{m_m} \right] \quad (\text{II.12})$$

La contrainte moyenne d'apparition de la première fissure déduite de (II.12) est donc :

$$\bar{\sigma}_m^1 = \sigma_{0m} \cdot \Gamma(1 + 1/m_m) \cdot (S_m \cdot L)^{-1/m_m} \quad (\text{II.13})$$

### II.3.2 - Détermination expérimentale des constantes statistiques et validation

A l'aide des équations précédentes, plusieurs méthodes peuvent être envisagées pour déterminer les paramètres statistiques de rupture de la matrice.

La première consiste à utiliser l'expression (II.12) donnant la probabilité d'apparition de la première fissure. Lorsque la matrice n'est pas initialement fissurée (SiC/SiC) l'apparition de la première fissure peut être repérée par l'émission acoustique et par la perte de linéarité visible sur la courbe de traction. Connaissant l'expression liant la contrainte dans la matrice et la force appliquée, on a accès au spectre des contraintes de rupture de la matrice [1].

La deuxième méthode s'appuie sur les expressions (II.5) et (II.7), connaissant le nombre de fissures en fonction de la contrainte dans la matrice.

La troisième méthode repose sur l'expression (II.11). On cherche alors à déterminer la contrainte moyenne d'apparition d'une fissure pour un bloc de matrice dont la taille est définie par deux fissures consécutives. La contrainte moyenne d'apparition d'une fissure dans un bloc défini par deux fissures distantes d'une longueur  $D$  est :

$$\bar{\sigma}_m(D) = \sigma_{0m} \cdot \Gamma(1 + 1/m_m) \cdot (S_m \cdot (D - l^*))^{-1/m_m} \quad (\text{II.14})$$

Ces trois méthodes sont employées dans le chapitre III.

Enfin, une dernière méthode peut être exploitée à partir des courbes de traction, et de l'émission acoustique. En effet, les pertes de rigidité et l'écart à la linéarité sont liées à l'endommagement. Cet endommagement est produit par trois phénomènes : la fissuration matricielle, les glissements fibres-matrice, et enfin la rupture des fibres. Cette méthode est utilisable dans la mesure où il est possible de découpler ces différents phénomènes.

## **II.4 - Ouverture des fissures matricielles sous sollicitation thermomécanique**

### **II.4.1 - Expressions**

L'ouverture des fissures est liée à la différence d'allongement entre les fibres et la matrice. Les contraintes d'origine thermique et l'effort appliqué sont à l'origine de cette différence. En effet, la création d'une fissure relaxe localement les contraintes d'origine thermique. De plus, sous sollicitations de traction, au niveau des décohésions, la charge

est uniquement supportée par les fibres qui donc s'allongent. Au contraire, sur cette zone, la matrice est désolidarisée des fibres, elle ne se déforme donc pas.

Considérons la longueur ineffective de fibre  $l_{i0}$  avant élaboration. A la température d'élaboration, cette longueur est  $l_{ie}^f$ .

$$l_{ie}^f = l_{i0} \cdot \left( 1 + \int_{T_0}^{T_e} \alpha_f \cdot dT \right) \quad (\text{II.15})$$

On dépose la matrice sur cette longueur. Ainsi à la température d'élaboration la longueur de matrice est égale à  $l_{ie}^f$ . A température ambiante, la longueur des fibres est  $l_{i0}$ . En revanche, la matrice va se déformer selon son coefficient de dilatation. Ainsi à température ambiante et au premier ordre :

$$l_i^f(T_0) = l_{i0} \quad (\text{II.16})$$

$$l_i^m(T_0) = l_{ie}^f \cdot \left( 1 - \int_{T_0}^{T_e} \alpha_m \cdot dT \right) = l_{i0} \cdot (1 - M_0) \quad (\text{II.17})$$

$$\text{avec } M_0 = \int_{T_0}^{T_e} (\alpha_m - \alpha_f) \cdot dT \quad (\text{II.18})$$

En réalité,  $M_0$  est un terme lié non seulement aux coefficients de dilatation mais aussi à l'état mécanique au moment de l'élaboration (fibres précontraintes...), et aux traitements que le matériau a subi (traitement thermique...). Par exemple, si les fibres se trouvent à la charge  $F_e$  au moment de l'élaboration, alors, à température ambiante,  $M_0$  est donné par :

$$M_0 = \int_{T_0}^{T_e} (\alpha_m - \alpha_f) \cdot dT - C_f \cdot F_e \quad (\text{II.19})$$

$$\text{avec } C_f = (E_f \cdot S_f)^{-1} \quad (\text{II.20})$$

où  $E_f$  et le module d'Young des fibres et  $S_f$  la section totale des fibres

Lorsque la température augmente, les deux matériaux se dilatent :

$$l_i^f(T) = l_{i0} \cdot \left( 1 + \int_{T_0}^T \alpha_f \cdot dT \right) \quad (\text{II.21})$$

$$l_i^m(T) = l_{i0} \cdot \left( 1 - M_0 + \int_{T_0}^T \alpha_m \cdot dT \right) \quad (\text{II.22})$$

Les fibres supportant seules l'effort, sous la force appliquée  $F$ , leur longueur est :

$$l_i^f(T, F) = l_{i0} \cdot \left( 1 + \int_{T_0}^T \alpha_f \cdot dT + C_f \cdot F \right) \quad (\text{II.23})$$

Enfin l'ouverture de la fissure à la température  $T$ , pour un minicomposite soumis à la force  $F$  :

$$u_i(T, F) = l_i^f(T, F) - l_i^m(T) \quad (\text{II.24})$$

$$\text{soit } u_i(T, F) = l_{i0} \cdot (C_f \cdot F + M_0 - M_2(T)) \quad (\text{II.25})$$

$$\text{avec } M_2(T) = \int_{T_0}^T (\alpha_m - \alpha_f) \cdot dT \quad (\text{II.26})$$

#### II.4.2 - Température et force d'ouverture des fissures

A partir de l'expression (II.25), on peut déterminer la température et la force qui permettent l'ouverture des fissures. A force nulle, il existe une température  $T^*$  telle que  $u_i(T^*, 0) = 0$ .  $T^*$  est définie par la relation :

$$M_2(T^*) = M_0 \quad (\text{II.27})$$

La relation (II.27) montre que, dans le cas des systèmes équilibrés au moment de l'élaboration (fibres non précontraintes,  $M_0$  donné par l'expression (II.18)), la température de transition  $T^*$  se situe à la température d'élaboration  $T_e$ . En revanche, si l'élaboration a été effectuée sous charge ( $M_0$  donné par l'équation (II.19)), cette température est plus petite que la température d'élaboration.

Si  $\alpha_m \leq \alpha_f$  les fissures seront fermées à charge nulle pour  $T \leq T^*$ . En fonction de la température, il existe une force pour laquelle les fissures vont s'ouvrir. Elle est définie par la relation  $u_i(T, F^*) = 0$  soit :

$$C_f \cdot F^* = M_2(T) - M_0 \quad (\text{II.28})$$

Si  $\alpha_m \geq \alpha_f$ , les fissures seront ouvertes à force nulle pour  $T \leq T^*$ . L'ouverture diminue lorsque la température augmente, ce phénomène a été déjà observé expérimentalement sur des composites C/SiC [44]. En revanche, pour  $T \geq T^*$ , les fissures seront fermées à charge nulle, l'effort devra atteindre  $F^*$  pour ouvrir les fissures.

### II.4.3 - Détermination expérimentale

Pour pouvoir valider les expressions ci-dessus, il est nécessaire de pouvoir suivre l'ouverture des fissures en fonction de la charge et de la température. Les essais de traction sous Microscopie Électronique à Balayage permettent de déterminer ces relations (chapitre IV). Il ne faut cependant pas perdre de vue qu'à partir d'une certaine contrainte, la longueur ineffective croît par propagation des décohésions et par effet Poisson. De même, lors des essais à haute température, la longueur ineffective varie car la matrice frette plus ou moins les fibres.

Les deux paramètres essentiels  $T^*$  et  $F^*$  peuvent être déterminés à partir d'essais de traction classiques sans mesure directe de l'ouverture des fissures (chapitre VI). En effet, la fermeture des fissures change le comportement en traction des minicomposites. Lorsque les fissures sont fermées, le minicomposite est équivalent à un minicomposite non fissuré. Il possède donc une rigidité donnée par la loi des mélanges et les cycles de charge-décharge sont fermés. En revanche, lorsque  $F \geq F^*$ , les fissures sont de nouveau ouvertes, et la rigidité du minicomposite est plus faible.

## II.5 - Contraintes dans la matrice et dans les fibres

Les contraintes que subissent les fibres et la matrice ont deux origines : l'élaboration à haute température fait apparaître des contraintes résiduelles d'origine thermique, ensuite le chargement du minicomposite ajoute un terme dépendant de la charge appliquée.

### II.5.1 - Contraintes d'origine thermique

La fissuration et la décohésion relaxent localement les contraintes résiduelles d'origine thermique. Ainsi sur le domaine endommagé, c'est-à-dire le domaine situé de part et d'autre de la fissure défini par la longueur ineffective, les contraintes d'origine thermique sont annulées.

L'apparition des contraintes thermiques est due à la différence des coefficients de dilatation des fibres et de la matrice. En effet, à la température d'élaboration, la matrice est déposée alors que les fibres sont dilatées (équation (II.15)). A une température différente, fibres et matrice ne se déforment pas de manière identique. Il en résulte, puisque les deux

matériaux sont parfaitement liés, que l'ensemble (fibres + matrice) prend une longueur d'équilibre  $l^c$  dont la valeur est située entre celle des fibres (équation (II.21)) et celle de la matrice (équation (II.22)) considérées individuellement. Ainsi pour chaque matériau, la différence entre ces longueurs donne naissance aux contraintes thermiques :

$$\sigma_m^{th}(T) = E_m \cdot \frac{l^c(T) - l^m(T)}{l^m(T)} \quad (\text{II.29})$$

$$\sigma_f^{th}(T) = E_f \cdot \frac{l^c(T) - l^f(T)}{l^f(T)} \quad (\text{II.30})$$

La longueur d'équilibre est donnée par la relation :

$$\sigma_m^{th}(T) \cdot S_m + \sigma_f^{th}(T) \cdot S_f = 0 \quad (\text{II.31})$$

soit (au premier ordre) :

$$l^c(T) = \frac{l^f(T) + a \cdot l^m(T)}{1 + a} \quad (\text{II.32})$$

$$\text{avec } a = \frac{E_m \cdot S_m}{E_f \cdot S_f} \quad (\text{II.33})$$

On obtient à température ambiante  $T_0$ , dans les zones non endommagées, les contraintes suivantes (au premier ordre) :

$$\sigma_f^{th}(T_0) = -\frac{a}{1+a} \cdot E_f \cdot M_0 \quad (\text{II.34})$$

$$\sigma_m^{th}(T_0) = \frac{1}{1+a} \cdot E_m \cdot M_0 \quad (\text{II.35})$$

Ainsi, si  $\alpha_m \geq \alpha_f$ , la matrice est en traction et les fibres en compression à température ambiante. De plus, la contrainte sera d'autant plus faible que la section de matrice est élevée (à section de fibres constante,  $a$  est une fonction croissante de  $S_m$ ).

Lorsque l'on augmente la température, les contraintes d'origine thermique s'annulent puis s'inversent :

$$\sigma_f^{th}(T) = E_f \cdot \frac{a}{1+a} \cdot [M_2(T) - M_0] \quad (\text{II.36})$$

$$\sigma_m^{th}(T) = E_m \cdot \frac{1}{1+a} \cdot [M_0 - M_2(T)] \quad (\text{II.37})$$

Dans le cas des systèmes équilibrés à l'élaboration, l'annulation des contraintes se produit à la température d'élaboration. En revanche pour des systèmes non équilibrés, elles s'annulent à la température de transition (= T\*).

## II.5.2 - Contraintes totales en traction

Lorsque le minicomposite est sollicité en traction, ces contraintes résiduelles d'origine thermique se superposent aux contraintes résultant du chargement.

Dans les zones non endommagées, l'effort F est réparti entre les fibres et la matrice selon la relation :

$$F = \sigma_m(T, F) \cdot S_m + \sigma_f(T, F) \cdot S_f \quad (\text{II.38})$$

Ce chargement induit une même déformation dans les fibres et dans la matrice, étant donné que les deux constituants sont parfaitement liés,  $\varepsilon = \varepsilon_m = \varepsilon_f$  :

$$\sigma_m(T, F) = \sigma_m^{th}(T) + E_m \cdot \varepsilon(F) \quad (\text{II.39})$$

$$\sigma_f(T, F) = \sigma_f^{th}(T) + E_f \cdot \varepsilon(F) \quad (\text{II.40})$$

Ainsi, à partir des équations (II.38) et (II.31) :

$$\varepsilon(F) = \frac{C_f}{1+a} \cdot F \quad (\text{II.41})$$

Enfin :

$$\sigma_f(T, F) = \frac{E_f}{1+a} \cdot [C_f \cdot F + a \cdot (M_2(T) - M_0)] \quad (\text{II.42})$$

$$\sigma_m(T, F) = \frac{E_m}{1+a} \cdot [C_f \cdot F + M_0 - M_2(T)] \quad (\text{II.43})$$

## II.6 - Courbe de traction d'un composite unidirectionnel sous sollicitation thermomécanique

### II.6.1 - Longueur totale

La longueur totale du minicomposite est égale à la somme des longueurs des différents blocs. Chaque bloc est composé d'une partie endommagée définie par la longueur ineffective et d'une partie saine.

Les différentes longueurs sont exprimées à partir des longueurs initiales des fibres avant élaboration. Ainsi, pour le bloc  $i$  de longueur totale  $L_i$ ,  $L_{i0}$  correspond à la longueur initiale de fibres avant élaboration,  $l_{i0}$  étant la longueur ineffective. L'allongement de la partie endommagée est dicté par l'allongement des fibres qui est donné par l'expression (II.23) :

$$l_i(T, F) = l_i^f(T, F) = l_{i0} \cdot \left( 1 + \int_{T_0}^T \alpha_f \cdot dT + C_f \cdot F \right) \quad (\text{II.44})$$

Pour la partie saine, la longueur est contrôlée par les fibres et par la matrice. A charge nulle, la longueur de ce bloc est comprise entre la longueur des fibres si elles étaient seules et la longueur de la matrice si elle était seule (équations (II.21), (II.22) (II.32) pour une longueur initiale égale à  $L_{i0} - l_{i0}$ ). La charge induit un allongement donné par l'équation (II.41), d'où :

$$(L_i - l_i)(T, F) = (L_{i0} - l_{i0}) \cdot \left( 1 + \frac{C_f \cdot F}{1+a} + M_1(T) - \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \right) \quad (\text{II.45})$$

$$\text{avec } M_1(T) = \int_{T_0}^T \frac{\alpha_f + a \cdot \alpha_m}{1+a} \cdot dT \quad (\text{II.46})$$

La longueur totale du bloc est égale à la somme de ces deux longueurs. La longueur totale du minicomposite est donc (équations (II.1) et (II.2)) :

$$L = L_0 \cdot \left( 1 + \frac{C_f \cdot F}{1+a} + M_1(T) - \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \right) + \sum_1^n l_{i0} \cdot \frac{a}{1+a} \cdot (C_f \cdot F + M_0 - M_2(T)) \quad (\text{II.47})$$

avec  $n$  le nombre de fissures,  $L_0$  la longueur initiale des fibres avant élaboration, et  $l_{i0}$  les longueurs ineffective de chacune des fissures.

L'ouverture des fissures apparaît dans le second terme de l'équation II.47, on obtient alors une expression plus générale, (identique, quelle que soit l'hypothèse initiale de transfert de charge) :

$$L = L_0 \cdot \left( 1 + \frac{C_f \cdot F}{1+a} + M_1(T) - \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \right) + \frac{a}{1+a} \cdot \sum_1^n u_i \quad (\text{II.45})$$

## II.6.2 - Essais de traction à température donnée

### II.6.2.1 - Expression

La longueur de référence est définie comme étant la longueur juste avant l'essai (à la température T) :

$$L(T,0) = L_0 \cdot \left( 1 + M_1(T) - \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \right) + \sum_1^{n_0} l_{i0} \cdot \frac{a}{1+a} \cdot (M_0 - M_2(T)) \quad (\text{II.46})$$

avec  $n_0$  le nombre de fissures initialement présentes avant la traction.

La déformation au cours de la traction à la température T est alors donnée par :

$$\varepsilon(F) = \frac{L(T,F) - L(T,0)}{L(T,0)} \approx \frac{L(T,F) - L(T,0)}{L_0} \quad (\text{II.47})$$

Soit (au premier ordre) :

$$\varepsilon(F) = \frac{1+a \cdot \beta_0}{1+a} \cdot C_f \cdot F + \frac{a \cdot (\beta - \beta_0)}{1+a} \cdot (C_f \cdot F + M_0 - M_2(T)) \quad (\text{II.48})$$

$$\text{avec } \beta = \sum_1^n \frac{l_{i0}}{L_0} = \frac{n}{N} \cdot \frac{l}{l^*} \quad (\text{II.49})$$

$l$  étant la longueur ineffective moyenne.

Le terme  $\beta$ , s'apparente aux termes d'endommagement macroscopique. Il est relatif au taux de matrice ineffective dans le minicomposite.  $\beta_0$  est la valeur initiale de  $\beta$  liée à l'endommagement présent avant l'essai de traction, apparu, par exemple, au cours du processus d'élaboration.  $\beta$  est le produit de deux termes. Le premier,  $n/N$ , est relatif à un phénomène global (sur toute la longueur du matériau), le second,  $l/l^*$ , est relatif à un phénomène local lié à la manière dont le transfert de charge s'effectue (au niveau de la fissure).

Une fois la valeur de  $\beta$  connue, il est possible d'estimer l'allongement résiduel et le module d'Young du matériau endommagé.

### II.6.2.2 - Module d'Young du composite au cours de la traction

Le module d'Young du matériau va évoluer au cours de la traction en fonction de  $\beta$ . Par commodité, le module d'Young n'est pas directement déterminé. On utilise une constante de complaisance notée  $C$ , déterminée expérimentalement au cours d'un cycle de charge-décharge (c'est-à-dire à endommagement constant). Elle est définie de la façon suivante :

$$C = (E_c \cdot S_c)^{-1} = \left( \frac{\partial \varepsilon}{\partial F} \right)_\beta \quad (\text{II.50})$$

Cette constante  $C$ , que l'on nommera par extension complaisance, est liée au paramètre  $\beta$  par la relation :

$$C(\beta) = \frac{1+a\beta}{1+a} \cdot C_f \quad (\text{II.51})$$

Lorsque le matériau n'est pas endommagé ( $\beta = 0$ ), son module d'Young est déterminé par la loi des mélanges. Ainsi :

$$C(0) = \frac{1}{1+a} \cdot C_f = (E_m \cdot S_m + E_f \cdot S_f)^{-1} \quad (\text{II.52})$$

Lorsque le matériau est totalement endommagé ( $\beta = 1$ ), c'est-à-dire lorsque seules les fibres supportent l'effort,  $C(1) = C_f$ .

### II.6.2.3 - Déformation résiduelle au cours de la traction

$$\varepsilon_r(\beta) = \frac{a \cdot (\beta - \beta_0)}{1+a} \cdot (M_0 - M_2(T)) \quad (\text{II.53})$$

D'où, en utilisant l'expression (II.51) :

$$\varepsilon_r(\beta) = (M_0 - M_2(T)) \cdot \frac{C(\beta) - C_0}{C_f} \quad (\text{II.54})$$

avec  $C_0 = C(\beta_0)$  la valeur de C au début de la traction.

Ainsi, lors d'un essai de traction à température ambiante, la pente de la courbe représentant la déformation résiduelle en fonction de C (essais cyclés) donne la valeur de  $M_0$ . La même mesure à différentes températures donne l'évolution de  $M_2$  en fonction de la température que l'on compare à l'évolution théorique donnée à partir des coefficients de dilatation (équation (II.26)) :

$$M_0 = C_f \cdot \left( \frac{\partial \varepsilon_r}{\partial C} \right)_{T=T_0} \quad (\text{II.55})$$

$$\alpha_m - \alpha_f = -\frac{\partial}{\partial T} \left[ C_f \cdot \left( \frac{\partial \varepsilon_r}{\partial C} \right)_T \right] \quad (\text{II.56})$$

Au cours des essais de traction avec cycles de charge-décharge, il apparaît un point de concours des cycles, correspondant à la refermeture des fissures matricielles. Ses coordonnées sont :

$$F_0 = \frac{M_2(T) - M_0}{C_f} \quad (\text{II.57})$$

$$\varepsilon_0 = C_0 \cdot F_0 \quad (\text{II.58})$$

#### II.6.2.4 - Influence de la rupture des fibres sur le comportement en traction

Au cours de la fissuration matricielle, un certain nombre de fibres sont rompues au droit de chaque fissure et au sein de la zone ineffective. Ce phénomène n'affecte pas l'évolution de l'allongement résiduel donné par l'équation (II.53). En revanche, la complaisance C est affectée par ce phénomène (annexe 1). En supposant que, pour toutes les fissures,  $\alpha$ , le taux de fibres rompues est identique :

$$C(\alpha, \beta) = \frac{C_f}{1+a} \cdot \left( 1 + \beta \cdot \frac{a+\alpha}{1-\alpha} \right) \quad (\text{II.59})$$

Une charge appliquée à un fil constitué de K fibres parallèles entraîne des ruptures aléatoires de fibres. Le nombre de fibres rompues augmente avec la charge. L'effort est distribué parmi les fibres non cassées en l'absence de lien physique entre les fibres. Un

modèle permettant le calcul du nombre moyen de fibres rompues au cours de la traction d'un fil brut de longueur de jauge  $L$  a été déjà développé [6], [1] (chapitre I). Le comportement en traction du fil brut est déduit des propriétés individuelles des monofilaments. La description de la rupture des monofilaments est fondée sur une approche de Weibull [38].

Ce modèle peut être appliqué dans le cas présent pour une longueur correspondant à la longueur ineffective en supposant que la fibre rompue est rechargée dans la partie intacte du minicomposite. On supposera, de plus, que la longueur ineffective est identique d'une fissure à l'autre, égale à la longueur ineffective moyenne  $l$  (i.e. l'ouverture des fissures est identique d'une fissure à l'autre). Ainsi le taux de fibres rompues au droit de chaque fissure est donné par :

$$\alpha = 1 - \exp \left[ -s_f \cdot l \cdot \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad (\text{II.60})$$

$$\text{avec } \sigma_f = \frac{F}{S_f \cdot (1 - \alpha)} \quad (\text{II.61})$$

et  $s_f$  la section de chaque fibre,  $S_f$  la section totale de fibre ( $= K_0 \cdot s_f$  avec  $K_0$  le nombre initial de fibres),  $l$  la longueur de fibres sollicitées (il s'agit de la longueur ineffective),  $\sigma_{0f}$  et  $m_f$  les paramètres décrivant la dispersion des contraintes à rupture d'une fibre.

### II.6.3 - Dilatation

La longueur de référence est la longueur du matériau à température ambiante et à force nulle :

$$L(T_0, 0) = L_0 \cdot \left( 1 - \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \right) + \sum_1^{n_0} l_{i0} \cdot \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \quad (\text{II.62})$$

Alors la déformation, au cours d'une montée en température, est donnée par :

$$\varepsilon(T) = \frac{L(T, 0) - L(T_0, 0)}{L(T_0, 0)} \approx \frac{L(T, 0) - L(T_0, 0)}{L_0} \quad (\text{II.63})$$

Soit (au premier ordre) :

$$\varepsilon(T) = M_1(T) - \frac{a}{1+a} \cdot M_2(T) \cdot \beta + \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \cdot (\beta - \beta_0) \quad (\text{II.64})$$

La dilatation d'un minicomposite se situe entre la dilatation du matériau non endommagé et la dilatation des fibres seules. L'équation (II.64) montre que le coefficient de dilatation du matériau non endommagé ( $\beta = \beta_0 = 0$ ) est donné par :

$$\alpha_{c0} = \frac{\alpha_f + a \cdot \alpha_m}{1 + a} \quad (\text{II.65})$$

La présence de fissures dans la matrice, lorsqu'elles sont ouvertes, conditionne la dilatation. En revanche, la rupture des fibres n'affecte pas la dilatation.

**Ainsi, pour un minicomposite saturé en fissures et pour une gamme de température où les fissures sont ouvertes, le coefficient de dilatation du minicomposite est proche de celui des fibres seules.**

En considérant que le paramètre d'endommagement  $\beta$  n'évolue pas avec la température (notamment en supposant que le fretage n'évolue pas), pour un domaine de température où les fissures sont ouvertes, le coefficient de dilatation du minicomposite est donné par :

$$\alpha_c = \frac{(1 + a \cdot \beta)}{1 + a} \cdot \alpha_f + \frac{a \cdot (1 - \beta)}{1 + a} \cdot \alpha_m \quad (\text{II.66})$$

Lorsque la température atteint la température de transition  $T^*$ , le comportement est radicalement modifié puisque les fissures sont fermées. En effet, lorsque les fissures sont fermées, et sur la longueur ineffective, des contraintes d'origine thermique apparaissent dans les fibres et dans la matrice. L'état de contrainte du composite tend vers celui d'un composite non endommagé. Le coefficient de dilatation tend alors vers celui du matériau non endommagé. Une valeur apparente de  $\beta$  est alors introduite pour décrire la fermeture des fissures. Lorsque les fissures sont fermées la valeur apparente de  $\beta$  vaut 0, et le coefficient de dilatation est égal à  $\alpha_{c0}$ .

## II.7 - Applications

Dans la suite, on considère un matériau modèle (proche du SiC/SiC). L'influence des différents paramètres est déterminée pour les caractéristiques nominales suivantes :  $E_f = 200 \text{ GPa}$  ;  $E_m = 2 \cdot E_f$  ;  $\alpha_m = \alpha_f$  ;  $S_f = 0,1 \text{ mm}^2$  ;  $S_m = 2 \cdot S_f$  ;  $l^* = 100 \text{ } \mu\text{m}$  ;  $m_m = 10$  ;  $\sigma_{0m} = 200 \text{ MPa} \cdot \text{mm}^{3/m}$  ;  $l/l^* = 1$  ;  $\alpha = 0$ .

### II.7.1 - Fissuration de la matrice

Les équations (II.5) et (II.7) montrent que, pour une longueur de jauge donnée  $L$ , l'évolution de  $n/N$  en fonction de la contrainte dans la matrice dépend de  $l^*$  (fig. II.4). La première fissure se produit pour une contrainte indépendante de  $l^*$  (équations (II.9) et (II.13)). Ensuite, le nombre de fissures est directement dépendant de  $l^*$  (équations (II.4) et (II.7)). Les figures II.4 et II.5 représentent les variations de  $n/N$  et de  $n$  calculées pour une longueur de jauge de 100 mm. La figure II.4 montre que, pour une même contrainte dans la matrice,  $n/N$  est d'autant plus faible que  $l^*$  est faible. La figure II.5 montre que le nombre de fissures est d'abord identique quelle que soit la valeur de  $l^*$ , et ne diverge que lorsque le nombre de fissures approche du nombre à saturation. La saturation intervient pour une contrainte dans la matrice d'autant plus élevée que  $l^*$  est faible. Ce résultat traduit un effet d'échelle caractéristique des matériaux fragiles. En effet, plus la dimension des blocs est faible, plus la contrainte nécessaire pour fissurer le dernier bloc intact est élevée (équation (II.10)).

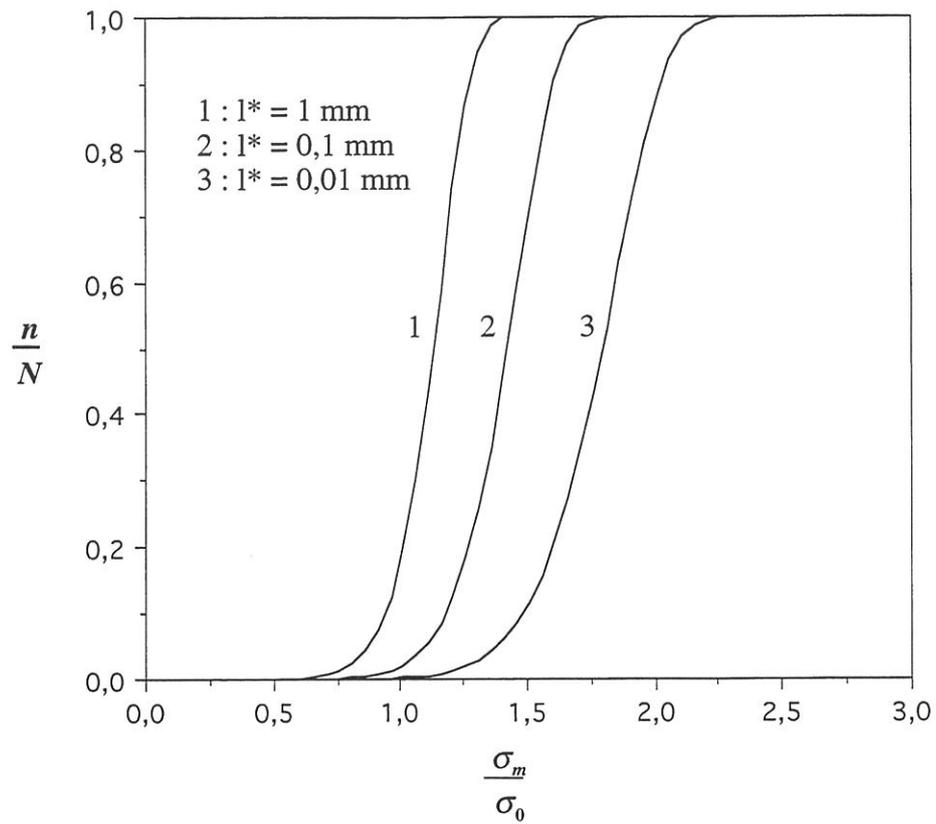
### II.7.2 - Traction à température ambiante

La courbe de traction  $F(\epsilon)$  est calculée à l'aide de l'équation (II.48). Le nombre de fissures est donné par l'équation (II.7) et la contrainte s'exerçant sur la matrice est donnée par l'équation (II.43).

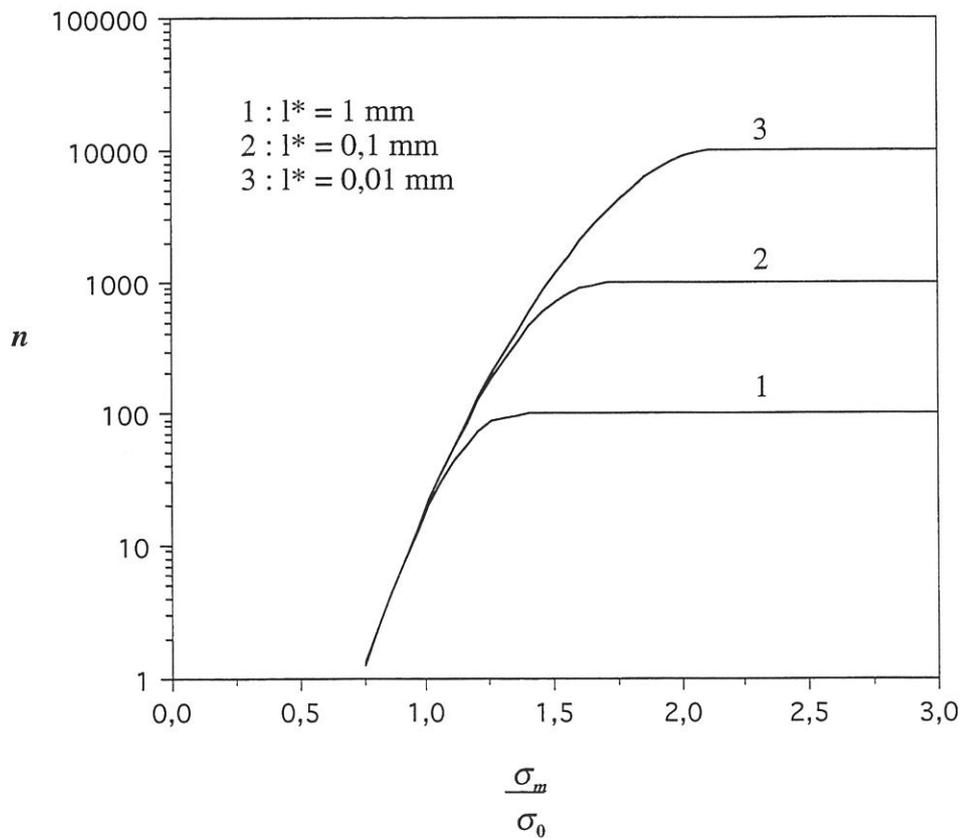
#### II.7.2.1 - Influence de la dispersion des contraintes à rupture de la matrice

$m$  caractérise la dispersion de la contrainte à rupture de la matrice : plus  $m$  est élevé, moins cette contrainte est dispersée (fig. II.6). Pour étudier l'influence de la distribution des contraintes de rupture dans la matrice, on suppose que la valeur moyenne de la force d'apparition d'une fissure dans un bloc de matrice de longueur  $l^*$  est indépendante de  $m$ . Les valeurs de  $\sigma_0$  sont déterminées à partir de l'expression (II.6).

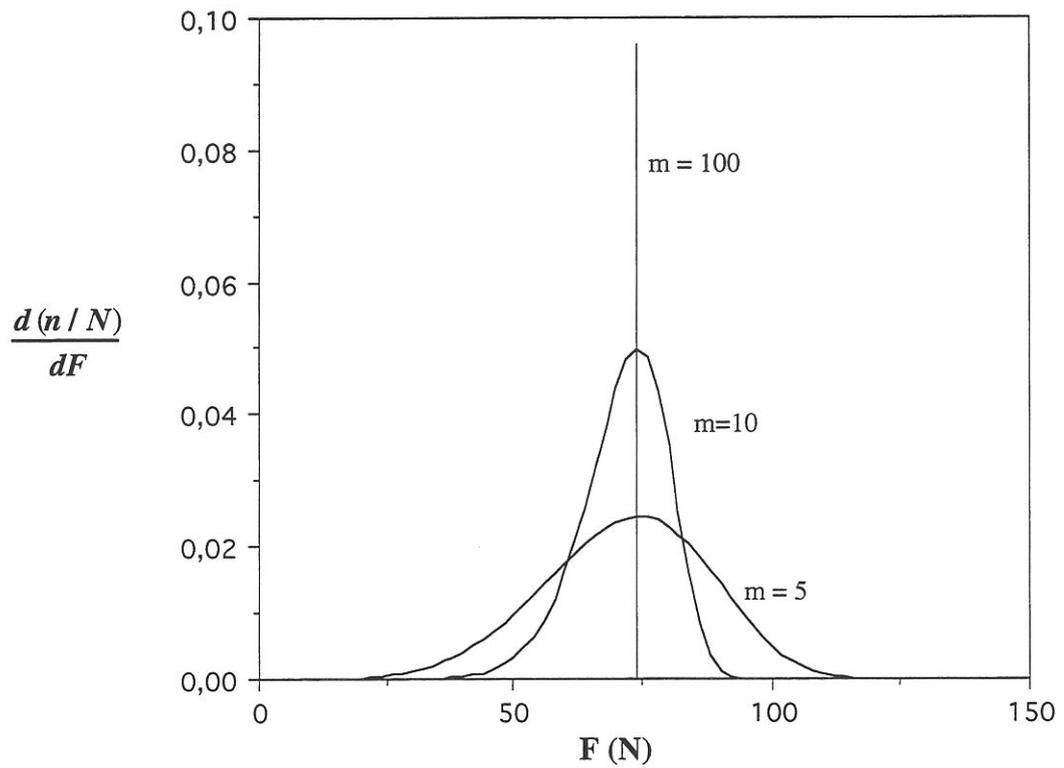
La figure II.7 montre que, **lorsque  $m$  est grand, la fissuration s'effectue à force constante et correspond au comportement décrit par l'approche de type A.C.K. [26]. Plus  $m$  est faible plus le domaine de force, au cours duquel la fissuration s'effectue, est étendu** (fig. II.7). La première fissure apparaît pour une charge plus faible et la saturation est atteinte pour une charge plus élevée.



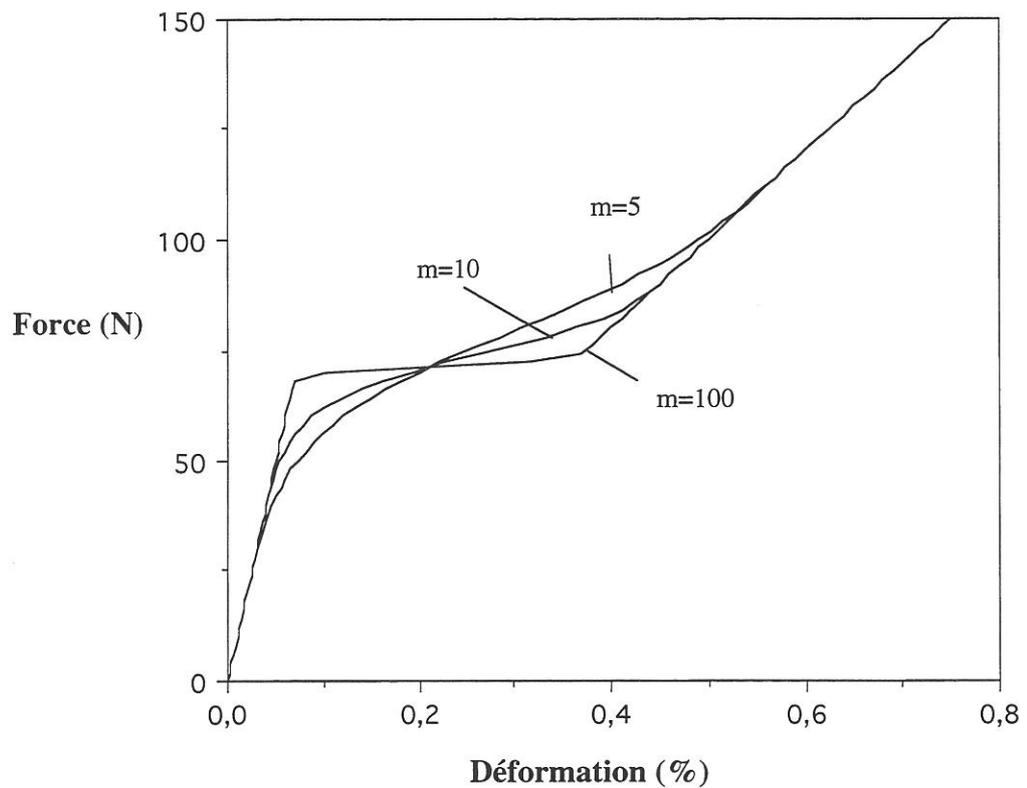
**Figure II.4 : Taux de fissures créées dans la matrice en fonction de la contrainte appliquée à la matrice**



**Figure II.5 : Nombre de fissures créées en fonction de la contrainte appliquée à la matrice**



**Figure II.6 : Taux de création de fissures matricielles en fonction de la charge appliquée pour diverses valeurs du module de Weibull.**



**Figure II.7 : Courbes de comportement en fonction de la dispersion des contraintes à rupture de la matrice**

### II.7.2.2 - Influence des propriétés thermoélastiques

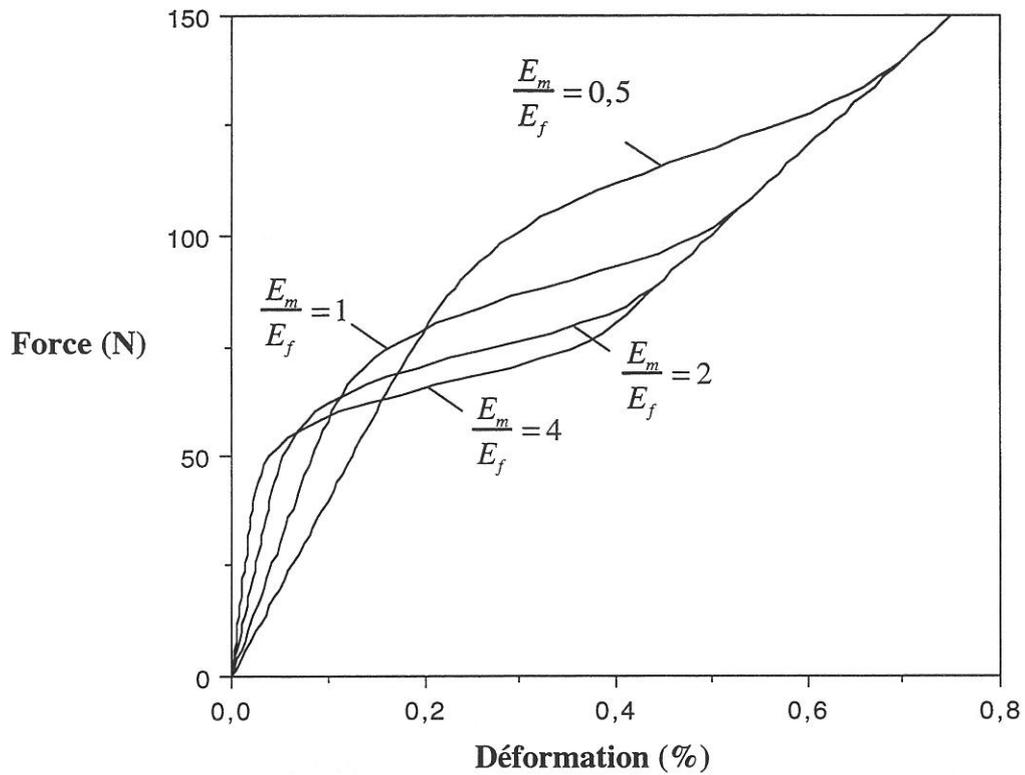
La figure II.8 montre que le **comportement mécanique des minicomposites dépend de la valeur relative des modules d'Young de la matrice et de la fibre**. La valeur du rapport  $E_m/E_f$  influence le module initial du minicomposite, et la fissuration de la matrice. En effet, à charge donnée, plus le module d'Young de la matrice est faible par rapport à un module de fibre donné ( $E_m/E_f$  décroît), plus le partage de la charge s'effectue au détriment des fibres. Il en résulte que la contrainte dans la matrice est plus faible. Ainsi la fissuration, responsable de la non linéarité, est déplacée vers un domaine de charges plus élevées (fig. II.8).

La figure II.9 montre l'influence des coefficients de dilatation  $\alpha_m$  et  $\alpha_f$ . La température d'élaboration et la différence entre les coefficients de dilatation déterminent le terme  $M_0$ , associé aux contraintes d'origine thermique. Si  $\alpha_m \geq \alpha_f$  alors  $M_0 \geq 0$  et la matrice est en tension à charge nulle. Dans ce cas, la fissuration est précoce. La courbe de comportement est alors globalement déplacée vers les faibles charges. En revanche, si  $\alpha_m \leq \alpha_f$ , la fissuration est retardée. La courbe de comportement est déplacée vers les fortes charges (fig. II.9).

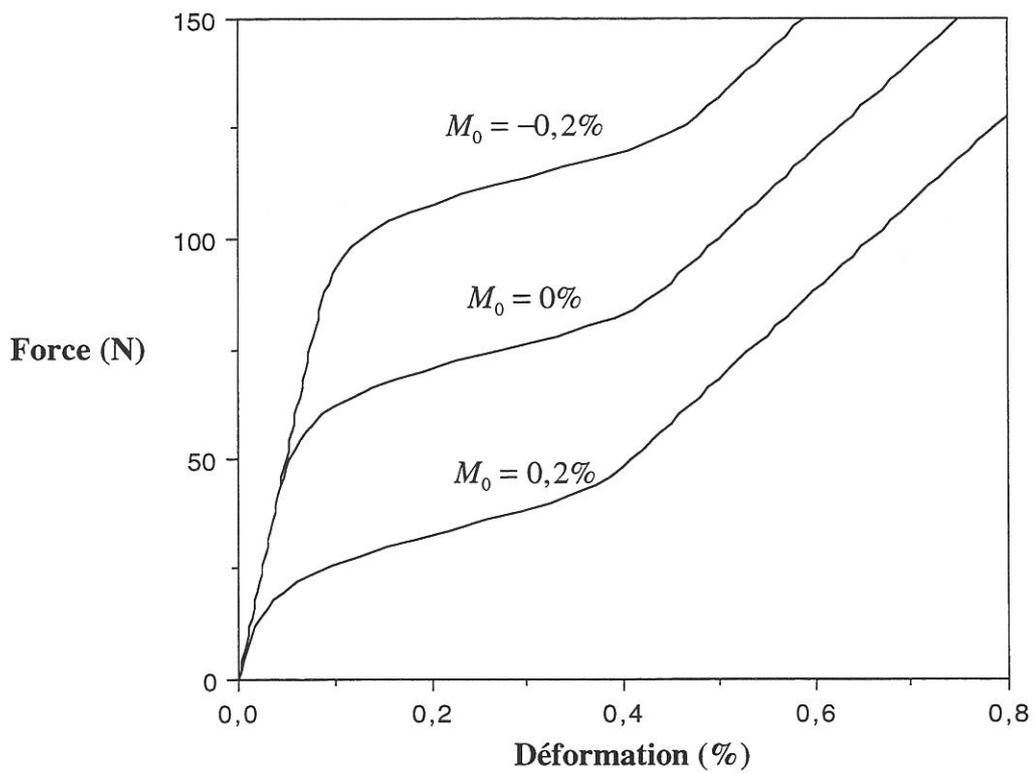
### II.7.2.3 - Influence du transfert de charge fibres-matrice

Le **transfert de charge** fibres-matrice est lié principalement, d'une part, à la **nature du matériau d'interphase**, d'autre part, à la **composante radiale des contraintes résiduelles d'origine thermique** dans l'interphase. Cette dernière est déterminée par la différence de dilatation radiale entre fibres et matrice et par l'effet Poisson. Le transfert de charge influence directement la qualité du rechargement de la matrice le long de la décohésion. Quantitativement, le fretage influence donc les deux paramètres suivants : la longueur ineffective et le pas de fissuration à saturation ( $l^*$ ) (et donc le rapport  $l/l^*$ ).

Le **pas de fissuration à saturation dépend de la capacité de l'interphase à dissiper l'énergie libérée lors de l'apparition de la fissure dans la matrice**. En effet, pour une **interphase faible** (faible énergie de création de surface), la **décohésion se propage sur un domaine étendu, impliquant un pas de fissuration élevé**. Cet effet est nuancé par les phénomènes de frottement fibres-matrice, qui peuvent réduire la longueur de décohésion. Enfin, pour un frottement fibres-



**Figure II.8 : Influence du rapport des rigidités entre la matrice et la fibre sur le comportement mécanique en traction des minicomposites**



**Figure II.9 : Influence de la différence des coefficients de dilatation sur le comportement mécanique des minicomposites**

matrice important, la matrice est rechargée sur une courte distance de la fissure matricielle (indépendamment de la longueur de décohesion). Ainsi une nouvelle fissure peut apparaître dans un domaine proche de cette première fissure.

Le rapport  $l/l^*$  caractérise le frottement interfacial. Plus le frottement est élevé, plus le rapport  $l/l^*$  est faible.

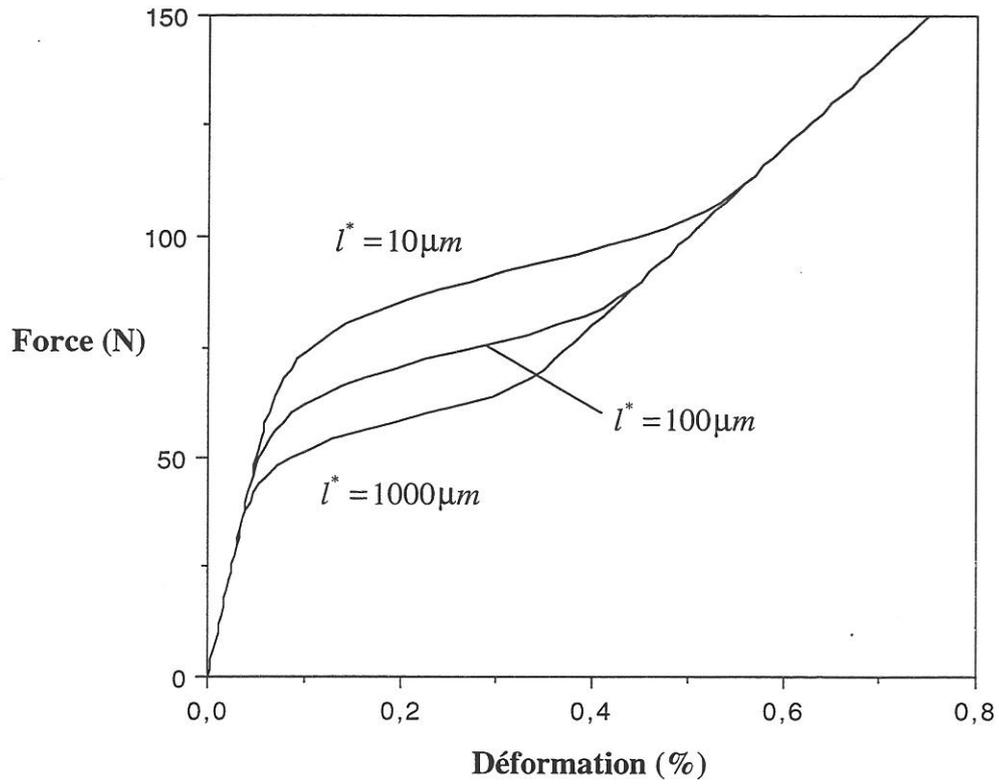
Les figures II.10 et II.11 rendent compte du rôle essentiel de la qualité du transfert de charge fibres-matrice sur le comportement.

Lorsque le pas de fissuration à saturation est faible, la longueur ineffective est faible, elle l'est d'autant plus que le rapport  $l/l^*$  est faible. Pour une longueur ineffective faible, les premières fissures affectent peu la complaisance du minicomposite et l'écart à la linéarité est faible. Ainsi le domaine linéaire initial semble plus étendu. En revanche, lorsque la longueur ineffective est élevée, la perte de linéarité est sensible dès les premières fissures.

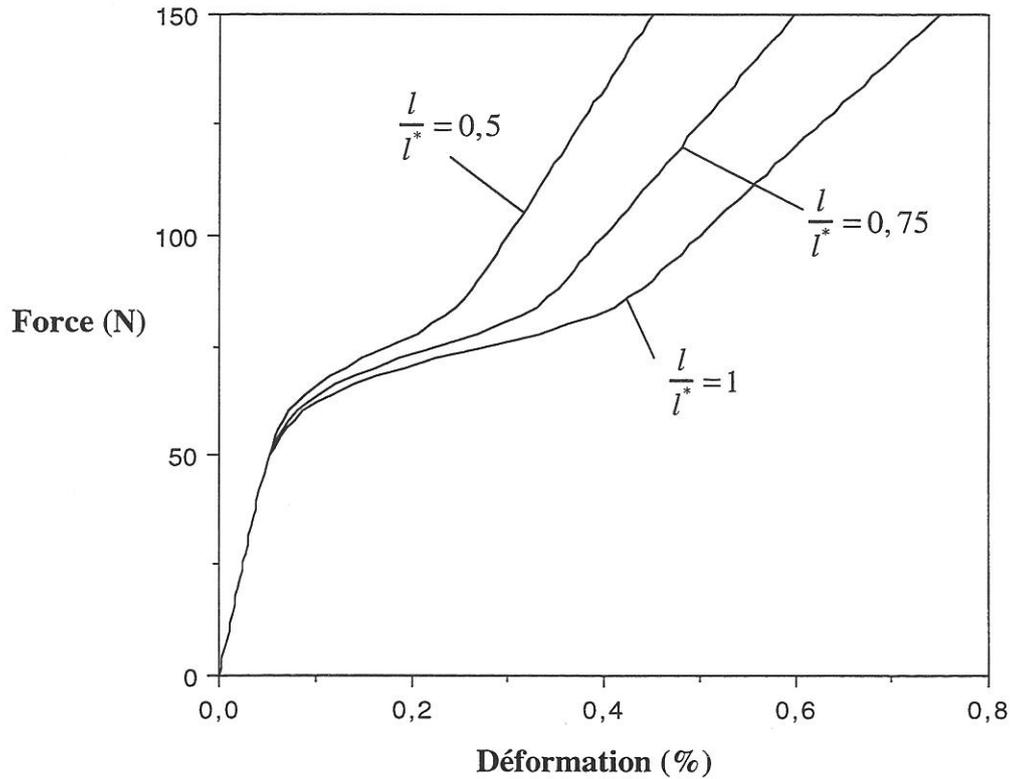
**La saturation intervient pour des forces d'autant plus faibles que la distance interfissures est élevée** (fig. II.5 et II.10). En effet, moins de fissures sont nécessaires pour atteindre une décohesion complète. Lorsque l'on considère que  $l/l^*=1$ , la fissuration libère les fibres sur toute leur longueur ; on tend vers le comportement du matériau sans matrice. En revanche, pour  $l/l^* \leq 1$  (cas réaliste), une partie de la matrice continue de supporter une partie des efforts appliqués. Ainsi pour un nombre de fissure identique, la libération partielle des fibres augmente la raideur, et, en présence de contraintes résiduelles d'origine thermique, l'allongement résiduel est plus faible. Il en résulte que la saturation en fissure s'effectue pour un allongement plus faible et que la raideur après saturation est plus élevée que lorsque  $l/l^* = 1$ .

#### II.7.2.4 - Influence de la section de matrice

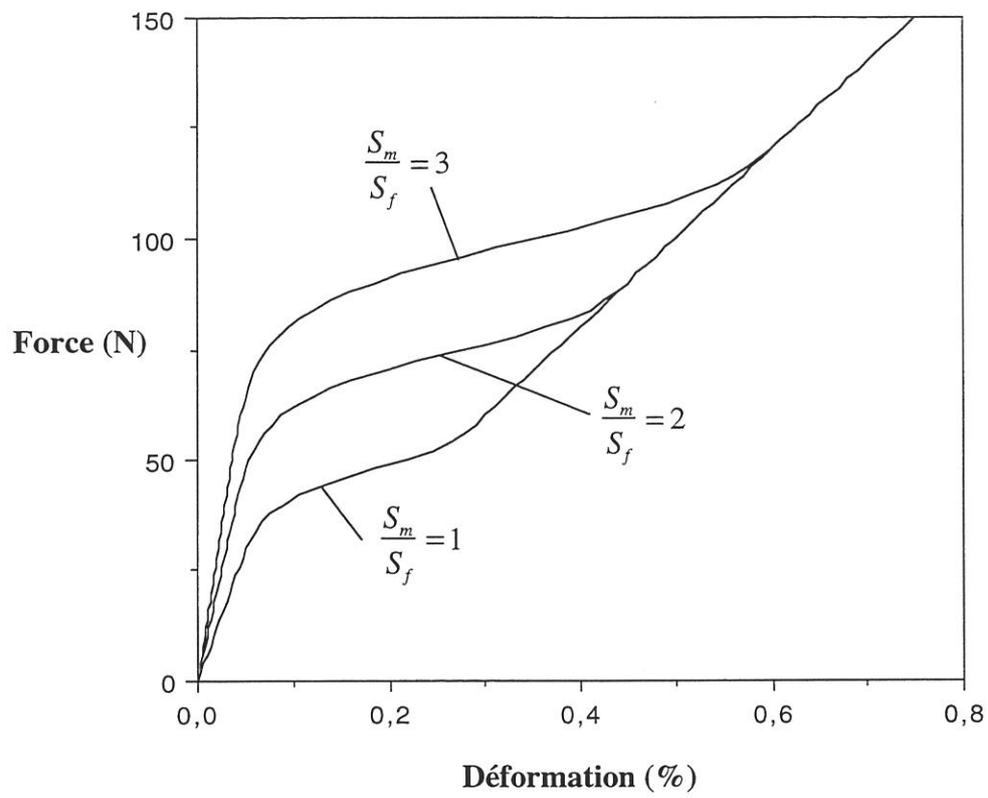
La figure II.12 montre l'influence de la section de matrice sur le comportement mécanique en traction. La figure II.12 indique que la limite de linéarité se trouve déplacée vers des charges plus faibles lorsque la section de matrice diminue (par rapport à une section de fibre donnée, et supposée constante). La courbe ayant été calculée toutes choses égales par ailleurs, cet effet s'explique par le partage des efforts entre les fibres et la matrice. En effet, à charge donnée, plus la section de matrice est faible par rapport à celle des fibres, plus la contrainte matricielle est élevée. Cet effet a été observé sur les courbes de comportement de minicomposites SiC/SiC, mesurées en traction par N. Lissart [1] pour différents taux de matrice (fig. I.34).



**Figure II.10 : Influence de la qualité de l'interphase (via le pas de fissuration à saturation  $l^*$ ) sur la courbe de comportement en traction des minicomposites**



**Figure II.11 : Influence du rapport longueur ineffective - pas de fissuration ( $l/l^*$ ) sur la courbe de comportement en traction des minicomposites**



**Figure II.12 : Influence de la section relative de matrice sur la courbe de comportement en traction des minicomposites**

En outre, le domaine non linéaire, correspondant à la multifissuration de la matrice, est d'autant plus étendu que la section de matrice est élevée.

### II.7.2.5 - Influence de la rupture des fibres au droit des fissures matricielles

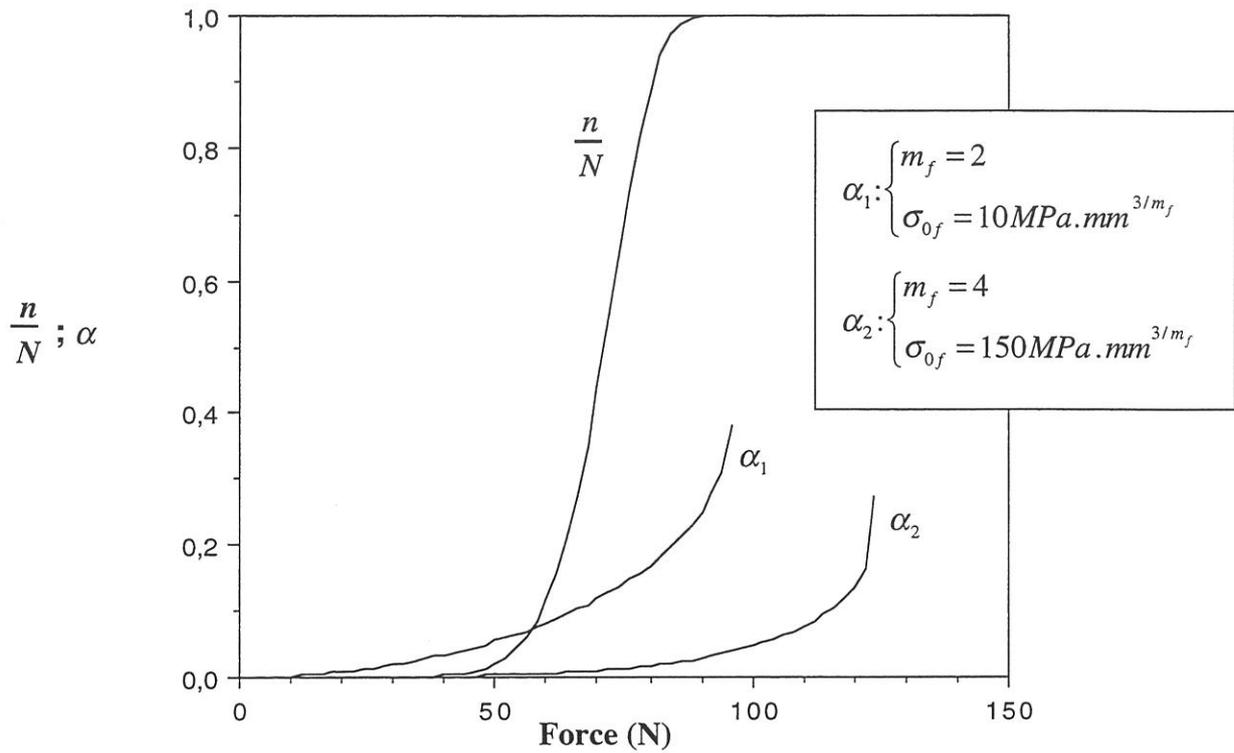
Dans cette partie, on considère qu'au droit de chaque fissure un certain nombre de fibres se sont rompues. Leur nombre est déterminé pour un nombre initial de fibres de 500 et en considérant que les paramètres statistiques relatifs à la rupture des fibres sont :  $m_f = 4$  ;  $\sigma_{0f} = 150 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{3/m}$  et  $m_f = 2$  ;  $\sigma_{0f} = 10 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{3/m}$  (fig. II.13). Les couples de paramètres sont déterminés de telle sorte que la contrainte moyenne de rupture des fibres reste constante, soit :

$$\sigma_{0f} \cdot \Gamma(1 + 1/m_f) \cdot (s_f \cdot l)^{-1/m_f} = \bar{\sigma}_{fR} = cte \quad (\text{II.67})$$

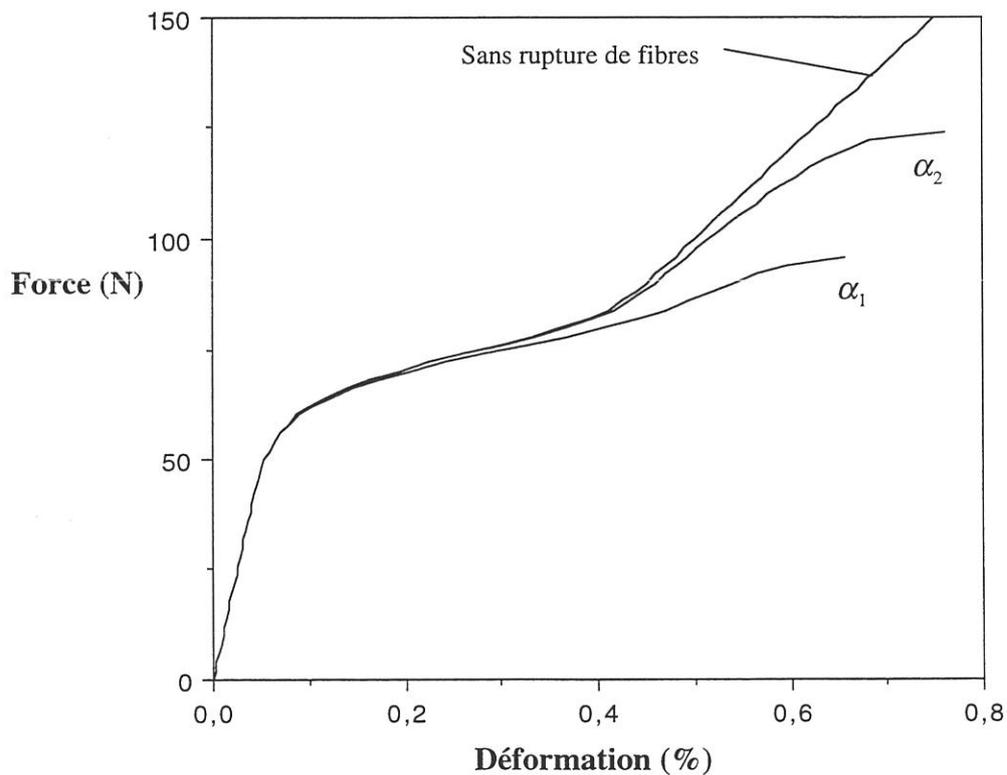
Ainsi la courbe référencée  $\alpha_1$  diffère de la courbe référencée  $\alpha_2$  uniquement par la dispersion des contraintes à rupture des fibres, qui est plus importante dans le cas 1 que dans le cas 2. La figure II.13 montre que la valeur de  $m_f$  affecte notablement l'évolution du taux de fibres rompues. En effet, plus  $m_f$  est petit, plus la valeur de  $\alpha$  est élevée à charge donnée.

La figure II.14 montre que, lorsque le phénomène de rupture individuel de fibres n'est pas pris en compte (courbe référencée 3 correspondant à une dispersion nulle des contraintes à rupture des fibres), le comportement après saturation de la fissuration matricielle est linéaire. En revanche, la prise en compte d'un taux de fibres rompues au droit des fissures affecte la raideur du matériau. Il présente alors un comportement non linéaire. Ce phénomène est d'autant plus accentué que la dispersion des contraintes à rupture des fibres est importante (fig. II.14).

Les figures II.13 et II.14 montrent, de plus, que l'utilisation des courbes de traction pour déterminer les paramètres caractéristiques de la fissuration n'est possible que lorsque les phénomènes peuvent être déconvolués. Ainsi pour le cas 2, le phénomène de rupture de fibres intervient après celui de fissuration. La saturation est alors visible sur la courbe de comportement. En revanche, dans le cas 1, les deux phénomènes se juxtaposent, la courbe de comportement ne permet alors pas de les séparer. Il est remarquable d'observer que le comportement référencé 2 dans la figure II.14 est tout à fait proche des mesures de N. Lissart [1].



**Figure II.13 : Evolution des paramètres d'endommagement (taux de fissures créées, taux de fibres rompues) au cours de la traction de minicomposites**



**Figure II.14: Influence du taux de ruptures individuelles de fibres au droit des fissures matricielles sur la courbe de comportement en traction de minicomposites**

### II.7.3 - Traction en température

#### II.7.3.1 - Matériau non endommagé à température ambiante ( $n/N = 0$ )

L'effet de la température est d'autant plus important que la différence entre les coefficients de dilatation est élevée.

Si  $\alpha_m = \alpha_f$ , alors  $M_0 = 0$  la courbe de comportement en température reste identique à celle obtenue à température ambiante (dans la mesure où le frottement fibres-matrice n'est pas modifié).

Si  $\alpha_m \leq \alpha_f$ , soit  $M_0 \leq 0$  à température ambiante, la contrainte dans la matrice diminue avec la température. L'équation (II.48) montre que, lorsque la température augmente, la courbe de comportement se déplace vers les charges faibles (limite de linéarité et saturation interviennent pour des charges de plus en plus faibles). L'évolution est inverse pour  $\alpha_m \geq \alpha_f$  : lorsque l'on augmente la température, la courbe de comportement se déplace vers les charges élevées.

L'influence de la température est toutefois nuancée par le frottement fibres-matrice qui va évoluer avec la température, modifiant la valeur du pas de fissuration à saturation et du rapport  $l/l^*$ .

#### II.7.3.2 - Matériau totalement endommagé à température ambiante ( $n/N = 1$ )

Si  $\alpha_m \leq \alpha_f$ , alors les fissures sont fermées pour  $T \leq T^*$  et  $F \leq F^*$  ( $u_i(T, F) \leq 0$ ). Dans ce domaine, le matériau est équivalent à un matériau non fissuré (le paramètre d'endommagement apparent = 0). La raideur est donnée par l'expression (II.52).

Pour  $F \geq F^*$  ou pour  $T \geq T^*$ , les fissures sont ouvertes et la raideur est donnée par l'équation :

$$C = \frac{1 + a \cdot \beta}{1 + a} \cdot C_f \quad (\text{II.68})$$

$$\text{avec } \beta = \gamma = \frac{l}{l^*}(T) \quad (\text{II.69})$$

Si  $\alpha_m \geq \alpha_f$ , alors les fissures sont fermées pour  $T \geq T^*$  et  $F \leq F^*$ . Le comportement du matériau est alors équivalent à celui d'un matériau non fissuré (équation (II.52)).

Pour  $F \geq F^*$  ou pour  $T \leq T^*$ , les fissures sont ouvertes et la raideur est donnée par l'équation (II.68).

### II.7.3.3 - Matériau partiellement endommagé à température ambiante

$F_M$  désigne la charge maximale préalablement appliquée au minicomposite à température ambiante. A cette force correspond une valeur de contrainte dans la matrice et une valeur de  $n/N$ . Lorsque l'on augmente la température, la contrainte matricielle est modifiée. Soit  $F'$  la charge à appliquer au matériau pour que cette contrainte matricielle à la température  $T$  soit égale à la contrainte maximale à température ambiante,  $F'$  est déduite de l'équation (II.43) :

$$\sigma_m(F', T) = \sigma_m(F_M, T_0) \quad (\text{II.70})$$

$$\text{soit } F' = F_M + \frac{M_2(T)}{C_f} \quad (\text{II.71})$$

Si  $\alpha_m \leq \alpha_f$ , alors  $F'$  diminue avec la température. Il existe une température  $T'$  telle que  $F' = 0$ .  $T'$  est donnée par :

$$M_2(T') = C_f \cdot F_M \quad (\text{II.72})$$

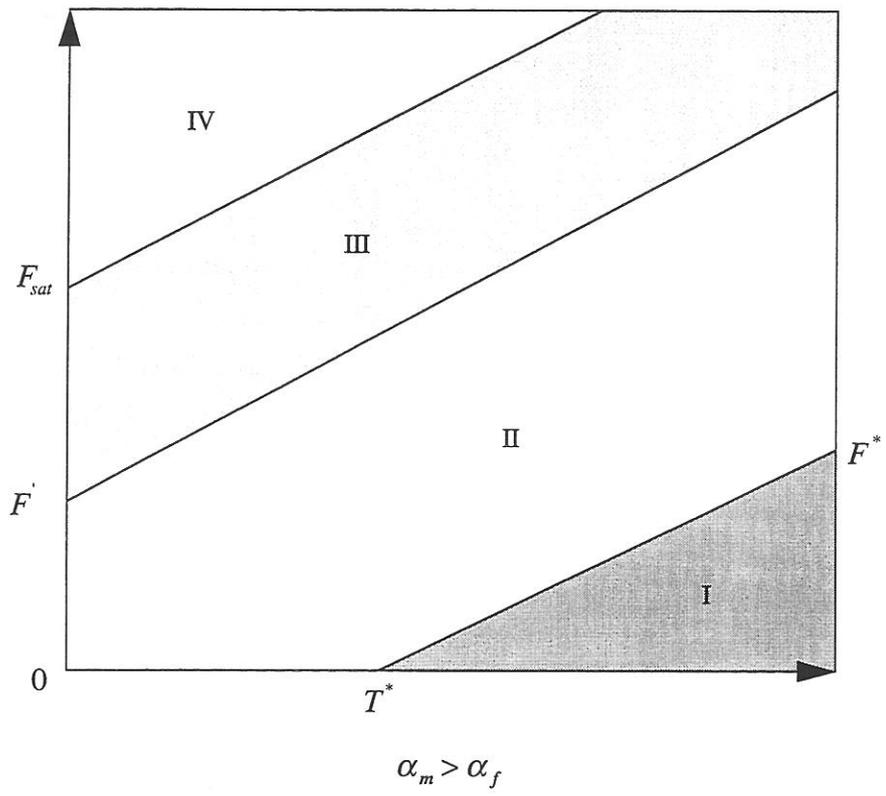
La figure II.15 permet de définir les domaines où les fissures sont fermées ou ouvertes, et les domaines où l'endommagement reprend :

Dans les **domaines I** les fissures sont fermées, le matériau est équivalent à un matériau non fissuré (équation (II.52)).

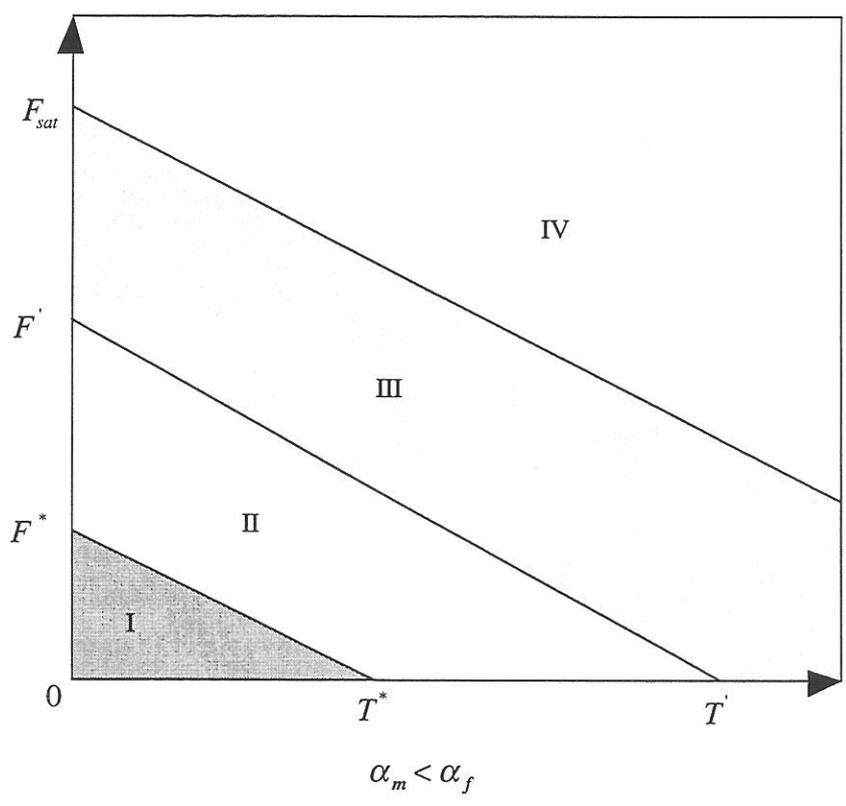
Dans les **domaines II**, les fissures sont ouvertes mais la contrainte dans la matrice est trop faible pour la reprise de l'endommagement. La courbe est alors linéaire avec une raideur donnée par l'équation (II.68) avec :

$$\beta = \beta_1 = \frac{n}{N}(F_M, T_0) \cdot \gamma(T) \quad (\text{II.73})$$

Dans les **domaines III**, l'endommagement reprend, la courbe de comportement est non linéaire, la raideur évolue en fonction de la charge. A charge donnée, la raideur est donnée par l'équation (II.68) avec  $\beta$  évoluant de  $\beta_1$  vers  $\gamma$ . L'évolution



- I Fissures fermées ;
- II Fissures ouvertes avant reprise de la fissuration ;
- III Reprise de la fissuration ;
- IV Matériau saturé en fissures.



**Figure II.15 : Définition des domaines de charge et de température correspondant à l'état du matériau.**

de  $\beta$  est alors essentiellement conditionnée par le nombre de fissures créées déterminé par les équations (II.7) et (II.43).

Dans les **domaines IV**, les fissures sont ouvertes et la saturation est atteinte. La raideur est donnée par l'équation (II.68) avec  $\beta = \gamma$ .

Ainsi, en prenant les mêmes caractéristiques nominales que précédemment, avec  $\alpha_m = 5.10^{-6} \text{C}^{-1}$  et  $\alpha_f = 1.10^{-6} \text{C}^{-1}$ . Pour  $M_0 = 0,2 \%$  on a  $T^* = 500^\circ\text{C}$ . En supposant que  $l/l^* = 1$  et que la traction à température ambiante a créé un endommagement tel que  $\beta = 0,5$ , alors la courbe de comportement pour une température de  $1000^\circ\text{C}$  (supérieure à  $T^*$ ) est donnée à la figure II.16.

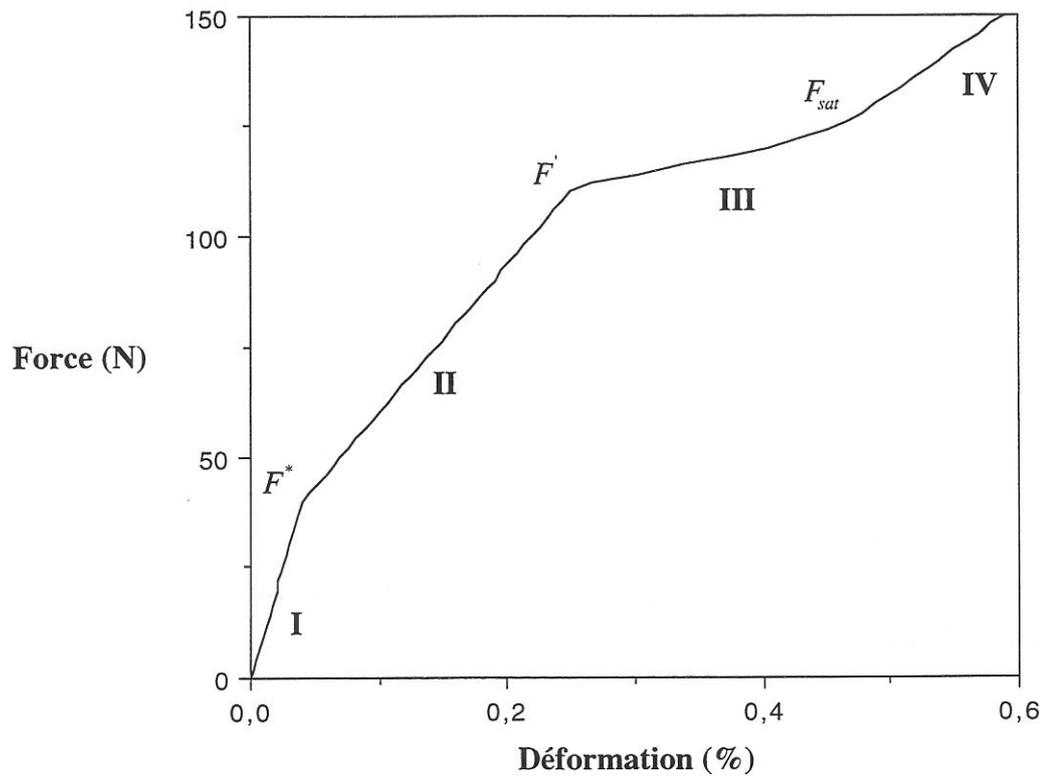
L'influence de la température sur le transfert de charge fibres-matrice n'a pas été prise en compte par mesure de simplification. Néanmoins son rôle est important sur l'allure de la courbe de comportement. Ainsi, si le frettage augmente avec la température, la matrice est rechargée sur une distance de plus en plus courte, il est alors possible de fissurer de nouveau un matériau qui, à température ambiante, était saturé en fissures. De même, si le frettage diminue avec la température, la reprise de l'endommagement peut être retardée d'autant.

#### II.7.4 - Dilatation

En prenant les mêmes caractéristiques nominales que précédemment, l'allure des courbes de dilatation est donnée à la figure II.17.

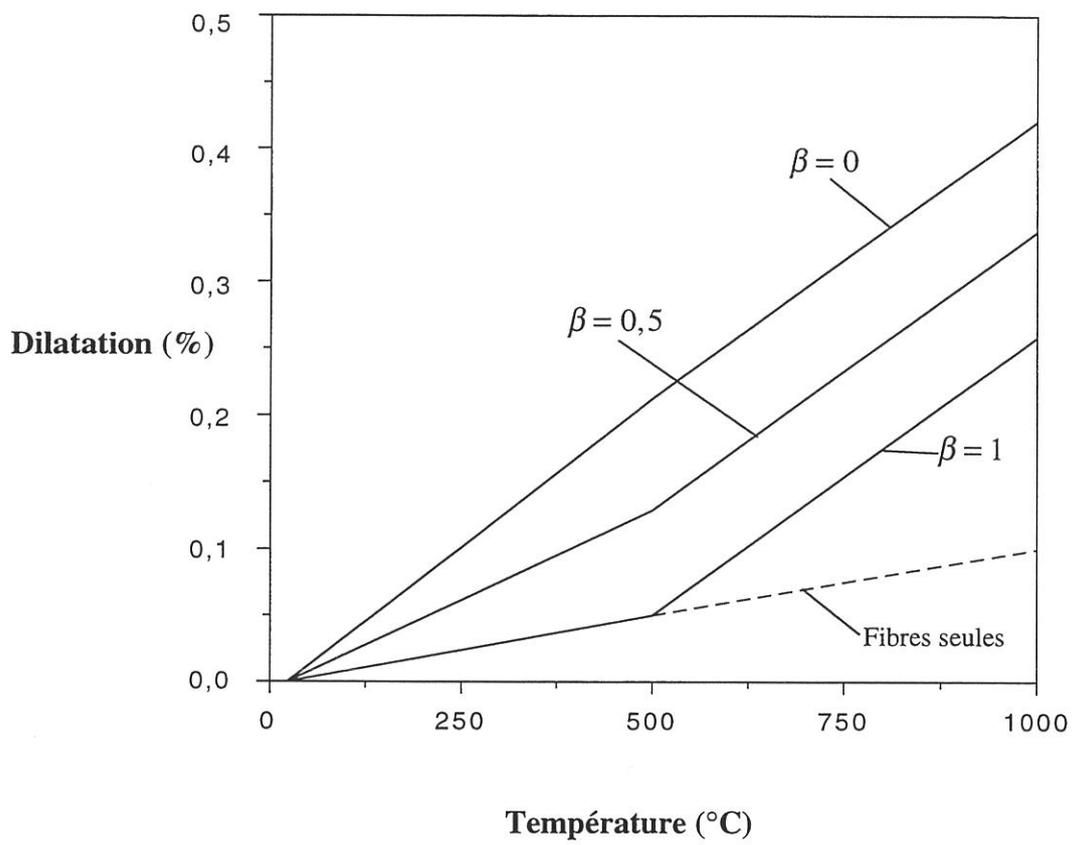
### II.8 - Discussion : Relation longueur ineffective - cisaillement interfacial

La relation entre le cisaillement interfacial  $\tau$  et le pas de fissuration à saturation  $l^*$  a déjà été étudiée au chapitre I. En revanche, l'influence du cisaillement interfacial sur le terme  $\gamma = l/l^*$  est beaucoup moins évidente. Une étude (annexe 2) a été menée à partir de l'équivalence sur l'ouverture des fissures déterminée théoriquement suivant les hypothèses adoptées. La figure II.18 montre les profils de contrainte dans les fibres et dans la matrice pour les deux configurations (transfert de charge nul sur la longueur ineffective et transfert de charge grâce à un cisaillement constant). Ces profils permettent de déterminer l'ouverture des fissures à partir de la différence d'allongement entre les fibres et la matrice. La notion de glissement interfacial implique l'existence d'une

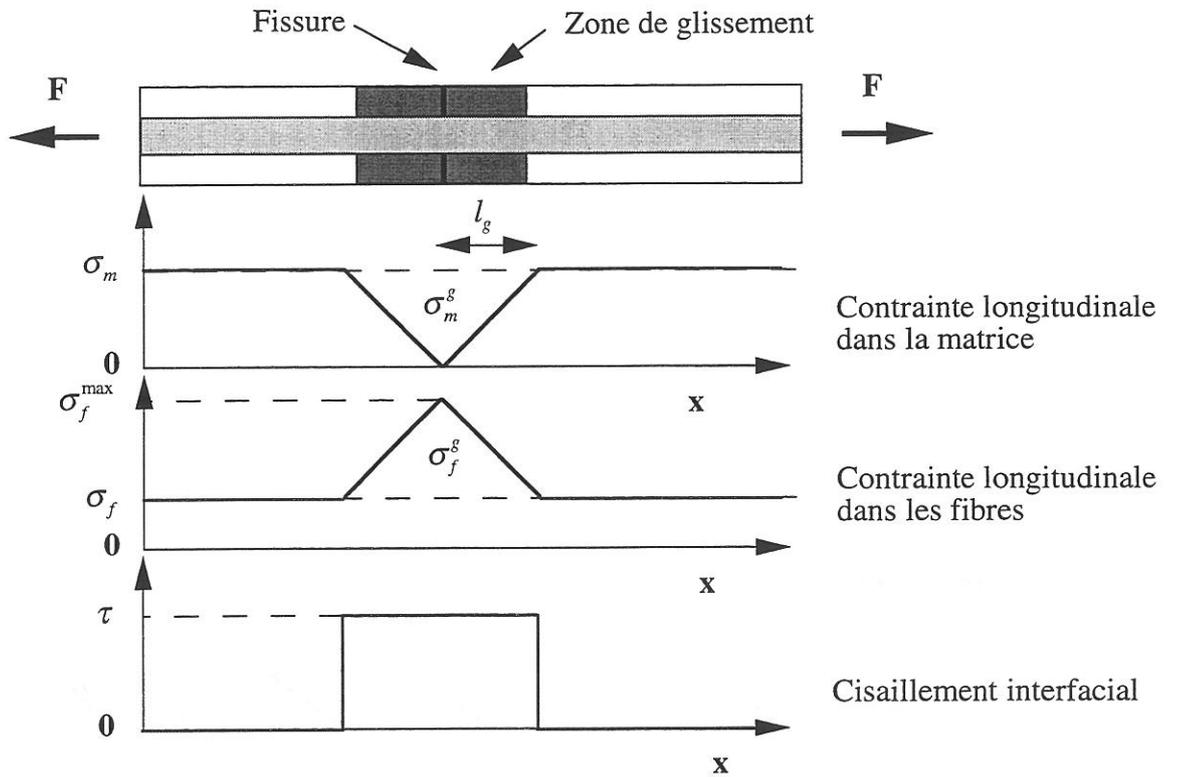


- I Fissures fermées
- II Fissures ouvertes avant reprise de l'endommagement
- III Reprise de l'endommagement
- IV Matériau saturé en fissures

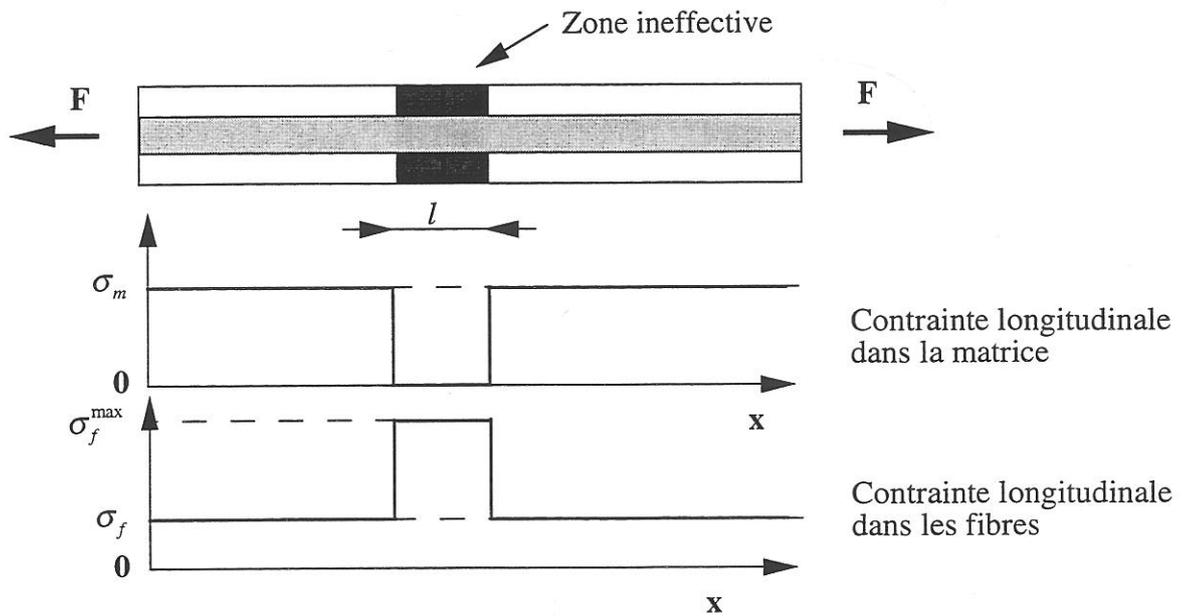
**Figure II.16 : Exemple de courbe de comportement en traction à haute température pour un minicomposite préalablement endommagé à température ambiante. Les différents domaines de la figure II.15 sont indiqués.**



**Figure II.17 : Dilatation d'un minicomposite en fonction de l'endommagement initial.**



Profils de contrainte dans l'hypothèse d'un cisaillement interfacial, notion de longueur de glissement



Profils de contrainte dans l'hypothèse d'un transfert de charge nul, notion de longueur ineffective

Figure II.18 : Profils des contraintes suivant les hypothèses adoptées

longueur de glissement  $l_g$  sur laquelle le rechargement de la matrice s'effectue, pour atteindre la contrainte matricielle nominale des zones non endommagées. Au cours de la traction, et avant saturation, la longueur de glissement augmente avec la charge appliquée, suivant le relation :

$$l_g = \frac{S_m \cdot \sigma_m}{p \cdot \tau} \quad (\text{II.74})$$

$\sigma_m$  est donné par l'équation (II.43)

Il existe une force pour laquelle les zones de glissement de deux fissures voisines sont jointives. Le matériau est alors localement saturé en fissures (aucune nouvelle fissure ne peut être créée). A ce stade, la longueur de glissement est égale à la moitié du pas de fissuration  $l_g = 0,5.l^*$ .

La valeur de charge pour laquelle le matériau a atteint la saturation est donnée par :

$$F_{sat} = \frac{1}{2} \cdot \frac{1+a}{a} \cdot p \cdot l^* \cdot \tau - \frac{M_0}{C_f} \quad (\text{II.75})$$

### II.8.1 - Matériau localement non saturé $F \leq F_{sat}$

Lorsque la saturation n'a pas été atteinte,  $l_g \leq 0,5.l^*$ , les zones de glissement ne sont pas jointives. L'ouverture de la fissure est déterminée à partir des différences d'allongement entre les fibres et la matrice sur la zone de glissement, on obtient :

$$u = l_g \cdot (C_f \cdot F + M_0) \quad (\text{II.76})$$

Par identification avec l'équation (II.25), il apparaît que la longueur ineffective est égale à  $l_g$ , Soit :

$$\gamma = \frac{l}{l^*} = \frac{a}{1+a} \cdot \frac{C_f \cdot F + M_0}{C_f \cdot p \cdot l^* \cdot \tau} \quad (\text{II.77})$$

II.8.2 - Matériau localement saturé  $F \geq F_{\text{sat}}$ 

Lorsque la saturation a été atteinte,  $l_g = 0,5.l^*$ , les zones de glissement des fissures voisines ont atteint la zone de glissement de la fissure. L'ouverture de la fissure à la force  $F$  est donnée par l'équation suivante :

$$u = l^* \cdot \left( C_f \cdot F + M_0 - \frac{1}{4} \cdot \frac{1+a}{a} \cdot C_f \cdot p \cdot l^* \cdot \tau \right) \quad (\text{II.78})$$

La comparaison avec l'équation (II.25) conduit à la relation suivante :

$$\gamma = \frac{l}{l^*} = 1 - \frac{1}{4} \cdot \frac{1+a}{a} \cdot \frac{C_f \cdot p \cdot l^* \cdot \tau}{C_f \cdot F + M_0} \quad (\text{II.79})$$

Le principal handicap de l'approche sous l'hypothèse de cisaillement interfacial constant réside dans la description du phénomène de multifissuration matricielle. En effet, les fissures apparaissent de manière aléatoire dans les zones non endommagées et pour des charges croissantes. Ainsi, des zones saturées et non saturées coexistent au cours de la fissuration. La saturation globale du composite est le résultat d'une compétition, au cours de la traction, entre la création de fissures et l'augmentation des longueurs de glissement.

Il est apparu que les deux approches aboutissent à la même expression analytique (équation (II.45)) reliant la longueur totale du minicomposite à la charge, à la température et à l'ouverture des fissures (annexe 1). Ainsi, l'équivalence sur l'ouverture des fissures implique une même loi de comportement.

Les équations (II.77) et (II.79) indiquent qu'au cours d'une traction, la valeur de  $\gamma$  augmente. La figure II.11 montre que l'influence de  $\gamma$  sur la courbe de comportement est prépondérante surtout après saturation. Au delà de la saturation,  $\gamma$  est compris entre 0,5 et 1 et varie faiblement. Aussi, une bonne approximation consiste à utiliser une valeur constante de  $\gamma$  qui sera d'autant plus proche de 1 que le cisaillement est faible (équation (II.79)).

Pour des sollicitations n'impliquant pas la création de nouvelles fissures (fatigue cyclique, changement de température), l'évolution de  $\gamma$  renseigne directement sur l'évolution du cisaillement interfacial. Par exemple au cours d'un essai de fatigue cyclique, la raideur du matériau ( $1/C$ ) va diminuer avec le nombre de cycles, indiquant

que  $\beta$  augmente (équation (II.51)). L'équation (II.77) ou (II.79) montre alors que le cisaillement interfacial diminue.

## II.9 - Conclusion

Un modèle du comportement thermomécanique de composites à matrice céramique unidirectionnels est proposé. Il tient compte de la dispersion de la contrainte à rupture de la matrice et de la différence entre les coefficients de dilatation entre fibre et matrice. La dispersion de la contrainte à rupture de la matrice conditionne le phénomène de multifissuration. La différence de coefficients de dilatation détermine les contraintes d'origine thermique dues à la température d'élaboration, et l'ouverture des fissures. En outre le phénomène de rupture de fibres au droit des fissures a été introduit.

Ce modèle simple permet de prévoir, en fonction de la charge et de la température, le nombre de fissures, l'ouverture des fissures, l'allongement, la raideur, l'allongement résiduel et la dilatation. Il prévoit des tendances dans le comportement mécanique en traction qui sont en accord avec les observations expérimentales disponibles sur les composites et les minicomposites.

Il nécessite la connaissance des modules d'Young, des sections, des coefficients de dilatation des différents constituants du composite et du pas de fissuration à saturation. Il faut, de plus, avoir accès aux paramètres statistiques permettant de caractériser la dispersion des contraintes à rupture de la matrice et des fibres. Une fois ces données acquises, il est nécessaire de connaître la valeur du rapport  $l/l^*$ , qui dépend essentiellement de la nature du transfert de charge des fibres vers la matrice au droit des fissures matricielles.

Aussi, à partir des courbes  $F(\epsilon)$  de comportement, et en utilisant ce modèle, il est possible de déterminer le paramètre d'endommagement  $\beta$ . Ce paramètre est égal au produit de  $n/N$  et de  $\gamma$ . La connaissance de  $n/N$  permet de déduire la valeur de  $\gamma$  et de caractériser ainsi la liaison fibres-matrice. Il est ainsi possible d'étudier la nature du transfert de charge au cours d'un essai de traction. Pour des sollicitations où le nombre de fissures est constant, l'évolution de  $\beta$  caractérise directement le transfert de charge, par exemple au cours d'un cycle de charge décharge, au cours d'un essai de fatigue cyclique ou statique...



*Chapitre III*

*MULTIFISSURATION DE LA MATRICE SiC*



### III - MULTIFISSURATION DE LA MATRICE SiC

#### III.1 - Introduction

A charge croissante, le nombre de fissures dans les minicomposites augmente. Ces fissures proviennent de défauts répartis dans la matrice. La répartition des défauts peut être décrite par une **approche statistique** : pour un volume donné, plus la contrainte est élevée plus la probabilité de rupture est élevée, de même pour une contrainte donnée, plus le volume est grand plus la probabilité de rencontrer un défaut de taille critique est élevée.

Dans le chapitre II, nous avons établi des expressions analytiques décrivant l'évolution du nombre de fissures dans la matrice en fonction des contraintes appliquées. Le présent chapitre propose de valider l'approche analytique liant la densité de fissure à la charge appliquée.

Le modèle est validé grâce à des essais de traction effectués sous microscope électronique à balayage sur des minicomposites C/SiC de la famille 3. Le modèle a ensuite été appliqué à d'autres composites (SiC/SiC et SiC/Alumine), pour décrire les phénomènes de multifissuration observés par différents auteurs [18] [29].

#### III.2 - Procédure expérimentale

Des essais de traction ont été effectués sur 4 minicomposites C/SiC de la famille 3. Les grandeurs thermoélastiques utilisées sont issues du tableau I.5. En général, la décohésion se situe à l'interface interphase - matrice, et les fibres sont liées entre elles par le pyrocarbone, ainsi la valeur de  $C_f$  correspond à la complaisance de l'ensemble (fibres + interphase) et dépend donc de la section de pyrocarbone :

$$C_f = (E_f \cdot S_f + E_i \cdot S_i)^{-1} \quad (\text{III.1})$$

Cette approche tient compte des contraintes d'origine thermique. La valeur de  $M_0$  intervenant dans les différentes expressions (notamment (II.35)) est intrinsèque au système et aux conditions d'élaboration. Théoriquement, pour le système C/C/SiC élaboré à 1000°C,  $M_0 = 0,33 \%$  (expression (II.18)). Cependant, les minicomposites sont élaborés sur un cadre dont le coefficient de dilatation est supérieur à celui des fibres. Il en

résulte que les **fibres sont en tension au moment de l'élaboration**. Cette tension implique une diminution de la valeur de  $M_0$  (expression (II.19)). Une étude a été effectuée (voir annexe 3) pour déterminer la relation existant entre les caractéristiques du cadre et la valeur de  $M_0$ . Après correction, on obtient  $M_0 = 0,25 \%$ . Cette valeur est confirmée par les différentes études effectuées au cours du présent travail (étude de l'ouverture des fissures, étude de la déformation résiduelle au cours d'un essai de traction à température ambiante, détermination de la température de fermeture des fissures).

L'évolution du nombre de fissures au cours d'un essai de traction a été étudiée grâce à une platine de traction installée dans la chambre d'un microscope électronique à balayage. Elle comprend notamment un capteur de force de capacité maximale 500 N pour une précision de 0,1 N. Tout les 2,5 N, on examine le minicomposite sur une longueur de 20 mm, pour déterminer le nombre de fissures, leur position et la distance séparant deux fissures voisines. La longueur observée est très supérieure au pas de fissuration après saturation (372 (56)  $\mu\text{m}$ ), de telle sorte que le nombre de fissures identifiées soit élevé (supérieur à 50).

### III.3 - Résultats

#### III.3.1 - Contrainte moyenne d'apparition d'une fissure en fonction du volume de matrice sollicité (méthode 1)

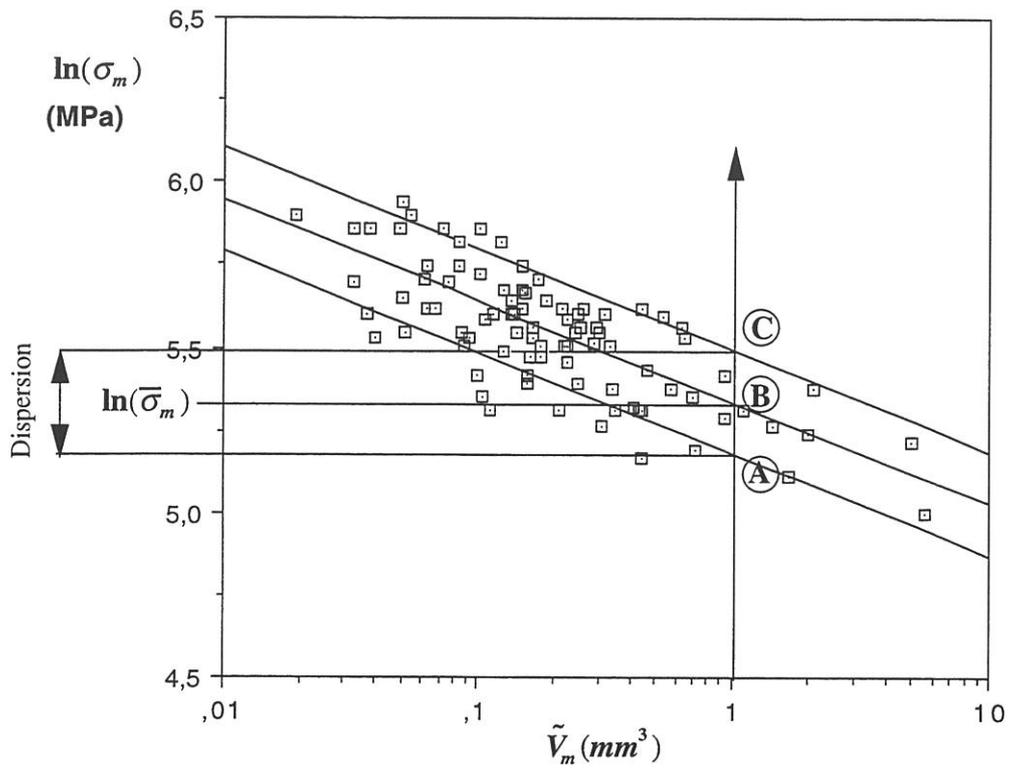
Chaque fissure identifiée est caractérisée par sa position, la force et la longueur du bloc dans lequel elle est apparue. Celle-ci est connue à  $\pm 10 \mu\text{m}$ .  $\tilde{V}_m$  représente le volume de matrice (en  $\text{mm}^3$ ) où se produit une nouvelle fissure :

$$\tilde{V}_m = S_m \cdot (D - l^*) \quad (\text{III.2})$$

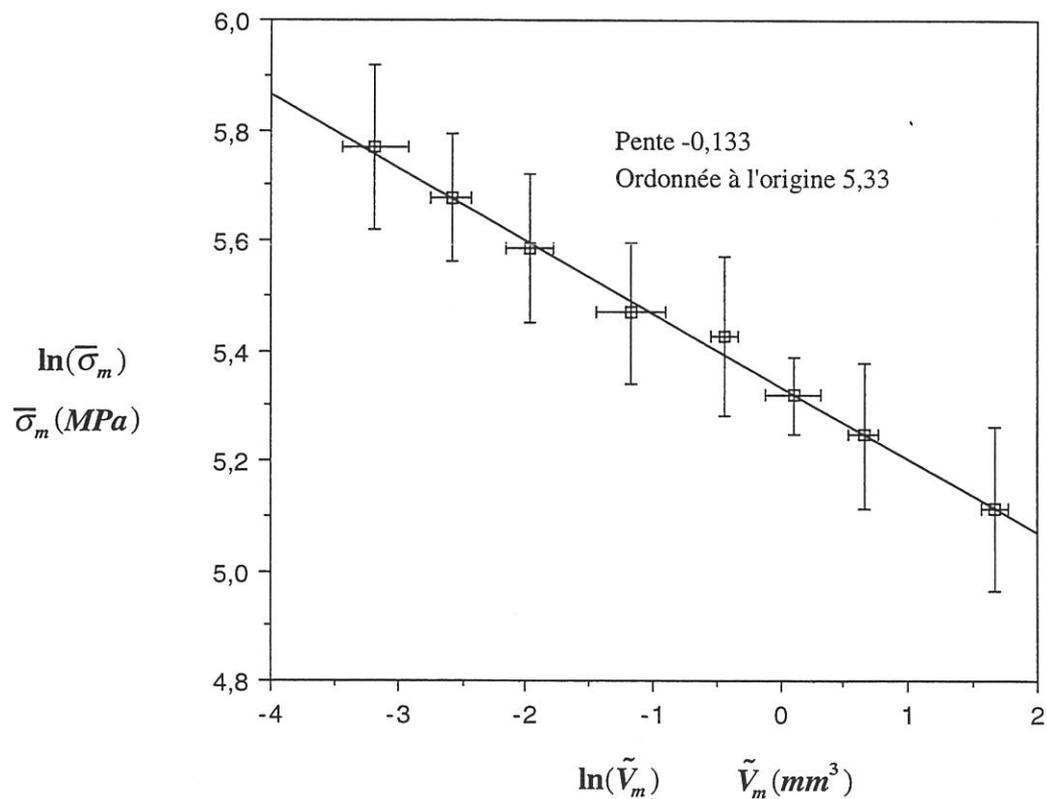
D la distance entre les deux fissures voisines, définissant le bloc.

Le diagramme représentant les contraintes de fissuration de la matrice en fonction du volume correspondant des fragments de matrice  $\tilde{V}_m$  (fig. III.1) montre deux choses : d'une part, l'évolution de la contrainte moyenne de rupture de la matrice en fonction du volume, et la dispersion autour de cette moyenne, caractérisée par le module de Weibull.

Soit  $\bar{\sigma}_m$  la contrainte moyenne d'apparition d'une fissure dans un bloc de matrice de volume  $\tilde{V}_m$ , la figure III.2 représente le diagramme  $\ln(\bar{\sigma}_m)$  en fonction de  $\ln(\tilde{V}_m)$ . On obtient (équation II.14), par régression linéaire,  $m_m = 7,5$  (0,5) et  $\sigma_{0m} = 221$  (15) MPa ( $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ ) (tableau III.1).



**Figure III.1 : Contraintes matricielles d'apparition des fissures dans la matrice en fonction du volume des fragments**



**Figure III.2 : Contraintes moyennes d'apparition des fissures en fonction du volume des blocs de matrice (méthode 1)**

### III.3.2 - Dispersion de la contrainte d'apparition d'une fissure pour un volume unitaire (méthode 2)

Pour caractériser la dispersion autour de chaque valeur moyenne, on normalise toutes les contraintes mesurées  $\sigma_m(\tilde{V}_m)$  à un volume de  $1 \text{ mm}^3$  grâce à la relation suivante:

$$\sigma_m(1\text{mm}^3) = \sigma_m(\tilde{V}_m) \cdot \left(\frac{\tilde{V}_m}{1}\right)^{1/m_m} \quad (\text{III.3})$$

$$\text{avec } m_m = 7,5$$

A chaque contrainte on attribue une probabilité liée à son rang  $i$ , (ordre croissant) grâce à l'estimateur suivant :

$$P = \frac{i - 0,5}{N} \quad (\text{III.4})$$

$N$  est le nombre total de données. Le rang  $i$  de chaque contrainte est obtenu par un classement par ordre croissant des valeurs de  $\sigma_m(1\text{mm}^3)$ .

On obtient ainsi la distribution des contraintes à rupture de la matrice SiC (fig. III.3). Par régression linéaire (figure III.4), on obtient les valeurs suivantes des paramètres statistiques :  $m_m = 8,5$  (0,2) et  $\sigma_{0m} = 216$  (5) MPa ( $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ ). Il y a lieu de noter que ces valeurs sont comparables aux valeurs obtenues précédemment, comme on pouvait s'y attendre. La différence faible que l'on observe entre les deux séries de paramètres statistiques doit être attribuée à l'incertitude introduite lors des calculs.

Ces résultats décrivent l'influence du volume de matrice sollicité sur la contrainte d'apparition d'une fissure. Il s'avère ainsi, que la statistique de Weibull s'applique lorsque le volume de matrice a décru de plusieurs ordres de grandeur (de  $10 \text{ mm}^3$  jusqu'à  $0,02 \text{ mm}^3$ ), et que la distance entre les fissures est faible ( $l^* \approx 400 \mu\text{m}$ ).

Le fait que le module de Weibull permette de décrire à la fois la dispersion de la contrainte d'apparition d'une fissure pour un volume fixé, mais aussi la dépendance de la contrainte moyenne vis à vis du volume sollicité, est une démonstration que la statistique de Weibull permet de décrire les effets d'échelle dans la matrice jusqu'à des volumes de l'ordre de  $0,02 \text{ mm}^3$ . Ce résultat est remarquable et mérite d'être souligné, car il n'est généralement pas vérifié, y compris pour les fibres [1]. Il indique que la **rupture de la**

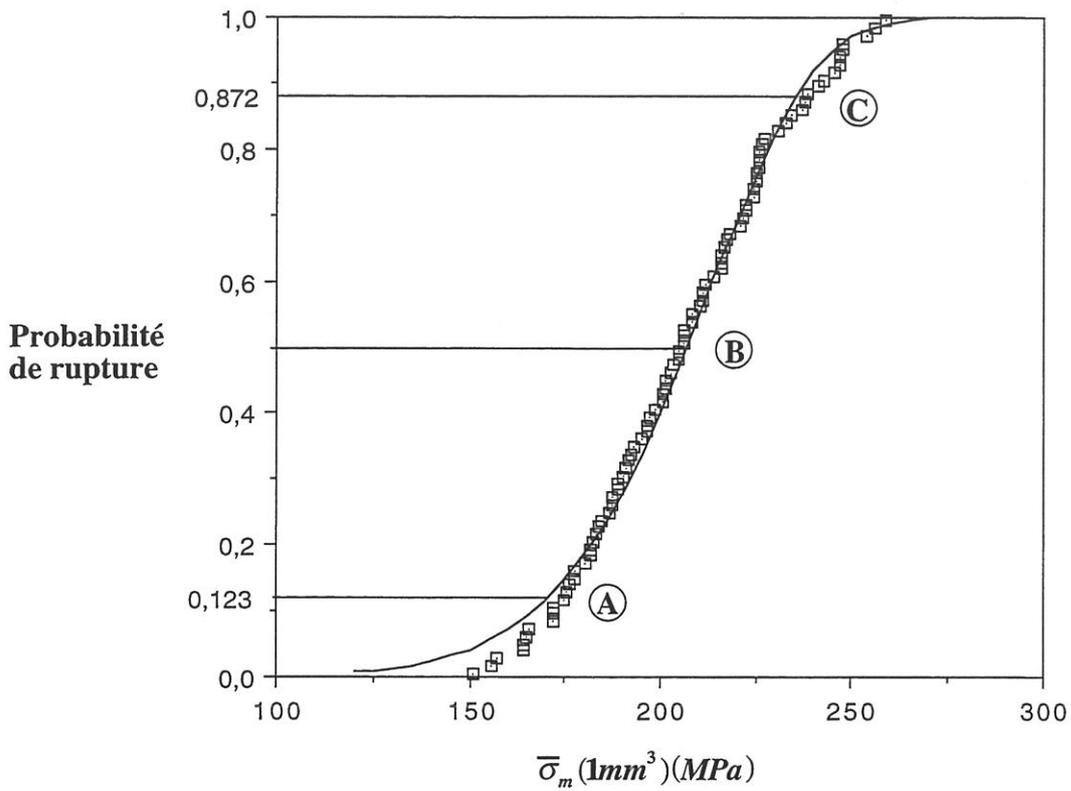


Figure III.3 : Distribution des contraintes de rupture de la matrice pour un volume de 1  $mm^3$

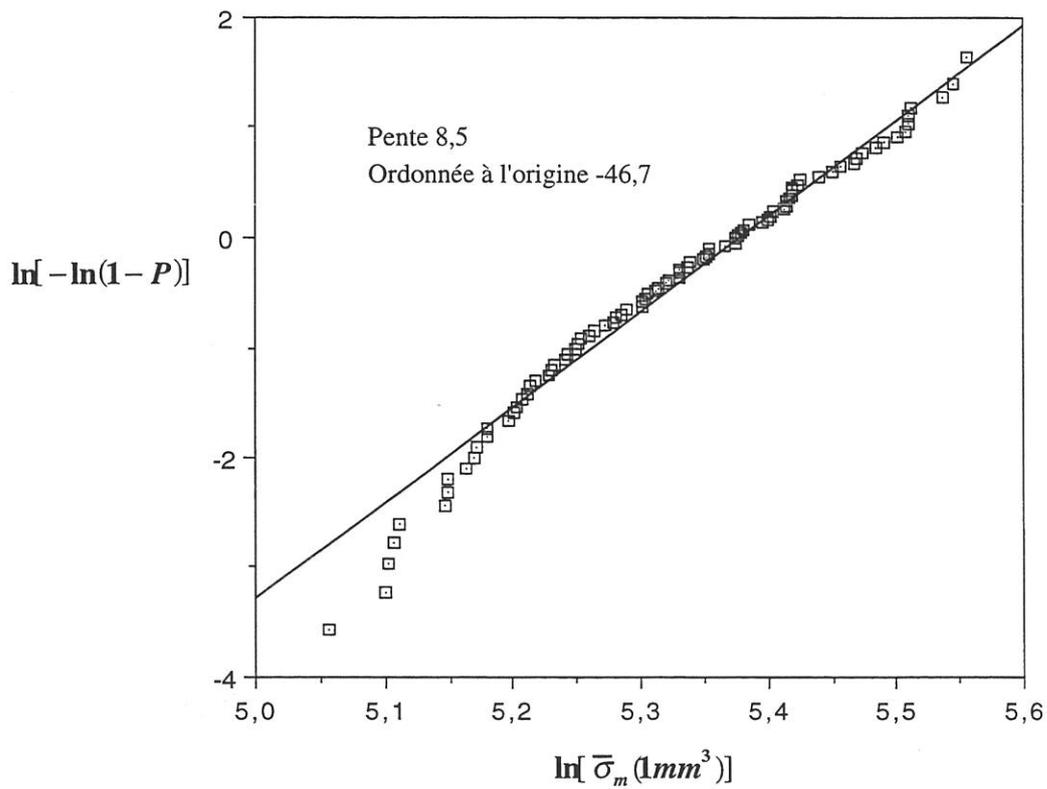


Figure III.4 : Distribution statistique des contraintes de rupture de la matrice pour un volume de 1  $mm^3$

matrice est dictée par une population de défaut unique, quelle que soit la taille du bloc de matrice, et donc que ces défauts ont une taille très faible, compte tenu que le volume le plus faible est  $0,02 \text{ mm}^3$ .

### III.3.3 - Nombre de fissures en fonction de la contrainte matricielle (méthode 3)

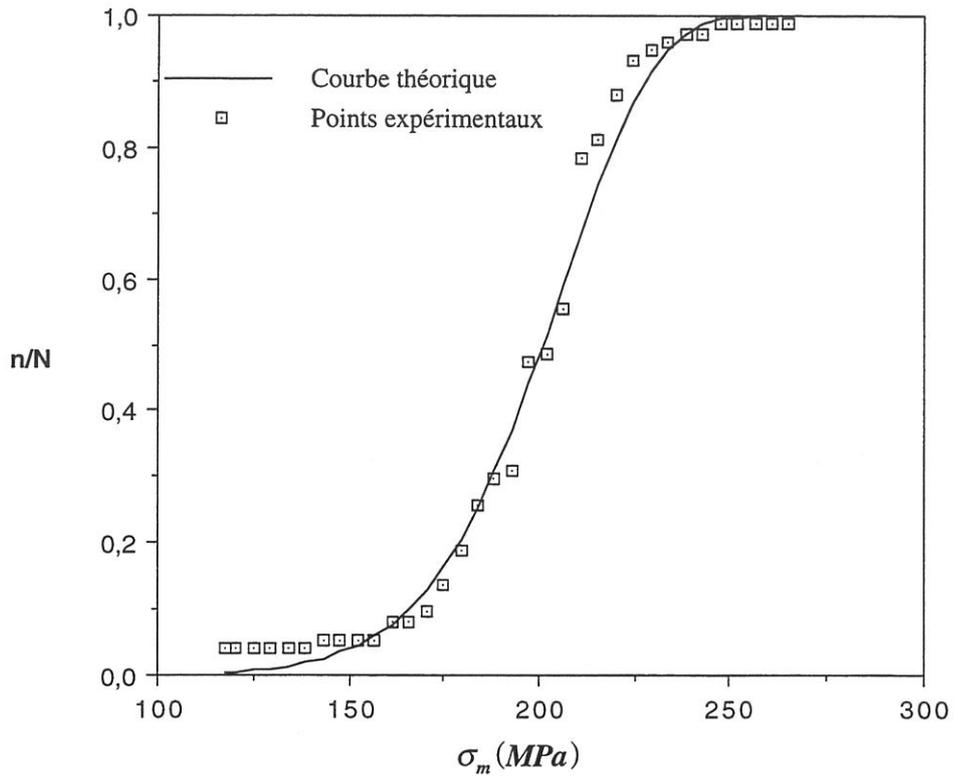
L'évolution du nombre de fissures en fonction de la contrainte dans la matrice  $\sigma_m(\tilde{V}_m)$  est représentée à la figure III.5. Les paramètres statistiques de la distribution des contraintes  $\sigma_m$  ont été déterminés par regression linéaire à l'aide du diagramme  $\ln[-\ln(1 - n / N)]$  en fonction de  $\ln(\sigma_m)$  (fig. III.6).

Cette méthode fournit des paramètres statistiques différents de ceux obtenus précédemment à l'aide des méthodes 1 et 2 (tableau III.1). On pouvait s'attendre à ce résultat car les contraintes de rupture dont la distribution statistique est représentée par la figure III.5, correspondent à des fragments ayant un volume différent : décroissant tandis que la contrainte augmente. Par conséquent, les données  $\sigma_m(\tilde{V}_m)$  se repartissent autour de la droite moyenne de la figure III.2. On peut observer sur le tableau III.1 que la dispersion des paramètres statistiques est beaucoup plus grande que pour ceux obtenus précédemment par les méthodes 1 et 2. En outre, après les premières fissures, les blocs de matrice tendent à avoir un volume proche. Par conséquent, la partie principale de la distribution est voisine de la distribution que l'on obtiendrait si tous les blocs de matrice avaient un volume identique. C'est ce qui explique que les paramètres statistiques soient différents des précédents et présentent une certaine dispersion.

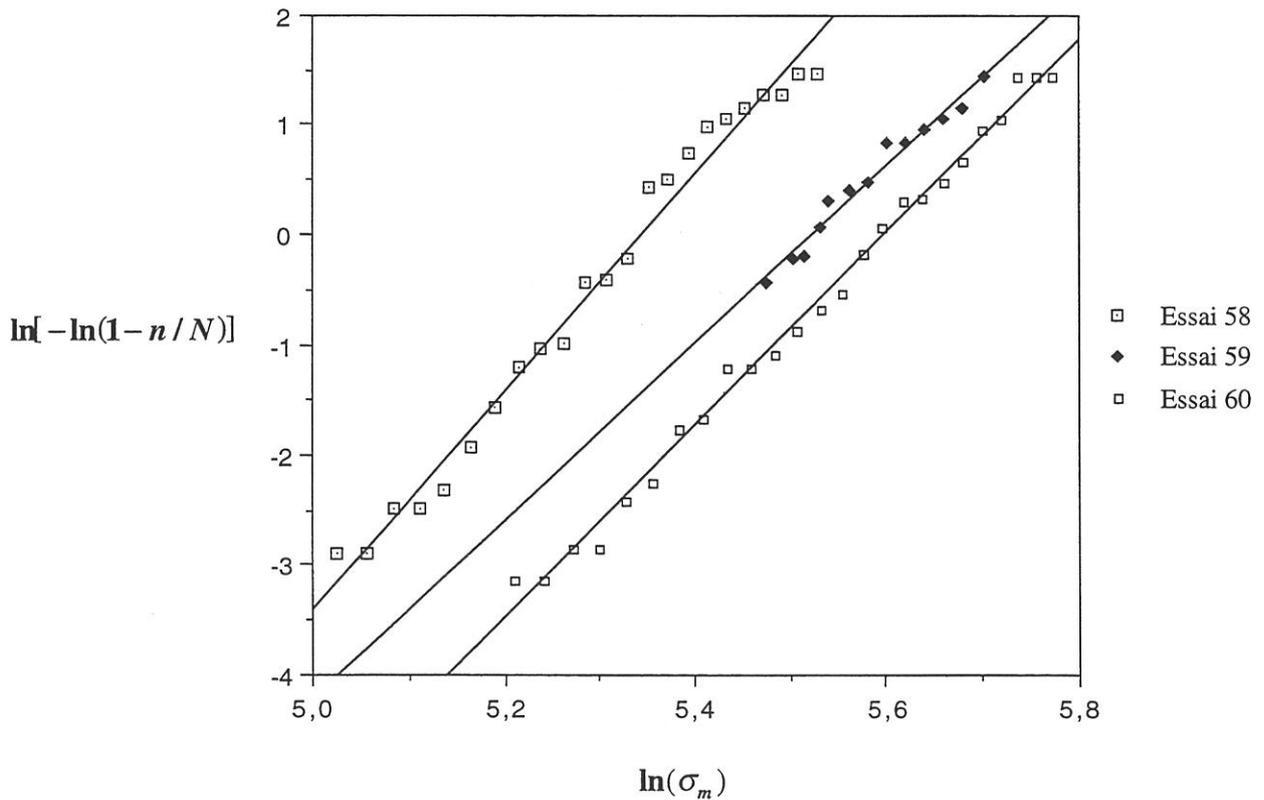
	$m_m$	$\sigma_{0m}$ (MPa.mm <sup>3/m</sup> )
Méthode 1	7,5 (0,5)	221 (15)
Méthode 2	8,5 (0,2)	216 (5)
Méthode 3	9,0 (1,1)	188 (20)

**Tableau III.1** : Paramètres statistiques correspondant à la rupture de la matrice SiC C.V.I. obtenus à partir d'essais de traction sous Microscope Électronique à Balayage de minicomposites C/C/SiC.

Les différentes méthodes exposées ci-dessus ont permis de déterminer les paramètres statistiques relatifs à la rupture de la matrice de carbure de silicium élaborée dans des conditions C.V.I. (tableau IV.1). Pour la suite on retiendra :  $m_m = 8,6 (1,1)$  ;  $\sigma_{0m} = 200 (20) \text{ MPa.mm}^3/\text{m}$



**Figure III.5 : Evolution du nombre de fissures en fonction de la contrainte appliquée à la matrice pour un minicomposite C/C/SiC**



**Figure III.6 : Distribution des contraintes à rupture de la matrice obtenues pour 3 minicomposites C/C/SiC**

## III.3.4 - Comparaison avec les données obtenues pour des minicomposites SiC/SiC

Des travaux ont été menés sur SiC/SiC [1] pour déterminer les paramètres décrivant la probabilité d'apparition d'une fissure dans le SiC. Ils s'appuient sur l'expression (II.12) donnant la probabilité d'apparition de la première fissure. Lorsque le matériau n'est pas fissuré au départ (c'est le cas des SiC/SiC pour lesquels la contrainte d'origine thermique est quasiment nulle) **la première fissure peut être repérée par l'émission acoustique et/ou par la perte de linéarité visible sur la courbe de traction**. Connaissant l'expression liant la contrainte dans la matrice et la force appliquée, on a accès à la distribution statistique des contraintes de rupture de la matrice pour un volume correspondant à la longueur de jauge du minicomposite testé.

	$S_m$ (mm <sup>2</sup> )	$V_m$ (%)	$m_m$	$\sigma_{0m}$ (MPa pour 1 mm <sup>3</sup> )	$\bar{\sigma}_m$ (MPa)	$\bar{\sigma}_m$ (MPa) éq. (II.14)
Lot A	0,030 (0,006)	27 (4)	5,4 (1,2)	518	626 (127)	<i>199 (20)</i>
Lot B	0,155 (0,034)	60 (5)	6,2 (1,9)	300	195 (34)	<i>159 (19)</i>
Lot C	0,372 (0,155)	70 (6)	5,1 (1,0)	180	146 (37)	<i>142 (22)</i>

**Tableau III.2** : Comparaison des données obtenues par Lissart [1] sur minicomposite SiC/SiC, au présent travail (en italique)

Les modules de Weibull présentés dans le tableau III.2 sont inférieurs à ceux déterminés par les essais de traction sous Microscope Électronique à Balayage sur minicomposites C/C/SiC.

La méthode présentée ci-dessus a l'inconvénient d'utiliser des données issues de plusieurs lots de minicomposites, pour lesquels la section de la matrice n'est pas identique d'un minicomposite à l'autre. Les calculs utilisent la moyenne des sections ce qui introduit une erreur pour la détermination des grandeurs statistiques. Malgré tout, même si la distribution est faussée, la contrainte moyenne reste valide. On remarque en effet dans le tableau III.2, que les contraintes moyennes théoriques sont en accord avec celles mesurées (le lot A est particulier, puisqu'il est fissuré avant traction). On peut logiquement conclure que la différence entre les paramètres statistiques obtenus pour la matrice SiC caractérise sa reproductibilité.

### III.4 - Applications

Les caractéristiques de la fissuration de la matrice SiC C.V.I. étant connues, il est possible de déterminer les températures d'apparition de la première fissure et de saturation, au cours du refroidissement et pour différentes sections de matrice à partir des équations (II.9), (II.10) et (II.37) (fig. III.7) :

$$\sigma_m^{th}(T_n) = \sigma_m^n \quad (III.5)$$

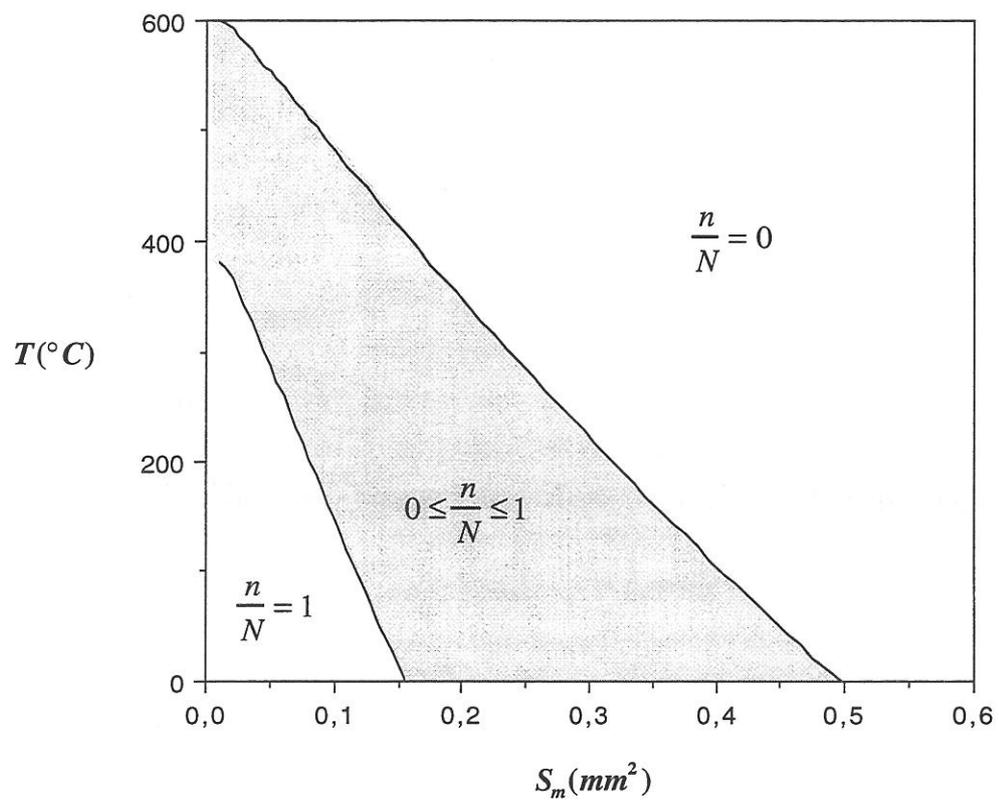
La température d'apparition des premières fissures est d'autant plus élevée que la section de matrice est faible. Il apparaît que pour des sections inférieures à 0,15 mm<sup>2</sup>, le matériau est saturé en fissures à température ambiante. Pour des sections comprises entre 0,15 et 0,5 mm<sup>2</sup>, un certain nombre de fissures a été créé au cours du refroidissement sans pour autant atteindre la saturation. Pour des sections plus élevées, le matériau ne présente pas de fissures à température ambiante.

Cette approche a été utilisée pour décrire l'évolution du nombre de fissures observé par Arnault [18] au cours de la traction de barrettes SiC/SiC sous microscope optique (équations (II.5), (II.7) et (II.43)). Pour cela on a utilisé les données suivantes [18] :

Pas de fissuration à saturation :	$l^* = 30 \mu\text{m}$
Section totale de l'éprouvette :	$S_c = 4 \text{ mm}^2$
Taux de fibres :	$V_f = 40 \%$
Taux de porosité :	$V_p = 14 \%$
	$M_0 = -0,05 \%$

La courbe calculée est proche de la courbe expérimentale obtenue par Arnault, ce qui indique que le modèle prévoit correctement le nombre de fissures créées (fig. III.8).

Enfin, le modèle a été appliqué pour calculer le taux de fissures créées au cours du refroidissement d'un composite unidirectionnel SiC Nicalon/Alumine observé par Peres [29]. Ce matériau, élaboré à 1200°C a la particularité d'avoir une forte différence de coefficients de dilatation longitudinaux entre les fibres et la matrice. Cette différence provoque (comme pour les C/C/SiC à faible taux de matrice) l'apparition de fissures au cours du refroidissement jusqu'à température ambiante. Le matériau, à température ambiante est saturé en fissures. Le phénomène de fissuration est repéré par l'émission acoustique.



**Figure III.7 : Fissuration des minicomposites C/C/SiC au cours du refroidissement en fonction de la section de matrice**

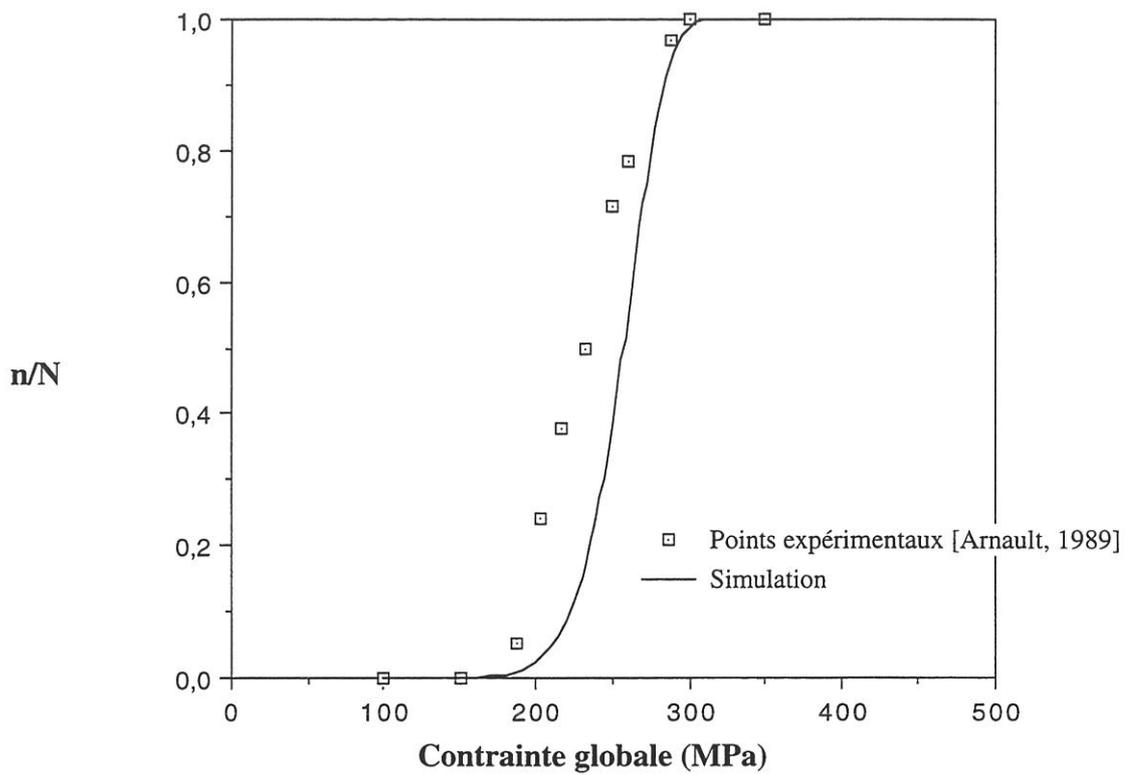


Figure III.8 : Prédiction du nombre de fissures au cours de la traction d'un SiC/SiC unidirectionnel

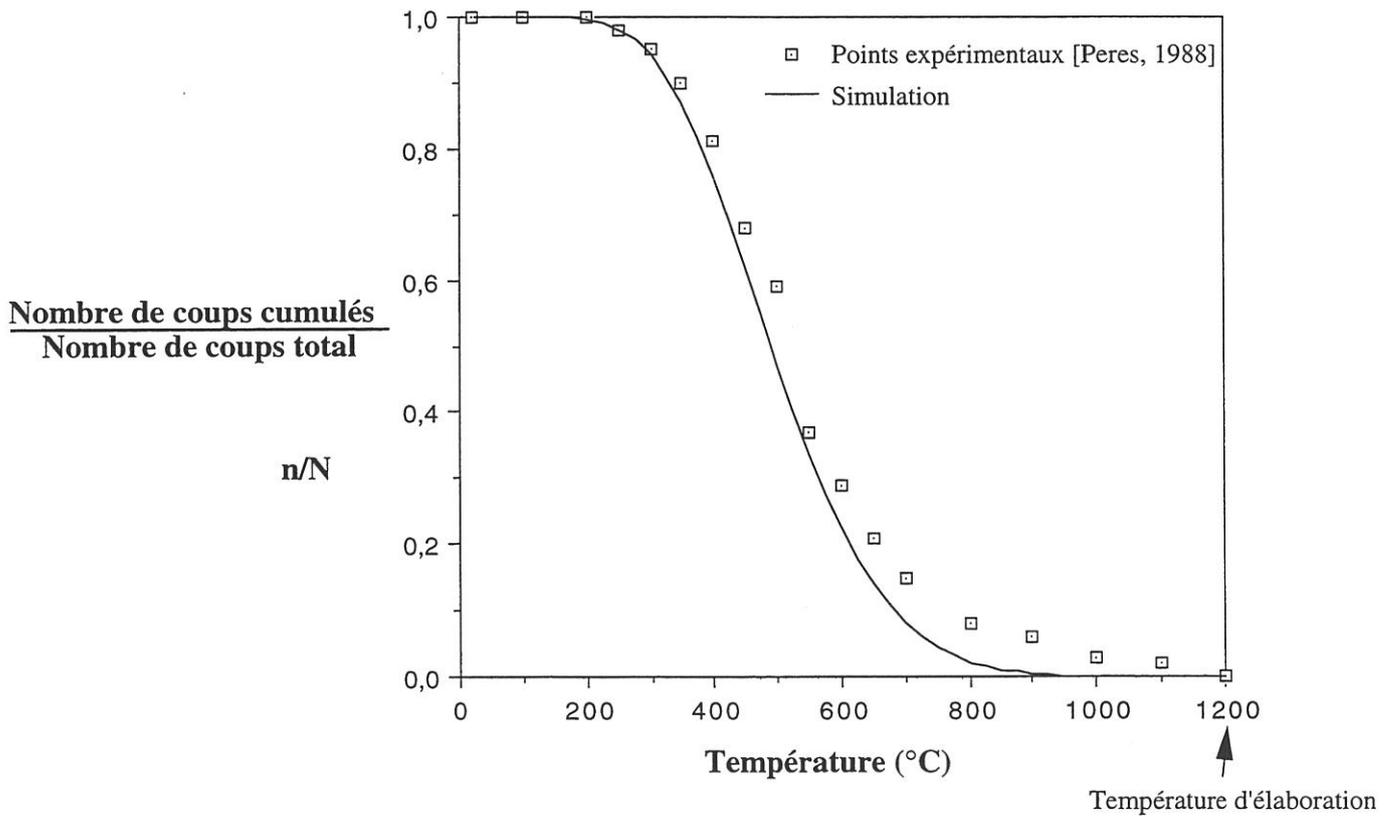


Figure III.9 : Prédiction du nombre de fissures au cours du refroidissement d'un composite unidirectionnel SiC/Alumine. Les points expérimentaux représentent le taux d'émission acoustique donné par le rapport du nombre de coups cumulés sur le nombre total de coups.

La simulation utilise les données suivantes [29] (équations (II.9), (II.10) et (II.37)) :

Pas de fissuration à saturation :	$l^* = 60 \mu\text{m}$
Module d'Young de l'alumine :	$E_m = 60 \text{ GPa}$
Coefficient de dilatation de l'alumine :	$\alpha_m = 8,7 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
Caractéristiques statistiques relatives à la rupture de la matrice :	$m_m = 6, \bar{\sigma}_m = 50 \text{ MPa}$
Taux de fibres :	$V_f = 20 \%$

La fissuration au cours du refroidissement du composite SiC/Alumine est correctement décrite (fig. III.9).

### III.5 - Conclusion

En considérant un minicomposite comme une succession de blocs de matrice identiques, il est donc possible de déterminer une expression analytique liant le nombre de fissures à la contrainte appliquée à la matrice. Cette expression permet de décrire correctement la courbe représentant le nombre de fissures en fonction de la contrainte dans la matrice.

Ce modèle a été validé grâce à un montage de traction sous Microscope Électronique à Balayage permettant le suivi du nombre de fissures en fonction de la force appliquée, ainsi que la dimension des blocs de matrice où a lieu toute nouvelle fissure. Il a permis de plus de décrire fidèlement les observations effectuées par différents auteurs pour d'autres systèmes (SiC/SiC et SiC/Alumine).

Ce type d'expérimentation a permis, de plus, d'étudier l'influence du volume de matrice sollicité sur la contrainte d'apparition d'une fissure. Il s'avère d'une part que la représentation de type Weibull s'applique aussi bien pour des blocs de grande dimension que pour des blocs de petite dimension et d'autre part que le module de Weibull permet de décrire à la fois la dispersion de la contrainte d'apparition d'une fissure pour un volume fixé, mais aussi la dépendance de la contrainte moyenne vis à vis du volume sollicité (effet d'échelle).

*Chapitre IV*

*OUVERTURE DES FISSURES EN FONCTION DE LA CHARGE ET DE  
LA TEMPÉRATURE DANS LES MINICOMPOSITES C/C/SiC*



## IV - OUVERTURE DES FISSURES EN FONCTION DE LA CHARGE ET DE LA TEMPÉRATURE DANS LES MINICOMPOSITES C/C/SiC

### IV.1 - Introduction

L'ouverture des fissures est directement en relation avec l'étendue des zones endommagées. Aussi est-il apparu nécessaire, pour la compréhension du comportement des composites à matrice céramique et pour la prévision de la durée de vie, d'étudier l'ouverture des fissures sous sollicitation mécanique et thermique.

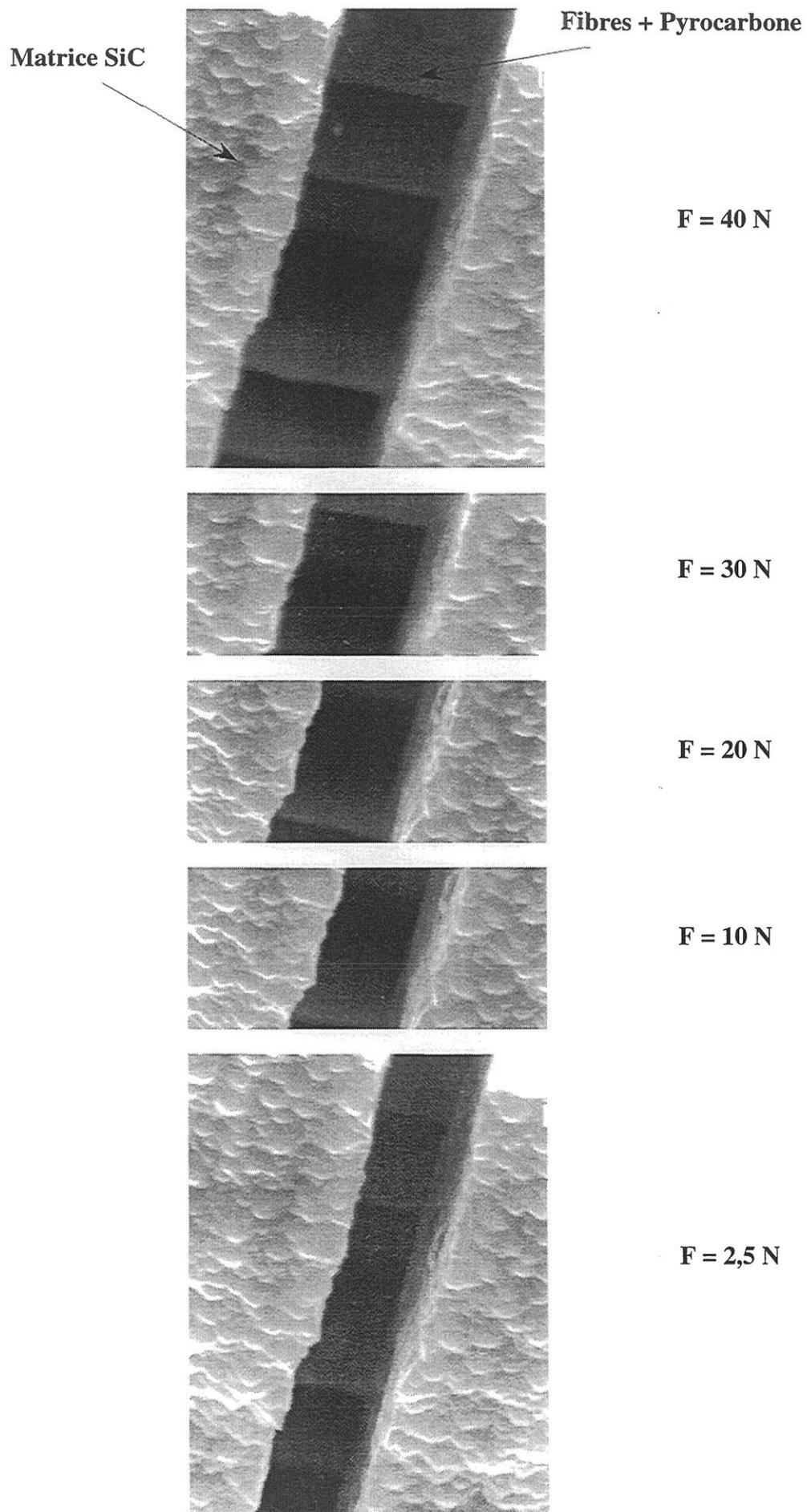
Les minicomposites C/C/SiC examinés ici constituent le système idéal pour la validation expérimentale du modèle d'évolution de l'ouverture des fissures sous sollicitation thermomécanique développé dans le chapitre II. En effet, le coefficient de dilatation de la matrice est supérieur à celui des fibres. De plus, les décohésions sont étendues et le frottement interfacial faible. Ainsi, **les fissures sont ouvertes à température ambiante et leur ouverture est importante** (de l'ordre du micron), contrairement aux SiC/SiC, pour lesquels une attaque chimique est nécessaire pour discerner les fissures. L'ouverture des fissures dans un C/SiC est donc aisément mesurable et les variations, en fonction de la charge et de la température, significatives (fig. IV.1 et IV.2).

Les trois configurations décrites dans le chapitre I, suivant la répartition du pyrocarbone et du carbure de silicium dans la partie interne, seront étudiées : partie interne peu infiltrée (famille 1) ; infiltrée en pyrocarbone uniquement (famille 2) ; infiltrée en pyrocarbone et en SiC (famille 3).

L'état du matériau brut d'élaboration présente des disparités importantes suivant la famille considérée. Pour les familles 1 et 2, la saturation a été atteinte au cours du refroidissement à cause des contraintes d'origine thermique. Pour la famille 3, la saturation n'est pas atteinte au cours du refroidissement mais au cours des essais mécaniques.

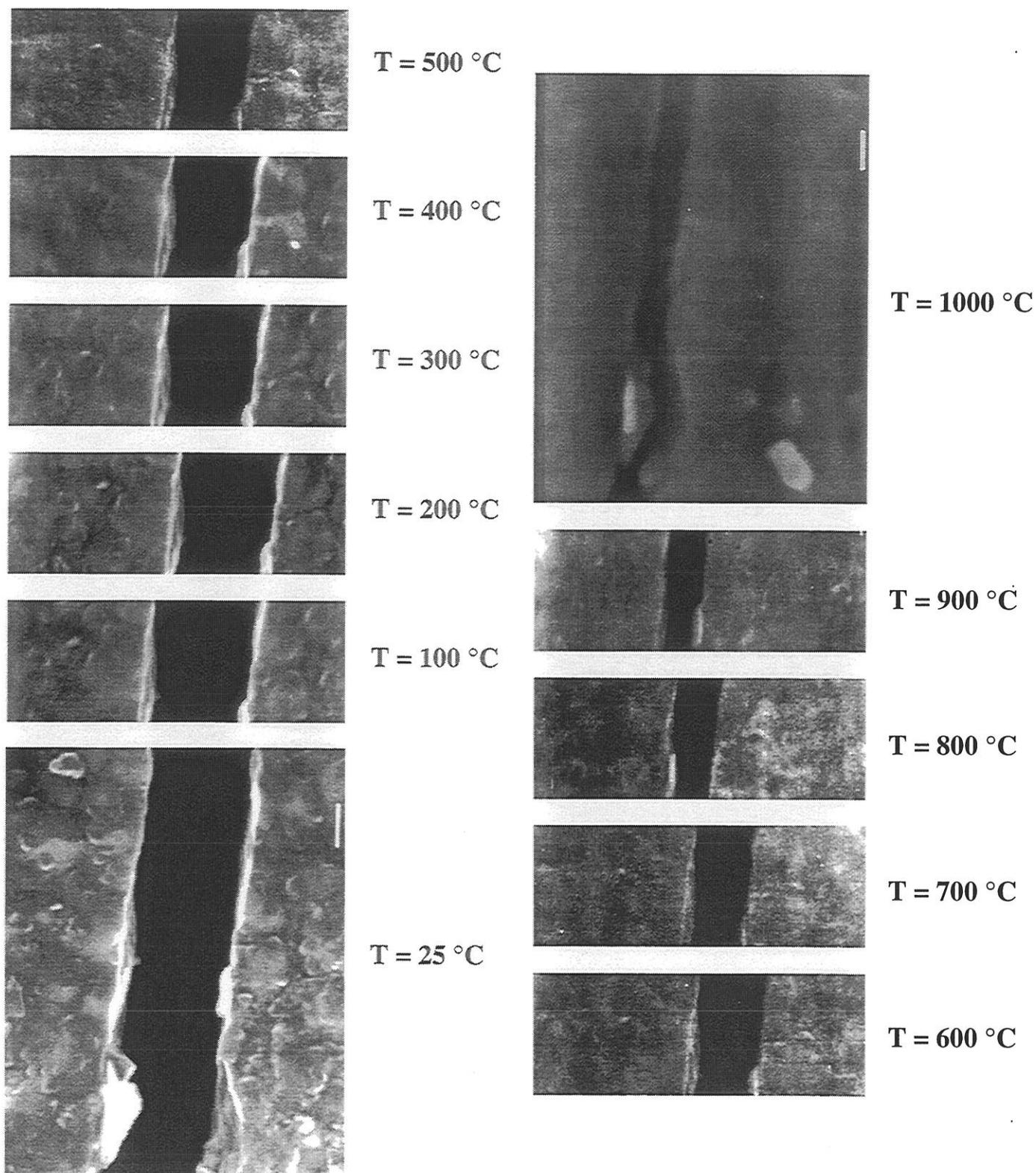
Pour valider l'approche théorique, il est nécessaire de mesurer l'ouverture des fissures en fonction de la charge et de la température. Un montage original de traction en température a été adapté au microscope électronique à balayage. Il a été dimensionné pour





**Figure IV.1 : Ouverture des fissures à température ambiante en fonction de la charge appliquée, dans un minicomposite C/C/SiC**





**Figure IV.2 : Ouverture des fissures en fonction de la température pour une charge de 40 N, dans un minicomposite C/C/SiC**



des essais sur minicomposites. Il comprend un capteur de force de capacité maximale de 500 N permettant d'obtenir une précision de 0,1 N et un four résistif permettant l'observation des échantillons sur une longueur de 1 mm jusqu'à une température de 1200°C.

Pour chaque couple (F ; T), l'ouverture de la fissure est mesurée avec une précision évaluée à 5%. Les premières observations ont été effectuées à température ambiante et à charge nulle afin de déterminer la dispersion des ouvertures de fissure, et la relation entre ouverture de fissure et distance inter fissures. Ensuite des essais de traction à température ambiante ont permis de mesurer l'évolution de l'ouverture des fissures en fonction de la charge, ainsi que l'influence de la création de nouvelles fissures. Enfin des tractions en température ont permis de valider l'approche adoptée et ainsi d'estimer le domaine de température et de force pour lequel les fissures sont ouvertes.

## IV.2 - Ouverture des fissures à charge nulle et à température ambiante

Les ouvertures à charge nulle et à température ambiante servent de base pour l'étude en température et sous charge. Cette étude a permis d'établir l'histogramme des ouvertures de fissures, l'influence de la qualité de l'infiltration, et enfin de relier l'ouverture des fissures à saturation à la distance inter fissures.

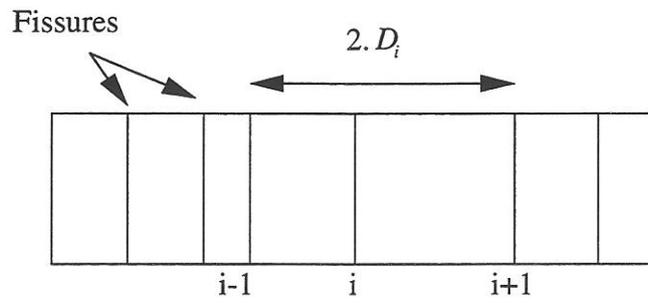
### IV.2.1 - Relation ouverture des fissures - pas de fissuration à saturation

A température ambiante et à charge nulle, l'ouverture des fissures est déduite de l'équation (II.25) :

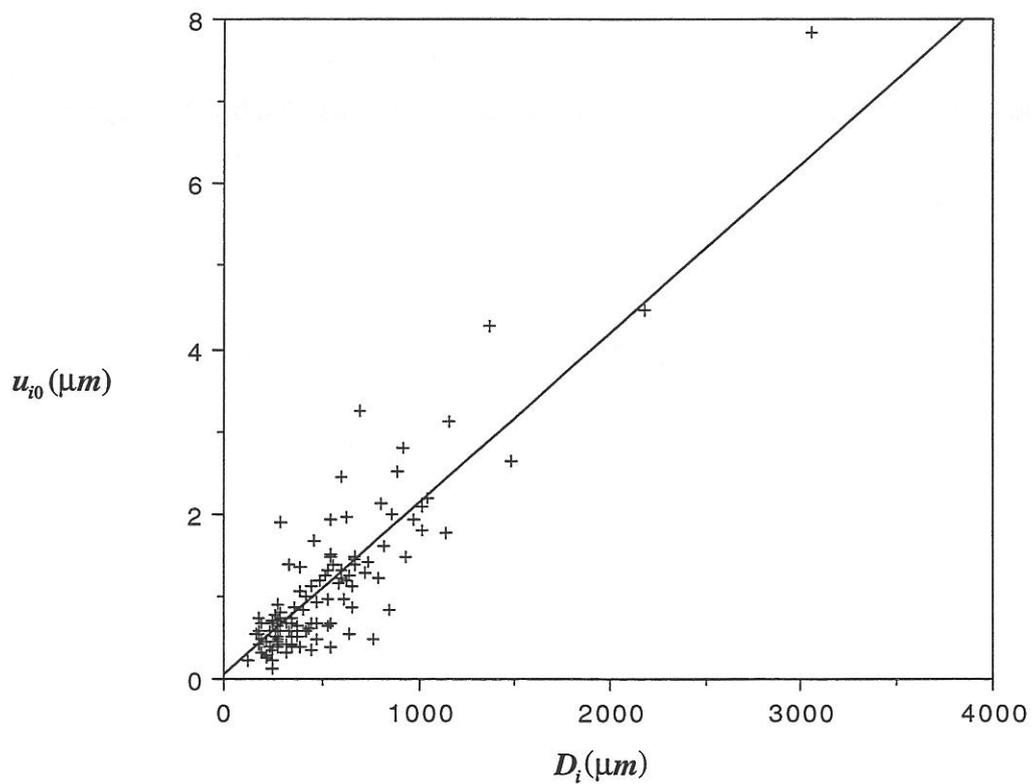
$$u_{i0} = u_i(T_0, 0) = l_{i0} \cdot M_0 \quad (\text{IV.1})$$

La longueur ineffective est proportionnelle à la longueur de décohesion, le rapport entre les deux longueurs étant conditionné par la qualité du transfert de charge (plus le frottement est faible, plus le rapport est proche de 1).

Lorsque le matériau a atteint la saturation, les décohésions sont jointives. Il en résulte que la longueur ineffective est proportionnelle à la distance inter fissures (définie sur la figure IV.3).



**Figure IV.3 : Définition de la distance inter fissures**



**Figure IV.4 : Mesures de l'ouverture des fissures à charge nulle et à température ambiante en fonction de la distance inter fissures**

$$u_{i0} = \gamma \cdot M_0 \cdot D_i \quad (\text{IV.2})$$

avec  $\gamma$  le terme caractérisant le transfert de charge ( $= l/l^*$ ).

La figure IV.4 montre que, pour les différents lots, **l'ouverture des fissures à saturation est bien proportionnelle à la distance inter fissures**. Conformément à l'expression (IV.2), la pente permet d'estimer la valeur de  $\gamma$ . Il s'avère ainsi que  **$\gamma$  est proche de 1** (tableau IV.1), **le frottement interfacial est donc faible** (chapitre I), **confirmant le caractère décohésif du système C/C/SiC**.

		$\bar{u}$ ( $\mu\text{m}$ )	$l^*$ ( $\mu\text{m}$ )	$\gamma$
<b>Famille 1</b>	7 éch. N = 180	<b>1,22</b> (0,96)	<b>563</b> (143)	<b>0,92</b> (0,23)
<b>Famille 2</b>	5 éch. N = 195	<b>0,80</b> (0,47)	<b>434</b> (94)	<b>0,73</b> (0,04)
<b>Famille 3</b>	7 éch. N = 275	<b>0,80</b> (0,51)	<b>372</b> (56)	<b>0,80</b> (0,10)

**Tableau IV.1** : Influence de la répartition spatiale des fibres sur l'ouverture des fissures à saturation (N nombre total de mesures ;  $\bar{u}$  moyenne arithmétique ;  $l^*$  pas de fissuration ; entre parenthèses les écarts types).

#### IV.2.2 - Distribution des ouvertures de fissures

L'histogramme regroupant l'ensemble des mesures d'ouverture de fissure à saturation, (soit après traction pour la famille 3) présente la particularité de ne pas être symétrique (fig. IV.5). La valeur moyenne n'est alors pas représentative de l'ouverture la plus fréquente. En effet, en moyenne, l'ouverture des fissures vaut  $0,92 \mu\text{m}$  alors que **62% des ouvertures ont une valeur inférieure à  $0,92 \mu\text{m}$ , l'ouverture la plus fréquente étant comprise entre  $0,5$  et  $0,7 \mu\text{m}$** . La distribution a en effet tendance à s'étaler vers les grandes valeurs d'ouverture. Malgré tout, des différences notables sont observées suivant la famille considérée (fig. IV.6). Pour la famille 1, la distribution est étalée vers les grandes valeurs et la valeur moyenne a tendance à être élevée. En revanche, pour les deux autres familles, la distribution est identique et la valeur moyenne tend vers une valeur constante de l'ordre de  $0,8 \mu\text{m}$  (Tableau IV.1).

La quantité de pyrocarbone présent au cœur des minicomposites de la famille 1 est faible. Le matériau se présente comme un fil brut entouré d'une couche composée d'un mélange fibres et pyrocarbone et enfin de la couche de matrice SiC. Au cœur du matériau, les fibres ne sont pas liées entre elles. La fissure matricielle peut entraîner la rupture de la couche fibres - pyrocarbone, comme le montre le faciès de rupture (fig. I.31). Ainsi, suivant le lieu de la déviation de la fissure matricielle (à l'interface pyrocarbone - matrice

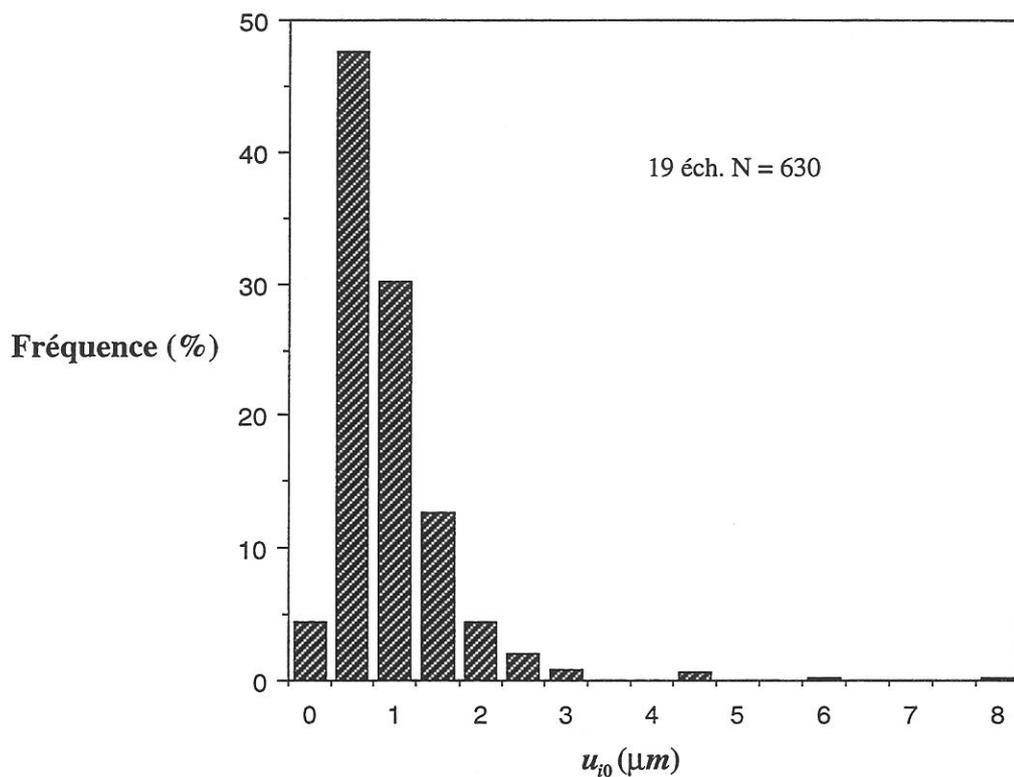


Figure IV.5 : Histogramme des ouvertures de fissures à charge nulle et à température ambiante

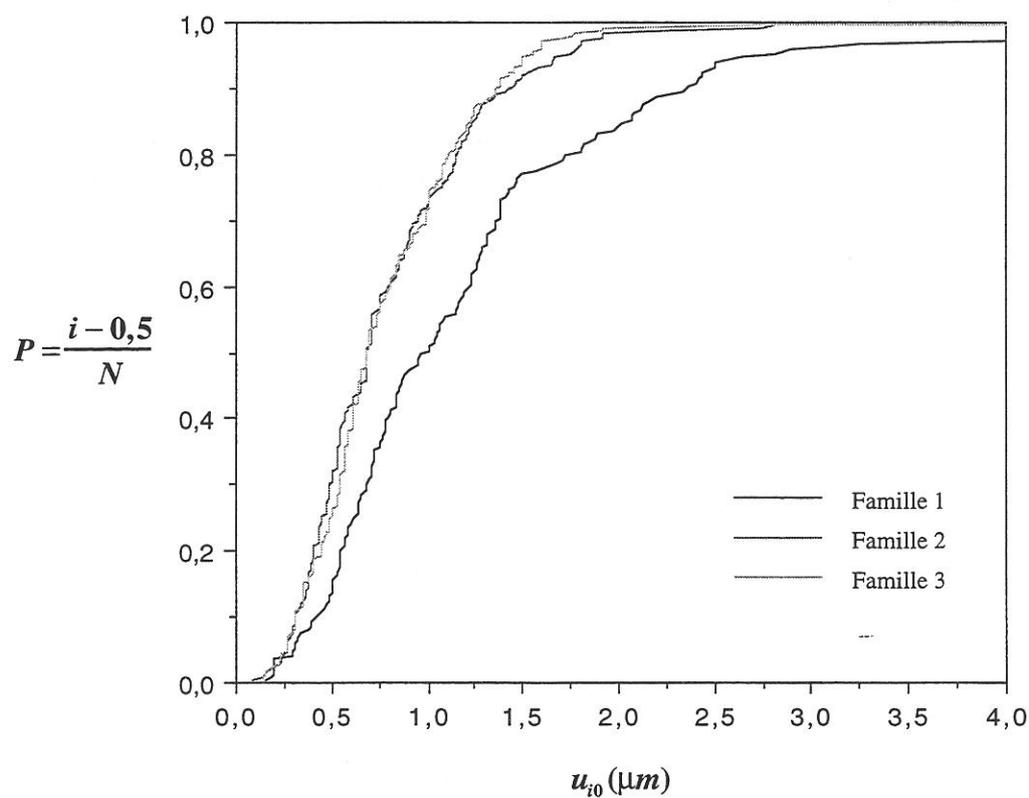


Figure IV.6 : Distribution cumulée des ouvertures de fissure à charge nulle et à température ambiante suivant la famille considérée

SiC ou au delà de la couche fibres + pyrocarbone), la décohésion se propagera de manière différente et sera plus ou moins étendue. Les longueurs de décohésion sont par conséquent dispersées et élevées, impliquant des distances inter fissures et des ouvertures de fissures importantes conformément à la relation (IV.2).

Pour les familles 2 et 3, les fibres sont liées entre elles par le pyrocarbone, le système est beaucoup plus homogène. La décohésion se produit alors systématiquement à l'interface pyrocarbone-matrice (fig. I.22), limitant la dispersion des longueurs de décohésion.

Les résultats montrent donc que **l'on peut estimer l'ouverture d'une fissure à saturation à partir de la distance inter fissures. Le frottement interfacial dans le système C/C/SiC est faible.** La distribution de l'ouverture des fissures est conditionnée par la nature de la déviation de la fissure matricielle.

L'ouverture moyenne, bien que ne représentant pas la population la plus importante, est cependant le paramètre essentiel pour le comportement global en traction. Il s'avère qu'elle peut être estimée à partir du pas de fissuration à saturation  $l^*$ .

### IV.3 - Ouverture des fissures en fonction de la charge appliquée à température ambiante (fig. IV.1)

L'ouverture des fissures en fonction de la charge a été mesurée sur 8 minicomposites issus des trois familles (2 minicomposites pour la famille 1 ; 2 pour la famille 2 ; 4 pour la famille 3). Pour chaque minicomposite, le nombre de fissures identifiées varie de 20 à 74.

Lorsque l'on applique une charge, les fissures s'ouvrent et de nouvelles fissures sont créées lorsque la saturation n'a pas été atteinte. La saturation est atteinte lorsque le nombre de fissures n'évolue plus et lorsque les décohésions sont jointives (familles 1 et 2). Dans le cas contraire, la longueur ineffective évolue par propagation des décohésions et par interaction entre fissures voisines nouvellement créées (famille 3).

#### IV.3.1 - Matériaux saturés

Une fois la saturation atteinte, la figure IV.7 montre que **l'évolution de l'ouverture des fissures est proportionnelle à la charge appliquée comme le prévoit le modèle.** Les cycles se superposent à la courbe de traction, la pente est

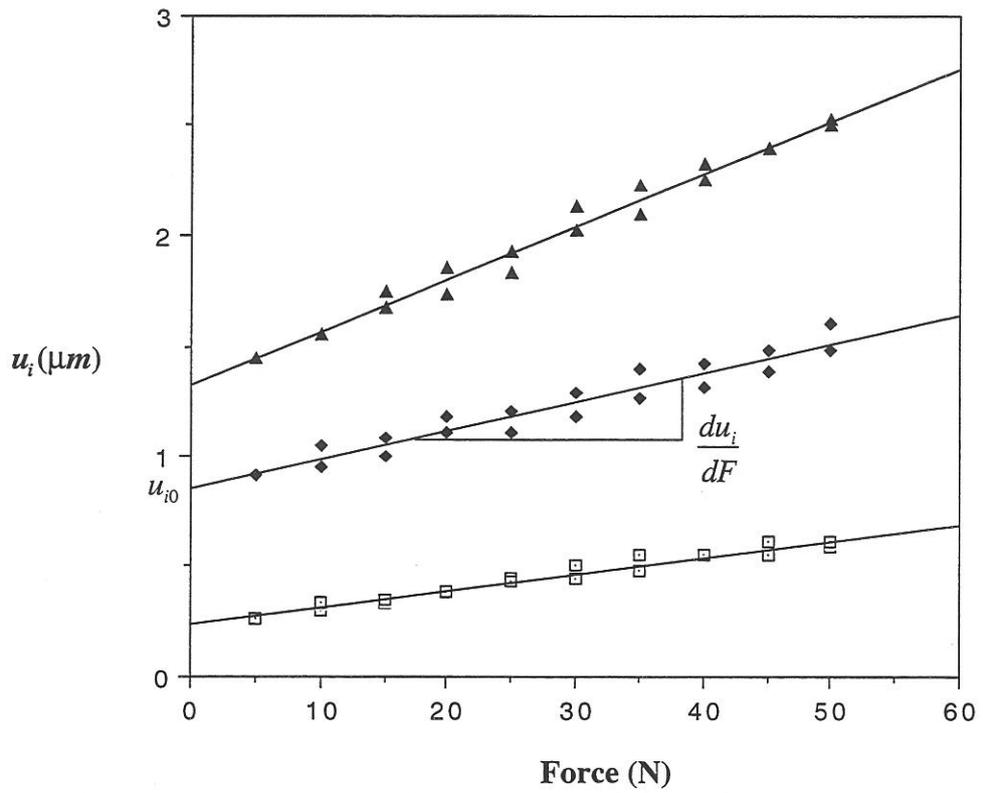


Figure IV.7 : Ouverture des fissures en fonction de la charge à température ambiante pour un matériau saturé

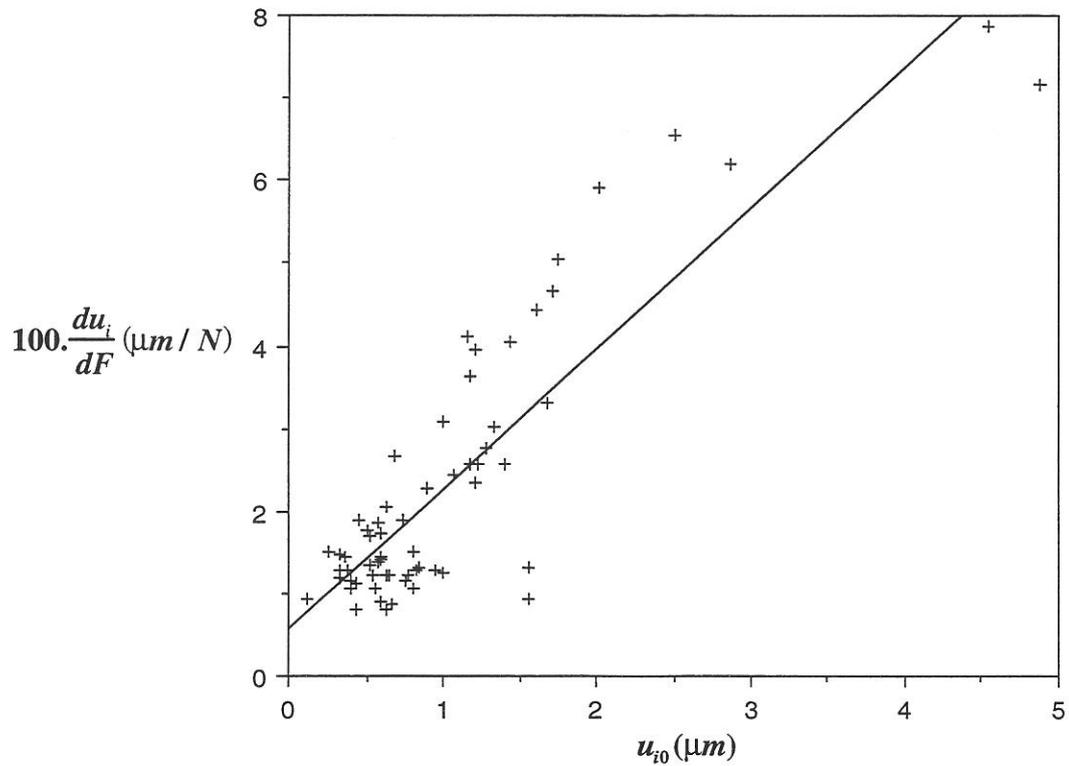


Figure IV.8 :  $\frac{du_i}{dF}$  en fonction de l'ouverture à charge nulle à température ambiante pour un matériau saturé

proportionnelle à l'ouverture à charge nulle. En effet, à partir des équations (II.25) et (IV.1), il vient :

$$\frac{\partial u_i}{\partial F} = C_f \cdot l_{i0} = \frac{C_f}{M_0} \cdot u_{i0} \quad (\text{IV.3})$$

La figure IV.8 montre la relation entre l'ouverture à charge nulle et la pente. Le terme de proportionnalité déduit de l'équation (IV.3) est égal à 0,015 (0,002) N<sup>-1</sup>, à partir des données issues du tableau I.5, on obtient 0,017 (0,003) N<sup>-1</sup> de la courbe de la figure IV.8.

#### IV.3.2 - Influence de la multifissuration

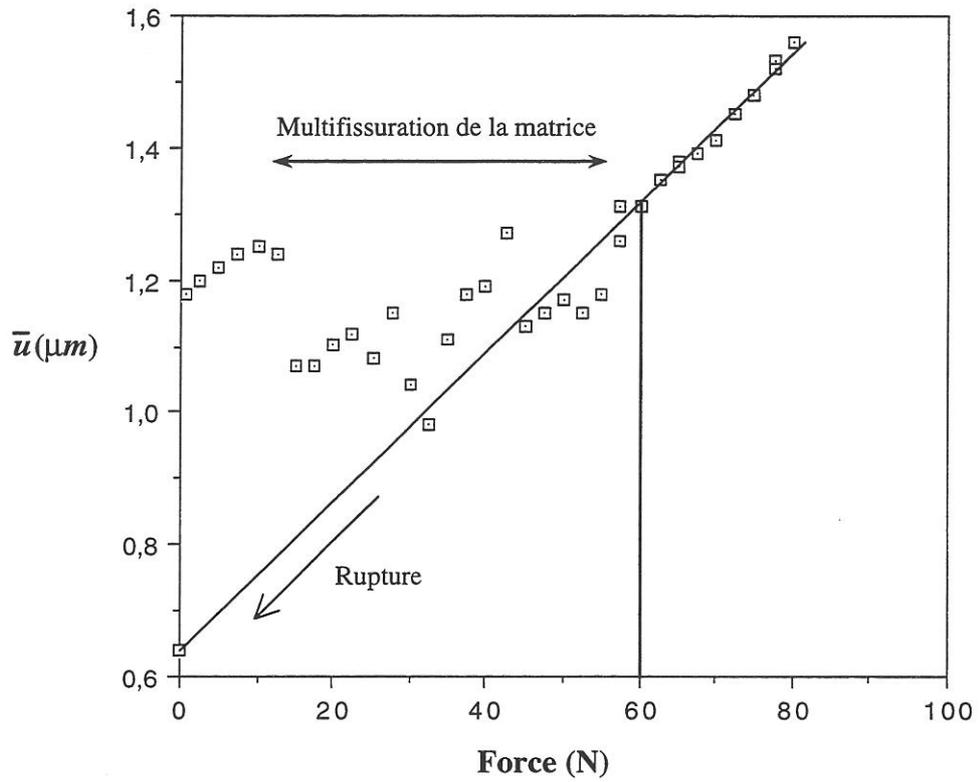
L'ouverture moyenne est particulièrement affectée par le phénomène de multifissuration. En effet, lorsque le nombre de fissures est faible, l'apparition d'une nouvelle fissure a un impact important sur la moyenne en raison de la dispersion des ouvertures de fissures.

$$\bar{u} = \frac{1}{n} \cdot \sum_n u_i \quad (\text{IV.4})$$

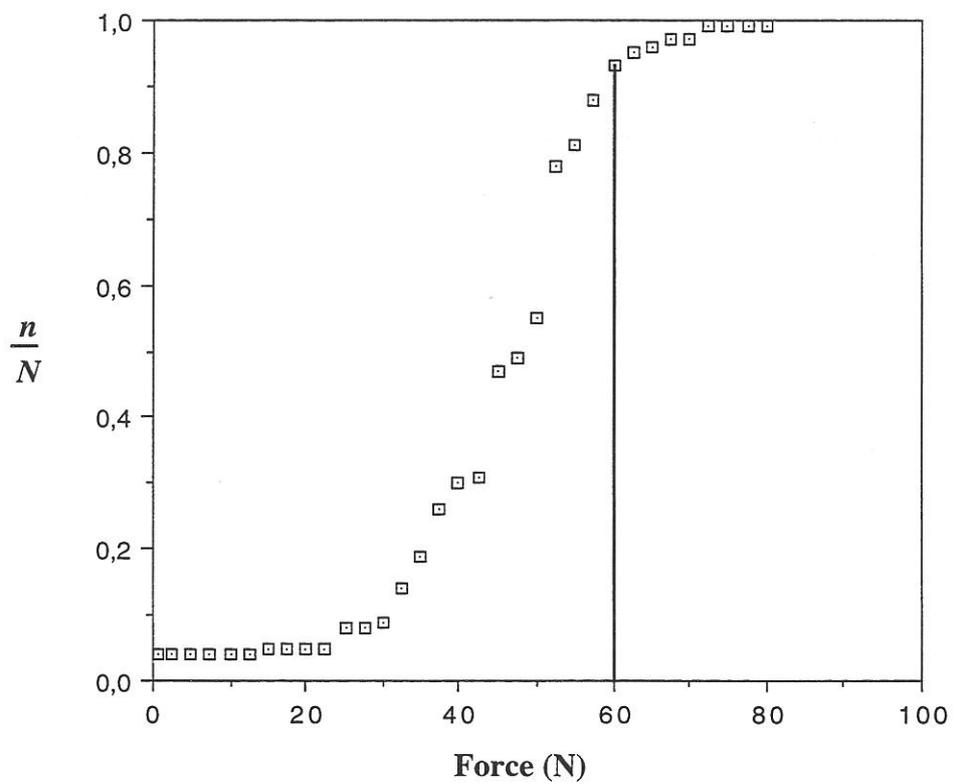
La figure IV.9 montre qu'au cours de la traction, deux régimes peuvent être distingués. Dans un premier temps, l'ouverture des fissures est affectée par la formation des fissures (fig. IV.10) causant des fluctuations de l'ouverture moyenne. Puis, une fois le nombre de fissures proche de sa valeur maximale, l'ouverture moyenne augmente linéairement en fonction de la force, conformément aux prévisions théoriques.

La figure IV.11 montre l'évolution de l'ouverture d'une fissure en fonction de la charge en traction, et lors d'un cycle de charge-décharge. Pour une charge identique, l'ouverture de la fissure est plus élevée au cours de la décharge qu'au cours de la traction initiale. Ce phénomène est attribué à la propagation des décohésions. De plus, le cycle de charge-décharge met en évidence le phénomène de frottement à l'interface qui induit un cycle d'hystérésis.

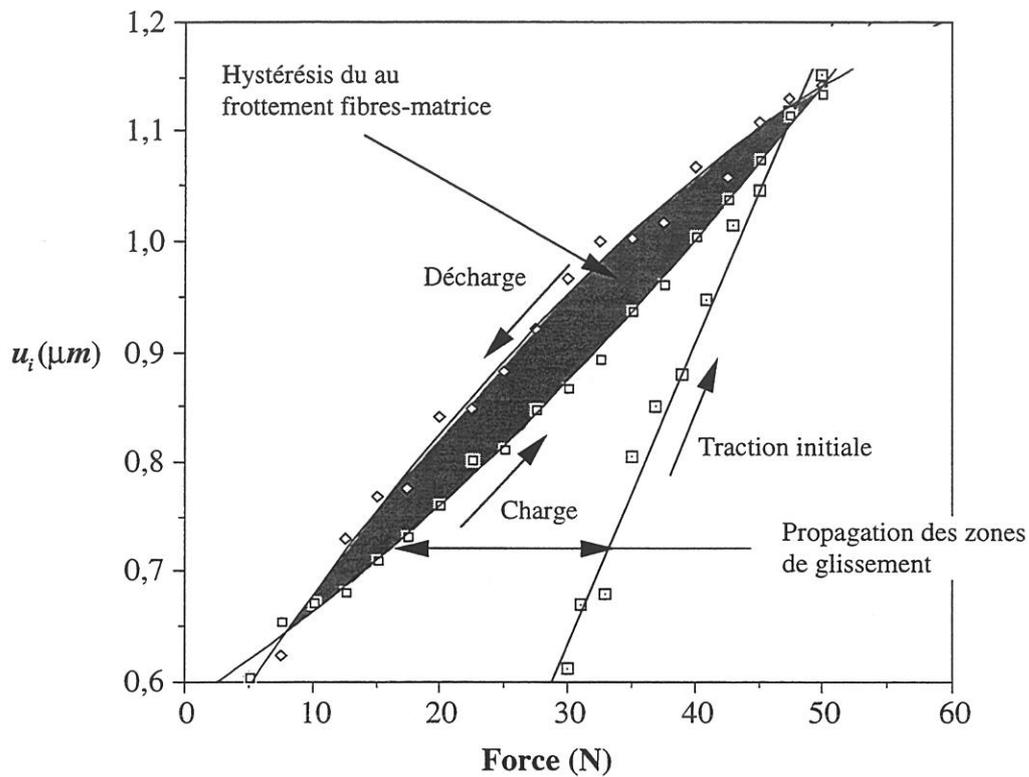
De plus, au cours de la traction, la création de nouvelles fissures dans les zones intactes peut conduire à des interactions entre fissures voisines dès qu'il y a jonction des décohésions. Ainsi, sur la figure IV.12, est représentée l'évolution de l'ouverture de deux fissures voisines notées A et C et la création d'une troisième fissure située entre les deux



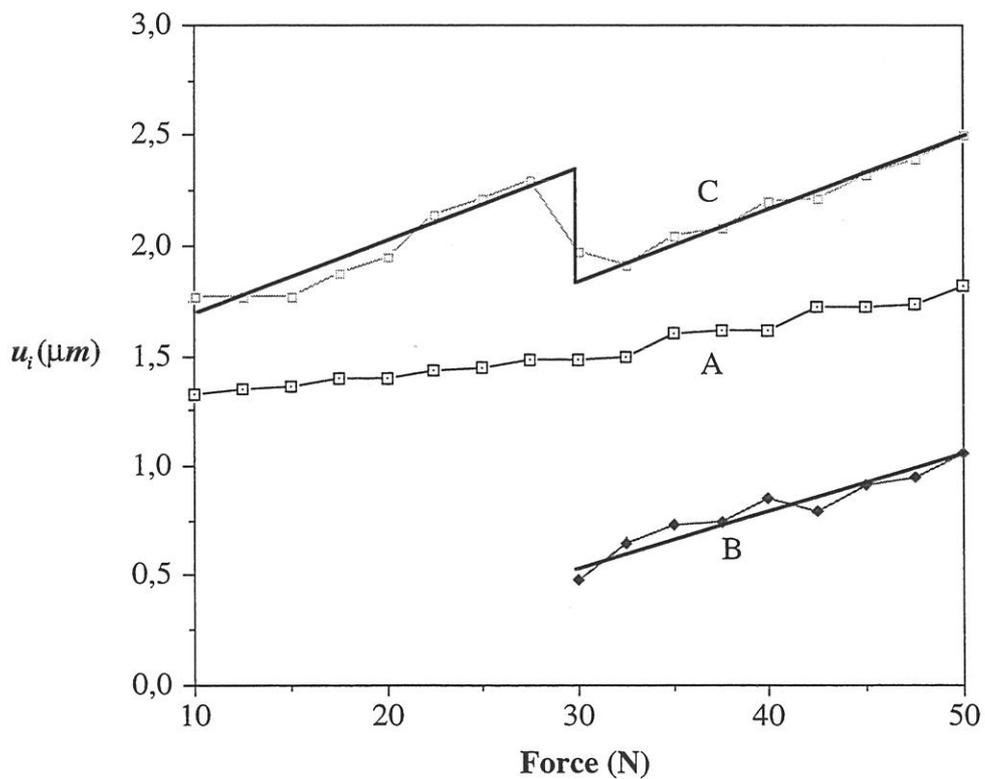
**Figure IV.9 : Evolution de l'ouverture moyenne des fissures au cours de la traction en présence du phénomène de multifissuration**



**Figure IV.10 : Evolution du nombre de fissures au cours de la traction**



**Figure IV.11 : Évolution de l'ouverture d'une fissure au cours de la traction initiale et lors du cycle de charge-décharge : mise en évidence du phénomène de propagation des zones de glissement et d'hystérésis**



**Figure IV.12 : Évolution de l'ouverture de deux fissures voisines en fonction de la charge, avec apparition d'une troisième fissure située entre les deux premières : mise en évidence du phénomène d'interaction entre fissures voisines**

premières notée B. L'apparition de cette fissure modifie la valeur de l'ouverture de la fissure C. La longueur ineffective est redistribuée entre les fissures C et B. Ces phénomènes de propagation de décohésion et d'interaction entre fissures voisines sont cependant secondaires dans le minicomposite, étant donné la prépondérance du phénomène de multifissuration.

Pour la description du comportement global en traction de minicomposites de la famille 3, le paramètre essentiel est l'ouverture totale des fissures par rapport à la longueur de jauge (fig. IV.13) :

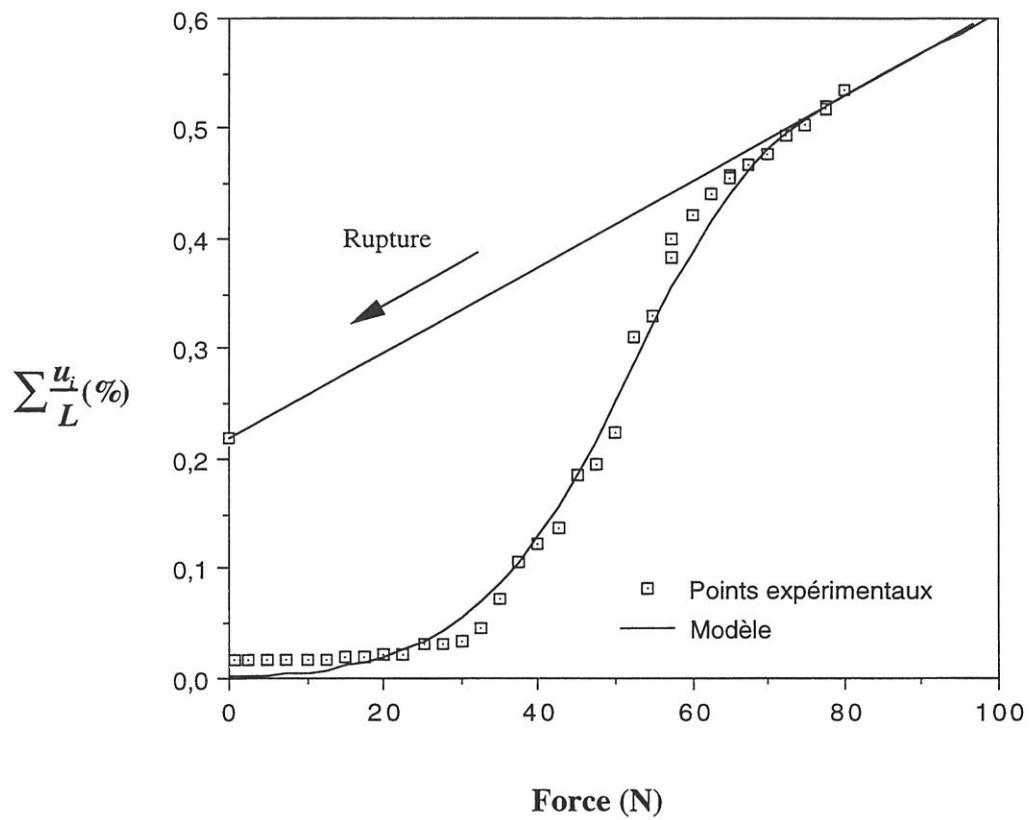
$$\sum \frac{u_i}{L} = \frac{n \cdot \bar{u}}{L} = \frac{n}{N} \cdot \gamma \cdot (C_f \cdot F + M_0) \quad (\text{IV.5})$$

Remplaçant  $n/N$  par son expression analytique établie dans le chapitre II (équation (II.7) et (II.43)), on peut calculer l'ouverture totale des fissures en fonction de la force appliquée, représentée à la figure IV.13. La figure IV.13 montre que le modèle permet de décrire fidèlement l'évolution de l'ouverture totale au cours d'une traction monotone. Cet accord entre le modèle et l'expérience indique, qu'en première approximation, les phénomènes de propagation de décohésion et d'interaction entre fissures voisines sont négligeables.

#### IV.4 - Ouverture des fissures sous charge et à haute température (fig. IV.2)

Au cours des essais en température, étant donné l'étroitesse de la fenêtre d'observation, on ne peut mesurer que l'ouverture d'une, voire deux fissures pour chaque échantillon. Ainsi le phénomène de multifissuration ne peut être observé à haute température. Des matériaux saturés ont été observés afin d'éviter les phénomènes parasites tels que la propagation des décohésions ou la création de nouvelles fissures au voisinage des fissures observées. 3 échantillons, extraits de la famille 2, ont été utilisés, pour un total de 7 fissures visualisées.

Les résultats montrent, qu'en première approximation, le modèle décrit correctement l'évolution de l'ouverture des fissures en fonction de la température. En effet, quelle que soit l'ouverture initiale, et **pour une charge nulle, les fissures sont refermées pour une température comprise entre 700 et 850°C** (fig. IV.14). Théoriquement, la température de transition  $T^*$  est égale à 783 (60)°C à partir de



**Figure IV.13 : Évolution de l'ouverture totale de fissure au cours de la traction (résultats expérimentaux et modèle)**

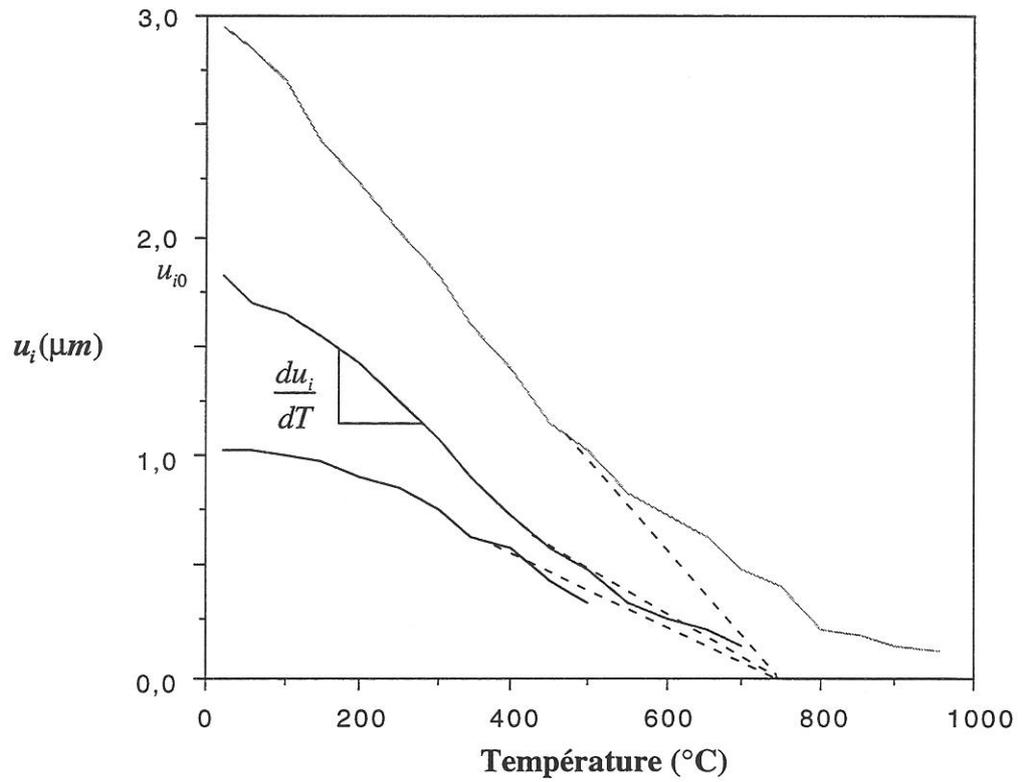


Figure IV.14 : Évolution de l'ouverture des fissures à charge nulle en fonction de la température

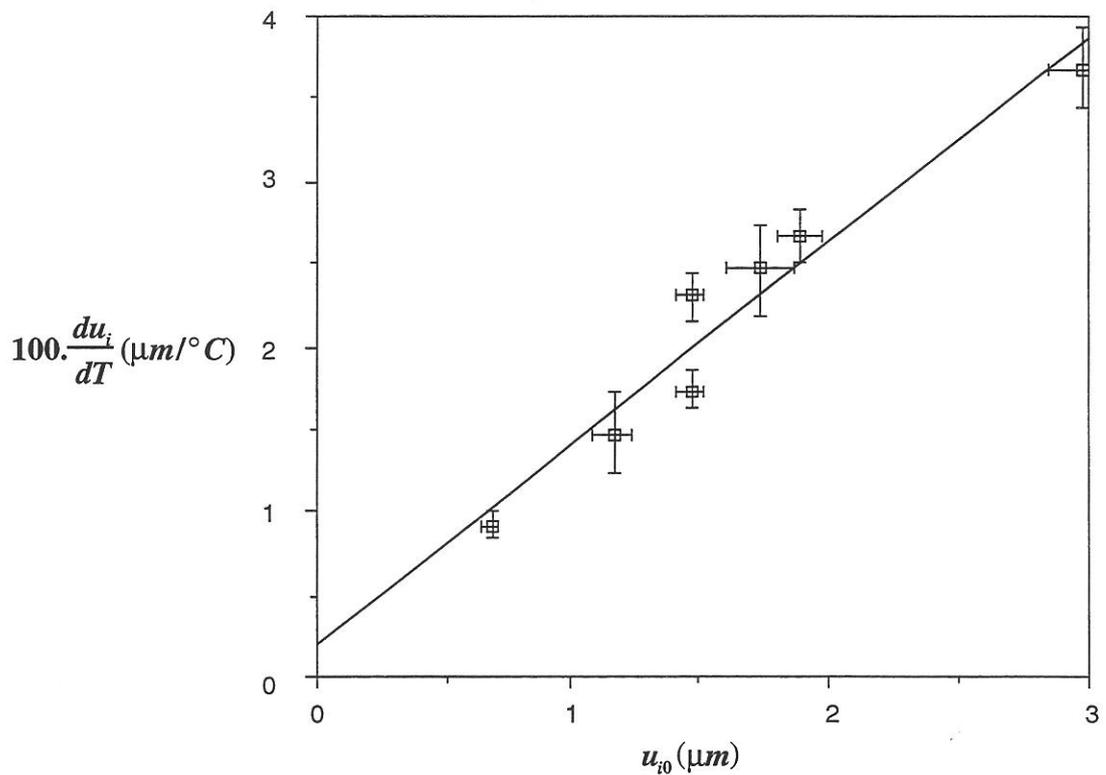


Figure IV.15 :  $\frac{du_i}{dT}$  en fonction de l'ouverture initiale à charge nulle et à température ambiante

l'expression (II.27). La **fermeture des fissures s'effectue linéairement en fonction de la température**. Ce phénomène a déjà été observé sur un composite 2D C/SiC [44]. La pente  $\left(\frac{\partial u_i}{\partial T}\right)_F$  est fonction de l'ouverture initiale à température ambiante (fig. IV.15). A partir des équations (II.25) et (II.26) :

$$\frac{\partial}{\partial u_{i0}} \left( \frac{\partial u_i}{\partial T} \right)_F = \frac{\alpha_m - \alpha_f}{M_0} \quad (\text{IV.6})$$

Ce terme est égal  $1,32 \cdot 10^{-3} \text{°C}^{-1}$ . La valeur donnée par la pente de la courbe de la figure IV.15 est  $1,22(0,28) \cdot 10^{-3} \text{°C}^{-1}$ .

A charge donnée, les fissures se referment de manière linéaire lorsque la température augmente (fig. IV.16). Pour une ouverture initiale donnée, la pente est identique d'une charge à l'autre. La relation existant entre la charge appliquée et la température de fermeture est déterminée à partir de l'ordonnée à l'origine de la droite  $u_i = f_F(T)$  de la figure IV.16. La figure IV.17 montre qu'elle est correctement décrite par le modèle. En effet, à partir des équations (II.26) et (II.28), on obtient :

$$\frac{\partial F^*}{\partial T} = \frac{\alpha_m - \alpha_f}{C_f} \quad (\text{IV.7})$$

Ce terme est égal à  $0,084 \text{ N/°C}$ . La valeur donnée par la pente de la courbe de la figure IV.17 est  $0,061(0,008) \text{ N/°C}$ . Ceci est confirmé par des essais de traction sans observation effectués sur minicomposites dans le chapitre VI.

Pour des températures inférieures à  $900 \text{°C}$ , l'évolution de l'ouverture des fissures en fonction de la force reste linéaire, la pente reste identique, seule l'ordonnée à l'origine diminue (fig. IV.18). En revanche, pour des température supérieures à  $900 \text{°C}$  et pour une charge supérieure à  $F^*$ , la pente des droites  $u_i = f_T(F)$  a tendance à diminuer. Ceci indique que la longueur ineffective diminue, ce qui est confirmé par la figure IV.19. En effet, pour ces températures proches de la température d'élaboration, la matrice frette de nouveau les fibres. Il en résulte que la matrice est rechargée sur une longueur plus faible.

#### IV.5 - Conclusion

L'étude des ouvertures de fissures à température ambiante et à charge nulle permet d'en établir l'histogramme. Cet histogramme n'est pas de forme symétrique autour de la

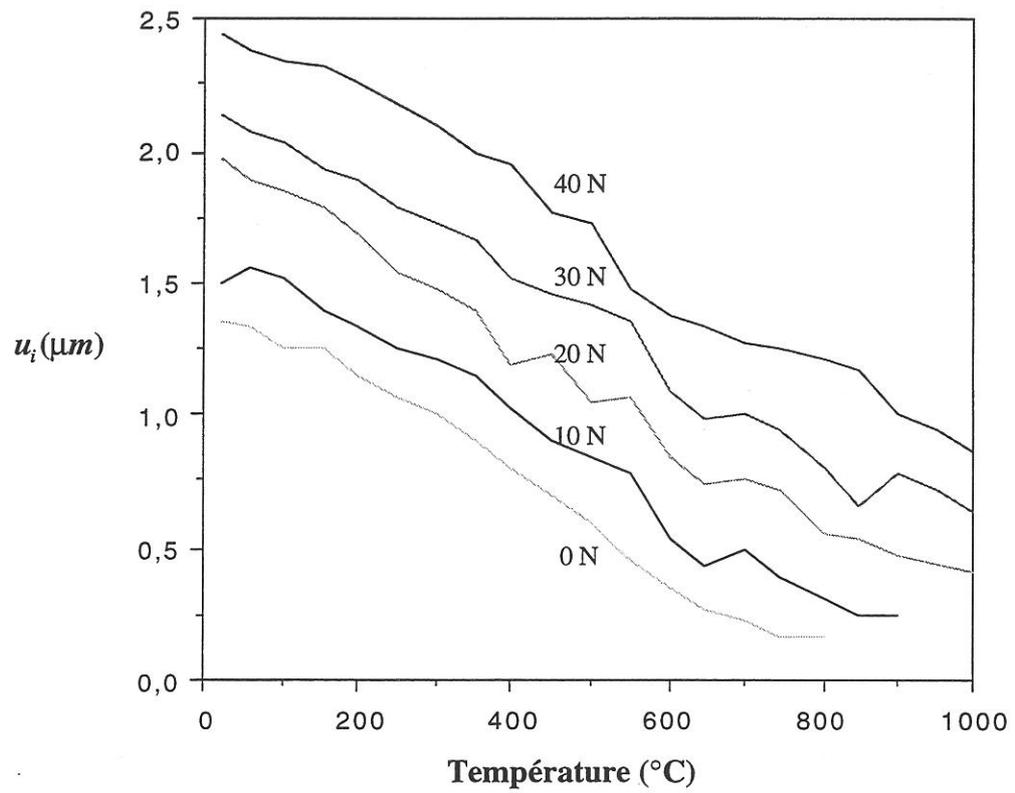


Figure IV.16 : Ouverture des fissures en fonction de la température pour différentes charges

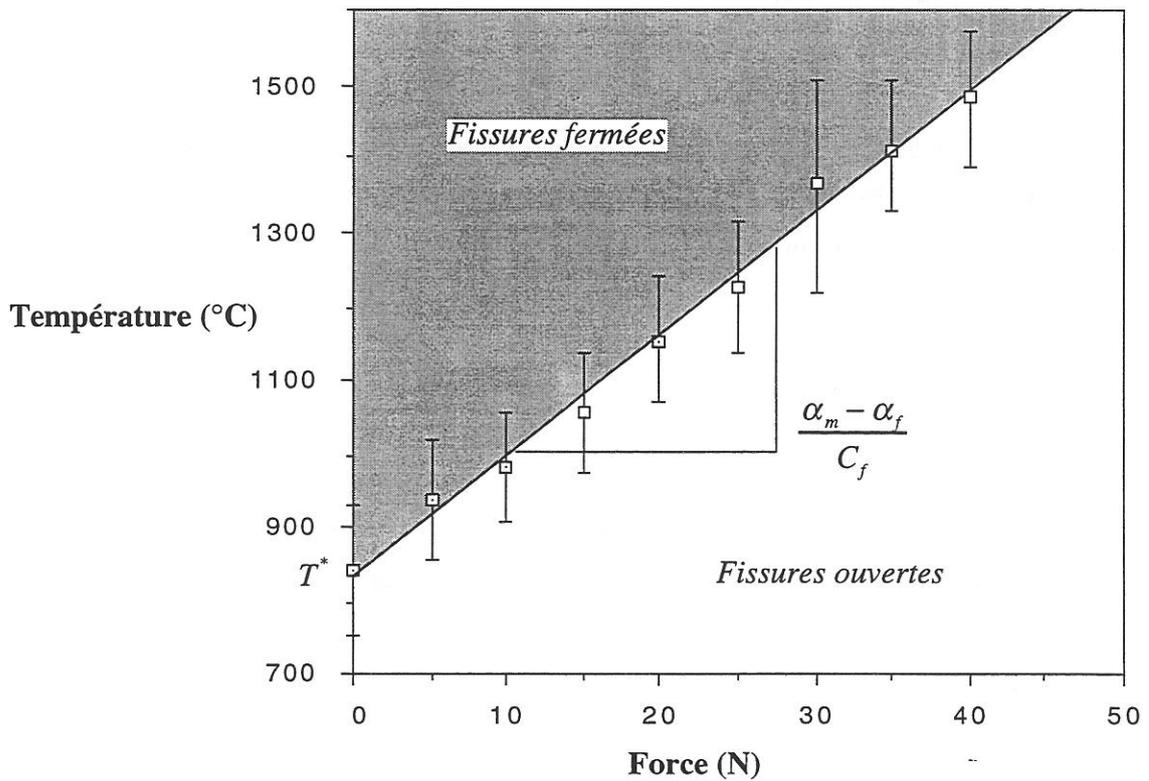
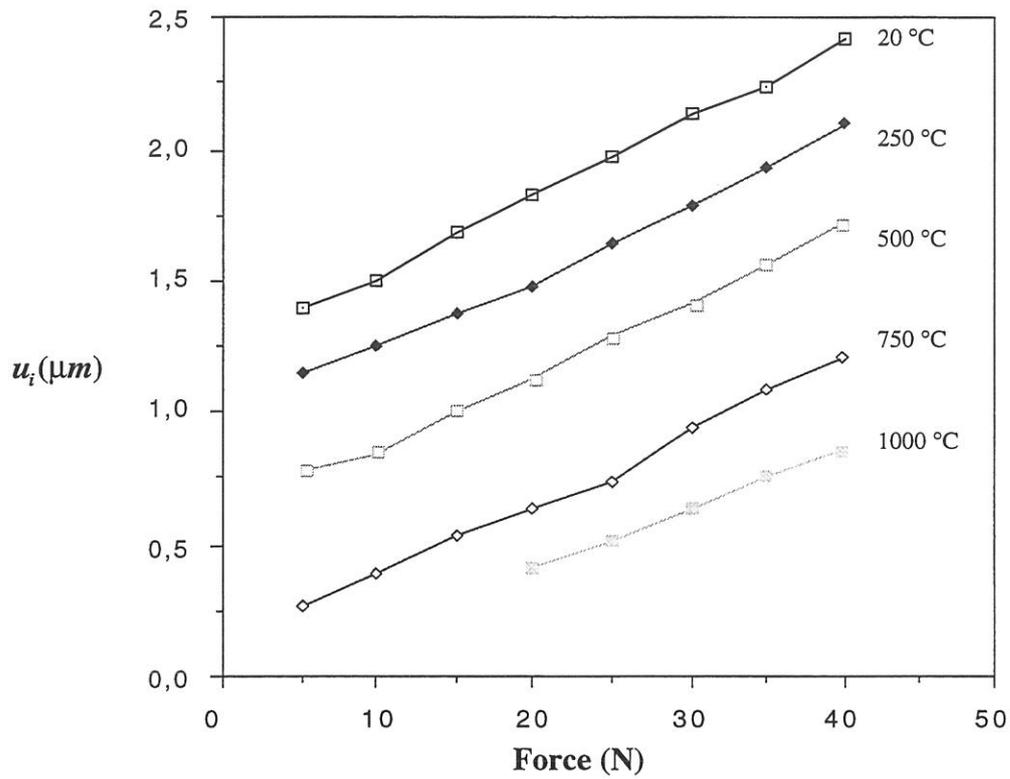
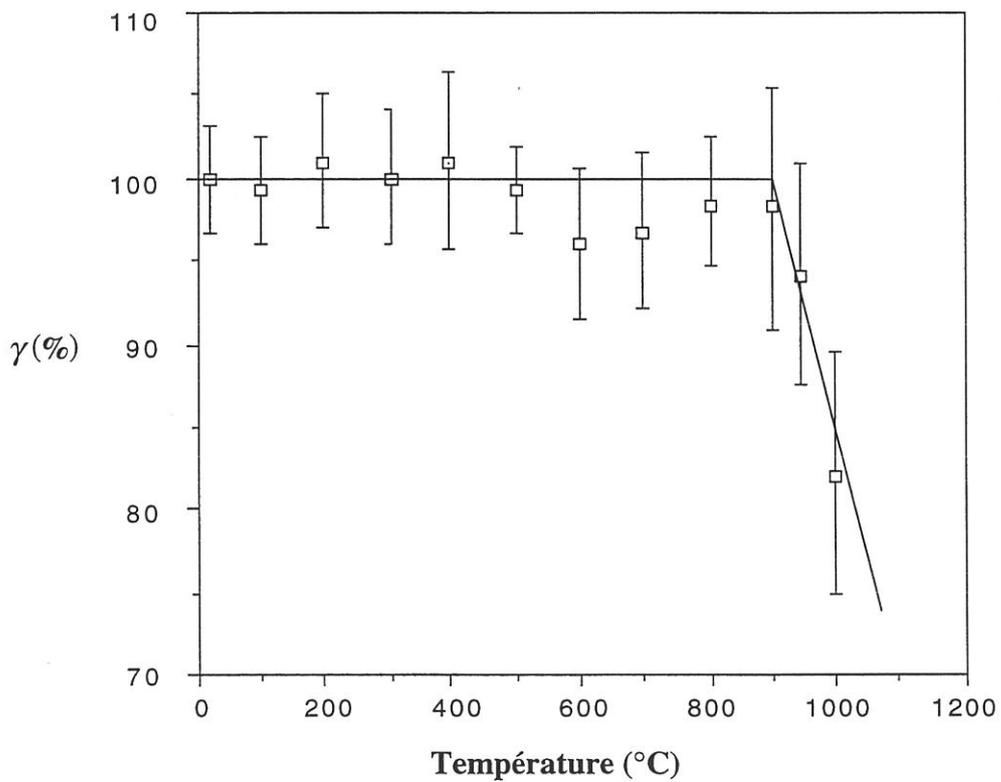


Figure IV.17 : Relation entre la charge appliquée et la température de refermeture des fissures : définition du domaine où les fissures sont ouvertes



**Figure IV.18 : Ouverture des fissures au cours de tractions monotones effectuées à différentes températures**



**Figure IV.19 : Évolution de la longueur ineffective avec la température**

valeur moyenne mais s'étend vers les grandes valeurs. La qualité de l'infiltration détermine la valeur moyenne et la forme. Cette étude sert de base pour la connaissance de la distribution des ouvertures de fissures sous charge et en température, indispensable pour la prévision des durées de vie.

Il est apparu que l'ouverture des fissures à saturation est proportionnelle à la distance inter fissures. Le terme de proportionnalité est conditionné par le frottement interfacial. Pour le système C/C/SiC, la valeur de ce terme est caractéristique d'un frottement faible.

Les essais de traction à température ambiante ont permis d'observer les phénomènes locaux de progression de décohésion et d'interaction entre fissures voisines. Ces phénomènes ont cependant un effet négligeable sur la valeur moyenne d'ouverture de fissure. Pour un minicomposite saturé, l'évolution de l'ouverture des fissures en fonction de la charge est décrite par une loi linéaire. En revanche, le phénomène de multifissuration induit une évolution non linéaire de l'ouverture moyenne des fissures. Malgré tout, en considérant que l'ouverture des fissures augmente linéairement, et en introduisant le modèle de prévision du nombre de fissures, l'évolution de l'ouverture totale de fissure décrit correctement la courbe expérimentale.

Les essais en température (jusqu'à 1000°C) et sous charge ont permis de valider le modèle et de confirmer les résultats obtenus lors d'essais à haute température sans suivi de l'ouverture des fissures. A charge nulle, les fissures se referment de façon quasiment linéaire en fonction de la température, la fermeture ayant lieu à 783 (60)°C et ceci quelle que soit l'ouverture initiale, la pente étant proportionnelle à l'ouverture initiale à température ambiante. Le même phénomène a été observé sur l'évolution de l'ouverture des fissures en fonction de la charge pour différentes températures. L'évolution est linéaire et la pente est proportionnelle à l'ouverture initiale pour des températures inférieures à la température d'élaboration. Au delà, la pente semble diminuer du fait du freinage de la matrice sur les fibres. La température de fermeture des fissures pour différentes charges a été estimée et est en accord avec les prévisions théoriques.

L'approche théorique a donc été validée, elle sert à la description du comportement en traction et en température de minicomposites C/C/SiC et SiC/SiC. Enfin ce travail est à l'origine de l'étude de la durée de vie de minicomposites C/C/SiC en température et sous atmosphère oxydante.

*Chapitre V*

*COMPORTEMENT MÉCANIQUE À TEMPÉRATURE AMBIANTE DE  
COMPOSITES À MATRICE CÉRAMIQUE UNIDIRECTIONNELS*



## V - COMPORTEMENT MÉCANIQUE À TEMPÉRATURE AMBIANTE DE COMPOSITES À MATRICE CÉRAMIQUE UNIDIRECTIONNELS

### V.1 - Introduction

Dans les chapitres précédents, un modèle de comportement thermomécanique a été proposé. Ce modèle s'appuie sur la description du phénomène essentiel de la multifissuration matricielle. Ce modèle inclut le rôle des contraintes résiduelles d'origine thermique, dérivant de la différence entre les coefficients de dilatation des fibres et de la matrice. Un paramètre  $l$  appelé longueur ineffective a été défini pour décrire le domaine situé de part et d'autre des fissures matricielles sur lequel la matrice n'aurait plus aucun rôle mécanique.

Le modèle a été validé à température ambiante par le suivi in situ de l'évolution du nombre de fissures en fonction de la contrainte matricielle. Puis il a permis de déterminer fidèlement l'ouverture des fissures en fonction de la charge et de la température. Dans le présent chapitre, on applique cette approche afin de décrire le comportement en traction à température ambiante de matériaux composites à matrice céramiques unidirectionnels. Une confrontation entre simulation et résultats expérimentaux est effectuée à partir de minicomposites C/SiC et SiC/SiC.

Les calculs ont été effectués à l'aide des grandeurs thermomécaniques regroupées dans le tableau I.5. Les données morphologiques sont issues des tableaux I.7 et I.8. Pour les minicomposites C/C/SiC on utilisera  $M_0 = 0,25 \%$  (cf. chapitre III) et les données du tableau IV.1. Pour les minicomposites SiC/SiC,  $M_0 = -0,05 \%$ , et, à partir des remarques effectuées au chapitre I, on supposera que, pour les deux lots,  $l^* = 71 \mu\text{m}$ . Enfin, la détermination expérimentale de  $\gamma = l/l^*$  n'a pas été effectuée. On supposera, en première approximation, que le rapport  $l/l^*$  est du même ordre de grandeur que pour le C/C/SiC.

## V.2 - État initial avant traction

### V.2.1 - Minicomposites SiC/SiC

L'écart entre les coefficients de dilatation des fibres et de la matrice est faible (tableau I.5) et tend à mettre la matrice en compression. Les minicomposites ne présentent pas de fissures à l'état initial. La raideur en début de traction peut être déterminée à partir de la loi des mélanges [1].

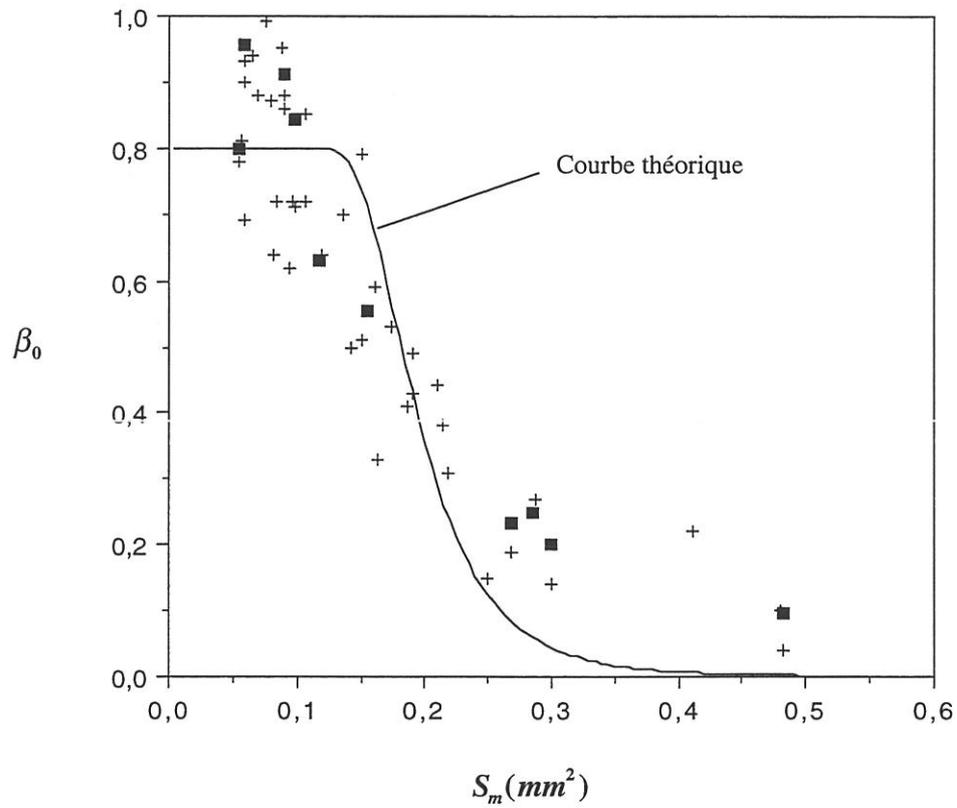
### V.2.2 - Minicomposites C/C/SiC

Concernant les minicomposites C/SiC, l'écart entre les coefficients de dilatation des fibres et de la matrice est tel que la **matrice est en tension à température ambiante. Ces contraintes d'origine thermique peuvent avoir des valeurs proches de la contrainte moyenne de rupture de la matrice SiC. Pour de faibles taux de matrice le matériau est totalement fissuré à température ambiante.** En revanche, pour des **taux de matrice élevés, les contraintes d'origine thermique (expression II.35) restent en deçà de la contrainte moyenne de rupture de la matrice et le matériau est peu endommagé [21].** Sur la figure V.1 est représenté le paramètre d'endommagement en début de traction en fonction de la section de matrice. Ce paramètre a été déterminé à partir de la raideur en début de traction (expression II.51) :

$$\beta_0 = \frac{1}{a} \left( (1+a) \cdot \frac{C_0}{C_f} - 1 \right) \quad (\text{V.1})$$

L'observation sous Microscope Électronique à Balayage de l'état de fissuration des matériaux avant traction confirme que la fissuration est d'autant plus importante que la section de matrice est faible. La figure V.1 présente également les valeurs du paramètre  $\beta_0$ , déterminées à partir de l'ouverture des fissures ramenée à la longueur examinée (cf. chapitre IV, équation (IV.5)) :

$$\beta_0 = \frac{1}{M_0} \cdot \sum \frac{u_{i0}}{L} \quad (\text{V.2})$$



**Figure V.1 : Endommagement initial des C/C/SiC en fonction de la section de matrice évalué à partir de la raideur en début de traction (+) ou à partir de l'ouverture totale de fissure (mesuré avant traction sous M.E.B.) par rapport à la longueur de jauge (■)**

La figure V.1 montre que plus la section de matrice est faible, plus le paramètre d'endommagement  $\beta_0$  tend vers 1, conformément aux calculs de  $\beta_0$  à l'aide de l'équation (II.7), (II.35) et (II.49) pour  $l/l^* = 0,8$ .

### V.3 - Comportement en traction

#### V.3.1 - Relation Émission acoustique - Taux de création de fissure

L'émission acoustique enregistrée au cours de la traction, est un **bon indicateur de l'endommagement**. Un supplément de charge  $\Delta F$  provoque la création d'un certain nombre de fissures, la rupture d'un certain nombre de fibres et des glissements entre fibres et matrice. Ces phénomènes induisent une émission acoustique. Le nombre de coups au cours de la traction est donc comparé au taux théorique de fissures apparues  $\frac{dn}{N.dF}$  déterminé à partir des expressions (II.7) et (II.43) et au taux de fibres rompues  $\frac{d\alpha}{dF}$  déterminé à partir de l'expressions (II.60) (fig. V.2).

Il apparaît sur les figures V.2 et V.3 que le **domaine de forces où le phénomène de multifissuration se produit théoriquement** (fig. V.2) **correspond effectivement à une émission acoustique particulièrement importante** (fig. V.3). De même, le **phénomène de rupture progressive de fibres est repérable par une augmentation de l'émission acoustique en fin de traction**. Pour les minicomposites du lot B, la rupture des fibres s'effectue après saturation en fissures. Les phénomènes de rupture de fibres et de fissuration sont donc distincts et séparables, comme le prévoit le modèle.

#### V.3.2 - Évaluation du domaine de fissuration

La limite élastique et la force à saturation qui bornent la domaine de fissuration ont été calculées à partir des expressions (II.9), (II.10) et (II.43). Il apparaît que le modèle permet de calculer des forces d'apparition des fissures et de saturation qui sont en excellent accord avec les données expérimentales mesurées pour les deux systèmes (C/SiC et SiC/SiC) (fig. V.4). Concernant les C/SiC, il faudrait une section de matrice  $S_m$  supérieure à  $0,4 \text{ mm}^2$  pour que le minicomposite ne soit pas fissuré initialement. De même, les C/SiC sont saturés avant traction pour des sections de matrice inférieures à

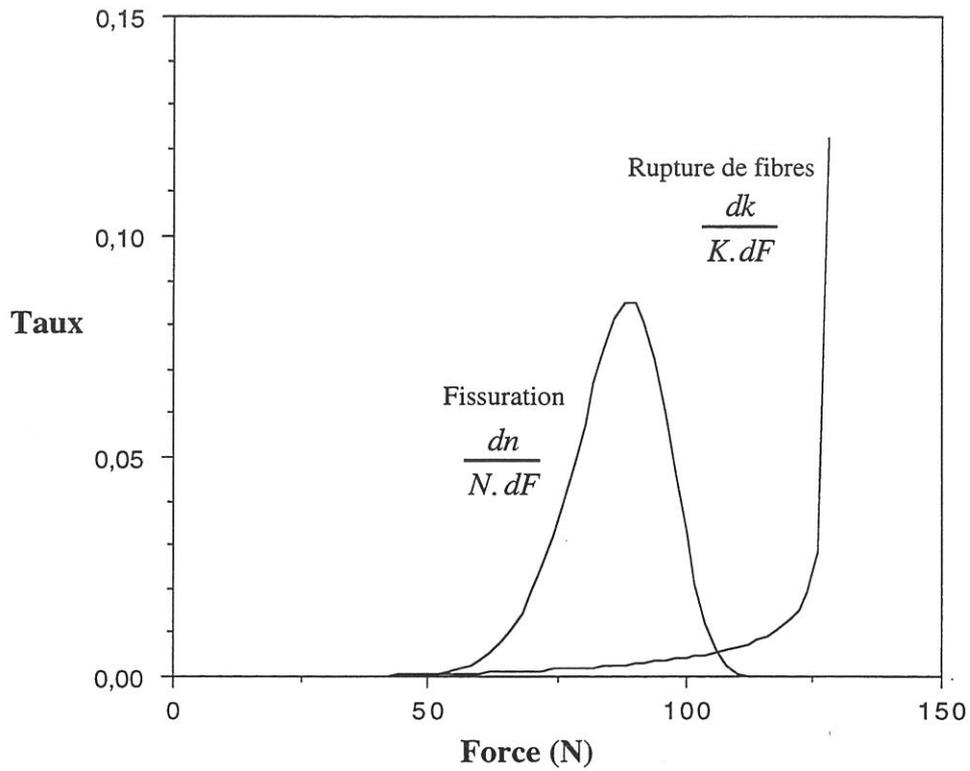


Figure V.2 : SiC/SiC lot B : Taux de création de fissures et taux de rupture individuelles des fibres au cours de la traction (théorique).

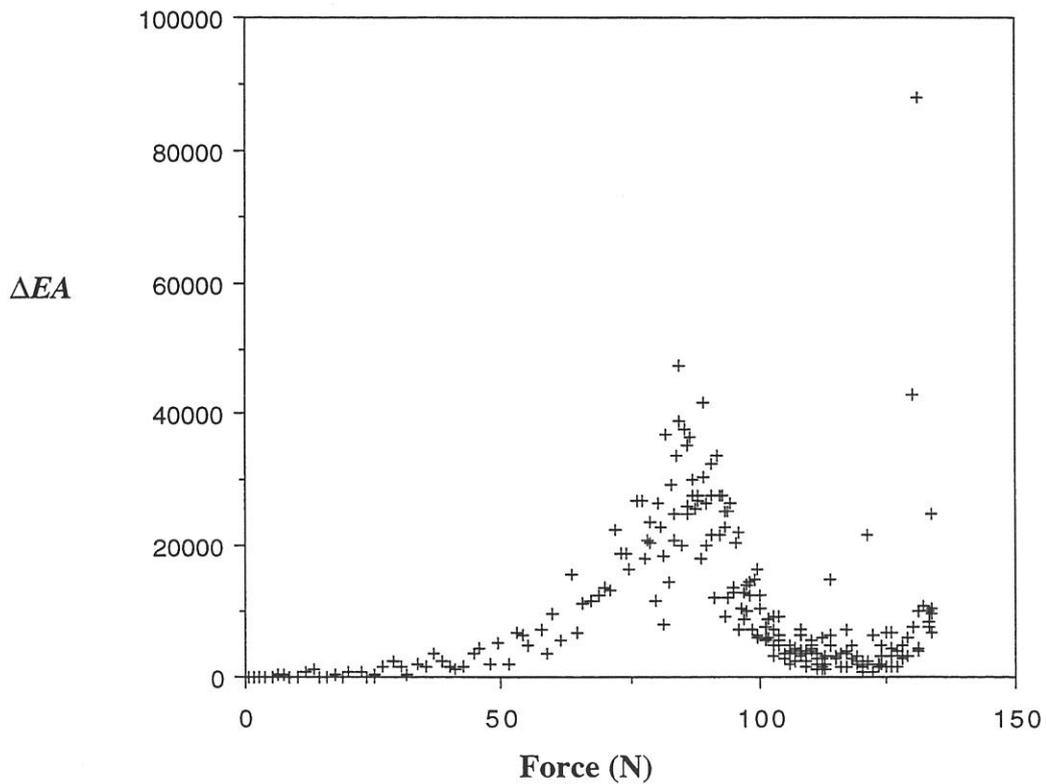
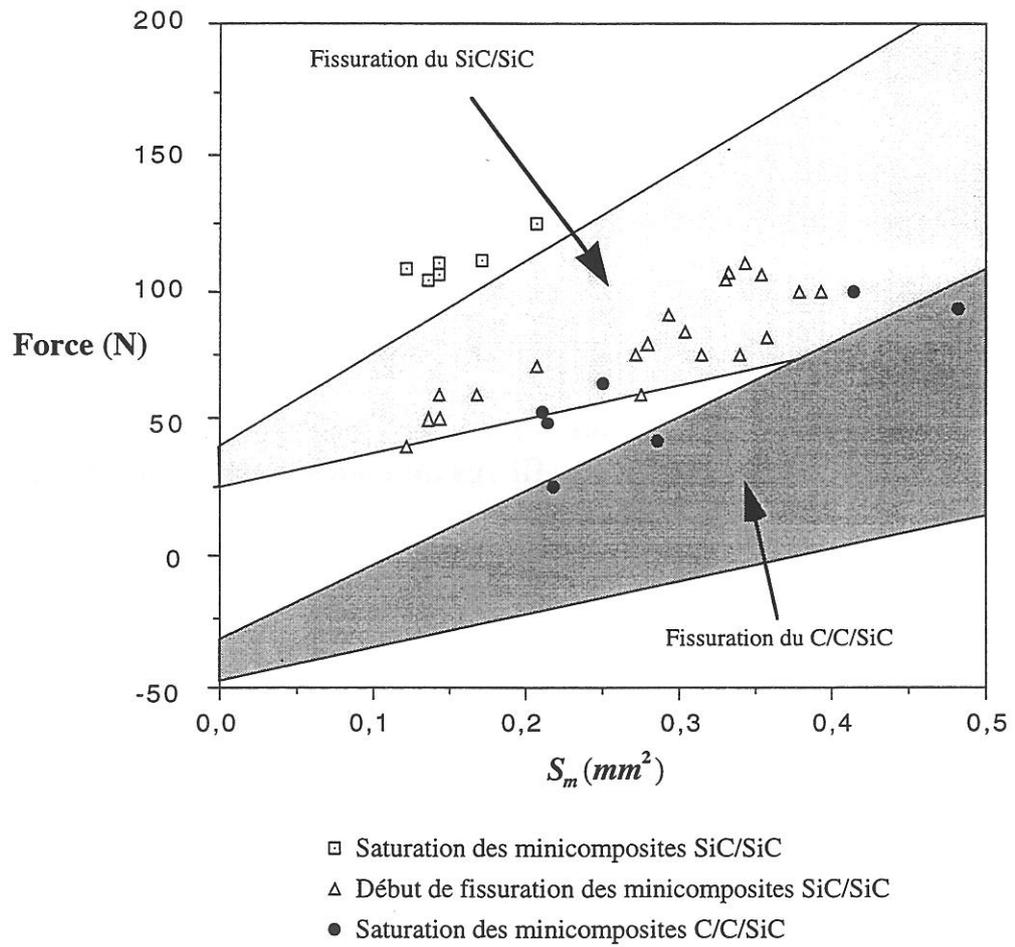


Figure V.3 : SiC/SiC lot B : émission acoustique au cours de la traction



**Figure V.4 : Détermination expérimentale et théorique du domaine de fissuration en fonction de la section de matrice**

0,15 mm<sup>2</sup>. En outre, il apparaît que le domaine de force où se produit la fissuration est d'autant plus étendu que la section de matrice est élevée.

### V.3.3 - Évolution de l'allongement résiduel et de la raideur

Les cycles de décharge-recharge permettent de déterminer la raideur et l'allongement résiduel au cours des essais de traction. Les cycles présentent un hystérésis. Les grandeurs sont déterminées à partir de la tangente de la courbe à la recharge, juste avant la reprise de l'endommagement. Les figures V.5 et V.6 montrent les courbes de traction cyclées respectivement d'un minicomposite SiC/SiC du lot B et d'un minicomposite C/C/SiC de la famille 3. En ce qui concerne les cycles de charge-décharge, il apparaît une importante différence entre les deux systèmes : pour le minicomposite SiC/SiC, l'allongement résiduel déterminé à partir de la tangente à la recharge avant reprise de l'endommagement est légèrement négatif, tandis que, pour le minicomposite C/C/SiC, il est clairement positif. Ces tendances correspondent avec l'allongement résiduel déterminé à partir de l'expression (II.53) pour les valeurs respectives de  $M_0$  des deux systèmes.

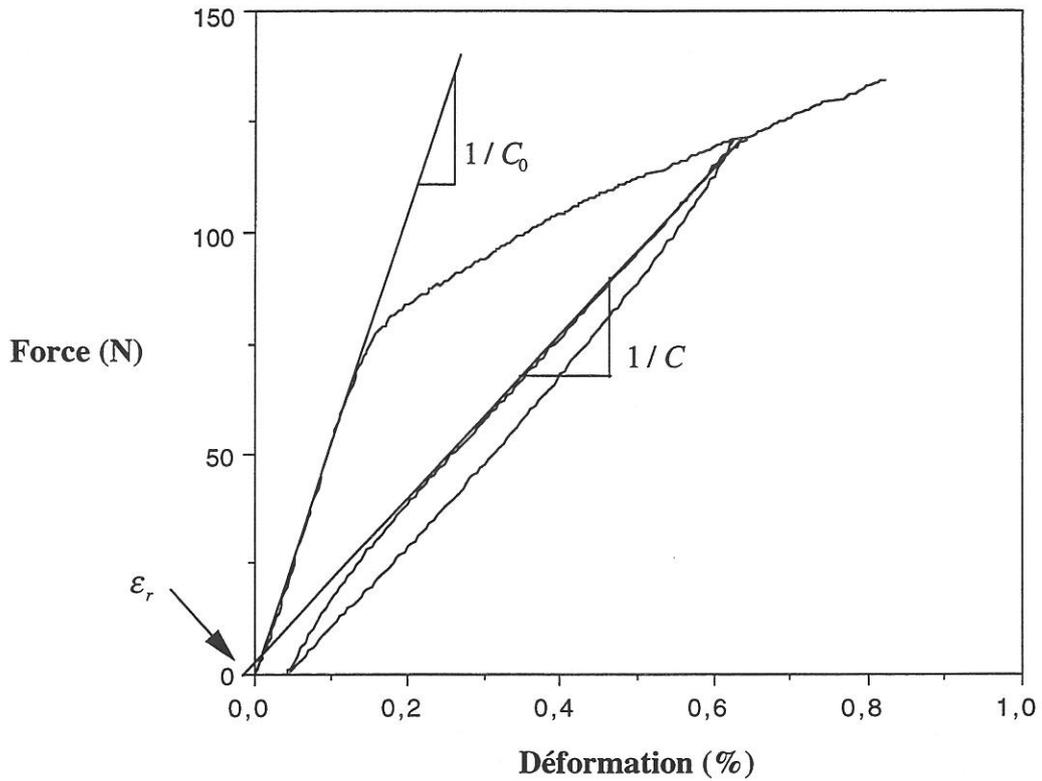
Les courbes d'allongement résiduel en fonction de la complaisance  $C$  obtenues pour les SiC/SiC et C/SiC (fig. V.7) sont linéaires en première approximation conformément à l'équation (II.54). Le phénomène de rupture des fibres étant sensible uniquement en fin de traction. La pente de ces droites permet d'estimer le terme  $M_0$ . Pour les minicomposites C/SiC, on obtient  $M_0 = 0,23\%$  et pour les minicomposites SiC/SiC, on obtient  $-0,08\%$ . Ces valeurs sont en accord avec les coefficients de dilatation des différents matériaux des deux systèmes (tableau I.5).

De même, le modèle permet de prévoir l'évolution au cours de la traction du module d'Young à partir de l'expression (II.51) (fig. V.8 - V.10) et de l'allongement résiduel à partir de l'expression (II.53) (fig. V.11). Les figures V.8 - V.11 montrent que les résultats du calcul sont en bon accord avec les données expérimentales.

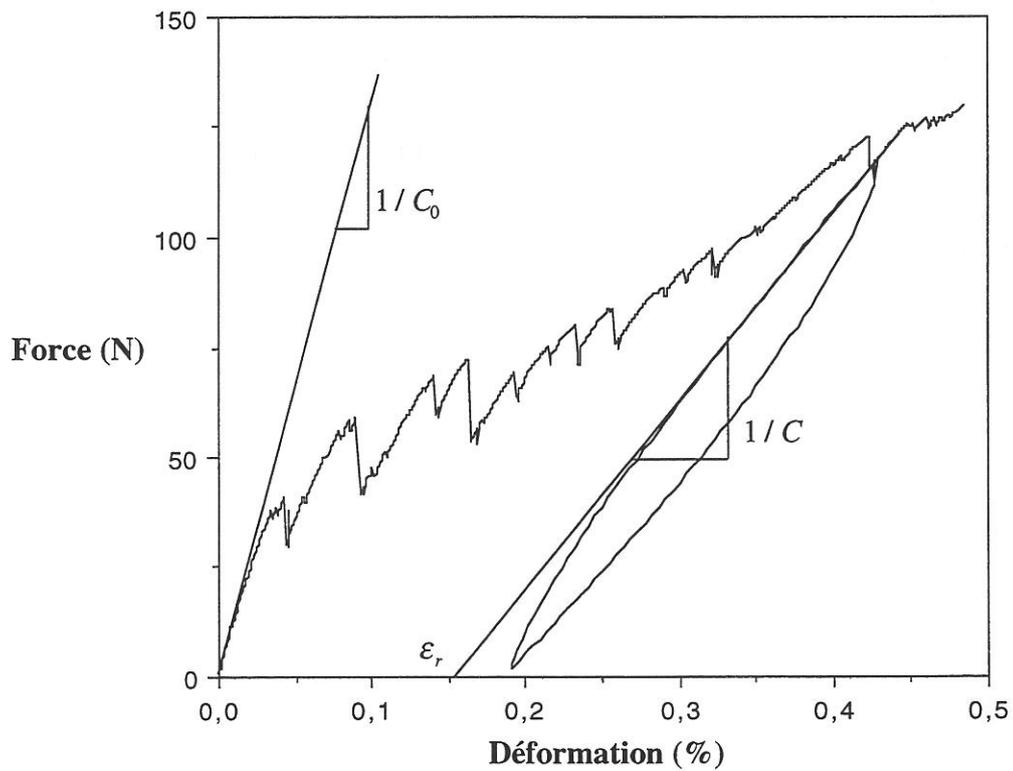
### V.3.4 - Courbes de comportement $F - \epsilon$

#### V.3.4.1 - Minicomposites SiC/SiC

Au cours de la traction la matrice se fissure. Au droit des fissures matricielles, on considère que les fibres sont indépendantes les unes des autres, étant données la faible



**Figure V.5: Courbe de traction d'un minicomposite SiC/SiC du lot B méthode de détermination de la raideur et de l'allongement résiduel**



**Figure V.6 : Courbe de traction d'un minicomposite C/C/SiC du cas 3 méthode de détermination de la raideur et de l'allongement résiduel**

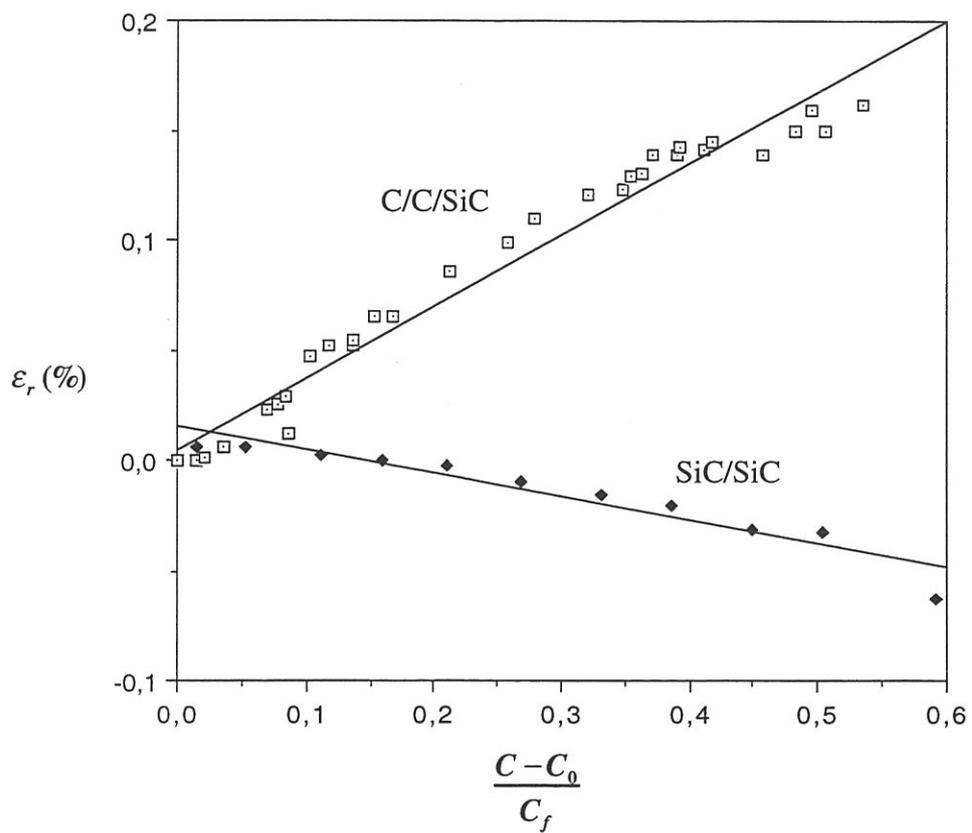
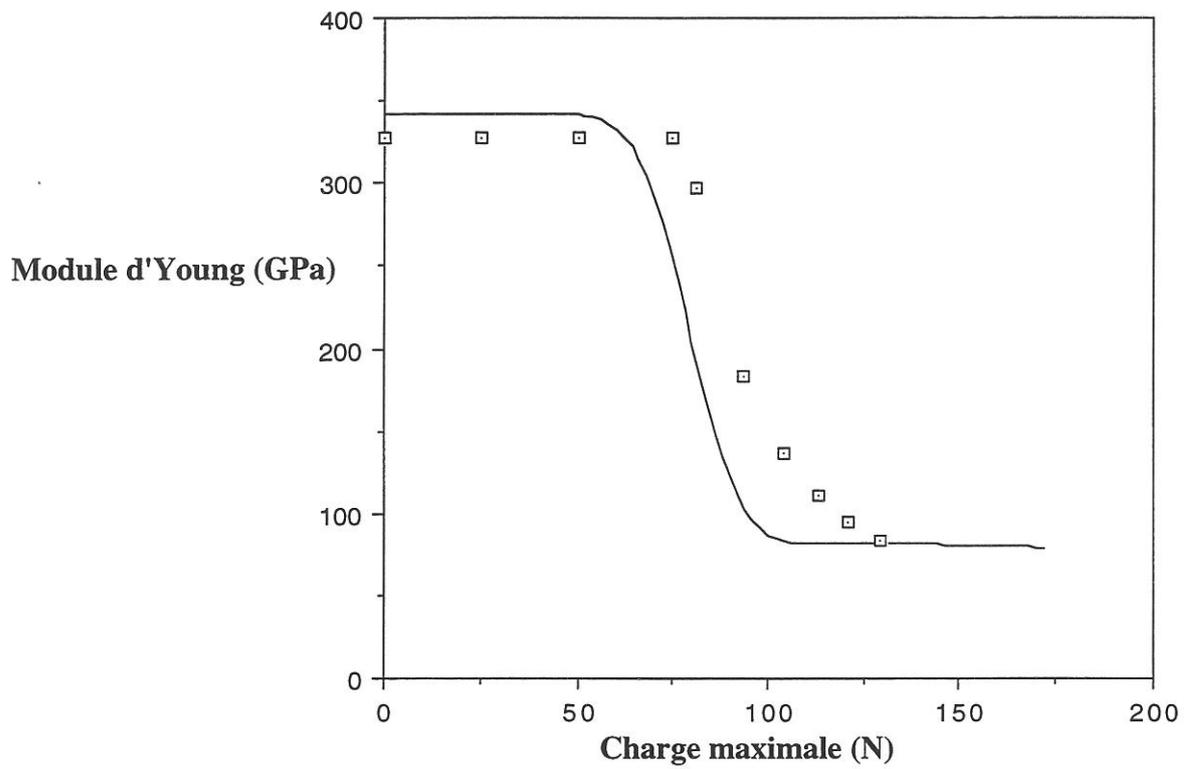
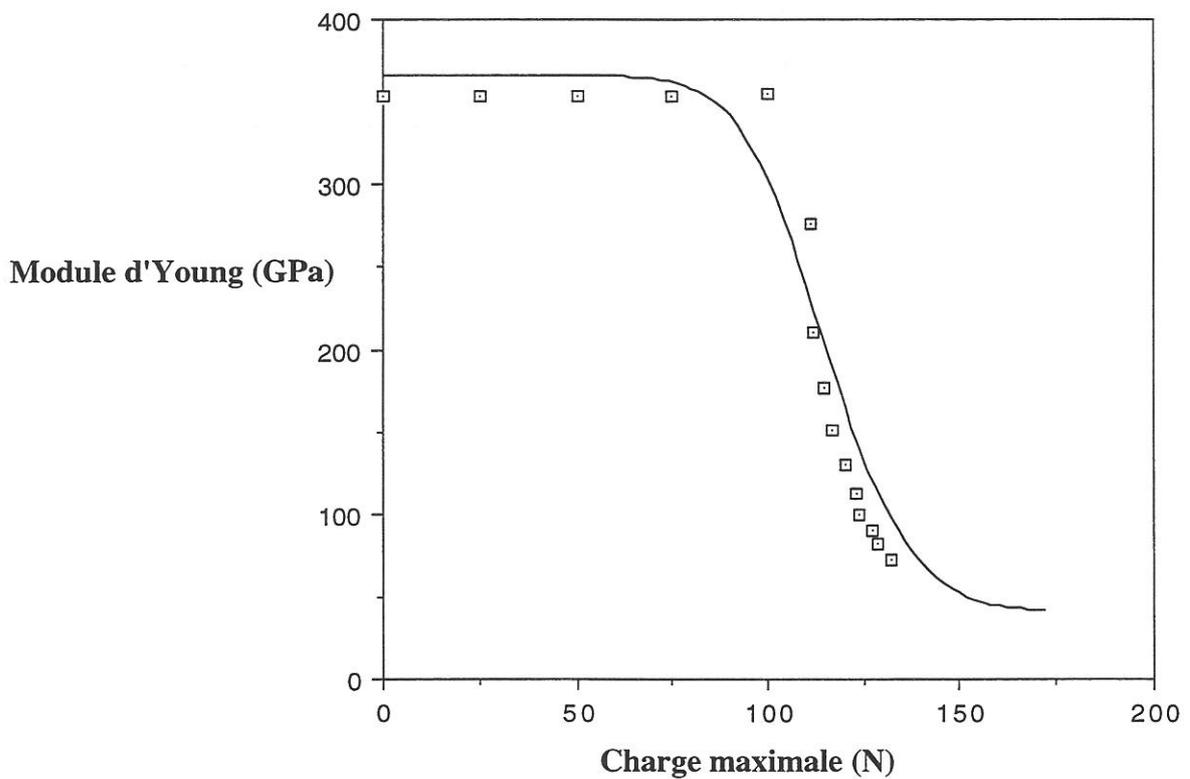


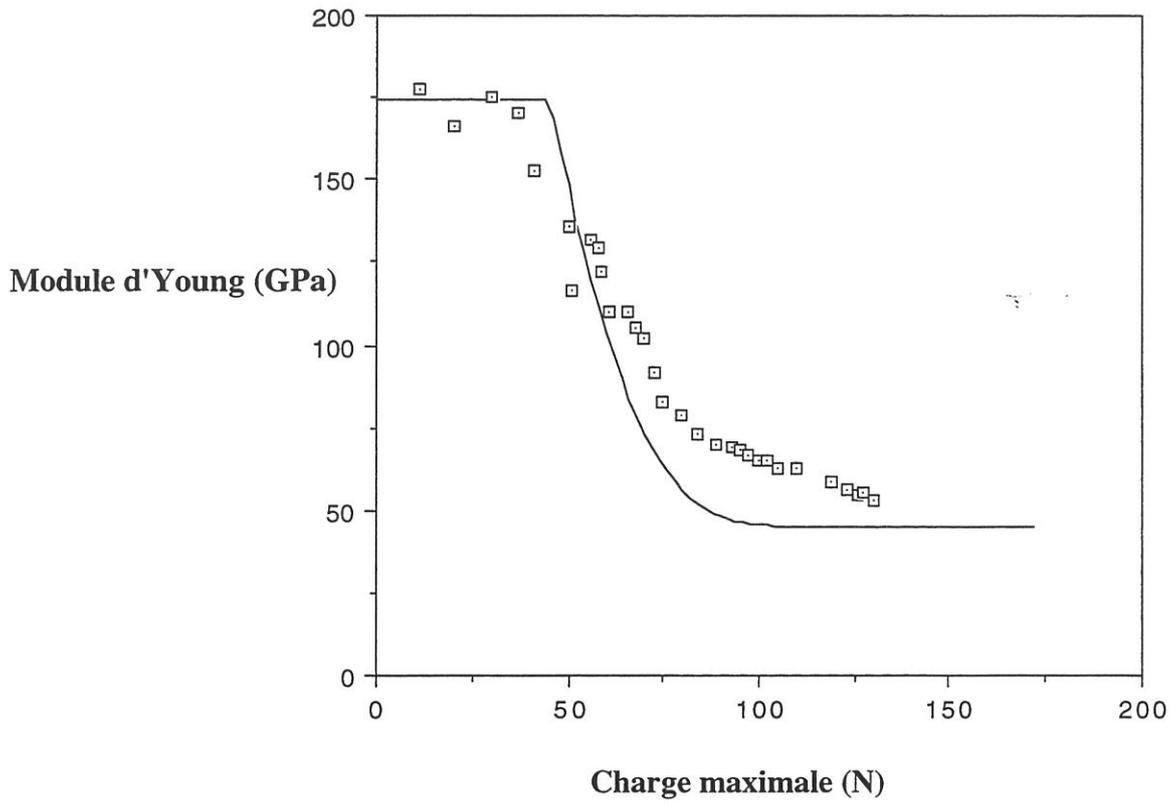
Figure V.7 : Évolution de la déformation résiduelle en fonction de la complaisance  $C$  au cours de la traction de SiC/SiC et de C/C/SiC



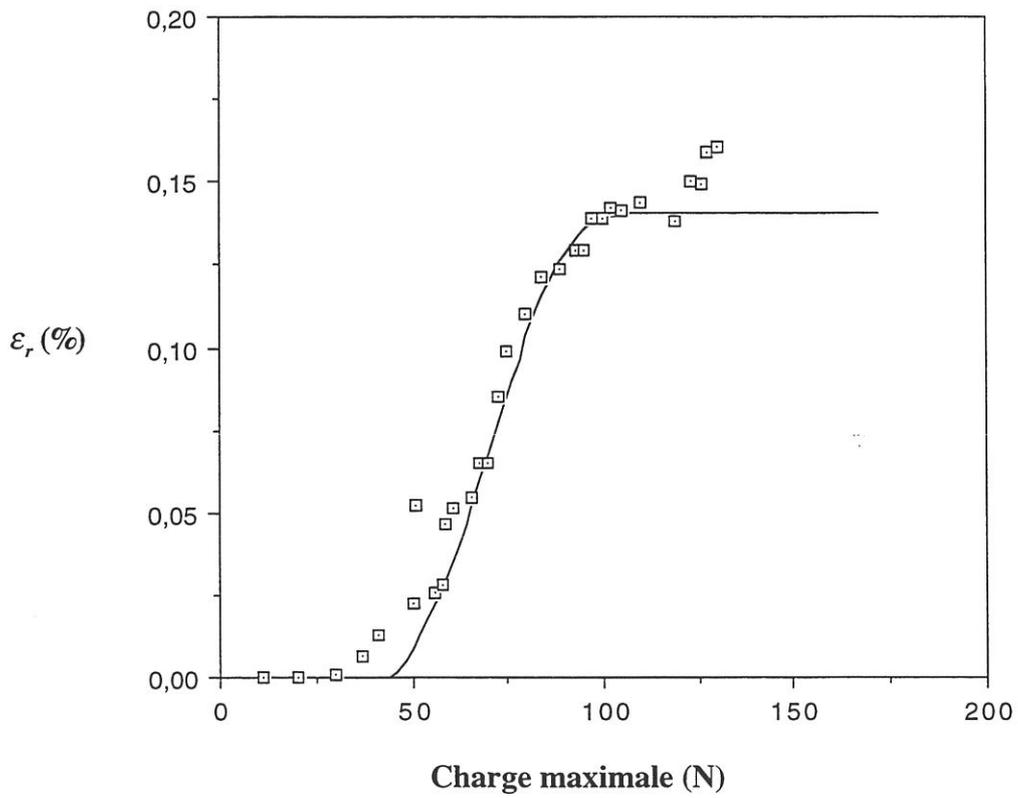
**Figure V.8 : SiC/SiC lot B : évolution du module d'Young au cours de la traction, comparaison du modèle et des mesures**



**Figure V.9 : SiC/SiC lot C : évolution du module d'Young au cours de la traction, comparaison du modèle et des mesures**



**Figure V.10 : C/C/SiC cas 3 : évolution du module d'Young au cours de la traction, comparaison du modèle et des mesures**



**Figure V.11 : C/C/SiC cas 3 : évolution de la déformation résiduelle au cours de la traction, comparaison du modèle et des mesures**

épaisseur de l'interphase ( $\approx 0,1 \mu\text{m}$  qui implique que les fibres ne sont pas liées entre elles par l'interphase) et la présence de décohésion. La rupture successive des fibres est donc introduite.

Les courbes de comportement des minicomposites SiC/SiC du lot B (fig. V.12 a) et C (fig. V.13 a) ont été calculées à l'aide du modèle. Il s'avère que ces courbes prévoient correctement le comportement observé expérimentalement (respectivement fig. V.12 b et V.13 b).

#### V.3.4.2 - Minicomposites C/C/SiC

Concernant les minicomposites C/C/SiC, les fibres sont liées les unes aux autres par l'interphase de pyrocarbone et la décohésion est située à la périphérie du fil. La rupture progressive des fibres au niveau des zones de décohésion n'est donc pas introduite.

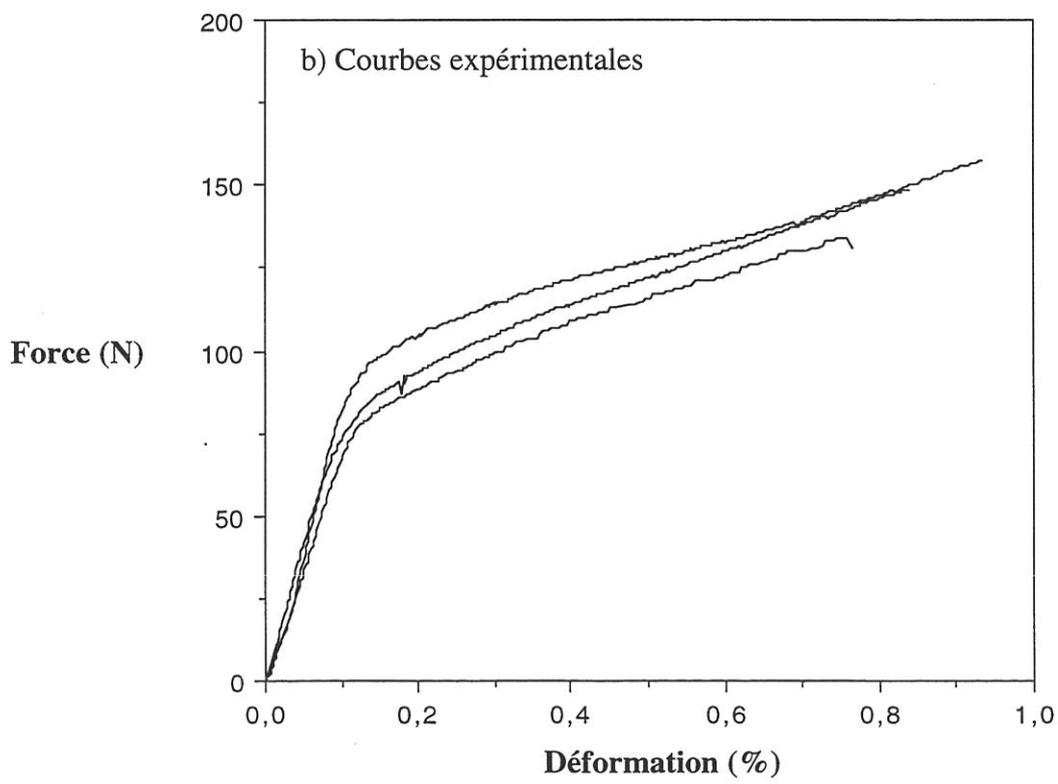
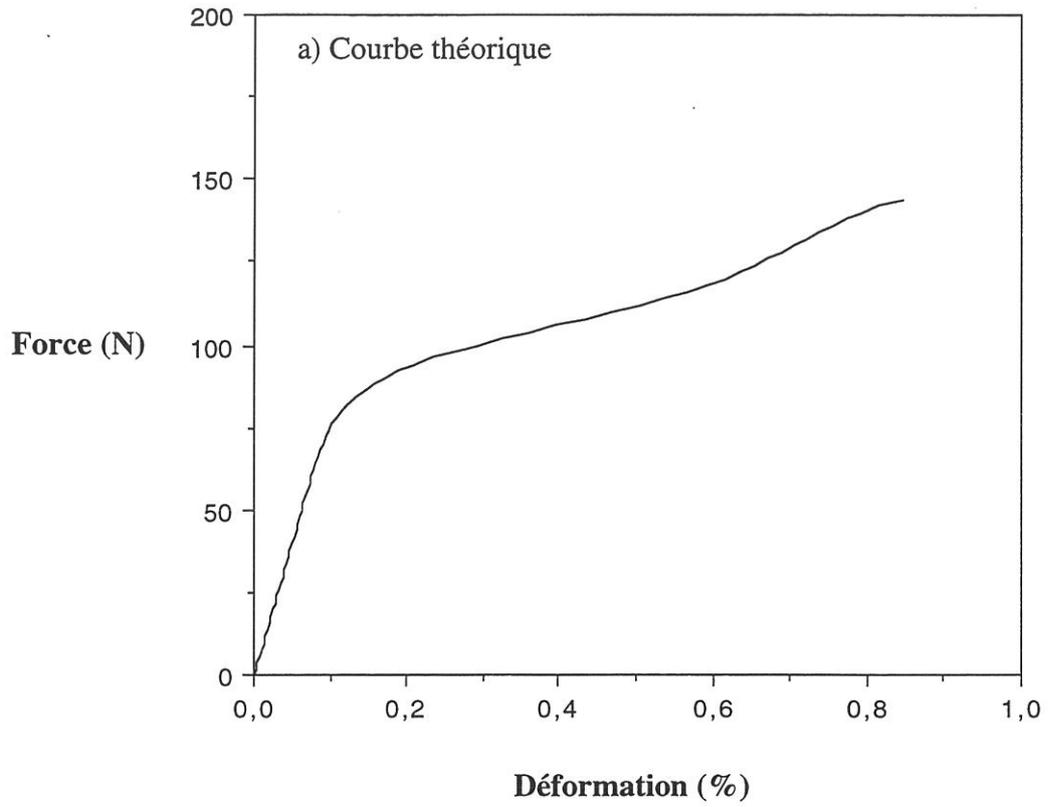
Le modèle prévoit, pour de faibles sections de matrice (familles 1 et 2), que la saturation est atteinte avant la traction, le comportement est alors linéaire élastique avec une raideur proche de celle du C/C (fig. V.14).

En revanche pour des sections importantes de matrice (famille 3), la saturation en fissures n'est pas atteinte, l'endommagement survenu au cours du refroidissement conditionne la raideur initiale. Au cours de la traction, la fissuration reprend. Le domaine de fissuration est bien décrit par le modèle, cependant l'allongement à saturation est surestimé (fig. V.15). L'imprécision sur la valeur des paramètres (notamment sur  $\gamma$ ) est responsable de cet écart.

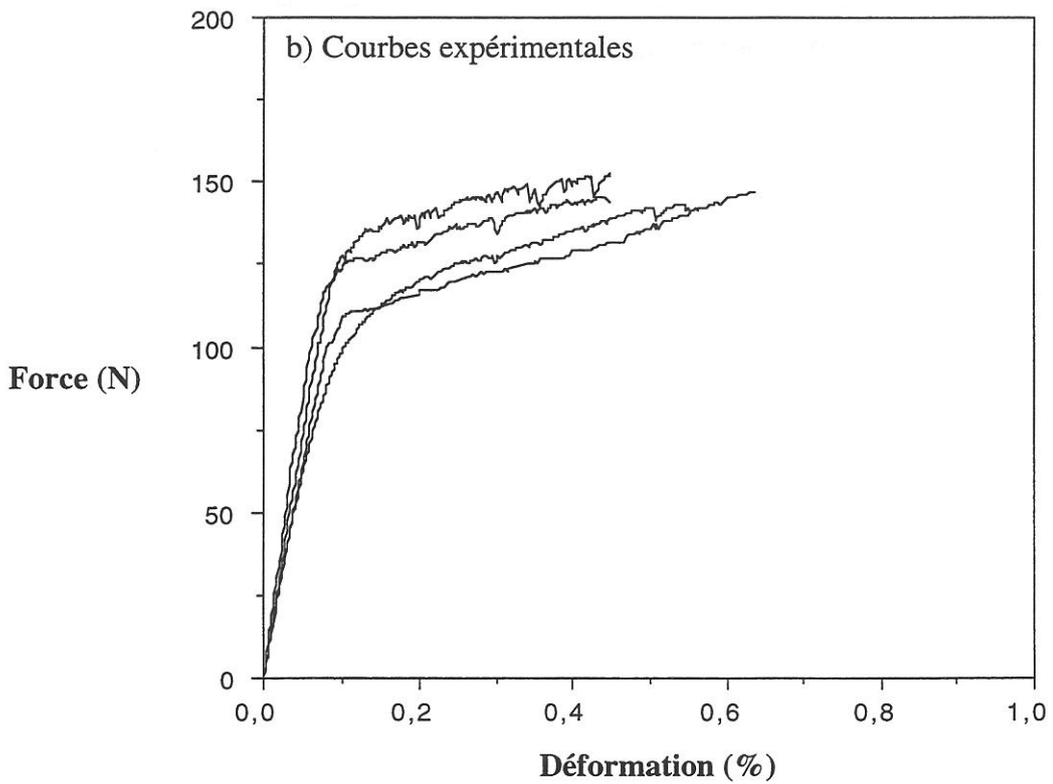
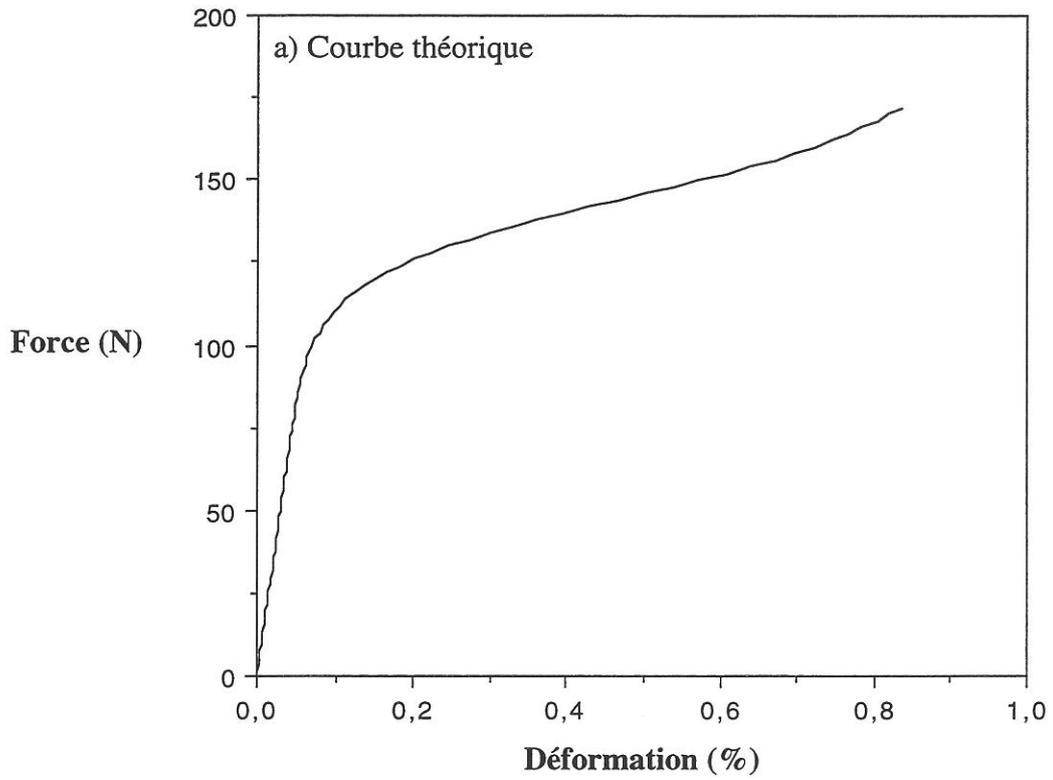
## V.4 - Conclusion

Le modèle de comportement thermomécanique des composites à matrice céramique a été appliqué pour décrire le comportement en traction, à température ambiante de minicomposites C/C/SiC et SiC/SiC.

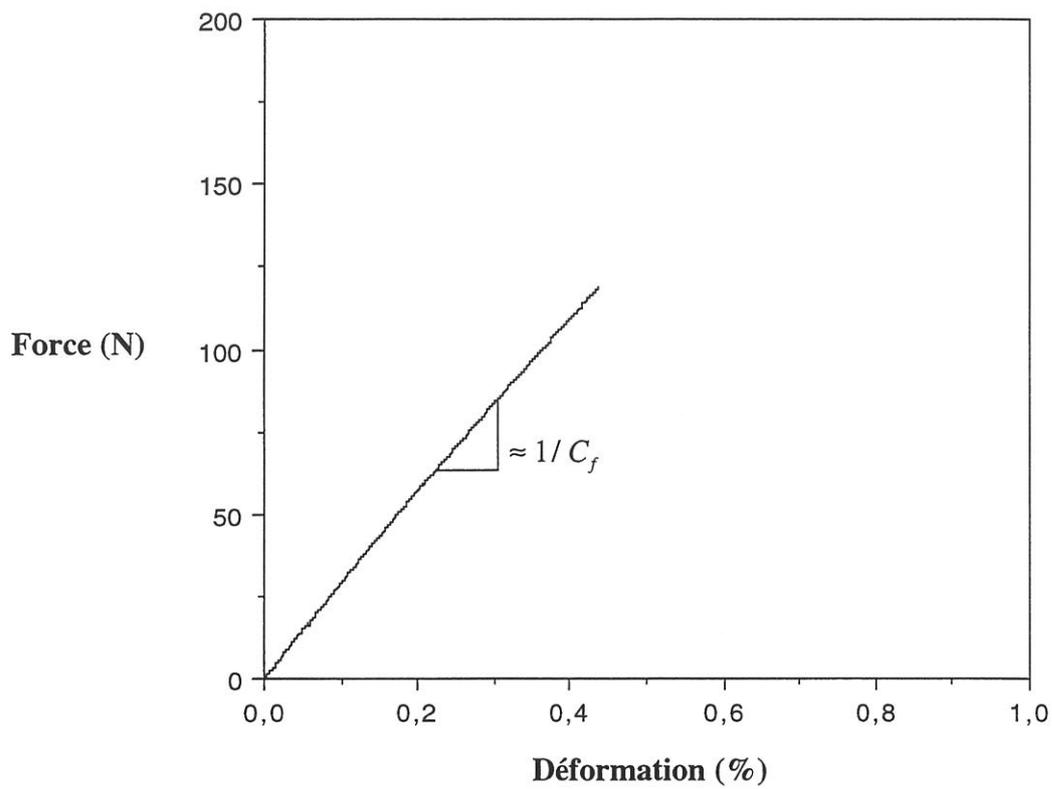
La prévision de l'état d'endommagement initial avant traction est parfaitement vérifiée expérimentalement. En effet, l'endommagement initial est directement lié aux contraintes d'origine thermique. Elles sont conditionnées d'une part, par la différence de



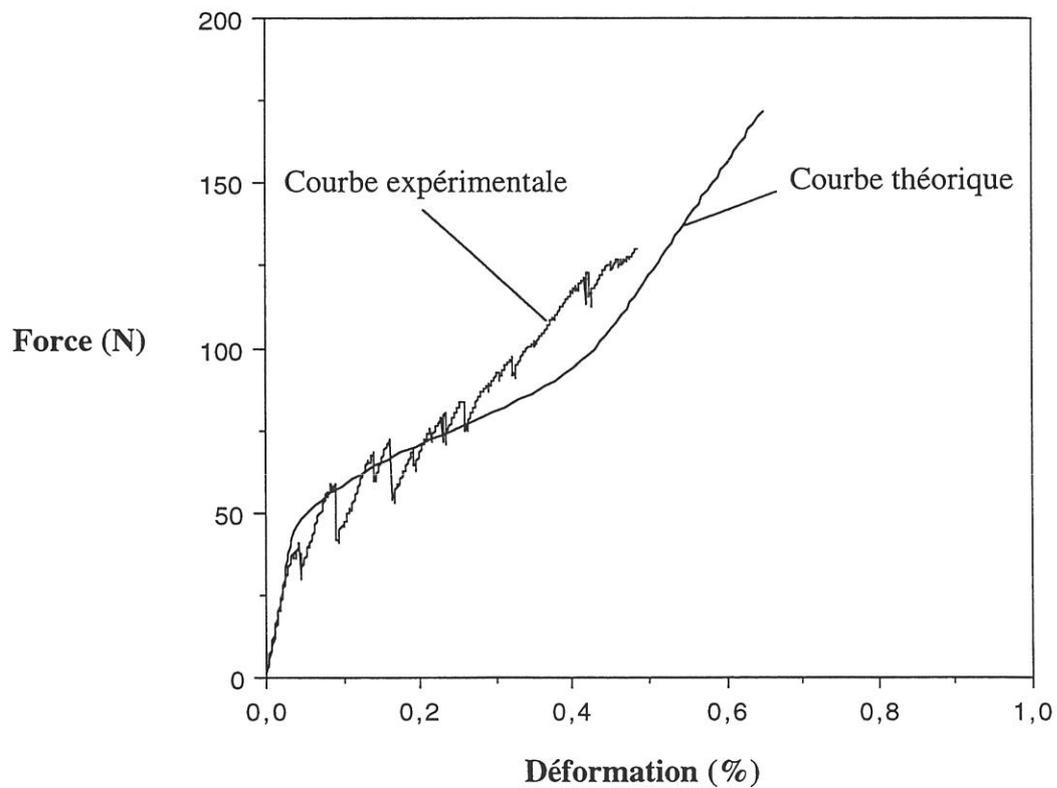
**Figure V.12 : SiC/SiC lot B : courbes de traction à température ambiante, comparaison du modèle à l'expérience**



**Figure V.13 : SiC/SiC lot C : courbe de traction à température ambiante, comparaison du modèle à l'expérience**



**Figure V.14 : C/C/SiC famille 2 : courbe expérimentale de traction à température ambiante**



**Figure V.15 : C/C/SiC famille 3 : courbe de traction à température ambiante, comparaison du modèle à l'expérience**

dilatation entre les fibres et la matrice, et d'autre part par la quantité de matrice relativement à celle des fibres. Ainsi, les **minicomposites SiC/SiC ne sont pas fissurés, tandis que les minicomposites C/C/SiC présentent des fissures. Pour les échantillons C/C/SiC à faible taux de matrice, le matériau est saturé. En revanche, plus le taux de matrice est élevé, plus l'endommagement est faible.**

L'émission acoustique semble être un moyen adapté au repérage qualitatif des phénomènes d'endommagement (dans la mesure où ils apparaissent pour différents domaines de charge). Ainsi, dans le présent chapitre, l'émission acoustique confirme la pertinence de l'approche théorique de la multifissuration.

L'évolution de l'allongement résiduel en fonction de la raideur au cours de la traction est linéaire. La pente est relative à  $M_0$ , le paramètre dérivant de la différence de dilatation entre fibres et matrice et qui conditionne directement les contraintes d'origine thermique.

Enfin les prévisions de la raideur, de l'allongement résiduel et de l'allongement total en fonction de la charge appliquée correspondent correctement aux valeurs déterminées expérimentalement.

*Chapitre VI*

*DILATATION ET EFFETS DE LA TEMPÉRATURE*



## VI - DILATATION ET EFFETS DE LA TEMPÉRATURE

### VI.1 - Introduction

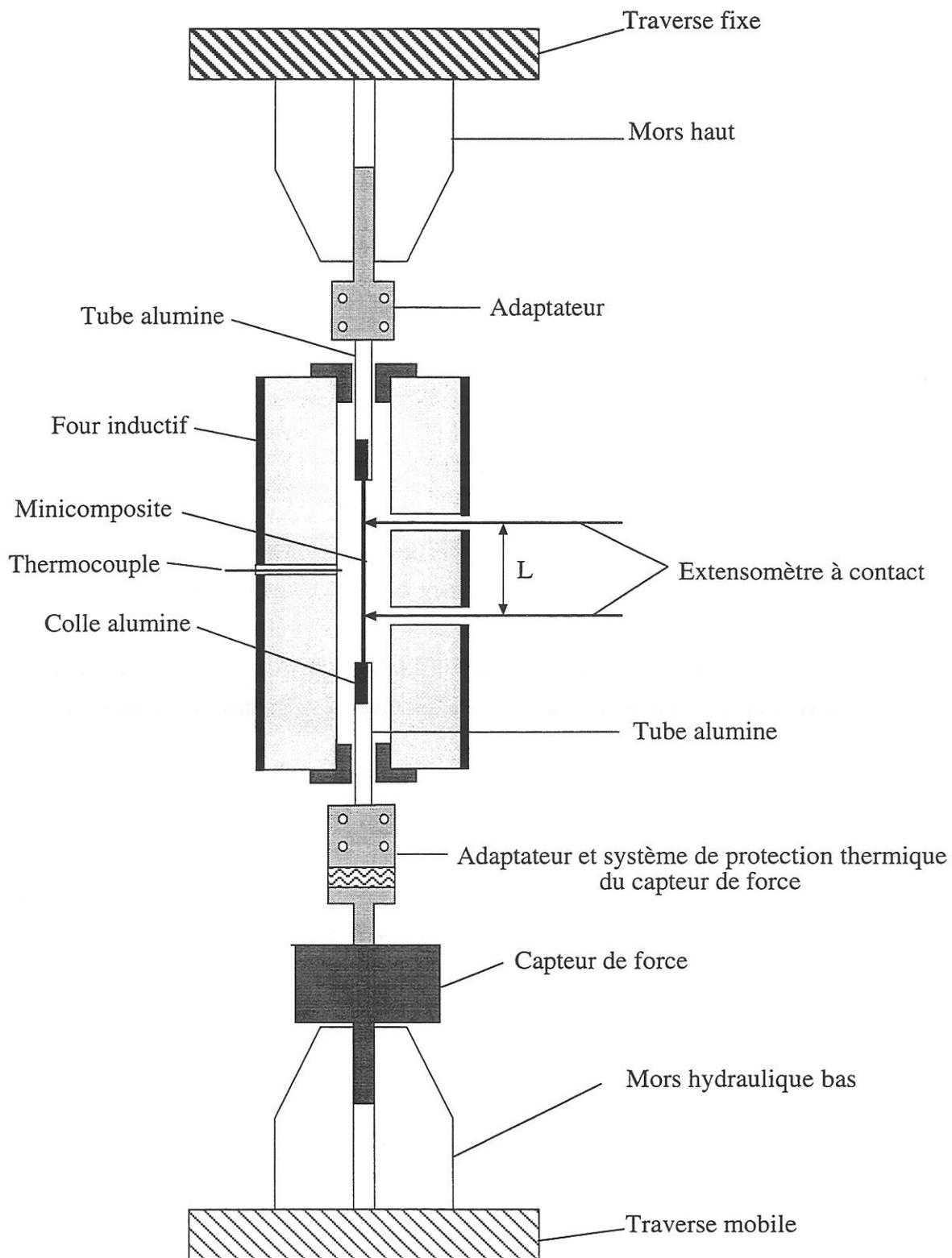
Dans les chapitres précédents, le modèle de comportement thermomécanique des composites unidirectionnels a été validé à température ambiante, à partir d'essais de traction effectués sur minicomposites SiC/SiC et C/C/SiC, et en température, à partir du suivi de l'ouverture des fissures au cours d'essais de traction pour différentes températures.

Dans ce chapitre, l'effet de la température est étudié au travers de l'étude de la dilatation de minicomposites C/C/SiC et de l'évolution des courbes de charge-décharge en fonction de la température. L'intérêt du système C/C/SiC réside dans la différence de coefficient de dilatation des fibres et de la matrice. Cet écart est tel que l'influence de la température sur le comportement est facilement repérable expérimentalement. Les prévisions présentent un accord satisfaisant avec les résultats expérimentaux.

### VI.2 - Procédure expérimentale

Un montage a été spécialement adapté à une machine de traction en température (four inductif) et sous atmosphère neutre (argon à 500 mbar). Le déplacement est mesuré par un extensomètre à couteaux en contact avec les minicomposites (fig. VI.1). La pression des couteaux a été optimisée, car elle doit être suffisamment faible pour ne pas entraîner la rupture des minicomposites et suffisamment élevée pour empêcher qu'ils glissent à la surface de l'échantillon. Un capteur de force de capacité 500 N a été utilisé, pour une précision de 0,1 N. Les essais étaient asservis en force. La longueur de jauge était égale à 25 mm. La gamme de température étudiée est [25 - 1200°C]. La température est mesurée dans la partie centrale entre couteaux. Le profil de température a été déterminé sur le domaine correspondant à la longueur de jauge. L'erreur sur la valeur de la température est ainsi estimée à  $\pm 15^\circ\text{C}$ .

Le problème essentiel, rencontré lors de ces essais, est lié à la pression des couteaux de l'extensomètre sur l'échantillon. Cette pression, en effet, introduit une flexion au niveau du minicomposite. Cette flexion est d'autant plus importante que la



**Figure VI.1 : Montage de traction à chaud sous atmosphère neutre**

température est élevée du fait de la dilatation des couteaux. Elle induit une erreur importante notamment sur les valeurs des raideurs.

La dilatation du C/C a été préalablement étudiée (voir chapitre I). Concernant les C/C/SiC, les essais ont été effectués pour différentes sections de matrice et pour différents états d'endommagement.

### VI.3 - Dilatation des minicomposites C/C/SiC

Les essais de dilatation ont été effectués pour différents états d'endommagement généré sur chaque échantillon, de manière à s'affranchir des incertitudes qu'entraînerait la comparaison de plusieurs échantillons de sections de matrice différentes. Les minicomposites sont tout d'abord testés avant les essais de traction. Puis, de retour à température ambiante, une traction est effectuée. Cette traction permet, d'une part, d'avoir accès au paramètre d'endommagement du premier test de dilatation, d'autre part, de créer un endommagement supplémentaire. Un cycle de charge-décharge est ensuite effectué de manière à déterminer le nouveau paramètre d'endommagement. On procède ensuite à l'essai de dilatation à charge nulle. Cette procédure est répétée à deux reprises (pour une charge maximale de 50 N puis de 100 N).

La prévision des courbes de dilatation (équation (II.64), fig. VI.2) est effectuée en considérant que le paramètre d'endommagement est nul lorsque les fissures sont refermées. La refermeture des fissures s'effectue pour une température de 783 (60)°C (déterminée théoriquement à partir de l'expression (II.27) avec  $M_0 = 0,25 \%$  et expérimentalement, par le suivi sous microscope électronique à balayage des ouvertures de fissures en fonction de la température). Les courbes obtenues sont tout à fait en accord avec les observations expérimentales présentées à la figure VI.3. Les courbes expérimentales sont, en effet, comparées aux courbes de dilatation du C/C, et à la courbe de dilatation théorique du matériau non endommagé. Il s'avère que, pour un domaine de température où les fissures sont ouvertes, plus l'endommagement est important, plus la dilatation se rapproche de celle du C/C seul, conformément aux prévisions du modèle (fig. VI.2). En revanche, sur le domaine de température où les fissures sont fermées, le coefficient de dilatation est quasiment indépendant de l'état d'endommagement et est proche de celui du matériau non endommagé déterminé théoriquement (fig. VI.4).

Réciproquement, les résultats expérimentaux de dilatation permettent d'estimer l'évolution du paramètre d'endommagement apparent avec la température (équation

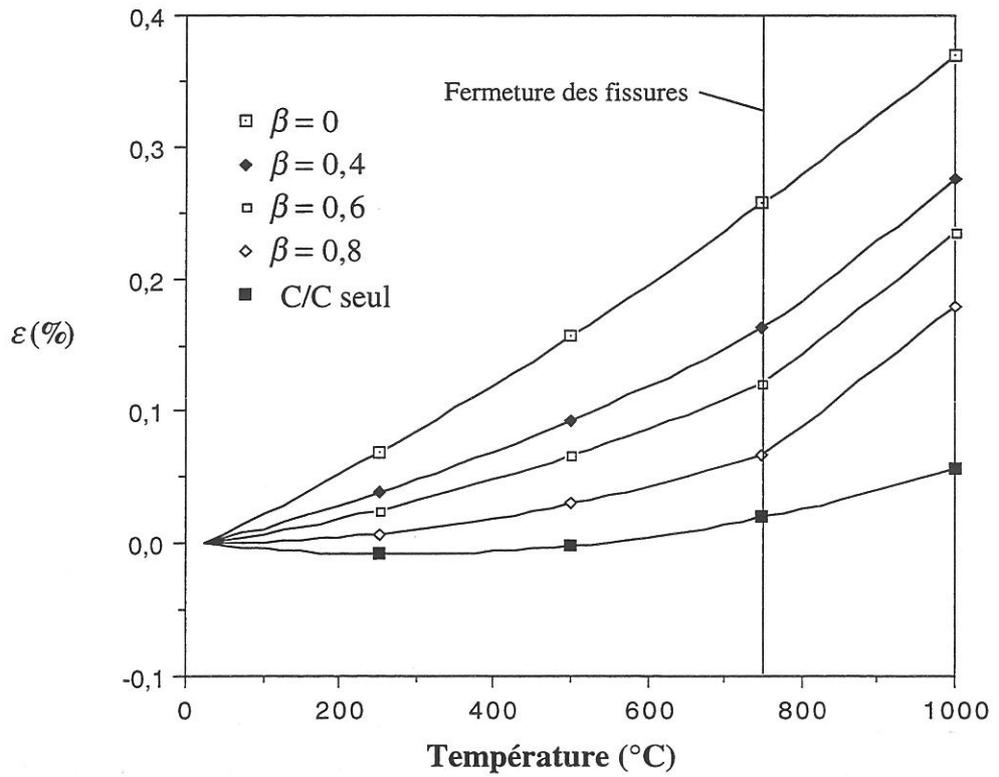


Figure VI.2 : Dilatation théorique du C/C/SiC pour différents endommagements

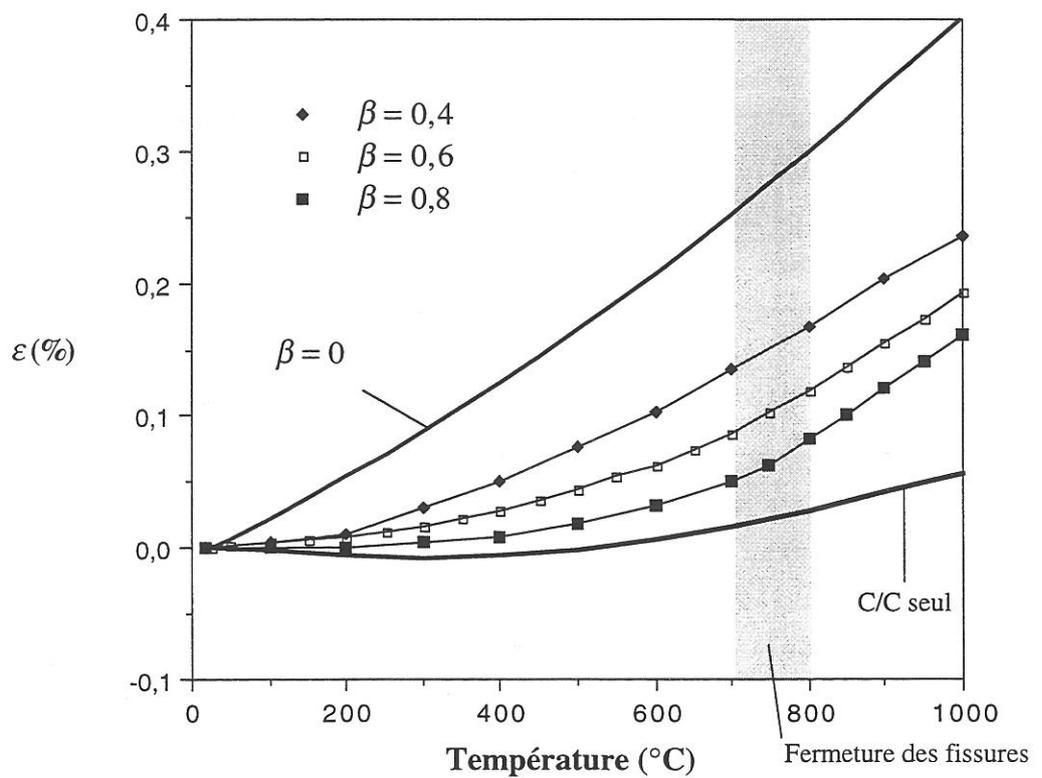
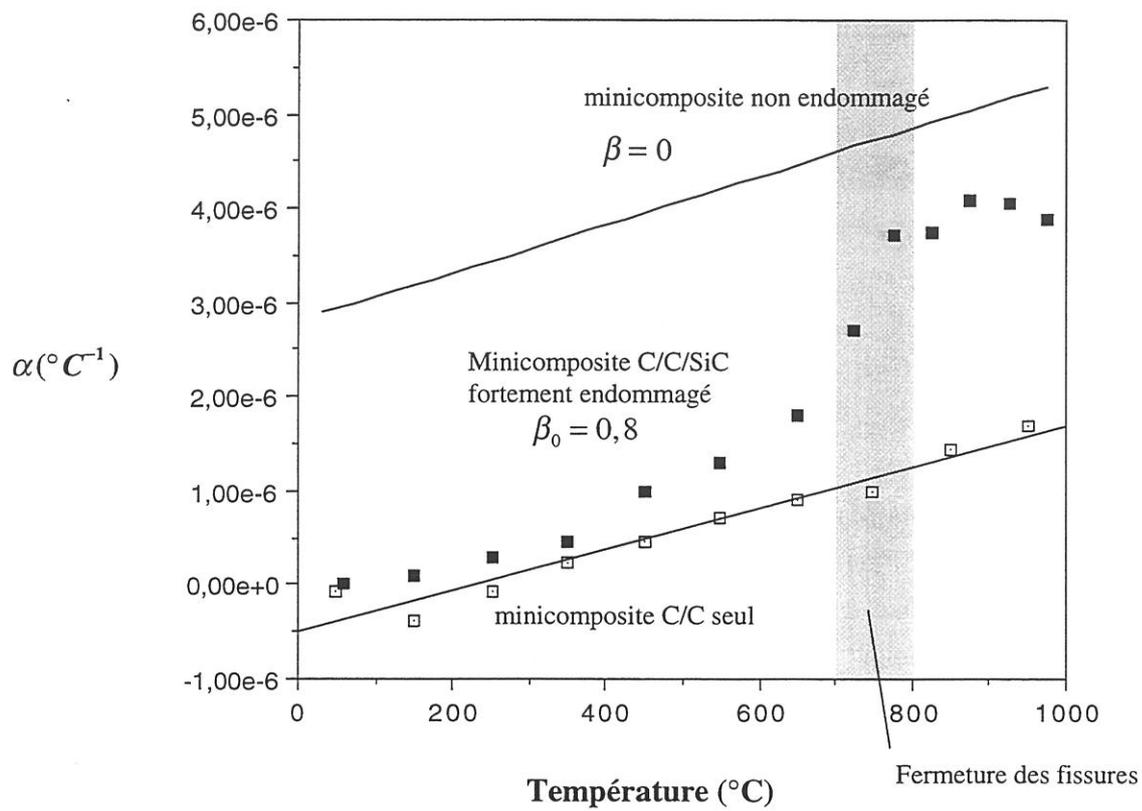
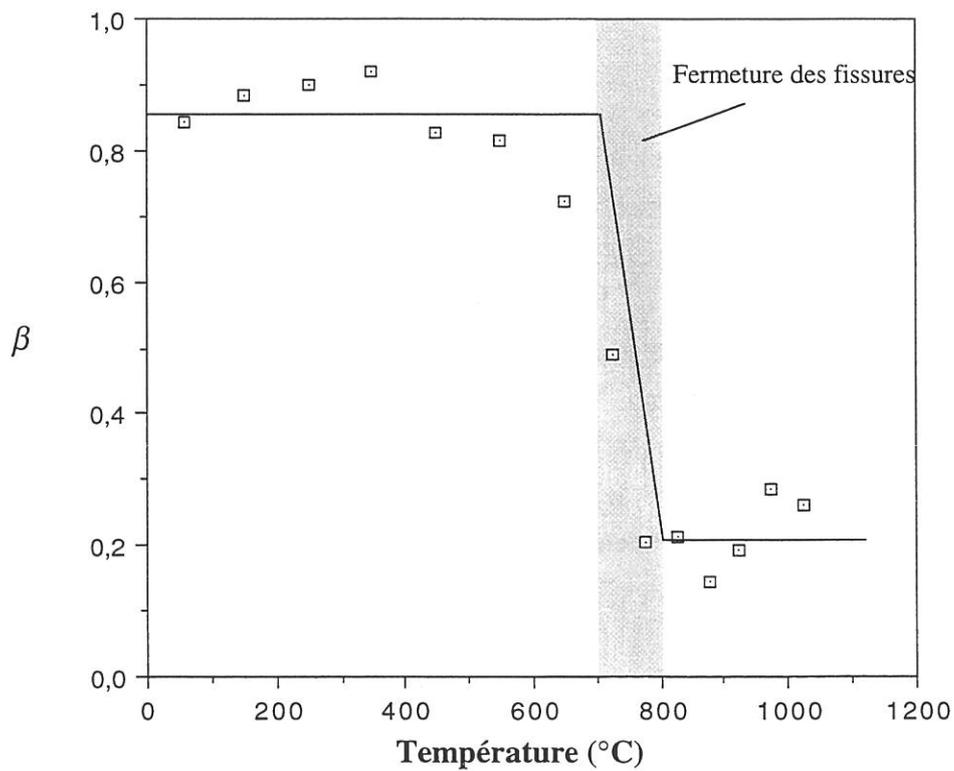


Figure VI.3 : Dilatation expérimentale du C/C/SiC pour différents endommagements



**Figure VI.4 : Coefficient de dilatation du C/C/SiC fortement endommagé**



**Figure VI.5 : Évolution du paramètre d'endommagement apparent en fonction de la température**

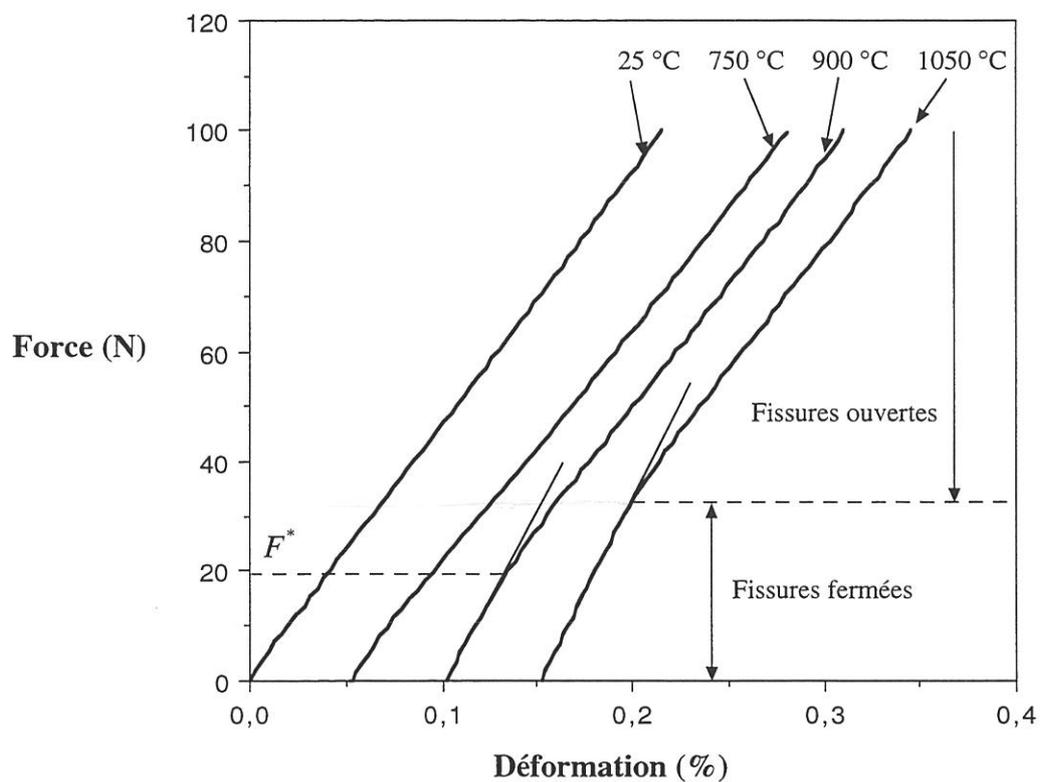
(II.66)). Il apparaît (fig. VI.5) que le **paramètre d'endommagement est constant sur le domaine de température où les fissures sont ouvertes. En revanche, dès qu'elles sont fermées, le paramètre diminue pour se stabiliser autour d'une valeur proche de 0.**

#### VI.4 - Traction à haute température sur des minicomposites pré-endommagés

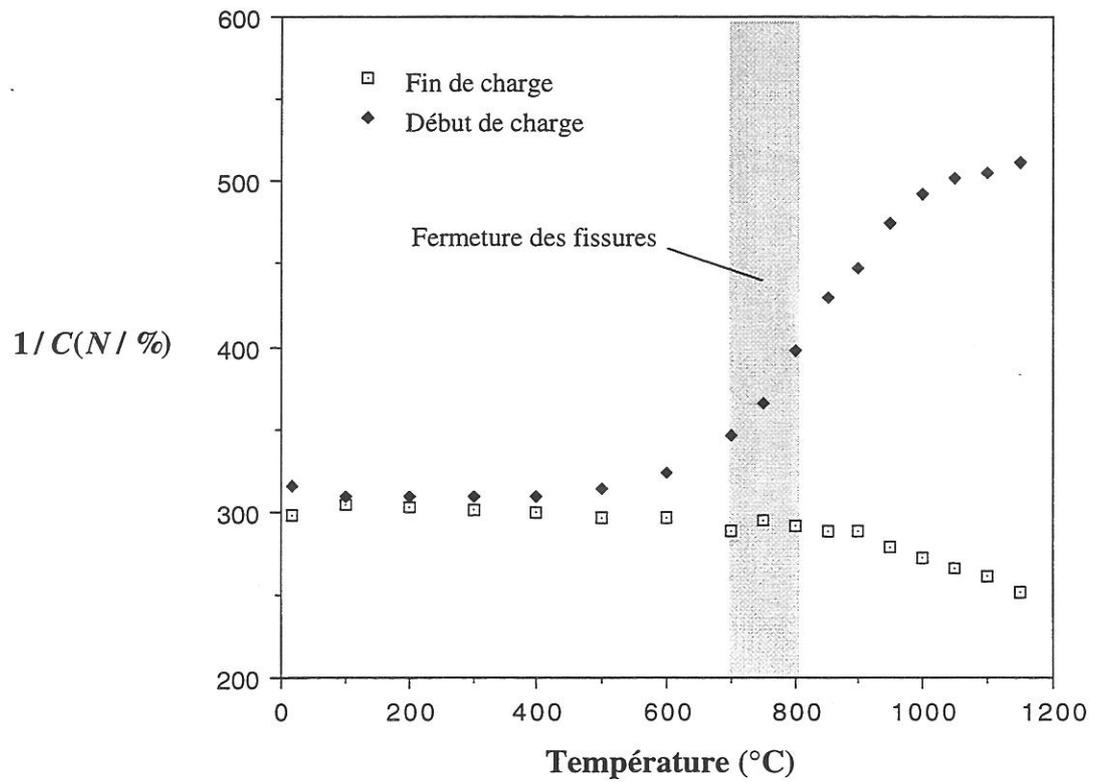
Des essais de charge-décharge ont été effectués pour différentes températures, en vue d'étudier l'influence de la fermeture des fissures sur la courbe de comportement (fig. VI.6). **Pour des températures inférieures à 750°C, le comportement reste identique à celui observé à température ambiante. Au delà de 750°C, la courbe de traction se subdivise en deux domaines linéaires : pour les faibles charges, la raideur augmente, pour les charges élevées, la raideur reste identique à celle mesurée à température ambiante. La charge de transition  $F^*$  entre ces deux domaines augmente avec la température. Cette rigidification correspond au domaine où les fissures sont fermées.** En effet, lorsque les fissures sont fermées, la matrice est chargée sur toute sa longueur, la raideur tendant vers celle du matériau non endommagé. Dès que les fissures sont ouvertes, la raideur retrouve sa valeur initiale (même paramètre d'endommagement).

Sur la figure VI.7 est représentée l'évolution de la raideur en début et en fin de charge (100 N) avec la température. Le domaine transitoire correspondant à la fermeture des fissures a été représenté. Il apparaît que la **rigidification correspond à la fermeture des fissures. En revanche, la raideur ne se stabilise qu'à partir de 1000°C.** La valeur de la raideur est stabilisée lorsque toutes les fissures sont effectivement fermées sur le domaine de charge où la mesure de la raideur est effectuée. Ainsi pour des températures comprises entre 750 et 1000°C, la mesure de la raideur est effectuée sur un domaine de force étroit ( $\Delta F \leq 20$  N) et inclut l'influence de l'ouverture des fissures pour  $F$  proche de  $F^*$  et le retard à la fermeture des fissures apparu lors de la décharge à cause du frottement interfacial. Pour des températures plus élevées, le domaine est étendu ( $\Delta F \geq 20$  N), les effets parasites décrit ci-dessus deviennent secondaires.

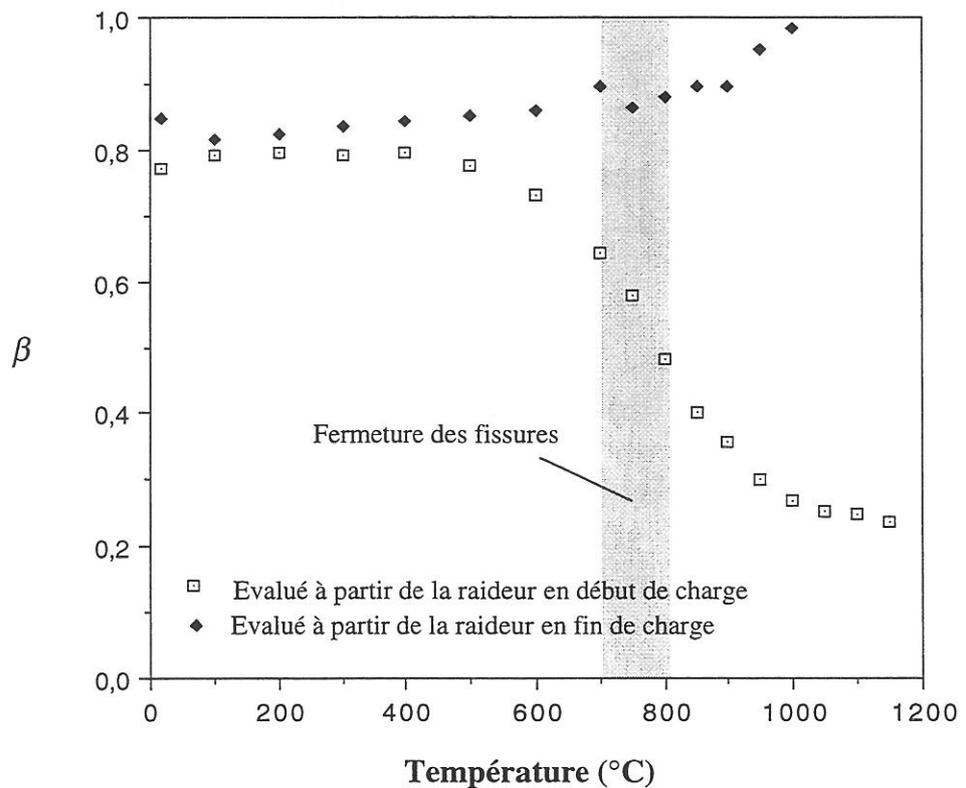
L'expression (II.51) permet d'estimer le paramètre d'endommagement. Il apparaît (fig. VI.8) que l'endommagement n'évolue pas avec la température (déterminé à partir de la raideur en fin de traction). En revanche le paramètre d'endommagement apparent,



**Figure VI.6 : Courbes de traction d'un minicomposite C/C/SiC préendommagé obtenues à diverses températures : mise en évidence de la rigidification due à la fermeture des fissures**



**Figure VI.7 : Évolution de la raideur en début et en fin de charge avec la température**



**Figure VI.8 : Évolution du paramètre d'endommagement apparent (début de charge, influence de la fermeture des fissures) et réel avec la température**

déterminé à partir de la raideur en début de charge, chute lorsque les fissures se referment pour se stabiliser autour d'une valeur proche de 0, lorsque les fissures sont fermées.

La force de transition correspondant à la réouverture des fissures est estimée à partir du changement de pente au cours de la traction. A partir de l'expression (II.28), avec les coefficients de dilatation donnés dans le tableau I.5, la force de réouverture  $F^*$  est d'autant plus élevée que la température est élevée. Sur la figure VI.9 sont représentés les points expérimentaux et la courbe théorique. Sachant que l'incertitude sur la valeur de la température de fermeture des fissures est égale à  $60^\circ\text{C}$  (ce qui correspond à l'origine  $F = 0$ ), les points expérimentaux se trouvent dans la zone d'incertitude.

Il s'avère qu'en première approximation, l'évolution de  $F^*$  est linéaire. La pente est donnée, à partir de l'expression (II.28), par l'expression (IV.7).

Le terme  $\alpha_m - \alpha_f$  évolue lentement avec la température (la courbe théorique est quasiment linéaire). Sur le domaine de températures étudié [  $800 - 1150^\circ\text{C}$  ],  $\alpha_m - \alpha_f$  vaut en moyenne :  $2,7 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$ . Ainsi, la pente devrait être égale, théoriquement, à  $0,077$  ( $0,011$ )  $\text{N}/^\circ\text{C}$ . Expérimentalement, on obtient :  $0,063$  ( $0,004$ )  $\text{N}/^\circ\text{C}$ . Le modèle permet donc une prévision correcte de la charge de réouverture des fissures.

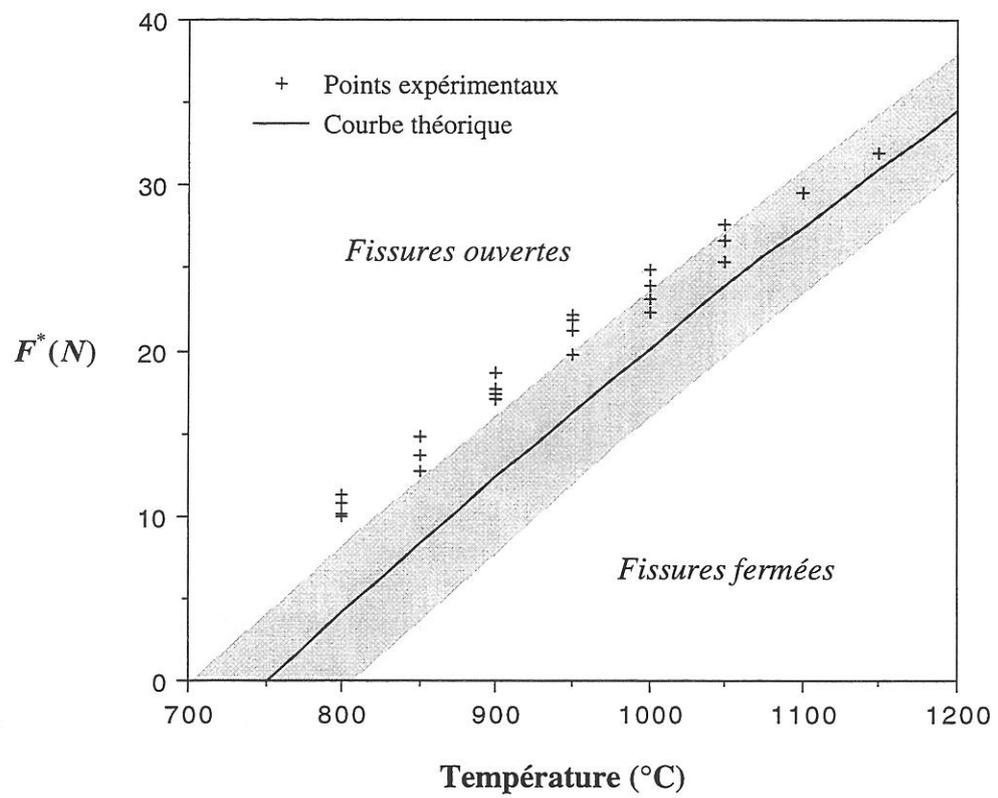
## VI.5 - Conclusion

Le modèle de comportement thermomécanique a été appliqué pour deux cas particuliers : la dilatation et la traction de minicomposites C/C/SiC pré-endommagés.

Il a ainsi été vérifié que le degré d'endommagement conditionne directement le coefficient de dilatation tant que les fissures sont ouvertes : plus l'endommagement est important, plus la dilatation est proche de celle des fibres. Lorsque les fissures sont fermées, le coefficient de dilatation tend vers celui du matériau non endommagé, un paramètre d'endommagement apparent a été alors déterminé.

La traction à différentes températures de minicomposites pré-endommagés, a montré qu'il existait une rigidification du matériau lorsque les fissures sont fermées. Ainsi la traction à des températures supérieures à la température de fermeture des fissures, se décompose en deux domaines linéaires dont la transition correspond à la réouverture des fissures.

La charge permettant la réouverture des fissures est d'autant plus élevée que la température est élevée. Le modèle permet de la calculer avec une précision satisfaisante.



**Figure VI.9 : Évolution de la force de réouverture des fissures avec la température pour différents échantillons (déterminée à partir des changements de pente)**

*Chapitre VII*

*PRÉVISION DE LA DURÉE DE VIE DE COMPOSITES À MATRICE  
CÉRAMIQUE À HAUTE TEMPÉRATURE ET SOUS AIR*



## VII - PRÉVISION DE LA DURÉE DE VIE DE COMPOSITES À MATRICE CÉRAMIQUE À HAUTE TEMPÉRATURE ET SOUS AIR

### VII.1 - Introduction

Les composites à matrice céramique sont par essence des matériaux réfractaires. Ils sont donc appropriés pour des applications à haute température. La présence de fibres continues permet l'arrêt des fissures amorcées dans la matrice, par déviation au sein des interphases ou des interfaces interphase-matrice, conférant au matériau un comportement mécanique qui s'apparente à un comportement ductile. A haute température, le rôle de la matrice est de protéger les fibres, en empêchant, par exemple, l'oxygène d'accéder aux fibres. En présence de fissures dans la matrice, ce rôle ne peut plus être tenu. Les fibres sont alors localement dégradées, entraînant la rupture complète à plus ou moins long terme.

La durée de vie des composites à matrice céramique n'a guère été étudiée. Cependant, des travaux menés sur l'oxydation des composites C/C (matrice et fibres de carbone) et C/C/SiC (matrice de carbure de silicium, fibres et interphase de carbone) ont mis en évidence deux points importants : (1) le pyrocarbone déposé sur les fibres a un rôle protecteur et retarde leur oxydation [45], (2) l'ouverture des fissures présentes dans la matrice de carbure de silicium, a une influence essentielle sur la vitesse d'oxydation, dans la mesure où les phénomènes de diffusion contrôlent la quantité d'oxygène qui atteint effectivement la couche de carbone [44].

Le présent chapitre propose un **modèle de prévision de la durée de vie en fatigue statique à haute température pour des composites de type C/C/SiC**. Les trois échelles sont examinées successivement, à savoir le fil brut de fibres de carbone (constitué de 3000 fibres de carbone T300), le composite unidirectionnel C/C (minicomposite) et le minicomposite C/C/SiC, constitué d'un minicomposite C/C revêtu d'une couche de carbure de silicium. Les minicomposites permettent de s'affranchir des effets parasites liés au caractère multidirectionnel de l'endommagement dans les matériaux réels. La durée de vie est supposée être déterminée d'une part par l'oxydation de la couche de pyrocarbone, et d'autre part par l'oxydation des fibres qui provoque leur rupture en séquence. Les prévisions de durée de vie ont été comparées à des données expérimentales mesurées lors d'essai de fatigue statique.

## VII.2 - Modèle de prévision de la durée de vie

### VII.2.1 - Détermination des vitesses d'oxydation

#### VII.2.1.1 - Fibre de carbone

Dans la suite, on considère que les fibres sont identiques, homogènes sur toute leur section et qu'elles sont cylindriques à base circulaire. La vitesse d'oxydation s'exprime à partir d'une expression de type Arrhénius de la façon suivante :

$$k_f = -\frac{dr}{dt} = k_{f0} \cdot (P_{O_2})^n \cdot \exp\left(-\frac{E_a^f}{R \cdot T}\right) \quad (\text{VII.1})$$

$P_{O_2}$  la pression partielle en oxygène en kPa,  $n$  l'ordre de la réaction entre le carbone et l'oxygène,  $E_a^f$  l'énergie d'activation en kJ/mol,  $T$  la température en K,  $r$  le rayon de la fibre à l'instant  $t$ .

Soit  $M_f$  la masse de la fibre à l'instant  $t$  ( $M_f = \rho_f \cdot L \cdot \pi \cdot r^2$ ), alors la perte de masse au cours du temps est donnée par :

$$\frac{\Delta M_f}{M_{f0}} = \frac{M_{f0} - M_f}{M_{f0}} = 1 - \left(1 - \frac{k_f \cdot t}{r_0}\right)^2 \quad (\text{VII.2})$$

avec  $M_{f0}$  et  $r_0$  respectivement la masse et le rayon de fibre initial (à  $t = 0$ ).

#### VII.2.1.2 - Pyrocarbone

Le pyrocarbone étant situé à la surface des fibres, on considère, en première approximation, que la surface active est constante. On se place dans l'hypothèse de symétrie plane. La vitesse d'oxydation s'exprime par :

$$k_i = -\frac{de_i}{dt} = k_{i0} \cdot (P_{O_2})^n \cdot \exp\left(-\frac{E_a^i}{R \cdot T}\right) \quad (\text{VII.3})$$

où  $e_i$  est l'épaisseur de l'interphase à l'instant  $t$ .

L'examen des minicomposites C/C après traction, à température ambiante et à haute température sous atmosphère neutre, indique que le pyrocarbone ne se fissure pas

(le comportement est élastique linéaire). Ainsi la perte de masse au cours du temps, pour le système C/C, par rapport à la masse initiale  $M_{c0}$ , dépend du matériau oxydé (fig. VII.1) :

Au départ seul le pyrocarbone est oxydé ( $v_i$  fraction massique de pyrocarbone) :

$$t \leq t_i, \quad \frac{\Delta M}{M_{c0}} = v_i \cdot \frac{k_i \cdot t}{e_{i0}} \quad (\text{VII.4})$$

Ensuite les fibres sont oxydées ( $v_f$  fraction massique de fibres) :

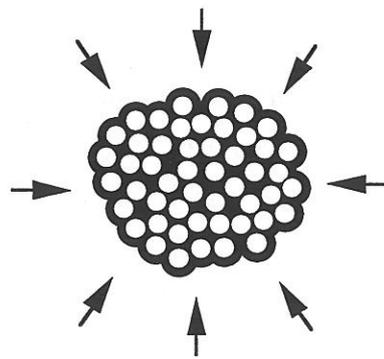
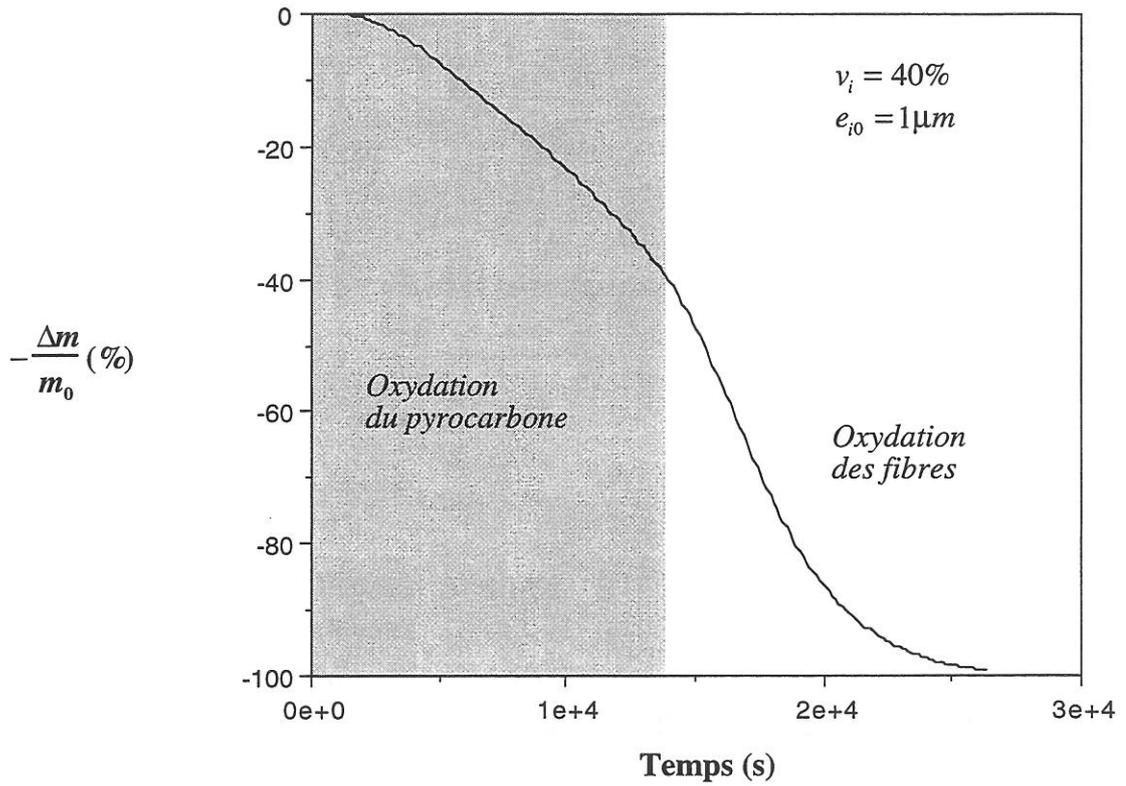
$$t \geq t_i, \quad \frac{\Delta M}{M_{c0}} = 1 - v_f \cdot \left( 1 - \frac{k_f \cdot (t - t_i)}{r_0} \right)^2 \quad (\text{VII.5})$$

Sur la figure VII.2, il apparaît nettement que les hypothèses adoptées sont pertinentes. Dans la phase d'oxydation du pyrocarbone, la vitesse de perte de masse est quasiment constante, validant l'hypothèse de symétrie plane. En revanche, dans la phase d'oxydation des fibres, la vitesse de perte de masse diminue linéairement en fonction du temps, validant l'hypothèse de symétrie cylindrique.

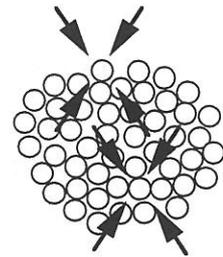
### VII.2.1.3 - Minicomposite C/C/SiC

La cinétique d'oxydation du C/C/SiC résulte d'une compétition entre plusieurs phénomènes (fig. VII.3) : (i) la diffusion des espèces gazeuses à travers les fissures présentes dans la matrice, les décohésions situées à l'interface interphase-matrice et la porosité, (ii) la diffusion en surface de l'oxygène pour atteindre les sites actifs, et (iii) les réactions entre l'oxygène et les constituants du minicomposite (fibre, interphase et matrice). La prépondérance d'un phénomène sur les autres dépend de la température. La réactivité des constituants du matériau suit une loi d'Arrhénius, la diffusion des espèces gazeuses est thermiquement activée mais la surface de diffusion à travers les fissures et les décohésions diminuent lorsque la température augmente du fait de la dilatation différentielle fibres-matrice. La cinétique d'oxydation d'un minicomposite C/C/SiC se divise en trois domaines de températures :

- basses températures ( $T \leq 650^\circ\text{C}$ ) : les fissures matricielles sont ouvertes ; les réactions carbone/oxygène contrôlent la cinétique d'oxydation ; la vitesse d'oxydation augmente avec la température,
- températures intermédiaires ( $650 \leq T \leq 800^\circ\text{C}$ ) : les fissures matricielles sont peu ouvertes, la vitesse de diffusion des espèces gazeuses à travers les fissures et les

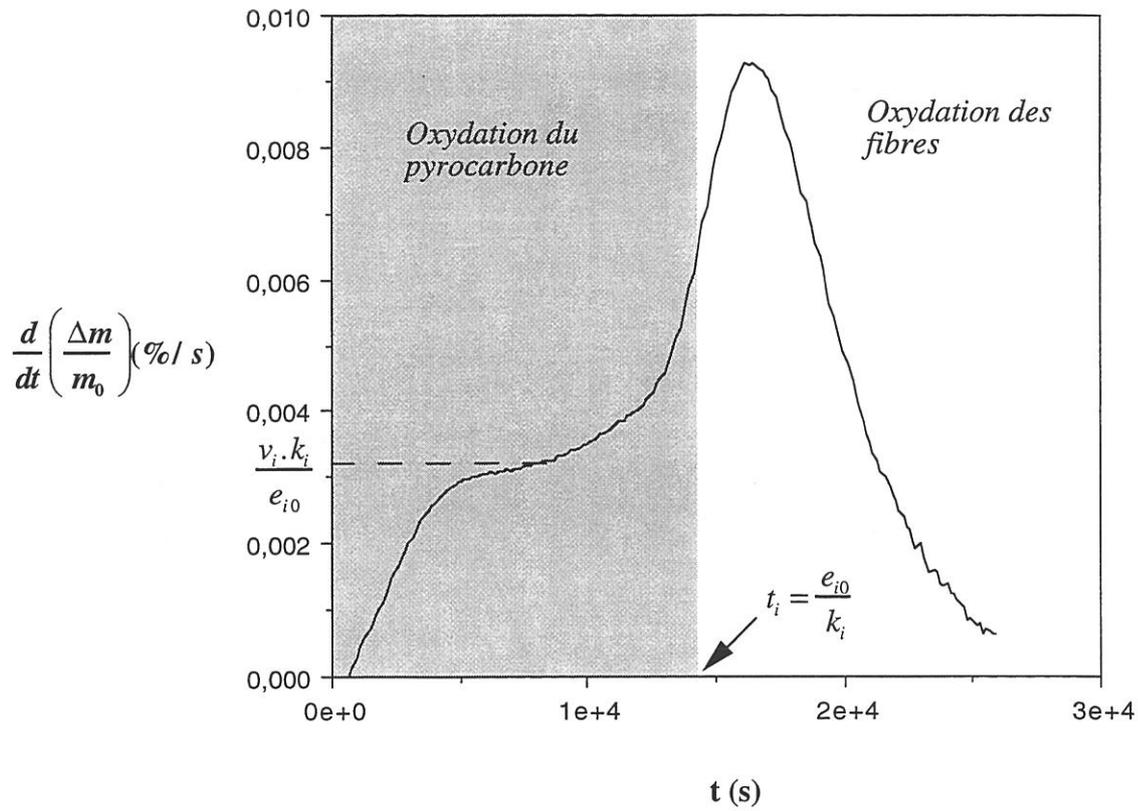


Oxydation du pyrocarbone



Oxydation des fibres

Figure VII.1 : Diagramme de perte de masse d'un minicomposite C/C (600°C oxygène pur)



Oxydation du pyrocarbone :  $\frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta m}{m_0} \right) = v_i \cdot \frac{k_i}{e_{i0}}$

Oxydation des fibres :  $\frac{d}{dt} \left( \frac{\Delta m}{m_0} \right) = 2 \cdot v_f \cdot \frac{k_f}{r_0} \cdot \left[ 1 - \frac{k_f}{r_0} \cdot (t - t_i) \right]$

**Figure VII.2 : Mise en évidence des deux phases de l'oxydation d'un minicomposite C/C**

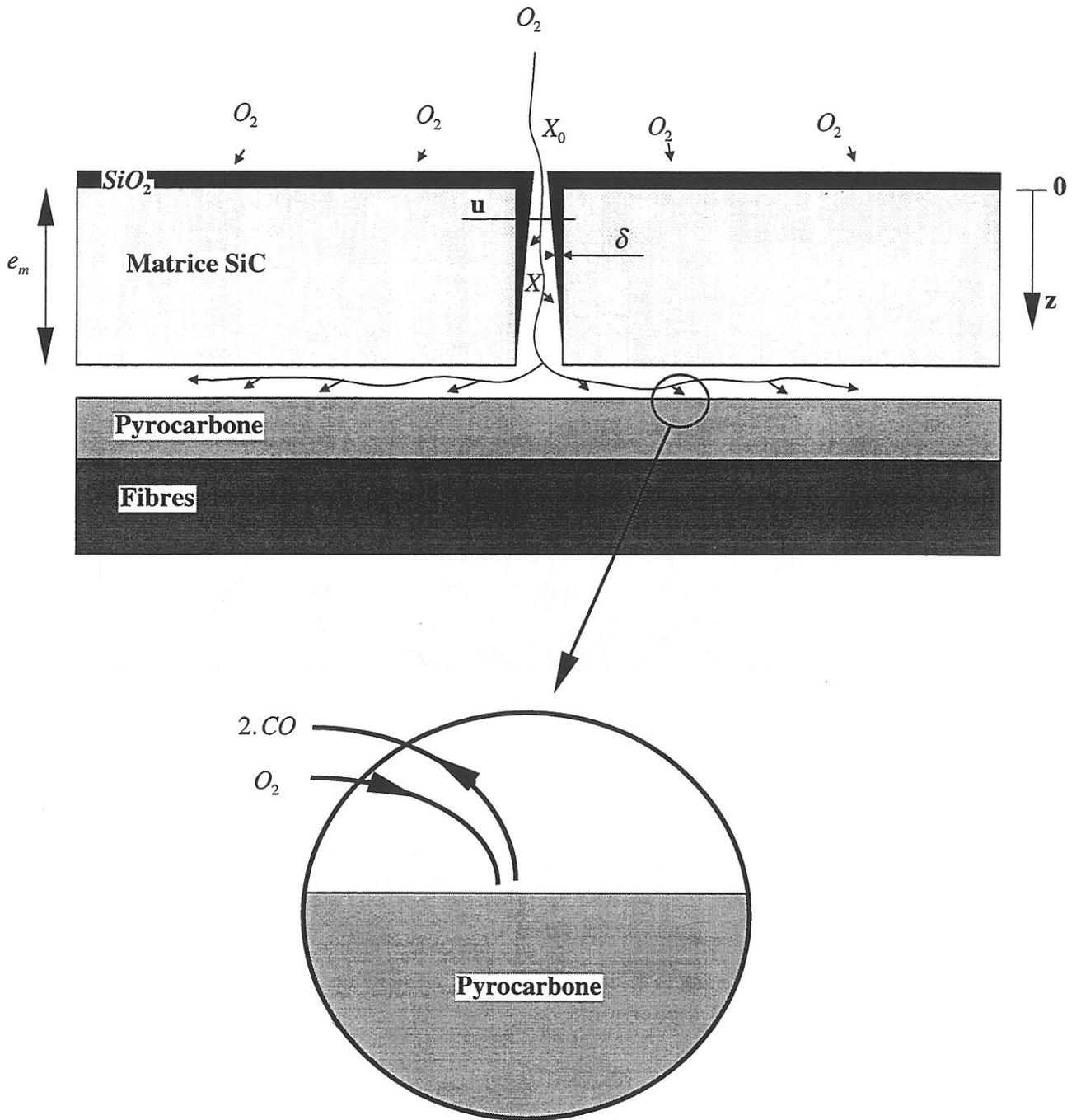


Figure VII.3 : Description du phénomène d'oxydation d'un C/C/SiC

décohésions est comparable à la vitesse de consommation de l'oxygène par le carbone ; la vitesse d'oxydation évolue peu avec la température,

- hautes températures ( $T \geq 800^\circ\text{C}$ ) : les fissures sont quasiment fermées (à l'exception des zones bloquées par des débris de la matrice) et commencent à être cicatrisées par la silice formée sur les parois en carbure de silicium ; la diffusion des espèces gazeuses limite la vitesse d'oxydation, laquelle diminue lorsque la température augmente.

La modélisation de la cinétique d'oxydation des composites C/C/SiC consiste à calculer le nombre de moles d'oxygène qui diffusent à travers les fissures matricielles, et qui sont consommées lors de l'oxydation de carbone et du carbure de silicium (fig. VII.3). Un bilan molaire est effectué sur une portion de fissure puis est généralisé à l'ensemble du réseau de fissuration du matériau composite. Les détails de la modélisation sont donnés en référence [44]. Le profil de concentration en oxygène le long d'une fissure est calculé dans l'objectif de déterminer le flux d'oxygène en fond de fissure. Ce profil est obtenu en résolvant numériquement l'équation différentielle découlant du bilan molaire :

$$\frac{\partial^2 c}{\partial z^2} = A_1(c) + A_2(c) + A_3(c) \quad (\text{VII.6})$$

$$\text{avec } A_1(c) = \eta \cdot \frac{k_{p0} \cdot \rho_{\text{SiO}_2}}{\delta \cdot \mathcal{M}_{\text{SiO}_2}} \cdot \left(\frac{c}{c_0}\right)^p \cdot \frac{c_T + c}{c_T \cdot \bar{D} \cdot u} \quad (\text{VII.7})$$

$$A_2(c) = \frac{1}{c_T + c} \cdot \left[\frac{\partial c}{\partial z}\right]^2 \quad (\text{VII.8})$$

$$A_3(c) = -\left[\frac{1}{u} \cdot \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{1}{\bar{D}} \frac{\partial \bar{D}}{\partial z}\right] \cdot \frac{\partial c}{\partial z} \quad (\text{VII.9})$$

où  $A_1$  représente le terme de consommation de l'oxygène par les parois des fissures,  $A_2$  est le flux molaire de Stefan (flux sortant) résultant de la non conservation du nombre de moles d'espèces gazeuses au cours de la réaction d'oxydation du carbone et  $A_3$  est le flux de Fick correspondant à la diffusion de l'oxygène du fait du gradient de concentration. Dans les expressions ci-dessus,  $\eta$  correspond au rapport entre le nombre de mole d'oxygène consommé et le nombre de mole de silice formé,  $k_{p0}(T)$  et  $p$  sont respectivement la constante parabolique et l'ordre de la réaction d'oxydation du carbure de silicium,  $\delta(z,T,t)$ ,  $\mathcal{M}$  et  $\rho$  sont l'épaisseur, la masse molaire et la densité de la silice,  $\bar{D}(z,T,t)$  est le coefficient de diffusion effectif de l'oxygène (en régime de Fick ou de Knudsen),  $c(z,T,t)$  et  $c_0$  sont la concentration molaire en oxygène respectivement à l'abscisse  $z$  de la fissure et à l'entrée de la fissure,  $c_T$  est la concentration totale des espèces gazeuses,  $u(z,T,t,F)$  est l'ouverture de la fissure.

Une des conditions aux limites nécessaire pour résoudre l'équation différentielle précédente est donnée par l'égalité en fond de fissure entre la vitesse de diffusion et la vitesse de consommation de l'oxygène par le carbone :

$$\text{à } z = e_m : -\frac{c_T \cdot \bar{D} \cdot u \cdot p}{c_T + c} \cdot \frac{\partial c}{\partial z} = \frac{K_0}{2 \cdot \mathcal{M}_C} \cdot \left( \frac{c}{c_0} \right)^n \quad (\text{VII.10})$$

où  $K_0(T)$  est la réactivité du carbone,  $\mathcal{M}_C$  est la masse molaire du carbone, enfin  $n$  est l'ordre de la réaction d'oxydation du carbone.

Connaissant le flux d'oxygène en fond de fissure, la vitesse de consommation du carbone et la perte de masse du composite due à l'oxydation du carbone au cours du temps sont alors calculées en tenant compte de la totalité des fissures du réseau de fissuration du matériau :

$$\frac{\Delta M}{M_{c0}}(t) = \frac{2 \cdot \mathcal{M}_C}{M_{c0}} \cdot \sum_i \left[ \int_0^t \frac{-c_T \cdot \bar{D}_i \cdot u_i \cdot p}{c_T + c_i} \cdot \frac{\partial c}{\partial z} \Big|_{i,z=e_m} \cdot dt \right] \quad (\text{VII.11})$$

## VII.2.2 - Critère de rupture

La rupture complète se produit lorsque l'ensemble des fibres sont rompues. Au cours de l'oxydation, la section  $s_f$  de chaque fibre diminue et atteint une valeur critique au moment de la rupture. Cette section critique correspond à une perte de masse critique. La diminution de section entraîne une augmentation de la contrainte dans la fibre. Pour une charge donnée constante, au bout d'un certain temps, cette contrainte atteint la contrainte à rupture. On suppose que la distribution statistique des contraintes à rupture des fibres est décrite par une loi de Weibull et est peu affectée par la température et l'oxydation. Le fil brut est composé de  $K_0$  fibres. Au cours de l'oxydation, les fibres se rompent individuellement au fur et à mesure que la contrainte supportée par chaque fibre atteint la résistance à la rupture.  $\alpha$ , le taux de fibres rompues, est égal à la probabilité de rupture d'une fibre individuelle de rang  $\alpha \cdot K_0$ , de section  $s_f$  et de longueur  $L$ , sous la contrainte  $\sigma_f$  [1] (cf chapitre I).

Les équations (I.1) et (I.2) permettent de déterminer la section critique puis la perte de masse critique pour le fil brut :

$$\frac{\Delta M^*}{M_{f0}} = 1 - \left( \frac{F}{K_0 \cdot s_{f0} \cdot \sigma_{0f}} \right)^{\frac{m_f}{m_f-1}} \cdot (L \cdot s_{f0} \cdot m_f \cdot e)^{\frac{1}{m_f-1}} \quad (\text{VII.12})$$

Cette expression se simplifie en introduisant la charge qui entra ne la rupture du fil brut de m eme longueur en traction monotone (expression (I.3)) : pour  $F = F_R^{fil}$ ,  $\Delta M^* = 0$  :

$$\frac{\Delta M_f^*}{M_{f0}} = 1 - \left( \frac{F}{F_R^{fil}} \right)^{\frac{m_f}{m_f-1}} \quad (\text{VII.13})$$

La dur ee de vie d'un fil brut est atteinte lorsque la perte de masse donn ee par l' equation (VII.2) atteint cette valeur critique :

$$t_R^{fil} = \frac{r_0 \cdot (P_{o_2})^{-n}}{k_{f0}} \cdot \exp\left(\frac{E_a^f}{R \cdot T}\right) \cdot \left[ 1 - \left( \frac{F}{F_R^{fil}} \right)^{\frac{m_f}{m_f-1}} \right] \quad (\text{VII.14})$$

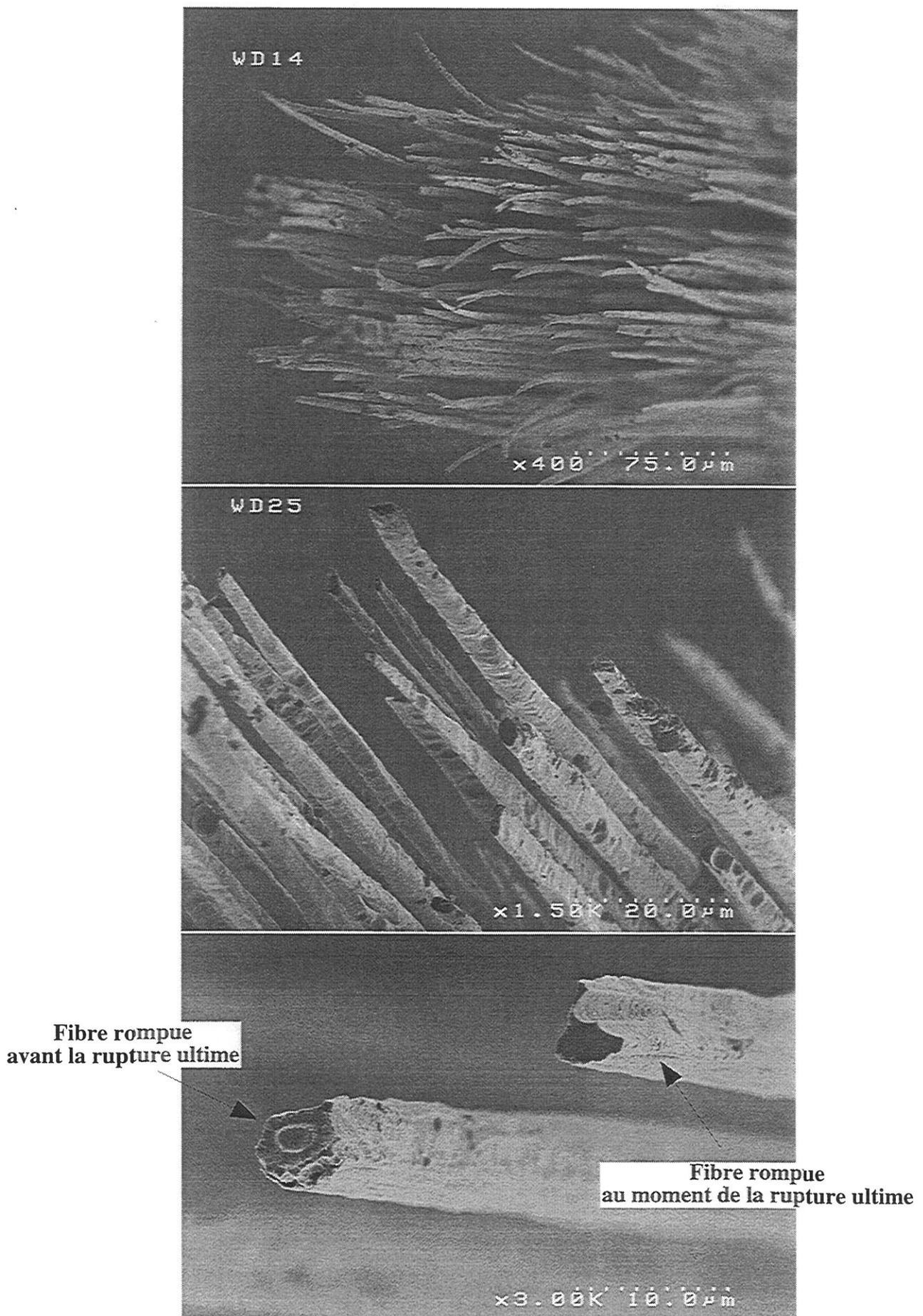
Ce ph enom ene est identique pour les minicomposites C/C et C/C/SiC. La diff erence r eside dans la dur ee n ecessaire pour atteindre ce taux critique de fibres rompues. **La rupture intervient lorsque la totalit e de la couche de pyrocarbone est oxyd ee et lorsque la perte de masse des fibres aura atteint la valeur critique donn ee par l'expression (VII.13)** (fig. VII.4). En ce qui concerne le C/C/SiC, l'oxydation du pyrocarbone s'effectue sur un domaine situ e de part et d'autre des fissures matricielles et d epend de nombreux param etres tels que l'ouverture des fissures, l'ouverture radiale de la d ecohe sion, etc. N'ayant pas acc es   l'ouverture radiale de la d ecohe sion, on consid ere que l'oxydation s'effectue sur la totalit e de la longueur. La perte de masse critique pour les minicomposites C/C et C/C/SiC, par rapport   la masse initiale du mat eriel, est alors donn ee par :

$$\frac{\Delta M^*}{M_{c0}} = v_i + v_f \cdot \frac{\Delta M_f^*}{M_{f0}} \quad (\text{VII.15})$$

avec  $v_f$  et  $v_i$  les fractions massiques respectivement des fibres et du pyrocarbone.

La dur ee de vie du minicomposite C/C est obtenue lorsque la perte de masse des fibres (expression (VII.5)) atteint la valeur critique soit :





**Figure VII.4 : Faciès de rupture d'un minicomposite C/C lors d'un essai de fatigue statique à 750°C sous air pour une charge de 50 N**



$$t_R^{C/C} = \frac{e_{i0} \cdot (P_{o_2})^{-n}}{k_{i0}} \cdot \exp\left(\frac{E_a^i}{R.T}\right) + \frac{r_0 \cdot (P_{o_2})^{-n}}{k_{f0}} \cdot \exp\left(\frac{E_a^f}{R.T}\right) \cdot \left[ 1 - \left(\frac{F}{F_R^{fil}}\right)^{\frac{m_f}{2 \cdot (m_f - 1)}} \right] \quad (\text{VII.16})$$

La durée de vie du minicomposite C/C/SiC est obtenue lorsque la perte de masse issue de la résolution numérique des équations (VII.6) et (VII.11) atteint la valeur critique (équation (VII.15)).

Cependant, la comparaison des vitesses d'oxydation des fibres et du pyrocarbone permet une simplification importante. **La vitesse d'oxydation des fibres est largement supérieure à celle du pyrocarbone** (fig. VII.1). **Ainsi pour l'épaisseur de pyrocarbone considérée (3,8 μm), la durée de vie du fil est négligeable par rapport à la durée nécessaire à l'oxydation de la totalité de l'interphase : le pyrocarbone protège momentanément les fibres.** Ainsi on supposera que la durée de vie du minicomposite C/C/SiC est obtenue lorsque la perte de masse issue de la résolution numérique correspond à la fraction massique du pyrocarbone.

### VII.3 - Application : Prévisions des durées de vie

La mesure de la durée de vie a été réalisée en fatigue statique sous air. Les températures étaient comprises entre 500 et 1100°C, et les charges appliquées entre 0 et 50 N. Les fils bruts contiennent 3000 fibres de diamètre 7 μm. Les minicomposites C/C possèdent une couche de pyrocarbone de 3,8 (0,2) μm déposée sur les fibres par infiltration par voie gazeuse (Chemical Vapor Infiltration (C.V.I.)). Les minicomposites C/C/SiC sont des minicomposites C/C sur lesquels une couche de carbure de silicium de 24,4 (2,7) μm a été déposée par C.V.I..

A température ambiante, le module de Weibull des fibres T300 est 6,0 (1,2). La force moyenne de rupture est 106 (10) N.

Les essais de traction à température ambiante ont montré que les minicomposites C/C ne sont pas fissurés et ont un comportement linéaire fragile en traction (chapitre I). En revanche, pour les minicomposites C/C/SiC, la matrice est initialement fissurée, à cause des contraintes résiduelles d'origine thermique (minicomposites de la famille 2) [21].

La longueur de jauge utilisée est telle que les échantillons se trouvent dans la zone isotherme du four. Une fois la partie supérieure de l'échantillon fixée et le four fermé, des poids, dont on connaît précisément la masse, sont accrochés à l'extrémité inférieure (figure VII.4 bis). Les essais sont effectués **sous air pour un taux d'humidité compris entre 40 et 50%**. La température est connue à  $\pm 10^\circ\text{C}$ . La durée de vie est alors estimée comme étant le temps séparant la mise sous charge et la rupture des échantillons. L'incertitude sur cette durée est évaluée à 5 minutes, le temps que la température du four soit de nouveau stabilisée et que l'échantillon ait atteint la température d'essai.

### VII.3.1 - Fils bruts

La figure VII.5 montre que les prévisions de la durée de vie à charge nulle en fonction de la température, à partir des données bibliographiques [45] se superposent parfaitement aux mesures.

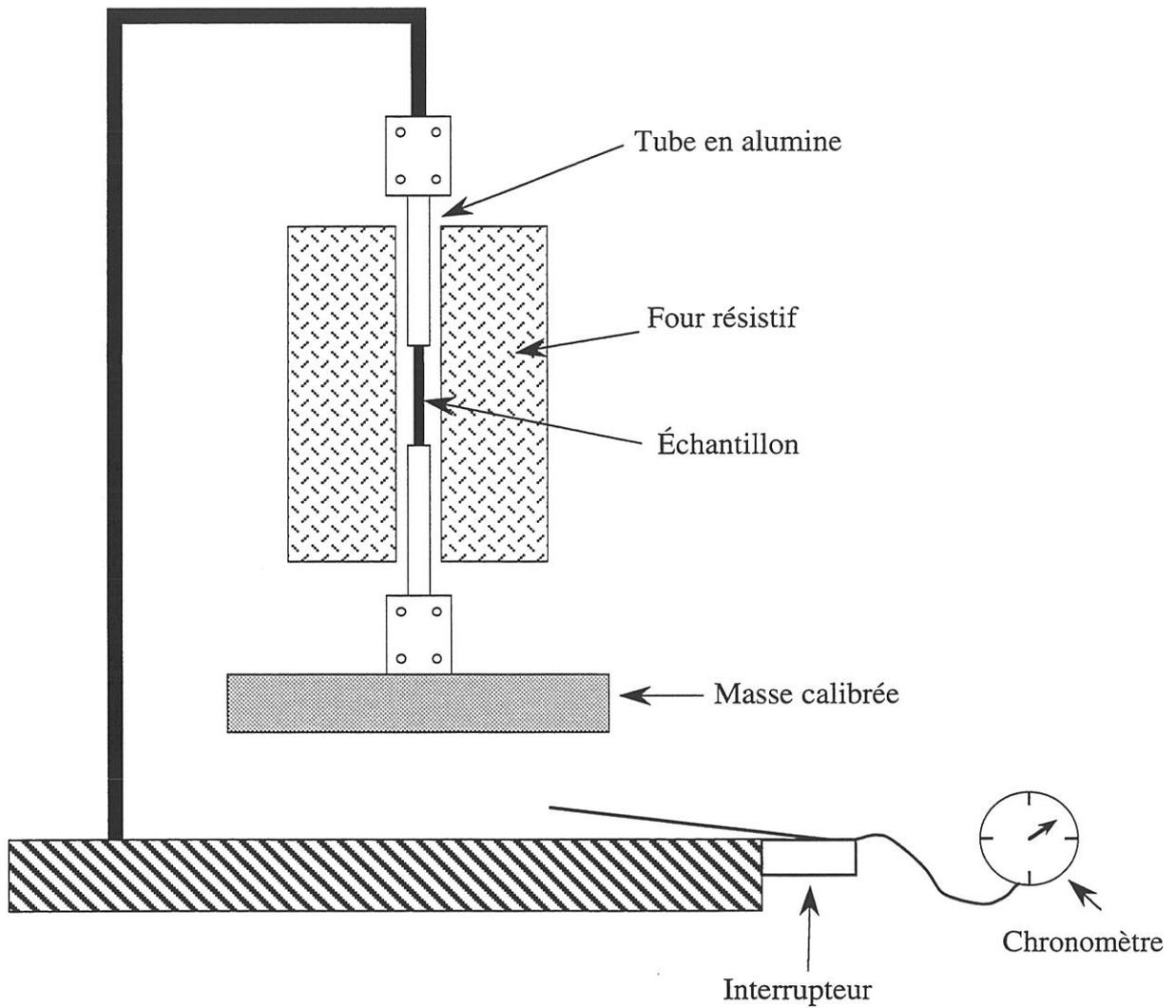
Le tableau VII.1 montre que les valeurs de durées de vie à  $650^\circ\text{C}$  sont estimées de manière satisfaisante grâce au modèle pour des valeurs de vitesse d'oxydation issues de la bibliographie. L'énergie d'activation, dérivant de l'évolution de la durée de vie avec la température, est identique à celle donnée dans la littérature, déterminée à partir de l'évolution de la vitesse d'oxydation en fonction de la température. Ceci montre le rôle essentiel de l'oxydation, et la pertinence de la modélisation.

Auteur	Température ( $^\circ\text{C}$ )	$E_a$ (kJ/mole)	$t_R$ (s) à $650^\circ\text{C}$ (2)	$k_{app}$ ( $\text{s}^{-1}$ ) à $650^\circ\text{C}$
[44]	[500 - 700] (n = 0,75)	78 (6)	<i>5050</i>	$6,6 \cdot 10^{-4}$ (1)
	[700 - ] (n = 1)	17 (4)		
[46]	[600 - 950]	94	<i>5900</i>	$1,7 \cdot 10^{-4}$ (2)
[45]	[600 - 800] Préforme2D	108 (20)	<i>2800</i>	$3,6 \cdot 10^{-4}$ (2)
	[600 - 700] Préforme3D	120 (20)	<i>5900</i>	$1,7 \cdot 10^{-4}$ (2)
Présent travail	[500 - 700]	111 (16)	2120 (300)	

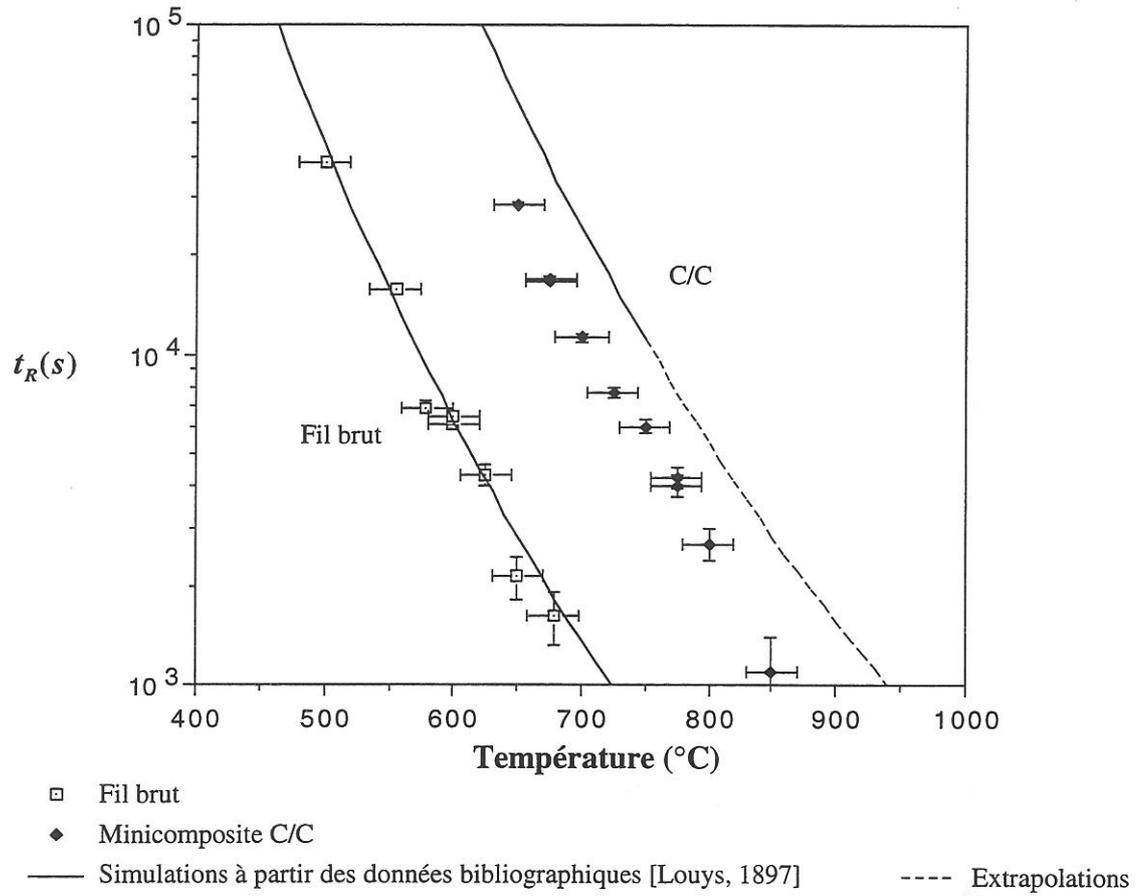
(1) Sous oxygène pur,  $P = 100$  kPa. (2) Sous air,  $P = 101,3$  kPa.

**Tableau VII.1** : Durée de vie des fils bruts à charge nulle (présent travail), et comparaison avec les prévisions à partir des données de la littérature (en italique).

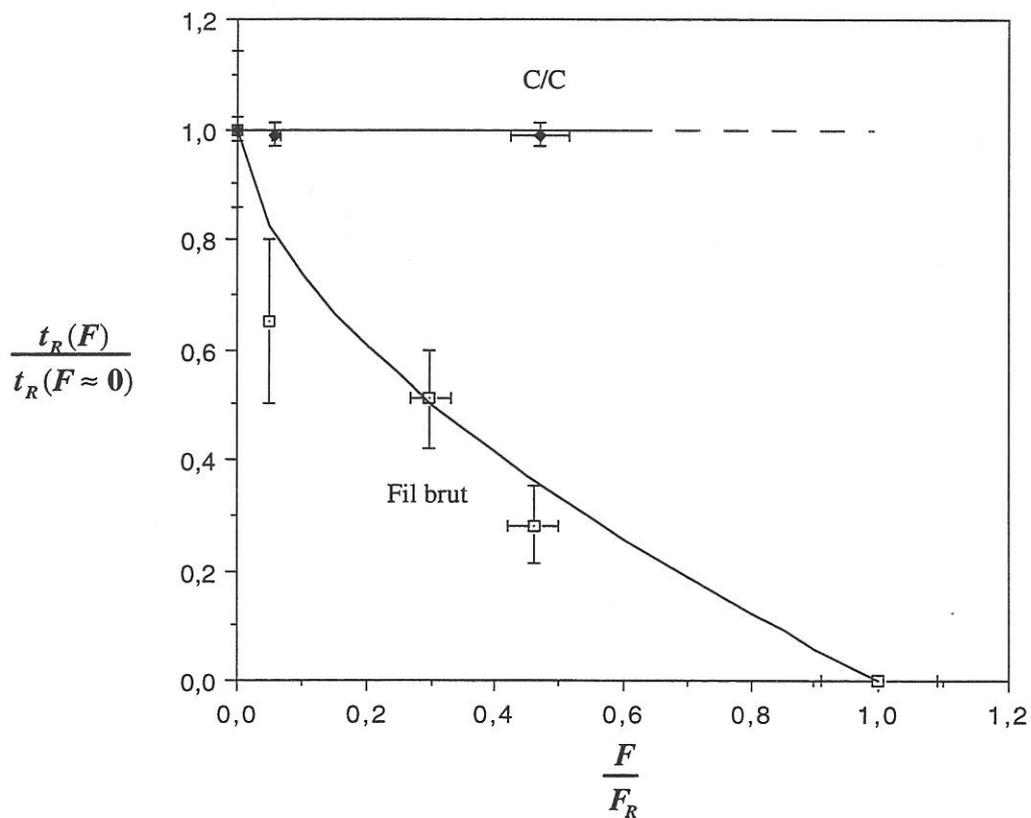
L'expression (VII.14) décrit correctement l'influence de la force sur la durée de vie des fils T300 3k (fig. VII.6). Il apparaît que l'énergie d'activation diminue lorsque la



**Figure VII.4 bis : Montage expérimental pour la détermination de la durée de vie en fatigue statique sous air et à haute température de minicomposites**



**Figure VII.5 : Durée de vie à charge nulle des fils bruts et des minicomposites C/C**



**Figure VII.6 : Influence de la charge sur la durée de vie de fils bruts et de minicomposites C/C**

charge appliquée augmente (tableau VII.2). Elle reste cependant contenue dans l'intervalle de confiance obtenu à force nulle.

F (N)	0,1	5,9	31,5	50,1
E <sub>a</sub> (kJ/mol)	111 (16)	111 (24)	110 (25)	100 (26)
t <sub>R</sub> à 500°C	10h37'	7h12'	5h18'	2h22'

**Tableau VII.2** : Durée de vie des fils bruts pour différentes charges

### VII.3.2 - Minicomposites C/C

**La durée de vie des minicomposites C/C est largement supérieure à celle du fil brut (fig. VII.5). Ceci confirme le rôle protecteur de la couche de pyrocarbone (fig. VII.7).** Ensuite, elle est quasiment indépendante de la charge appliquée (fig. VII.6). L'hypothèse utilisée pour déterminer la perte de masse critique se trouve ainsi justifiée expérimentalement. Il apparaît que la simulation à partir de données bibliographiques prévoit une durée de vie à 650°C des minicomposites C/C du même ordre de grandeur que la durée déterminée expérimentalement (tableau VII.3). **L'énergie d'activation caractérisant l'évolution de la durée de vie en fonction de la température est identique à celle relative à la vitesse d'oxydation du pyrocarbone. Ceci confirme la relation directe qui existe entre vitesse d'oxydation et durée de vie**, et la pertinence du modèle. En revanche, la durée de vie semble insensible au changement de régime d'oxydation déjà observé pour des températures supérieures à 750°C [44].

Auteur	Température (°C)	E <sub>a</sub> (kJ/mole)	t <sub>R</sub> (s) à 650°C <sup>(3)</sup>	k <sub>app</sub> (s <sup>-1</sup> ) à 650°C
[44]	[ 500 - 750 ]	106 (7)	<i>69600</i>	<i>7,3 10<sup>-5</sup> (1)</i>
	[ 750 - 900 ]	14		
[45]	[ 600 - 700 ]	130 (20)	<i>57600</i>	<i>1,1 10<sup>-5</sup> (2)</i>
Présent travail	[ 650 - 800 ]	132 (11)	28536	

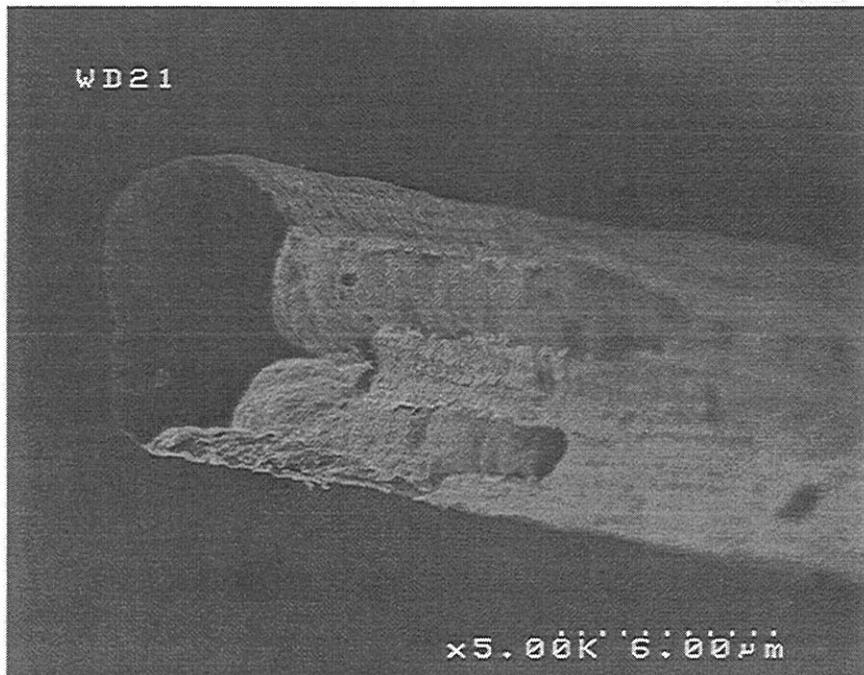
(1) Oxygène pur, P = 100 kPa, v<sub>i</sub> = 40 %, e<sub>i</sub> = 1 μm.

(2) Air, P = 101,3 kPa, v<sub>i</sub> = 100 %, e<sub>i</sub> = 6(4) μm.

(3) Air, P = 101,3 kPa, v<sub>i</sub> = 48(8) %, e<sub>i</sub> = 3,8(0,2) μm.

**Tableau VII.3** : Durée de vie des minicomposites C/C (présent travail), et comparaison avec les prévisions à partir des données de la littérature (en italique).





**Figure VII.7 : Oxydation de minicomposites C/C : rôle protecteur du pyrocarbone, les fibres sont oxydées lorsque le pyrocarbone a disparu**



L'écart entre les valeurs expérimentales et calculées (tableau VII.3) peut être expliqué grâce aux observations suivantes : tout d'abord, la surface active de pyrocarbone évolue au cours de l'oxydation par l'ouverture progressive de pores internes au minicomposite. Ensuite, l'épaisseur de pyrocarbone n'est pas uniforme dans tout le matériau [45]. De plus, la microtexture du pyrocarbone peut être différente selon les modes d'élaboration (laminaire lisse, laminaire rugueux, ou laminaire sombre) impliquant des vitesses d'oxydation différentes.

Une simulation a été effectuée à partir de l'expression (VII.16) pour déterminer l'influence de l'épaisseur de l'interphase. Il apparaît (fig. VII.8 et VII.9) qu'à partir d'une épaisseur de pyrocarbone d'environ  $0,5 \mu\text{m}$ , la durée de vie se réduit quasiment à la durée nécessaire à l'oxydation de cette épaisseur de pyrocarbone. L'influence de la charge appliquée sur la durée de vie des minicomposites C/C n'est sensible que pour des épaisseurs de pyrocarbone inférieures.

### VII.3.3 - Minicomposites C/C/SiC

L'ouverture des fissures matricielles a été mesurée à charge nulle et à température ambiante au microscope électronique à balayage (cf. chapitre IV). L'histogramme des ouvertures initiales  $u_0$  sert de base pour l'étude en température et sous charge (fig. IV.5) et est utilisée dans le but de décrire la totalité des fissures du réseau de fissuration du matériau. L'évolution de l'ouverture des fissures a été déterminée expérimentalement grâce à des essais de traction en température effectués sous Microscope Électronique à Balayage (fig. IV.15 et IV.17).

Ces résultats ont été introduits dans le calcul numérique, permettant la détermination de la perte de masse au cours du temps. La fraction massique de pyrocarbone au sein du minicomposite C/C/SiC est de 16 %. Les durées de vie expérimentales et calculées sont reportées sur la figure VII.10.

Les tendances observées expérimentalement sont reproduites par les prévisions de durée de vie. Elles s'expliquent à partir des mécanismes gouvernant la cinétique d'oxydation.

A charge quasiment nulle, la durée de vie diminue lorsque la température augmente tant que l'oxydation est contrôlée par les réactions de surface entre l'oxygène et le carbone. Au fur et à mesure que la température augmente, les fissures de la matrice se referment, la cinétique d'oxydation devient contrôlée par la diffusion des espèces

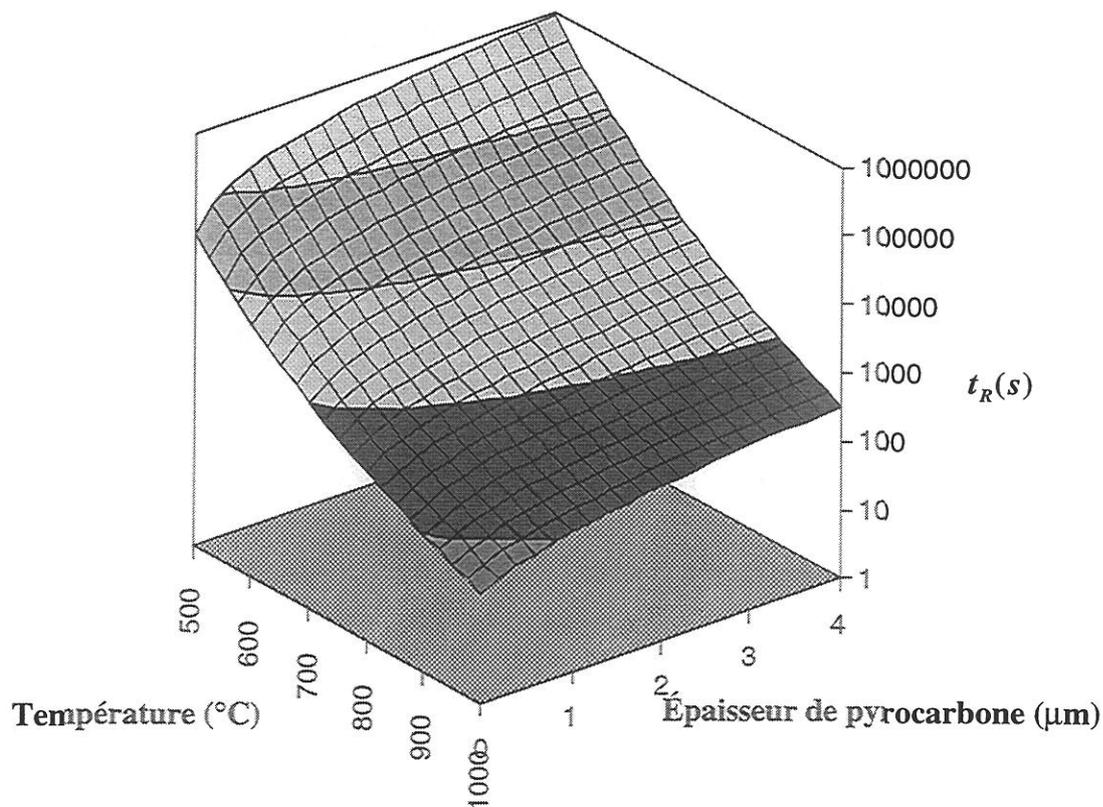


Figure VII.8 : Durée de vie des minicomposites C/C en fonction de la température et de l'épaisseur de pyrocarbure

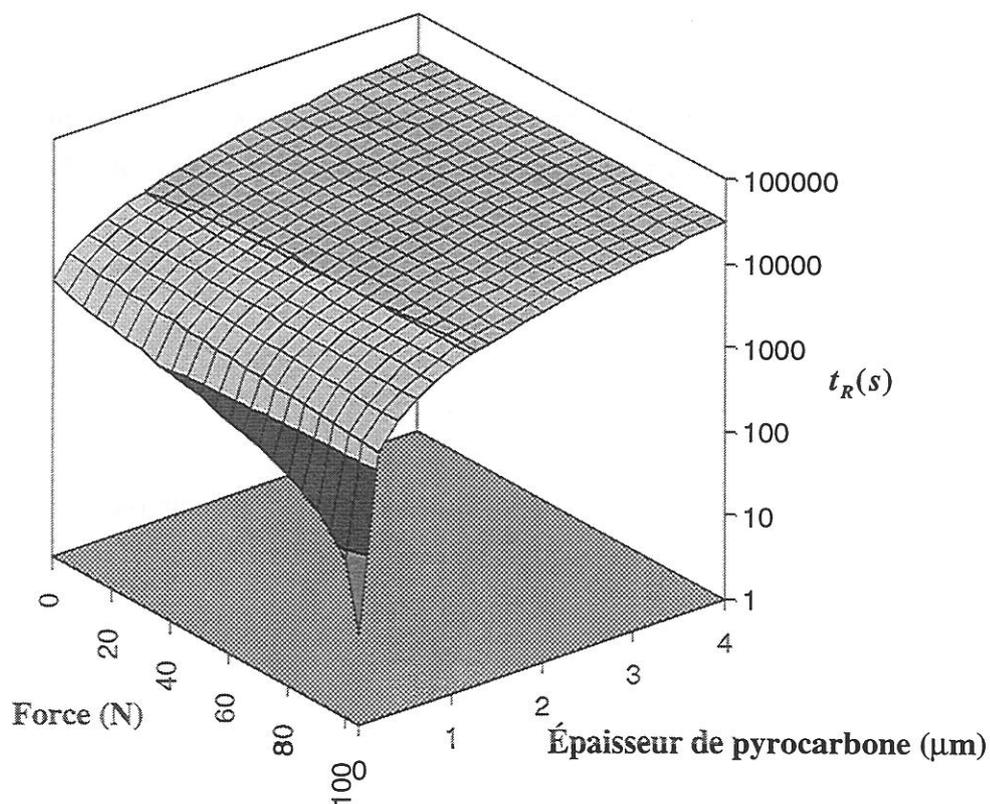
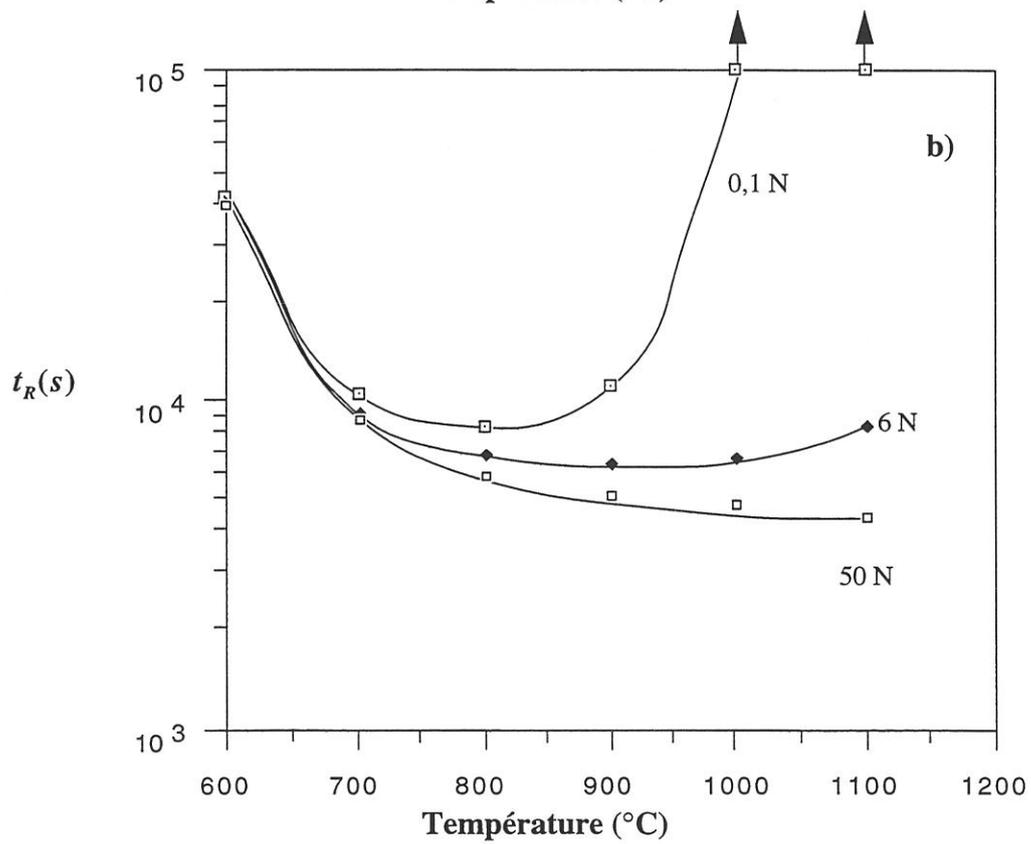
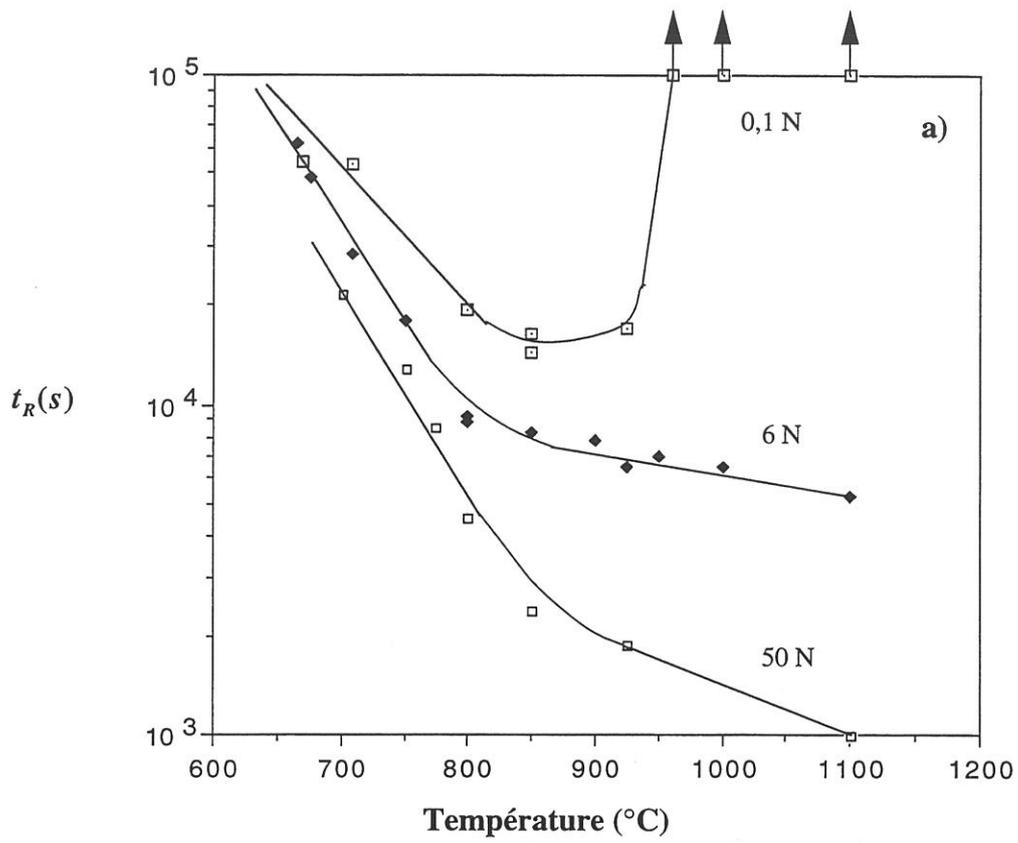


Figure VII.9 : Durée de vie des minicomposites C/C à 650 °C en fonction de la charge et de l'épaisseur de pyrocarbure



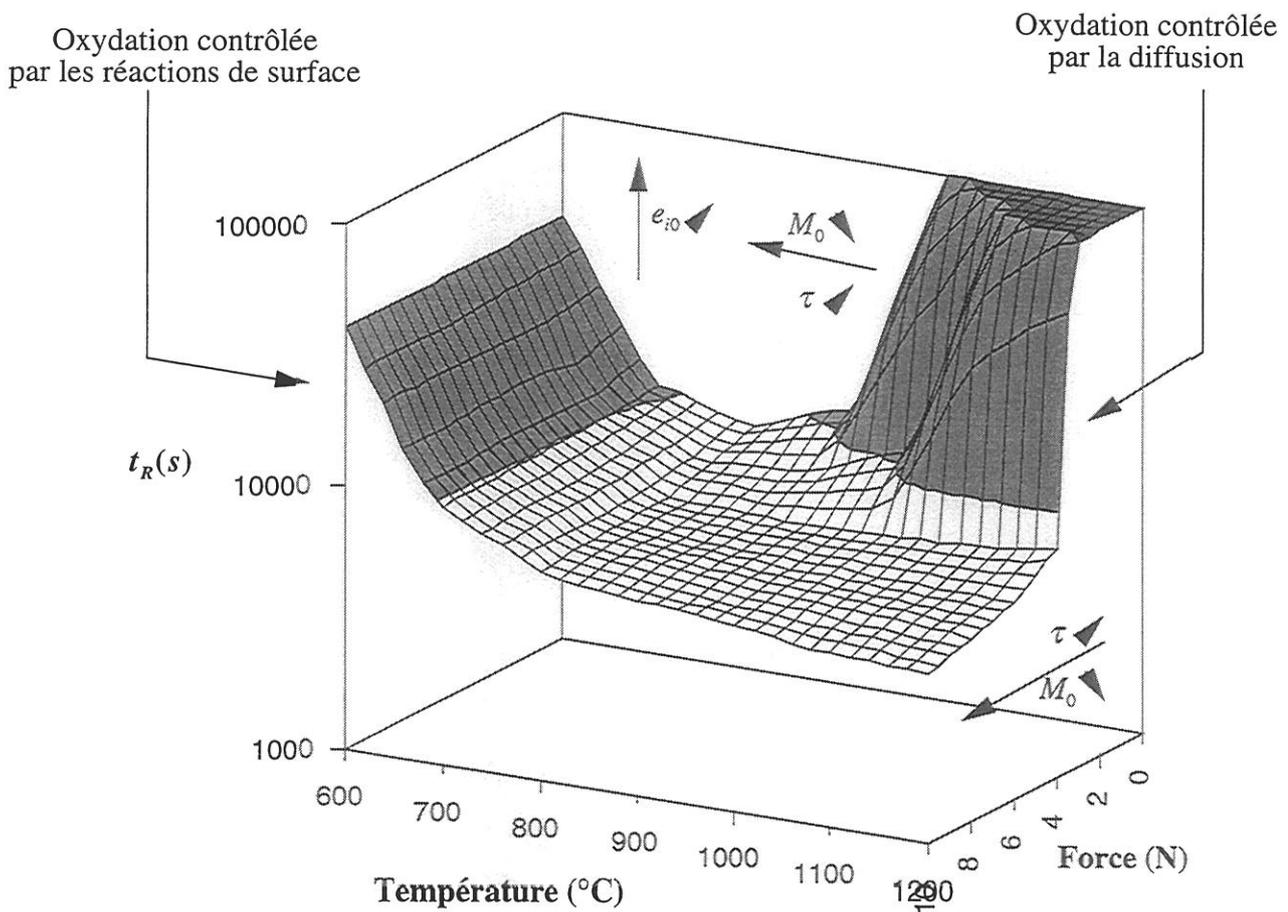
**Figure VII.10 : Durée de vie des minicomposites C/C/SiC pour différentes charges**  
**a) résultats expérimentaux, b) simulations**

gazeuses à travers les fissures de la matrice. La vitesse d'oxydation diminuant au fur et à mesure que les fissures se ferment, la durée de vie augmente alors avec la température. Lorsqu'une charge est appliquée, les fissures ont tendance à s'ouvrir. La température de transition entre les deux régimes d'oxydation est d'autant plus élevée que la charge appliquée est élevée (fig. VII.11).

Les résultats expérimentaux montrent que certaines hypothèses formulées pour calculer les durées de vie sont vérifiées. Ainsi, on a considéré que l'oxydation se porte sur toute la surface du pyrocarbone au sein du composite C/C/SiC du fait de la présence des décohésions entre le carbone et le carbure de silicium. **Lorsque la température est basse ( $T \leq 800^\circ\text{C}$ ), la cinétique d'oxydation est contrôlée par les réactions de surface entre le carbone et l'oxygène. De ce fait, l'application d'une charge durant l'oxydation, bien qu'induisant une ouverture des fissures, a peu d'effet sur la vitesse d'oxydation et donc sur la durée de vie.** Ce point explique le fait que les durées de vie des C/C/SiC convergent vers la même valeur à basse température, quel que soit le niveau de la charge appliquée. Cependant, cette hypothèse n'est plus vraie à haute température où la dilatation différentielle entre le minicomposite C/C et la gaine de matrice SiC induit une refermeture des décohésions. L'oxygène ne peut pas accéder à la totalité de la surface du pyrocarbone au sein du composite C/C/SiC, et de plus, la réactivité du carbone augmentant avec la température, l'oxydation se limite à la région située au droit des fissures de la matrice [47]. Ce phénomène n'ayant pas été pris en compte dans la modélisation de la cinétique d'oxydation des C/C/SiC, il est normal d'observer une divergence entre les résultats expérimentaux à hautes températures et le modèle qui utilise un critère de rupture identique dans tout le domaine de température. Cependant, l'ordre de grandeur des durées de vie est relativement acceptable compte tenu de la complexité des mécanismes de dégradation du matériau à moyennes et hautes températures.

#### VII.4 - Implications

Quelques remarques peuvent être formulées en vue d'améliorer la durée de vie des C/C/SiC étudiés. En présence de fissures, la durée de vie des C/C/SiC à haute température et sous air peut être améliorée, essentiellement, si l'ouverture des fissures diminue (pour une charge et une température donnée) de telle sorte que le passage d'un régime réactionnel à un régime diffusionnel s'effectue pour des températures les plus basses possibles et qu'il soit conservé pour des charges les plus élevées possibles (fig. VII.11).



**Figure VII.11 : Durée de vie des minicomposites C/C/SiC en fonction de la température et de la charge**

**$M_0$  est le terme clé, non seulement parce qu'il détermine l'état de fissuration à température ambiante, mais surtout parce qu'il contrôle l'ouverture des fissures.**

Plus  $M_0$  est faible plus la température de fermeture des fissures sera faible, déplaçant ainsi, à charge nulle, la transition régime réactionnel-régime diffusionnel vers les basses températures. L'avantage est double. En effet, si la fermeture des fissures s'effectue à basse température, le régime diffusionnel sera atteint à plus basse température limitant l'accès de l'oxygène vers un pyrocarbone dont la réactivité est moindre.

Pour des charges faibles, le matériau peut voir sa durée de vie à haute température augmenter de façon importante. Pour observer ce phénomène à des charges plus élevées, il est nécessaire de diminuer la valeur de  $M_0$  intervenant dans le calcul des contraintes d'origine thermique. En effet, pour des températures supérieures à la température de fermeture des fissures, la matrice est en compression sur l'ensemble de la longueur de jauge. Pour ouvrir les fissures, il faut appliquer une charge d'autant plus élevée que cette contrainte de compression est élevée en valeur absolue.  $M_2(T) - M_0$  en détermine la valeur.  $M_2$  est un terme non contrôlable. En revanche, en diminuant  $M_0$  on augmente la contrainte de compression de la matrice.

$M_0$  est un terme qui dépend, d'une part, de la différence entre les coefficients de dilatation des fibres et de la matrice, mais aussi des conditions d'élaboration. Ainsi, la température d'élaboration est déterminante, cependant il n'est pas toujours facile de la contrôler. En revanche, **il est possible de diminuer  $M_0$  en élaborant ces matériaux sous charge.** En effet, lorsque la matrice est déposée sur des **fibres précontraintes en tension**, la différence  $\Delta\sigma$  entre la contrainte des fibres et celle de la matrice sera conservée quelle que soit la sollicitation future. Dans le cas des C/C/SiC,  $\Delta\sigma$  diminuera la contrainte d'origine thermique, impliquant une diminution de la température de fermeture des fissures  $T^*$ , et une augmentation de l'étendue du domaine de charge où les fissures seront fermées (pour  $T \geq T^*$ ). Ainsi **pour une contrainte de 400 MPa au moment de l'élaboration,  $M_0 = 0,14 \%$ , la fermeture des fissures s'effectuera aux alentours de 500°C.**

**Le rôle protecteur du pyrocarbone a une fois de plus été démontré, dans la mesure où il retarde l'oxydation des fibres.** A haute température, une compétition existe entre l'oxydation du pyrocarbone et la formation de la silice qui cicatrisera la matrice et empêchera en conséquence l'oxygène d'accéder au pyrocarbone. Aussi, il est important que l'épaisseur de pyrocarbone soit suffisamment importante, de

telle sorte que la cicatrisation intervienne avant l'oxydation de la totalité de la couche de pyrocarbone. Pour les mêmes raisons, il est important que la décohésion se situe le plus près possible de l'interface matrice - pyrocarbone.

De même, **une augmentation du cisaillement interfacial est souhaitable. En effet plus il est élevé, plus le pas de fissuration sera faible, et en conséquence, l'ouverture des fissures sera globalement diminuée par rapport aux matériaux étudiés.** Ceci permettra un passage au régime diffusionnel pour des températures plus basses. De plus, lorsque la charge va augmenter, l'ouverture s'effectuera plus lentement. Cependant, cet avantage est à double tranchant. En effet s'il retarde l'ouverture des fissures en fonction de la charge, la présence d'un cisaillement interfacial fort retardera la fermeture des fissures en fonction de la température. L'obtention d'un cisaillement interfacial fort est délicat, notamment pour le système C/SiC. En effet, la différence (supposée) entre les coefficients de dilatation radiaux entre les fibres et la matrice est telle qu'il faudrait une interphase dont le coefficient de dilatation radial soit particulièrement faible afin qu'elle soit en compression. Ceci semble difficile avec une interphase de pyrocarbone élaborée par voie gazeuse. En effet, la microtexture du pyrocarbone élaboré dans ces conditions, implique un coefficient de dilatation radial particulièrement élevé. De plus le raisonnement est basé sur un système de type micro composite (composite monofilamentaire) dont la représentativité est limitée, étant donnée la répartition et le caractère anisotrope des constituants du C/C/SiC. Une dernière solution peut être apportée. Elle consiste à utiliser non pas les coefficients de dilatation mais les coefficients de Poisson des matériaux, montrant, une fois de plus, l'intérêt de l'élaboration sous charge.

## **VII.5 - Conclusion**

La durée de vie en fatigue statique sous air et à haute température des minicomposites C/C/SiC est dictée par la vitesse d'oxydation des matériaux présents dans le composite. Le modèle proposé dans ce chapitre permet d'estimer la durée de vie en fonction de divers facteurs.

Le pyrocarbone joue un rôle protecteur vis à vis des fibres. Pour que les fibres soient oxydées et entraînent la rupture complète, il est nécessaire d'oxyder la totalité de la couche de pyrocarbone. Étant données les vitesses d'oxydation des fibres et du pyrocarbone, pour une épaisseur d'interphase supérieure à 0,5  $\mu\text{m}$ , la durée de vie d'un minicomposite C/C est quasiment indépendante de la charge appliquée (contrairement au

fil brut). La présence de fissures dans la matrice SiC permet à l'oxygène d'accéder au carbone. La durée de vie des minicomposites C/C/SiC résulte d'une compétition entre la réactivité du pyrocarbone qui augmente avec la température, la diffusion de l'oxygène le long de la fissure puis de la décohésion et la fermeture des fissures. La charge appliquée dicte l'ouverture des fissures et joue donc un rôle essentiel.

L'examen des paramètres mécaniques et morphologiques contrôlant le comportement thermomécanique et la durée de vie, indique des voies de recherche en vue d'améliorer le comportement du matériau et d'étendre son domaine d'application.

*CONCLUSION GÉNÉRALE*



## CONCLUSION GÉNÉRALE

Les modèles de comportement thermomécanique qui ont été proposés pour les minicomposites, ont permis de calculer la durée de vie de minicomposites C/C/SiC en traction à haute température dans l'air, mais aussi les phénomènes fondamentaux qui déterminent le comportement mécanique en fonction de la température, à savoir la multifissuration de la matrice, l'ouverture des fissures en fonction de l'effort et de la température, et la dilatation et les effets de la température sur la loi de comportement mécanique. Les données expérimentales nécessaires à la validation des modèles ont été obtenues dans ce travail grâce à des essais de traction réalisés à température ambiante et à haute température jusqu'à 1200°C sur des minicomposites de la famille des C/C/SiC. Les résultats expérimentaux obtenus par d'autres auteurs [1] sur les minicomposites SiC/SiC ont aussi été examinés. **La partie expérimentale a nécessité un certain nombre d'essais originaux, tels que des essais de traction dans un microscope électronique à balayage à des températures variant de la température ambiante jusqu'à 1200°C.**

Le **modèle de comportement thermomécanique** tient compte de l'effet des **contraintes résiduelles** générées par la différence de dilatation de la fibre et de la matrice entre la température d'élaboration et la température d'essai, et de la **formation séquentielle et aléatoire des fissures dans la matrice**. Afin d'obtenir des équations qui permettent de conduire les calculs à leur terme, la **longueur de décohésion interfaciale** associée aux fissures matricielles a été assimilée à une **longueur ineffective**. Cette longueur ineffective est définie de façon telle que l'ouverture des fissures et les déformations du minicomposites soient inchangées.

Ce modèle de comportement a donc permis de prévoir en fonction de l'effort appliqué et de la température, **l'ouverture des fissures, l'allongement, la raideur, l'allongement résiduel et la dilatation**. Il nécessite la connaissance des propriétés des constituants du minicomposite, à savoir : le module d'Young, la fraction de matrice et de fibres, les coefficients de dilatation, et les paramètres statistiques qui décrivent la distribution des données à rupture de la matrice et des fibres.

Le modèle a permis de **calculer les courbes de comportement en traction** en fonction de la valeur relative des différentes propriétés des constituants, et de vérifier

les tendances observées jusqu'à ce jour sur divers composites à matrice céramique. Il permet donc de décrire les relations microstructure-propriétés.

En considérant le minicomposite comme une succession de blocs de matrice identiques, on a pu déterminer une expression analytique simple liant le nombre de fissures générées dans la matrice aux contraintes appliquées. Ce modèle a été validé grâce aux résultats d'essais de traction réalisés sous microscope électronique à balayage, qui permet le suivi du nombre de fissures en fonction de la force appliquée, de la taille des blocs de matrice formé par les fissures. Le modèle a aussi été appliqué pour décrire les résultats expérimentaux obtenus par divers auteurs pour d'autres systèmes : SiC/SiC et SiC/Alumine. Les essais de traction sous microscope électronique à balayage ont fourni aussi des résultats très importants pour les limites de validité des approches statistiques. Ils ont montré que l'approche de Weibull n'est pas affectée par la taille des blocs de matrice. Elle s'applique aussi bien pour des blocs de grande dimension que pour des blocs de faible dimension, et elle permet de décrire les effets d'échelle même quand le nombre de fissures matricielles devient très grand (le volume des blocs est alors très petit).

Les essais de **traction sous microscope électronique à balayage** ont permis d'étudier le phénomène **d'ouverture des fissures en fonction de la température, et de valider le modèle**. A charge nulle, les fissures se referment de façon quasiment linéaire en fonction de la température, la fermeture se produisant vers 750°C. Le même phénomène a été observé en fonction de la charge appliquée, la fermeture se produisant alors pour des températures plus élevées. L'évolution de l'ouverture des fissures en fonction de la charge, à température donnée (inférieures à la température d'élaboration), est linéaire et la pente est proportionnelle à l'ouverture initiale à charge nulle et à température ambiante. Au delà de la température d'élaboration, la pente semble diminuer du fait du fretage de la matrice sur les fibres. La température de fermeture des fissures observée pour différentes charges est en accord avec les prévisions du modèle.

Le modèle a ensuite été appliqué pour **décrire le comportement en traction, à température ambiante de minicomposites C/C/SiC et SiC/SiC**. La prévision de l'état d'endommagement initial, de l'évolution, au cours de la traction, de la raideur, de l'allongement résiduel et de l'allongement total correspondent correctement aux données expérimentales. De même, appliqué à la dilatation et au comportement en traction de minicomposites C/C/SiC pré-endommagés, il a montré que le **degré d'endommagement conditionne directement le coefficient de dilatation tant que les fissures sont ouvertes : plus l'endommagement est important, plus**

la dilatation est proche de celle des fibres. Lorsque les fissures se ferment, le coefficient de dilatation tend vers celui du matériau non endommagé.

Enfin, la durée de vie en fatigue statique sous air à haute température des minicomposites C/C/SiC est dictée par la vitesse d'oxydation des constituants. Le modèle proposé a permis d'estimer la durée de vie et de déterminer l'influence des facteurs prépondérants, à savoir : **l'ouverture des fissures, la température et l'effort appliqué**. Le pyrocarbone joue un rôle protecteur vis à vis des fibres. Pour que les fibres soient oxydées, il est nécessaire d'oxyder la totalité de la couche de pyrocarbone. Ainsi la durée de vie d'un minicomposite C/C est quasiment indépendante de la charge appliquée. La présence de fissures dans la matrice SiC permet à l'oxygène d'accéder au carbone. La durée de vie des minicomposites C/C/SiC résulte d'une compétition entre la réactivité du carbone qui augmente avec la température, la diffusion de l'oxygène le long de la fissure, puis de la décohésion et la fermeture des fissures. La charge, qui dicte l'ouverture des fissures, joue donc un rôle essentiel. En présence de fissures, la durée de vie des C/C/SiC à haute température et sous air peut être améliorée à condition de réduire l'ouverture des fissures, de telle sorte que la transition d'un régime réactionnel à un régime diffusionnel s'effectue pour des températures qui soient les plus basses possibles et pour des charges qui soient les plus élevées possibles. Cet effet peut être obtenu **en élaborant les matériaux sous une précontrainte de traction et en augmentant la résistance des interphases** (interphases fortes).

Les modèles de comportement et de durée de vie proposés et validés dans le présent travail permettent donc de calculer le comportement thermomécanique et la durée de vie à partir des propriétés des constituants, pour des composites unidirectionnels. Le modèle de durée de vie a permis d'identifier des voies pour améliorer la durée de vie de minicomposites C/C/SiC comportant une couche épaisse de pyrocarbone sur les fibres, et pour lesquels la déviation des fissures matricielles se produit entre la matrice et la couche de pyrocarbone. Ce modèle pourra être modifié facilement pour calculer la durée de vie dans d'autres configurations où le dépôt de pyrocarbone et le site de déviation des fissures présentent des différences avec les minicomposites étudiés ici.



*ANNEXES*



## Annexe 0

### LA FONCTION DE DISTRIBUTION DE WEIBULL

Cette distribution établie par Weibull en 1939 [1, 2] est relativement populaire. Elle repose sur le concept du lien le plus faible. L'élément est constitué d'une chaîne d'unité de longueur imaginaire  $l_0$ , caractérisée par une contrainte  $\sigma_i$  à rupture (figure 1). Le modèle n'est pas relié à la nature physique des processus de rupture. Il suppose que la rupture est due à une soudaine croissance d'un défaut préexistant. Chaque défaut étant caractérisé par une contrainte de rupture locale.

Ce modèle repose sur les hypothèses suivantes :

- le gradient du champ de contrainte est suffisamment faible pour que les éléments de volume soient considérés comme des variables aléatoires indépendantes. De ce fait, il ne peut y avoir interaction entre les défauts.
- soumis à la même contrainte, la probabilité de rupture des éléments de même volume est identique. Le matériau est considéré homogène et isotrope vis à vis des défauts.

Si  $F'(\sigma)$  est la probabilité de rupture d'une unité soumise à la contrainte  $\sigma$ , pour une chaîne constituée de  $N$  maillons, la probabilité de rupture s'écrit :

$$(1) \quad F_N(\sigma) = 1 - [1 - F'(\sigma)]^N$$

Si  $N$  est assez grand :

$$(2) \quad F_N(\sigma) = 1 - \exp[-NF'(\sigma)]$$

Par ailleurs, si N est proportionnel au volume V de l'échantillon, l'équation (2) devient :

$$(3) \quad F(\sigma) = 1 - \exp\left(-\frac{V}{V_0} \phi(\sigma)\right)$$

Weibull a proposé la forme suivante pour la fonction  $\phi(\sigma)$  de manière empirique :

$$(4) \quad \phi(\sigma) = \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma'_0}\right)^m$$

$\sigma$  est la contrainte appliquée,  $\sigma_u$  représente le seuil (contrainte en dessous de laquelle la probabilité de rupture est nulle),  $\sigma'_0$  le facteur d'échelle et m, un paramètre sans dimension appelé module de Weibull. En combinant les équations (3) et (4) la fonction de distribution devient :

$$(5) \quad F(\sigma) = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma'_0}\right)^m\right]$$

Cette relation est habituellement écrite :

$$(6) \quad \boxed{F(\sigma) = 1 - \exp\left[-V \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma'_0}\right)^m\right]}$$

La fonction densité associée :

$$(7) \quad f(\sigma) = \frac{dF(\sigma)}{d\sigma} = \frac{Vm}{\sigma_0^m} (\sigma - \sigma_u)^{m-1} \exp\left[-V \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma'_0}\right)^m\right]$$

La probabilité de rupture s'écrit de manière générale pour un champ de contrainte non uniforme :

$$(8) \quad \begin{cases} F(\sigma) = 1 - \exp \left[ - \int_v \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o} \right)^m dv \right] & \text{si } \sigma > \sigma_u \\ F(\sigma) = 0 & \text{si } \sigma \leq \sigma_u \end{cases}$$

Si  $m = 1$ , la distribution de Weibull est la simple distribution exponentielle qui a été largement utilisée pour décrire la rupture de nombreux produits. Mais elle s'est révélée inadaptée pour de nombreux systèmes.

Pour  $m = 2$ , la distribution de Weibull est la distribution de Rayleigh. Pour des grandes valeurs de  $m$ ,  $m \geq 10$ , la forme de la fonction de distribution est proche de celle des valeurs extrêmes. Si  $Y$  suit une distribution de Weibull, alors  $\ln Y$  correspond à la distribution des valeurs extrêmes [3, 4].

La figure 2 représente la fonction densité pour différentes valeurs du facteur de normalisation,  $\sigma_o$ . La figure 3 représente la fonction de distribution pour différentes valeurs de  $m$  et  $\sigma_o$ . Pour des valeurs de  $m$  comprises entre 3 et 4, la forme de la fonction de distribution est proche de celle de la distribution normale.

La contrainte à rupture moyenne est reliée aux paramètres statistiques par la relation suivante :

$$(9) \quad \boxed{\bar{\sigma} = \frac{\sigma_o \Gamma(1 + 1/m)}{V^{1/m}} + \sigma_u}$$

$\Gamma(x)$  est la fonction gamma.

La déviation standard est donnée par la relation suivante :

$$(10) \quad S = \frac{\sigma_o}{V^{1/m}} \left\{ \Gamma(1 + 2/m) - \left[ \Gamma(1 + 1/m) \right]^2 \right\}^{1/2}$$

Les contraintes à rupture moyennes  $\bar{\sigma}_1$  et  $\bar{\sigma}_2$ , de deux échantillons de volume  $V_1$  et  $V_2$  sont liées par la formule suivante déduite de l'équation (6) :

$$(11) \quad \frac{\bar{\sigma}_1 - \sigma_u}{\bar{\sigma}_2 - \sigma_u} = \left( \frac{V_2}{V_1} \right)^{1/m}$$

Plus les valeurs de  $m$  sont élevées, plus l'effet du volume est faible (figure 4). Pour de nombreuses données, la distribution de Weibull est plus adaptée que la distribution exponentielle, normale ou celle des valeurs extrêmes. Une des difficultés est de déterminer les paramètres  $m$ ,  $\sigma_o$  et  $\sigma_u$  pour un jeu de valeurs expérimentales. Expérimentalement  $\sigma_u$  est très difficile à déterminer. En pratique la valeur est prise égale à zéro.

### Références bibliographique

- [1] W. Weibull, "A statistical theory of the strength of materials", Royal Swedish Academy of Eng. Sci. Proc., 151, (1939) pp.1- 45.
- [2] W. Weibull, "A statistical distribution function of wide applicability", J. Appl. Mech., 18, (1951) pp. 293-297.
- [3] E. J. Gumbel, "Les valeurs extrêmes des distributions statistiques", Ann. Inst. Henri Poincaré, 5, (1936), pp. 115.
- [4] B. Epstein, "Statistical aspects of fracture problems", J. Appl. Phys., 19, (1948), pp. 140-147.



Fig. 1 : Schéma d'une fibre constituée de  $N$  maillons caractérisés par une contrainte à rupture  $\sigma_i$

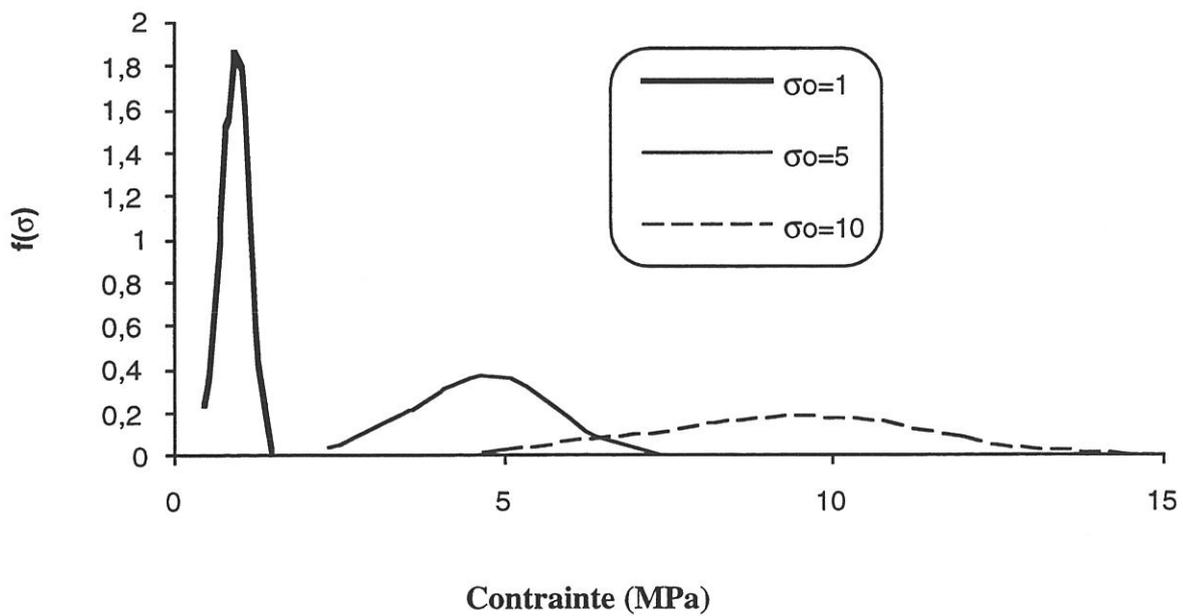


Fig. 2 : Fonction de densité de Weibull ( $m = 5$ ,  $V = 1$ )

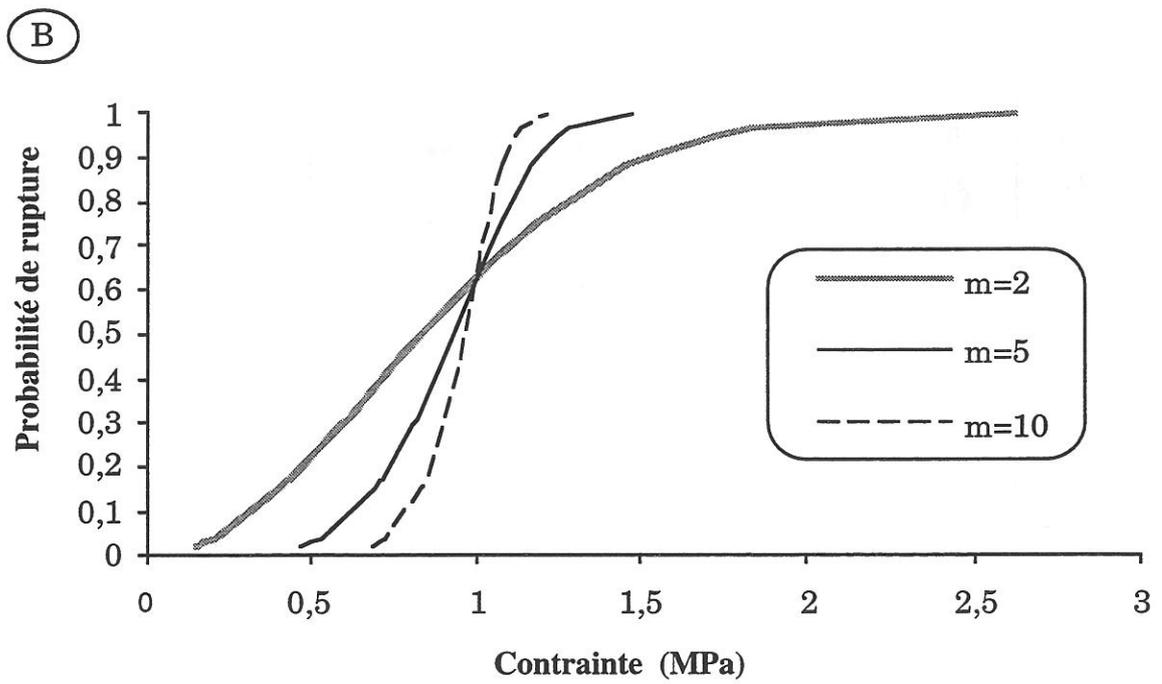
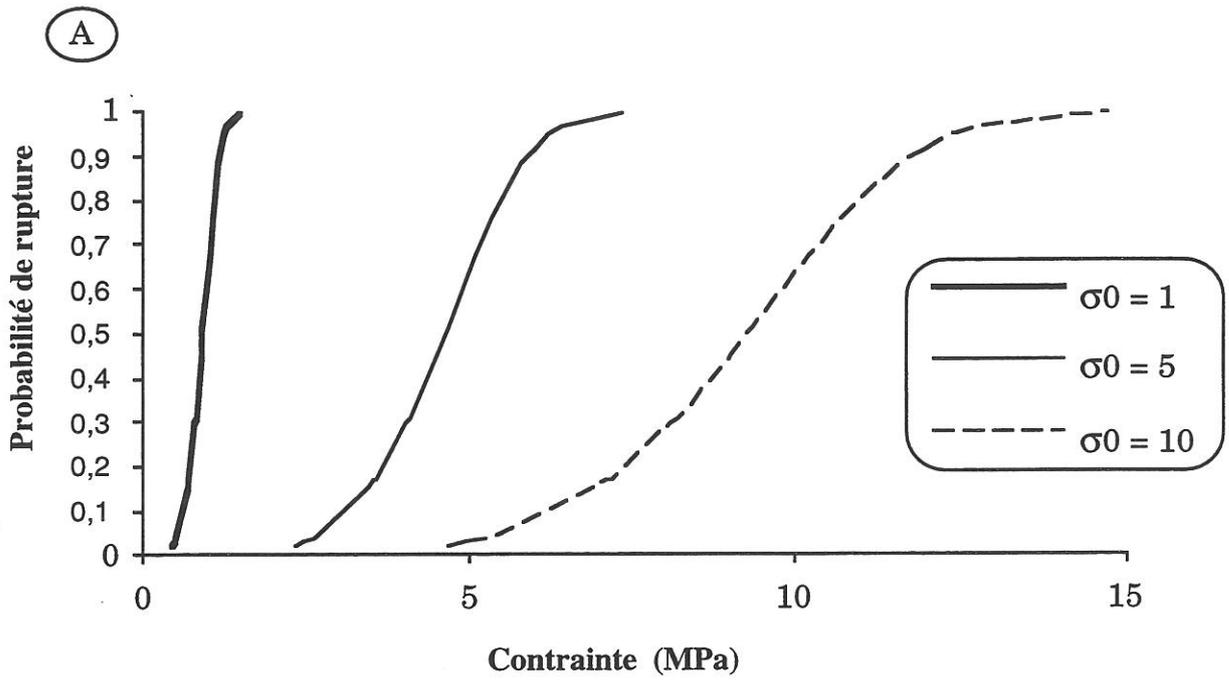
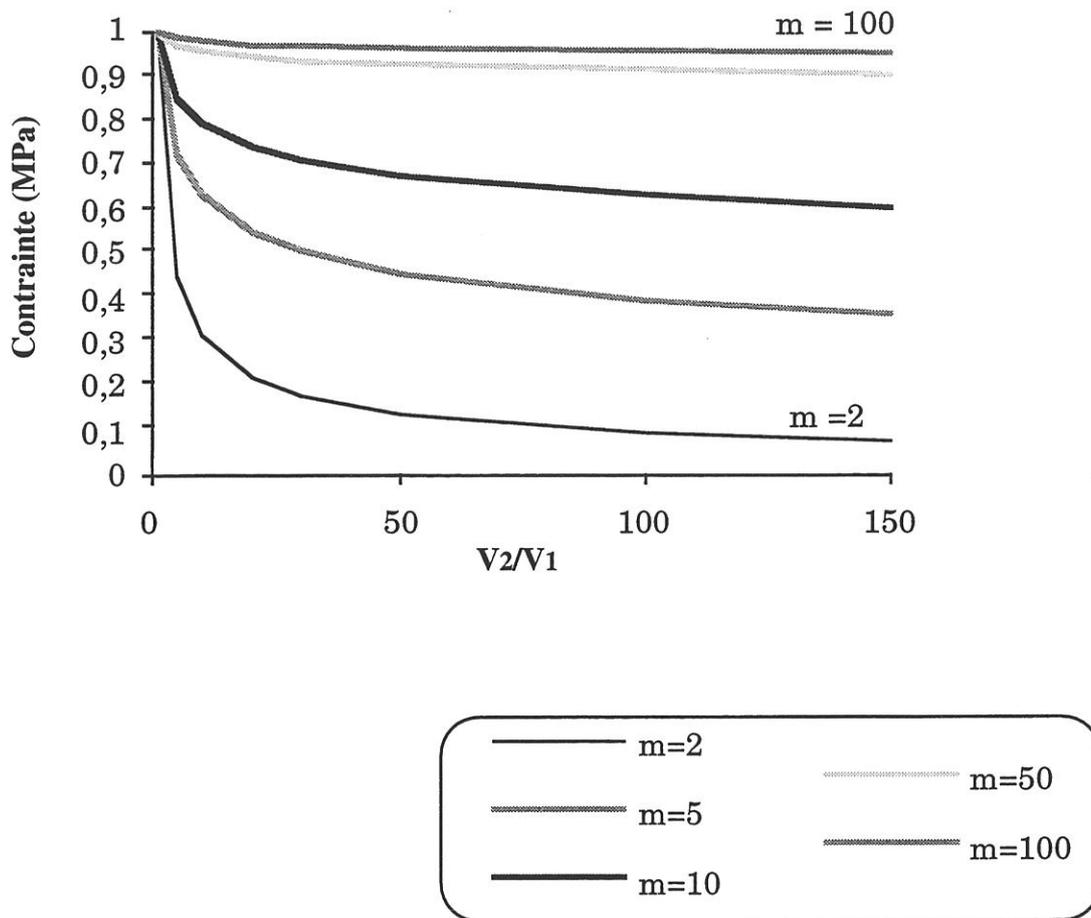


Fig. 3 : fonction de distribution de Weibull

A)  $m = 5, V = 1$

B)  $\sigma_0 = 1, V = 1$



**Fig. 4 : Évolution de la contrainte moyenne à rupture en fonction d'une augmentation de la longueur de jauge ( $\sigma_1 = 1\text{MPa}$ )**



## Annexe 1

### RUPTURE DES FIBRES AU DROIT DES FISSURES MATRICIELLES

#### A1.1 - Introduction

La création d'une fissure matricielle peut entraîner la rupture d'un certain nombre de fibres. De plus, une charge appliquée à un fil constitué de K fibres parallèles entraîne des ruptures aléatoires de fibres. Ce phénomène affecte l'ouverture des fissures et en conséquence l'allongement total en fonction de la charge appliquée.

#### A1.2 - Expressions

Une charge appliquée à un fil constitué de K fibres parallèles entraîne des ruptures aléatoires de fibres. Le nombre de fibres rompues augmente avec la charge. L'effort est distribué parmi les fibres non cassées en l'absence de lien physique entre les fibres. Un modèle permettant le calcul du nombre moyen de fibres rompues au cours de la traction d'un fil brut de longueur de jauge L a été déjà développé [6], [1] (chapitre I). Le comportement en traction du fil brut est déduit des propriétés individuelles des monofilaments. La description de la rupture des monofilaments est fondée sur une approche de Weibull [38].

Ce modèle peut être appliqué dans le cas présent pour une longueur correspondant à la longueur ineffective en supposant que la fibre rompue est rechargée dans la partie intacte du minicomposite. On supposera, de plus, que la longueur ineffective est identique d'une fissure à l'autre, égale à la longueur ineffective moyenne l (i.e. l'ouverture des fissures est identique d'une fissure à l'autre). Ainsi le taux de fibres rompues au droit de chaque fissure est donné par :

$$\alpha = 1 - \exp \left[ -s_f \cdot l \cdot \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad (\text{A1.1})$$

$$\text{avec } \sigma_f = \frac{F}{S_f \cdot (1 - \alpha)} \quad (\text{A1.2})$$

et  $s_f$  la section de chaque fibre,  $S_f$  la section totale de fibre (=  $K_0 \cdot s_f$  avec  $K_0$  le nombre initial de fibres),  $l$  la longueur de fibres sollicitées (il s'agit de la longueur ineffective),  $\sigma_{0f}$  et  $m_f$  les paramètres décrivant la dispersion des contraintes à rupture d'une fibre.

L'allongement de la partie endommagée est dicté par l'allongement des fibres qui est donné par l'expression (II.23) avec  $C'_f$  correspondant à la complaisance des fibres non rompues, soit :

$$l_i(T, F) = l_i^f(T, F) = l_{i0} \cdot \left( 1 + \int_{T_0}^T \alpha_f \cdot dT + C'_f \cdot F \right) \quad (\text{A1.3})$$

$$\text{avec } C'_f = (E_f \cdot S_f \cdot (1 - \alpha))^{-1} = C_f \cdot (1 - \alpha)^{-1} \quad (\text{A1.4})$$

Pour la partie saine, la longueur est contrôlée par les fibres et la matrice. Les fibres n'étant pas rompues, l'expression (II.45) reste identique.

La longueur totale du minicomposite est donc :

$$L = L_0 \cdot \left( 1 + \frac{C_f \cdot F}{1 + a} + M_1(T) - \frac{a}{1 + a} \cdot M_0 \right) + \sum_1^n l_{i0} \cdot \frac{a}{1 + a} \cdot \left( C_f \cdot \frac{1 + \alpha / a}{1 - \alpha} \cdot F + M_0 - M_2(T) \right) \quad (\text{A1.5})$$

Rq : l'expression (II.45) n'est plus vérifiée

La courbe de comportement en traction à température donnée, est décrite par l'expression :

$$\varepsilon(F) = \frac{C_f}{1 + a} \cdot \left( 1 + \beta \cdot \frac{a + \alpha}{1 - \alpha} \right) \cdot F + \frac{a \cdot (\beta - \beta_0)}{1 + a} \cdot (M_0 - M_2(T)) \quad (\text{A1.6})$$

Il apparaît ainsi que l'allongement résiduel n'est pas affecté par ce phénomène de rupture de fibres. En revanche, la complaisance  $C$  du minicomposite est modifié :

$$C(\alpha, \beta) = \frac{C_f}{1 + a} \cdot \left( 1 + \beta \cdot \frac{a + \alpha}{1 - \alpha} \right) \quad (\text{A1.7})$$

## Annexe 2

### RELATION LONGUEUR INEFFECTIVE - CISAILLEMENT INTERFACIAL

#### A2.1 - Introduction

La nature du transfert de charge des fibres vers la matrice n'a pas été explicitement prise en compte dans le modèle du chapitre II, elle était intégrée dans la longueur ineffective. Dans cette présente annexe, on établit la relation qu'il existe entre la longueur ineffective et la contrainte de cisaillement interfacial limite (shear-lag analysis [Aveston, 1971]). Ceci débouchera sur l'étude de l'ouverture des cycles d'hystérésis et sur l'exploitation de leur aire.

#### A2.2 - Expressions

On suppose qu'au delà d'une contrainte limite  $\tau$ , il y a glissement interfacial. La notion même de glissement interfacial implique l'existence d'une longueur de glissement  $l_g$  sur laquelle le rechargement de la matrice s'effectue, pour atteindre la contrainte nominale (fig. II.18).

Sur la zone de glissement  $0 \leq x \leq l_g$  :

$$\frac{\partial \sigma_m}{\partial x} = \frac{p}{S_m} \cdot \tau \quad (\text{A2.1})$$

où  $p$  désigne la longueur de la frontière entre fibre et matrice (pour un composite monofilamentaire, il s'agit du périmètre de la fibre).

Sur ce domaine la charge est partagée entre les fibres et la matrice selon la relation (II.38).

Ainsi, sur la zone de glissement, sous sollicitation de traction monotone, les contraintes dans la matrice et dans les fibres sont :

$$\begin{cases} \sigma_m^g = \frac{p \cdot x}{S_m} \cdot \tau \\ \sigma_f^g = \frac{F}{S_f} - \frac{p \cdot x}{S_f} \cdot \tau \end{cases} \quad (\text{A2.2})$$

A l'extrémité de la zone de glissement, avant que la saturation ne soit atteinte, la continuité des contraintes implique que :

$$l_g = \frac{S_m \cdot \sigma_m}{p \cdot \tau} \quad (\text{A2.3})$$

$\sigma_m$  donné par l'équation (II.43)

### A2.3 - Ouvertures des fissures, relation longueur ineffective - cisaillement interfacial

A partir de l'équation (A2.3), on définit la valeur de charge telle que le matériau ait localement atteint la saturation ( $l_g = 0,5 \cdot l^*$ ) :

$$F_{sat} = \frac{1}{2} \cdot \frac{1+a}{a} \cdot p \cdot l^* \cdot \tau - \frac{M_0}{C_f} \quad (\text{A2.4})$$

#### A2.3.1 - Matériau localement non saturé $F_M \leq F_{sat}$

Lorsque  $l_g \leq 0,5 \cdot l^*$  le matériau n'est pas saturé en fissure, les zones de glissement ne sont pas jointives.

L'ouverture des fissures est déterminée à partir des différences d'allongement entre les fibres et la matrice sur la zone de glissement, on obtient :

$$u_M = l_g \cdot (C_f \cdot F_M + M_0) \quad (\text{A2.5})$$

La longueur ineffective est alors égale à  $l_g$  :

$$\gamma = \frac{l}{l^*} = \frac{a}{1+a} \cdot \frac{C_f \cdot F_M + M_0}{C_f \cdot p \cdot l^* \cdot \tau} \quad (\text{A2.6})$$

A2.3.2 - Matériau localement saturé  $F_M \geq F_{\text{sat}}$ 

Dans ce cas  $l_g = 0,5.l^*$ , la saturation est atteinte et les zones de glissement sont jointives. L'ouverture de la fissure à  $F_M$  vaut :

$$u_M = l^* \cdot \left( C_f \cdot F_M + M_0 - \frac{1}{4} \cdot \frac{1+a}{a} \cdot C_f \cdot p \cdot l^* \cdot \tau \right) \quad (\text{A2.7})$$

La longueur ineffective est alors égale à :

$$\gamma = \frac{l}{l^*} = 1 - \frac{1}{4} \cdot \frac{1+a}{a} \cdot \frac{C_f \cdot p \cdot l^* \cdot \tau}{C_f \cdot F_M + M_0} \quad (\text{A2.8})$$

## A2.4 Longueur totale

La longueur totale est déterminée par la déformation des fibres dans les zones intactes et dans les zones de glissement :

$$L = \int_0^{L_0} (1 + \varepsilon_f) \cdot dx \quad (\text{A2.9})$$

Sur les zones intactes, la contrainte dans les fibres est constante (équation (II.42)), dans les zones endommagées, le profil de contrainte est identique entre deux fissures voisines (le profil à droite de la fissure  $i$  est le symétrique du profil à gauche de la fissure  $i+1$ ), ainsi, on peut écrire :

$$L = \int_0^{L_0 - 2 \cdot \sum_1^n l_g} (1 + \varepsilon_f^0) \cdot dx + 2 \cdot \sum_1^n \int_0^{l_g} (1 + \varepsilon_f(x)) \cdot dx \quad (\text{A2.10})$$

avec  $\varepsilon_f^0$  donné à partir de la contrainte dans les fibres de l'expression (II.42) et  $\varepsilon_f(x)$  donné à partir de la contrainte dans les zones de glissement (équation (A2.2)). Tout calcul fait, on obtient à température ambiante :

$$L = L_0 \cdot \left( 1 + \frac{C_f \cdot F}{1+a} - \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \right) + 2 \cdot \frac{a}{1+a} \cdot \sum_1^n l_g \cdot \left( C_f \cdot F + M_0 - \frac{1}{2} \cdot C_f \cdot p \cdot l_g \cdot \tau \right) \quad (\text{A2.11})$$

L'ouverture des fissures apparaît dans le second terme, ainsi (que le matériau ait atteint la saturation ou pas) :

$$L = L_0 \cdot \left( 1 + \frac{C_f \cdot F}{1+a} - \frac{a}{1+a} \cdot M_0 \right) + \frac{a}{1+a} \cdot \sum_1^n u \quad (\text{A2.12})$$

L'équivalence sur l'ouverture des fissure implique donc une même loi de comportement.

## A2.5 - Exploitation des boucles d'hystérésis

On cherche à déterminer la relation existant entre l'aire des boucles d'hystérésis et le cisaillement interfacial. Les travaux de Peres [Peres, 1988], McMeeking [McMeeking, 1990], Cox [Cox, 1991] et Reynaud [Reynaud, 1992] servent de bases à cette étude.

Dans le présent travail, la même approche est utilisée, les contraintes d'origine thermiques seront introduites dans les calculs. On suppose que les fissures sont réparties uniformément, c'est-à-dire que, pour  $n$  fissures, la distance séparant deux fissures voisines est égale à  $L/n$ , identique pour tout le minicomposite (hypothèse adoptée par Reynaud).

Les profils de contrainte dans les fibres et dans la matrice sont issus des travaux de Peres [Peres, 1988], auxquels les contraintes d'origine thermique sont ajoutées (fig. A2).

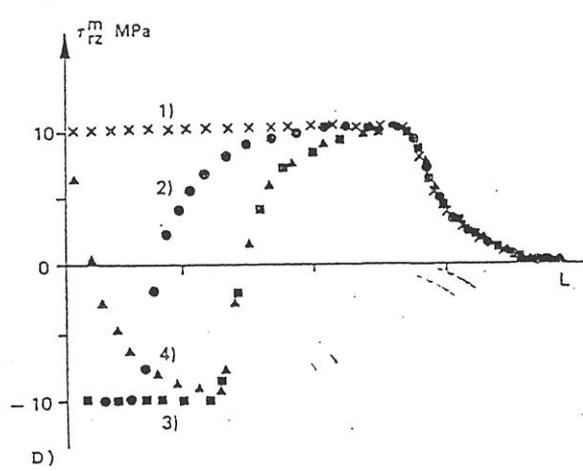
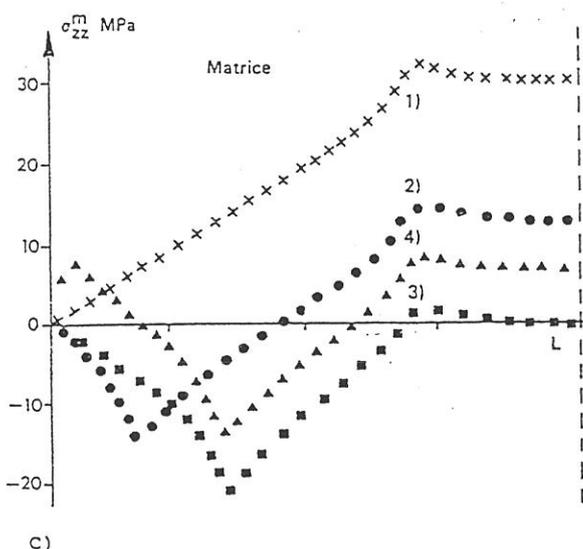
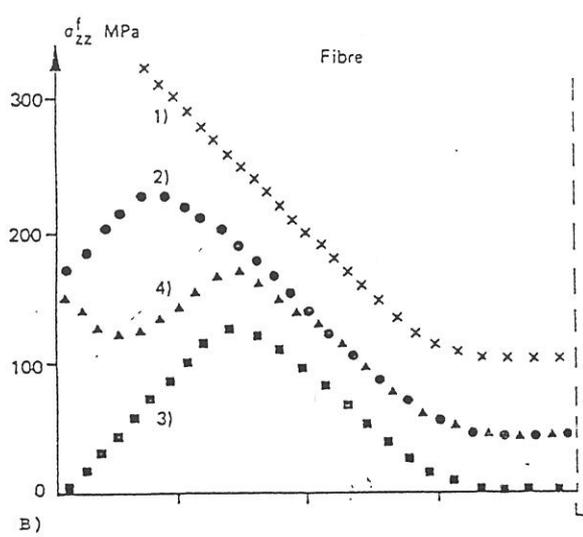
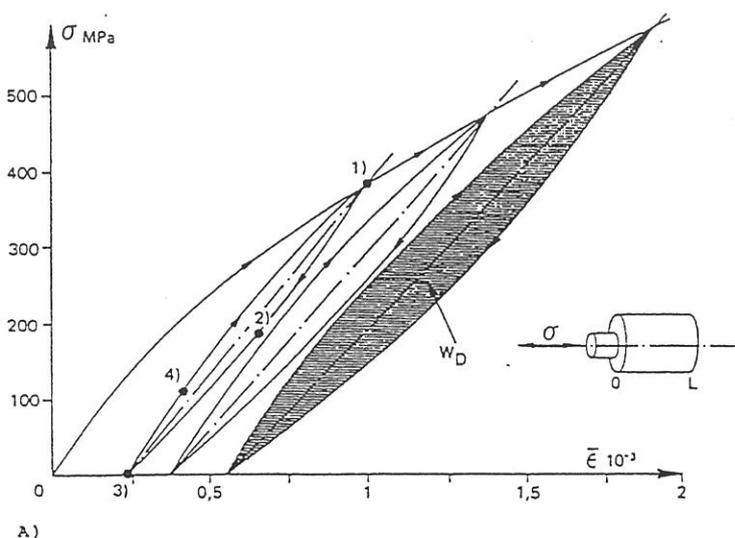
Il apparaît une charge particulière au delà de laquelle la contrainte dans la matrice n'atteint plus, au cours du cycle, la valeur nominale donnée par l'équation (II.43). Le glissement est alors généralisé :

$$F_g = \frac{1+a}{a} \cdot p \cdot l^* \cdot \tau \quad (\text{A2.13})$$

### A2.5.1 - Glissement non généralisé $F_M \leq F_g$

#### A2.5.1.1 - Décharge

Au cours de la décharge  $\dot{F} < 0$ , l'ouverture de la fissure diminue avec la charge suivant l'expression établie à partir de la différence d'allongement entre les fibres et la matrice sur la zone de glissement (le profil des contraintes correspondant à la courbe 2 des graphes de la figure A2) :



- a) courbe de cyclage
- b) évolution des contraintes de traction dans la fibre
- c) " " " de traction dans la matrice, à l'interface ( $r=r_f$ )
- d) évolution des contraintes de cisaillement dans la matrice, à l'interface ( $r=r_f$ ).

figure A2 : Simulation des boucles d'hystérésis lors de chargements cycliques d'un composite monofilamentaire fissuré.

$$u^- = u_M - \frac{1}{2} \cdot \frac{a}{1+a} \cdot \frac{C_f \cdot (F_M - F)^2}{p \cdot \tau} \quad (\text{A2.14})$$

avec  $u_M$  l'ouverture des fissures à charge maximale  $F_M$  donnée par l'expression (A2.5) lorsque la saturation n'est pas atteinte et (A2.7) lorsque la saturation est atteinte.

Cette expression est utilisable dans la mesure où les fissures ne se sont pas refermées au cours de la décharge ( $u \geq 0$  avec  $u$  donnée par l'expression (A2.10), soit  $F \geq F^*$  avec :

$$F^* = F_M - \sqrt{2} \cdot \left( F_M + \frac{M_0}{C_f} \right) \quad (\text{A2.15})$$

#### A2.5.1.2 - Recharge

Au cours de la recharge  $\dot{F} > 0$ , les fissures s'ouvrent suivant (à partir des profils des contraintes correspondant à la courbe 4 de la figure A2):

$$u^+ = u_M - \frac{1}{2} \cdot \frac{a}{1+a} \cdot \frac{C_f \cdot (F_M^2 - F^2)}{p \cdot \tau} \quad (\text{A2.16})$$

#### A2.5.1.3 - Aire des boucles d'hystérésis

Au niveau du minicomposite, pour une charge donnée  $F$ , un écart apparaît entre la déformation au cours de la décharge et au cours de la recharge, il est donné par :

$$\varepsilon^+ - \varepsilon^- = \frac{a}{1+a} \cdot \sum_1^n \frac{u^+ - u^-}{L} \quad (\text{A2.17})$$

soit

$$\varepsilon^+ - \varepsilon^- = \frac{n}{N} \cdot \left( \frac{a}{1+a} \right)^2 \cdot \frac{C_f}{p \cdot \tau \cdot l^*} \cdot (F_M - F) \cdot F \quad (\text{A2.18})$$

D'où l'aire des cycles (en N.%) :

$$S_{\text{cycle}} = \int_0^{F_M} (\varepsilon^+ - \varepsilon^-) \cdot dF = \frac{a}{1+a} \cdot \int_0^{F_M} \sum_1^n \frac{u^+ - u^-}{L} \cdot dF \quad (\text{A2.19})$$

soit

$$S_{\text{cycle}} = \frac{1}{12} \cdot \frac{n}{N} \cdot S_0 \cdot \frac{\tau^*}{\tau} \quad (\text{A2.20})$$

$$\text{avec } \tau^* = 2 \cdot \frac{a}{1+a} \cdot \frac{F_M}{p \cdot l^*} \quad (\text{A2.21})$$

$$S_0 = \frac{a}{1+a} \cdot C_f \cdot F_M^2 \quad (\text{A2.22})$$

A2.5.2 - Glissement généralisé  $F_M \geq F_g$

A2.5.2.1 - Décharge

Au cours de la décharge  $\dot{F} < 0$ , pour  $F \geq F_M - F_g$ , l'ouverture des fissures s'exprime par l'équation (A2.10).

Pour  $\dot{F} < 0$  et  $F \leq F_M - F_g$

$$u^- = u_M - l^* \cdot C_f \cdot (F_M - F) + \frac{1}{2} \cdot \frac{1+a}{a} \cdot p \cdot C_f \cdot \tau \cdot l^{*2} \quad (\text{A2.23})$$

A2.5.2.2 - Recharge

Au cours de la recharge  $\dot{F} > 0$ , pour  $F \leq F_g$

$$u^+ = u_M - l^* \cdot C_f \cdot F_M + \frac{1}{2} \cdot \frac{1+a}{a} \cdot p \cdot C_f \cdot \tau \cdot l^{*2} + \frac{1}{2} \cdot \frac{a}{1+a} \cdot \frac{C_f \cdot F^2}{p \cdot \tau} \quad (\text{A2.24})$$

Pour  $\dot{F} > 0$  et  $F \geq F_g$

$$u = u_M - l^* \cdot C_f \cdot (F_M - F) \quad (\text{A2.25})$$

A2.5.2.3 - Aire des boucles d'hystérésis

D'où l'aire des cycles (déterminé à partir de l'expression (A2.19)) :

$$S_{\text{cycle}} = S_0 \cdot \frac{\tau}{\tau^*} \cdot \left( 1 - \frac{4}{3} \cdot \frac{\tau}{\tau^*} \right) \quad (\text{A2.26})$$



## Annexe 3

### INFLUENCE DU CADRE SUR LES CONTRAINTES D'ORIGINE THERMIQUE

Les contraintes d'origine thermique sont liées à la différence de coefficient de dilatation entre les fibres et la matrice, et à la température d'élaboration. Dans le cas simple où les fibres sont libres au moment de l'élaboration elles sont données par les équations (II.34) et (II.35).

Les minicomposites sont élaborés par C.V.I. à une température d'environ 1000°C. Les fils bruts sont enroulés sur des cadres en graphite (fig. A3.1). Or ces cadres ont un coefficient de dilatation supérieur à celui des fibres et inférieur à celui de la matrice. Il en résulte qu'à 1000 °C, les fibres sont en tension sur les cadres et qu'à température ambiante, les minicomposites sont en tension.

Les fils sont légèrement en tension au départ, on négligera cette tension par la suite. On négligera de même la flexion des barreaux transversaux.

L'ensemble cadre - fils est porté à la température d'élaboration  $T_e$ . Si le cadre était seul, la distance entre les deux barreaux transversaux serait égale à :

$$L = L_0 \cdot \left( 1 + \int_{T_0}^{T_e} \alpha_g \cdot dT \right) \quad (A3.1)$$

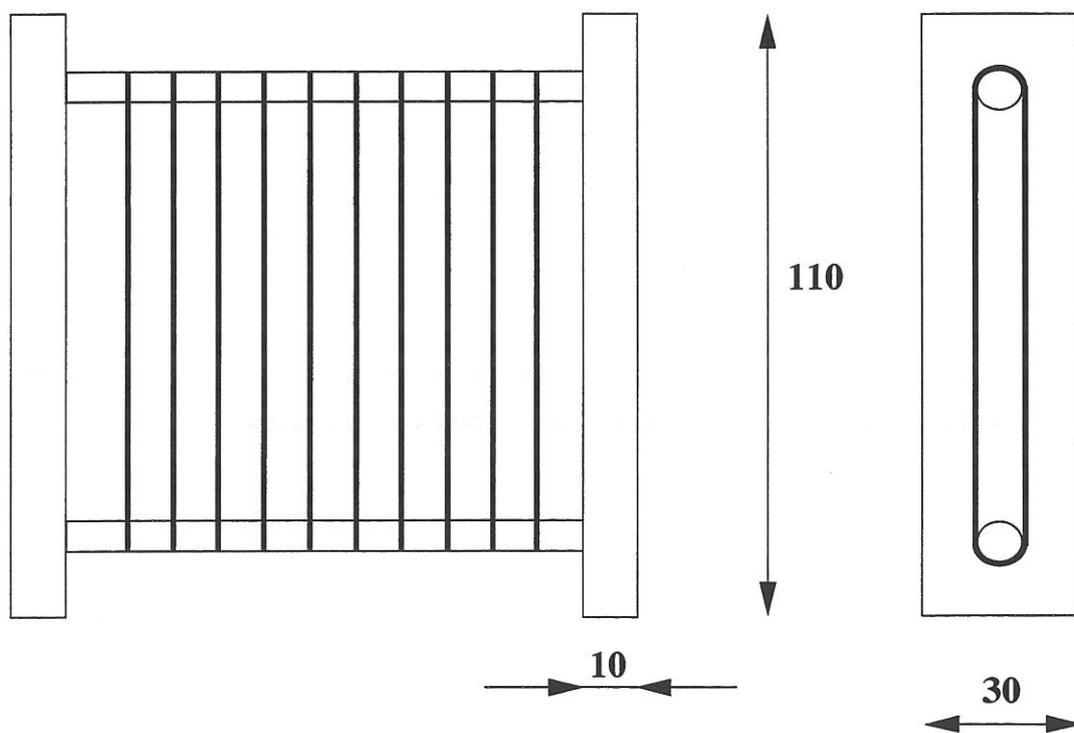
De même si les fils étaient seuls, leur longueur serait égale à :

$$l_f = L_0 \cdot \left( 1 + \int_{T_0}^{T_e} \alpha_f \cdot dT \right) \quad (A3.2)$$

$\alpha_f < \alpha_g$ , donc ces deux longueurs sont différentes. Le système va alors se déformer pour atteindre une longueur d'équilibre  $L_e$ . Cette déformation va engendrer des contraintes dans les fils et dans le cadre. L'équilibre des contraintes implique :

$$L_e = L_0 \cdot \left( 1 + \int_{T_0}^{T_e} \frac{a' \cdot \alpha_g + \alpha_f}{1 + a'} \cdot dT \right) \quad (A3.3)$$

$$\text{avec } a' = \frac{E_g \cdot S_g}{N \cdot E_f \cdot S_f} \quad (A3.4)$$



**Fig. A3. 1 : Montage des fils bruts sur les cadres**

N étant le nombre de minicomposites sur le cadre,  $S_f$  la section d'un fil brut,  $S_g$  la section des barreaux latéraux du cadre.

D'où la contrainte dans les fils :

$$\sigma_f = \frac{a' \cdot E_f}{1 + a'} \cdot \int_{T_0}^{T_c} (\alpha_g - \alpha_f) \cdot dT \quad (\text{A3.5})$$

Application numérique :

$$S_g = 2.30.10 \text{ mm}^2$$

$$E_g = 11,4 \text{ GPa}$$

$$\alpha_g = 2,3.10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$$

$$S_f = 0,109 \text{ mm}^2$$

$$N = 233$$

$$E_f = 230 \text{ GPa}$$

$$\alpha_f = 1,1.10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \text{ en moyenne sur } [0 - 1000 \text{ }^\circ\text{C}]$$

Ainsi  $a' = 1,17$  et  $\sigma_f = 140 \text{ MPa}$

Le pyrocarbone et ensuite la matrice SiC sont déposées. A la température d'élaboration, le SiC n'est pas contraint. Le dépôt s'est effectué sur la longueur d'équilibre  $L_e$ .

La même analyse que précédemment permet de déterminer la longueur d'équilibre du système au cours du refroidissement. Les contraintes dans les différents matériaux sont alors déterminées. On obtient, à température ambiante, les minicomposites étant toujours installés sur le cadre :

$$\sigma_g = -\frac{\bar{a}}{1 + a' + \bar{a}} \cdot E_g \cdot M_0 \quad (\text{A3.6})$$

$$\sigma_f = -\frac{\bar{a}}{1 + a' + \bar{a}} \cdot E_f \cdot M_0 \quad (\text{A3.7})$$

$$\sigma_m = \frac{1 + a'}{1 + a' + \bar{a}} \cdot E_m \cdot M_0 \quad (\text{A3.8})$$

$$\text{avec } M_0 = \int_{T_0}^{T_c} \left( \alpha_m - \frac{\alpha_f + a' \cdot \alpha_g}{1 + a'} \right) \cdot dT \quad (\text{A3.9})$$

$$\bar{a} = \frac{E_m \cdot \bar{S}_m}{E_f \cdot S_f} \quad (\text{A3.10})$$

$\bar{S}_m$  étant la section moyenne de matrice mesurée sur les minicomposites.

Les minicomposites subissent alors une contrainte égale à :

$$\sigma_c = \left( \frac{a}{1+a} - \frac{\bar{a}}{1+a'+\bar{a}} \right) \cdot E_c \cdot M_0 \quad (\text{A3.11})$$

avec  $a$  le paramètre du minicomposite considéré.

Application numérique

$$E_m = 400 \text{ GPa}$$

$$\alpha_m = 4,45 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ sur } [0 - 1000 \text{ } ^\circ\text{C}]$$

$$\bar{S}_m = 0,160 \text{ mm}^2$$

Ainsi  $\bar{a} = 2,55$  et  $M_0 = 0,25 \%$

Dans l'hypothèse où aucune fissure ne s'était créée au cours du refroidissement, alors la contrainte matricielle aurait été égale pour tous les minicomposites quelle que soit la section de matrice. Cette contrainte aurait été égale à 460 MPa. Ainsi, tous les minicomposites ont au moins une fissure. La création de ces fissures va libérer les fibres de leur gaine matricielle. Les minicomposites vont ainsi s'allonger. Globalement le cadre va retrouver ses dimensions initiales, et la contrainte appliquée aux minicomposites va s'annuler. Deux cas se présentent alors : soit la contrainte d'origine thermique est élevée et le matériau va s'endommager jusqu'à saturation, soit elle est plus faible et l'endommagement sera limité.

*BIBLIOGRAPHIE*



**BIBLIOGRAPHIE**

- [1] Lissart N., "Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique", Thèse n° 1207, Université de Bordeaux I (1994).
- [2] Dresselhaus G., Sugihara D. K., Spain I.L., Goldberg H.A., "Graphite fibers and filaments", Edité par M. Cardona, Springer series in materials science, p. 109 - 114 (1988).
- [3] Lissart N., "Analyse statistique de la rupture des fibres SiC, Carbone et des microcomposites", Rapport interne de stage au L.C.T.S. (1991).
- [4] Bunsell A.R., Somer A., "The tensile and fatigue behaviour of carbon fibres", *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications*, 18 [4], p. 263 - 267 (1992).
- [5] Baxevanakis, Jeulin, Valentin, "Fracture statistics of single-fibre composite specimens", *Composites Science and Technology*, 48, p. 47 - 56 (1993).
- [6] Daniels H.E., "The statistical theory of the strength of bundles of thread", *Proc. Royal Soc.*, Vol. A183, p. 405 (1945).
- [7] Coleman B.D., "On the strength of classical fibres and fibre bundles", *Mech. Phys. Solids*, Vol. 7, p. 60 (1958).
- [8] Menessier E., Dumont J.P., Guette A., Pailler R. , Rabardel L., "Axial and radial coefficients of thermal expansion of carbon fibers in the 20 - 430 °C temperature range as derived the thermal expansion of 1-D-C-SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites", *Ceramic Engineering Sciences Proceedings* 10 [9-10] p. 1426 - 1439 (1989).
- [9] Yasuda, Tanabe, Machino, Kimura, "Correlation between thermal expansion coefficient and orientation function of various types of carbon fibers", 18 th Biennial Conference on Carbon (1987), Vol. P.30 Tanso [N° 132] 3 (1988).

- [10] Villeneuve J.F., "Etude de la dilatation thermique et du comportement thermomécanique en traction et torsion de quelques fibres céramiques monofilamentaires", Thèse n°661, Université de Bordeaux I (1991).
- [11] Lamon J., Lissart N., Richiniac C., Roach, Jouin J.M., "Micromechanical and statistical approach to the behavior of CMC's", in 17th Annual Conf. on Composites and Advanced Ceramics (The Am. Ceram. Soc.), Cocoa Beach, Florida (USA) (1993).
- [12] Bobet J.L. "Sur l'emploi de  $\text{MoSi}_2$  comme interphase dans les matériaux composites à matrice SiC élaborés par C.V.D./C.V.I", Thèse n° 987, Université de Bordeaux I (1993).
- [13] Lesniewski, Bunsell, "Effet matrice dans les matériaux réfractaires" Rapport final Armines, convention DRET/SEP n°84/445 (1986).
- [14] Despres J.F., "Les interphases de carbone pyrolytique dans les composites Carbone / Carbure de Silicium", Thèse n° 180, Université de Pau et des Pays de l'Adour (1993).
- [15] Doux F., "Les carbones en lumière polarisée", Note interne LCTS (1989).
- [16] Rappeneau J., Yvars M., Bocquet M., David C., Auriol A. Carbon, 2, 149 (1964).
- [17] Curtin, "Theory of mechanical properties of Ceramic Matrix Composites" J. Am. Ceram. Soc., Vol. 74 (11), p. 2837 - 2845 (1991).
- [18] Arnault V., "Relations entre microstructure et comportement mécanique des composites SiC/SiC : Analyse du rôle de l'interface dans le processus de fissuration matricielle dans les matériaux multifilamentaires", Thèse N°89 ISAL 0098, Université de Lyon (1989).
- [19] Li, Bradt, "Thermal expansion and elastic anisotropies of SiC as related to polytype structure", Ceramic Transactions Silicon Carbide '87, Volume 2, p. 313-339, édité par J.D. Cawley et C.E. Semler, 1987.
- [20] Piquenot N., "Étude du rôle des interfaces et interphases dans le comportement à la rupture de microcomposites unidirectionnels à matrice fragile", Thèse n° 663, Université Bordeaux I (1992).

- [21] Lebrun G.-A., Lamon J., "Influence de la distribution spatiale des fibres au sein d'un minicomposite sur le comportement mécanique en traction", in AMAC MECAMAT, ENSAM- Laboratoire de Microstructure et Mécanique des Matériaux, p. 121 - 130 (1995).
- [22] Cox B.N., "The elasticity and strength of paper and other fibrous materials", Brit. J. Appl. Phys. Vol 3 p. 72 - 79 (1952).
- [23] Kelly, Davies, "The principles of fibres reinforcement of metals", Metall. Rev. Vol. 10 p. 1 - 77 (1965).
- [24] McCartney L. N., "New theoretical model of stress transfer between fibre and matrix in a uniaxially fibre - reinforced composite", Proc. R. Soc. Lond. A425 p. 215 - 244 (1989).
- [25] Kerans R.J., Parthasarathy P.A., "Theoretical analysis of the fiber pullout and pushout tests", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 74 (7), p. 1585 - 1596 (1991).
- [26] Aveston, Cooper G.A., Kelly A., "Single and multiple fracture", Conference Proceedings of National Physical Laboratory, Teddington, UK-London, Sciences and Technology, p. 15-26, (1971).
- [27] Cao H., Thouless M.D., "Tensile tests of ceramic matrix composites : theory and experiment", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 73 (7), p. 2091 - 2094 (1990).
- [28] Beyerle D.S., Spearing S.M., Zok F.W., Evans A.G., "Damage and failure in unidirectional Ceramic-Matrix Composites", J. Am. Ceram. Soc. Vol.5[10] p.2719 - 2725 (1992).
- [29] Peres, "Analyse théorique et expérimentale du rôle des paramètres de microstructure sur le comportement des composites à matrice fragile", Thèse n°3781, Université de Lyon (1988).
- [30] McMeeking, Evans A. G., "Matrix fatigue cracking in fiber composites", Mechanics of Materials, (1990).

- [31] Cox B.N., Marshall, "Crack bridging in the fatigue of fibrous composites", *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, Vol. 14 [8], p. 847 - 861 (1991).
- [32] Reynaud, "Etude du comportement en fatigue des matériaux composites à matrice céramique suivi par émission acoustique", Thèse n° ISAL 920043, Université de Lyon (1992).
- [33] Navarre G., "Étude des mécanismes d'endommagement et de rupture des matériaux composites à fibres et à matrice céramiques", Thèse N°90 ISAL0026, Université de Lyon (1990).
- [34] Frety N., "Comportement et endommagement mécaniques de torons densifiés et de matériaux 1D et 2D SiC/SiC, influence de vieillissements sous air à haute température", Thèse, École Supérieure des Mines de Paris (1991).
- [35] Budiansky, Hutchinson J.W., Evans A.G., "Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics", *J. Mech. Phys. Solids*, Vol. 34 [2], p. 167-169 (1986).
- [36] Marshall, Cox B.N., Evans A.G., "The mechanics of matrix cracking in brittle fibers composites", *Acta Metallurgica*, Vol. 33 [11], p. 2013-2021 (1985).
- [37] McCartney L.N., "Mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fibre-reinforced composites", *Proc. R. Soc. London*, Vol. A409, p. 329-350 (1987).
- [38] Weibull W., "A statistical theory of the strength of materials", *Ingeniorsvetenskaps Akadameins*, Vol. Handlinger 151 (1939).
- [39] Weibull W., "A statistical distribution of wide applicability", *Journal of applied mechanics*, p. 293 - 297 (1951).
- [40] Guillaumat L., Lamon J., "Fracture statistics applied to modelling the non linear stress strain behavior in microcomposites : influence of interfacial parameters", soumis à *Int. J. Fracture* (1996).
- [41] Lissart N., Lamon J., "Damage and failure in ceramic matrix minicomposites : experimental study and model", sous presse à *Acta. Met.* (1996).

- [42] Guillaumat L., Lamon J., "Simulation statistique - probabiliste du comportement mécanique non - linéaire d'un composite 2D SiC/SiC", Comptes rendus des 9e Journées Nationales sur les Composites (JNC 9), publié par J.P. Favre et A. Vautrin, AMAC, Vol 2, p. 1063 - 1072 (1994).
- [43] Lob N., "Relation entre microstructure et comportement mécanique des composites SiC/SiC ; Études de la nature et du rôle de l'interface fibre-matrice dans les matériaux mono et multifilamentaires", Thèse n°1130, Université Paris-Sud (1989).
- [44] Lamouroux F., "Étude du comportement en environnement oxydant des matériaux composites 2D C/SiC", Thèse n° 860, Université de Bordeaux I (1992).
- [45] Louys F., "Rôle des interfaces dans le mécanisme d'oxydation des composites carbone-carbone", Thèse N° T181, Université de Haute Alsace (1987).
- [46] Ismael M., "On the reactivity structure and porosity of carbon fibers and fabrics" Carbon, Vol. 29, p. 777-792 (1991).
- [47] Glime W.H., Cawley J.D., Eckel A.J., "The evolution of a non-planar oxidation front in receding carbon fibers", Advances in Ceramic Matrix Composites II, Editeur Singh - Bansal / The Am. Ceram. Soc., Vol 46 p. 1037 - 1046, (1994).









