



**HAL**  
open science

# Comportement mécanique à haute température de composites carbone/carbone

Agnès Mauchin

► **To cite this version:**

Agnès Mauchin. Comportement mécanique à haute température de composites carbone/carbone. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Bordeaux 1, 1997. Français. NNT: . tel-03618103

**HAL Id: tel-03618103**

**<https://hal.science/tel-03618103v1>**

Submitted on 24 Mar 2022

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

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

N° d'ordre : 1728

# **THESE**

PRESENTEE A

## **L'UNIVERSITE BORDEAUX I**

ECOLE DOCTORALE DE MECANIQUE

Par **Agnès MAUCHIN**

Ingénieur ENSIETA

POUR OBTENIR LE GRADE DE

### **DOCTEUR**

SPECIALITE : MECANIQUE

---

**COMPORTEMENT MECANIQUE A HAUTE TEMPERATURE DE  
COMPOSITES CARBONE/CARBONE**

---

Soutenue le : 6 octobre 1997

Après avis de : MM. G. FANTOZZI  
Y. REMOND

Rapporteurs

Devant la Commission d'examen formée de :

MM. D. BAPTISTE  
G. FANTOZZI  
Y. REMOND  
J.L. LATAILLADE  
L. DELNESTE  
J. LAMON  
R. NASLAIN

Président  
Rapporteurs

Examineurs







N° d'ordre : 1728

**THESE**  
PRESENTEE A  
**L'UNIVERSITE BORDEAUX I**

ECOLE DOCTORALE DE MECANIQUE  
Par **Agnès MAUCHIN**  
Ingénieur ENSIETA

POUR OBTENIR LE GRADE DE

**DOCTEUR**

SPECIALITE : MECANIQUE

---

**COMPORTEMENT MECANIQUE A HAUTE TEMPERATURE DE  
COMPOSITES CARBONE/CARBONE**

---

Soutenue le : 6 octobre 1997

Après avis de : MM. G. FANTOZZI  
Y. REMOND

Rapporteurs

Devant la Commission d'examen formée de :

MM. D. BAPTISTE  
G. FANTOZZI  
Y. REMOND  
J.L. LATAILLADE  
L. DELNESTE  
J. LAMON  
R. NASLAIN

Président  
Rapporteurs

Examineurs



## REMERCIEMENTS

*Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (LCTS), unité mixte associant le CNRS, la SEP et l'Université de Bordeaux I. Je remercie Monsieur le Professeur Roger Naslain de m'y avoir reçue.*

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

*Messieurs les Professeurs Yves Rémond de l'ECPM de Strasbourg et Gilbert Fantozzi de l'INSA de Lyon ont accepté d'évaluer ce travail. Je leur adresse mes plus vifs remerciements.*

*Je tiens à remercier Monsieur Didier Baptiste, Professeur à l'ENSAM de Paris, Jean-Luc Lataillade, directeur du LAMEF-ENSAM et Professeur à l'Université de Bordeaux I et Monsieur Lucien Delneste, responsable du groupe technique à la Société Européenne de Propulsion d'avoir examiné ce travail et de participer au jury.*

*Messieurs Eric Inghels, François Doux et François Abbé, ingénieurs à la SEP, ainsi que Monsieur Alain Guette, Maître de Conférence à l'Université de Bordeaux I, ont également suivi et participé au déroulement de cette étude. Je les en remercie vivement.*

*J'adresse également mes remerciements à Monsieur Bruno Mézhu et Madame Muriel Alrivie pour leurs conseils lors de la réalisation des essais mécaniques et des observations microscopiques, ainsi qu'à Messieurs Olivier Siron, Jérôme Pailhès, Philippe Carrère, Gérard Camus et Sébastien Bertrand pour leur aide essentielle à la réalisation de ce travail.*

*Je tiens également à remercier Monsieur Henri Zawierta qui a géré au plan administratif mon séjour au LCTS, Mesdames Josette Forget, Florence Croizer et Mesdemoiselles Cécile Dupouy et Marie Chenuand qui n'ont aidé avec beaucoup de gentillesse et d'efficacité pour réaliser la mise en forme de ce mémoire.*

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





## *SOMMAIRE*

*INTRODUCTION*

*CHAPITRE 1 : Présentation des composites C/C et des composites 2,5D étudiés*

*CHAPITRE 2 : Comportement mécanique de fibres et de fils de carbone jusqu'à 2000° C*

*CHAPITRE 3 : Comportement mécanique des composites C/C à température ambiante*

*CHAPITRE 4 : Comportement mécanique des composites C/C à haute température*

*CONCLUSION GÉNÉRALE*

*ANNEXES*



*INTRODUCTION*

*PRÉSENTATION DU SUJET*



La recherche de matériaux adaptés aux besoins de l'industrie aérospatiale (amélioration des performances mécaniques, allègement des structures), a conduit à la conception des matériaux composites. Le principe de ces matériaux est d'associer différents constituants pour donner des propriétés originales, que n'ont pas les constituants pris isolément. Leur développement a été étendu à d'autres domaines tout aussi nombreux que divers (construction navale, automobile, équipement sportif, prothèses médicales, ...). Ils restent cependant des produits à forte valeur ajoutée.

Dans ce type de matériaux, la nature des constituants, leur répartition au sein du matériau, leur fraction volumique sont choisies en fonction des propriétés souhaitées. Les matériaux composites sont généralement constitués d'un renfort fibreux (fibres de verre, fibres céramiques, fibres de carbone, etc.) et d'une matrice (organique, métallique, céramique). Les fibres ont pour rôle de supporter la charge appliquée, et la matrice de distribuer les efforts entre les constituants, et de protéger également les fibres du milieu environnant.

Caractérisés par des propriétés spécifiques élevées (module d'Young et contrainte à rupture par rapport à la masse volumique), les matériaux composites concurrencent les matériaux usuels tels que les aciers pour les faibles températures d'utilisation (<300°C). Il s'agit des composites à matrice organique. Ils concurrencent les superalliages pour les moyennes températures (<800°C) avec une matrice métallique, et permettent des applications à haute température (>800°C) avec les matrices céramiques.

Les matrices céramiques sont réfractaires. Elles possèdent une dureté élevée, une bonne inertie chimique, et une faible masse volumique. Cependant, elles sont fragiles. Associées à des fibres céramiques ou des fibres de carbone, elles forment des matériaux composites de type renfort fragile/matrice fragile. Dans ce cas, le rôle des fibres n'est pas d'augmenter la rigidité, mais, en permettant de contenir la fragmentation de la matrice céramique, d'accroître le travail de rupture.

Les premiers Composites à Matrice Céramique (CMC), ayant bénéficié d'un développement industriel, sont les composites carbone/carbone, du fait de leurs excellentes propriétés thermomécaniques en atmosphère neutre ou réductrice, et de leur légèreté. Ils furent développés pour les cols et divergents de tuyères de moteur de fusée, et les boucliers de corps de rentrée. Leur champ d'application fut ensuite étendu aux freins du fait de leur faible densité et de leurs propriétés thermiques et tribologiques, et aux prothèses médicales grâce à leur biocompatibilité.

La compréhension et la prévision du comportement mécanique de tels matériaux à température ambiante ont fait l'objet de quelques travaux. L'endommagement provoqué par les sollicitations mécaniques imposées ainsi que les modes de rupture ont été caractérisés pour différentes orientations du matériau. Cependant, ces matériaux sont utilisés la plupart du temps dans des applications à très haute température (cols et divergents de tuyère entre autres). Il est donc nécessaire de connaître leur comportement à des températures élevées et d'expliquer les variations observées avec la température.

L'objectif de cette étude est donc d'évaluer et de comprendre les évolutions du comportement mécanique d'un composite C/C 2,5 D élaboré

par la Société Européenne de Propulsion (SEP) en fonction de la température d'essai jusqu'à 2000°C. D'après des essais de traction effectués sur ce type de matériau par la SEP, le comportement mécanique de ces composites dépend de la température d'essai. Les variations observées peuvent provenir a priori de différents phénomènes : tout d'abord, les caractéristiques mécaniques des constituants du composite (fibre et matrice) peuvent évoluer avec la température d'essai. De plus, l'interface fibre-matrice peut également être modifiée et entraîner une variation du comportement du composite. Les contraintes résiduelles d'origines thermiques présentes au sein du matériau influencent elles-aussi le comportement du matériau et elles peuvent être tributaires de la température d'essai. Enfin, le matériau peut s'endommager de manière différente suivant la température.

L'hypothèse de la variation des propriétés mécaniques de la matrice semble difficilement vérifiable. En effet, la matrice du composite est déposée sur les fibres par voie gazeuse, et il est impossible d'obtenir des échantillons de matrice seule et identique à celle présente dans le composite. Par contre, les propriétés mécaniques des fibres peuvent être évaluées à haute température. De même, l'observation au microscope après essai des faciès de rupture donne des indications sur l'influence de l'interface sur le comportement mécanique du matériau. L'estimation des contraintes résiduelles au sein du matériau peut être tentée. Enfin, l'endommagement du matériau en cours d'essai peut être déterminé par deux méthodes : d'une part, par observation au microscope optique, d'autre part grâce à l'enregistrement de l'activité acoustique.

La démarche suivante a été retenue : tout d'abord, le comportement mécanique des fibres constituant le composite a été étudié en fonction de la température d'essai. Ensuite, le comportement mécanique à température



ambiante du composite a été analysé et les modes d'endommagement ont été identifiés. Enfin, le comportement mécanique du composite a été étudié à haute température en traction, les évolutions des paramètres mécaniques et de l'endommagement ont été observées.

Le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique de travaux menés sur les fibres de carbone, la matrice de carbone, puis les composites C/C à température ambiante puis à haute température. Les composites C/C étudiés sont ensuite présentés.

Le deuxième chapitre est consacré à l'analyse du comportement mécanique des fibres de carbone constituant le composite. Des essais de traction ont été réalisés à température ambiante sur des fibres et sur des fils bruts et à haute température sur des fils bruts. Les essais sur fibres et sur fils bruts effectués à la température ambiante ont été comparés et l'évolution du comportement mécanique des fils de carbone est évaluée en fonction de la température d'essai.

Le troisième chapitre s'est attaché à la compréhension du comportement à température ambiante des composites C/C lors d'essais de traction. Les mécanismes d'endommagement sont identifiés. L'influence des caractéristiques des fibres et de la fissuration matricielle sont discutées.

Enfin, le quatrième chapitre traite de ces mêmes matériaux au cours d'essais de traction à haute température sous atmosphère inerte. La variation de la contrainte à rupture en fonction de la température est alors discutée. Des corrélations entre les différents paramètres mécaniques, morphologiques et acoustiques sont proposées et permettent de décrire les comportements et d'expliquer les évolutions constatées.

*CHAPITRE 1*

*PRÉSENTATION DES COMPOSITES C/C ET DES COMPOSITES 2,5D  
ÉTUDIÉS*



## CHAPITRE 1

### Présentation des composites C/C et des composites 2,5D étudiés

<b>1. Synthèse bibliographique.....</b>	<b>5</b>
1.1. <u>La fibre de carbone</u> .....	6
1.2. <u>La matrice de carbone</u> .....	10
1.2.1. <i>Structures cristallines du carbone</i> .....	10
1.2.2. <i>Les pyrocarbones</i> .....	11
1.2.3. <i>Propriétés mécaniques</i> .....	12
1.3. <u>Les composites C/C sous sollicitation de traction</u> .....	14
1.3.1. <i>Comportement mécanique</i> .....	15
1.3.2. <i>Aspect morphologique de l'endommagement</i> .....	21
1.4. <u>Emission acoustique</u> .....	24
1.5. <u>Mesures des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X</u> .....	27
<b>2. Présentation du matériau composite C/C étudié .....</b>	<b>29</b>
2.1. <u>Elaboration</u> .....	29
2.1.1. <i>Réalisation de la préforme fibreuse</i> .....	29
2.1.2. <i>Densification de la préforme fibreuse</i> .....	30
2.1.3. <i>Les Traitements à Haute Température (THT)</i> .....	30
2.1.4. <i>Présentation des différentes nuances de matériaux</i> .....	30
2.1.5. <i>Synthèse</i> .....	31
2.2. <u>Caractérisations morphologiques du matériau étudié</u> .....	32
2.2.1. <i>Caractérisation de la texture</i> .....	32
2.2.2. <i>Caractérisation du pyrocarbone</i> .....	34
2.2.3. <i>Caractérisation des liaisons fibre-matrice</i> .....	35
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>36</b>

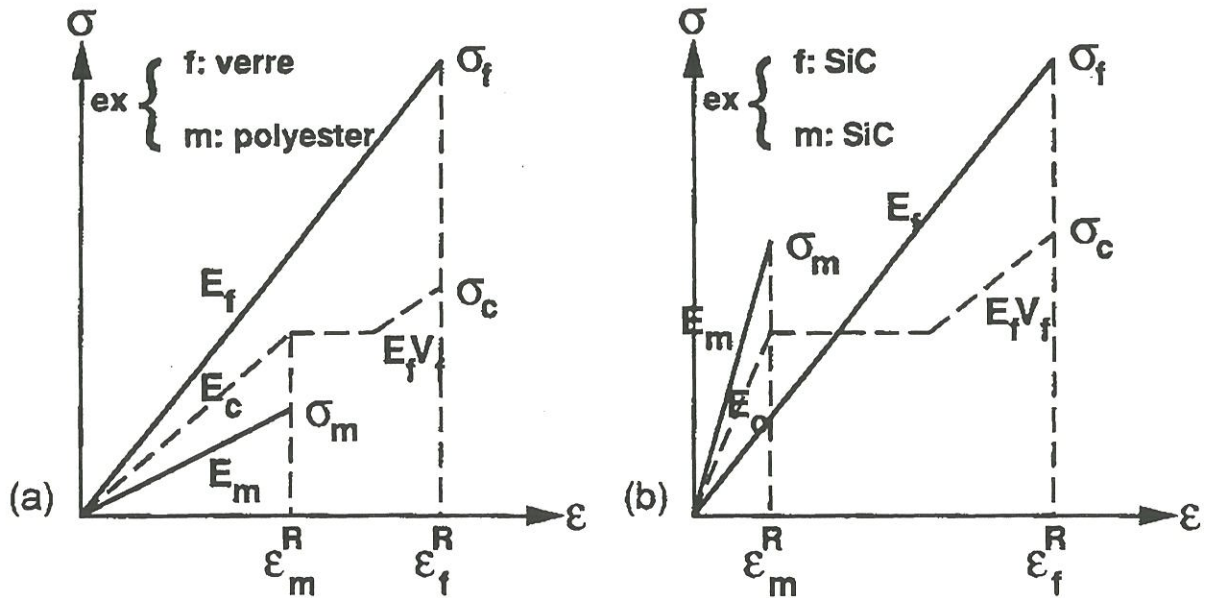


## 1. Synthèse bibliographique

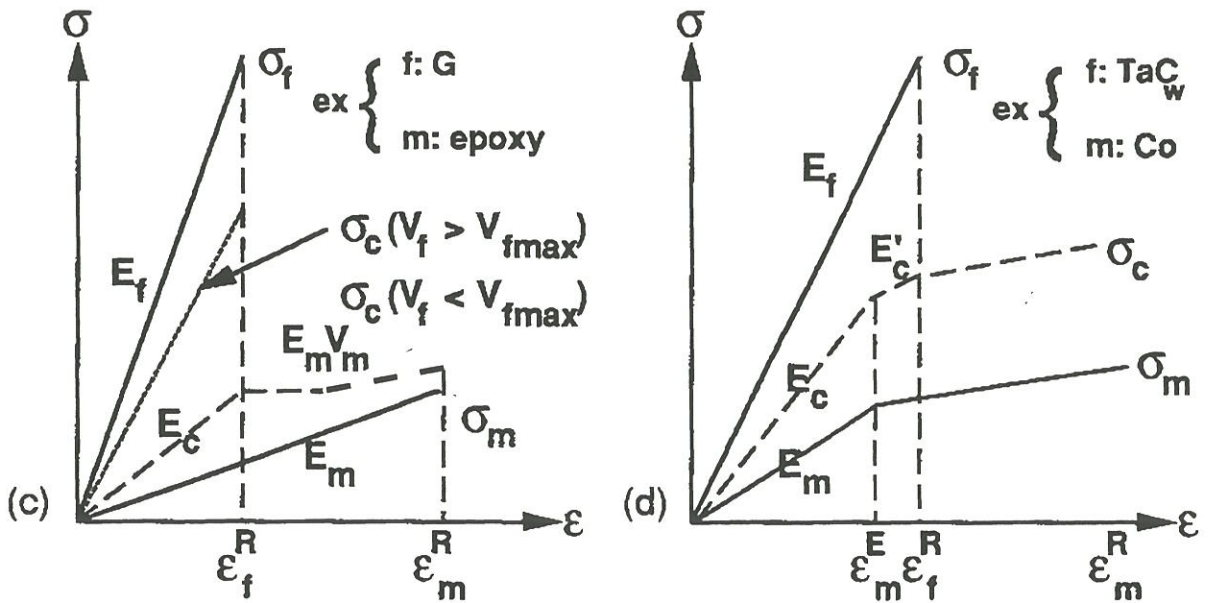
Le comportement mécanique de différents types de matériaux composites unidirectionnels, sollicités en traction, est représenté schématiquement à la figure 1-1 [QUENISSET, 1988]. Les composites peuvent se subdiviser en deux groupes : les composites dits inverses pour lesquels  $\epsilon_{Rm} < \epsilon_{Rf}$ , et les composites dits réguliers pour lesquels  $\epsilon_{Rm} > \epsilon_{Rf}$ . Les composites C/C peuvent, suivant les traitements thermiques qu'ils ont subis et les caractéristiques des constituants, faire partie d'un groupe ou de l'autre [TROUVAT, 1996].

Ainsi, suivant le type de fibre utilisée, la texture du renfort, la méthode d'élaboration de la matrice et le traitement thermique subi par le matériau, les caractéristiques mécaniques du composite peuvent varier dans des proportions non négligeables. Des exemples de variation de comportement mécanique en fonction de la nature de la fibre de carbone ou de l'architecture fibreuse sont donnés au paragraphe 1.3.1. Les composites C/C ne constituent pas une famille de matériaux ayant des propriétés semblables, mais des familles distinctes où tous les éléments de l'élaboration sont à prendre en compte pour connaître le comportement mécanique du matériau.

La fibre de carbone est tout d'abord analysée, puis des éléments sont apportés au sujet de la matrice. Ensuite, une synthèse des principaux travaux relatifs à la compréhension du comportement mécanique et de la rupture des C/C est présentée. Tout d'abord, les travaux effectués sur le comportement mécanique des composites C/C sont inventoriés et les résultats obtenus mis en parallèle. L'endommagement est étudié dans un premier temps à l'état initial puis au cours d'une sollicitation mécanique. Enfin, une synthèse des résultats du suivi de l'endommagement de



subdivision de la matrice ( $V_f > V_{fmin}$ )



subdivision des fibres ( $V_f < V_{fmax}$ )

Figure 1-1 : Représentation schématique du comportement endommageable de matériaux composites unidirectionnels [QUENISSET, 1988]

(a), (b)  $\epsilon_{R,m} < \epsilon_{R,f}$ ; (c), (d)  $\epsilon_{R,m} > \epsilon_{R,f}$

matériaux composites par émission acoustique est exposée ainsi qu'une synthèse des travaux cherchant à mesurer les contraintes résiduelles d'origine thermique dans un composite par diffraction des rayons X.

### 1.1. La fibre de carbone

L'intérêt pour les fibres de carbone a vraiment débuté au milieu des années 50. Des précurseurs cellulosiques de type rayonne, et l'optimisation des procédés de fabrication pour améliorer la rigidité et la résistance des fibres ont tout d'abord fait l'objet de travaux [TROUVAT, 1996].

Puis, l'apparition d'un autre précurseur, le polyacrylonitrile (PAN), a supplanté le précurseur rayonne dans la fabrication de fibres de carbone performantes. Différents types de fibres ex-PAN existent: les fibres de haut module HM (entre 350 et 500 GPa) ou fibres de type I, les fibres à haute résistance HT (modules entre 220 et 250 GPa) ou fibres de type II, et les fibres à grande déformation A ou fibres de type III développées plus spécialement pour les composites à matrice organique. La température finale du processus d'élaboration de la fibre ex-PAN en détermine le type : fibres HM pour des températures supérieures à 2500°C, fibres HT pour des températures comprises entre 1000°C et 1500°C et fibres A pour les températures inférieures à 1000°C. Les fibres HT représentent la plus grande part du marché des fibres de carbone. Leur structure se différencie de celle des fibres HM par des plans de carbone beaucoup moins étendus et moins alignés selon l'axe de la fibre. Durant ces dix dernières années, d'autres fibres (fibres IM de module intermédiaire) ont été développées avec une résistance équivalente aux fibres HT, mais un module accru, de l'ordre de 270 à 300 GPa.



Un autre précurseur, n'appartenant pas au domaine du textile comme les précédents, le brai, sert pour la fabrication de fibres de carbone. Cette méthode de fabrication a l'avantage de donner des fibres de haute qualité à moindre coût. Le brai est le résidu de la carbonisation de la houille, ou du raffinage du pétrole. Le brai est soit utilisé sous forme isotrope, soit sous forme de brai de mésophase. Ce dernier donne des fibres très haut module.

Pour déterminer les caractéristiques intrinsèques des fibres de carbone, deux types d'essais sont utilisés : les essais de flexion [KRUCINSKA, 1991] ou les essais de traction. La fibre commerciale la plus proche de celle contenue dans le matériau étudié est la fibre ex-PAN T300. Quelques auteurs ont mesuré les caractéristiques de ces fibres [YASUDA, 1987], mais la plupart utilise les caractéristiques données par les fournisseurs. Ces caractéristiques sont résumées dans le tableau 1. Celles indiquées par la SEP sont plus faibles que les autres. En effet, dans le cas des matériaux fabriqués par la SEP, la fibre est carbonisée sous la forme de préforme. Les différents traitements qu'elle subit (Traitement Haute Température (THT), dépôt de matrice...) changent ses caractéristiques.

	$E_I$ (GPa)	$\sigma_R$ (MPa)	$\epsilon_R$ (%)	$\alpha_l$ ( $10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$ )	$\alpha_t$ ( $10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$ )
[YASUDA, 1987]	230	3530	1,5	/	2,5
Valeurs indiquées par les fournisseurs	220	3500	1,5	0	10
[SEP, 1992]	200	1600	0,8	$-0,6 \pm 0,5$	$12 \pm 5$

Tableau 1 : Caractéristiques mécaniques de fibres du type T300.

Legendre [LEGENDRE, 1992] a fourni les variations des caractéristiques mécaniques de fibres ex-PAN en fonction de la température de traitement thermique (figure 1-2). De plus, même pour

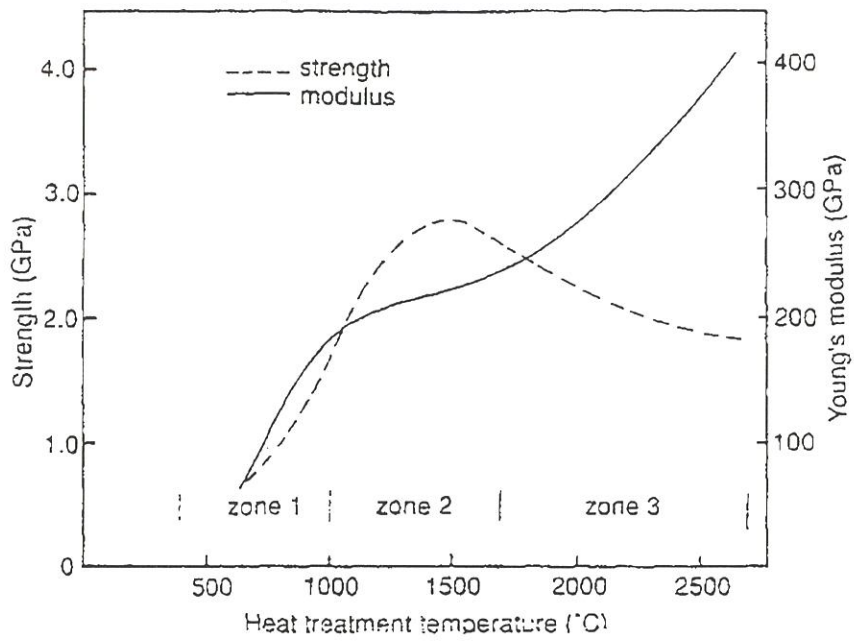


Figure 1-2 : Evolution du module d'Young et de la contrainte à rupture en fonction de la température de THT pour une fibre de carbone ex-Pan [LEGENBRE, 1992]

une charge mécanique supérieure à 90% de la charge à rupture, ce type de fibre ne présente pas de phénomène de fatigue à température ambiante et peut résister à 10 millions de cycles [BUNSELL, 1992].

En ce qui concerne les caractéristiques mécaniques des fibres de carbone en fonction de la température d'essai, peu de données sont disponibles. Des essais de traction ont été réalisés à haute température jusqu'à 3000°C sur des fibres ex-brai P-50 [DRESSELHAUS, 1988]. Les évolutions sont indiquées à la figure 1-3. La contrainte à rupture diminue de 20% entre 20°C et environ 1000°C, puis augmente jusqu'à 2000°C pour chuter ensuite entre 2000°C et 3000°C. Le module d'Young décroît de façon monotone entre 20°C et 3000°C. Le même type de variation est constaté par Bacon et Smith [BACON, 1965] sur des fibres de rayonne traitées à 1900°C (figure 1-4). Par contre, sur des fibres ex-brai HM-70 testées en traction jusqu'à 1300°C, Tanabe et al. [TANABE, 1991] n'ont pratiquement pas observé d'évolutions du module et de la contrainte à rupture. Des essais de flexion à haute température ont été réalisés sur des fibres ex-PAN de type T300 [TRINQUECOSTE, 1996]. La résistance intrinsèque de la fibre semble dans ce cas diminuer quand la température d'essai augmente. Il est donc clair que les variations en température des caractéristiques mécaniques des fibres dépendent de la fibre étudiée.

Des essais de fluage en traction à haute température ont également été menés sur différentes fibres de carbone. Sur des fibres ex-brai P-55, le fluage s'amorce dès 2000°C [FELDMAN, 1983] (figure 1-5), tandis que pour des fibres de rayonne, la température de fluage est plutôt de 1800°C [BACON, 1965]. Pour des fibres ex-PAN, Sines et al. ont déterminé, pour différentes températures, les charges pour lesquelles le fluage apparaît [SINES, 1989] (figure 1-6). A 2300°C, la contrainte de début de fluage est d'environ 700 MPa.

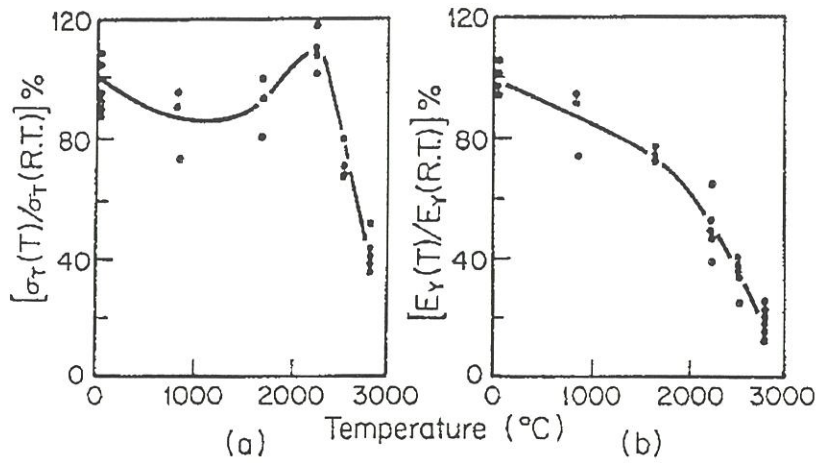


Figure 1-3 : Influence de la température d'essai sur (a) la contrainte à rupture et (b) le module d'Young pour une fibre ex-brai P-50 [DRESSELHAUS, 1988]

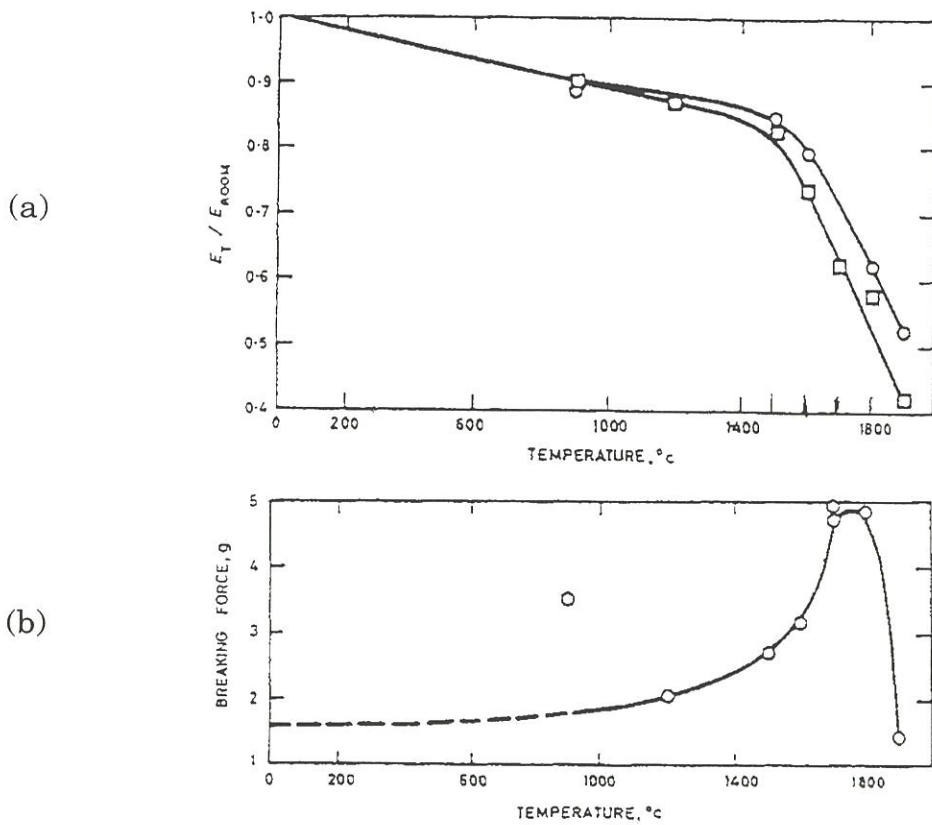


Figure 1-4 : Influence de la température d'essai sur (a) le module d'Young et (b) la contrainte à rupture pour une fibre rayonne [BACON, 1965]

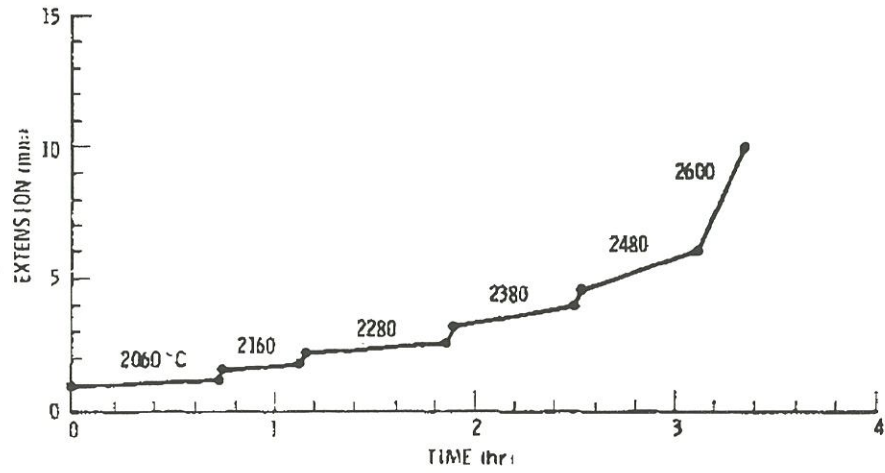


Figure 1-5 : Comportement en fluage d'une fibre ex-brai [FELDMAN, 1993]

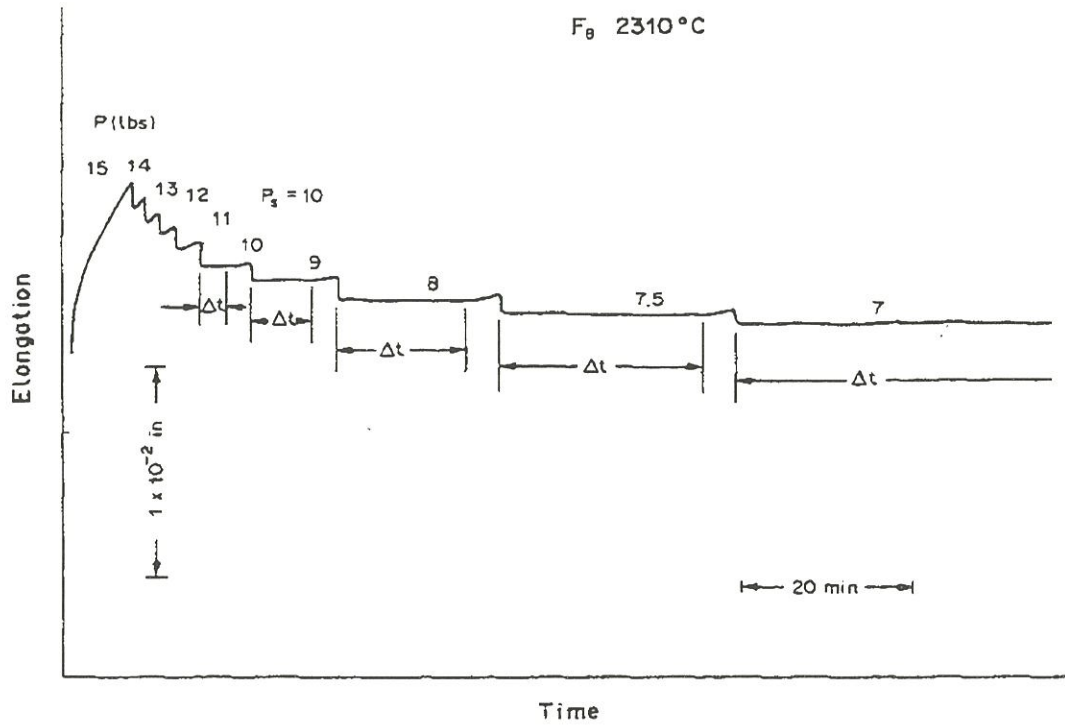


Figure 1-6 : Courbe de fluage avec diminution de la contrainte sur une fibre de carbone ex-Pan [SINES, 1989]

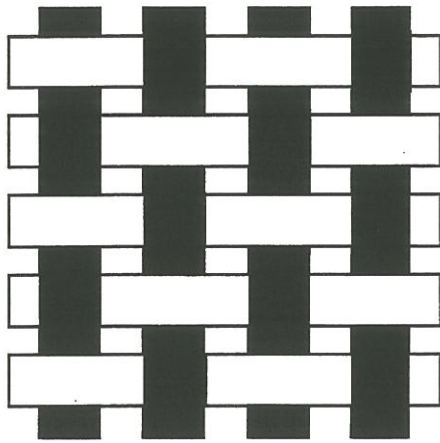
Pour expliquer ces variations des caractéristiques mécaniques, plusieurs hypothèses sont proposées. L'augmentation de la température d'essai pourrait augmenter la plasticité et réduire l'influence des défauts le long de la fibre, ce qui améliore la contrainte à rupture [DRESSELHAUS, 1988]. De plus, l'augmentation de la contrainte à rupture coïncide avec l'apparition du fluage. La variation de contrainte à rupture de la fibre serait causée par la relaxation des contraintes dans les zones de concentration de contrainte. Le fluage est expliqué par la rotation de couches rigides de carbone qui s'alignent avec l'axe de traction [BACON, 1965]

Néanmoins, les caractéristiques mécaniques de fibres ex-PAN en traction à haute température n'ont pas été indiquées dans la bibliographie. Ce point important pour notre étude devra être approfondi.

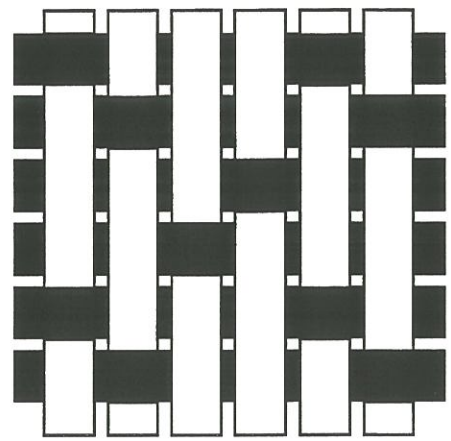
Plusieurs types d'architectures fibreuses sont utilisées dans les composites suivant les performances recherchées [BERTHELOT, 1992] [SCARDINO, 1989] [ZALDIVAR, 1993] : tenue au choc thermique, résistance à l'impact et à la fatigue, forte résistance mécanique en température, ....

Ainsi, l'intérêt des unidirectionnels (1D) est limité (pour une structure) en raison de leur forte anisotropie.

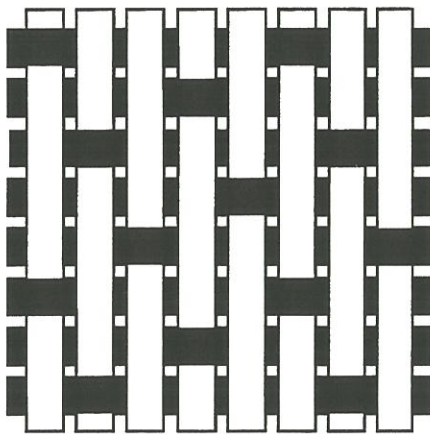
Les structures 2D sont obtenues par empilement de couches unidirectionnelles (stratifiés), ou tissées dont les plus répandues dans les composites thermostructuraux sont les taffetas et les satins d'orientation 0/90° (figure 1-7). L'intérêt des composites tissés par rapport aux stratifiés réside dans leur meilleure résistance au délaminage. Ce type de renfort est adapté à la réalisation de plaques et de coques minces.



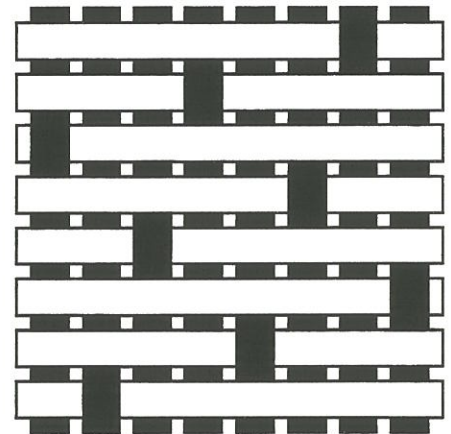
Tissage en taffetas



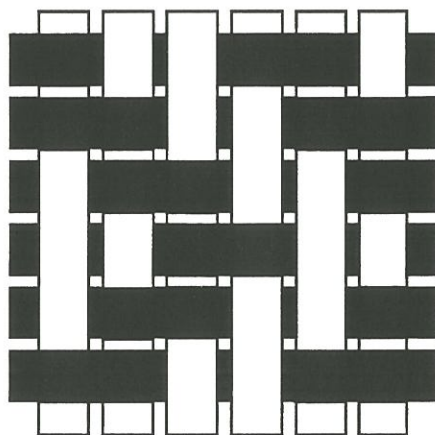
Tissage en patte d'oie



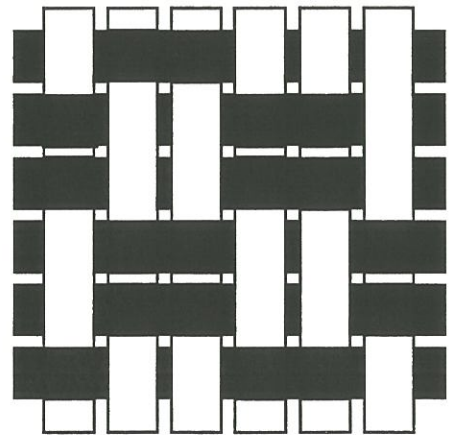
Tissage en satin de cinq



Tissage en satin de huit



Tissage en sergé de deux



Tissage de vannerie

Figure 1-7 : Représentation schématique de différents types de tissage [COX, 1996]

La tenue au délaminage a été améliorée dans les textures de type 2,5D par différents procédés comme l'aiguilletage de fibres de direction orthogonale au plan du tissu, ou comme l'ajout d'un "fil" liant les plis ou les strates entre elles ("interlock", multicouches...).

Dans les structures 3D, le renfort est continu dans la direction orthogonale au plan. Dans les structures 4D, les torons (fils) sont disposés suivant les quatre grandes diagonales d'un cube. Les renforts multidirectionnels (3D, 4D, ..., nD) sont adaptés à la réalisation de pièces massives (en raison des dimensions de la maille élémentaire) tendant vers un comportement de nature isotrope avec l'augmentation de n.

## 1.2. La matrice de carbone

### 1.2.1. *Structures cristallines du carbone*

Le carbone existe sous trois formes cristallines ordonnées: le diamant, le graphite, et le fullerène [TROUVAT, 1996].

La structure diamant consiste en un arrangement tridimensionnel de liaisons fortes  $\sigma$  (tétravalence de l'atome carbone: hybridation  $sp^3$ ). Sa densité est de  $3,51 \text{ g.cm}^{-3}$ .

La forme graphite cristallise dans le système hexagonal, ou rhomboédrique. Dans sa forme la plus stable, le graphite est caractérisé par une maille hexagonale avec  $|\bar{a}| = 0,2461 \text{ nm}$ , et  $|\bar{c}| = 0,6708 \text{ nm}$ . Sa densité est de  $2,25 \text{ g.cm}^{-3}$ . Les atomes de carbone se placent aux sommets d'hexagones (trivalence de l'atome carbone: hybridation  $sp^2$ ,  $d_{C-C} = 0,142 \text{ nm}$ ), formant des plans (plans  $00\ell$  dans la symétrie hexagonale), appelés couches graphitiques. Les atomes de carbone sont liés entre eux, dans ces plans, par des liaisons fortes de type covalents, alors que les couches



graphitiques sont reliées entre elles par des liaisons faibles (interaction  $\pi$ - $\pi$ ). Ces couches, distantes de 0,335 nm ( $d_{002}$ ), forment un empilement compact de séquence ABAB, de sorte que le centre de chaque hexagone du plan A est au-dessus d'un atome du plan B, et inversement.

Les fullerènes sont des formes stables du carbone pur. Les entités structurales de base sont sphériques. Il s'agit d'un assemblage de pentagones et d'hexagones, les pentagones permettant la courbure. Ce type de carbone est soluble dans une variété de solvants organiques. Le plus petit fullerène stable, et en même temps le plus abondamment obtenu par les méthodes de préparation utilisées, est le fullerène  $C_{60}$ , constitué de 60 atomes de carbone .

### 1.2.2. Les pyrocarbones

Le carbone, ne présentant pas de phase liquide à la pression atmosphérique, la matrice de carbone, qui enrobe les fibres dans les composites C/C, est obtenue soit par pyrolyse de résines ou de brais, infiltrés sous forme liquide dans la préforme fibreuse, soit par dépôt chimique en phase gazeuse (CVD/CVI : Chemical Vapour Deposition/Infiltration). Ces sont les carbones obtenus par CVI qui nous intéressent.

Les carbones déposés par craquage pyrolytique (ou pyrocarbones) ont une structure turbostratique [TROUVAT, 1996]. Ils possèdent comme le graphite une structure lamellaire, mais les couches graphitiques, qui les composent, sont empilées parallèlement avec un désordre de rotation, qui est à l'origine du terme "turbostratique".

La microtexture des carbones turbostratiques est relative à l'orientation des domaines cohérents les uns par rapport aux autres

(orientation préférentielle). Dans les pyrocarbones, la microtexture décrit le degré d'anisotropie du matériau. Une complète désorganisation résulte en un carbone isotrope. L'anisotropie de reflectance a permis de classer les pyrocarbones avec une anisotropie croissante de la manière suivante:

iso            LS                            LL                            LR

Ces textures se caractérisent par un pouvoir réflecteur croissant en lumière polarisée [DOUX, 1989]. Elles sont associées, par ailleurs, à des densités qui varient de 1,5 pour l'isotrope à 2,2 pour le laminaire rugueux.

Le traitement thermique permet un réarrangement des plans de carbone. Vis-à-vis d'un traitement haute température (THT), les carbones turbostratiques peuvent être classés en deux catégories: les carbones "non graphitables" (ou "durs"), et les carbones "graphitables" (ou "tendres"), avec tous les intermédiaires partiellement graphitables.

### 1.2.3. Propriétés mécaniques

Les caractéristiques mécaniques fournies par la bibliographie pour les pyrocarbones obtenus par CVI et déposés à basse température sont regroupées dans le tableau 2.

	E <sub>l</sub> (GPa)	G <sub>tt</sub> (GPa)	V <sub>lt</sub>	V <sub>tt</sub>	α <sub>l</sub> 10 <sup>-6</sup> .C <sup>-1</sup>	α <sub>t</sub> 10 <sup>-6</sup> .C <sup>-1</sup>
[WARWICK, 1991]	25	10	0,23	0,23	7	7
[BOBET, 1995]	30	2	0,12	0,4	2	28
[SEP, 1992]	40	5	0,15	30	- 0,5± 0,5	15,5± 7,5

Tableau 2 : Propriétés mécaniques du pyrocarbone déposé à basse température

A notre connaissance, aucune donnée ne semble disponible dans la littérature sur l'influence de la température sur les propriétés des pyrocarbones. Par contre, quelques éléments sont disponibles sur les pyrographites, qui sont déposés à haute température (environ 2000°C). Ce sont en fait les carbones dont les propriétés sont relativement proches de celles du pyrocarbone.

Rappeneau et Tombrel [RAPPENEAU, 1965], observent que les propriétés mécaniques des pyrographites chauffés au-dessus de leur température d'élaboration ont tendance à évoluer plus ou moins rapidement. Mais pour des essais mécaniques de courte durée, la transformation structurale reste souvent peu importante. Ils constatent que le module d'Young dynamique diminue légèrement quand la température d'essai augmente (figure 1-8). Par contre, la contrainte à rupture augmente avec la température jusqu'à 2600°C (figure 1-9). D'après Rappeneau et Tombrel, ces évolutions peuvent être expliquées par le phénomène suivant : jusqu'à 2200°C, le relâchement des contraintes associées aux micro-fissures et aux défauts de texture améliore la ductilité du matériau. Pour une température supérieure à 2200°C, le matériau se graphite, ce qui conduit à une amélioration de la résistance mécanique. Ainsi, tant que la température reste inférieure à la température d'élaboration, la contrainte et la déformation à rupture sont faibles, tandis que le module d'Young reste élevé. Par contre, si la température d'essai dépasse la température d'élaboration, la contrainte à rupture augmente en raison de la graphitisation du matériau, alors que le module faiblit.

Ainsi, la température semble avoir une influence non négligeable sur le comportement mécanique des pyrographites. Ces matériaux étant

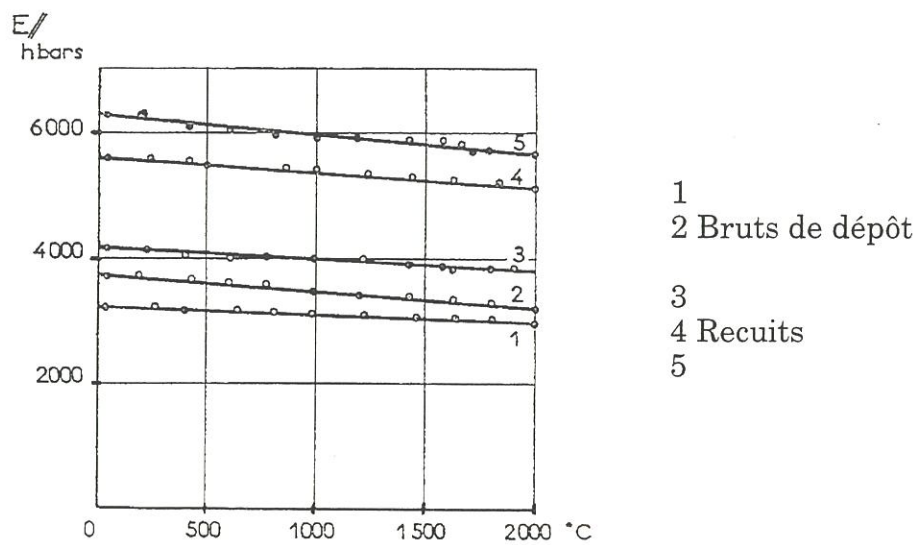


Figure 1-8 : Module d'Young dynamique de graphites pyrolytiques obtenus à de hautes températures [RAPPENEAU, 1965]

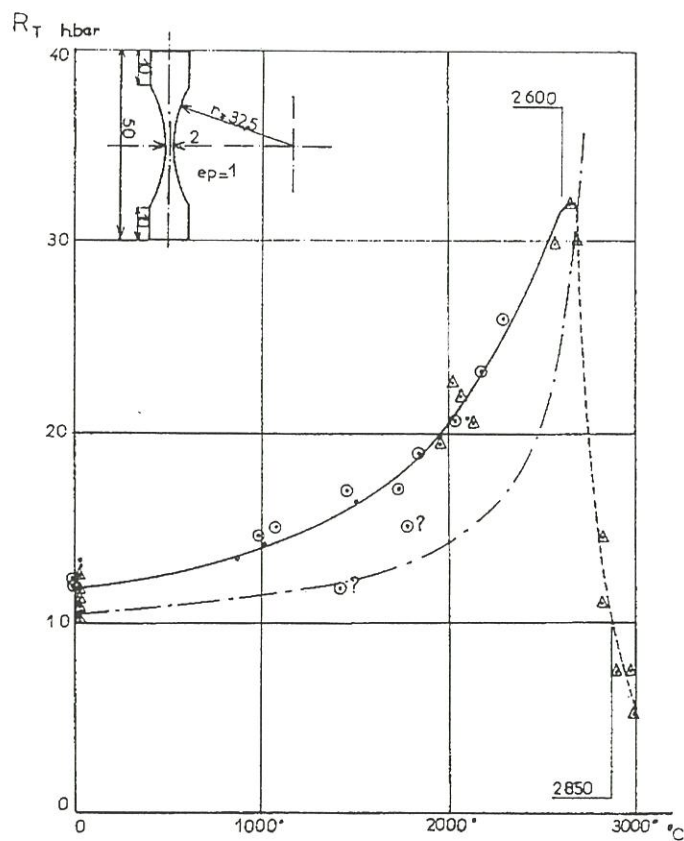


Figure 1-9 : Evolution de la résistance à la traction en fonction de la température de mesure sur des pyrocarbones préparés à 2100°C [RAPPENEAU, 1965]

---

proche des pyrocarbones, il est fort probable que la température modifie également le comportement de ces derniers.

### 1.3. Les composites C/C sous sollicitation de traction

Le comportement mécanique des matériaux composites C/C a fait l'objet de nombreux travaux en traction. Leur comportement est largement tributaire de la fibre utilisée, de la texture du renfort, de la méthode de densification. La plupart des résultats obtenus dépend du matériau étudié, c'est pourquoi il est important de séparer les différents types de composites C/C.

Les principaux travaux réalisés sur le comportement mécanique de composites C/C sous sollicitation de traction sont recensées dans le tableau 3.

La comparaison des résultats obtenus va permettre de mettre en évidence le rôle de la texture sur le comportement, le rôle des constituants, de caractériser la rupture et d'évaluer l'influence de la température sur la tenue mécanique de ces matériaux. Ensuite, les endommagements initiaux et les endommagements créés par la sollicitation mécanique sont comparés.

Fibres	Texture	Matrice voie liquide	Matrice CVI
<b>ex-PAN</b>	UD	[ZALDIVAR, 1993] [MANOCHA, 1988]	
	2D	[LORRIOT, 1996] [JORTNER, 1992] [FALK, 1993] [YURGARTIS, 1993] [TAKAHASHI, 1995] [SATO, 1989]	[SIRON, 1996] (1) [RELLICK, 1993] (1) [SOHN, 1988] [OH, 1988] [POLLOCK, 1990] [SEP, 1994] (1)
	3D	[ROBINSON, 1981] [LIANGJIE, 1993]	
	stratifiés ou autres	[HOJO, 1996] (0,±90) [NEUMEISTER, 1996]	[TALLARON, 1996] (0,±60) (2)
<b>ex-brai</b>	UD		[KABASHIMA, 1995]
	2D	[KIUCHI, 1995] [SATO, 1989]	
	3D	[ADAMS, 1976] [PERRY, 1976]	
<b>ex-rayonne</b>	2D	[SATO, 1989]	
	nD	[CUNNINGHAM, 1993]	

en gras : études en température

(1) : matériau similaire à celui de notre étude

(2) : mêmes fibre et matrice, mais texture différente

Tableau 3 : principaux travaux réalisés sur le comportement mécanique de composites C/C sous sollicitation de traction

### 1.3.1. Comportement mécanique

L'influence de la texture fibreuse sur le comportement des matériaux constitués par des fibres identiques ex-PAN et densifiés de la même manière (voie liquide), mais dont l'architecture fibreuse varie, a été évaluée [NEUMEISTER, 1996]. Les unidirectionnels ont un comportement en traction linéaire par rapport au matériau stratifié ou au matériau tissé (figure 1-10). De plus, l'architecture fibreuse est prédominante dans les mécanismes de rupture des composites C/C tissés. En effet, les sollicitations locales de flexion se développant dans les boucles de tissage

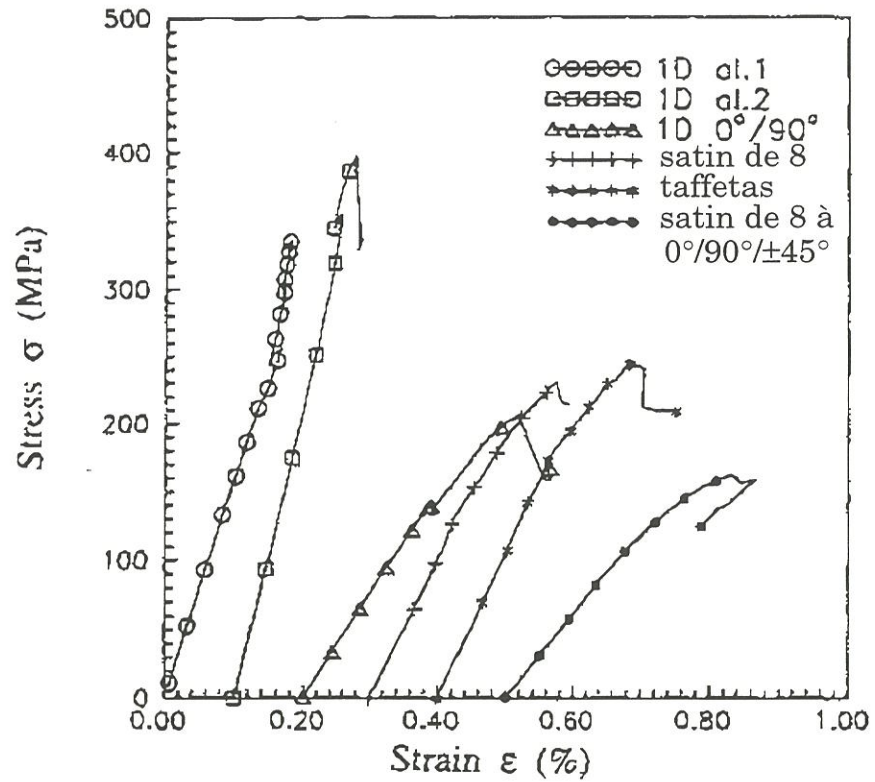


Figure 1-10 : Courbes de traction pour les différents matériaux [NEUMEISTER, 1996]

(zone d'embuvage), sont responsables de la rupture des composites sollicités en traction uniaxiale [JORTNER, 1992] [JORTNER, 1993]. Pour les composites C/C à matrice CVI, l'influence du tissage sur le comportement à rupture des composites a également été mis en évidence [POLLOCK, 1990]. Un angle d'embuvage plus important entraîne une diminution de la contrainte à rupture.

Ainsi, pour différents types de composites C/C, l'architecture du renfort joue un rôle prépondérant sur le comportement des matériaux et sur la valeur de la contrainte à rupture.

Le rôle de la matrice a également été étudié. Tout d'abord, le mode d'élaboration de la matrice agit sur la résistance des interfaces [PEEBLES, 1988]. Pour les matériaux élaborés par voie liquide, l'interface est forte et provoque une rupture prématurée du composite et dans certains cas des ruptures fragiles. Pour les matériaux densifiés par voie gazeuse, l'interface dépend de la différence de coefficient de dilatation entre la fibre et la matrice. En général, les interfaces ainsi obtenues sont plus faibles que pour les composites voie liquide pour lesquels des comportements de type fragile sont observés, et le comportement des matériaux présente une non linéarité plus importante [PEEBLES, 1988].

De plus, pour une architecture fibreuse équivalente et une matrice obtenue par voie gazeuse, les conditions d'élaboration, et notamment la température de dépôt et le pourcentage de gaz utilisé font varier les caractéristiques des composites obtenus [OH, 1988]. En effet, pour un composite élaboré avec un mélange gazeux contenant 10% de propane, plus la température de dépôt est élevée, plus la contrainte à rupture du matériau est faible. Mais inversement, un composite élaboré avec un mélange gazeux contenant 70% de propane voit sa contrainte à rupture



augmenter avec la température de dépôt. Ainsi, non seulement le type de matrice joue un rôle sur le comportement mécanique du composite, mais pour un même type de matrice, les conditions d'élaboration influencent le comportement.

L'influence du type de fibre utilisée a également été évaluée. Des composites 2D élaborés à partir de fibres ex-brai ou ex-PAN et ayant la même matrice voie liquide ont été comparés [SATO, 1989]. La différence de fibre entre les matériaux se fait nettement ressentir, surtout quand la température d'essai augmente (figure 1-11). En effet, la fibre ex-PAN a des caractéristiques mécaniques supérieures à celles de la fibre ex-brai [FITZER, 1988] (figure 1-12), ce qui conduit à un composite ayant un module d'Young et une contrainte à rupture plus élevés. De plus, pour une même fibre, les différents traitements de surface qu'elle a subis peuvent également faire varier le comportement du composite [MANOCHA, 1988a]. Dans le cas d'un composite constitué de fibres avec traitement de surface, l'interface fibre-matrice est forte et provoque une rupture brutale de la structure à un faible niveau de contrainte. Par contre, lorsque les fibres n'ont pas subi ce traitement de surface, l'interface fibre-matrice est relativement faible. Le comportement du matériau est alors pseudo-plastique et la rupture intervient à un niveau de contrainte plus élevé [MANOCHA, 1988b].

Le comportement mécanique des composites C/C est donc intimement lié à la matrice et à la fibre constituant le matériau. Mais les traitements thermiques subis par le matériau modifient également le comportement mécanique. Ainsi, les différents traitements thermiques et les différentes phases de densification conduisent à l'existence de trois grandes familles de pyrocarbone. Rellick et Cull [RELLICK, 1993] ont étudié l'influence de la température de THT et de la durée du THT sur le

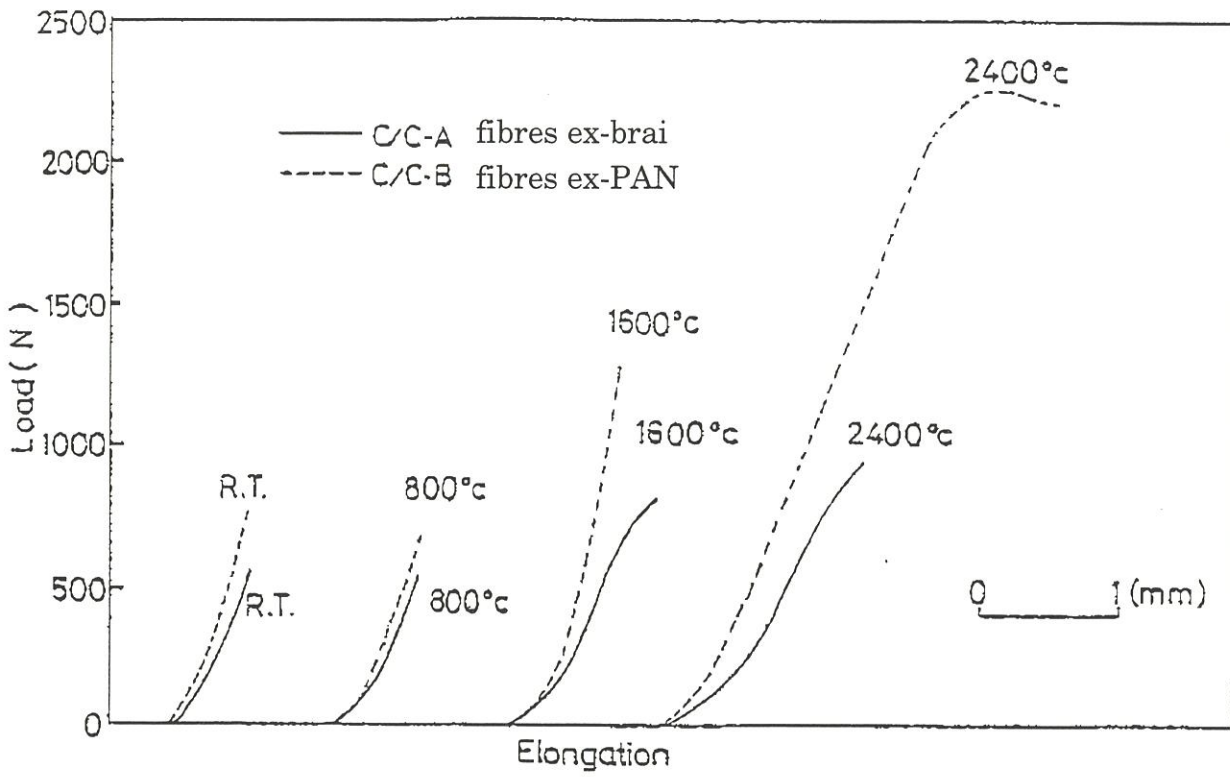


Figure 1-11 : Courbes force-déplacement en traction pour deux matériaux à haute température [SATO, 1989]

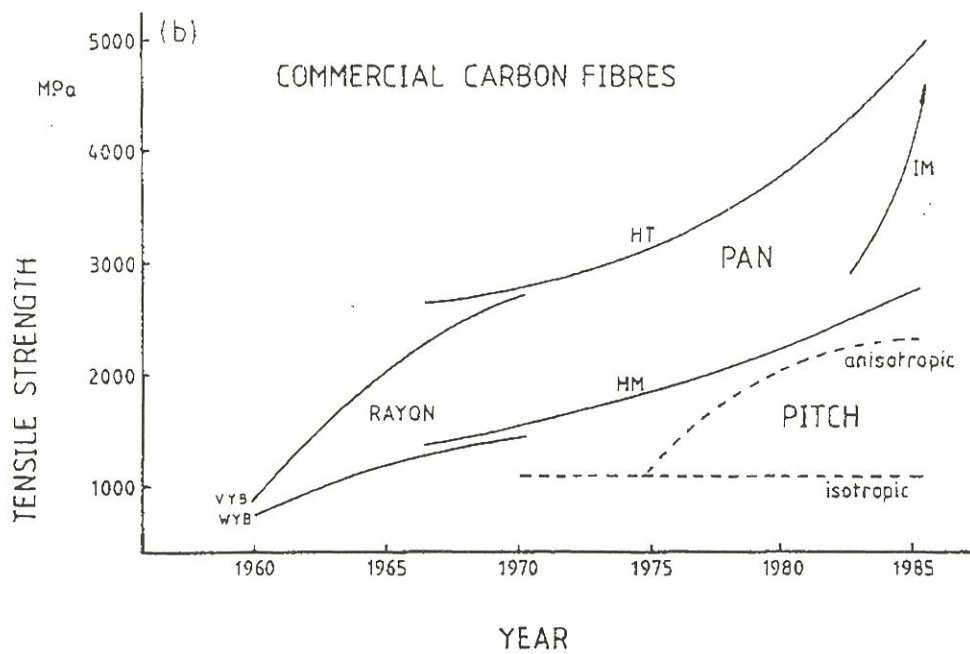
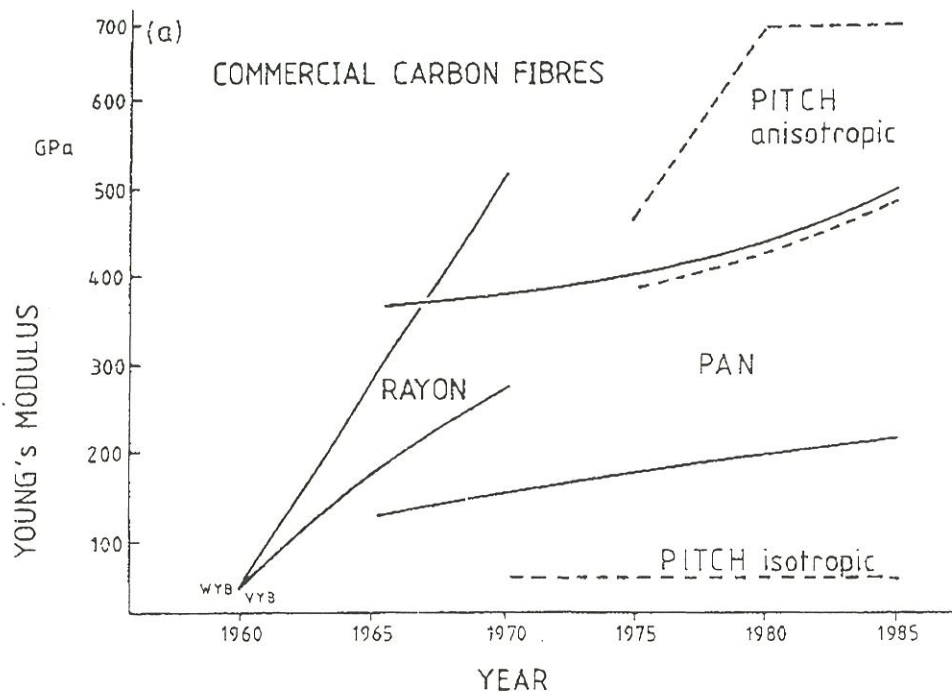


Figure 1-12 : Evolution (a) des modules et (b) des contraintes à rupture en tension des fibres de carbone [FITZER, 1988]

comportement en traction d'un composite C/C. L'allure des courbes de comportement ne varie pas en fonction du THT (figure 1-13). De plus, il semble que la température de THT n'ait pas d'effet sur le module du matériau (figure 1-14). D'après Rellick et Cull, cela résulte du fait que l'augmentation du module provenant de la graphitisation est compensée par l'allongement des torons et un développement simultané de l'ondulation avec la température de THT. Par contre, la contrainte et la déformation à rupture ont tendance à diminuer quand la température de THT augmente (figure 1-14). Mais cette tendance n'est pas très marquée. En fait, la propriété qui varie le plus avec la température de THT est la conductibilité thermique.

En ce qui concerne la rupture ultime, la nature de la liaison fibre-matrice joue un grand rôle dans le cas des unidirectionnels. Cette liaison dépend essentiellement, dans une configuration donnée de fibre et de matrice, du traitement thermique imposé lors de l'élaboration du composite [PEEBLES, 1988]. En effet, le THT provoque des dilatations différentes de la fibre et de la matrice, ce qui modifie la cohésion entre les deux constituants. Ainsi Zaldivar [ZALDIVAR, 1993] pour un C/C élaboré par voie liquide définit trois régimes de rupture, présentés à la figure 1-15, selon la température du traitement :

- jusqu'à  $\sim 1000^{\circ}\text{C}$  (carbonisation), la rupture de la matrice provoque celle du composite du fait de la forte liaison fibre-matrice,

- entre  $\sim 1000^{\circ}\text{C}$  et  $2000^{\circ}\text{C}$  (graphitisation), la liaison fibre-matrice s'affaiblit, provoquant à terme la fissuration matricielle pontée par les fibres avec une faible décohésion fibre-matrice au droit de la fissure. On obtient alors la configuration dissipative optimale recherchée dans le comportement mécanique des composites,

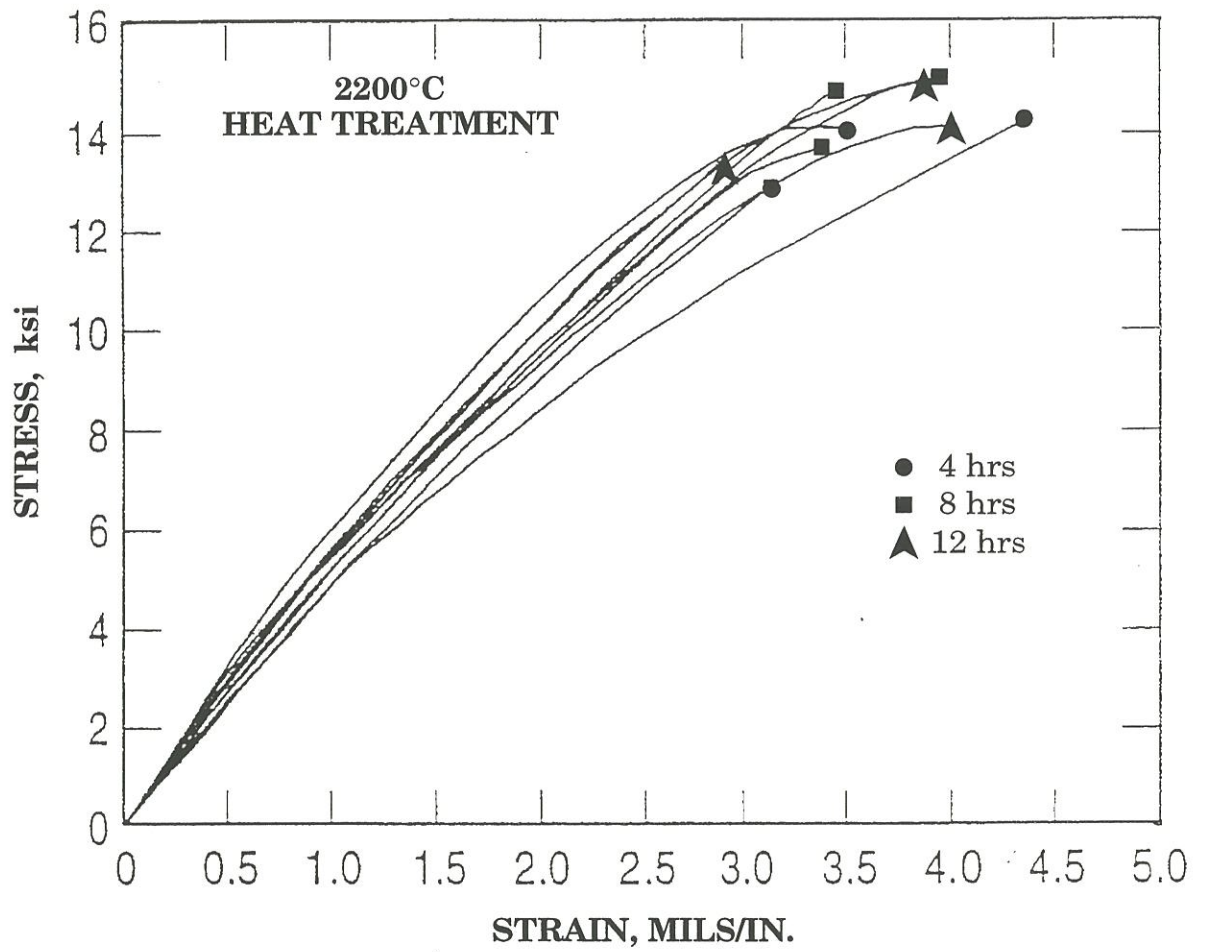


Figure 1-13 : Comportement en traction de composites C/C traités à 2200°C pendant des durées variables [RELLICK, 1993]

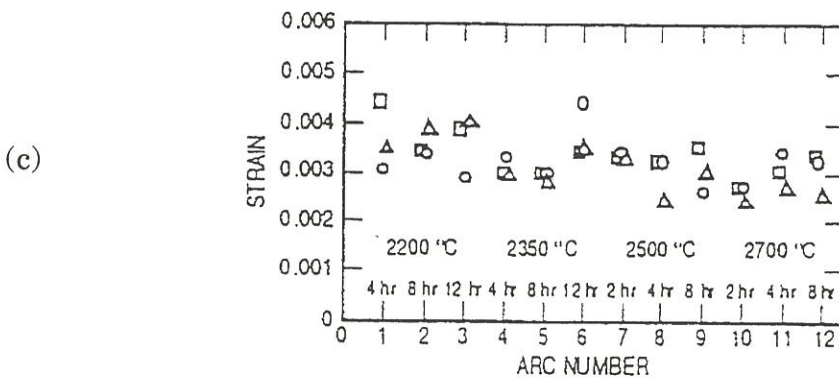
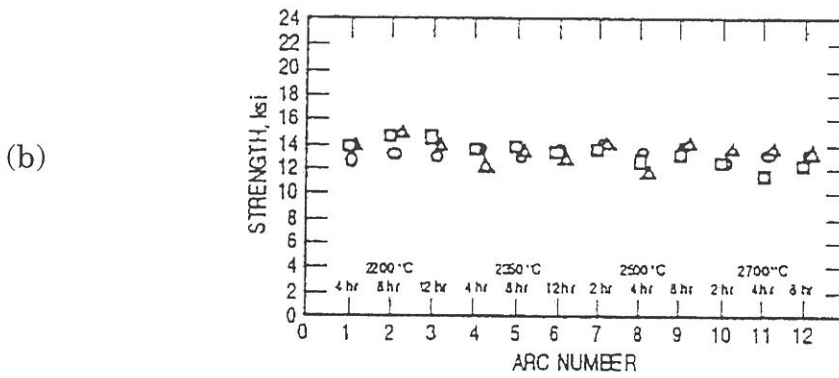
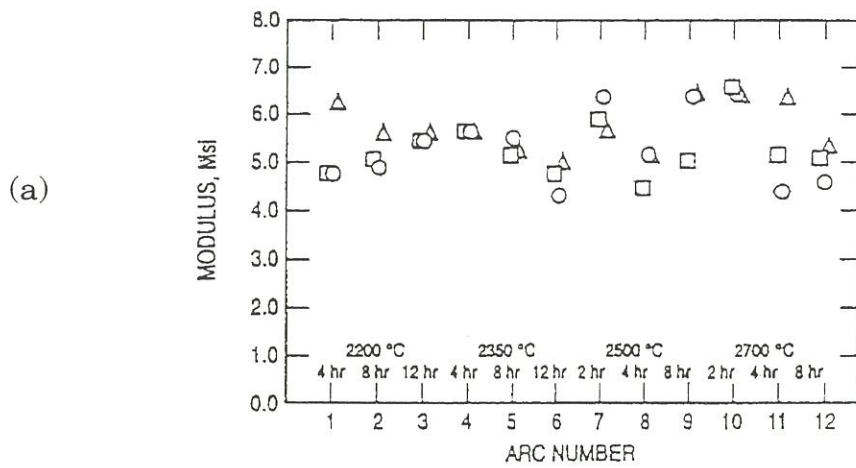


Figure 1-14 : Variation (a) du module en traction, (b) de la contrainte à rupture, (c) de la déformation à rupture d'un composite C/C suivant la température et le temps de THT [RELLICK, 1993]

- le traitement thermique au delà de  $\sim 2000^{\circ}\text{C}$  conduit à une décohésion fibre-matrice (voire intra - matricielle) importante. La rupture du composite s'apparente à celle du fil non infiltré.

Dans les composites 2D, d'après Hojo et al. [HOJO, 1996], la rupture des composites est d'autant plus contrôlée par les fibres que la liaison fibre-matrice est faible. La rupture du composite est influencée par les défauts internes du matériau. De plus, les longueurs de déchaussement sont plus importantes en sollicitation statique qu'en dynamique [LORRIOT, 1996].

Enfin, la température influence également le comportement des composites C/C. Pour tous les composites C/C testés en traction à haute température, quels que soient les types de fibres et de matrice utilisés, la contrainte de rupture du matériau augmente avec la température d'essai jusqu'à  $2000^{\circ}\text{C}$ , puis diminue. Cette tendance ne dépend pas non plus de l'architecture fibreuse [CUNNINGHAM, 1993] (figure 1-16). De même, dans l'ensemble des résultats présentés ici, la déformation à rupture augmente avec la température d'essai (figures 1-17 et 1-18).

Par contre, les variations du module d'Young ne sont pas les mêmes suivant le matériau étudié : ce module augmente jusqu'à  $1600^{\circ}\text{C}$  puis diminue [KIUCHI, 1995], [SATO, 1989], [LIANGJIE, 1993] (figure 1-17) dans certains cas, mais diminue de façon monotone dans d'autres cas [TAKAHASHI, 1995] [TALLARON, 1996] (figure 1-18).

Le fluage des matériaux semble apparaître à partir de  $2000^{\circ}\text{C}$  [KIUCHI, 1995]. L'influence de la vitesse de chauffe et de refroidissement a également été évaluée [TAKAHASHI, 1995]. Il semble que plus le refroidissement est rapide, plus la contrainte à rupture du matériau

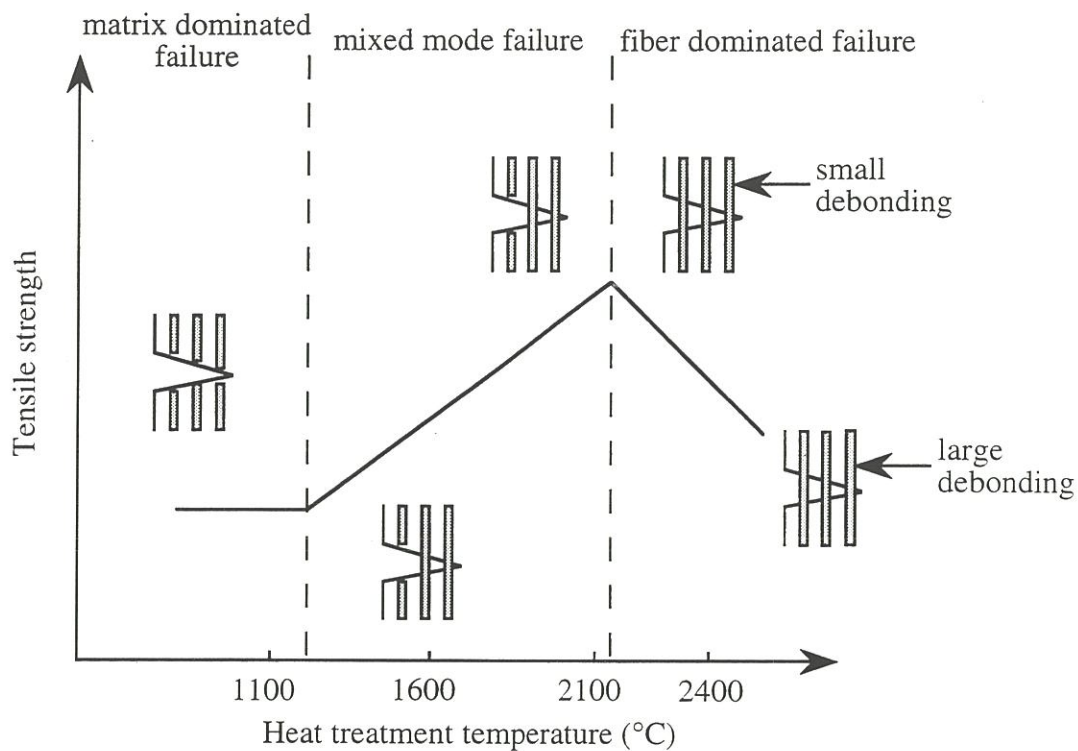


Figure 1-15 : Représentation schématique des modes de rupture en fonction de la température d'élaboration [ZALDIVAR, 1993]

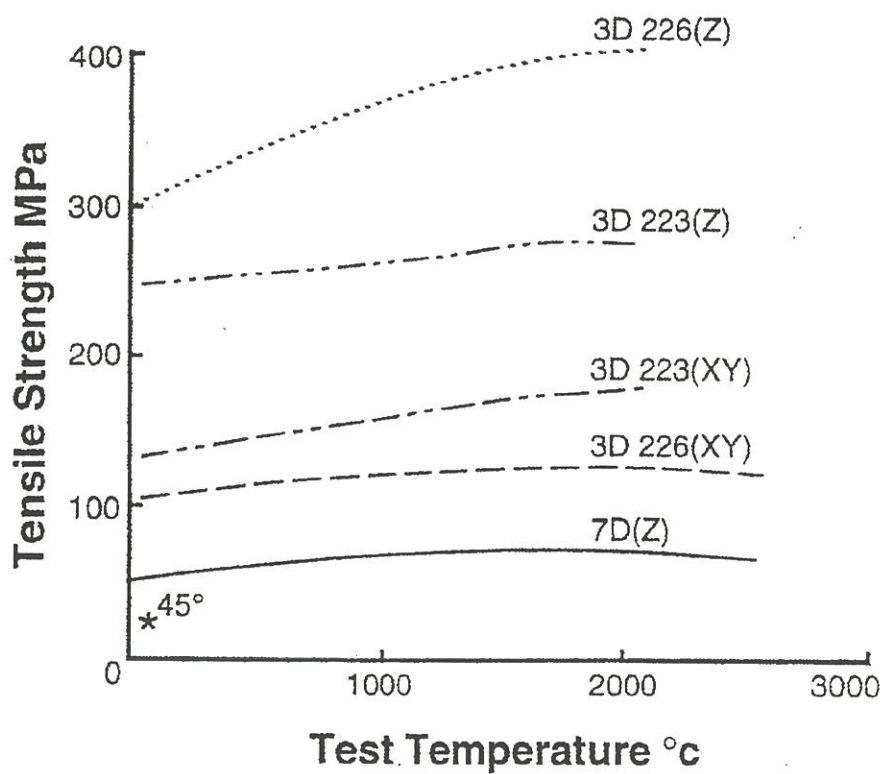


Figure 1-16 : Contrainte à rupture pour quelques composites C/C multidirectionnels [CUNNINGHAM, 1993]



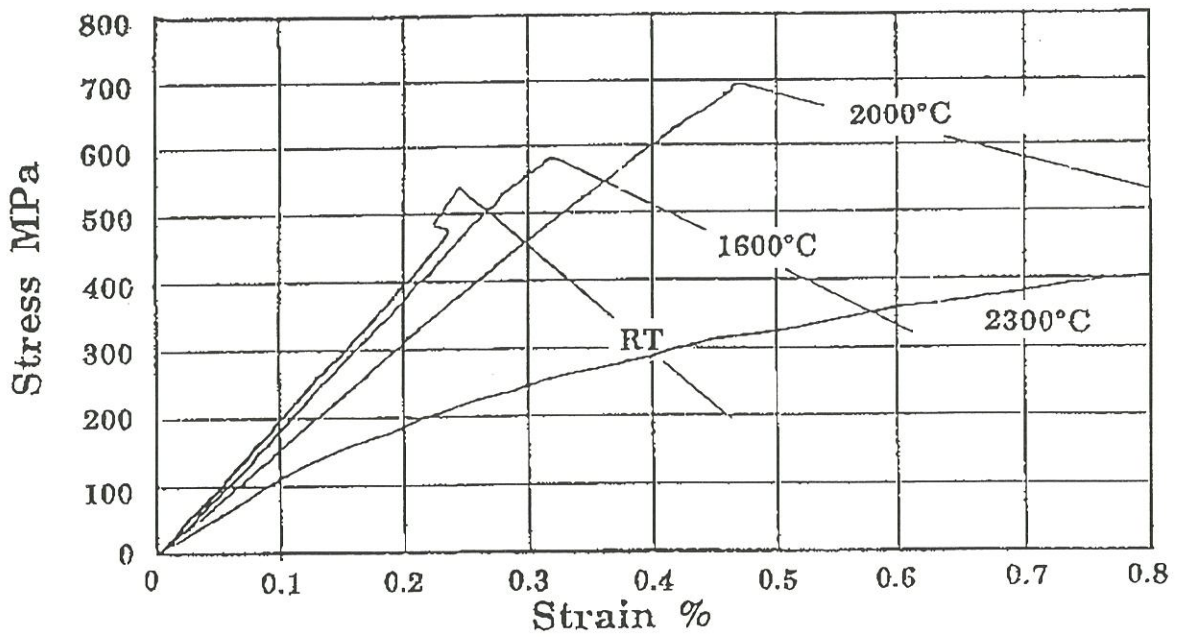


Figure 1-17 : Courbes de comportement en traction d'un composite C/C élaboré par voie liquide [KIUCHI, 1995]

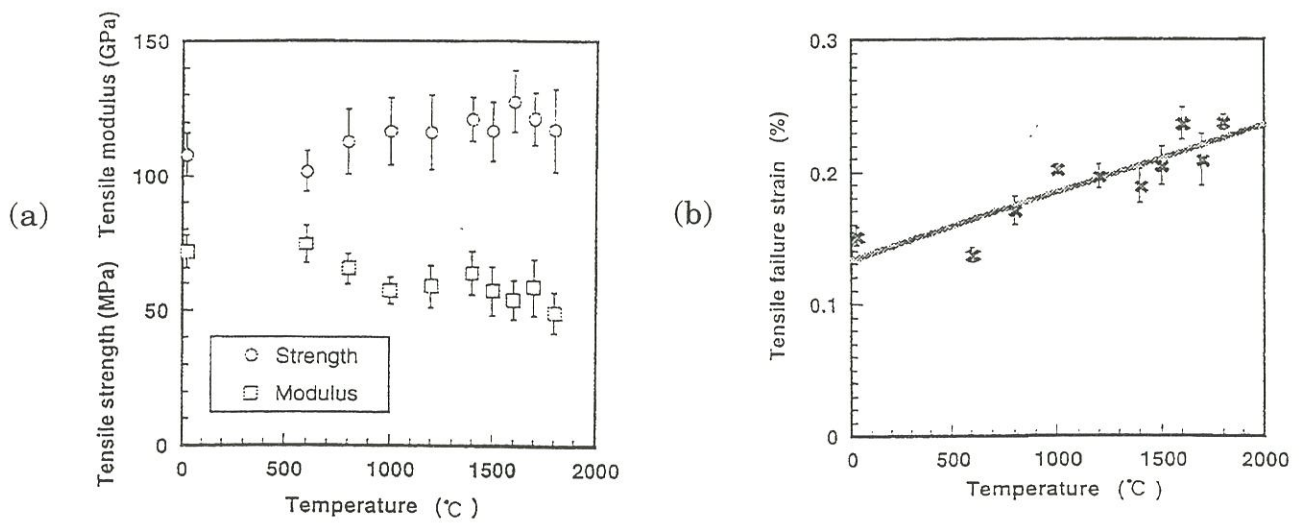


Figure 1-18 : Evolution en fonction de la température d'essai (a) du module et de la contrainte à rupture et (b) de la déformation à rupture d'un composite C/C élaboré par voie liquide [TAKAHASHI, 1995]

diminue. En effet, un refroidissement rapide favorise la formation de micro-fissures dans la matrice (figure 1-19).

En ce qui concerne les matériaux les plus proches de ceux de notre étude, les évolutions de comportement suivent les tendances principales (tableau 4). Tallaron constate que plus la température augmente, plus le comportement du matériau devient linéaire.

Pour expliquer les variations de comportement observées sur les différents matériaux étudiés, la relaxation dans les matériaux des contraintes résiduelles créées lors du THT, a été avancée, ainsi que l'absorption de matière dans les défauts de la structure et l'apparition du phénomène de fluage dès que la température dépasse 2000°C [SATO, 1989].

Température d'essai (°C)	[TALLARON, 1996] 3x60°		[SEP, 1994] 0° - 90°	
	$\sigma_r/\sigma_{r20^\circ C}$	$\epsilon_r/\epsilon_{r20^\circ C}$	$\sigma_r/\sigma_{r20^\circ C}$	$\epsilon_r/\epsilon_{r20^\circ C}$
20	1	1	1	1
1000	1,23	1,22	1,35	0,76
1500-1600	1,33	0,88	1,5	0,95
2000	/	/	1,58	1,54
2750	/	/	0,82	2,85

Tableau 4 : Influence de la température d'essai sur deux composites C/C 2D, fibre ex-PAN, matrice CVI

Les modifications de comportement avec la température d'essai sont le plus souvent expliquées par :

- la modification de l'interface, qui se rigidifie, et permet un rechargement de la matrice [TALLARON, 1996] [CORNES, 1989],
- les modifications des caractéristiques mécaniques des constituants avec la température d'essai,

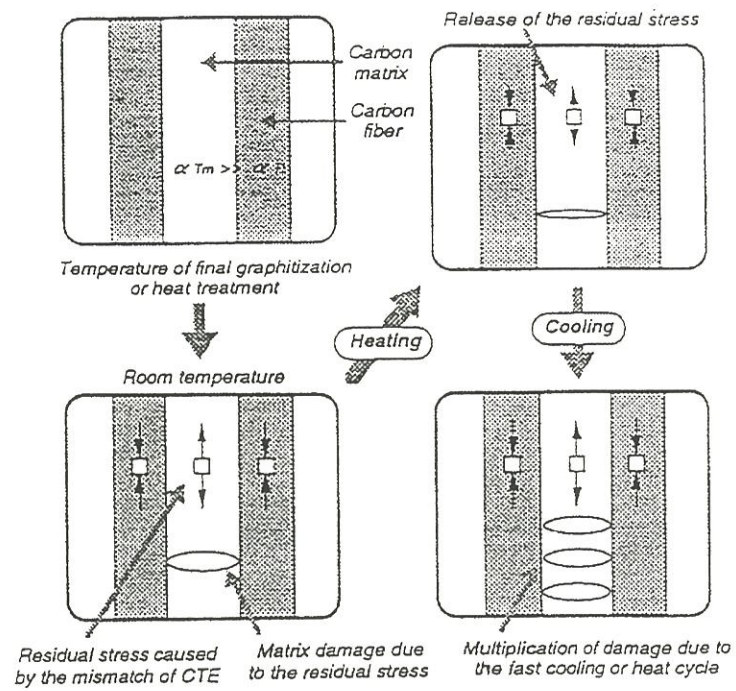


Figure 1-19 : Illustration schématique de l'amorçage de deux endommagements causés par les contraintes résiduelles au cours d'un cycle thermique dans la matrice d'un composite C/C élaboré par voie liquide [TAKAHASHI, 1995]

- l'effet des contraintes résiduelles d'origine thermique [TALLARON, 1996].

Ainsi, les quelques travaux sur le comportement mécanique des composites C/C à haute température publiés dans la littérature ne permettent pas d'expliquer clairement l'influence de la température sur le comportement mécanique du matériau.

Pour tous les composites C/C, le comportement mécanique est influencé par le type de fibre, l'architecture du renfort fibreux, les conditions d'élaboration de la matrice, les traitements thermiques subis par le matériau, et la température d'essai.

### 1.3.2. Aspect morphologique de l'endommagement

Les composites carbone-carbone sont en général endommagés au cours de leur élaboration. Cet endommagement se produit à deux échelles [FALK, 1993]:

- dans la matrice, où des micro - fissures se forment à proximité de la liaison fibre-matrice du fait de la différence entre les coefficients de dilatation thermique entre ces deux constituants [SOHN, 1988], et du fait de la présence de fissures matricielles annulaires à proximité de la fibre. La forte anisotropie de la matrice de pyrocarbone, et la faiblesse de la tenue interfaciale entre les plans graphitiques, en sont la cause [OH, 1988],

- au sein du fil, en raison de la porosité résultant du retrait matriciel pour les composites densifiés par voie liquide.

L'existence de cet endommagement initial permet une relaxation partielle des contraintes résiduelles d'origine thermique.

La description de l'état de fissuration avant essai a été effectuée par Siron [SIRON, 1996] pour un matériau élaboré par CVI. Des fissures de type intra-fils et de type inter-fils ont été observées à l'état initial, mais pas de macrofissure, c'est-à-dire de fissures traversant plusieurs torons.

En ce qui concerne les fissures créées par la sollicitation mécanique, Yurgartis [YURGARTIS, 1993] définit trois domaines d'endommagement lors du chargement pour un composite élaboré par voie liquide :

- initialement, des micro-fissures sans orientation préférentielle sont créées essentiellement dans les fils transverses,

- puis, des fissures se développent dans les fils transverses, en moyenne d'orientation orthogonale au chargement. Ce mode de fissuration résulte de la faiblesse de la liaison entre les plans graphitiques (parallèlement aux fibres),

- enfin, le délaminage est amorcé entre les strates. La faible tenue en cisaillement interlaminaire (délaminage) est attribuée à la faible résistance en cisaillement de la matrice.

Une quantification de ces mécanismes d'endommagement a été effectuée pour des structures 3D densifiées par voie liquide par de nombreux auteurs [ADAMS, 1976] [PERRY, 1976] [ROBINSON, 1981].

Pour des matériaux plus proches de ceux de notre étude, Siron a observé trois types de fissures : les fissures intra-fils qui se situent à l'intérieur d'un toron, les fissures inter-fils localisées entre deux torons et les macrofissures qui traversent plusieurs torons. Les fissures créées par le chargement mécanique sont plutôt perpendiculaires à la sollicitation. De plus, elles ne se referment pas totalement à charge nulle. Ainsi, les déformations résiduelles observées pendant les cycles de charge-décharge seraient imputables à la résistance à la refermeture des fissures présentes. Cette résistance résulte d'obstacles provenant de

l'endommagement de la matrice et/ou de l'effet des contraintes résiduelles d'origine thermique. Siron met également en évidence l'influence des macrofissures sur la rigidité du matériau et l'influence des fissures intra-fils sur les coefficients de Poisson.

Tallaron [TALLARON, 1996] identifie sur des stratifiés élaborés par CVI les mécanismes de rupture suivants : tout d'abord, il y a rupture des plis à  $\pm 60^\circ$ , puis rupture des plis à  $0^\circ$ , enfin délaminage entre les plis du fait de la différence de déformation entre les plis d'orientation différentes. D'après Tallaron, les déformations résiduelles observées pendant les cycles de charge - décharge, sont dues à la relaxation des contraintes de compression dans les plis à  $0^\circ$ , après que les plis obliques se soient fissurés.

Le comportement mécanique à température ambiante puis à haute température des matériaux C/C a donc été l'objet de quelques études. Pour expliquer les variations de comportement mécanique observées en fonction de la température d'essai, les auteurs ont uniquement mis en cause les évolutions des contraintes résiduelles d'origine thermique. Pourtant, d'après la bibliographie, il semble que les propriétés mécaniques des constituants du composite varient avec la température. Il est cependant difficile d'étudier l'influence de la température sur le comportement de la matrice. Par contre, le comportement mécanique en fonction de la température des fibres de carbone utilisées dans le matériau étudié fait l'objet d'un chapitre de ce travail. De plus, il est possible que l'augmentation de température provoque un décalage ou une modification de l'endommagement du matériau, ce qui aurait un effet sur son comportement mécanique. Pour suivre cet endommagement en cours d'essai, deux méthodes sont utilisées : d'une part, des examens au

microscope optique pendant l'essai ou entre des cycles de traction, et d'autre part l'enregistrement de l'activité acoustique du matériau.

#### 1.4. Emission acoustique

Cette technique de contrôle, présentée dans l'annexe 1, est actuellement couramment utilisée pour analyser des essais de tout type (traction, flexion, mise sous pression...) réalisés sur des matériaux composites à température ambiante. Dans la plupart des cas, il s'agit de matériaux composites carbone-résine. Le capteur est positionné sur l'éprouvette et le signal est enregistré.

Pour les couplants entre le capteur et l'éprouvette, Li et Nordlung [LI, 1993] conseillent l'utilisation de couplant liquide par rapport aux couplants métalliques. La pression de contact est un facteur clé pour améliorer la transmission des ondes jusqu'au capteur.

Dans le cas de l'utilisation d'un guide d'ondes, Schmutzler et Grabke [SCHMUTZLER, 1993] observent que les spectres de fréquence, d'énergie et d'amplitude sont perturbés par la propagation dans ce guide. C'est pourquoi le paramètre retenu est le nombre de coups dans ce cas.

Plusieurs types d'analyses ont été envisagées pour ce type de matériau. L'analyse en amplitude permet de dissocier la rupture de la matrice des ruptures de fibres [CHEN, 1991] [FAVRE, 1989] [PONSOT, 1986] [SHIPPENS, 1985] [TAKEDA, 1991]. Les valeurs des gammes d'amplitude varient en fonction du matériau étudié, du matériel d'émission acoustique et des réglages des gain et seuil effectués.

Certains auteurs, par exemple Awerbuch [AWERBUCH, 1988], considèrent qu'il n'y a pas d'analyse possible en amplitude. Il utilise donc la durée du signal pour interpréter les signaux acoustiques. Ainsi, un

signal de courte durée correspond à une rupture de fibre, un signal de moyenne durée à un délaminage limité, et un signal d'une durée plus grande à la fissuration de la matrice ou à un fort délaminage. De plus, une grande partie de l'émission acoustique enregistrée est due aux frottements provoqués par l'ouverture ou la fermeture des défauts déjà existants.

D'autres auteurs ont choisi de coupler les deux modes d'analyse, en amplitude et en durée. Pour Rhazi [RHAZI, 1987] et Ono et al. [ONO, 1987], un signal de faible amplitude et de courte durée correspond à la microfissuration de la matrice, un signal de faible amplitude et de grande durée à un délaminage, un signal d'amplitude plus élevée et de faible durée à une rupture de fibre, et un signal d'amplitude et de durée élevées à la fissuration longitudinale et au délaminage de la matrice. Ces résultats sont en accord avec ceux de Ponsot et Valentin qui ne considèrent que l'amplitude et ceux de Awerbuch qui n'étudie que la durée.

Des analyses sur la fréquence ont également été effectuées. Ainsi Suzuki et al. [SUZUKI, 1987] attribuent un signal de fréquence compris entre 50 et 100 kHz à la rupture de la matrice, un signal de fréquence compris entre 150 et 250 kHz à la décohé sion de fibre et un signal de fréquence compris entre 270 et 390 kHz à une rupture de fibre.

Ces paramètres sont ceux qui sont le plus souvent utilisés. D'après Stone et Dingwall [STONE, 1977], l'amplitude peut aider à différencier les divers modes de ruine, alors que la fréquence reflète davantage les caractéristiques de l'éprouvette que celles de la source. Quant à l'énergie, elle semble plus atténuée à haute fréquence qu'à basse fréquence. Pourtant, d'après Block [BLOCK, 1988], l'énergie est moins perturbée que l'amplitude pendant la propagation du signal. En effet, l'énergie est



moins sensible au chevauchement des signaux que les autres paramètres acoustiques.

Mais d'une manière générale, comme l'indique Rouby [ROUBY, 1988], il existe des relations étroites entre les événements acoustiques et les ruptures de fibres pendant les essais de traction sur matériaux composites. D'après Fuwa et al. [FUWA, 1976], la vitesse d'essai n'a pas d'influence sur l'émission acoustique, par contre un coup peut correspondre à la rupture de plusieurs fibres. Ainsi, d'après cet auteur, le nombre de coups est difficile à utiliser comme indicateur d'endommagement.

Sur les composites thermostrostructuraux, beaucoup moins de résultats ont été publiés. Reynaud [REYNAUD, 1992] a constaté sur des matériaux composites SiC-SiC, que l'émission acoustique n'apparaît que dans le domaine non linéaire.

Sur des composites SiC/CAS, Luo et al. [LUO, 1995] ont effectué des essais de traction avec un suivi in-situ de l'endommagement et un suivi par émission acoustique. Trois types d'endommagement, la fissuration matricielle, la décohésion fibre-matrice et la rupture de fibres ont été identifiés en utilisant l'amplitude des signaux acoustiques et le nombre de coups cumulés. Mais il faut noter que pour ce type de matériau, les modes d'endommagement et leurs séquences d'apparition sont bien distincts.

En ce qui concerne ces matériaux, Kerboul [KERBOUL, 1992] a observé un décalage de l'amplitude du signal vers les hautes amplitudes avec l'augmentation de la sévérité des défauts.

Sur les composites C/C, peu de résultats ont été publiés. Alfutov et al. [ALFUTOV, 1992] présentent des résultats obtenus sur C/C tubulaires. Ils évaluent l'amplitude et la fréquence pour lesquelles il y a amorçage de

l'endommagement, mais la méthode utilisée n'est pas mentionnée. Les travaux de Vaidya et Raju [VAIDYA, 1996] portent sur des composites C/C élaborés par voie liquide. Les différents modes de rupture (fissuration matricielle, décohésion interfaciale, rupture de fibre, délaminage interstrate...) ont été identifiés en se servant de l'amplitude et la durée du signal en fonction du temps. Tohyama et al. [TOHYAMA, 1996] ont également étudié des composites C/C élaborés par voie liquide et testés en compression. Les essais ont été suivis par émission acoustique. Le paramètre analysé est l'amplitude. L'amorçage du délaminage, qui se traduit sur la courbe de comportement par l'apparition de la non linéarité, est corrélé aux événements dont l'amplitude dépasse 60 dB.

Ainsi, pour un certain nombre de matériaux et en particulier pour des composites C/C, l'apparition des modes d'endommagement peut être détectée grâce à des paramètres acoustiques préalablement définis. Il peut être intéressant, notamment au cours des essais à haute température, de disposer d'une technique permettant de déceler l'amorçage de la fissuration sans avoir à interrompre les essais pour réaliser des examens au microscope. C'est dans ce but que l'utilisation de l'émission acoustique a été retenue.

### 1.5. Mesures des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X

L'utilisation des mesures des distances interréticulaires par diffraction des rayons X a été envisagée pour connaître l'état de contrainte résiduelle d'origine thermique au sein des différents matériaux. En effet, ce type de mesure a été effectué sur des composites modèles [BOBET, 1993].

La diffraction des rayons X permet de mesurer les distances interréticulaires  $d_{(hkl)}$  du matériau cristallisé. Pour un plan d'indices de

Miller donnés,  $d_{(hkl)}$  est relié à la longueur d'onde du rayonnement X par l'intermédiaire de la loi de Bragg (1)

$$2.d.\sin\theta = n.\lambda \quad (1)$$

avec  $n$  = ordre de la diffraction ( $n=1$  en général)

$\theta$  = angle de la diffraction : angle de Bragg

$\lambda$  = longueur d'onde du rayon incident (ici  $\lambda_{(Cu\ K\alpha)} = 0,154$  nm)

Le principe de la mesure des contraintes résiduelles macroscopiques est le suivant : un solide est formé d'agrégats de monocristaux dont l'orientation est souvent quelconque. Chaque grain est constitué d'un empilement régulier d'atomes définissant des familles de plans cristallins caractérisés par des distances interréticulaires  $d_{(hkl)}$ , fonctions des indices de Miller (hkl).

La méthode consiste à mesurer les variations de cette distance par diffraction X grâce à la loi de Bragg (1) et à calculer les contraintes qui provoquent ces variations. Pour cela, il faut connaître les caractéristiques mécaniques du matériau (module d'Young, coefficient de Poisson).

La déformation est donnée par  $\varepsilon = \frac{d-d_0}{d_0}$ ,  $d$  étant la distance interréticulaire de l'échantillon massif du matériau et  $d_0$  étant la distance interréticulaire servant de référence pour le matériau. La déformation peut aussi s'écrire en différenciant l'équation de Bragg:

$$\frac{\Delta d}{d} = \varepsilon = -\cotg\theta_0 .\Delta\theta = -\cotg\theta_0 .(\theta - \theta_0) \quad (2)$$

Cette relation montre que l'évaluation de la déformation est reliée à la détermination du déplacement de la raie de diffraction du plan par rapport à sa position théorique. Pour chaque matériau, la poudre est prise comme référence (matériau libre de contrainte).

En effectuant des mesures pour différents angles d'inclinaison de l'échantillon, on obtient les variations de la déformation en fonction des "sinus carrés  $\psi$ " [LM3, 1996]. En faisant l'hypothèse d'un matériau homogène et élastique et d'un état de contrainte plane, la courbe  $\varepsilon = f(\text{sinus carré } \psi)$  permet d'obtenir les contraintes du plan.

En appliquant la méthode des "sinus carrés  $\psi$ " sur un matériau composite à fibres de carbone, Fenn [FENN, 1988] obtient les composantes du tenseur des contraintes résiduelles dans le matériau.

Cette même méthode, employée sur des micro composites SiC/MoSi<sub>2</sub>/SiC et SiC/PyC/SiC par Bobet [BOBET, 1993], permet de mesurer les contraintes résiduelles d'origine thermique. Les valeurs obtenues sont en accord avec celles calculées par le modèle analytique.

A notre connaissance, aucune donnée ne semble disponible dans la littérature sur la mesure des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des composites C/C.

## **2. Présentation du matériau composite C/C étudié**

### **2.1. Elaboration**

#### **2.1.1. *Réalisation de la préforme fibreuse***

Les fibres de carbone de densité 1,75 utilisées dans ce matériau sont issues d'un précurseur PolyAcryloNitrile. Les caractéristiques élastiques moyennes isotropes transverses de cette fibre sont présentées dans le tableau 1. Les caractéristiques retenues sont celles données par Siron [SIRON, 1996].

Les fibres C utilisées ont un diamètre moyen de 7  $\mu\text{m}$ . Chaque fil dans la direction chaîne (nommée X), ainsi que dans la direction orthogonale, nommée trame ou Y, est constitué de  $1100 \pm 100$  fibres. Les fils sont assemblés sous la forme d'un tissu de type satin de huit (figure 1-20) aiguilleté par des aiguilles munies de crochets suivant la direction Z. La fraction volumique de fibres est de 0.25, avec une répartition suivant X, Y et Z, respectivement de l'ordre de 0.11, 0.11 et 0.03.

### 2.1.2 *Densification de la préforme fibreuse*

La préforme est densifiée par voie gazeuse (Chemical Vapor Infiltration: C.V.I.). La matrice en pyrocarbone, de densité 2-2.2, est obtenue par pyrolyse d'un précurseur gazeux en phase vapeur. La préforme subit plusieurs cycles d'infiltration dans des conditions de pression et de température spécifiques. Les caractéristiques élastiques orthotropes moyennes de la matrice PyC sont présentées dans le tableau 2.

### 2.1.3 *Les Traitements à Haute Température*

Un Traitement Haute Température (THT) vers  $2200^\circ\text{C}$  est ensuite réalisé. Il correspond à la graphitisation du pyrocarbone tendant vers un pyrographite très anisotrope. Le procédé d'élaboration de ce matériau est schématisé sur la figure 1-21.

### 2.1.4 *Présentation des nuances de matériaux*

Pour faire varier la densité du matériau, et l'état de la liaison fibre-matrice, différentes nuances de matériau ont été développées. A partir du matériau constitué de deux infiltrations PyC, d'un THT à  $2200^\circ\text{C}$  et d'une seconde infiltration PyC, d'autres variantes de matériaux ayant subi de

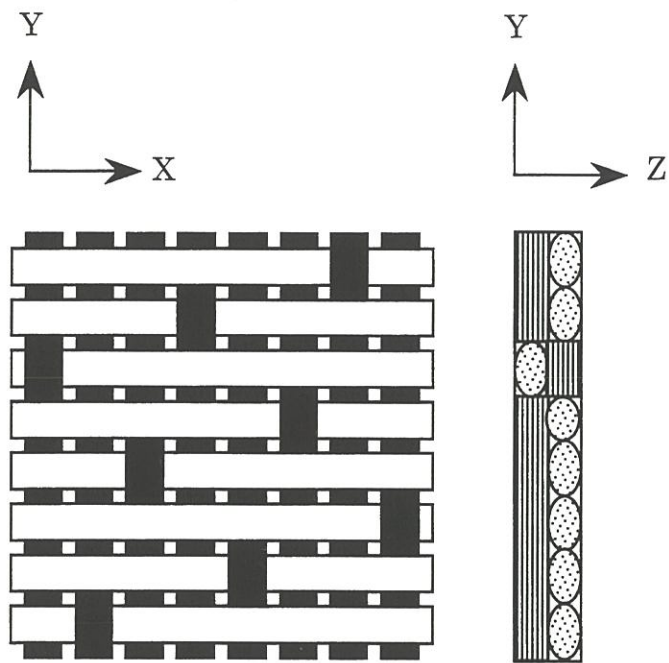


Figure 1-20 : Tissage de type satin de huit

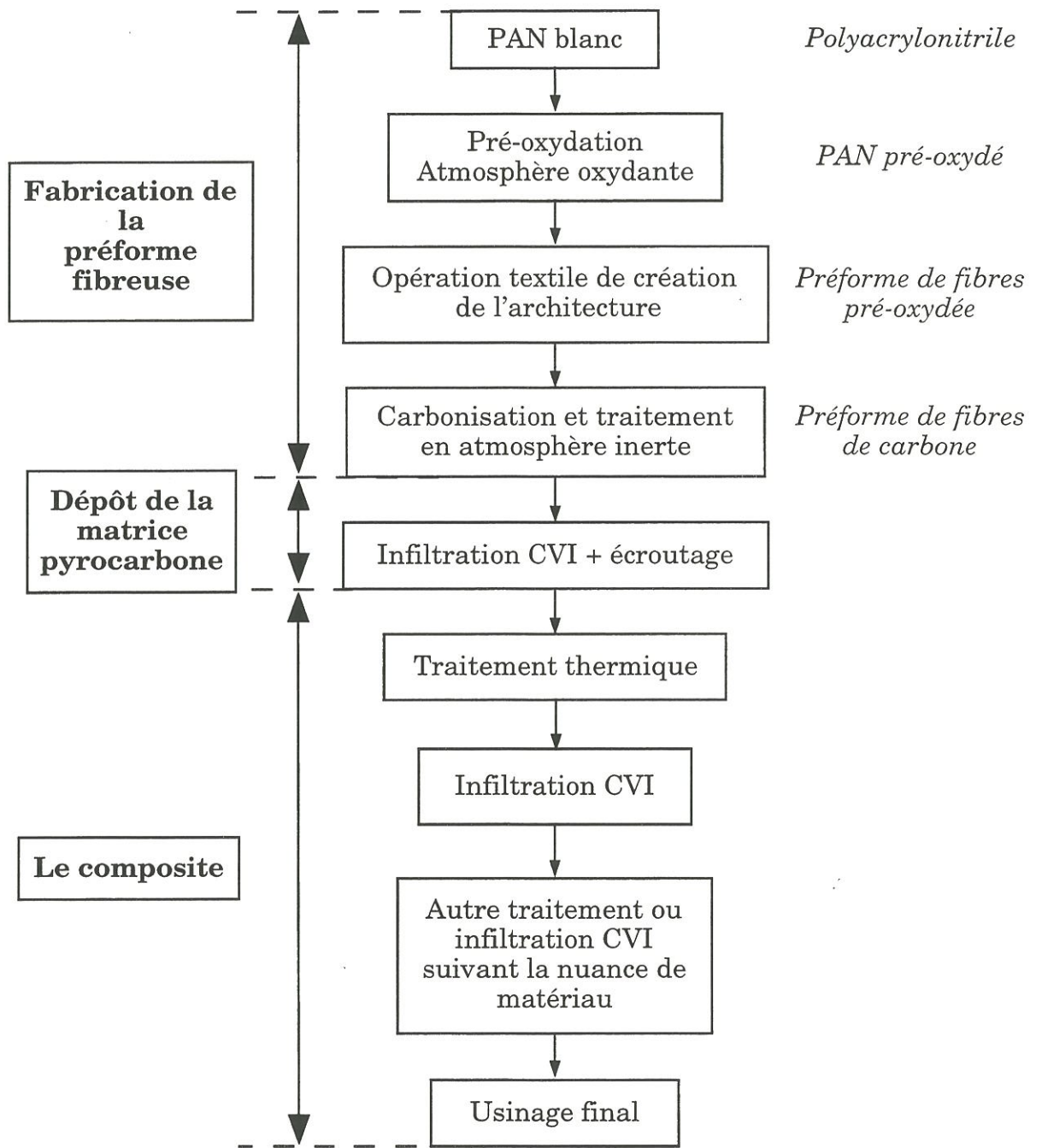


Figure 1-21 : Cycle de fabrication de la fibre de carbone ex-PAN et du composite C/C [TALLARON, 1996]

nouveau un THT ou une infiltration PyC ont été élaborés. Ils sont présentés dans le tableau 5.

Ces différentes nuances de matériau permettent de faire varier la température de THT du matériau et le nombre de cycles d'infiltration de pyrocarbone et d'estimer l'influence de ces paramètres sur le comportement en température de ce matériau.

Matériau	Matrice 1	THT n°2 (°C)	Matrice 2
Matériau 1	2 PyC + THT 2200 + 1 PyC ép = 0,012 mm	2200	PyC ép = 0,008 mm
Matériau 2	2 PyC + THT 2200 + 1 PyC ép = 0,016 mm	2200	/
Matériau 3	2 PyC + THT 2200 + 1 PyC ép = 0,012 mm	1600	PyC ép = 0,008 mm
Matériau 4	2 PyC + THT 2200 + 1 PyC ép = 0,015 mm	/	/

Tableau 5 : Présentation des différentes nuances des matériaux étudiés

### 2.1.5. Synthèse.

Les différentes échelles d'étude intervenant dans la caractérisation morphologique et mécanique du matériau sont présentées à la figure 1-22.

En outre, il est important de noter que:

- les pièces réelles sont cylindriques, limitant dès lors les dimensions des éprouvettes, prélevées suivant une direction distincte de la direction Y (génératrice du cylindre),

- la longueur des fibres dans le sens X est supérieure à celles orientées suivant la direction Y,

- le THT provoque une décohésion fibre-matrice du fait de la différence des coefficients de dilatation thermique de la fibre et de la



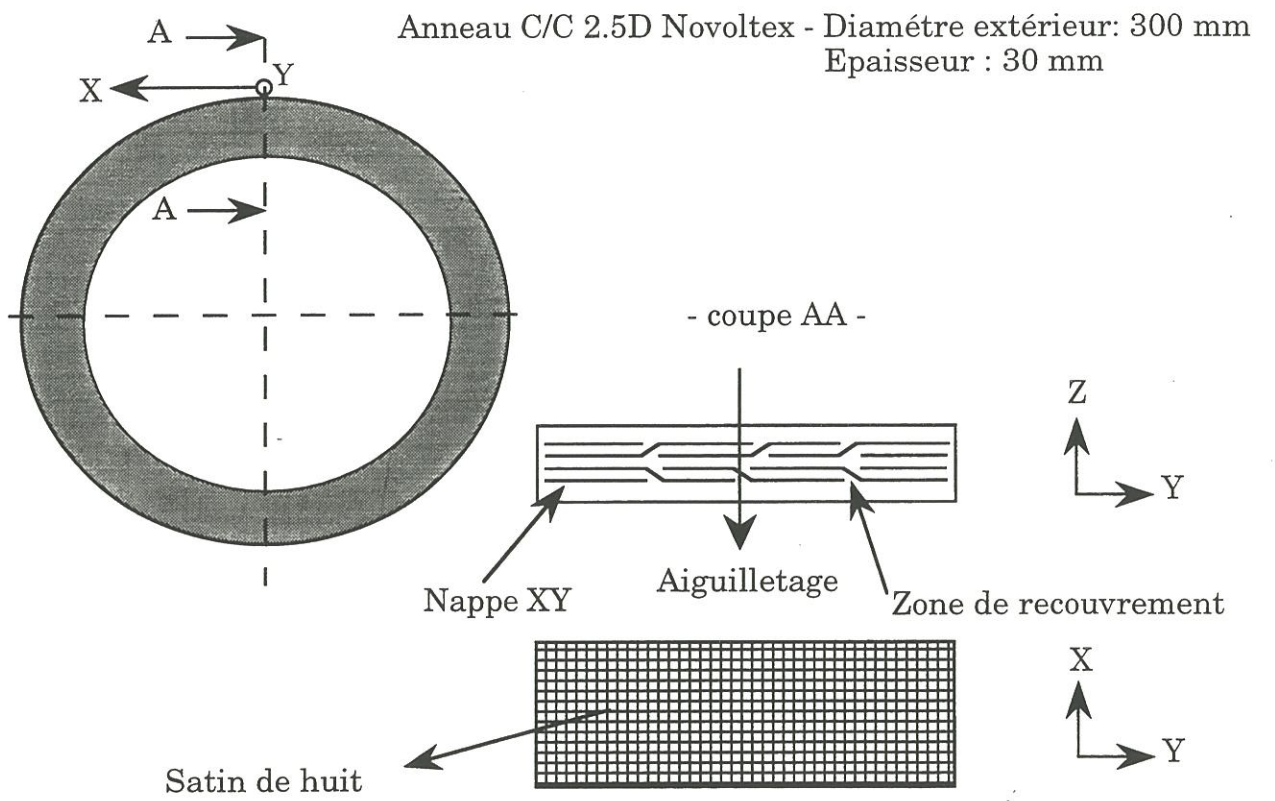


Figure 1-22 : Présentation du matériau étudié

matrice (tableaux 1 et 2). Les valeurs voisines des coefficients de dilatation thermique entre la fibre et la matrice, et l'incertitude avec lesquelles elles sont connues, ne permettent pas d'estimer rigoureusement les contraintes résiduelles dans la fibre et la matrice malgré la présence d'une fissuration matricielle initiale. Toutefois, il apparaît que le traitement thermique confère au matériau une très faible tenue interfaciale fibre-matrice [SIRON, 1996]. L'endommagement peut se développer de façon intra-fil au sein de la matrice ou au voisinage de la fibre (figure 1-23). Un deuxième mode d'endommagement a été identifié, à savoir la fissuration inter-fils (figure 1-24) aux croisements des fils suivant les directions privilégiées du matériau. Ce mode d'endommagement se produisant lors du refroidissement, est attribué à un effet de la texture couplé à l'orthotropie de la matrice.

## 2.2.. Caractérisations morphologiques du matériau étudié

### 2.2.1. *Caractérisation de la texture*

L'une des principales caractéristiques morphologiques présente dans toutes les nuances de matériaux et différenciant les directions X et Y est l'angle moyen d'embuvage  $\theta$  que forment les fils Y (figure 1-25). Les fils X sont pratiquement rectilignes. La figure 1-26 présente la distribution des valeurs de  $\theta$ , dont la valeur moyenne est  $37,6 \pm 7,1^\circ$ . L'embuvage des fils orientés suivant la direction Y n'a pas été mesuré.

La densité géométrique du matériau a été évaluée sur toutes les éprouvettes testées. Cette densité est calculée à partir des dimensions des éprouvettes et de leur masse. La densité moyenne est présentée dans le tableau 6.



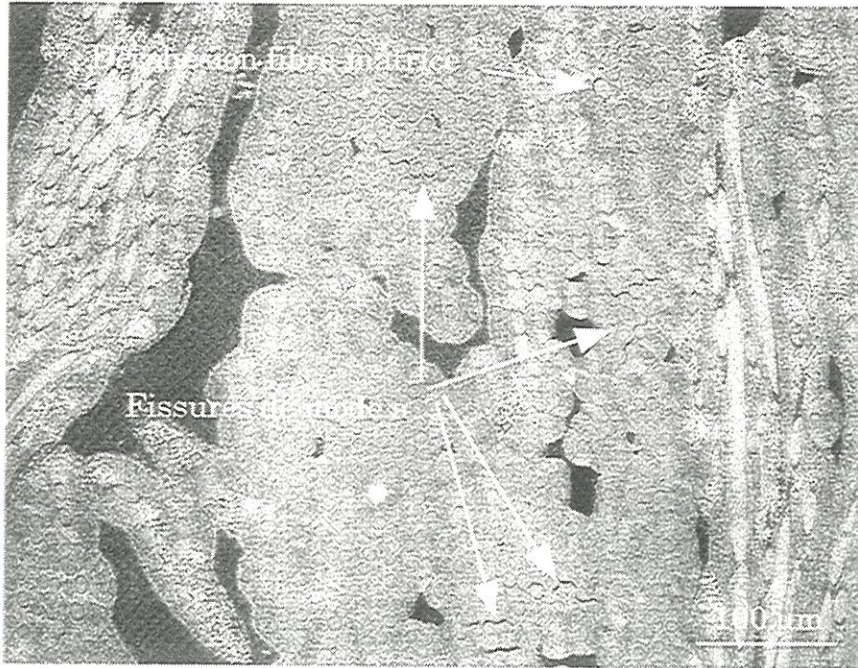


Figure 1-23 : Fissures intra-fils ou de mode a à l'état initial

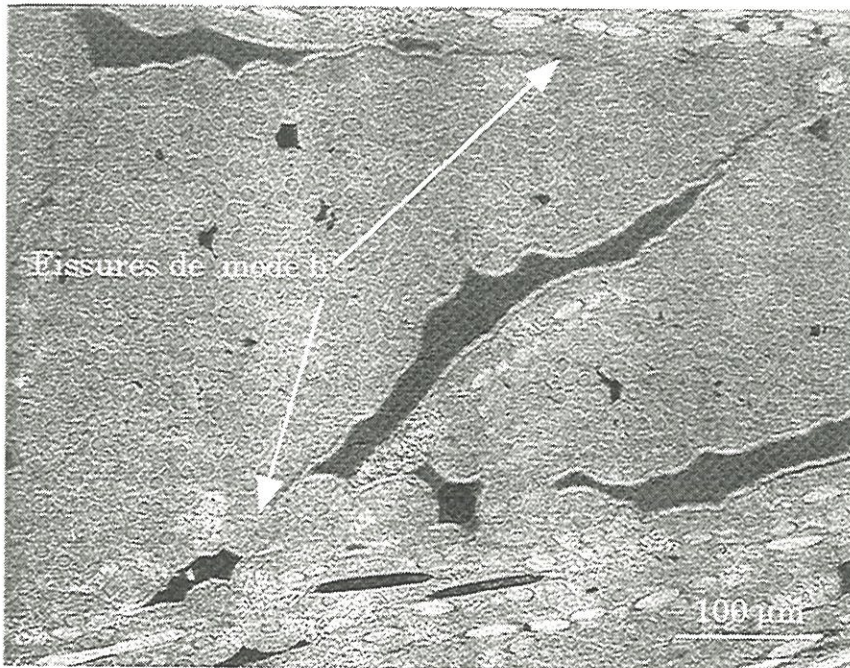


Figure 1-24 : Fissures inter-fils ou de mode b à l'état initial



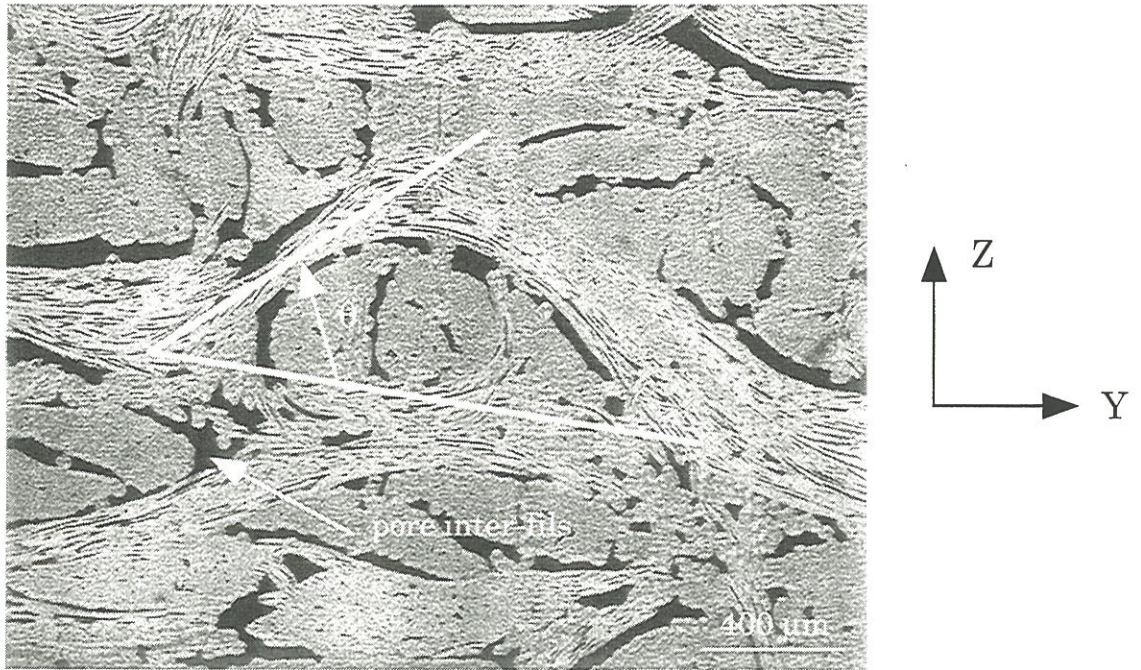


Figure 1-25 : Détermination de l'angle moyen d'embuvage

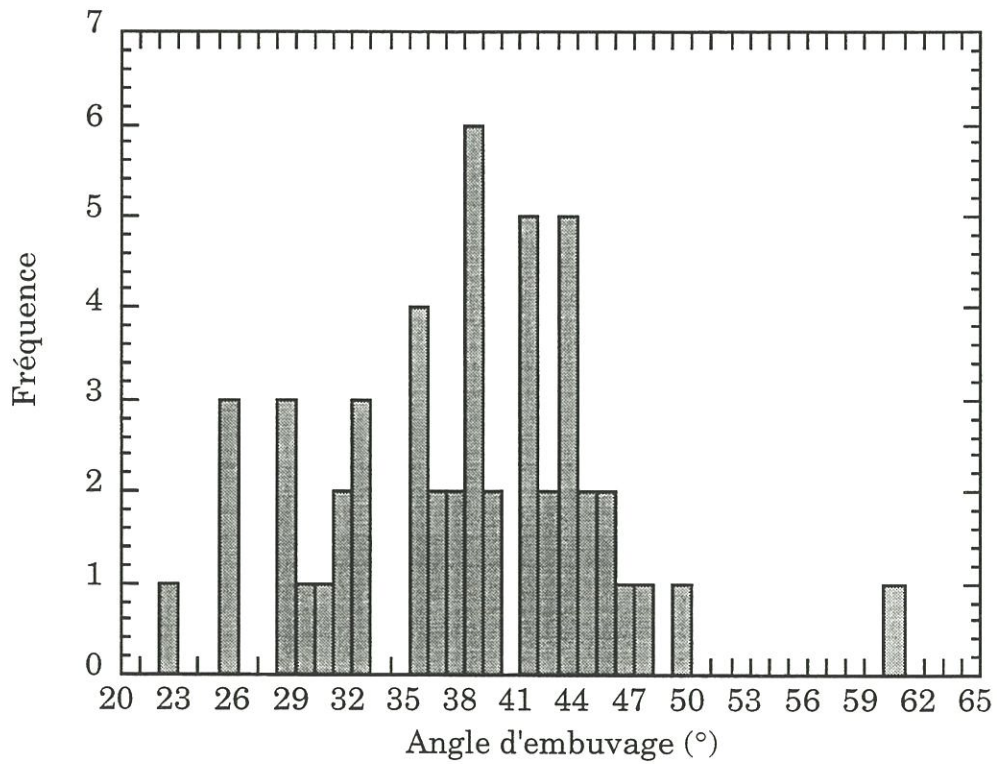


Figure 1-26 : Distribution des angles de l'embuvage



Matériau	Densité	Nombre de mesures	Ecart
1	1,79	30	0.024
2	1,75	14	0.015
3	1,8	18	0.022
4	1,76	16	0.035

Tableau 6 : Densités des différents matériaux.

La porosité ouverte a été mesurée par pycnométrie à l'hélium. Les échantillons ayant servi à la mesure de la porosité ouverte ont été par la suite broyés de manière à avoir accès à la porosité totale. Les valeurs obtenues sont notées dans le tableau 7.

Matériau	Taux de porosité ouverte (écart)	Taux de porosité fermée (écart)	Taux de porosité totale (écart)	Nombre de mesures
1	11,84(0,26)%	4,58(0,76)%	16,42% (0,78)	5
2	13,39(0,23)%	4,82(0,29)%	17,92% (4,38)	2
3	10,43(0,15)%	6,07(0,095)%	16,95% (2,48)	2
4	11,81(0,53)%	8,89(1,56)%	20,71% (1,43)	5

Tableau 7 : Taux de porosité des différents matériaux.

Enfin, l'endommagement matriciel présent à l'état initial après élaboration, a été caractérisé à partir d'examen de la surface des échantillons en microscopie optique. Les densités de fissures ont été calculées en divisant le nombre de fissures identifiées par l'aire de la surface examinée. Cependant, la mesure de densité de fissures à partir de vues 2D dans un matériau 2,5D présente de nombreuses difficultés expérimentales. Ainsi, il faut considérer que les valeurs de densités surfaciques de fissures présentées fournissent des ordres de grandeur. Les densités surfaciques des modes d'endommagement initiaux, à savoir



la fissuration intra-fil et inter-fils, sont respectivement égales à  $9\pm 3$  et  $3\pm 1$  fissures.mm<sup>-2</sup>. Par la suite, ces modes d'endommagement seront désignés par les dénominations "mode a" et "mode b" respectivement.

### 2.2.2. Caractérisation du pyrocarbone

Des observations au microscope optique ont été effectuées avec un grossissement de 500 sur des échantillons de matériau non testé.

L'examen en lumière polarisée du pyrocarbone permet d'évaluer son degré d'anisotropie (ou activité optique). Les angles d'extinction obtenus sont compris entre 18° et 21°, ce qui révèle la présence d'un pyrocarbone laminaire rugueux (figure 1-27).

De plus, sur le matériau 1, trois couches extérieures de germination sont observées (figure 1-27). On retrouve les quatre couches provenant des quatre infiltrations de pyrocarbone. Sur les autres matériaux, les cônes de germination sont beaucoup moins marqués (figures 1-28, 1-29, 1-30).

L'observation en fond clair de ces matériaux montre l'existence d'une couche extérieure de pyrocarbone plus claire sur les matériaux 1 et 3. Il s'agit de la dernière infiltration de PyC qui n'a pas subi de THT.

Enfin, l'épaisseur de PyC totale a été mesurée, et est indiquée dans le tableau 8. Les matériaux 2 et 4 n'ayant pas subi de dernière infiltration de PyC ont une épaisseur plus faible.

Matériau	Epaisseur de pyrocarbone (mm)
Matériau 1	0,02
Matériau 2	0,016
Matériau 3	0,02
Matériau 4	0,015

Tableau 8 : Epaisseur de pyrocarbone.

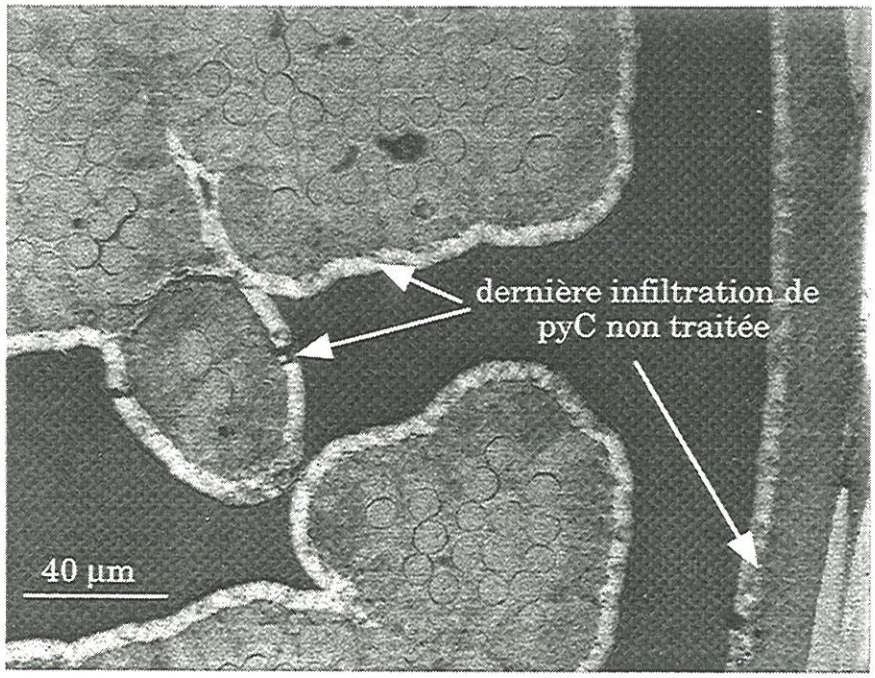
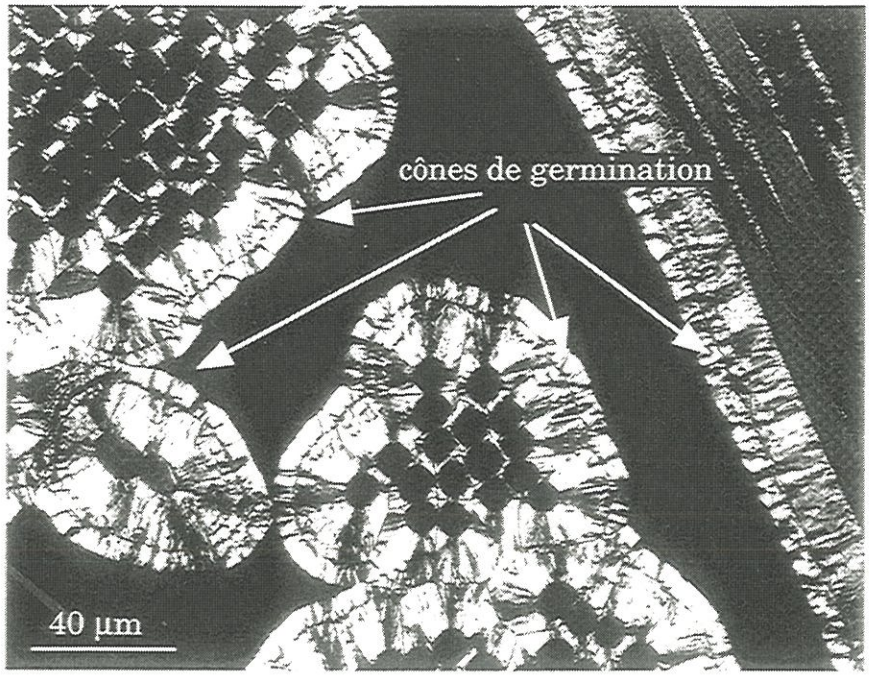


Figure 1-27 : Matériau 1 à l'état initial en lumière polarisée et en fond clair



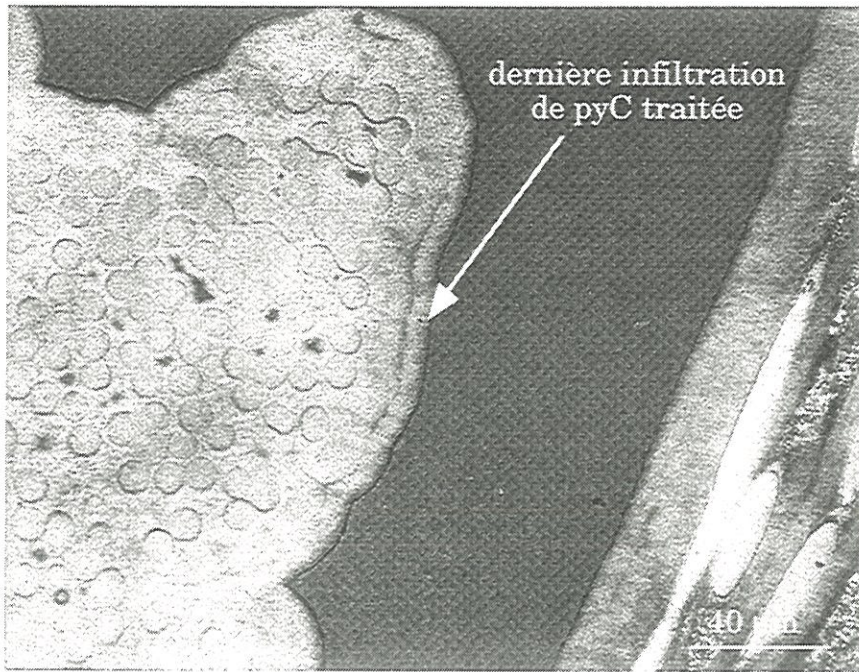


Figure 1-28 : Matériau 2 à l'état initial en fond clair

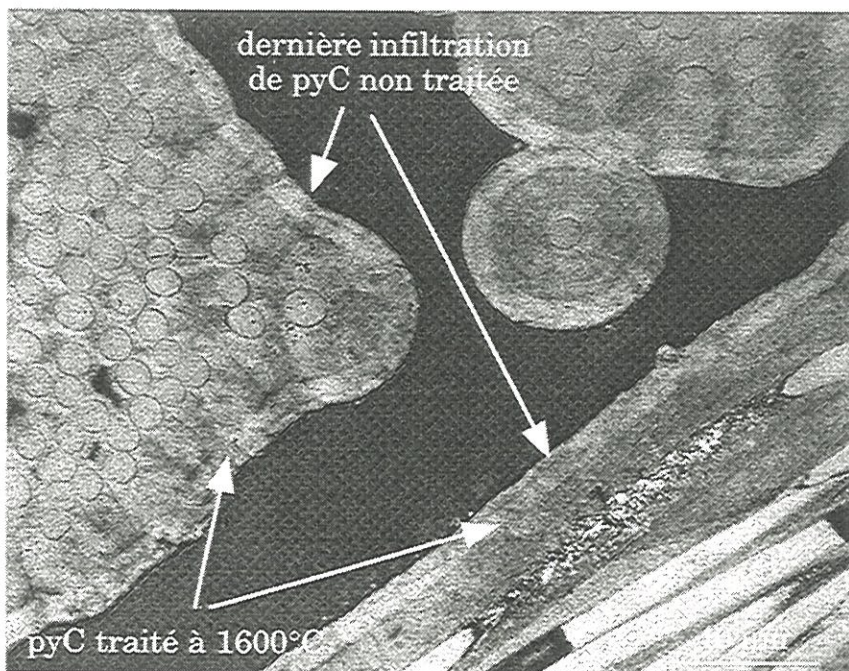


Figure 1-29 : Matériau 3 à l'état initial en fond clair



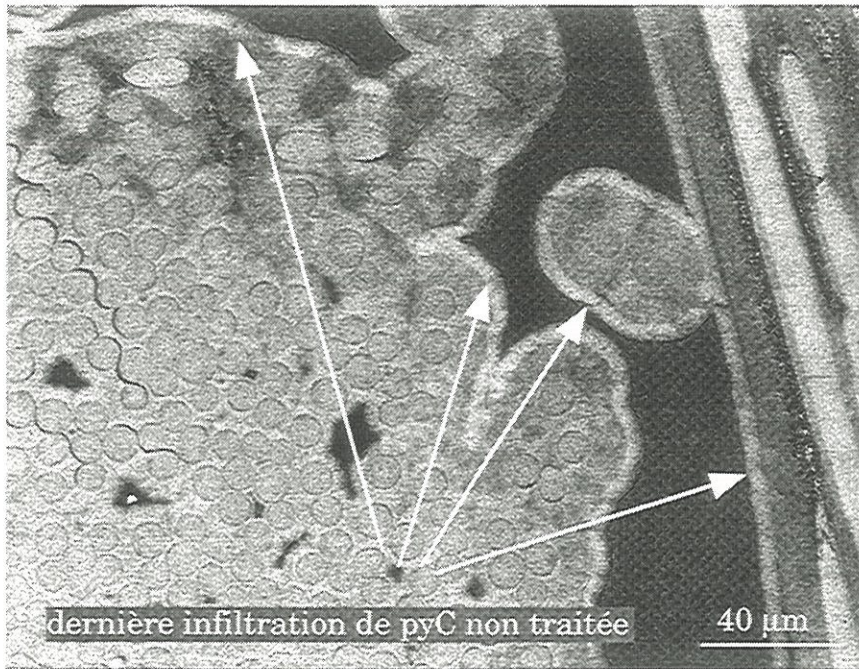


Figure 1-30 : Matériau 4 à l'état initial en fond clair



Une analyse en diffraction des rayons X a permis d'évaluer le degré de graphitisation du matériau et son état de contrainte résiduelle. D'après Rellick [RELLICK, 1993], dont les travaux ont porté sur des C/C composés de fibres ex-PAN et de matrice CVD, les informations obtenues par diffraction des rayons X sur ce type de matériau reflètent principalement les caractéristiques de la matrice. D'autre part, la présence de la dernière couche de matrice n'ayant pas subi de THT ne modifie pas la distance  $d_{(002)}$  du composite. Des mesures de distances interréticulaires  $d_{(004)}$  ont été effectuées sur un morceau de matériau massif puis sur un échantillon broyé. En effet, la distance interréticulaire du matériau varie en fonction de deux paramètres : l'état de graphitisation et l'état de contrainte résiduelle du matériau. Les résultats obtenus sont indiqués sur la figure 1-31. La différence entre les deux valeurs est imputable aux contraintes résiduelles du matériau. La distance interréticulaire  $d_{(004)}$  du graphite est de 0,1675 nm. Ces matériaux sont donc légèrement graphités.

Il est à noter que les distances  $d_{(002)}$  pour les échantillons massifs de composites 1 et 2 sont les mêmes. Cela rejoint les résultats obtenus par Rellick qui explique que la dernière infiltration de PyC n'ayant pas subi de THT ne modifie pas la distance  $d_{(002)}$  du composite.

### 2.2.3. Caractérisation des liaisons fibre-matrice

La liaison entre la fibre et la matrice dépend des températures de THT et du nombre de cycle d'infiltration que le matériau a subi. Une observation au microscope optique à un grossissement de 500 permet d'estimer l'état de ces liaisons.



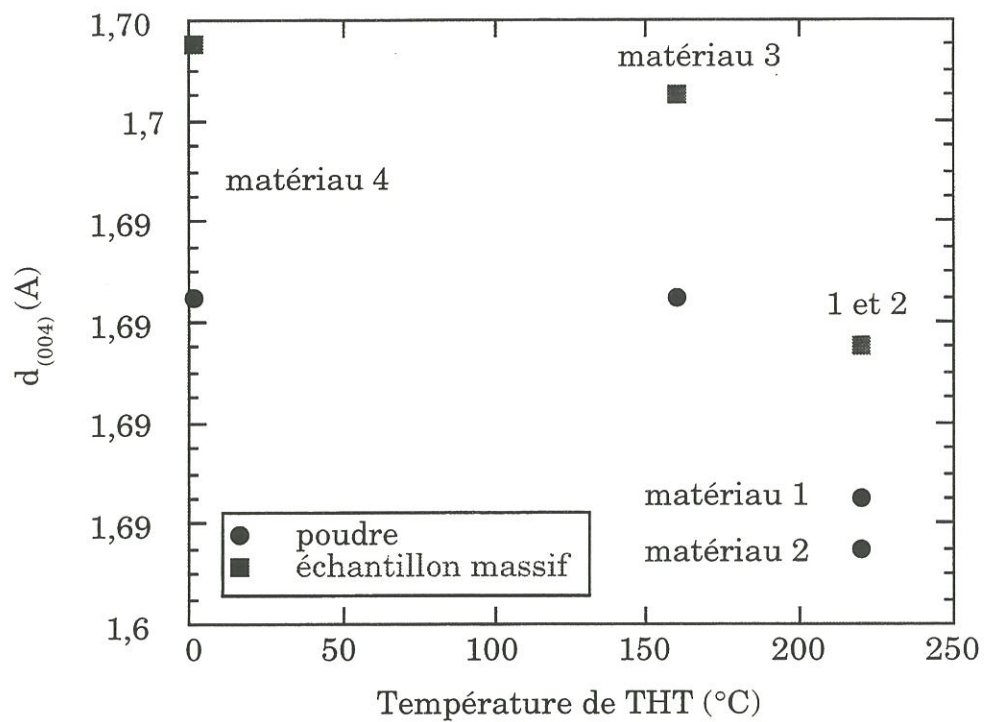


Figure 1-31 : Evolution de la distance interréticulaire  $d(004)$  en fonction de la température du second THT

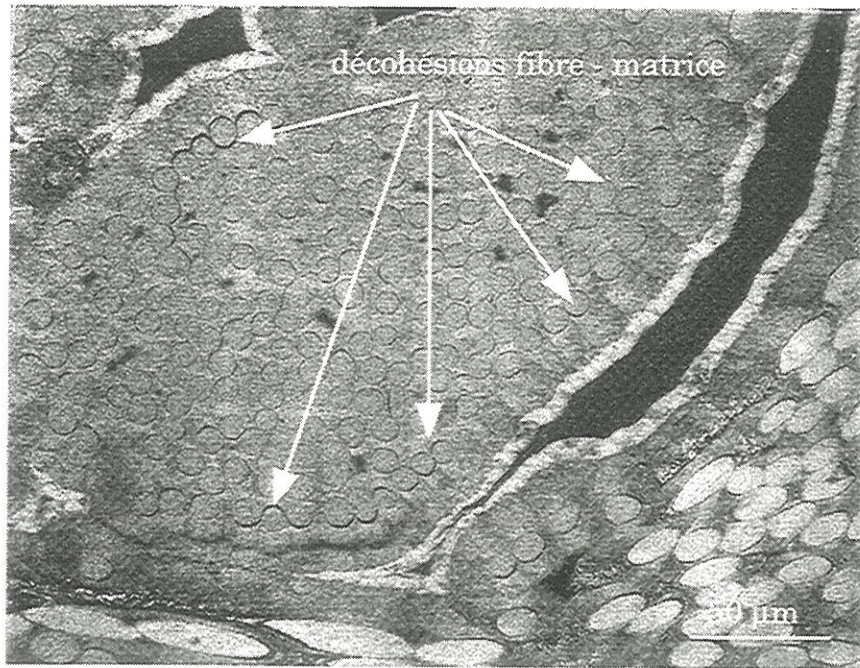


Figure 1-32 : Liaison fibre-matrice à l'état initial sur le matériau 1

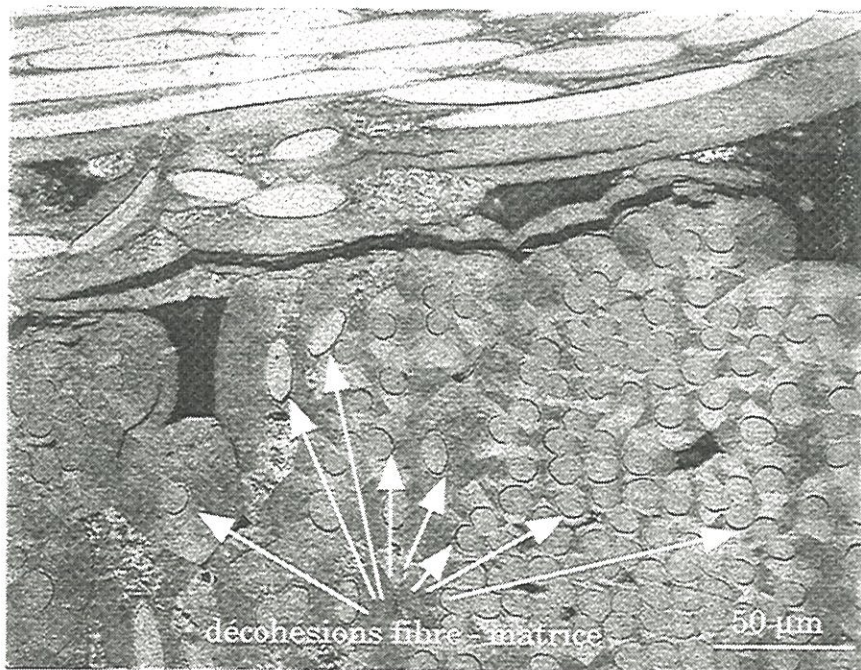


Figure 1-33 : Liaison fibre-matrice à l'état initial sur le matériau 2



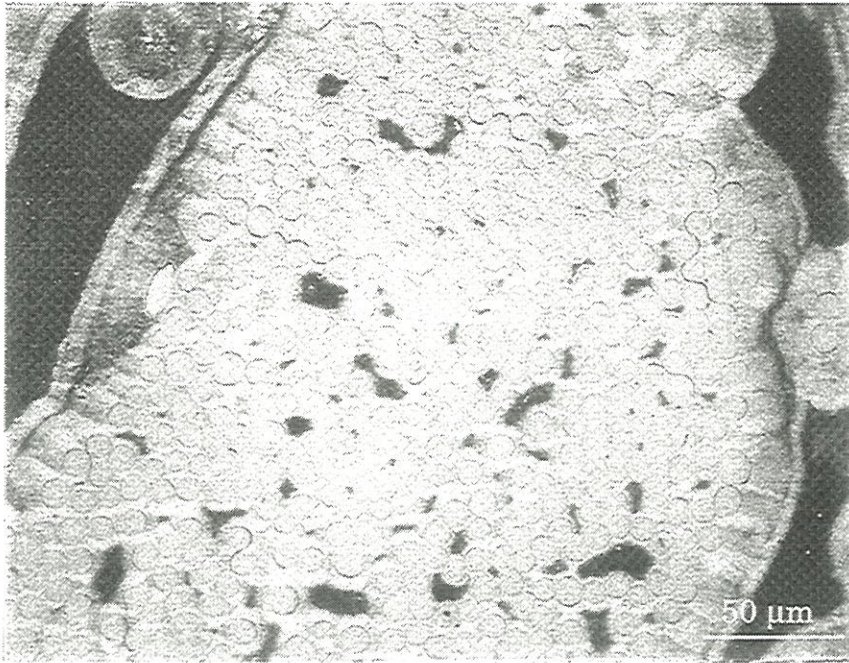


Figure 1-34 : Liaison fibre-matrice à l'état initial sur le matériau 3

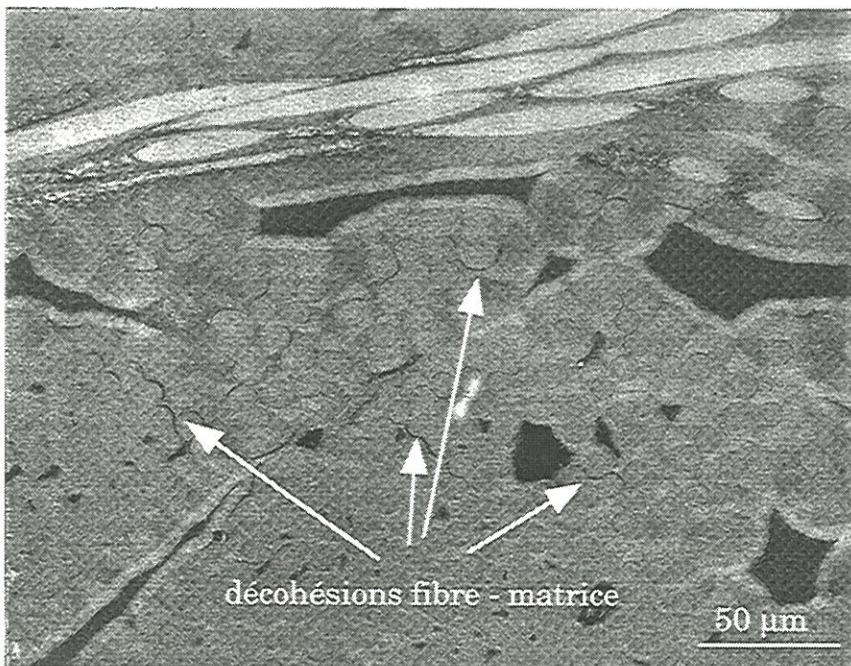


Figure 1-35 : Liaison fibre-matrice à l'état initial sur le matériau 4



Le matériau 1 est très peu fissuré. Quelques déliaisons très fines sont cependant observées (figure 1-32). Le matériau 2 présente un peu plus de déliaisons (figure 1-33). Les liaisons fibre-matrice du matériau 3 ne paraissent pas dégradées (figure 1-34). Quant au matériau 4, la liaison fibre-matrice semble équivalente à celle du matériau 1 (figure 1-35).

Globalement, il ressort de ces observations, que le matériau 3 possède des liaisons fibre-matrice pratiquement intactes. L'état des liaisons fibre-matrice des matériaux 1 et 4 est équivalent et très peu dégradé. Par contre, le matériau 2 semble avoir été légèrement plus abîmé que les trois autres.

La texture et l'endommagement initial des différents matériaux de cette étude ont donc été décrits et caractérisés. Le chapitre suivant est consacré à l'étude des propriétés mécaniques des fibres et des fils bruts de carbone à température ambiante puis à haute température.

### Références bibliographiques

**[ADAMS, 1976]**

ADAMS, D.F., "Micro-Analysis of the Behavior of a Three-Dimensionally-Reinforced Carbon-Carbon Composite Material" *Material Science and Engineering*, Vol. 23, p 55 - 58, 1976.

**[ALFUTOV, 1992]**

ALFUTOV, N.A., ZINOV'EV, P.A., SEL'YANIN, O.S., "An Experimental Study of Carbon / Carbon Composites" *Composites Science and Technology*, Vol. 45, p 189 - 200, 1992.

**[AWERBUCH, 1988]**

AWERBUCH, J., "On the Identification of Failure Mechanisms in Composite Laminates through Acoustic Emission" *Acoustic Emission*, Edité par J. Eisenblatter, p 47-58, 1988.

**[BACON, 1965]**

BACON, R., SMITH, W.A., "Tensile Behaviour of Carbonised Rayon Filaments at Elevated Temperatures" *Second Conference on Industrial Carbon and Graphite*, p 203 - 213, 1965.

**[BERTHELOT, 1992]**

BERTHELOT, J.M., "Matériaux Composites - Comportement Mécanique et Analyse des Structures" Ed. Masson, p 55-82, 1992.

**[BLOCK, 1988]**

BLOCK, J., "Acoustic Emission Analysis on Fiber-Reinforced Composite Structures" Acoustic Emission ,édité par J. Eisenblatter, p 69-76, 1988.

**[BOBET, 1993]**

BOBET, J.L., "Sur l'Emploi de MoSi<sub>2</sub> comme Interphase dans les Matériaux Composites à Matrice SiC Elaborés par CVD/CVI" Thèse de l'Université de Bordeaux 1, n° 987, 1993.

**[BOBET, 1995]**

BOBET, J.L., LAMON, J., "Thermal Residual Stresses in Ceramic Matrix Composites - I. Axisymmetrical Model and Finite Element Analysis" Acta Metall. Mater., Vol. 43, p 2241-2253, 1995.

**[BUNSELL, 1992]**

BUNSELL, A.R., SOMER, A., "The Tensile and Fatigue Behaviour of Carbon Fibres" Plastics, Rubber and Composites processing and Applications, Vol. 18, p 263 - 267, 1992.

**[CHEN, 1991]**

CHEN, O., KARANDIKAR, N., TAKERA, N., KISHI, T., TREDWAY, W., PREWO, K., "Acoustic Emission Characterisation of the Fracture Mechanisms of Glass-Matrix Composite" Ceramic Engineering Science Processing, p 1586 - 1598, 1991.

**[CORNES, 1989]**

CORNES, P., "Composites Thermostructuraux : Approche de l'Endommagement Mécanique" Rapport interne, SEP Saint Médard, 1989.

**[CUNNINGHAM, 1993]**

CUNNINGHAM, D., THOMAS, C.R., "Essentiels of Carbon-Carbon composites chapter 5 : Multidirectional Reinforced Carbon-Carbon" Royal Society of Chemistry, p 118-142, 1993.

**[DOUX, 1989]**

DOUX, F., "Les carbones éclairés en lumière polarisée" Communication interne S.E.P., 1989.

**[DRESSELHAUS, 1988]**

DRESSELHAUS, M.S., DRESSELHAUS, G., SUGIHARA, K., SPAIN, I.L., GOLDBERG, H.A., "Graphite Fibers and Filaments" Edited by Manuel Cardona, 1988.

**[FALK, 1993]**

FALK, D.C., YURGARTIS, S.W., "Quantification of fiber-matrix cracking in C/C composites" Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p 134-135, 1993a.

**[FAVRE, 1989]**

FAVRE, J.P., LAIZET, J.C., "Amplitude and Counts Per Event Analysis of the Acoustic Emission Generated by the Transverse Cracking of Cross-ply CRFP" *Composites Science and Technology*, Vol. 36, p 27-43, 1989.

**[FELDMAN, 1983]**

FELDMAN, L.A., "Creep of Carbon Yarns and Composites at High Temperature" p 499 - 500, 1983.

**[FENN, 1988]**

FENN, R.H., JONES, A.M., "Measurement of Residual Stress in Carbon Fibre Composite Materials Using X-Ray Diffraction" *International Conference on Residual Stresses ICRS2*, Edited by G. Beck, S. Denis and A. Simon., p 160-165, 1988.

**[FITZER, 1988]**

FITZER, E., HEINE, M., "Carbon Fibre Manufacture and Surface Treatment" *Composite Materials Series, Fiber Reinforcement for Composite Materials*, Ed. A. R. Bunsell, Elsevier, Amsterdam, p 73-148, 1988.

**[FUWA, 1976]**

FUWA, M., BUNSELL, A.R., HARRIS, B., "An Evaluation of Acoustic Emission Technique Applied to Carbon-Fibre Composites" *Journal of Applied Physics*, Vol. 9, p 353-364, 1976.

**[HOJO, 1996]**

HOJO, M., OCHIAI, S., JOYAMA, N., TAKAHASHI, J., "Fracture Mechanism of Cross-ply Carbon/Carbon Composites" *Advanced Composites Materials*, Vol. 5, p 99-117, 1996.

**[JORTNER, 1992]**

JORTNER, J., "Microstructure of Cloth-Reinforced Carbon-Carbon Laminates" *Carbon*, Vol. 30, p 153-163, 1992.

**[JORTNER, 1993]**

JORTNER, J., "On the Effect of Crimp Angle on Tensile Strength of Plain-Weave Carbon-Carbon Laminates." *21st Biennial Conference on Carbon*, American Carbon Society, p 72-73, 1993.

**[KABASHIMA, 1995]**

KABASHIMA, S., TAKADA, Y., "Mechanical Property of Carbon / Carbon Rod" *Composite'95 : Recent Advances in Japan and the United States*, p 183 - 190, 1995.

**[KERBOUL, 1992]**

KERBOUL, G., "Etude de l'Endommagement des Produits Céramiques Crus par Emission Acoustique" *Thèse de doctorat : INSA de Lyon, n°ISAL 103*, 1992.



**[KIUCHI, 1995]**

KIUCHI, N., KUDE, Y., SOHDA, Y., IDO, Y., TAKASHIMA, H., "The Strength and Creep Behavior of Pitch Based C/C Composites at Elevated Temperatures" Composite'95 : Recent Advances in Japan and the United States, p 175 - 182, 1995.

**[KRUCINSKA, 1991]**

KRUCINSKA, I., "Evaluation of the Intrinsic Mechanical Properties of Carbon Fibres" Composites Science and Technology, Vol. 41, p 287 - 301, 1991.

**[LEGENDRE, 1992]**

LEGENDRE, A., "Le Matériau Carbone" Eyrolles, p 198, 1992.

**[LI, 1993]**

LI, C., NORDLUND, E., "Effects of Couplants on Acoustic Transmission" Rock Mechanics and Rock Engineering, Vol. 26, p 63-69, 1993.

**[LIANGJIE, 1993]**

LIANGJIE, Z., DONGJUAN, L., DONGHUA, J., "Tensile and Compressed Fracture Strain of 3D C/C Composite in High Temperature" Conférence de Buffalo, p 142 - 143, 1993.

**[LM3, 1996]**

LM3, M-X., "Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X" Formation continue, 1996.

**[LORRIOT, 1996]**

LORRIOT, T., "Procédure d'Exploitation d'un Essai de Choc. Application à l'Étude de la Rupture Dynamique d'un Matériau 2D C/C" Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux I, n°1647, 1996.

**[LUO, 1995]**

LUO, J.J., WOOH, S.C., DANIEL, I.M., "Acoustic Emission Study of Failure Mechanisms in Ceramic Matrix Composite under Longitudinal Tensile Loading" Journal of Composite Materials, Vol. 29, p 1946-1961, 1995.

**[MANOCHA, 1988a]**

MANOCHA, L., KIMURA, S., "Effect of Carbon Fiber Surface-Treatment on Mechanical Properties of C/C Composites" Carbon, Vol. 26, p 333 - 337, 1988a.

**[MANOCHA, 1988b]**

MANOCHA, L.M., BAHL, O.P., "Influence of Carbon Fiber Type and Weave Pattern on the Development of 2D Carbon-Carbon Composites" Carbon, Vol. 26, p 13-21, 1988b.

**[NEUMEISTER, 1996]**

NEUMEISTER, J., JANSON, S., LECKIE, F., "The Effect of Fiber Architecture on the Mechanical Properties of Carbon / Carbon Fiber Composites" Acta Materials, Vol. 44, p 573-585, 1996.

**[OH, 1988]**

OH, S.M., LEE, J.Y., "Effect of Matrix Structure on Mechanical Properties of Carbon / Carbon Composites" Carbon, Vol. 26, p 769 - 776, 1988.

**[ONO, 1987]**

ONO, K., OHTSU, M., JENSEN, S., "Identification of Damages in Unidirectional Carbon Fiber-Epoxy Composites with Artificial Flaws via Acoustic Emission Techniques" Sixth International Conference on Composite Materials and Second European Conference on Composite Materials, Vol. 1, p 1471-1480, 1987.

**[PEEBLES, 1988]**

PEEBLES, L.H., MEYER, R.A., JORTNER, J., "Interfaces in Carbon-Carbon Composites" Interfaces in Polymer, Ceramic, and Metal Matrix Composites, Edited by Hatsuo Ishida, p 1 - 16, 1988.

**[PERRY, 1976]**

PERRY, J.L., ADAMS, D.F., "Mechanical Tests of a Three - Dimensionally - Reinforced Carbon - Carbon Composite Material" Carbon, Vol. 14, p 61 - 70, 1976a.

**[POLLOCK, 1990]**

POLLOCK, P.B., "Tensile Failure in 2-D Carbon-Carbon Composites" Carbon, Vol. 28, p 717-732, 1990.

**[PONSOT, 1986]**

PONSOT, B., VALENTIN, D., "Analyse Qualitative de l'Endommagement de Structure Composites par Emission Acoustique" Cinquièmes Journées Nationales sur les Composites, p 537-550, 1986.

**[QUENISSET, 1988]**

QUENISSET, J.M., "Mécanismes d'Endommagement des Matériaux Composites" 23ème colloque G.F.R., "Endommagement et Rhéologie des Solides", Bordeaux, 1988.

**[RAPPENEAU, 1965]**

RAPPENEAU, J., TOMBREL, F., "Propriétés Physiques des Pyrocarbones" Les Carbones, GFEC, tome 2, Edition Masson, p 877-912, 1965.

**[RELLICK, 1993]**

RELLICK, G.S., CULL, A.D., "Effects of Heat Treatment on Mechanical and Thermal Properties of CVD Densified Novolteq Carbon/Carbon Composites" Aerospace Report n° TOR-92 (2647)-1, 1993.

**[REYNAUD, 1992]**

REYNAUD, P., "Etude du comportement en fatigue des matériaux composites à matrice céramique suivi par émission acoustique" Thèse de doctorat : INSA de Lyon, n°ISAL 92, 1992.

**[RHAZI, 1987]**

RHAZI, J.E., "Contribution à l'Analyse par Emission Acoustique des Mécanismes d'Endommagement dans les Matériaux Composites" Thèse de doctorat : Université du Maine, 1987.

**[ROBINSON, 1981]**

ROBINSON, C.T., FRANCIS, P.H., "Damage Initiation in e three dimensional Carbon-Carbon Composite Material" Fatigue of fibrous composite material, A.S.T.M. (S.T.P. 723), p 85-100, 1981.

**[ROUBY, 1988]**

ROUBY, D., "Application de l'Emission Acoustique à la Caractérisation Micromécanique de l'Interface Fibre-Matrice" Sixièmes Journées Nationales sur les Composites, p 183-194, 1988.

**[SATO, 1989]**

SATO, S., KURUMADA, A., "Tensile Properties and Fracture Toughness of Carbon-Fiber Felt Reinforced Carbon Composites at High Temperature" Carbon, Vol. 27, p 791-801, 1989.

**[SATO, 1992]**

SATO, N., KURAUCHI, T., "Effect of Fiber Sizing on Composite Interfacial Deformation Studied by Thermo-acoustic Emission Measurement" Journal of Materials Science Letters, Vol. 11, p 362-364, 1992.

**[SCARDINO, 1989]**

SCARDINO, F., "An Introduction to Textile Structures and their Behavior" "Textile Structural Composites", CHOU T. W., KO F. K., Ed. Elsevier, 1989.

**[SCHMUTZLER, 1993]**

SCHMUTZLER, H.J., GRABKE, H.J., "Application of an Acoustic-Emission Technique to the High-Temperature Oxidation of Fe-Cr-Al Alloys" Oxidation of Metals, Vol. 39, p 15-29, 1993.

**[SEP, 1992]**

SEP, "Rapport Interne", 1992.

**[SEP, 1994]**

SEP, "Rapport Interne", 1994.

**[SHIPPENS, 1985]**

SHIPPENS, N.C., ADAMS, D.F., "Acoustic Emission Monitoring of Damage Progression in Graphite-Epoxy Laminates" Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 4, p 242 - 261, 1985.

**[SINES, 1989]**

SINES, G., YANG, Z., VICKERS, B.D., "Effect of the Matrix Bonding on the Creep Behavior of a Unidirectional Carbon-Carbon Composite" Journal of American Ceramic Society, p 54-59, 1989.

**[SIRON, 1996]**

SIRON, O., "Approche Micro-Macro du Comportement Mécanique et de la Rupture d'un Composite Carbone/Carbone à architecture fibreuse multidirectionnelle" Thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux I, n°1498, 1996.

**[SOHN, 1988]**

SOHN, K.Y., OH, S.M., LEE, J.Y., "Failure Behavior of Carbon / Carbon Composites Prepared by Chemical Vapor Deposition" Carbon, Vol. 26, p 157 - 162, 1988.

**[STONE, 1977]**

STONE, D.E.W., DINGWALL, P.F., "Acoustic Emission Parameters and their Interpretation" NDT International, Vol. 10, p 51-62, 1977.

**[SUZUKI, 1987]**

SUZUKI, M., NAKANISHI, H., IWAMOTO, M., JINEN, E., MAEKAWA, Z., MORI, A., SUN, F., "A Study on Fracture Mechanisms of CFRP by Acoustic Emission" Sixth International Conference on Composite Materials and Second European Conference on Composite Materials, Vol. 1, p 1385-1394, 1987.

**[TAKAHASHI, 1995]**

TAKAHASHI, J., KEMMOCHI, K., WATANABE, J., FUKUDA, H., HAYASHI, R., "Development of Ultra - High Temperature Testing Equipment and Some Material Properties of Advanced Carbon : Carbon Composites" Advanced Composite Material, Vol. 5, p 73 - 86, 1995.

**[TAKEDA, 1991]**

TAKEDA, N., CHEN, O., KISHI, T., TREDWAY, W., PREWO, K., "Acoustic Emission Characterisation of the Fracture Mechanism of a High Compliant, Glass - Matrix Composite" Engineering Fracture Mechanics, Vol. 40, p 791 - 799, 1991.

**[TALLARON, 1996]**

TALLARON, C., "Comportement Thermomécanique en Présence ou Non d'une Entaille sous Régime Statique et Dynamique d'un Composite Multidirectionnel C/C" Thèse de l'INSA Lyon n°96ISAL, 1996.

**[TOHYAMA, 1996]**

TOHYAMA, N., KIM, B.N., KISHI, T., "Compressive Strength and Failure Mechanisms of Laminated C/C Composites by using Acoustic Emission Method" Materials Transactions, Vol. 37, p 1156-1160, 1996.

**[TRINQUECOSTE, 1996]**

TRINQUECOSTE, M., CARLIER, J.L., DERRE, A., DELHAES, P., CHADEYRON, P., "High Temperature Thermal and Mechanical Properties of High Tensile Carbon Single Filament" Carbon, Vol. 34, p 923-929, 1996.

**[TROUVAT, 1996]**

TROUVAT, B., "Analyse et Optimisation des Interfaces dans les Composites Carbone / Carbone à Renfort Fibreux" Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux I, n° 1635, 1996.

**[VAIDYA, 1996]**

VAIDYA, U.K., RAJU, P.K., "Identification of Failure Modes of Carbon-Carbon Composites at Various Processing Stages Using the Acoustic Emission Technique" Journal of Vibration and Acoustics, Vol. 118, p 446-453, 1996.

**[WARWICK, 1991]**

WARWICK, C.M., CLYNE, T.W., "Development of Composite Coaxial Cylinder Stress Analysis Model and its Application to Sic Monofilament Systems" Journal of Materials Science, Vol. 26, p 3817 - 3827, 1991.

**[YASUDA, 1987]**

YASUDA, E., TANABE, Y., MACHINO, H., TAKAKU, A., "Thermal expansion behaviour of Various Type of Carbon Fibers up to 1000°C" 18th Biennial Conference of Carbon, p 30 - 31, 1987.

**[YASUDA, 1991]**

YASUDA, E., TANIGUCHI, K., TANABE, Y., CHIKUGO, R., "The Effect of Bridging on the Strength of a Unidirectional Carbon/Carbon Composite in Off-Axis Tests" Composites, Sciences and Technology, Vol. 41, p 55-61, 1991.

**[YURGARTIS, 1993]**

YURGARTIS, S.W., MCGIBBON, B.S., WALLSH, J., MOOSBRUGGER, J.C., "Evolution of damage during Tensile and Shear Loading of Carbon-Carbon Composites" Conference extended abstracts, 21st biennial conference on carbon, American Carbon Society, Buffalo, p 36-37, 1993.

**[ZALDIVAR, 1993]**

ZALDIVAR, R.J., RELICK, G.S., YANG, J.M., "Microstructural Observations on the Failure Mode of Unidirectional Carbon/Carbon Composites" 21st Biennial Conference on Carbon, American Carbon Society, p 52-53, 1993.

*CHAPITRE 2*

*COMPORTEMENT MÉCANIQUE DE FIBRES ET DE FILS DE  
CARBONE JUSQU'À 2000°C*



## CHAPITRE 2

### Comportement mécanique de fibres et de fils de carbone jusqu'à 2000°C

<b>1. Introduction.....</b>	<b>44</b>
<b>2. Procédure expérimentale.....</b>	<b>45</b>
2.1. <u>Méthodologie d'essai</u> .....	45
2.1.1. <i>Essais de micro traction sur monofilaments</i> .....	45
2.1.2. <i>Essais de traction sur fils bruts</i> .....	46
2.2. <u>Exploitation des résultats</u> .....	47
2.2.1. <i>Essais sur monofilaments</i> .....	47
2.2.2. <i>Essais sur fils bruts</i> .....	48
<b>3. Résultats expérimentaux.....</b>	<b>50</b>
3.1. <u>Essais sur fils bruts en fonction de la température</u> <u>d'essai</u> .....	50
3.2. <u>Comparaison fibres-fils à température ambiante</u> .....	54
3.3. <u>Extension à haute température</u> .....	57
<b>4. Discussion .....</b>	<b>58</b>
4.1. <u>Influence du traitement thermique sur le comportement</u> <u>en traction des fibres de carbone</u> .....	58
4.2. <u>Influence de la température sur le comportement en</u> <u>traction des fibres de carbone</u> .....	59
4.3. <u>Difficultés expérimentales des essais sur fils bruts</u> .....	60
<b>5. Conclusion.....</b>	<b>61</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>63</b>





## 1. Introduction

Ce chapitre examine l'influence de la température sur les propriétés mécaniques en traction des fibres de carbone utilisées dans les matériaux composites C/C étudiés ici.

Des essais de traction sur des fibres ont été réalisés à température ambiante dans un premier temps. Compte tenu des difficultés posées par ces essais à haute température, des fils bruts ont été utilisés pour mesurer les propriétés des fibres à haute température. Les avantages des essais sur fils sont nombreux : tout d'abord, les essais sur fils bruts utilisent la même machine quelle que soit la température. De plus, les fils bruts sont plus faciles à manipuler que les fibres, dont le diamètre est faible (environ 7  $\mu\text{m}$ ). Enfin, le nombre d'essais nécessaires pour obtenir les caractéristiques mécaniques, notamment la distribution statistique de la contrainte à rupture des fibres est plus faible dans le cas des essais sur fils bruts (un échantillon) que dans le cas des essais sur fibres (une trentaine d'échantillons). En effet, un essai sur fil brut permet de déterminer la distribution complète de la contrainte à rupture des fibres [LISSART, 1994a] [Projet de norme]. Par contre, si on fait des essais directement sur fibres, une trentaine d'échantillons est nécessaire.

Pour cette étude, nous avons retenu deux types de fibres de carbone : ex-PAN, proches des fibres T300, et proches des fibres utilisées pour la préforme des composites étudiés par la suite. Elles sont obtenues à partir du même précurseur. Les impuretés présentes avant carbonisation (traces de sodium, 4 à 5 % d'azote) disparaissent pratiquement entièrement après carbonisation. La différence provient du traitement thermique qu'elles ont subi. Elles ont été traitées à 1600°C (THT 1600) pendant deux heures et demie, ou à 2200°C (THT 2200).

Dans un premier temps, la procédure expérimentale est exposée, la méthodologie des essais est présentée, ainsi que l'exploitation statistique des essais sur fils bruts.

Ensuite, les résultats expérimentaux sont décrits, tout d'abord à température ambiante. Une comparaison entre les essais sur fibres et les essais sur fils bruts est réalisée. Puis les résultats à haute température sur fils bruts sont présentés. Le passage aux caractéristiques des fibres est effectué.

Enfin, une discussion est menée sur l'influence de la température de THT sur le comportement des fibres et des fils bruts à température ambiante, sur l'influence de la température d'essai sur le comportement des fils bruts de fibre de carbone puis sur les difficultés rencontrées lors de ces essais.

## **2. Procédure expérimentale**

Le plan d'essais est résumé dans le tableau 1.

### 2.1. Méthodologie d'essai

#### *2.1.1. Essais de traction sur monofilaments*

Pour les essais de traction monotone sur monofilaments, une machine de traction appliquant une vitesse de déformation constante (1%/min) a été utilisée. Cette machine est équipée d'une cellule de charge (0-2N), associée à une table traçante.

Les propriétés en tension sont mesurées pour des longueurs de jauge de 10 mm et 25 mm à l'aide de lots de 15 à 20 échantillons afin d'obtenir une distribution statistique. Les fibres, prélevées au hasard dans un fil, sont collées sur des cadres en papier. Une fois le cadre installé dans

les mors de la machine de traction, on coupe ses bords et l'essai est réalisé.

Fibres	Type d'essai	Température (°C)	Longueur de jauge (mm)	Nombre d'essais
<b>THT 1600</b>	monofilament	20	10	9
			25	16
	fils bruts	20	25	2
			100	7
		1100	25	2
			100	5
		1600	25	/
			100	6
<b>THT 2200</b>	monofilament	20	10	5
			25	14
	fils bruts	20	25	3
			100	5
		1100	25	3
			100	4
		1600	25	3
			100	2
		2000	25	3
			100	4

Tableau 1 : Plan d'essais de traction sur monofilaments et fils bruts

Le diamètre des fibres a été mesuré avant les essais par diffraction laser en utilisant l'approximation de Fraunhofer [LI, 1990]. La valeur moyenne obtenue est de  $6,2 \pm 0,3 \mu\text{m}$  pour les fibres THT 1600 et de  $6,6 \pm 0,5 \mu\text{m}$  pour les fibres THT 2200.

### 2.1.2. Essais de traction sur fils bruts

Les essais de traction monotone ont été réalisés sur des fils bruts de carbone. Ces fils sont disponibles sous la forme d'un câble de 160000 fibres de carbone. Or il n'est pas possible de tester des fils aussi

importants. Pour chaque essai, un fil est donc prélevé dans le câble. Chaque fil possède un nombre de fibres différents. La section moyenne de chaque échantillon a été déterminée par pesée en utilisant la densité des fibres de carbone ( $d = 1,9^{(1)}$  pour les fibres THT 2200 et  $d = 1,79^{(1)}$  pour les fibres THT 1600).

Les fils bruts ont été collés dans la gorge usinée dans une éprouvette de traction de composite C/C (figure 2-1). Une colle carbone été employée. Ce dispositif permet un bon alignement du fil. Les essais ont été réalisés à l'aide de la machine de traction utilisée pour les essais à haute température sous atmosphère inerte sur les composites C/C. Ainsi, le dispositif de serrage des éprouvettes de la machine de traction ne nécessite pas d'être modifié.

Les essais ont été réalisés soit à température ambiante, soit à haute température sous atmosphère neutre. La vitesse de déformation imposée est 0,5 mm/min. Deux longueurs de jauge, 25 mm et 100 mm, ont été sélectionnées. Un extensomètre placé sur l'éprouvette de C/C permet de mesurer la déformation du fil brut au cours de l'essai.

Le contrôle de la température est obtenu par un pyromètre qui vise l'éprouvette sur laquelle est fixé le fil brut. Le chauffage a lieu à 100°C/min à force nulle. Une stabilisation de 20 minutes est réalisée une fois la température d'essai atteinte.

## 2.2. Exploitation des résultats

### 2.2.1. *Essais sur monofilaments*

Les essais de traction sur fibres permettent de déterminer la contrainte à rupture de ces fibres. Les deux longueurs de jauge utilisées permettent d'évaluer la compliance machine ( $C_S = 0,257$  mm/N pour les

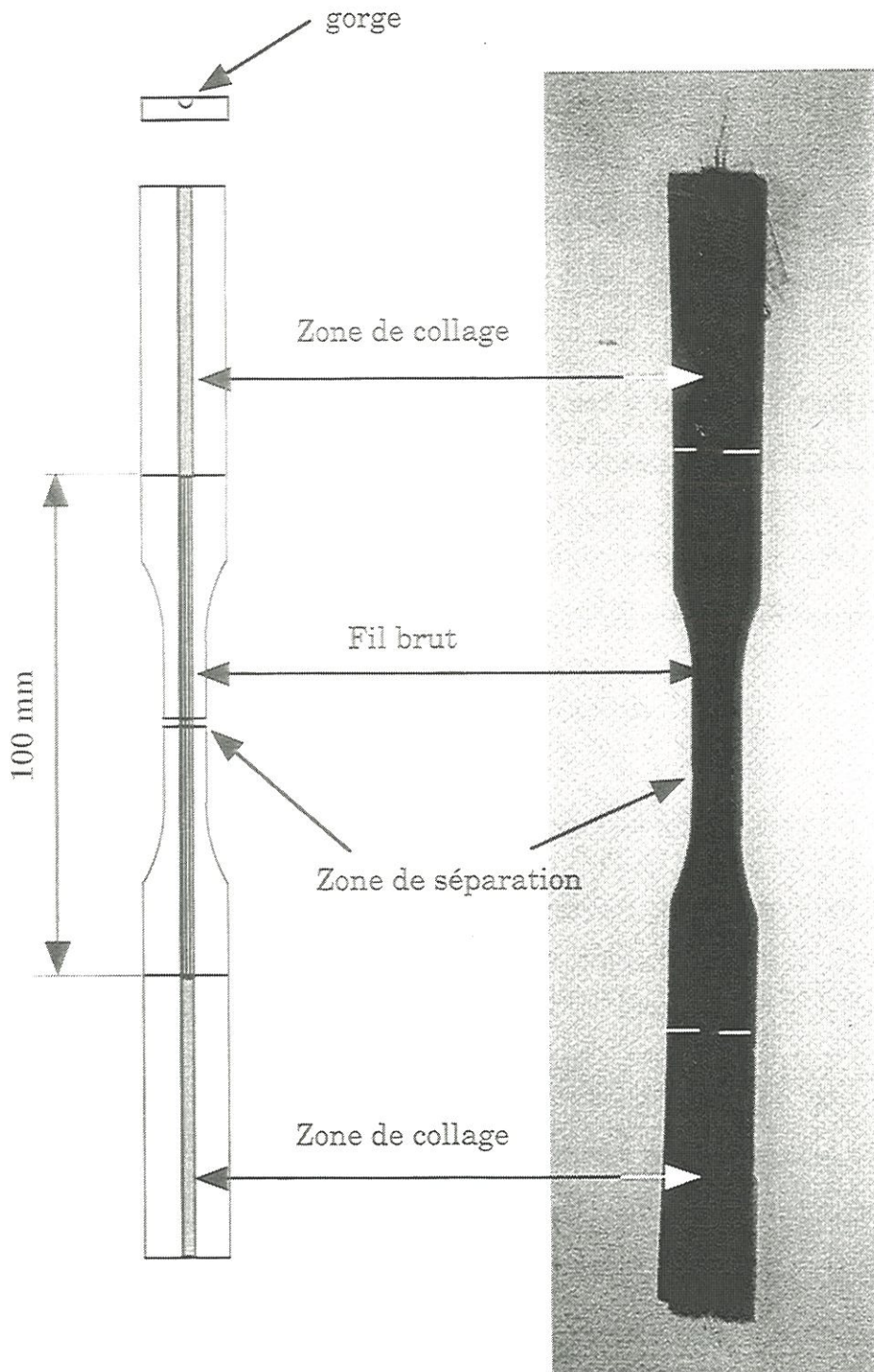


Figure 2-1 : Montage de traction sur fil brut pour une longueur de jauge de 100 mm

fibres THT 1600 et  $C_S = 0,19$  mm/N pour les fibres THT 2200), et donc de corriger les mesures de la déformation et d'obtenir leur module d'élasticité. Les contraintes à rupture mesurées étant classées par ordre croissant, la probabilité cumulée au rang  $i$  correspondante pour un lot de  $N$  échantillons est calculée grâce à l'estimateur suivant :

$$P_i = \frac{i-0,5}{N} \quad (1)$$

Ce dernier a été choisi car il fournit les paramètres statistiques les moins biaisés [KHALILI, 1991].

L'équation suivante de la statistique de Weibull donne la probabilité de rupture des fibres en fonction de la contrainte appliquée :

$$P = 1 - \exp \left[ -\frac{V_E}{V_0} \left( \frac{\sigma}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right] \quad (2)$$

avec  $P$  : probabilité de rupture  
 $V_E$  : volume de l'échantillon  
 $V_0$  : volume de référence (1 m<sup>3</sup>)  
 $\sigma$  : contrainte appliquée  
 $\sigma_{of}$  et  $m_f$  : paramètres statistiques relatifs à la population de défauts.

Les paramètres statistiques sont estimés par les coefficients de la droite de régression d'équation (3) obtenue par l'écriture sous forme logarithmique de l'équation (2). Le module de Weibull  $m_f$  correspond à la pente. L'ordonnée à l'origine permet de calculer  $\sigma_{of}$ , le facteur d'échelle :

$$\ln(-\ln(1-P)) = \ln \frac{V_E}{V_0} + m_f \ln \sigma - m_f \ln \sigma_{of} \quad (3)$$

### 2.2.2. Essais sur fils bruts

Comme nous le verrons plus loin, la courbe force-déformation obtenue pour les fils bruts est composée d'une partie linéaire suivie d'une partie non linéaire. La partie non linéaire initiale est due à la tension progressive de certains filaments. La partie linéaire permet d'estimer la

rigidité des fils ( $E_{\text{fil brut}}$ ). La différence observée avec le module d'Young des fibres ( $E_f$ ) résulte de la présence de fibres rompues avant l'essai. Le pourcentage de fibres rompues  $\gamma$  est donné par l'équation (4) :

$$\gamma = 1 - \frac{E_{\text{fil brut}}}{E_f} \quad (4)$$

L'évaluation de la contrainte supportée par les fils nécessite, au-delà de la limite de linéarité, la connaissance du pourcentage de ruptures individuelles de fibres en cours d'essai responsables de la non linéarité de la courbe force / déformation. L'effort est alors, dans l'hypothèse d'un partage global de la charge, uniquement supporté par les fibres non cassées. Le pourcentage de ruptures individuelles est donné par la différence entre le comportement linéaire du fil en l'absence de ruptures de fibres et le comportement non linéaire réel (figure 2-2).

Le pourcentage ( $\alpha$ ) des ruptures individuelles de fibres est déterminé expérimentalement à partir de la courbe de comportement du fil [LISSART, 1994a] [LISSART, 1994b]. La courbe charge-déformation d'un ensemble de fibres est linéaire en l'absence de ruptures de fibres avec une pente égale à leur rigidité. La chute de force  $\Delta F$  à une déformation imposée permet de calculer le pourcentage de fibres qui ont été rompues individuellement (figure 2-2).

$$\alpha = \frac{\Delta F}{F + \Delta F} \quad (5)$$

avec  $F$  : force appliquée

$\Delta F$  : différence entre la force que supporterait le fil en l'absence de ruptures individuelles et  $F$ .

En fait, le pourcentage de ruptures individuelles représente la probabilité de rupture d'une fibre donnée :

$$\alpha = \frac{N}{N_0} = P \quad (6)$$



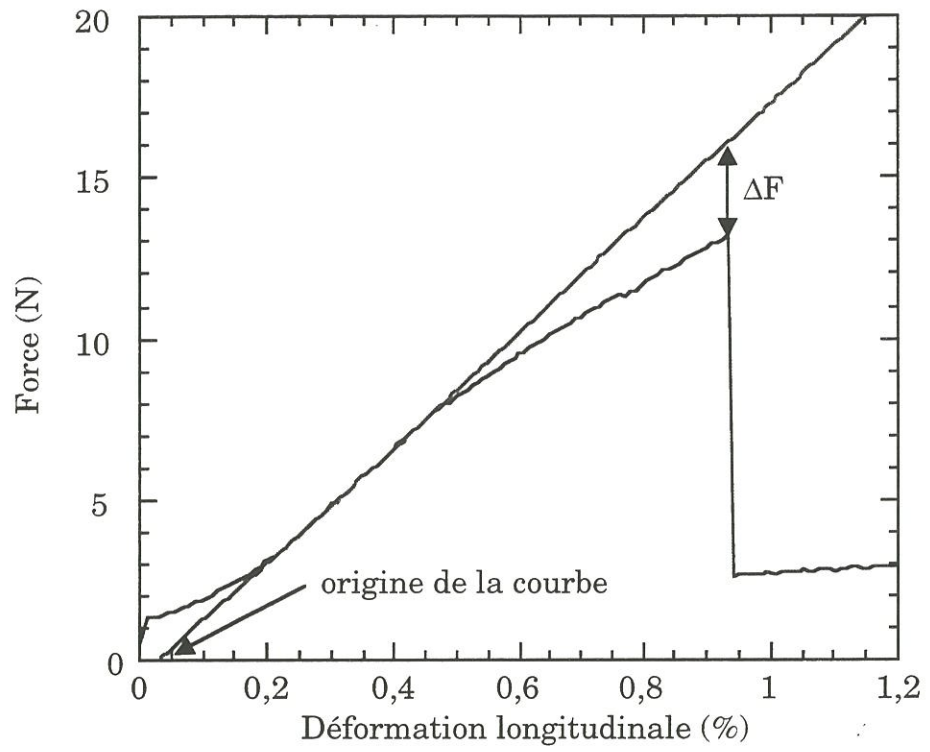


Figure 2-2 : Enregistrement d'une traction sur fil brut présentant une rupture non contrôlée

avec  $N$  : nombre de fibres rompues au cours de l'essai  
 $N_0$  : nombre de fibres saines en début d'essai  
 $P$  : probabilité de rupture de la  $N^{\text{ième}}$  fibre au sein du fil brut

La contrainte à rupture de la  $N^{\text{ième}}$  fibre est déduite de la charge appliquée  $F$  et du pourcentage de ruptures individuelles.

$$\sigma = \frac{F}{A(1-\alpha)} \quad (7)$$

avec  $A$  : section totale du fil

En présence de fibres rompues avant l'essai, la section à considérer devrait être corrigée par le pourcentage de fibres rompues. Or ce pourcentage ne peut être calculé qu'à température ambiante. Pour pouvoir comparer entre eux les résultats obtenus à toutes les températures d'essai, nous n'avons pas effectué cette correction.

La contrainte à rupture du fil  $\sigma_R$  correspond à la valeur critique  $\alpha_c$  du pourcentage de ruptures individuelles qui est calculé pour la force maximale atteinte au cours de l'essai  $F_{\max}$ .

Ainsi, la distribution des contraintes à rupture des fibres constituant le fil est donnée par le couple  $(\alpha, \sigma)$  [ZWAAG, 1989]. Cette distribution permet de déterminer la contrainte moyenne des fibres  $\sigma_{\text{moy}}$  à partir de la valeur de la contrainte à rupture pour  $P = 0,5$ , et les paramètres statistiques des fibres ( $m_f$  et  $\sigma_{of}$ ) dans la mesure où la rupture des fibres suit une loi de Weibull.

### 3. Résultats expérimentaux

#### 3.1. Essais sur fils bruts en fonction de la température d'essai

Les fils bruts présentent deux types de rupture quelle que soit la température d'essai : les ruptures non contrôlées (figure 2-2) ou les ruptures contrôlées (figure 2-3). Les courbes de comportement sont

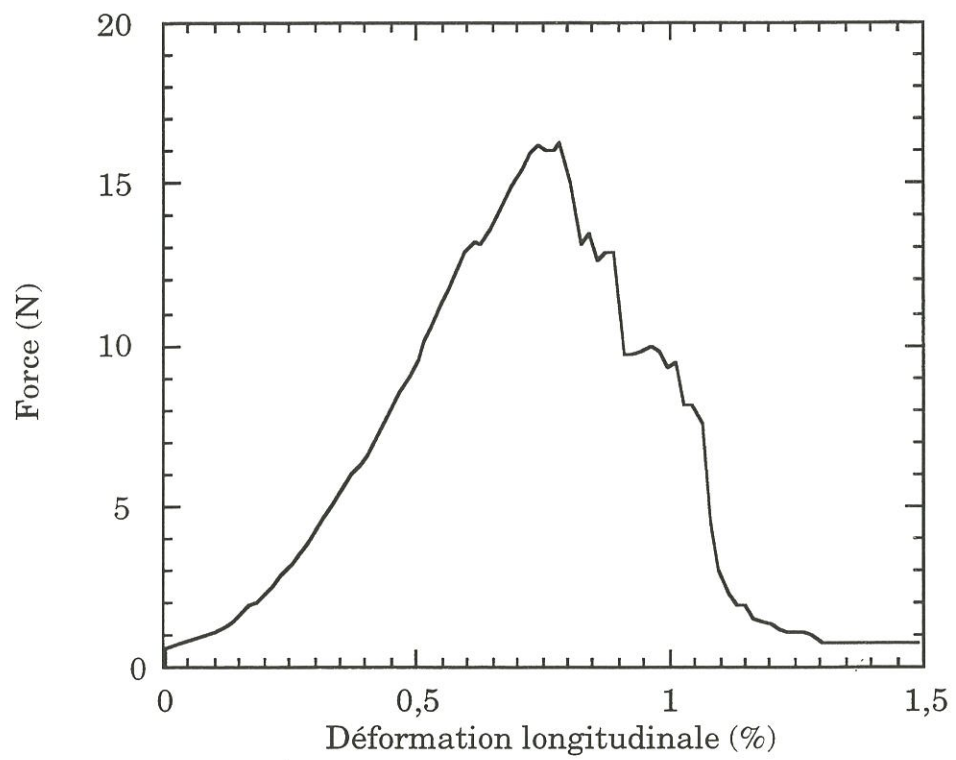


Figure 2-3: Enregistrement d'une traction sur fil brut présentant une rupture contrôlée

composées d'une partie linéaire correspondant au comportement élastique des fibres, suivie d'une zone non linéaire en raison des ruptures individuelles de fibres. Pour les faibles déformations, l'enregistrement force-déformation n'est pas linéaire : tous les filaments ne sont pas parfaitement tendus au début de l'essai, malgré les précautions prises lors de la préparation des éprouvettes. L'origine de la courbe est alors définie par l'extrapolation de la partie linéaire à force nulle (figure 2-2). Dans le cas où la rupture est non contrôlée, les effets dynamiques sont prépondérants. Ces courbes de comportement ne peuvent pas être analysées au-delà de la force maximale  $F_{\max}$ .

Ces deux types de rupture ont déjà été mis en évidence par Moeller et Worley [MOELLER, 1985] et par Lissart [LISSART, 1994a] pour des fils bruts de carbure de silicium. La rupture contrôlée (figure 2-3) est attribuée à un chargement non uniforme des fibres, et la rupture brutale au-delà de la force maximale à un chargement uniforme. On remarque d'ailleurs que la non linéarité initiale est beaucoup plus significative quand la rupture est contrôlée. Cela peut également provenir d'un problème d'instabilité mécanique.

Après la rupture, les fils ressemblent à des plumeaux (figure 2-4), et, en raison de l'enchevêtrement, une force supplémentaire est nécessaire pour séparer les deux moitiés (figures 2-2 et 2-3).

Les caractéristiques mécaniques obtenues pour les fils à température ambiante et à haute température pour les deux types de fibres sont indiquées dans le tableau 2. Le pourcentage de fibres rompues ( $\gamma$ ), calculé à partir de l'équation (4) à température ambiante, est de l'ordre de  $35\% \pm 7\%$ . Sa détermination à haute température n'est pas possible car la valeur du module d'Young n'est pas mesurable à haute température.

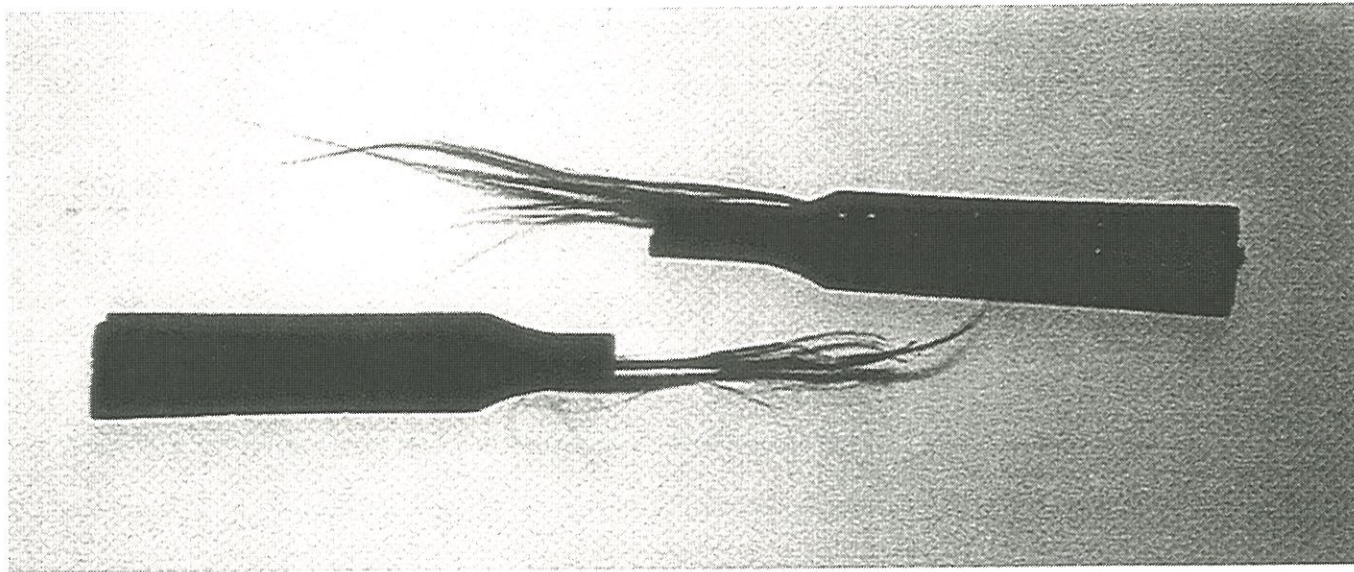


Figure 2-4 : Aspect des fils bruts après rupture

Les valeurs des contraintes données dans le tableau 2 ne tiennent pas compte des fibres rompues avant essai quelle que soit la température.

Fils	Température (C°)	Longueur de jauge (mm)	$\sigma_R$ (MPa)	$\epsilon_R$ (%)	$E_{\text{fil brut}}$ (GPa)	$\alpha_c$ (%)
THT 1600	20	25	2367 $\pm 1000$	2,15 $\pm 0,5$	105 $\pm 18$	46 $\pm 14$
		100	1129 $\pm 276$	0,64 $\pm 0,11$	157 $\pm 19$	25 $\pm 10$
	1100	25	2494 $\pm 268$	1,96 $\pm 0,05$	124 $\pm 8$	57 $\pm 0,6$
		100	1389 $\pm 470$	0,88 $\pm 0,1$	148 $\pm 31$	32 $\pm 20$
	1600	100	1198 $\pm 440$	0,85 $\pm 0,17$	120 $\pm 41$	17 $\pm 0,84$
	THT 2200	20	25	1614 $\pm 387$	1,42 $\pm 0,05$	134 $\pm 26$
100			1609 $\pm 164$	0,7 $\pm 0,05$	224 $\pm 26$	31 $\pm 7,5$
1100		25	1857 $\pm 124$	0,87 $\pm 0,07$	191,5 $\pm 3$	27 $\pm 1,1$
		100	1582 $\pm 131$	0,85 $\pm 0,01$	183 $\pm 15$	17 $\pm 11$
1600		25	2086 $\pm 644$	1,27 $\pm 0,16$	151 $\pm 31$	20 $\pm 6,4$
		100	1613 $\pm 43$	0,88 $\pm 0,08$	185 $\pm 23$	22 $\pm 7,8$
2000		25	2860 $\pm 260$	2,61 $\pm 0,05$	104 $\pm 7$	36 $\pm 3,8$
		100	1822 $\pm 134$	1,17 $\pm 0,06$	149 $\pm 9$	29 $\pm 13$

Tableau 2 : Caractéristiques mécaniques de fils bruts de carbone à température ambiante et à haute température.

Une différence importante est observée pour les deux types de mèches entre les deux longueurs de jauge à haute température. Les contraintes à rupture sont bien plus faibles pour la longueur de jauge de 100 mm. Elles traduisent un effet d'échelle bien connu pour les matériaux fragiles. En outre, le four utilisé pour ces essais a une hauteur de 100 mm et la température d'essai n'est pas uniforme sur toute cette hauteur. Pour cette longueur de jauge, la rupture des fibres a eu lieu de préférence à la limite de la colle carbone, dans la partie la moins chaude du fil brut. Le gradient thermique sur toute la hauteur du four est de plus d'une centaine de degrés. Si l'on fait l'hypothèse que la contrainte à rupture des fibres de carbone augmente avec la température d'essai, compte tenu de la tendance observée pour la longueur de jauge de 25 mm, il est normal que la rupture se produise dans la zone la moins chaude. La contrainte à rupture enregistrée ne correspond pas à celle que l'on aurait obtenue si le fil était chauffé de façon uniforme à la température retenue.

Par contre, pour les essais effectués avec une longueur de jauge de 25 mm, le gradient thermique sur les 25 mm au centre du four est inférieur à 50°C. La contrainte à rupture obtenue dans ce cas peut donc être considérée comme équivalente à celle que l'on aurait enregistré avec un fil chauffé de façon uniforme.

Dans la suite, pour les essais effectués à haute température sur fils bruts, seules les valeurs des contraintes à rupture et du module d'élasticité obtenues pour des longueurs de jauges de 25 mm seront considérées.

Pour les deux types de fibres, la contrainte à rupture augmente avec la température d'essai (figure 2-5), la déformation à rupture diminue à 1100°C puis augmente (figure 2-6), alors que le module augmente à 1100°C puis diminue (figure 2-7).

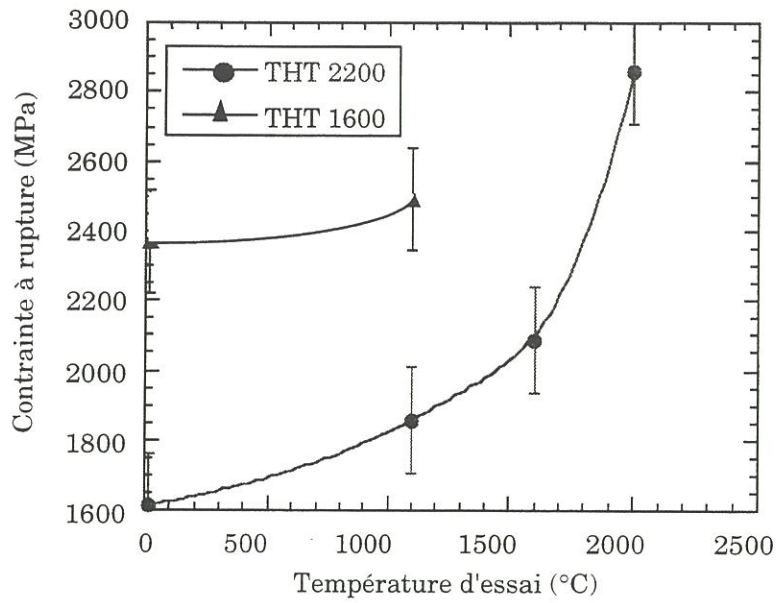


Figure 2-5 : Variation de la contrainte à rupture en fonction de la température d'essai sur fils bruts d'une longueur de jauge de 25 mm

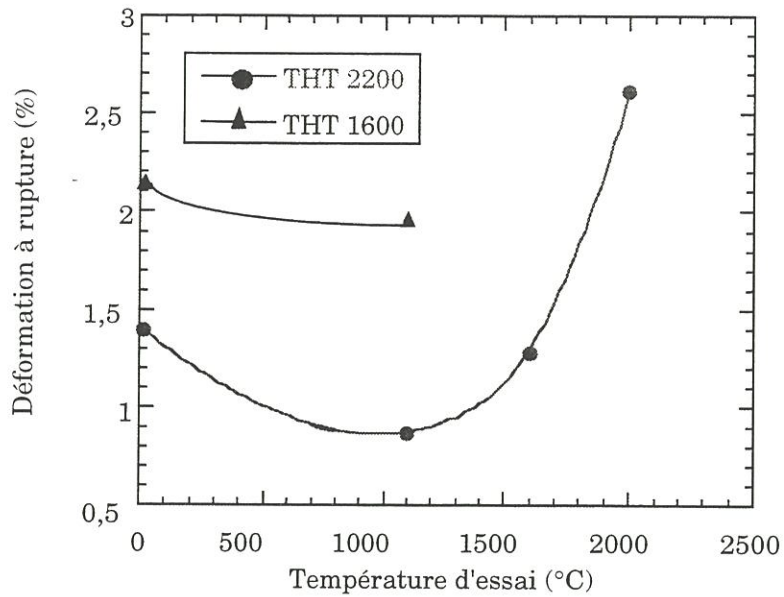


Figure 2-6 : Variation de la déformation à rupture en fonction de la température d'essai sur fils bruts d'une longueur de jauge de 25 mm

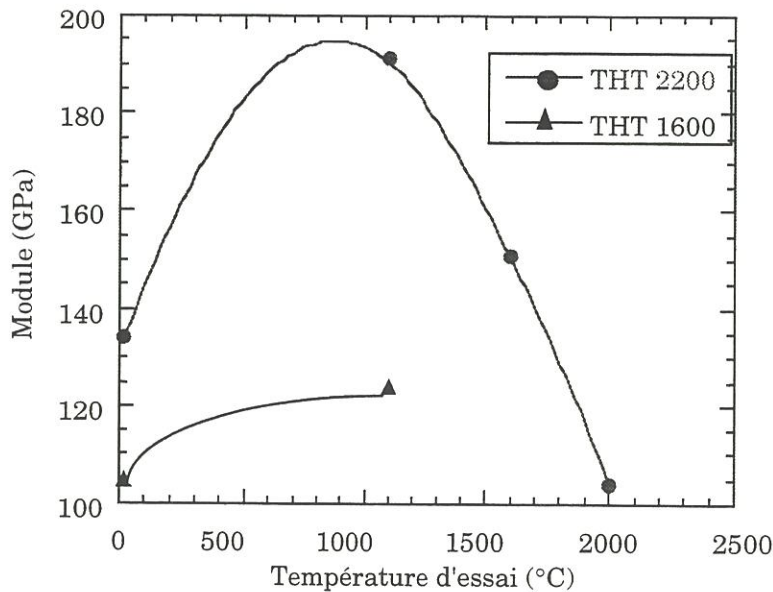


Figure 2-7 : Variation du module d'Young initial en fonction de la température d'essai sur fils bruts d'une longueur de jauge de 25 mm



### 3.2. Comparaison fibres-fils à température ambiante

Les essais de traction réalisés sur des monofilaments des deux lots disponibles ont donné les caractéristiques mécaniques indiquées dans le tableau 3, pour une longueur de jauge de 25 mm.

Fibres	$\sigma_R$ (MPa)	$\epsilon_R$ (%)	E (GPa)	mf	$\sigma_{of}$ (MPa)	$\sigma_{moy}$ (MPa)
THT 1600	3 377 $\pm 421$	1,2 $\pm 0,14$	284 $\pm 32$	8,1	116	3413
THT 2200	2 645 $\pm 558$	0,76 $\pm 0,16$	349 $\pm 20$	6,8	52,8	2841
A - HTT	3995 $\pm 889$	1,27 $\pm 0,24$	316 $\pm 34$	5,7	40	/
A - HTT 2	3336 $\pm 471$	0,84 $\pm 0,13$	398 $\pm 13$	8,3	151	/

Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques des fibres de carbone étudiées (THT 1600 et THT 2200) et des fibres de Trouvat (A - HTT et A - HTT 2) [TROUVAT, 1996] à température ambiante

Les résultats sont comparables à ceux obtenus par Trouvat pour des fibres équivalentes. La température de THT fait croître le module de la fibre, mais diminue la contrainte et la déformation à rupture.

Des variations identiques des caractéristiques mécaniques à température ambiante des fils bruts ont été observées en fonction de la température de THT. Le tableau 3 montre que lorsque la température de THT augmente, la rigidité du fil augmente tandis que la contrainte et la déformation à rupture diminuent.

Lorsque l'on compare les résultats obtenus sur les fibres avec ceux obtenus sur les fils bruts pour une longueur de jauge de 25 mm, on constate que la contrainte à rupture est plus faible de 40 % dans le cas des fils bruts THT 1600 et 65% dans le cas des fils bruts THT 2200. Ces

résultats sont en accord avec ceux de Lissart [LISSART, 1994] qui a observé un écart de 36 % entre les contraintes à rupture des fibres et des fils bruts de SiC.

Coleman [COLEMAN, 1958] a établi dans le cadre d'une distribution unimodale de Weibull la relation suivante entre la contrainte principale à rupture du fil et la contrainte à rupture des fibres :

$$\sigma_{\text{fil brut}} = \sigma_{\text{fibre}} \cdot \frac{(e \cdot m_f)^{\frac{1}{m_f}}}{\Gamma(1 + \frac{1}{m_f})} \quad (8)$$

avec :  $\Gamma(1 + \frac{1}{m_f})$  : fonction Gamma

e : constante (2,718).

Les fils et les fibres étudiés vérifient cette équation (tableau 4).

Fibres	$\sigma_{\text{fibre}}$ (MPa)	$m_f$	$\sigma_{\text{fil}}$ expérimental (MPa)	$\sigma_{\text{fil}}$ calculé (MPa)
THT 1600	3377 ± 421	8,1	2367 ± 1000	2446
THT 2200	2645 ± 558	6,8	1614 ± 387	1844

Tableau 4 : Comparaison des contraintes à rupture des fils mesurées et calculées à l'aide de l'équation de Coleman (8)

Les distributions statistiques des contraintes à rupture des fibres déterminées à partir des essais sur fibres et des essais sur fils bruts à l'aide des équations (6) et (7) sont représentées par les figures 2-8 et 2-9. Un écart est observé entre les distributions obtenues à partir des essais sur fils et celle obtenue à partir des essais sur monofilaments pour les deux types de matériaux. Or, la contrainte au sein des fils bruts a été évaluée sans tenir compte du taux de fibres rompues avant essai ( $\gamma$ ) estimé à 35%. La contrainte moyenne du fils calculée en tenant compte des fibres rompues avant essai est alors très voisine de la contrainte moyenne des fibres (voir tableau 5). Ces courbes ont de plus permis de calculer les modules de

Weibull et les facteurs de normalisation des fibres (figure 2-10 et 2-11) pour des longueurs de jauge de 25 mm. Les valeurs obtenues sont comparées dans le tableau 6.

Fibres	$\sigma_{\text{moyen}} \text{ fils sans tenir compte de } \gamma$ (MPa)	$\sigma_{\text{moyen}} \text{ fils en tenant compte de } \gamma$ (MPa)	$\sigma_{\text{moyen}} \text{ fibre}$ (MPa)
THT 1600	2200±370	3388	3413
THT 2200	1849±16	2847	2841

Tableau 5 : Comparaison entre les contraintes moyennes des fils en tenant compte ou non des fibres rompues avant essai avec les contraintes moyennes des fibres pour une longueur de jauge de 25 mm à température ambiante

Fibres	mf fibre	$\sigma_{\text{of}}$ fibre (MPa)	mf fibre issu des essais sur fils bruts	$\sigma_{\text{of}}$ fibre issu des essais sur fils bruts (MPa)
THT 1600	8,1	116	6,5 ± 2	106 ± 86
THT 2200	6,8	52,8	3 ± 0,3	18,9 ± 8,5

Tableau 6 : Comparaison entre les paramètres statistiques des fibres obtenus par essais sur fibres ou par essais sur fils bruts pour une longueur de jauge de 100 mm à température ambiante

L'écart observé sur le module de Weibull est compris dans l'intervalle d'incertitude dans le cas des fibres THT 1600. Par contre, dans le cas des fibres THT 2200, il est plus important. Le facteur de normalisation est largement sous-estimé pour les deux types de fibres lorsqu'on le calcule à partir des essais sur fils bruts.

Ainsi, la comparaison des contraintes à rupture mesurées à partir d'essais sur fibres ou d'essais sur fils bruts est satisfaisante puisque la relation de Coleman est vérifiée. Par contre, en ce qui concerne les paramètres statistiques, il existe un certain écart entre les valeurs obtenues par les essais sur fibres et celles obtenues par les essais sur fils

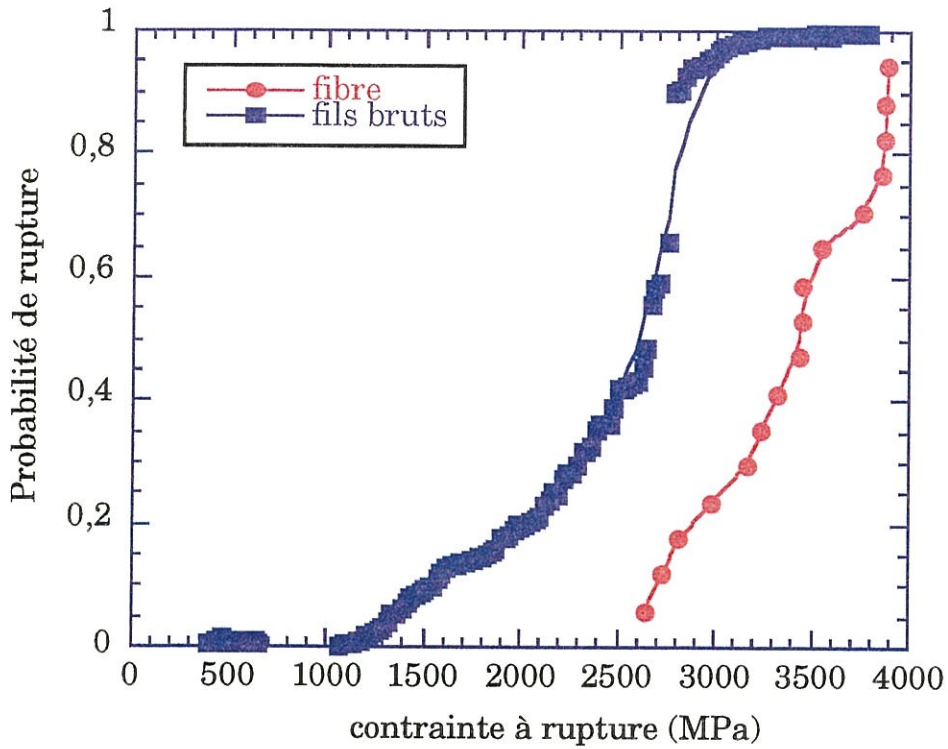


Figure 2-8 : Distribution des contraintes à rupture des fibres THT 1600 à température ambiante pour une longueur de jauge de 25 mm à partir d'essais sur fibres ou sur fils bruts

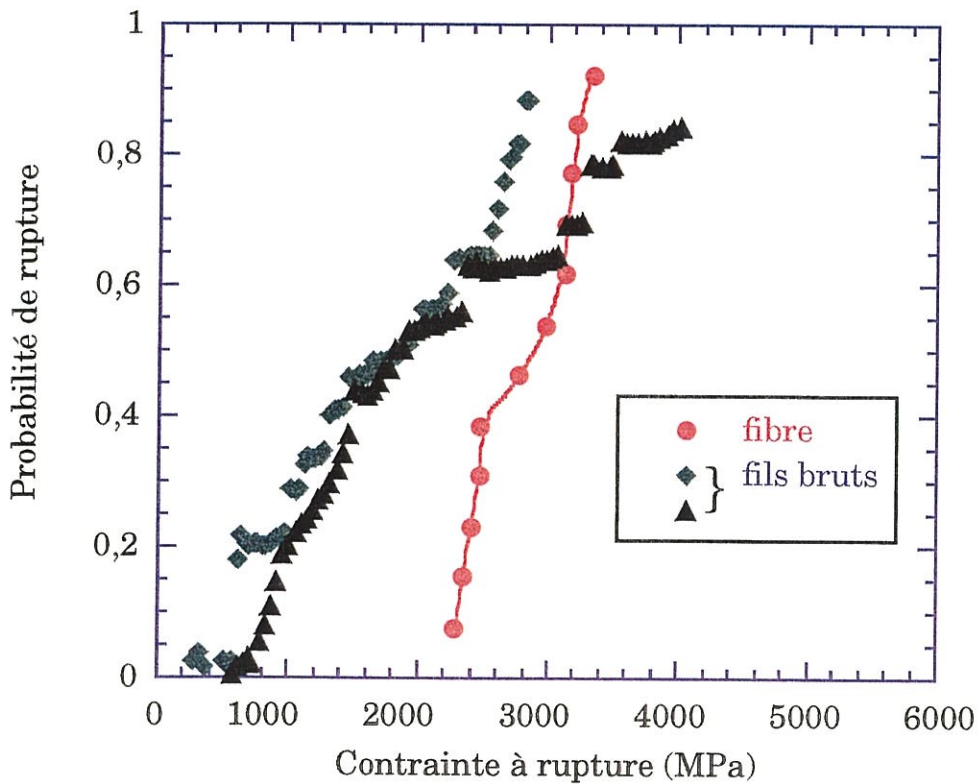


Figure 2-9 : Distribution des contraintes à rupture des fibres et des fils bruts THT 2200 à température ambiante pour une longueur de jauge de 25 mm à partir d'essais sur fibres ou sur fils bruts



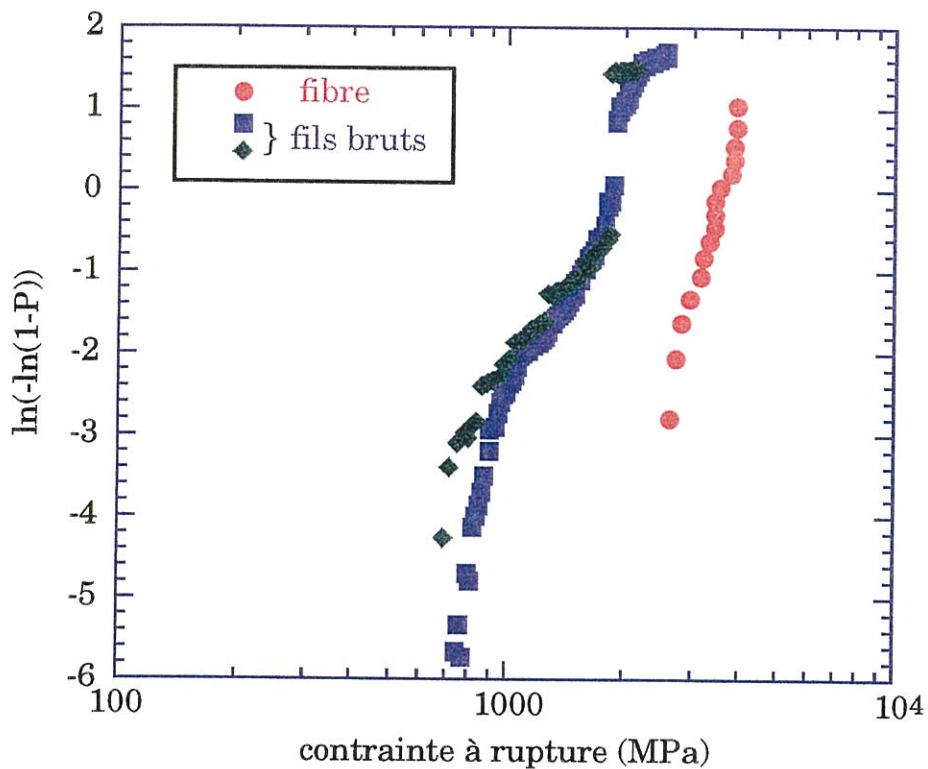


Figure 2-10 : Distribution des contraintes à rupture des fibres de carbone THT 1600 d'une longueur de jauge de 25 mm à température ambiante à partir des essais sur fibres ou sur fils bruts

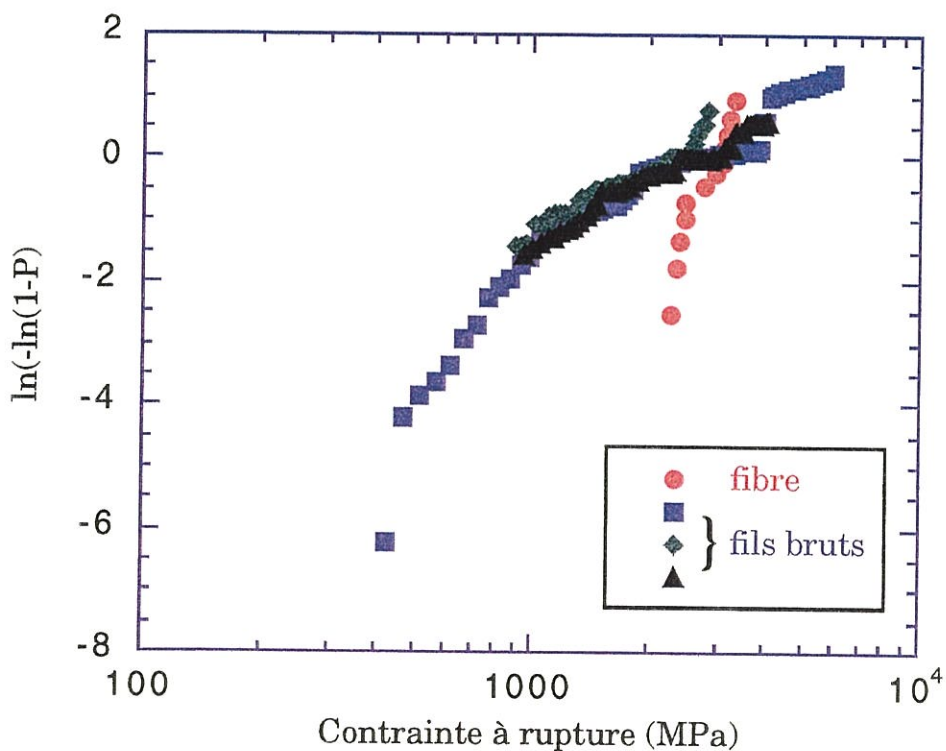


Figure 2-11 : Distribution des contraintes à rupture des fibres de carbone THT 2200 d'une longueur de jauge de 25 mm à température ambiante à partir des essais sur fibres ou sur fils bruts



bruts. Néanmoins, dans le cas des fibres THT 1600, l'estimation du module de Weibull par les essais sur fils bruts semble correcte.

Quel que soit le type de comparaison effectuée, il existe un décalage entre les résultats des essais sur fibres et ceux des essais sur fils bruts. Les valeurs obtenues à partir des essais sur fils bruts sont donc à prendre à titre d'indication.

### 3.3. Extension à haute température

L'étude à haute température n'a été effectuée que pour les fibres THT 2200. En effet, tous les composites utilisés ont subi au moins un THT à 2200°C. Les caractéristiques mécaniques des fibres constituant les composites sont donc plus proches des fibres THT 2200.

Ainsi, pour les fibres THT 2200, la distribution statistique des contraintes à rupture mesurées à haute température a été établie. La probabilité de rupture a été déterminée pour les quatre températures d'essai (figures 2-12 et 2-13).

Les paramètres statistiques correspondant sont rassemblés dans le tableau 7.

Température (°C)	Longueur de jauge (mm)	$m_f$	$\sigma_{of}$ (MPa)	$\sigma_{moy}$ (MPa)
20	25	$3 \pm 0,34$	$0,055 \pm 0,07$	$1879 \pm 16$
1100	25	$2,2 \pm 0,34$	$0,2 \pm 0,2$	$2150 \pm 130$
1600	25	$3,18 \pm 0,58$	$3 \pm 1$	$2721 \pm 647$
2000	25	$2,21 \pm 0,4$	$0,67 \pm 0,3$	$3452 \pm 316$

Tableau 7 : Paramètres statistiques des fibres obtenus par des essais sur fils bruts à haute température.





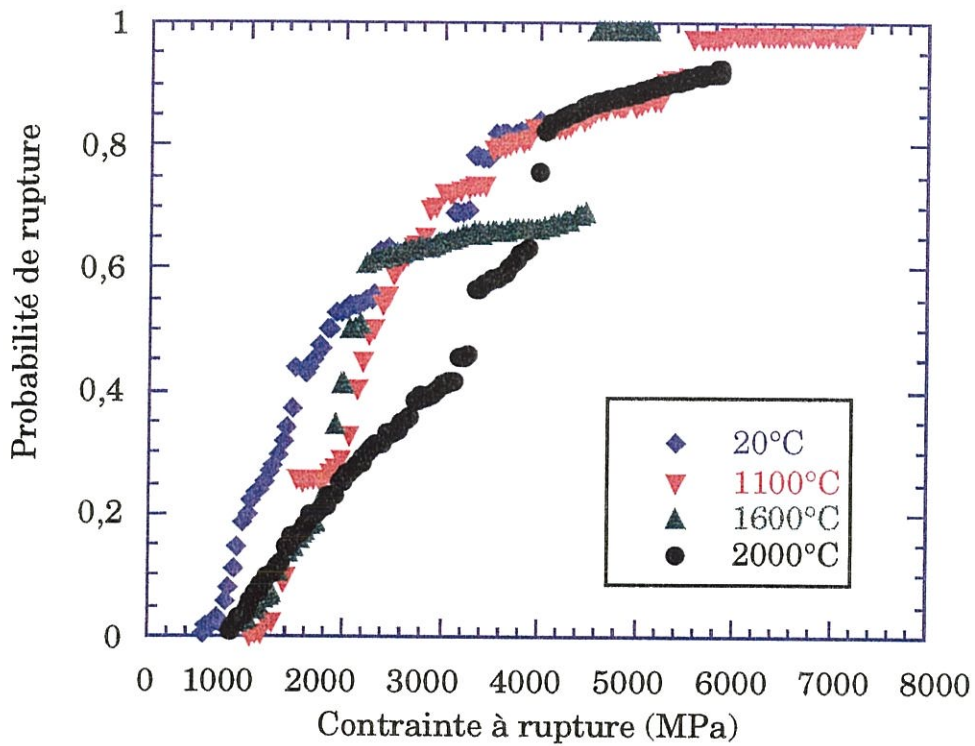


Figure 2-12 : Distributions des contraintes à rupture des fibres de carbone THT 2200 d'une longueur de jauge de 25 mm à différentes températures issues des essais sur fils bruts

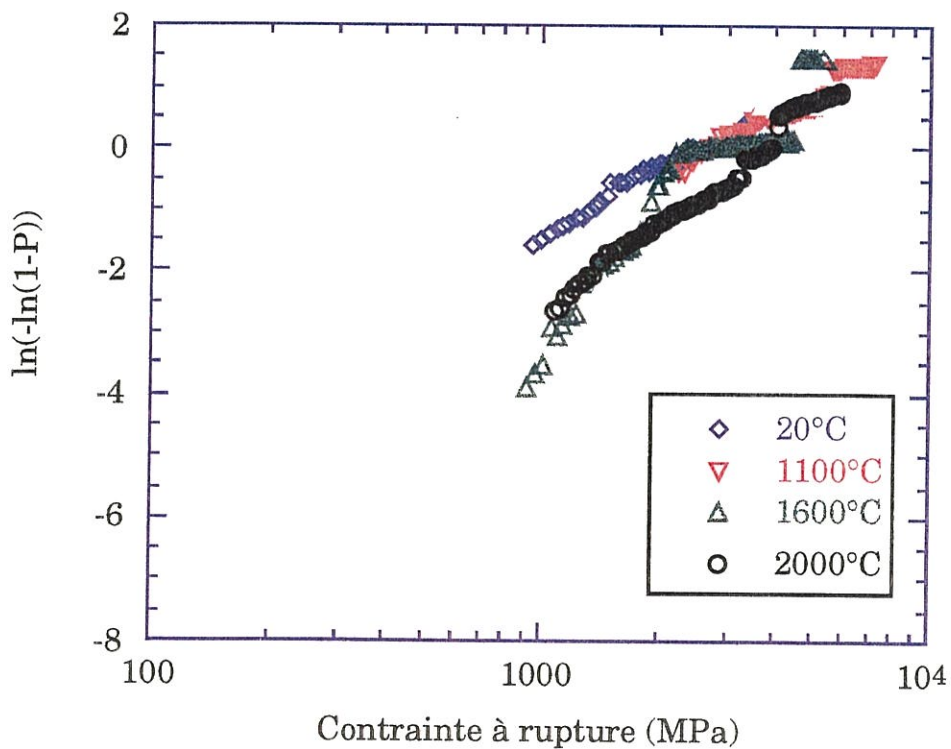


Figure 2-13 : Distributions des contraintes à rupture des fibres de carbone THT 2200 d'une longueur de jauge de 25 mm à différentes températures issues des essais sur fils bruts



Le module de Weibull ne semble pas significativement affecté par la température d'essai (figure 2-14). Par contre, le facteur de normalisation augmente fortement à 1600°C.

Ainsi, comme à température ambiante, les essais effectués sur fils bruts à haute température permettent d'obtenir la distribution des contraintes à rupture des fibres, et le module de Weibull. Ces résultats sont à prendre, comme à température ambiante, à titre d'indication.

## 4. Discussion

### 4.1. Influence du traitement thermique sur le comportement en traction des fibres de carbone

A température ambiante, l'augmentation de la température de THT entre 1600°C et 2200°C sur les fibres de carbone provoque une augmentation du module des fibres mais une diminution de la contrainte et de la déformation à rupture. Cela rejoint les résultats fournis par Legendre [LEGENDRE, 1992] sur des fibres ex-PAN. Il observe également ces variations entre 1400°C et 2500°C. Pour Ruland, [RULAND, 1990], sur des fibres de rayonnes, la diminution du module d'Young lorsque la température augmente entraîne un accroissement de la contrainte à rupture.

Pour expliquer ces variations, deux hypothèses sont avancées. Pour Ruland, la résistance du carbone est essentiellement déterminée par les défauts de structure. Or, l'augmentation de la température de THT peut modifier la sévérité de ces défauts et donc affecter la contrainte et la déformation à rupture. En outre, la température de THT peut influencer l'arrangement des plans de carbone selon l'axe de la fibre, ce qui provoquerait l'augmentation du module d'Young [TROUVAT, 1996].

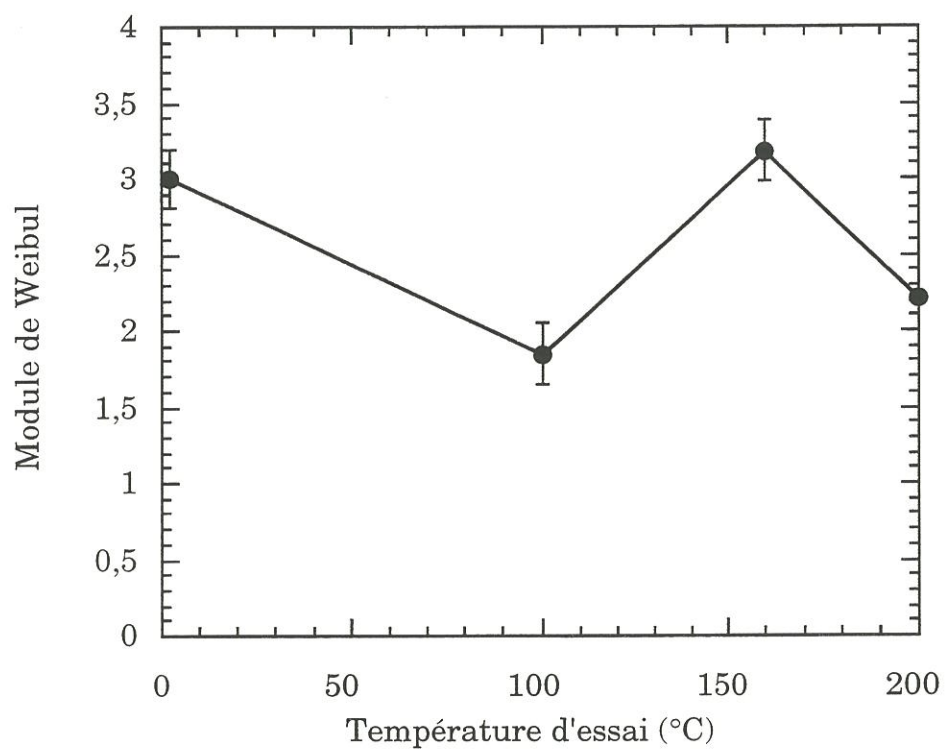


Figure 2-14 : Evolution du module de Weibull des fibres de carbone THT 2200 obtenu à partir d'essais sur fils bruts en fonction de la température

La confirmation de ces hypothèses nécessitera une caractérisation plus fine de la microstructure des fibres.

#### 4.2. Influence de la température sur le comportement en traction des fils de carbone

La température d'essai a une forte influence sur les caractéristiques mécaniques de fils. Pour expliquer ces variations, nous avons tout d'abord étudié l'évolution du module de Weibull en fonction de la température d'essai. En effet, pour les matériaux fragiles, ce module est représentatif des populations de défauts. Par conséquent, une variation indique une modification des populations de défauts.

Or, aucune variation nette du module de Weibull n'a été observée en fonction de la température pour les fibres de carbone étudiées (figure 2-14). Il semble donc que l'origine de la rupture des fibres ne dépende pas de la température. Cela peut apparaître normal du fait que les fibres sont testées sous atmosphère neutre. Il n'y a donc pas d'oxydation possible. De plus, les fibres ayant été traitées préalablement à 2200°C, il ne doit pas se produire de modification importante de la microstructure pendant les essais. Ainsi, les variations de caractéristiques mécaniques des fibres ne semblent pas résulter d'une modification des défauts dans les fibres avec la température d'essai.

Pour expliquer les variations observées, d'autres hypothèses sont envisageables. Par exemple, lors des essais en température, les plans de carbone peuvent se réorganiser au sein des fibres, ce qui augmenterait la contrainte à rupture. Il se peut également que des contraintes internes aux fibres soient relaxées et fassent évoluer la contrainte à rupture des fibres.

Ce type d'évolution a également été observé sur des fibres de rayonne. Les explications proposées sont les suivantes : l'augmentation de la température d'essai pourrait augmenter la plasticité et réduire l'influence des défauts le long de la fibre, ce qui améliore la contrainte à rupture [DRESSELHAUS, 1988]. De plus, l'augmentation de cette contrainte coïncide avec l'apparition du fluage. La variation de contrainte à rupture de la fibre serait causée par la relaxation des contraintes dans les zones de concentration de contrainte [BACON, 1965].

Pour vérifier ces hypothèses, une étude plus fine aurait été nécessaire mais n'a pas été réalisée, le but des ces essais étant d'obtenir une tendance des variations des caractéristiques mécaniques des fibres de carbone en fonction de la température d'essai, et non d'effectuer une étude structurale de ces fibres. Néanmoins, l'influence de la température d'essai sur le comportement mécanique en traction des fibres de carbone semble être provoquée non pas par une modification de la population des défauts, mais par une modification de certaines propriétés mécaniques.

#### 4.3. Difficultés expérimentales des essais sur fils bruts

Les caractéristiques mécaniques des fibres de carbone ont été estimées à partir d'essais sur fils bruts. En effet, la mise en oeuvre d'essai sur monofilaments n'est pas possible au laboratoire à haute température.

Or, ce type d'essai pose quelques problèmes. Tout d'abord, il n'a pas été possible d'estimer la complaisance de la machine. De plus, celle-ci est dépendante de la température d'essai. Or, la complaisance machine modifie la valeur de la déformation et donc agit sur le module d'Young du fil.

De plus, il est indispensable de mesurer avec précision la longueur de jauge, car une erreur sur cette longueur provoque un mauvais enregistrement de la déformation du fil brut. A partir d'une certaine température, la colle carbone, qui maintient les fibres, commence à fluer, et les déformations enregistrées sont surestimées. Du même coup, les modules initiaux obtenus sont à prendre à titre d'indication et non comme des valeurs exactes.

Ces différents phénomènes permettent d'expliquer l'écart important observé entre les modules des fils bruts de 25 mm et ceux de 100 mm.

Par contre, la force enregistrée n'est pas erronée par ces problèmes de fixation. Mais la contrainte à rupture déduite de cette force ne tient pas compte des fibres rompues avant essai, ce qui induit un écart entre les distributions des contraintes à rupture des fibres obtenues à partir des essais sur monofilaments ou sur fils.

Ainsi, la réalisation et l'exploitation d'essai de traction à haute température sur des fils bruts de carbone ne vont pas de soi. Mais les résultats obtenus sont de bons indicateurs des variations en fonction de la température des caractéristiques mécaniques des fils bruts et des monofilaments de carbone.

## **5. Conclusion**

Pour évaluer le comportement mécanique des fibres de carbone en fonction de la température, deux types d'essais ont été utilisés : à température ambiante, des essais de traction sur monofilaments, et sous atmosphère neutre jusqu'à 2000°C, des essais de traction sur fils bruts.



Des essais de traction sur monofilaments et des essais sur fils bruts ont tout d'abord été réalisés à température ambiante. Une analyse statistique des essais sur fils bruts permet d'obtenir une approximation des caractéristiques des fibres (contrainte à rupture, module de Weibull). L'influence de la température de THT sur ces caractéristiques a également pu être quantifiée.

Des essais de traction sur fils bruts ont ensuite été effectués. Ces essais ont permis d'obtenir les distributions des contraintes à rupture des fibres jusqu'à 2000°C, ainsi qu'une approximation du module de Weibull en adaptant l'approche statistique utilisée à température ambiante. Ainsi, à haute température, à partir d'un essai sur fil, il est possible d'obtenir un ordre de grandeur des caractéristiques mécaniques des fibres, comme à température ambiante. Cela permet donc de limiter le nombre d'essais. De plus, la mise en oeuvre des essais sur fils ne nécessite pas de modification par rapport aux essais sur composite. Bien qu'il soit nettement plus simple de manipuler des fils bruts que des fibres dont le diamètre n'excède pas 8  $\mu\text{m}$ , la réalisation de ce type d'essai demeure délicate. Ainsi ces essais ont permis de montrer que la contrainte à rupture des fibres de carbone augmente avec la température d'essai. Les variations de la déformation à rupture et du module initial ont également été obtenues.

L'influence de la température de THT peut provenir de deux phénomènes : d'une part, l'influence des défauts des fibres sur le comportement dépend de la température de traitement thermique, d'autre part un réarrangement des plans de carbone pendant le THT provoque l'augmentation de rigidité.

L'influence de la température d'essai sur le comportement des fils bruts ne semble pas provenir de la modification des familles de défauts

dans les fibres car le module de Weibull des fibres ne varie pas avec la température. Par contre, il est fort probable que l'augmentation de la température d'essai provoque une modification des caractéristiques intrinsèques des fibres, en jouant sur l'influence des défauts le long de la fibre ou sur la relaxation de contraintes internes.

Si la température d'essai influence si nettement le comportement des fibres de carbone, le comportement du composite risque d'y être également sensible. Néanmoins, avant d'étudier le comportement à haute température des composites C/C, une bonne connaissance du comportement à température ambiante de ces matériaux est nécessaire.

### Références bibliographiques

**[BACON, 1965]**

BACON, R., SMITH, W.A., "Tensile Behaviour of Carbonised Rayon Filaments at Elevated Temperatures" Second Conference on Industrial Carbon and Graphite, p 203 - 213, 1965.

**[COLEMAN, 1958]**

COLEMAN, B. D., "On the Strength of Classical Fibres and Fibre Bundles" Journal of Mechanic Phys. Solids, Vol. 7, p 60, 1958.

**[DRESSELHAUS, 1988]**

DRESSELHAUS, M.S., DRESSELHAUS, G., SUGIHARA, K., SPAIN, I.L., GOLDBERG, H.A., "Graphite Fibers and Filaments" Edited by Manuel Cardona, 1988.

**[KHALILI, 1991]**

KHALILI, A.;KROMP, K., "Statistical Properties of Weibull Estimators" Journal of Material Sciences, Vol. 26, p 6741 - 6752, 1991.

**[LEGENDRE, 1992]**

LEGENDRE, A., "Le Matériau Carbone" Eyrolles, p 198, 1992.

**[LI, 1990]**

LI, C.T., TIETZ, J.V., "Improved Accuracy oh the Laser Diffraction Technique for Diameter Measurement of Small Fibres" Journal of Material Sciences, Vol. 25, p 4694-4698, 1990.

**[LISSART, 1994a]**

LISSART, N., "Probabilité de Rupture et Fiabilité des Composites à Matrice Céramique" Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux I, n° 1207, 1994.

**[LISSART, 1994b]**

LISSART, N., LAMON, J., "Evaluation des Propriétés des Monofilaments à partir d'Essais de Traction sur Méches", Comptes Rendus des 9<sup>ièmes</sup> Journées Nationales sur les Composites (JNC 9), publiés par J.P. Favre et A. Vautrin, AMAC, vol. 2, p 589-598, 1994.

**[MOELLER, 1985]**

MOELLER, H.H., WORLEY, J.H., "Tensile Testing of Ceramic Fiber Tows" Proceedings of the 9th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials, p 559-565, 1985.

**[Projet de norme]**

Projet de Norme Européenne CEN/TC 184/SCI, "Determination of Distribution of Tensile Strength and Tensile Strain to Failure of Filaments within a Multil-filament tow at Ambient Temperature" Advanced Technical Ceramics-Ceramics Composites

**[RULAND, 1990]**

RULAND, W., "Carbon Fibers" Advanced Materials, Vol. 11, p 528-536, 1990.

**[TROUVAT, 1996]**

TROUVAT, B., "Analyse et Optimisation des Interfaces dans les Composites Carbone / Carbone à Renfort Fibreux" Thèse de Doctorat de l'université de Bordeaux I, n° 1635, 1996.

**[ZWAAG, 1989]**

ZWAAG, S., "The Concept of Filament Strength and the Weibull Modulus" Journal of Testing and Evaluation, Vol. 17, p 292-298, 1989.

*CHAPITRE 3*

*COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES COMPOSITES C/C À  
TEMPÉRATURE AMBIANTE*



## CHAPITRE 3

### Comportement mécanique des composites C/C à température ambiante

<b>1. Introduction.....</b>	<b>65</b>
<b>2. Procédure expérimentale.....</b>	<b>66</b>
2.1. <u>Plan d'essais</u> .....	66
2.2. <u>Méthodologie d'essai</u> .....	67
2.3. <u>Exploitation des données</u> .....	69
2.3.1. <i>Comportement</i> .....	69
2.3.2. <i>Analyse de l'endommagement</i> .....	70
2.3.3. <i>Emission acoustique</i> .....	71
<b>3. Résultats expérimentaux.....</b>	<b>72</b>
3.1. <u>Comportement mécanique</u> .....	72
3.2. <u>Description de l'endommagement</u> .....	75
3.3. <u>Etude de l'émission acoustique</u> .....	77
<b>4. Discussion.....</b>	<b>77</b>
4.1. <u>Rôle des fibres et de la matrice sur la rupture des         composites C/C</u> .....	77
4.2. <u>Origine des écarts de contrainte à rupture entre les         nuances de matériaux</u> .....	81
4.3. <u>Variation de la déformation longitudinale à rupture</u> .....	82
4.4. <u>Emission acoustique</u> .....	84
4.5. <u>Description du comportement</u> .....	85
<b>5. Conclusions.....</b>	<b>87</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>88</b>



## 1. Introduction

Les travaux présentés dans le chapitre précédent ont permis d'obtenir des données sur les fibres de carbone constituant le composite. Le but de ce chapitre est de quantifier et de comprendre le comportement mécanique à température ambiante en traction du composite C/C.

En effet, ce matériau est différent de tous ceux qui ont été l'objet de travaux antérieurs. De plus, son comportement à température ambiante constitue une référence pour les travaux à haute température décrits dans le chapitre suivant. De nombreuses données mécaniques sont obtenues et même si tous les phénomènes ne sont pas totalement expliqués, cette base de données pourra être utilisée par d'autres équipes de recherche. Enfin, ce chapitre permet de mettre au point des méthodes d'étude utiles dans le chapitre suivant.

Dans un premier temps, la procédure expérimentale est présentée. Le plan d'essais, la méthodologie des essais sont décrits, ainsi que les méthodes d'exploitation des données, en terme de comportement du matériau, de l'aspect morphologique de l'endommagement et de l'émission acoustique au cours de l'essai.

Dans un second temps, les résultats expérimentaux sont exposés. Tout d'abord, l'étude du comportement mécanique du matériau est effectuée. L'endommagement est identifié et quantifié. Pour cela, nous avons fait appel à deux techniques : d'une part, le suivi in-situ de la fissuration matricielle au moyen d'un microscope optique, et d'autre part par enregistrement de l'activité acoustique. En effet, des travaux ont été publiés dans ce domaine. Ainsi, Tallaron, pour des C/C élaborés par CVI, corrèle le nombre de coups cumulés avec la déformation non linéaire du matériau [TALLARON, 1996]. Vaidya et Raju [VAIDYA, 1996] étudient



des composites C/C élaborés par voie liquide. Les différents modes de rupture sont identifiés en utilisant l'amplitude et la durée du signal en fonction du temps.

Dans un troisième temps, une discussion est menée sur le rôle des fibres dans la rupture des composites C/C, sur l'origine des écarts observés entre les différentes nuances de matériaux au niveau de la contrainte et de la déformation à rupture. Les informations apportées par l'émission acoustique sont alors utilisées et les comportements des matériaux sont analysés.

## **2. Procédure expérimentale**

### **2.1. Plan d'essais**

Pour connaître les facteurs qui influencent le comportement, plusieurs types d'essais ont été réalisés. Les essais de traction ont été pilotés soit en déplacement soit en force. Plusieurs vitesses de sollicitation ont été utilisées (tableau 1). La vitesse de référence est 0,05 mm/min ou 10 MPa/min suivant le mode d'asservissement. La vitesse la plus rapide est dix fois plus grande, et la vitesse la plus lente est dix fois plus faible que la vitesse de référence. Ensuite des facteurs "matériau" sont entrés en jeu : suivant la nuance de matériau utilisé, la densité a évolué.

Les conditions expérimentales des essais de traction sont rassemblées dans le tableau 1.

Matériau	Nuance du matériau	Asservissement	Vitesse	Observation de l'endo.	Nombre d'essais
<b>Matériau 1</b>	2 PyC + THT 2200 + 1 PyC + THT 2200 + 1 PyC	Déplacement	0,05 mm/min	in-situ	2
		Déplacement	0,5 mm/min	/	2
		Déplacement	0,05 mm/min	/	1
		Déplacement	0,005 mm/min	/	1
		Force	10 MPa/min	/	2
		Force	100 MPa/min	/	1
		Force	1 à 5 MPa/min	/	3
<b>Matériau 2</b>	2 PyC + THT 2200 + 1 PyC + THT 2200	Déplacement	0,05 mm/min	in-situ	1
		Déplacement	0,05 mm/min	/	1
<b>Matériau 3</b>	2 PyC + THT 2200 + 1 PyC + THT 1600 + 1 PyC	Déplacement	0,05 mm/min	in-situ	1
		Déplacement	0,05 mm/min	/	1
<b>Matériau 4</b>	2 PyC + THT 2200 + 1 PyC	Déplacement	0,05 mm/min	in-situ	1
		Déplacement	0,05 mm/min	/	1

Tableau 1 : Plan d'essais de traction à température ambiante

## 2.2. Méthodologie d'essai

Plusieurs types de traction auraient pu être envisagés pour cette étude, suivant différents axes de traction (essais dans les axes et essais hors-axes). Mais, pour réaliser des essais à haute température, les éprouvettes doivent avoir une longueur d'au moins 200 mm. Or, la géométrie des pièces d'origine (voir chapitre 1) ne permet d'usiner de telles éprouvettes que dans la direction Y. Afin de pouvoir comparer les résultats des essais de traction à la température ambiante et aux hautes températures, des éprouvettes de même longueur sont nécessaires. Pour ces raisons, l'axe de traction retenu est le sens Y, tramé du tissu, parallèle à l'axe du tube dans lequel sont prélevées les éprouvettes. Les éprouvettes sont de type "haltère" (figure 3-1).

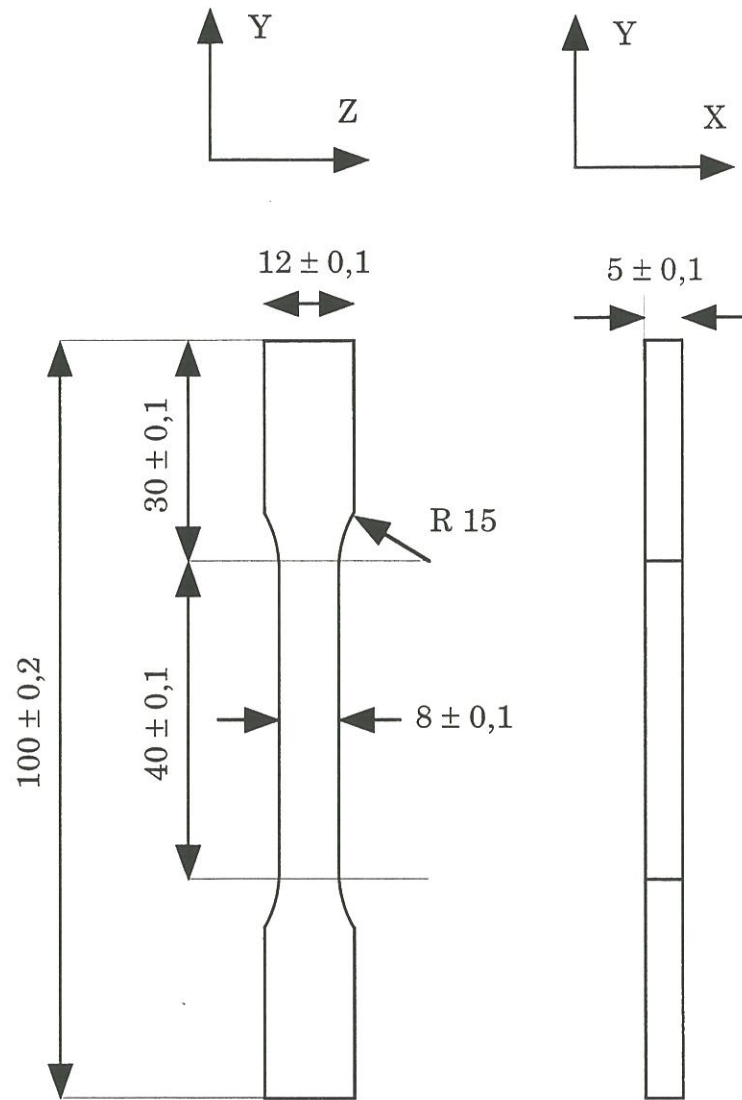


Figure 3-1 : Géométrie des éprouvettes pour essais à température ambiante

Les essais de traction uniaxiale à température ambiante ont été réalisés sur une machine de traction équipée d'un montage à mors rigides. La déformation longitudinale est mesurée par un extensomètre à contact dont l'écartement entre couteaux est 20 mm. Des cycles de charge-décharge permettent d'évaluer les modules sécants et les déformations résiduelles.

Pour observer l'endommagement au microscope, les éprouvettes ont été préalablement polies. Pour faciliter la mise en place, elles ont été collées sur des rallonges en AU4G [SIRON, 1996] (figure 3-2). Les plans XY et YZ ont été examinés lors des essais de traction. L'accent a été mis sur le plan YZ pour lequel les fissures sont plus visibles.

Le suivi de l'endommagement au cours des essais de traction utilise un montage employé par Guillaumat [GUILLAUMAT, 1994] puis par Siron [SIRON, 1996]. Le microscope optique est solidaire de la machine de traction par l'intermédiaire d'une platine (3 degrés de liberté en translation). L'ensemble est couplé à un système d'enregistrement vidéo comprenant une caméra CCD, un magnétoscope et un moniteur de contrôle (figure 3-3). 35 vues couvrant une aire de l'ordre de 5 mm<sup>2</sup> à la surface de l'éprouvette sont prises selon une grille fixe, à l'état initial puis à différents niveaux de déformation longitudinale préalablement choisis par pas de 0,1% (figure 3-3).

Après rupture complète, les éprouvettes ont été examinées au Microscope Electronique à Balayage.

Lors de tous les essais, l'émission acoustique a été enregistrée à l'aide d'un capteur piézo-électrique résonnant à 800 kHz (R80, PAC), relié à un préamplificateur de bande passante 600-1200 kHz et de gain 40 dB. Le préamplificateur est lui-même relié à une chaîne d'acquisition de type

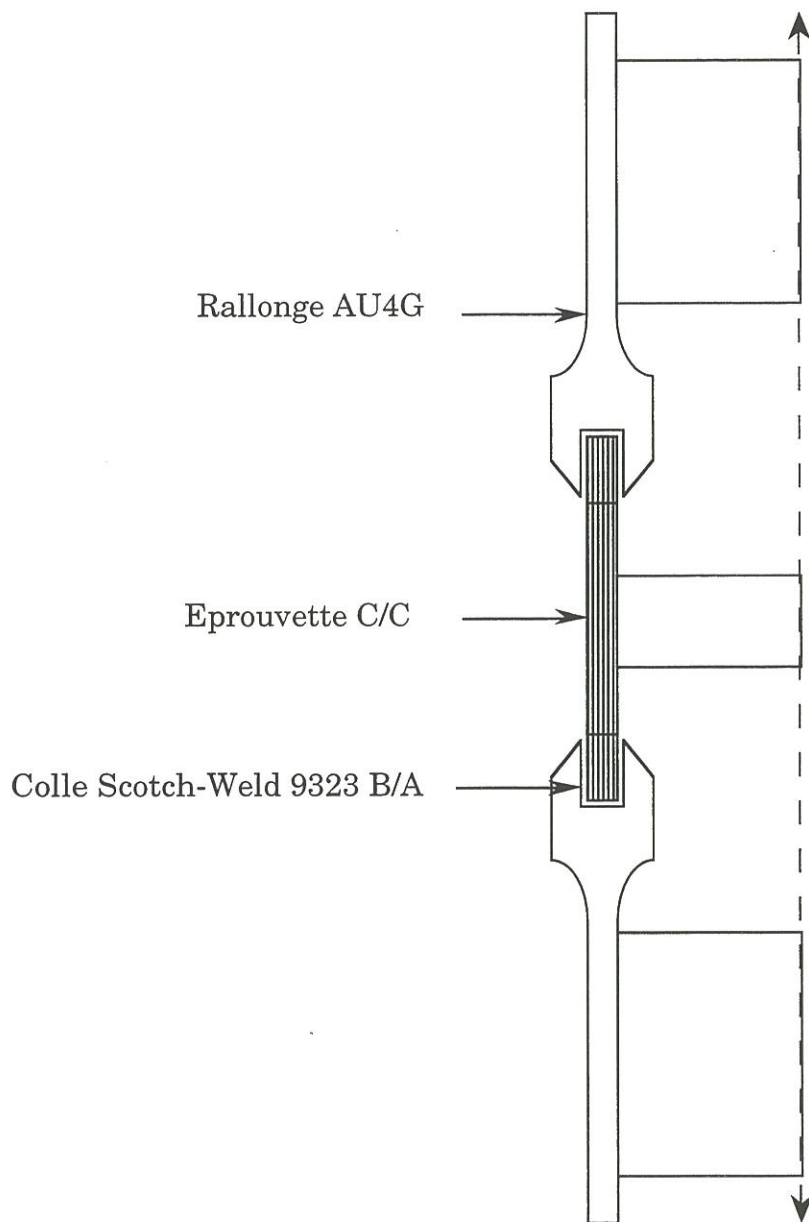


Figure 3-2 : Principe du collage des rallonges AU4G sur éprouvettes C/C  
[SIRON, 1996]

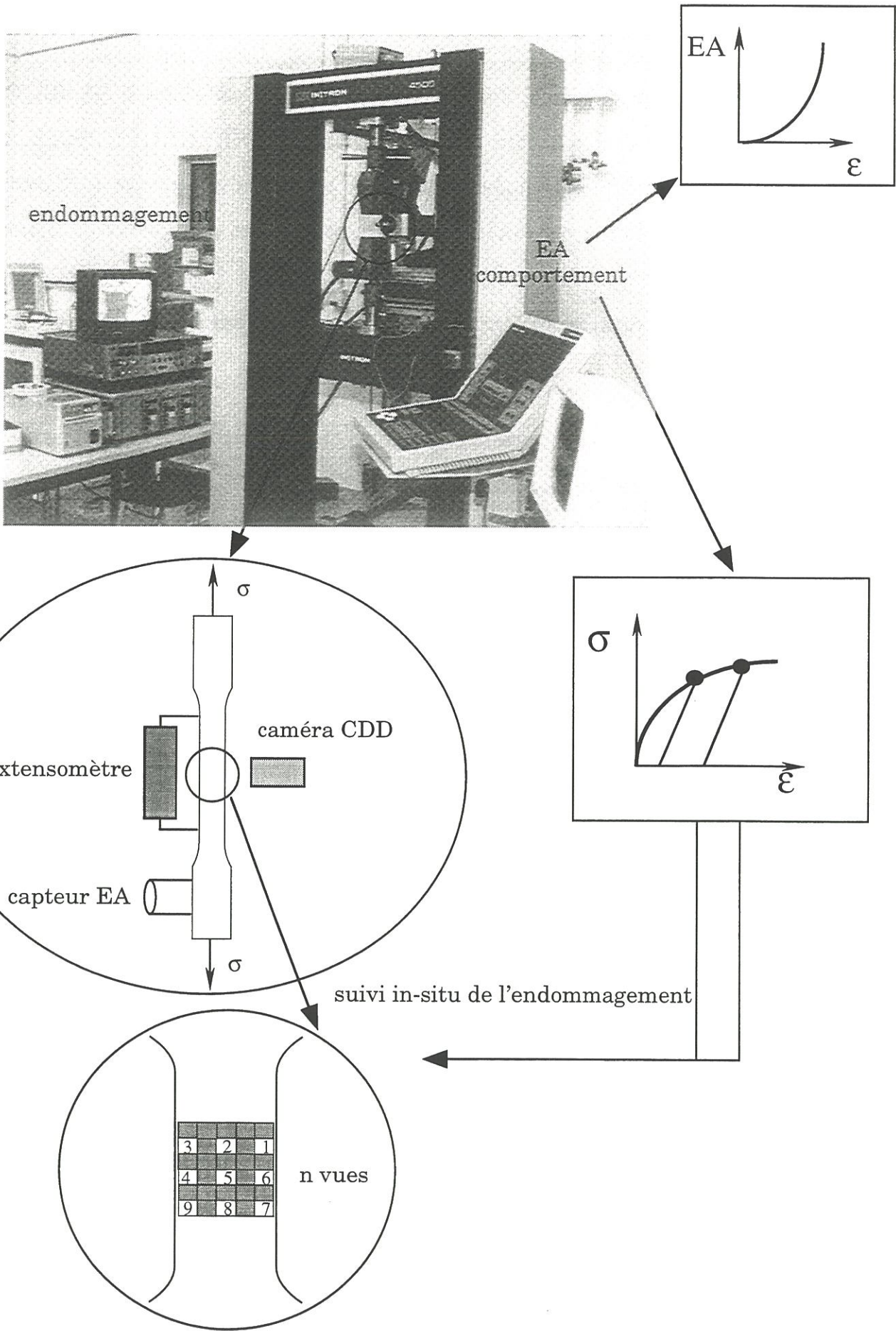


Figure 3-3 : Représentation schématique du montage expérimental de traction avec suivi in-situ de l'endommagement

Locan 320 (Euro-Physical Acoustic) dont le gain est réglé à 20 dB. Ce matériel est similaire à celui utilisé par Reynaud [REYNAUD, 1992] pour étudier le comportement mécanique d'un matériau composite à matrice céramique, et donne des résultats satisfaisants pour ce type de matériau. Le capteur est fixé directement sur l'éprouvette à l'aide d'un couplant silicone qui assure la mise en place et le bon couplage entre le capteur et l'éprouvette.

L'ajustement des paramètres d'enregistrement (seuil de détection, critère de séparation des salves) a consisté à rechercher un compromis entre l'élimination des bruits parasites (dispositifs de chauffage inductif, de mise en charge) et le recueil d'une information qualitative. Des conditions d'enregistrement correctes ont pu être obtenues pour un seuil de détection des coups fixé à 40 dB, pour l'ensemble des essais. L'absence d'émission acoustique lors des cycles de décharge confirme le bon filtrage du bruit parasite.

### 2.3. Exploitation des données

#### 2.3.1. *Comportement*

Trois données peuvent être déduites de la courbe de comportement : la contrainte à rupture, la déformation longitudinale à rupture et le module d'Young initial. Ce dernier est la pente de la tangente à la courbe à l'origine (figure 3-4).

Des études précédentes [REYNAUD, 1992] pour optimiser le choix d'un paramètre d'endommagement, à savoir la perte de rigidité, lors des essais de fatigue cyclique sur un composite à matrice céramique, ont montré que les valeurs des différents modules calculés à partir d'un cycle d'hystérésis convergent vers une valeur moyenne stabilisée au cours des

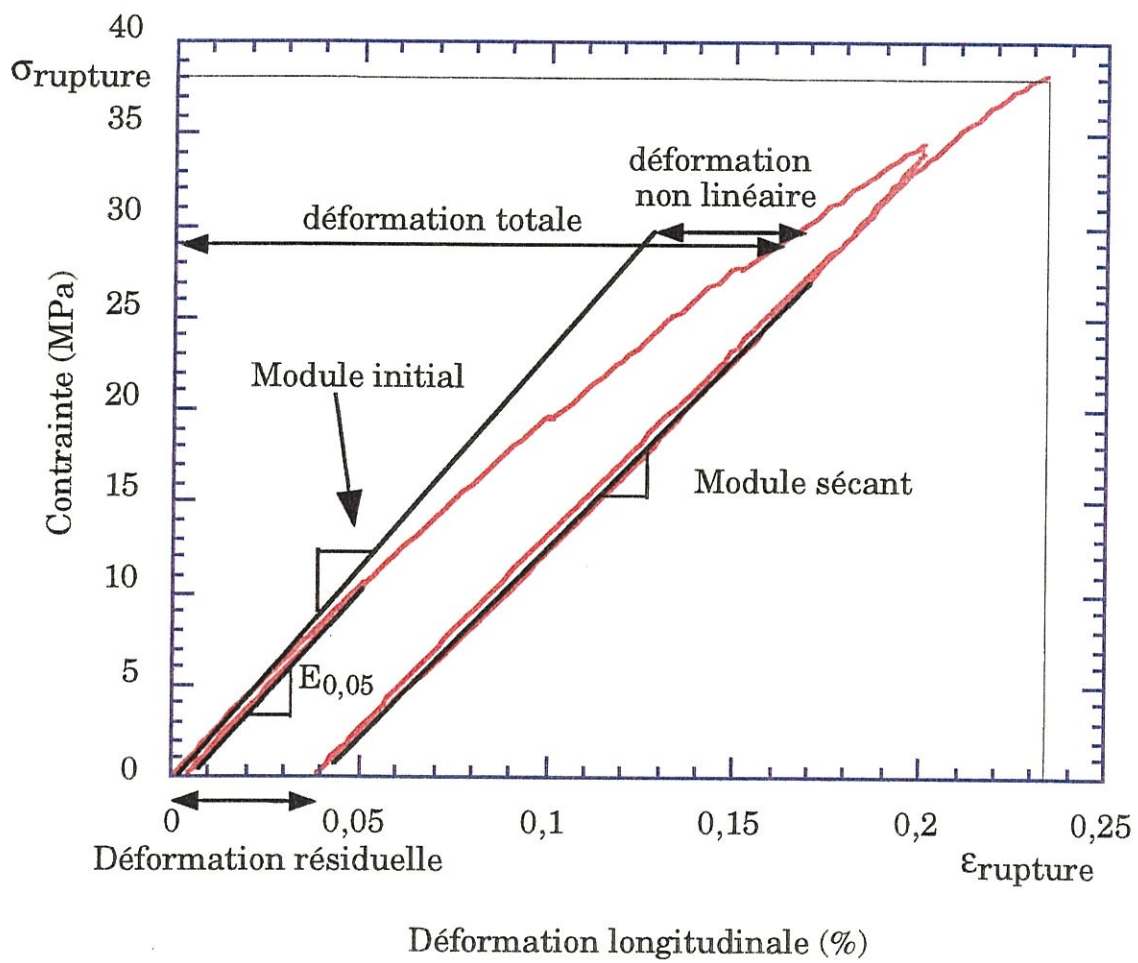


Figure 3-4 : Définition des paramètres mécaniques utilisés





cycles. Siron, pour un matériau équivalent à celui étudié ici et dans les mêmes conditions, a vérifié que le module sécant constitue un bon indicateur de la perte de rigidité, dans la mesure où il est peu différent des modules définis à partir du cycle [SIRON, 1996]. Ce module sécant qui est donc représentatif du cycle est le paramètre retenu ici (figure 3-4). A partir de ce module sécant, on peut définir une variable d'endommagement  $d$  telle que :

$$d = 1 - \frac{E_s}{E_{0,05}}$$

avec :  $E_s$  : module sécant du cycle considéré,

$E_{0,05}$  : module sécant du cycle réalisé à 0,05% de déformation longitudinale.

Les cycles de charge-décharge permettent également de mettre en évidence l'existence d'une éventuelle déformation résiduelle (figure 3-4). La déformation résiduelle a été relevée après chaque cycle de charge-décharge.

### 2.3.2. Analyse de l'endommagement

L'examen des éprouvettes a été effectué sur la face polie dans la partie centrale du fût. L'examen de coupes a permis de confirmer que l'endommagement au sein du matériau est similaire à celui détecté en surface [SIRON, 1996].

Par ailleurs, pour vérifier que l'aire choisie (5,236 mm<sup>2</sup>) est représentative de l'état de fissuration du matériau, une zone deux fois plus grande a été observée sur une éprouvette. Le nombre de fissures divisé par la surface observée est similaire dans les deux cas.

Pour mesurer le degré de fissuration matricielle, un indice de fissuration a été utilisé. Il est défini comme suit :

---

$$\text{indice de fissuration du mode } i = \frac{\text{nombre de fissures du mode } i}{\text{surface observée (mm}^2\text{)}}$$

L'indice total de fissuration prend en compte toutes les fissures observées sur la surface considérée.

Dans un premier temps, les indices de fissuration ont été estimés à l'état initial pour les quatre matériaux. Lors des essais de traction, l'apparition des nouvelles fissures, qui ne résultent pas de la prolongation de celles existant à l'état initial, a été quantifiée. La séquence d'apparition des fissures et leur nombre sont donc connus en fonction de la déformation longitudinale.

L'observation au microscope optique de la face polie de l'éprouvette après rupture a permis de vérifier que la zone examinée est bien représentative de l'ensemble du fût de l'éprouvette. La zone de rupture a également été observée.

Après la rupture des éprouvettes et les observations au microscope optique, les faciès de rupture ont été observés au Microscope Electronique à Balayage (MEB). L'aspect des faciès a été décrit, et la longueur de déchaussement des fibres a été estimée pour chaque nuance de matériau.

### 2.3.3. *Emission acoustique*

La chaîne d'acquisition de l'émission acoustique utilisée permet une analyse des signaux en terme de "coups" (dépassement d'un seuil préalablement défini) et de "salves" (série ininterrompue de coups). Ces signaux sont ensuite traités en nombre cumulé, distribution d'amplitude et de fréquence.

Différentes méthodes d'analyse des signaux d'émission acoustique ont été envisagées. Elles sont développées dans l'annexe 2. Celles que nous avons utilisées sont les suivantes : tout d'abord, le nombre de coups cumulés est corrélé avec la déformation non linéaire du matériau (figure 3-4). Ensuite, un dépouillement à trois variables a été testé sur les essais réalisés au laboratoire. Les graphes obtenus en amplitude et durée rejoignent ceux de Vaidya et Raju [VAIDYA, 1996]. Ces graphes permettent de connaître la répartition des signaux acoustiques au cours des essais, ainsi que l'évolution de leur forme à travers leur amplitude et leur durée. Cela permet d'obtenir une image représentative de l'émission acoustique au cours de l'essai en temps réel.

### 3. Résultats expérimentaux

#### 3.1. Comportement mécanique

Les courbes rassemblées à la figure 3-5 montrent que le comportement en traction des quatre matériaux est non linéaire. Le module d'Young initial, la contrainte et la déformation à rupture extraits de ces courbes sont présentés dans le tableau 2.

Matériau	$E_0$ (GPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$ (%)
Matériau 1	20,7±0,9	40±1,3	0,3±0,06
Matériau 2	18,4±0,2	34±1	0,26±0,05
Matériau 3	21,3±0,1	45,5±0,2	0,36±0,02
Matériau 4	19,9±0,7	35±1	0,22±0,005

Tableau 2 : Caractéristiques mécaniques des différents matériaux à température ambiante

Lors d'essais de traction à température ambiante, Siron [Siron, 1996] a déterminé in-situ les champs de déplacement dans les différentes

directions du matériau. Il a constaté que l'hétérogénéité structurale du matériau se répercute sur le champ de déplacement. Bien que l'utilisation d'un extensomètre à contact avec un écartement entre couteau supérieur à 10 mm permette d'obtenir une mesure du comportement moyen du matériau, les écarts de déformation longitudinale à rupture entre les éprouvettes de même matériau peuvent provenir de cette non uniformité du champ de déplacement au sein de l'éprouvette.

Les cycles de charge-décharge ont permis de mesurer les déformations résiduelles en fonction de la déformation longitudinale maximale imposée lors du cycle (figure 3-6).

L'évolution du paramètre d'endommagement en fonction de la déformation longitudinale est représentée à la figure 3-7.

Par rapport au matériau 1, les écarts observés sur les contraintes et les déformations à rupture et sur les modules initiaux sont de l'ordre de  $\pm 10\%$  de la valeur obtenue pour le matériau 1. Pour une déformation longitudinale de 0,2%, il apparaît un facteur 2 entre les valeurs des déformations résiduelles des matériaux 3 et 4 et celle du matériau 1 (figure 3-6). Un écart du même ordre est observé pour les variables d'endommagement des matériaux 1 et 3 par rapport au matériau 2 (figure 3-7). La nuance de matériau semble donc avoir un effet sur le comportement mécanique.

La figure 3-8 compare la variable d'endommagement et la déformation résiduelle pour les quatre matériaux. L'évolution de la déformation résiduelle en fonction de l'endommagement suit une loi analogue pour les différents matériaux. De plus, la figure 3-9 montre qu'il existe une relation de proportionnalité entre la déformation non linéaire et

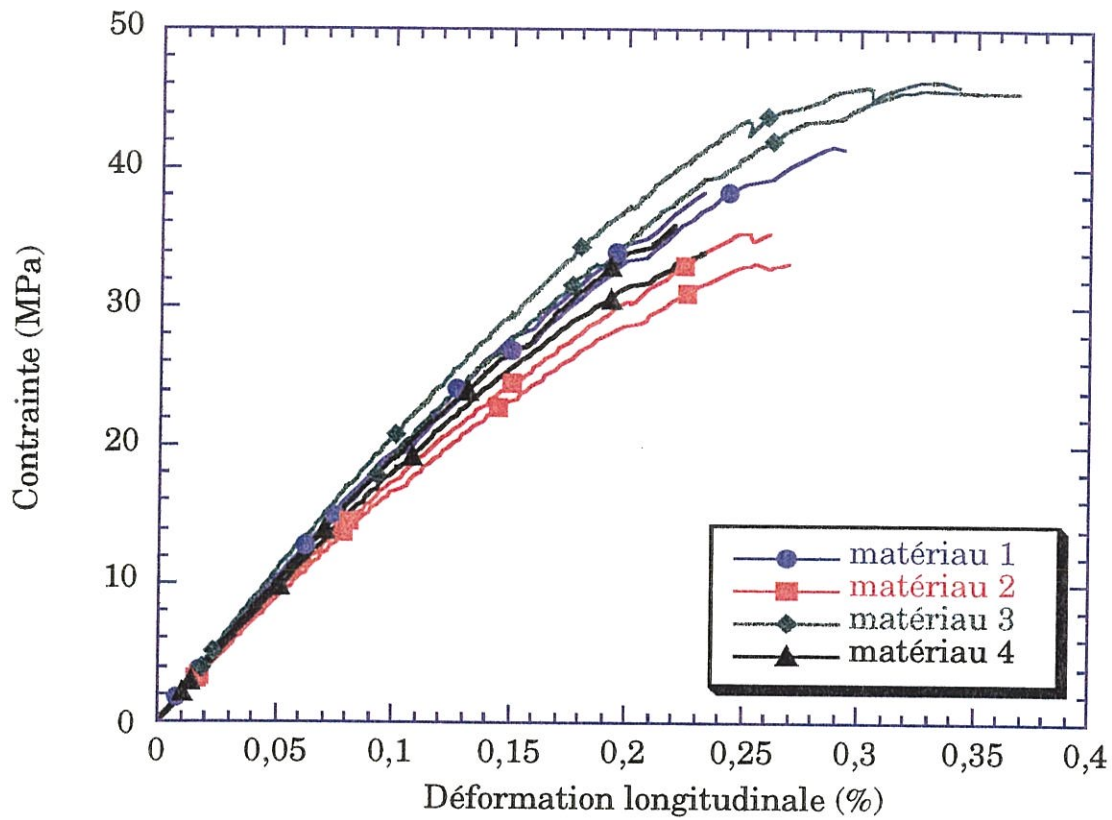


Figure 3-5 : Courbes de comportement en traction à température ambiante pour les quatre matériaux C/C

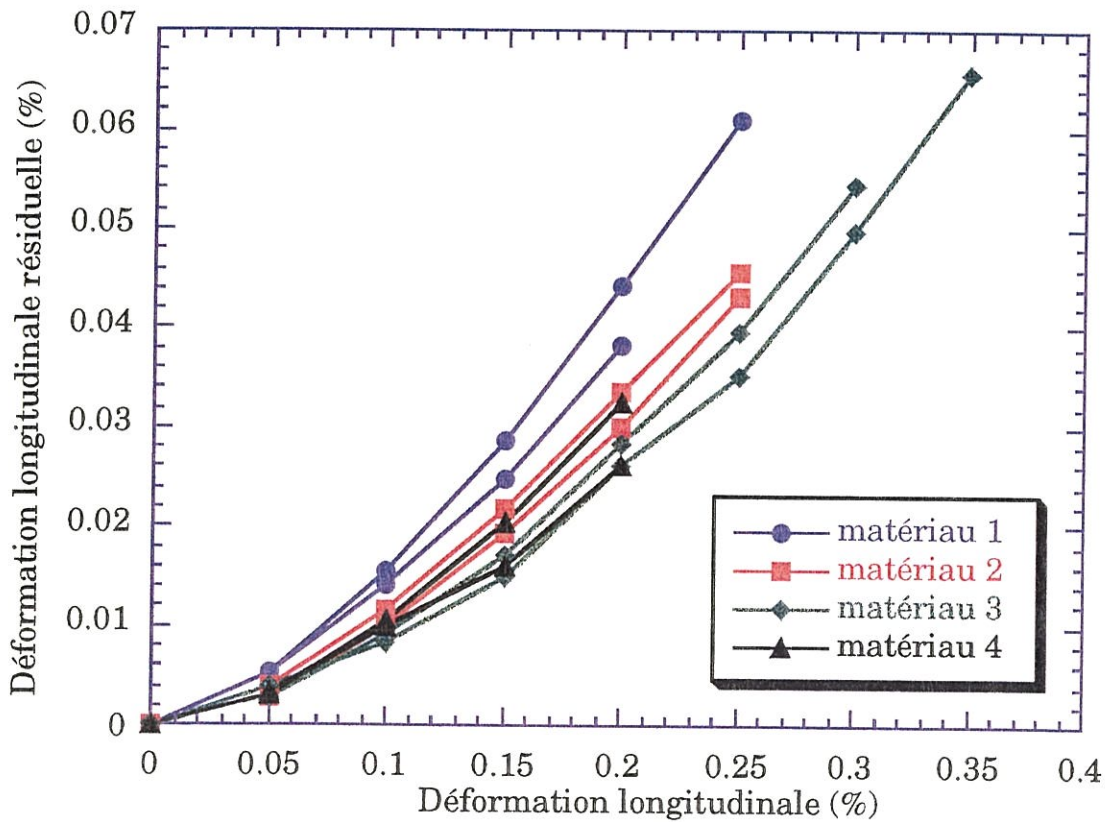


Figure 3-6 : Evolution de la déformation résiduelle en fonction de la déformation longitudinale maximale appliquée lors du cycle à température ambiante pour les quatre matériaux



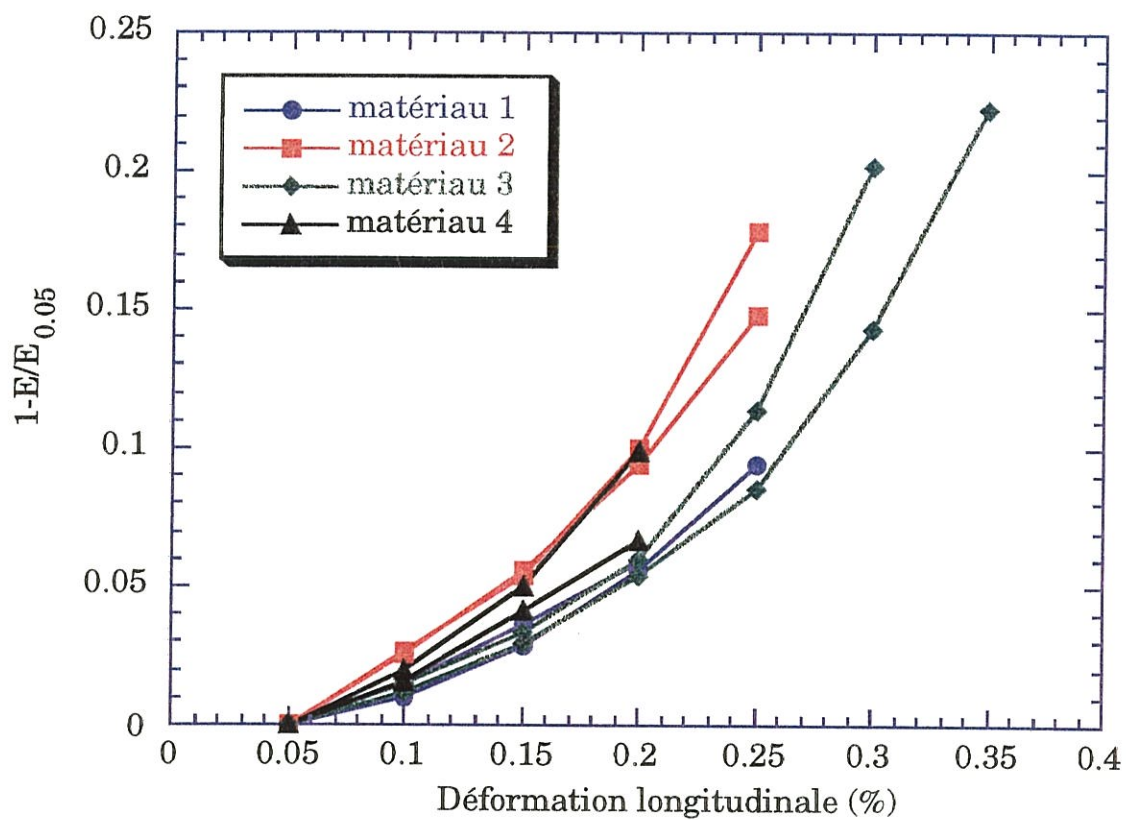


Figure 3-7 : Evolution de la variable d'endommagement en fonction de la déformation longitudinale à température ambiante pour les quatre matériaux





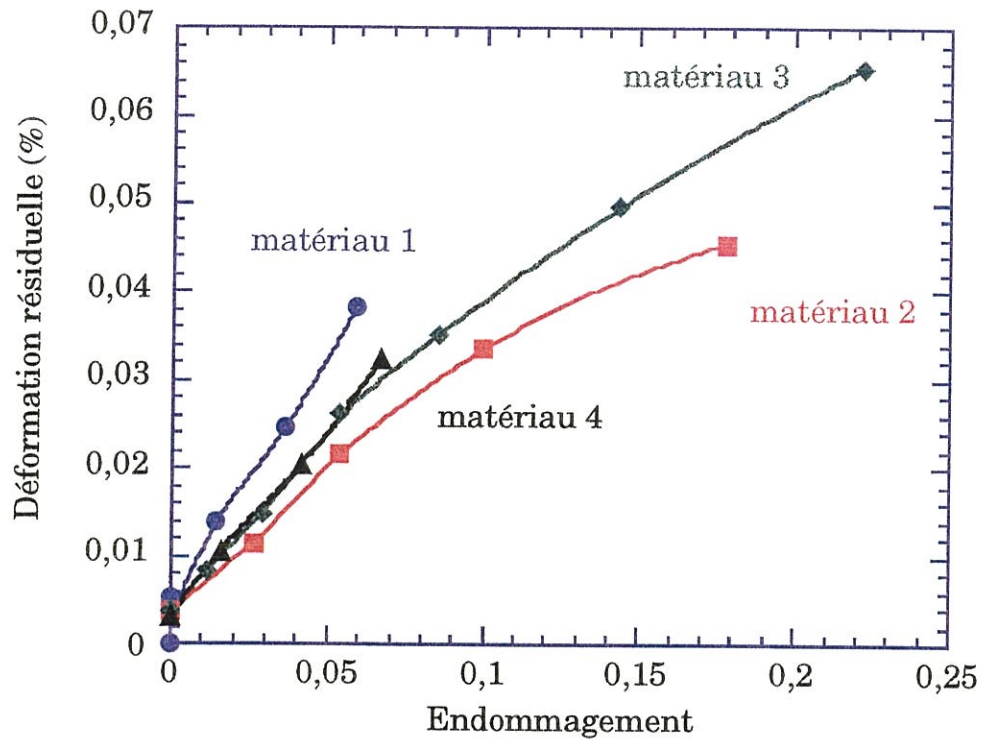


Figure 3-8 : Variations de la déformation résiduelle en fonction de la variable d'endommagement pour les quatre matériaux à température ambiante

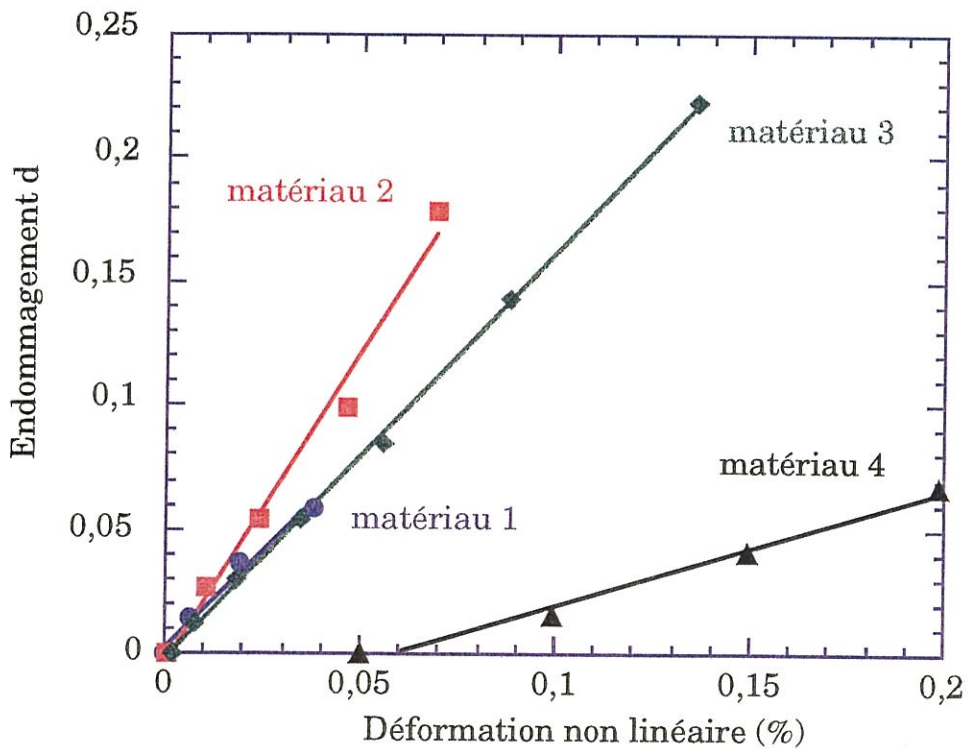


Figure 3-9 : Variations de la variable d'endommagement en fonction de la déformation non linéaire pour les quatre matériaux à température ambiante



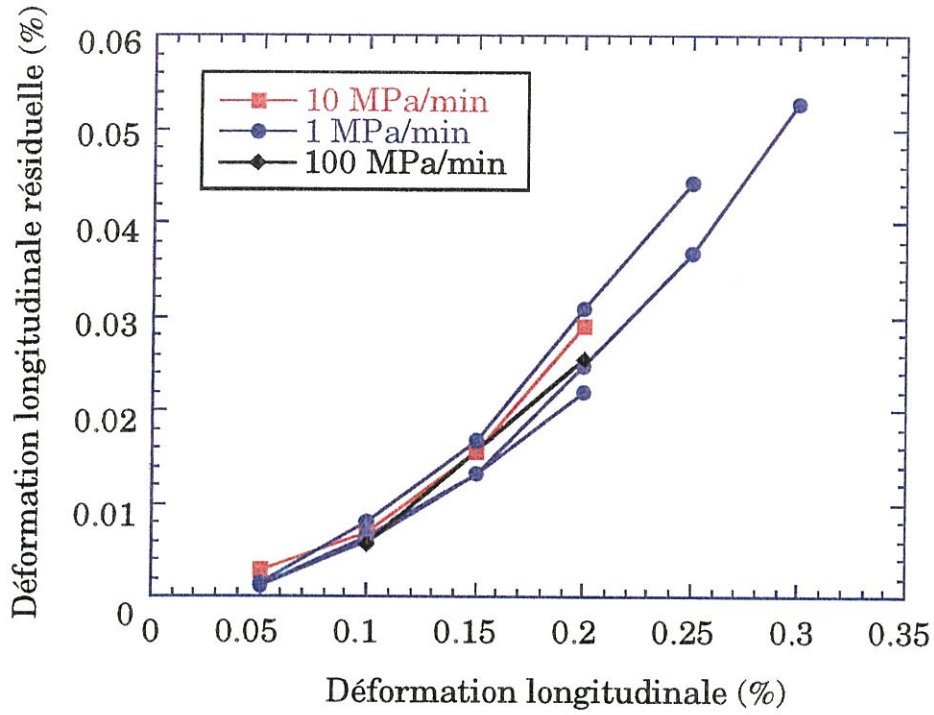
la perte de rigidité  $d$ , ce qui rejoint les observations de Siron, mais cette relation dépend en plus du matériau étudié.

L'influence de l'asservissement et de la vitesse de sollicitation a été étudiée sur le matériau 1. Pour la vitesse de référence (0,05 mm/min et 10 MPa/min) les courbes de comportement obtenues pour les deux modes d'asservissement se superposent. Les modules initiaux et les valeurs à rupture sont identiques. De plus, pour un même mode de chargement, une variation de vitesse n'a pas d'influence significative sur le comportement. On constate également que la déformation résiduelle et le paramètre d'endommagement ne sont pas non plus affectés par la vitesse de déformation (figure 3-10). Les écarts sont faibles.

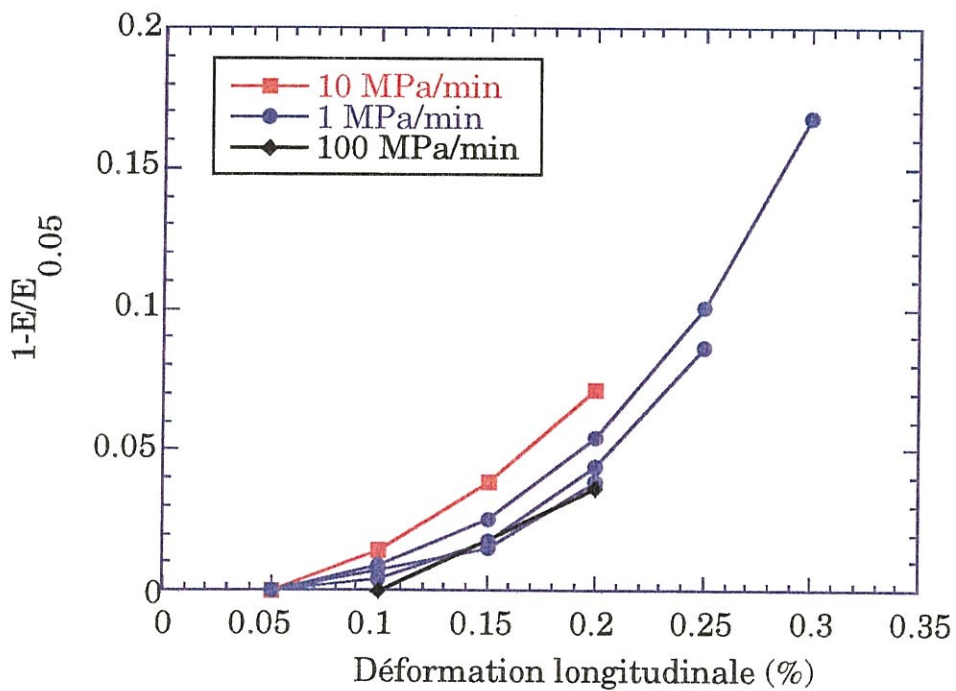
Le matériau étudié n'est pas affecté par la variation de l'asservissement, ni par la modification de la vitesse de traction. Cela montre donc qu'à température ambiante, il n'y a pas de phénomène visqueux. La présence de déformation résiduelle et la variation du module sécant doivent être expliquées par d'autres phénomènes.

On peut néanmoins se demander si les effets de bord peuvent avoir une influence sur le comportement mécanique de ces éprouvettes. Elles avaient une épaisseur de 5 mm (figure 3-1), correspondant à au moins une dizaine de couches de tissu. S'il y a un effet de bord, il n'affecte que les couches extérieures, ce qui est faible par rapport à l'ensemble du matériau. Les perturbations occasionnées peuvent alors être considérées comme minimales. De plus, les moyens de mesures utilisés (extensomètre à contact pour la déformation et capteur de force pour la contrainte) donnent des valeurs moyennes des caractéristiques mécaniques du matériau, et non des valeurs locales. Enfin nous n'avons pas observés de délamination





(a)



(b)

Figure 3-10 : Evolution (a) de la déformation résiduelle et (b) de la variable d'endommagement en fonction de la déformation longitudinale à température ambiante pour le matériau 1 à différentes vitesses de sollicitation



des éprouvettes. Il ne semble donc pas nécessaire de tenir compte des effets de bord pour les résultats mécaniques obtenus dans cette étude.

A température ambiante, les matériaux étudiés ont donc un comportement non linéaire endommageable avec présence de déformation résiduelle.

### 3.2. Description de l'endommagement

Deux familles de fissures ont été identifiées, à savoir :

- la fissuration intra-fil (mode a) (figure 3-11) préférentiellement dans les fils transverses, et plus particulièrement dans les fils Z. Ces fissures sont situées dans la matrice et/ou au voisinage de la fibre. Leur chemin de propagation est dicté par la forte anisotropie du pyrocarbone, ainsi que par la présence éventuelle de porosité. La fissuration intra-fil présente avant essai ne progresse généralement pas au cours de l'essai.

- la fissuration matricielle inter-fils (figures 3-12) se développe aux croisements des fils (mode b). Comme pour le mode a, le site d'amorçage est dicté par la porosité inter-fils couplée à la forte anisotropie du pyrocarbone.

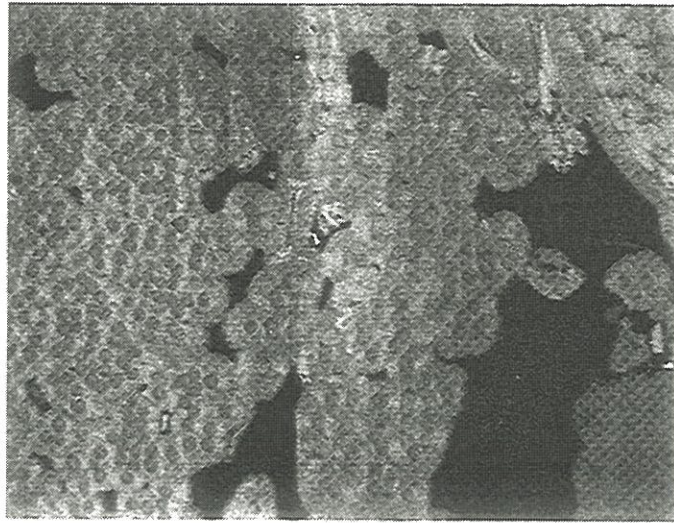
Ces deux modes de fissuration sont identiques à ceux observés par Siron [SIRON, 1996]. Par contre les macrofissures que Siron a détectées vers 0,3% de déformation longitudinale n'ont pas été observées sur ce matériau (figure 3-13).

Les indices de fissuration ont été évalués avant essai pour les différentes nuances de matériaux. Les résultats obtenus sur toutes les éprouvettes utilisées sont moyennés et présentés à la figure 3-14. La

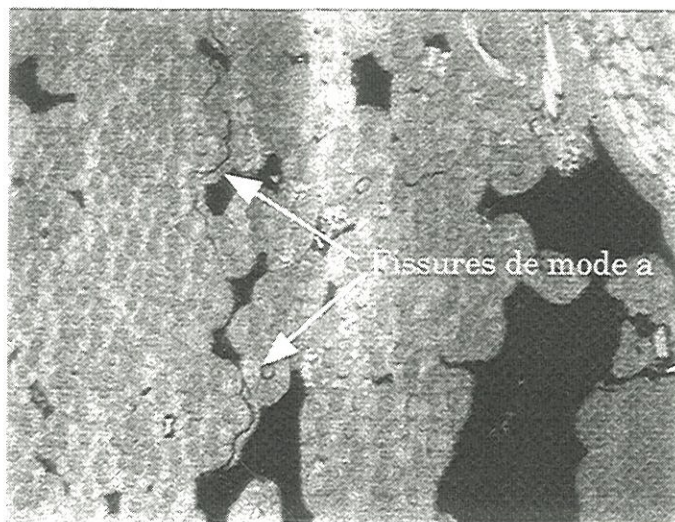




(a)



(b)



(c)

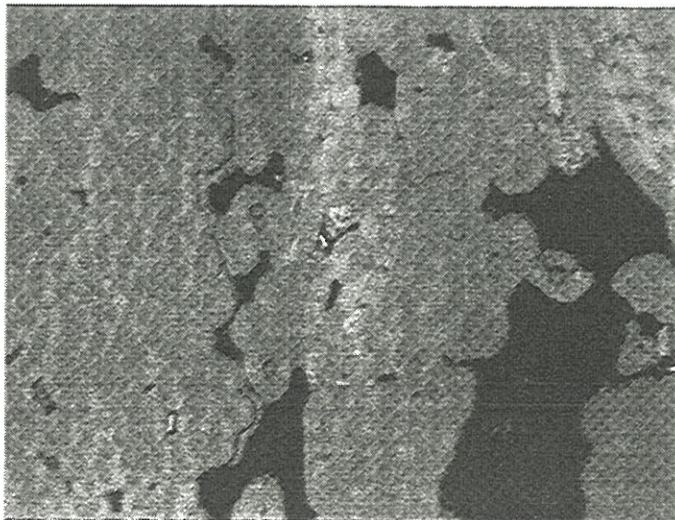
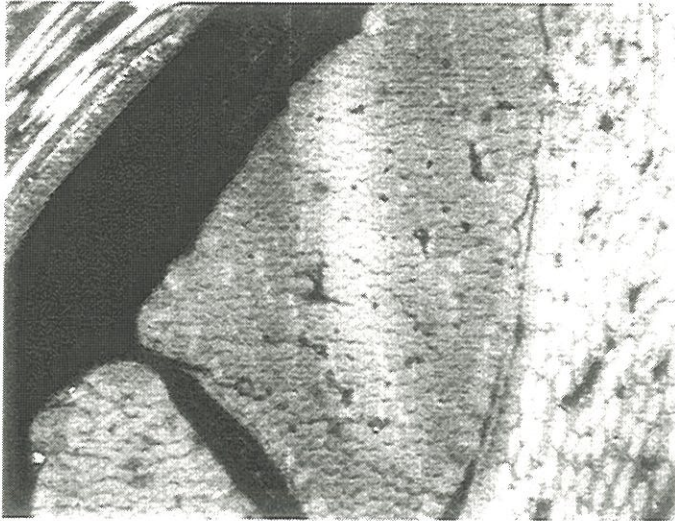


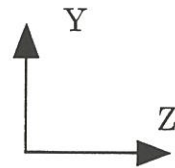
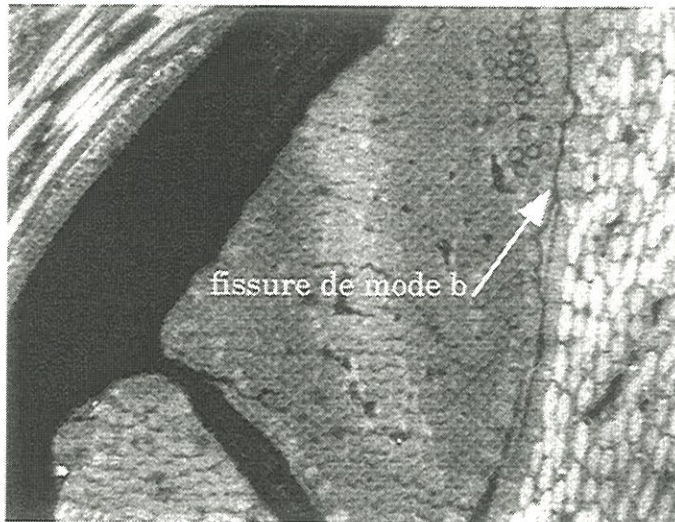
Figure 3-11 : Fissures de mode a parallèles à la sollicitation observées (a) à l'état initial, (b) à 0,2% de déformation longitudinale, et (c) après rupture pour le matériau 1



(a)



(b)



(c)



Figure 3-12 : Fissure de mode b parallèle à la sollicitation observée (a) à l'état initial, (b) à 0,2% de déformation longitudinale, et (c) après rupture pour le matériau 3



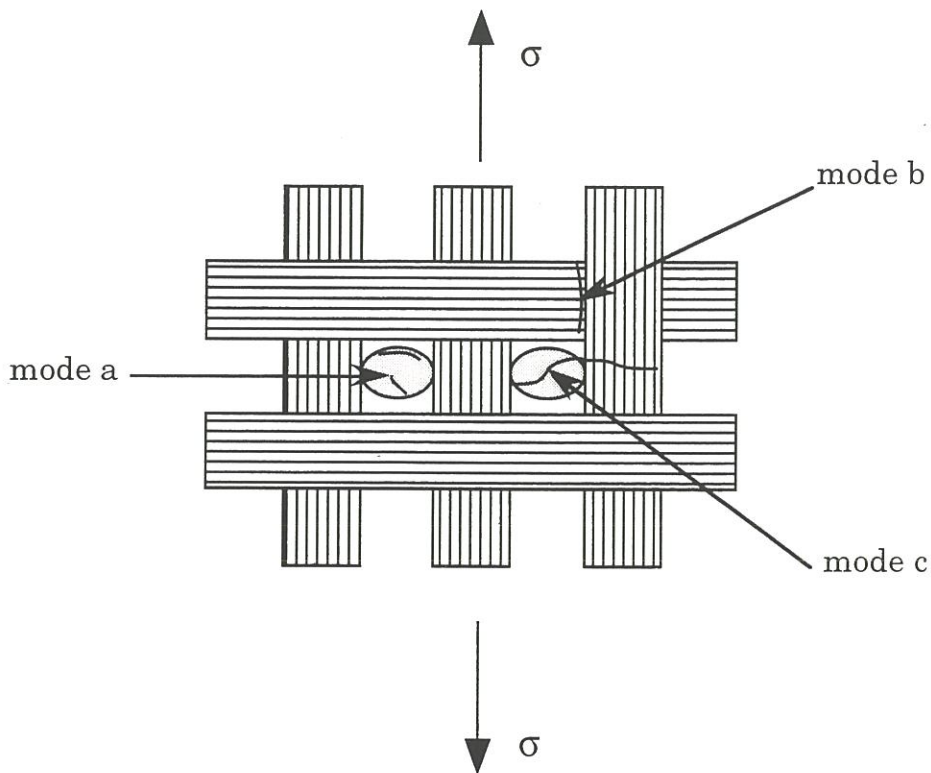


Figure 3-13 : Modes d'endommagement identifiés sous sollicitation de traction uniaxiale [SIRON, 1996]

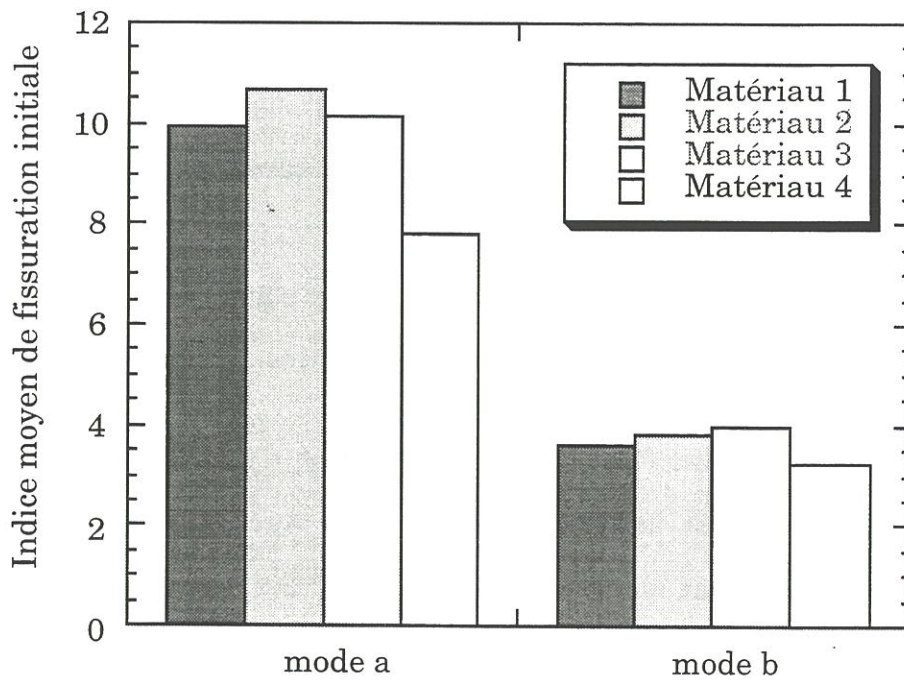


Figure 3-14 : Indices de fissuration initiale pour les quatre matériaux

dispersion étant de  $\pm 1,5$  fissures/mm<sup>2</sup> sur le mode a et de  $\pm 0,5$  fissures/mm<sup>2</sup> sur le mode b, les indices de fissuration moyens sont équivalents pour les matériaux 1, 2 et 3 et légèrement plus faibles pour le matériau 4, indiquant que ce dernier est légèrement moins endommagé à l'état initial.

Les évolutions des indices de fissuration ont été évaluées à certains niveaux de déformation longitudinale au cours des essais (figure 3-15). Pour les différentes nuances de matériau, les évolutions des indices de fissuration en fonction de la déformation sont similaires et pratiquement linéaires. Le niveau de départ des courbes dépend de l'état d'endommagement initial des matériaux.

Globalement, le matériau pour lequel on observe la création du plus grand nombre de fissures de mode a est le matériau 3, tandis que pour le mode b, c'est le matériau 1. Il est à noter que la déformation à rupture du le matériau 3 est plus importante que celle des autres matériaux.

Après les essais, les zones de rupture ont été observées de façon privilégiée au microscope optique. Il semble que la rupture se produit de façon préférentielle dans les zones d'embuvage, et non loin des zones d'aiguilletage (figure 3-16). Des zones de délaminage interstrate sont également présentes, et cela pour les différentes nuances de matériau.

Les observations au MEB ont permis d'estimer la longueur de déchaussement pour les quatre matériaux. Aucun écart significatif n'a été observé, d'autant plus que la précision des mesures n'est pas très bonne et que les valeurs semblent naturellement dispersées. On constate néanmoins que les faciès de rupture présentent tous des fibres déchaussées (figure 3-17). Pour le matériau 3, on observe la présence de

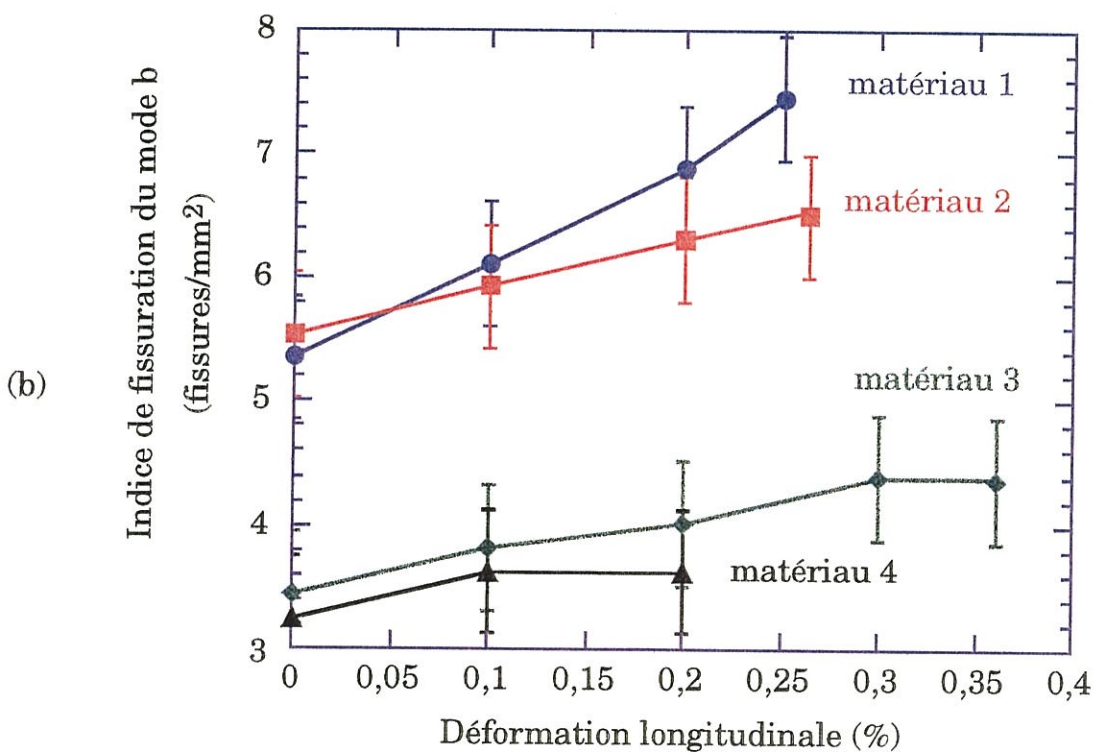
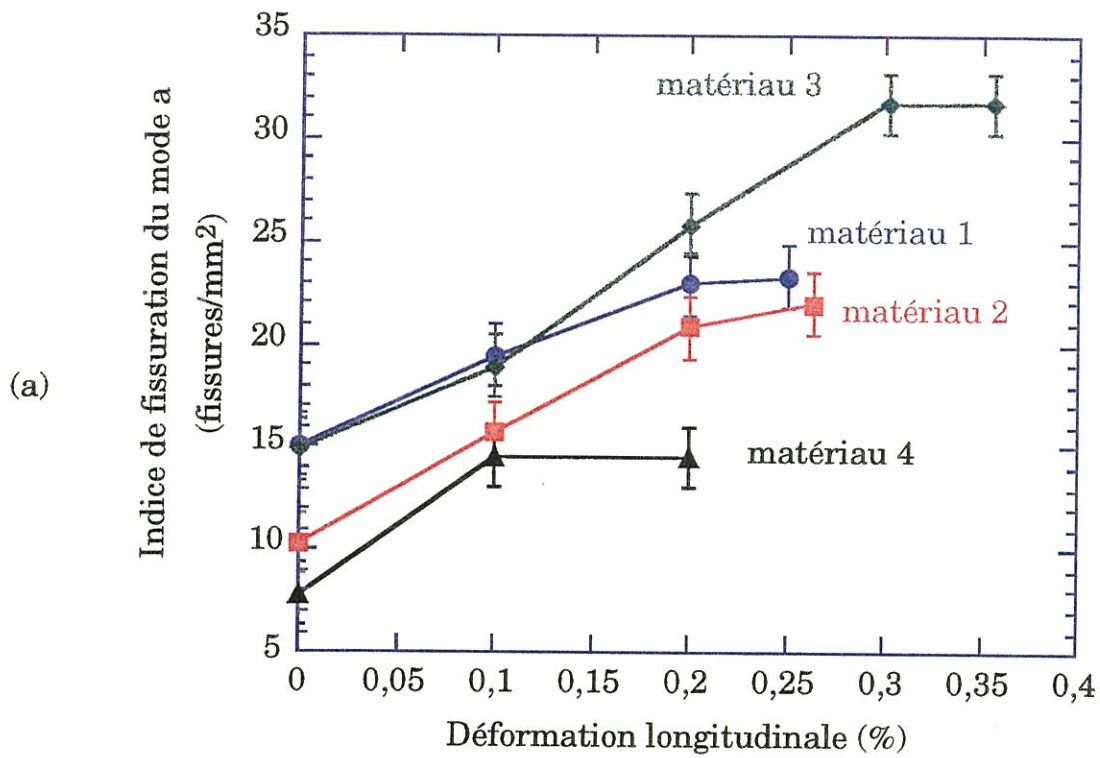


Figure 3-15 : Evolution des indices de fissuration (a) du mode a et (b) du mode b en fonction de la déformation longitudinale pour les quatre matériaux





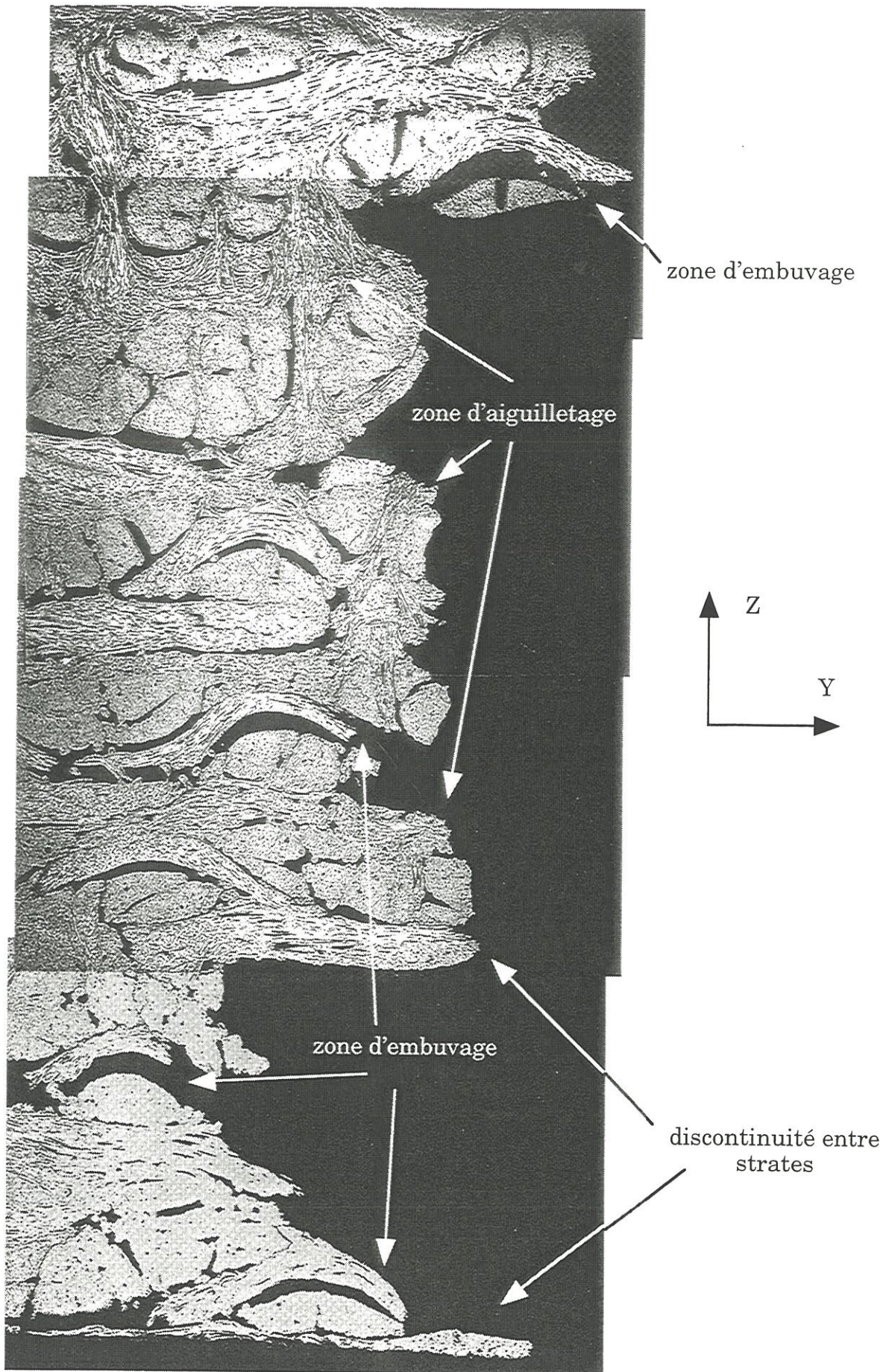
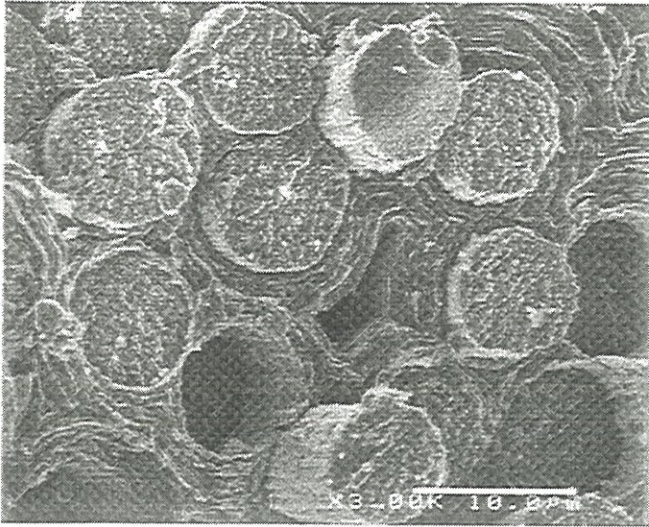
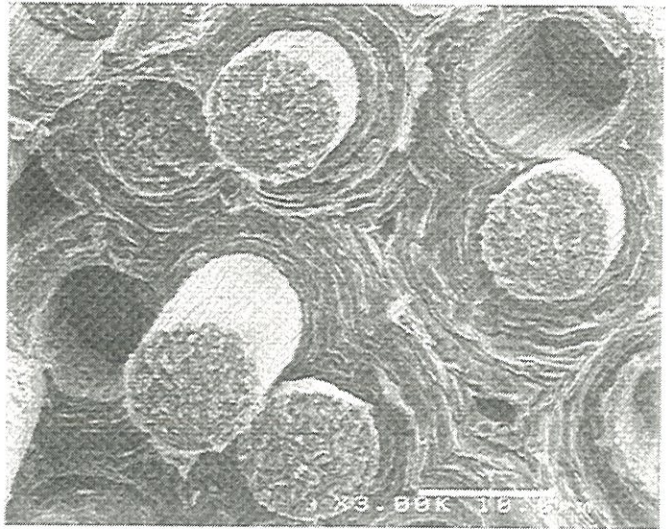


Figure 3-16 : Faciès de rupture d'une éprouvette de matériau 1 (x 32)

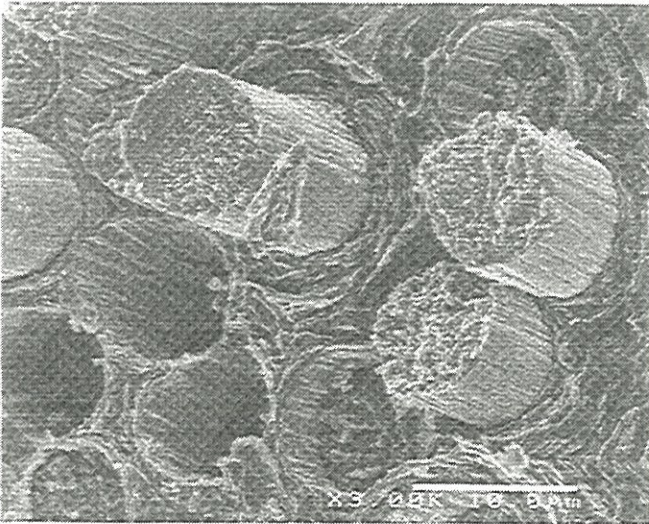




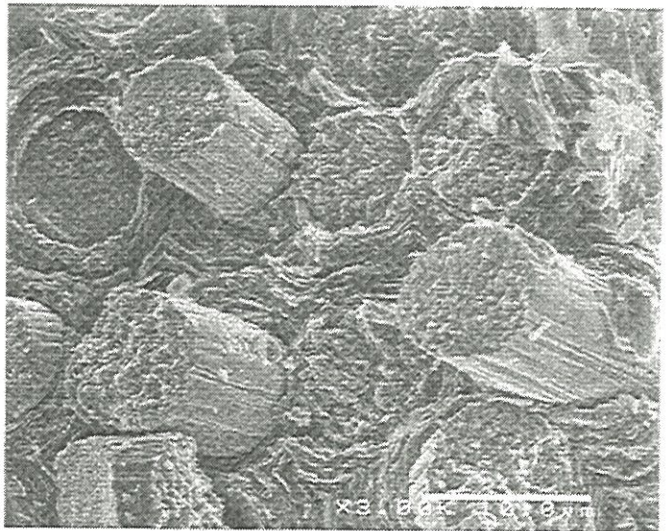
Matériau 1



Matériau 2



Matériau 3



Matériau 4

Figure 3-17 : Faciès de rupture des quatre matériaux à température ambiante



blocs de matrice sur les fibres, ce qui suggère que la liaison fibre-matrice pourrait être plus importante que pour les autres matériaux.

### 3.3. Etude de l'émission acoustique

Un des moyens d'exploitation utilisés est l'évolution du nombre de coups cumulés en fonction de la déformation non linéaire. Ces graphes ont été construits pour les trois matériaux, le matériau 4 n'ayant pas été testé avec le même capteur (figure 3-18). On constate que l'évolution du nombre de coups cumulés en fonction de la déformation non linéaire est pratiquement linéaire, ce qui rejoint les résultats de Tallaron [TALLARON, 1996]. En revanche, on constate que la pente dépend du matériau testé.

Le second moyen d'exploitation utilisé est la construction de graphiques 3D représentant la durée de la salve en fonction de la contrainte appliquée et de l'amplitude de cette salve. Ces graphes ont été établis pour les matériaux 1, 2 et 3 (figure 3-19). Globalement, ces trois graphes ont la même allure. L'émission acoustique commence un peu plus tard pour le matériau 1, et un nombre de salves plus important a été enregistré pour le matériau 3. Or ce matériau a une contrainte à rupture plus élevée que les deux autres matériaux. De plus, c'est pour ce matériau qu'on obtient l'indice de fissuration le plus élevé.

## 4. Discussion

### 4.1. Rôle des fibres et de la matrice sur la rupture des composites C/C

Le suivi in-situ de l'endommagement des composites C/C a montré que l'endommagement résulte de la fissuration de la matrice. A aucun



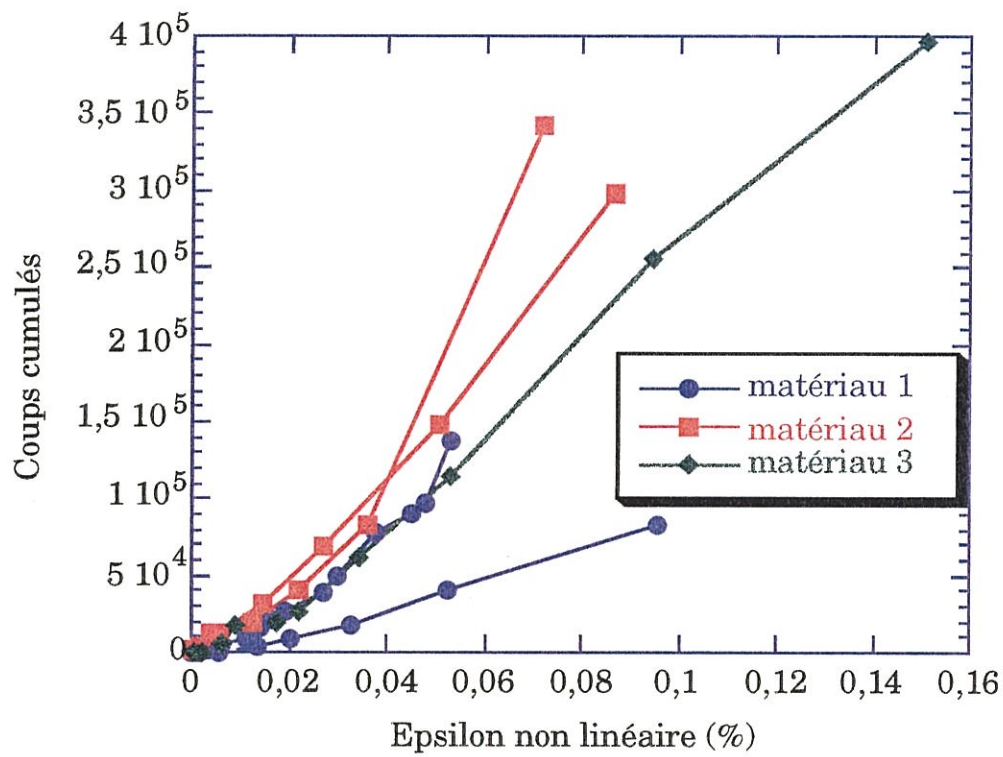
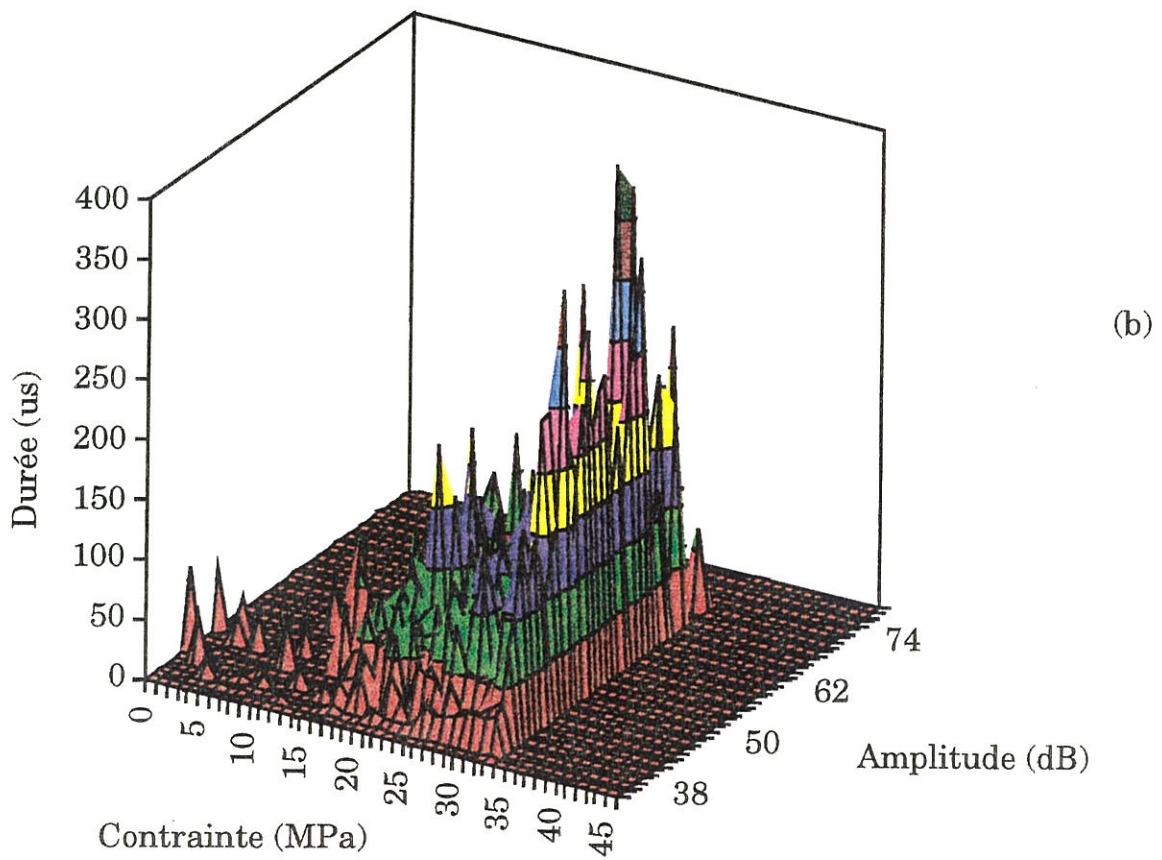
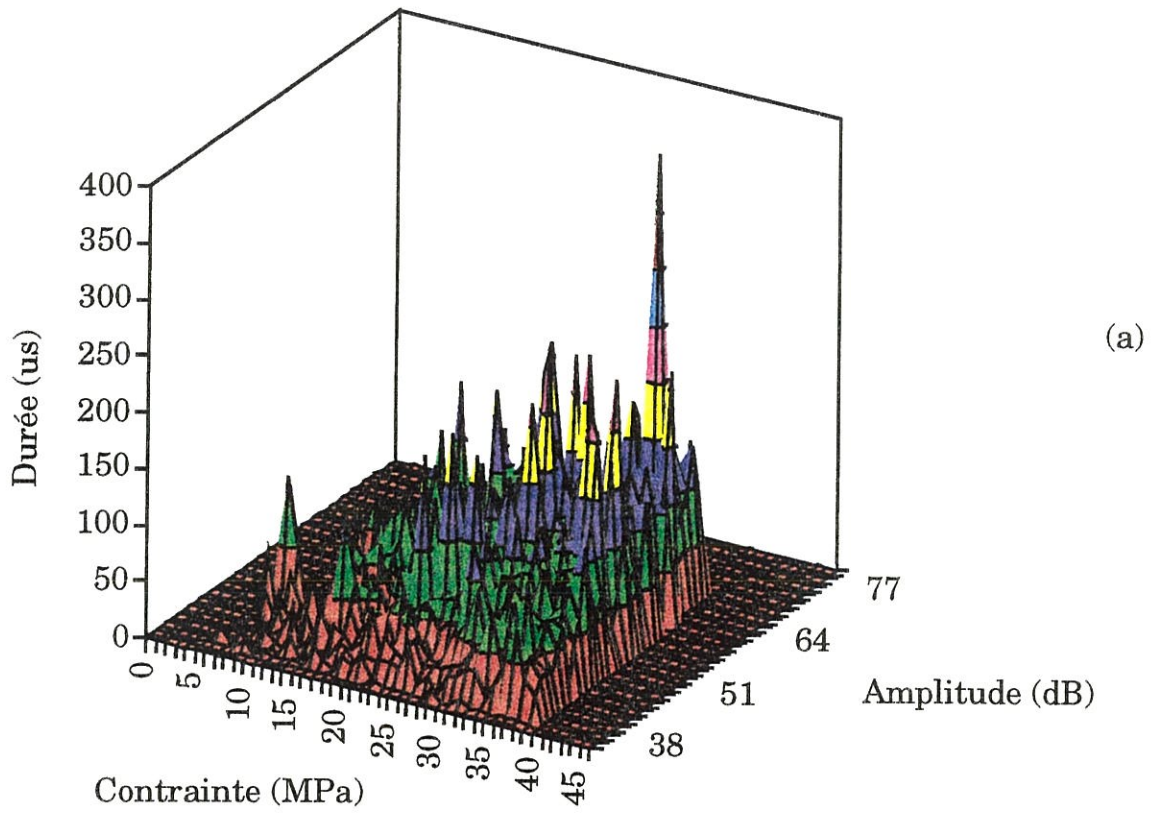


Figure 3-18 : Evolution du nombre de coups cumulés en fonction de la déformation non linéaire en cours d'essai à température ambiante pour les quatre matériaux









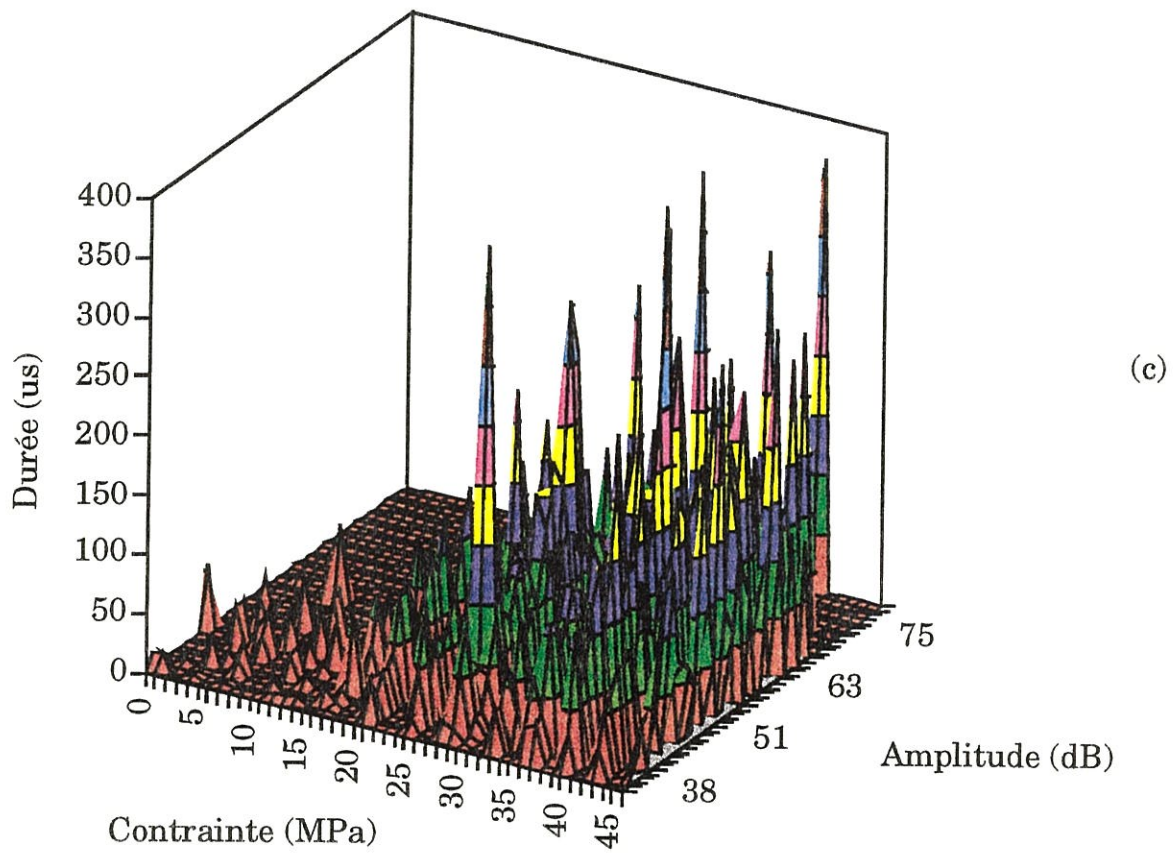


Figure 3-19 : Evolution de la durée de la salve en fonction de la contrainte appliquée et de l'amplitude du signal pour (a) le matériau 1, (b) le matériau 2 et (c) le matériau 3 à température ambiante



niveau de charge ni pour aucune des différentes nuances de matériau étudiées, il n'a été observé de rupture de fibre en cours d'essai. Par contre, plus la charge augmente, plus la matrice est fissurée. Cela rejoint les observations effectuées par Siron [SIRON, 1996]. Cela suggère que la rupture du matériau est déterminée par les fibres car la matrice est largement détériorée avant la rupture.

La question suivante se pose alors : est-il possible de calculer la contrainte à rupture du composite à partir des données obtenues précédemment pour les fibres et sur fils bruts ?

Pour les fils bruts traités à 2200°C, la contrainte à rupture moyenne obtenue est :  $\sigma_{\text{fil brut}} = 1614 \pm 357$  MPa pour une longueur de jauge de 25 mm.

Le composite étudié possède une fraction volumique de fibre de 25 % dont la répartition au sein de la préforme et avant infiltration de la matrice suivant les trois directions de renfort X, Y et Z est respectivement de 40 %, 40 % et 20 %.

Ainsi, la contrainte à rupture du composite peut être évaluée en utilisant la loi des mélanges simplifiée des termes mettant en jeu la matrice, donnée par la relation (1).

$$\sigma_{\text{composite}} = \sigma_{\text{fil brut}} \times V_f \quad (1)$$

avec  $V_f$  : fraction volumique de fibres dans la direction considérée

La contrainte alors obtenue est de  $161 \pm 36$  MPa. Cette valeur est voisine de la contrainte à rupture obtenue par Siron dans la direction X ( $126 \pm 5$  MPa) pour un matériau similaire.

Il est à noter que dans la direction X, les fils qui supportent l'effort ne présentent pas d'angle d'embuvage. Or, ce n'est pas le cas dans la direction Y. De plus, les observations effectuées après rupture sur les éprouvettes sollicitées dans la direction Y ont montré que les ruptures des fibres se produisent de façon préférentielle dans les zones d'embuvage. En effet, d'après Siron, la différence observée entre les directions X et Y provient d'un gradient de contraintes longitudinales de tension dans les zones d'embuvage ainsi que des composantes de cisaillement. Ainsi, la sollicitation de flexion imposée au fil Y dans les zones d'embuvage provoque une surcontrainte par rapport à la valeur moyenne de contrainte de tension.

Pollock a développé un modèle de résistance des matériaux pour décrire l'influence de l'embuvage sur le comportement mécanique du fil [POLLOCK, 1990]. Il utilise un mode de sollicitation équivalent de flexion pour déterminer la nature de la sollicitation mécanique provoquant la rupture du fil (traction, flexion ou cisaillement pur) en fonction de l'angle d'embuvage. La figure 3-20 compare les valeurs expérimentales des forces à rupture des fils et celles déduite du modèle en fonction de l'angle d'embuvage moyen.

En utilisant la prévision de rupture en fonction de l'angle d'embuvage proposée par Pollock, il apparaît un facteur 2 sur la contrainte à rupture entre une sollicitation sans embuvage et une sollicitation dans un angle d'embuvage de 28°. Cela explique l'écart observé par Siron entre la direction X ( $\sigma_x = 126 \pm 5$  MPa) et la direction Y ( $\sigma_y = 64 \pm 5$  MPa) [SIRON, 1996]. Pour un angle de 37,6°, le facteur correctif est d'environ 2,75.

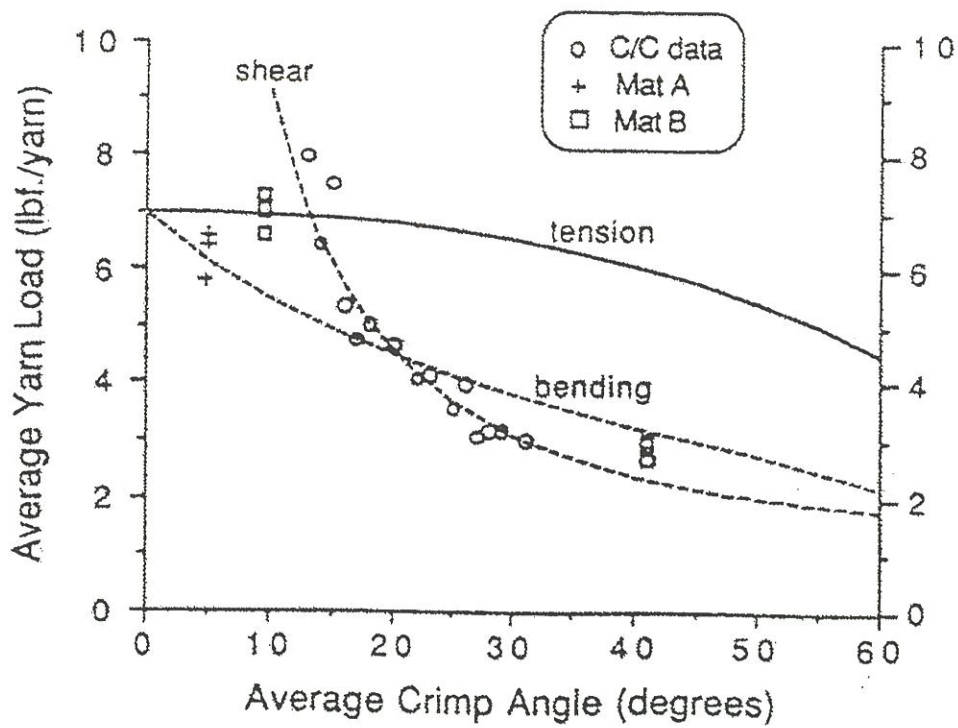


Figure 3-20 : Pr evision de la r upture   l' chelle du fil en fonction de l'angle d'embuvage moyen [POLLOCK, 1990]



Ainsi, la contrainte à rupture du composite dans la direction Y estimée à partir de la contrainte à rupture des fils de carbone devient :

$$\sigma_{\text{composite}} = \sigma_{\text{fil brut}} \times V_{fY} \times \frac{1}{\text{facteur correctif } (\theta)} \quad (2)$$

avec  $V_{fY}$  : fraction volumique de fibres dans la direction Y

facteur correctif ( $\theta$ ) : rapport entre les forces obtenues par Pollock pour un angle de  $0^\circ$  et un angle égal à l'angle d'embuvage moyen (ici, 2,75)

La valeur obtenue de  $58 \pm 14$  MPa est légèrement plus élevée que les contraintes moyennes à rupture à température ambiante obtenues sur les matériaux étudiés (tableau 2).

L'écart entre le calcul et l'expérience s'explique par la précision modérée des résultats des essais sur fils bruts. De plus, le matériau étudié est aiguilleté, ce qui perturbe les renforts dans les sens X et Y. Enfin, la direction Y est la direction de recouvrement, les fibres ne sont pas des fibres longues. Les deux procédés, aiguilletage et recouvrement, ne peuvent que dégrader les propriétés du matériau et donc induire un écart entre le calcul et l'expérience.

Mais globalement, à partir des essais sur fils bruts traités à  $2200^\circ\text{C}$ , il est possible, en utilisant la loi des mélanges et en tenant compte de la fraction volumique et de l'angle d'embuvage, de déduire une valeur de la contrainte à rupture des composites C/C. En effet, la rupture est déterminée par les fibres et se produit de préférence dans les zones d'embuvage. Par contre, la matrice, fissurée avant la rupture, n'a pas un rôle prépondérant sur le niveau de rupture du composite.

#### 4.2. Origine des écarts de contrainte à rupture entre les nuances de matériaux

Lors des essais de traction effectués dans les mêmes conditions sur les différentes nuances de matériau, un écart entre les contraintes à rupture a été observé (tableau 3). Pour expliquer cet écart, plusieurs facteurs ont été mis en cause. Tout d'abord, la densité et l'état de la liaison fibre-matrice ne sont pas les mêmes pour les quatre matériaux. De plus, il faut également tenir compte de la dispersion naturelle de ce type de matériau, qui est de l'ordre de 10% [SEP, 1987].

Dans un premier temps, nous allons nous affranchir de l'effet de la densité. En effet, on sait que sur un même matériau, un écart de densité de 0,05 provoque un écart de 1,5 GPa sur le module initial et de 3 MPa sur la contrainte à rupture [SEP, 1987]. En revanche, il n'y a pas d'effet sur la déformation à rupture.

Matériau	$\sigma_r$ (MPa)	Densité
Matériau 1	40±1,3	1,8
Matériau 2	34±1	1,75
Matériau 3	45,5±0,2	1,8
Matériau 4	35±1	1,75

Tableau 3 : Comparaison de la contrainte à rupture, de la densité et de l'état de la liaison fibre-matrice pour les quatre matériaux à température ambiante

Ainsi, pour pouvoir comparer les matériaux à iso-densité, les contraintes à rupture des matériaux 2 et 4 sont augmentées de 3 MPa. Les écarts alors obtenus sont représentés à la figure 3-21. La dispersion de 10% y est représentée. Les matériaux 1, 2 et 4 sont équivalents. Par contre, la contrainte à rupture du matériau 3 est légèrement plus importante (environ 5 MPa).

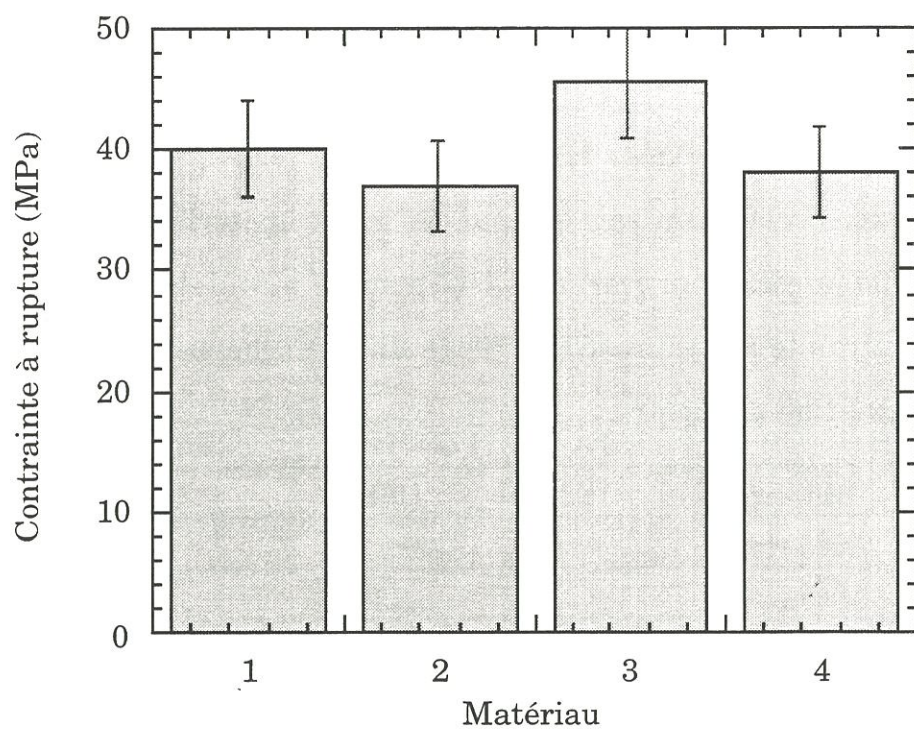


Figure 3-21 : Contrainte à rupture corrigée de l'effet de la densité pour les quatre matériaux à température ambiante

Or, c'est le seul matériau qui a subi un second THT à 1600°C. D'après le chapitre 2, les fibres de carbone traitées à 1600°C ont une contrainte à rupture supérieure à celles traitées à 2200°C. Il est possible que le THT à 1600°C entraîne une amélioration des caractéristiques mécaniques des fibres, ce qui peut expliquer l'écart entre les matériaux 1 et 3.

Ainsi, les écarts de contrainte à rupture observés sur les différentes nuances de matériau proviennent de la différence de densité entre ces matériaux, de la dispersion naturelle des matériaux, mais également de l'influence de la température du second THT sur les caractéristiques mécaniques des fibres.

#### 4.3. Variation de la déformation longitudinale à rupture

La variation de la déformation longitudinale est un élément essentiel des essais mécaniques de traction. Pour pouvoir étudier cette déformation longitudinale, nous l'avons divisée en trois parties. Nous avons défini trois déformations (figure 3-22) : la déformation dite linéaire,  $\epsilon_{lin}$ , qui est définie par :

$$\epsilon_{lin} = \frac{\sigma_{appliquée}}{E_0},$$

la déformation résiduelle,  $\epsilon_{res}$ , et la déformation provoquée par la fissuration de la matrice, notée  $\epsilon_d$  :

$$\epsilon_d = \frac{d}{1-d} \cdot \frac{\sigma_{appliquée}}{E_0},$$

où  $d$  est la variable d'endommagement définie précédemment. D'où le découpage de la déformation longitudinale  $\epsilon$  :

$$\epsilon = \epsilon_{lin} + \epsilon_{res} + \epsilon_d$$

Pour chaque niveau de déformation longitudinale, il est possible de déterminer les parts respectives des trois déformations  $\epsilon_{lin}$ ,  $\epsilon_{res}$  et  $\epsilon_d$ . Ce découpage a été effectué pour la déformation à rupture pour les différents matériaux étudiés. Le résultat est présenté à la figure 3-23.

Globalement, les matériaux 1 et 4 sont équivalents. En revanche, pour les matériaux 2 et 3, la déformation associée à l'endommagement de la matrice est plus grande. C'est cette augmentation qui intervient dans les différences de déformation longitudinale à rupture.

Or, d'après la figure 3-15, on constate que le matériau 3 est le matériau pour lequel on observe le plus de création de fissures, suivi par le matériau 2. La variation du module et donc la variation de déformation longitudinale qui s'en suit semblent suivre l'apparition des fissures des modes a et b.

En ce qui concerne la déformation résiduelle, elle est la plus importante pour le matériau 3. Or, d'après la figure 3-15, ce matériau a également l'indice de fissuration le plus fort. Le matériau 4 qui a la plus faible déformation résiduelle, admet également l'indice de fissuration le plus faible.

Ainsi, si l'on compare la déformation résiduelle à l'indice total de fissuration (figure 3-24), on obtient une variation linéaire. De même, lorsque l'on compare la déformation associée à la variation de module avec l'indice de création de fissure, on obtient là encore une variation linéaire.

Il semble donc qu'il existe un lien entre la déformation résiduelle et le nombre de fissures présentes dans le matériau, et que la variation de

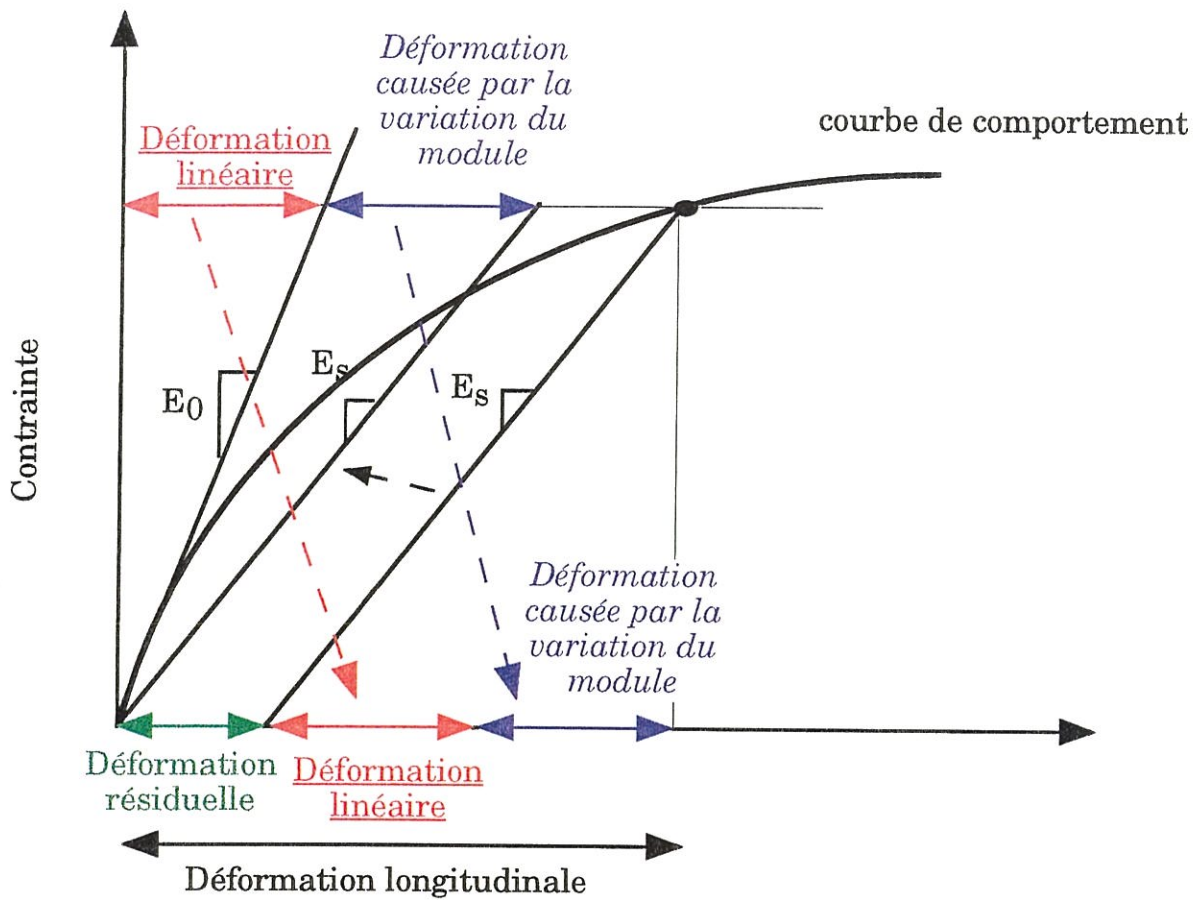


Figure 3-22 : Définition des déformations linéaire, résiduelle et causée par la variation de module

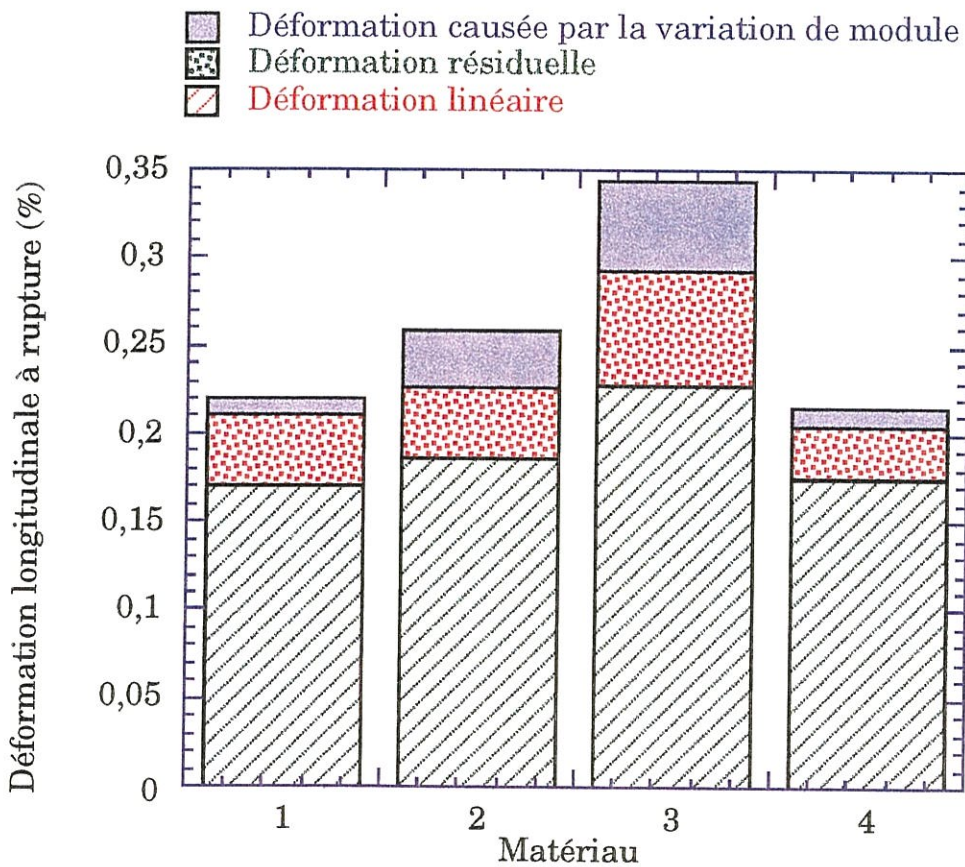


Figure 3-23 : Répartition des déformations à rupture pour les quatre matériaux à température ambiante



module est sensible aux fissures qui apparaissent pendant l'essai mécanique.

#### 4.4. Emission acoustique

L'émission acoustique a été enregistrée pendant tous les essais de traction dans le but de suivre l'endommagement du matériau en temps réel provoqué par la fissuration de la matrice. Dans un premier temps, nous avons voulu savoir s'il existe une relation entre les fissures créées en cours d'essai et l'émission acoustique.

Pour cela, l'indice de fissuration des fissures créées a été comparé au nombre de salves enregistrées (figure 3-25). Les courbes obtenues dépendent du matériau testé. Or cette dispersion en fonction du matériau peut être provoquée par une variation du dispositif expérimental. En effet, l'épaisseur de couplant pour fixer le capteur n'est pas strictement identique et l'on peut imaginer que d'un essai à l'autre, pour une même variation de l'indice de fissuration, le nombre de salves enregistrées ne soit pas le même.

Pour s'affranchir de ce problème du dispositif, nous avons normalisé le nombre de salves de façon que les pentes initiales des courbes soient identiques (figure 3-26). Dans ce cas, on constate que la tendance observée ne varie pas en fonction du matériau testé. De plus, il est à noter que l'augmentation du nombre de salves n'est pas strictement proportionnelle à celle de l'indice de fissuration. Il semble donc que l'activité acoustique n'est pas uniquement provoquée par l'apparition de fissures.

On peut alors se demander quels sont les phénomènes qui peuvent provoquer de l'émission acoustique. En plus des apparitions de fissures, il





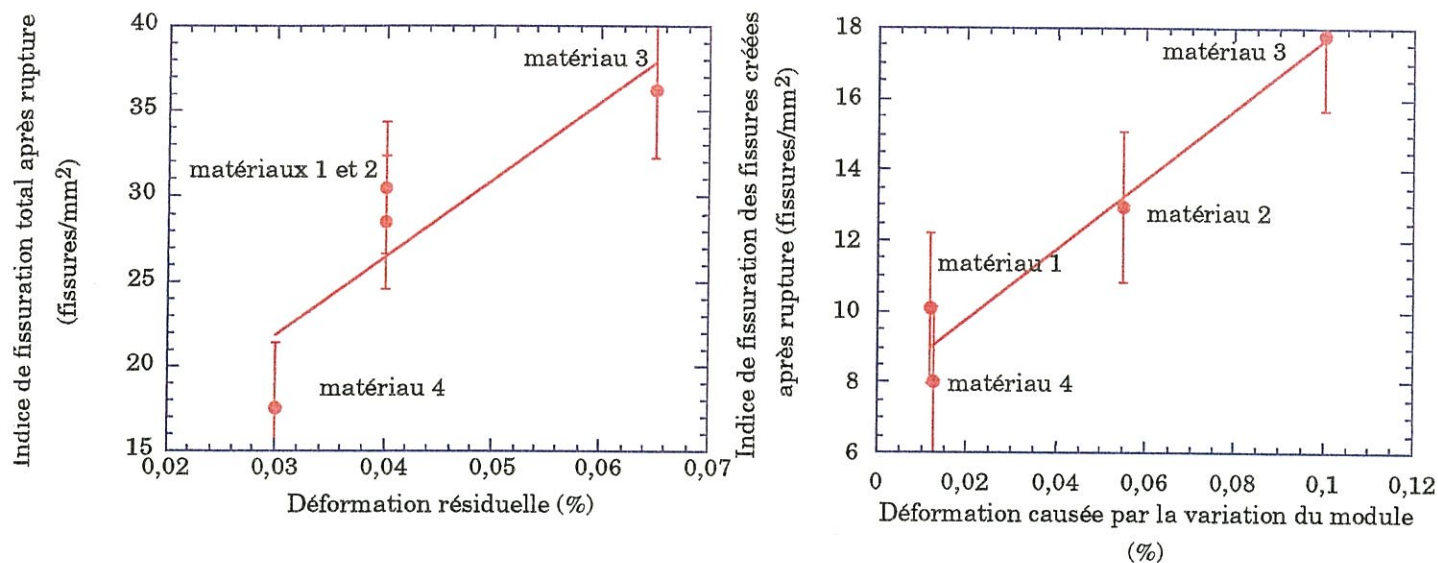


Figure 3-24 : Corrélation entre les indices de fissuration et les différentes déformations après rupture à température ambiante pour les quatre matériaux

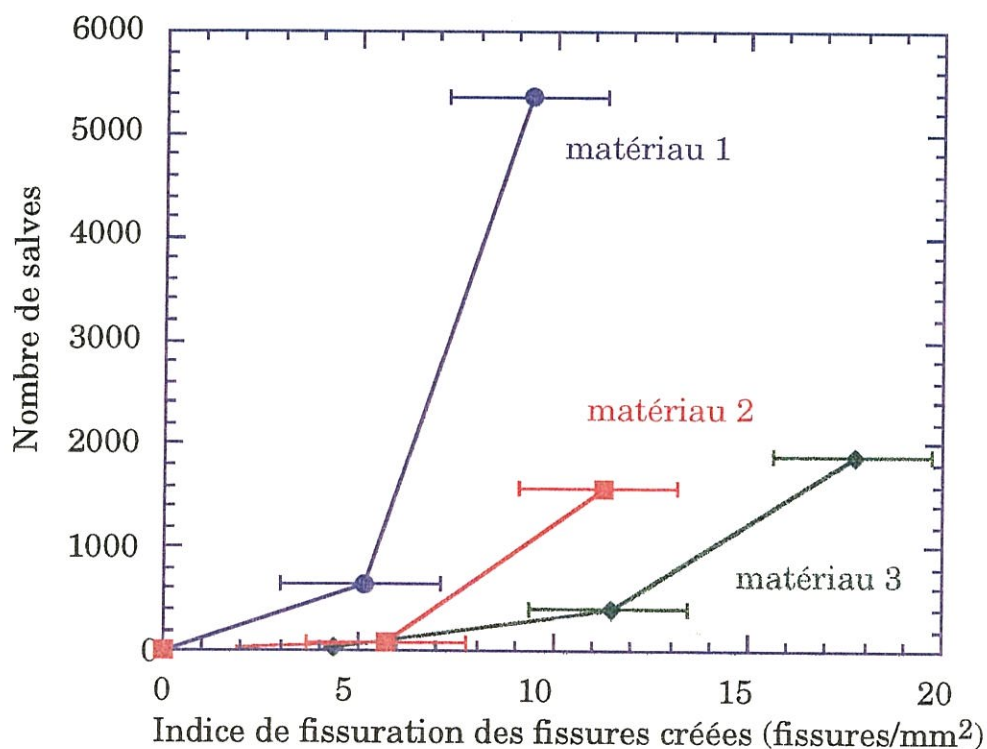


Figure 3-25 : Nombre de salves enregistrées en fonction de l'indice de fissuration des fissures créées à température ambiante



peut y avoir des frottements qui ont lieu pendant l'ouverture ou la fermeture des fissures existantes.

Un paramètre qui prend en compte l'apparition de fissures et les fissures existantes est la déformation résiduelle. Nous avons donc effectué une comparaison entre le nombre de salves enregistrées et la déformation résiduelle des matériaux (figure 3-27). Là encore, il apparaît une dispersion des résultats. Pour nous affranchir des écarts liés au dispositif d'essai, nous avons normalisé le nombre de salves, comme précédemment, de façon à obtenir une pente initiale égale pour les trois matériaux (figure 3-28). Dans ce cas, la dispersion en fonction du matériau est beaucoup plus faible. Par contre, il semble que le nombre de salves soit intimement lié à la déformation résiduelle des matériaux à partir d'une certaine déformation longitudinale.

Ainsi, si l'apparition des fissures semble influencer l'émission acoustique en début d'essai, les phénomènes à l'origine de la déformation résiduelle conditionnent l'activité acoustique pour une déformation longitudinale plus élevée.

#### 4.5. Description du comportement

A température ambiante, le comportement en traction du composite C/C est décrit par quatre paramètres. Tout d'abord, le module initial donne à la courbe sa pente à l'origine. Ce module dépend de la densité du matériau, de l'endommagement initial de celui-ci, c'est-à-dire du niveau des indices de fissuration des modes a et b à l'état initial, et de l'état de la liaison fibre-matrice. Les influences respectives de ces trois paramètres n'ont pas pu être séparées car leurs effets se superposent.



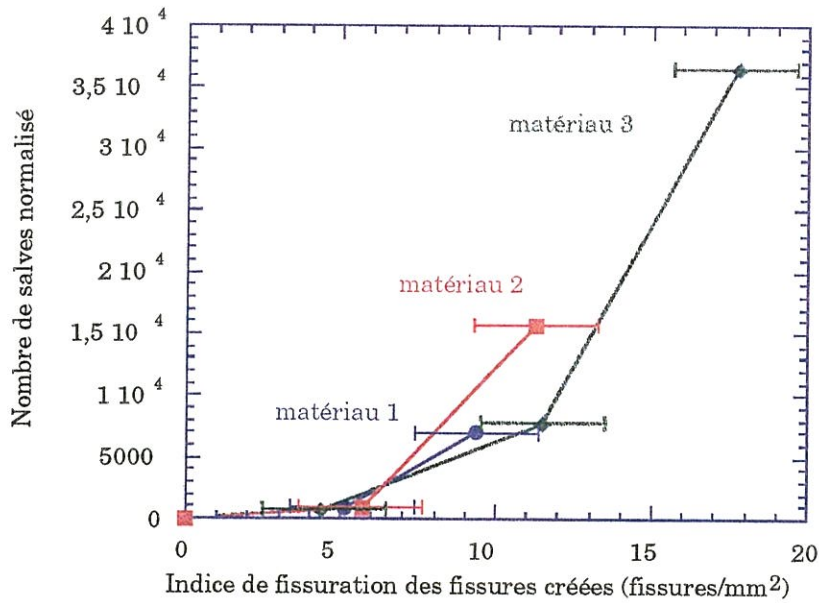


Figure 3-26 : Nombre normé de salves enregistrées en fonction de l'indice de fissuration des fissures créées à température ambiante

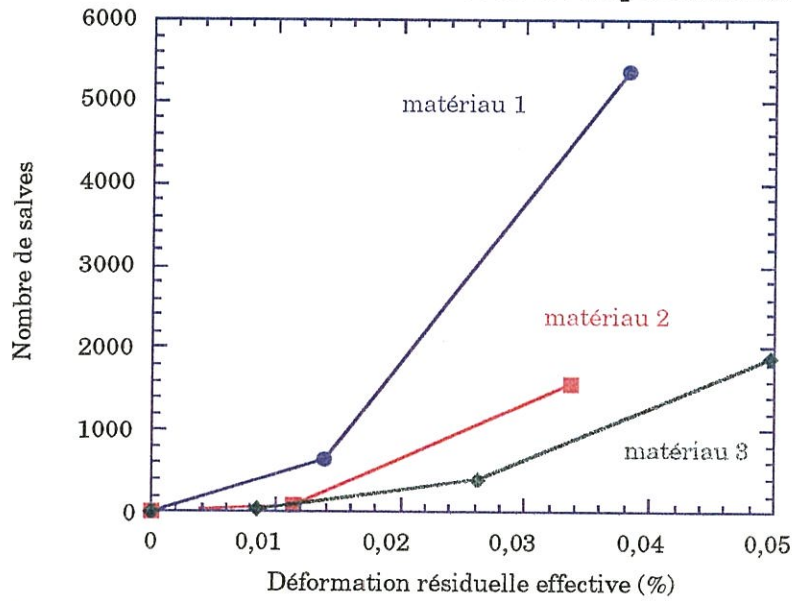


Figure 3-27 : Nombre de salves enregistrées en fonction de la déformation résiduelle effective à température ambiante

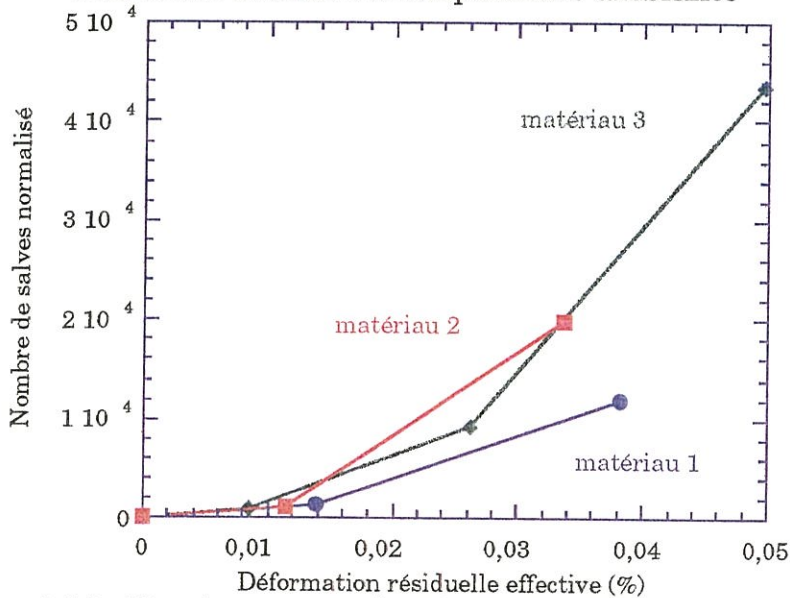


Figure 3-28 : Nombre normé de salves enregistrées en fonction de la déformation résiduelle effective à température ambiante



---

Ensuite, la contrainte à rupture dépend essentiellement de la contrainte à rupture de la fibre, à partir de laquelle on peut estimer celle du composite. Par ailleurs, la contrainte à rupture du composite dépend de la densité du matériau et également de la température du second THT.

Puis, la déformation résiduelle est causée par la présence au sein du matériau de fissures qui, à charge nulle, ne se referment pas totalement.

Enfin, la variable d'endommagement, qui représente la chute de module au cours des cycles de charge-décharge. Cette chute de module entraîne un surplus de déformation longitudinale.

De plus, il semble qu'il existe un lien entre la déformation résiduelle et le nombre de fissures présentes dans le matériau, et que la variation de module est sensible aux fissures qui apparaissent pendant l'essai mécanique. La variation de ce nombre de fissures en fonction de la nuance du matériau est cependant difficile à prévoir. Il est fort probable que l'une des explications possibles soit la différence de contraintes résiduelles d'origine thermique présentes dans les matériaux. Or celles-ci sont très difficiles à évaluer compte-tenu de la structure complexe de ce matériau, la complexité des THT qu'ils ont subi et la mauvaise connaissance des caractéristiques mécaniques des constituants du composite. De plus, comme les matériaux sont fissurés à l'état initial, il est fort probable que la plupart des contraintes résiduelles qui auraient pu être présentes dans les matériaux ait été relaxée.



## 5. Conclusions

Les essais de traction effectués sur les différentes nuances de matériaux à température ambiante ont permis d'obtenir des informations quant au comportement mécanique de ces matériaux, notamment sur l'évolution du module initial, la contrainte à rupture, les déformations résiduelles et la variation du module d'Young au cours des essais. De plus, les observations microscopiques ont permis d'identifier et de quantifier deux modes d'endommagement : les fissures de type intra-fils et les fissures de type inter-fils. Enfin, l'activité acoustique des matériaux a été enregistrée au cours des essais.

Ces essais ont permis de montrer que :

- le mode et la vitesse de sollicitation n'ont pas d'influence sur le comportement mécanique,

- la contrainte à rupture du matériau est directement liée à celle de la fibre, la densité du matériau et la température du second THT semblent influencer sa valeur,

- la déformation résiduelle est causée par toutes les fissures présentes dans le matériau qui, lors des cycles de charge-décharge, ne se referment pas totalement,

- la variable d'endommagement, qui représente la variation du module d'Young, semble influencée par l'apparition des fissures des modes a et b,

- la déformation à rupture est déduite des paramètres précédents, du module initial et de la contrainte à rupture, de la déformation résiduelle avant rupture et de la variable d'endommagement avant rupture,

- l'émission acoustique semble être provoquée au début des essais par l'apparition des fissures, puis par d'autres phénomènes (frottements...).

Ainsi, le comportement mécanique du matériau est décrit par le module initial, la contrainte à rupture, la déformation résiduelle et la variable d'endommagement.

Le comportement de ces matériaux est décrit à température ambiante. Les résultats et les tendances observés dans ce chapitre peuvent être utilisés pour une modélisation du comportement du matériau. Les paramètres influant sur le comportement ont été identifiés. Des corrélations entre différents paramètres ont été obtenues. Ce chapitre va pouvoir servir de référence pour l'étude du comportement mécanique de ces mêmes matériaux à haute température.

Dans le chapitre suivant, on va évaluer le rôle de la température sur ces différents paramètres et sur le comportement mécanique en traction.

### **Références bibliographiques**

#### **[GUILLAUMAT, 1994]**

GUILLAUMAT, L., "Microfissuration des CMC : Relation avec la Microstructure et le Comportement Mécanique" Thèse de l'Université de Bordeaux 1, n°1056, 1994.

#### **[POLLOCK, 1990]**

POLLOCK, P.B., "Tensile Failure in 2-D Carbon-Carbon Composites" Carbon, Vol. 28, p 717-732, 1990.

#### **[REYNAUD, 1992]**

REYNAUD, P., "Etude du comportement en fatigue des matériaux composites à matrice céramique suivi par émission acoustique" Thèse de doctorat : INSA de Lyon, n°ISAL 92, 1992.

#### **[SEP, 1987]**

SEP, "Rapport Interne" 1987.

**[SIRON, 1996]**

SIRON, O., "Approche Micro-Macro du Comportement Mécanique et de la Rupture d'un Composite Carbone/Carbone à architecture fibreuse multidirectionnelle" Thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux I, n°1498, 1996.

**[TALLARON, 1996]**

TALLARON, C., "Comportement Thermomécanique en Présence ou Non d'une Entaille sous Régime Statique et Dynamique d'un Composite Multidirectionnel C/C" Thèse de l'INSA Lyon n°96ISAL, 1996.

**[VAIDYA, 1996]**

VAIDYA, U.K., RAJU, P.K., "Identification of Failure Modes of Carbon-Carbon Composites at Various Processing Stages Using the Acoustic Emission Technique" Journal of Vibration and Acoustics, Vol. 118, p 446-453, 1996.

*CHAPITRE 4*

*COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES COMPOSITES C/C À HAUTE  
TEMPÉRATURE*



## CHAPITRE 4

### Comportement mécanique des composites C/C à haute température

<b>1. Introduction.....</b>	<b>90</b>
<b>2. Procédure expérimentale.....</b>	<b>92</b>
2.1. <u>Plan d'essai</u> .....	92
2.2. <u>Méthodologie d'essai</u> .....	92
2.2.1. <i>Essais de traction entre 1000°C et 2000°C</i> .....	93
2.2.2. <i>Essais de traction à une température supérieure à 2000°C</i> .....	95
2.3. <u>Exploitation des données</u> .....	97
<b>3. Résultats expérimentaux.....</b>	<b>98</b>
3.1. <u>Comportement mécanique</u> .....	98
3.1.1. <i>Essais réalisés à la vitesse de référence</i> .....	98
3.1.2. <i>Influence de la vitesse de traction</i> .....	100
3.1.3. <i>Essais pour évaluer le fluage du matériau 1</i> .....	103
3.1.4. <i>Influence du fluage sur le comportement du matériau</i> .....	104
3.2. <u>Analyse de l'endommagement</u> .....	105
3.3. <u>Emission acoustique</u> .....	108
3.4. <u>Caractérisation microstructurale</u> .....	109
3.5. <u>Synthèse</u> .....	110
<b>4. Discussion.....</b>	<b>111</b>
4.1. <u>Variation de la contrainte à rupture avec la température d'essai</u> .....	111
4.2. <u>Origine des écarts de contrainte à rupture entre les nuances de matériaux</u> .....	113
4.3. <u>Variations de la déformation longitudinale des composites</u> .....	115
4.4. <u>L'émission acoustique</u> .....	120
4.5. <u>Effets des contraintes résiduelles d'origine thermique</u> .....	122
<b>5. Conclusion.....</b>	<b>123</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>126</b>



## 1. Introduction

Ce chapitre s'intéresse au comportement mécanique en traction à haute température d'un composite C/C. L'étude du comportement à température ambiante a permis de mettre en évidence que la contrainte à rupture du matériau est directement reliée à celle de la fibre de carbone, que les déformations résiduelles et l'évolution du module sécant sont à relier à la fissuration de la matrice. Or, d'après des résultats d'essais de traction effectués à la SEP, le comportement mécanique de ces composites dépend en outre de la température d'essai.

Les variations observées peuvent provenir a priori de différents phénomènes : tout d'abord, les caractéristiques mécaniques des constituants du composite (fibre et matrice) peuvent évoluer avec la température d'essai. De plus, le matériau peut s'endommager de manière différente suivant la température. L'interface fibre-matrice peut également être modifiée et entraîner une variation du comportement du composite. Enfin, les contraintes résiduelles d'origines thermiques présentes au sein du matériau influencent elles-aussi le comportement mécanique et elles peuvent être tributaires de la température.

Dans le deuxième chapitre, il a été montré que les caractéristiques mécaniques des fibres de carbone évoluent avec la température. Par contre, les propriétés de la matrice (obtenue par la voie CVI) ne peuvent pas être mesurées directement. Une caractérisation par diffraction des rayons X a été réalisée. Pour évaluer l'endommagement de la matrice en cours d'essai à haute température, deux techniques ont été utilisées : d'une part, l'observation au microscope optique de la fissuration après chargement en traction à différents niveaux de déformation, d'autre part, l'enregistrement de l'activité acoustique pendant les essais. L'état de la



liaison fibre-matrice est estimé lors de l'observation au microscope électronique à balayage des faciès de rupture des éprouvettes testées à différentes températures. Enfin, une mesure des contraintes résiduelles d'origine thermique par diffraction des rayons X a été tentée.

Ainsi, diverses données mécaniques, morphologiques et acoustiques ont été déterminées pendant les essais de traction réalisés à différentes températures. Pour compléter l'étude, l'influence de la vitesse de sollicitation à plusieurs températures d'essai a également été examinée.

Tout d'abord, la procédure expérimentale des essais de traction jusqu'à 2500°C et le plan d'essais sont décrits, la méthodologie des essais est présentée, ainsi que les méthodes d'exploitation des données, en terme de comportement du matériau, de l'aspect morphologique de l'endommagement et de l'émission acoustique au cours de l'essai.

Ensuite, les résultats expérimentaux sont présentés. L'étude du comportement mécanique, en fonction de la température d'essai, du matériau et de la vitesse de sollicitation est réalisée, ainsi qu'une étude de fluage. L'aspect morphologique de l'endommagement est alors abordé, ainsi que l'activité acoustique en fonction de la nuance de matériau et de la température d'essai.

Enfin, une discussion peut être menée sur la variation de la contrainte à rupture en fonction de la température d'essai. L'origine des écarts de contrainte à rupture entre les nuances de matériaux et les variations de déformation longitudinale des composites sont expliquées. Des corrélations entre les différents paramètres mécaniques, morphologiques et acoustiques sont proposées et permettent de décrire les comportements et d'expliquer les évolutions constatées en fonction de la température.

## 2. Procédure expérimentale

### 2.1. Plan d'essai

Pour découvrir les phénomènes qui influencent ce comportement, plusieurs températures d'essai ont été utilisées :

- 20°C, qui sert de référence,
- 1000°C, proche de la température de dépôt de la matrice,
- 1600°C, température de traitement de la préforme fibreuse et du second THT du matériau 3,
- 2000°C, température maximale de la machine de traction à haute température du laboratoire,
- 2200°C, température du premier THT des matériaux,
- 2500°C, température maximale de cette étude.

De plus, si à 20°C, la vitesse de sollicitation n'a pas d'influence sur le comportement, cela peut ne plus être vrai à haute température. Les différentes vitesses d'essais retenues sont similaires à celles du chapitre 3. Les conditions d'essais sont indiquées dans le tableau 1.

### 2.2. Méthodologie d'essai

Les moyens d'essais utilisés par les différents auteurs qui ont travaillé sur un sujet équivalent sont présentés dans l'annexe 3.

Une étude complète du comportement mécanique et de l'endommagement a été réalisée entre 20°C et 2000°C sur le composite C/C. De plus, des essais complémentaires ont été effectués à des températures supérieures à 2000°C à la SEP pour obtenir les courbes de comportement. La procédure utilisée pour réaliser les essais à température ambiante a été présentée au chapitre 3.

Matériau	Température (°C)	Asservissement	Vitesse	Observation de l'endommagement	Nombre d'essais
<b>Matériau 1</b>  2 PyC + THT 2200 + 1 PyC + THT 2200 + 1 PyC	1000	Force	10 MPa/min	Interruption	3
	1600	Déplacement	0,5 mm/min	/	2
	1600	Déplacement	0,05 mm/min	/	2
	1600	Déplacement	0,005 mm/min	/	2
	1600	Force	10 MPa/min	Interruption	3
	2000	Déplacement	0,5 mm/min	/	3
	2000	Déplacement	0,05 mm/min	/	3
	2000	Déplacement	0,005 mm/min	/	3
	2000	Force	10 MPa/min	Interruption	3
	2000	Force	10 MPa/min	Avant-après	1
	2200	Force	100 MPa/min	Avant-après	1
	2500	Force	10 MPa/min	Avant-après	1
	2500	Force	100 MPa/min	Avant-après	1
<b>Matériau 2</b>  2 PyC + THT 2200 + 1 PyC + THT 2200	1000	Force	10 MPa/min	Interruption	2
	1600	Force	10 MPa/min	Interruption	2
	2000	Force	10 MPa/min	Interruption	2
	2000	Déplacement	0,5 mm/min	/	2
	2000	Déplacement	0,05 mm/min	/	2
	2000	Déplacement	0,005 mm/min	/	2
<b>Matériau 3</b>  2 PyC + THT 2200 + 1 PyC + THT 1600 + 1 PyC	1000	Force	10 MPa/min	Interruption	2
	1600	Force	10 MPa/min	Interruption	2
	2000	Force	10 MPa/min	Interruption	2
<b>Matériau 4</b>  2 PyC + THT 2200 + 1 PyC	1000	Force	10 MPa/min	Interruption	2
	1600	Force	10 MPa/min	Interruption	2
	2000	Force	10 MPa/min	Interruption	2

Tableau 1 : Plan d'essais de traction à haute température

## 2.2.1. Essais de traction entre 1000°C et 2000°C

Les essais de traction entre 1000°C et 2000°C ont été réalisés dans un four inductif placé au centre d'une enceinte à atmosphère contrôlée

montée sur une machine universelle de traction (figures 4-1 et 4-2). La géométrie des éprouvettes est de type haltère (figure 4-3). Le gradient thermique dans la zone utile a été mesuré à l'aide de thermocouples placés sur une éprouvette. A 2000°C, il est de l'ordre de 50°C (figure 4-4). L'éprouvette est serrée par des mors hydrauliques refroidis situés hors du four. L'allongement de l'éprouvette est mesuré directement par un capteur de type capacitif par l'intermédiaire de deux tiges en carbure de silicium, ensuite remplacées par des tiges en alumine prolongées par des embouts en composite C/C 4D, traversant le four et l'enceinte, et en contact avec le fût de l'éprouvette (longueur de jauge de 25 mm). Les essais sont asservis soit en force, soit en déplacement du vérin.

Toutes les éprouvettes ont été polies sur une face pour pouvoir effectuer des observations au microscope. Les essais à haute température se déroulent de la manière suivante. Les éprouvettes sont serrées dans les mors de la machine de traction. Le vide est réalisé et une pression de 50 mb d'argon est maintenue dans l'enceinte pendant les essais. Les éprouvettes sont chauffées et refroidies à force nulle à une vitesse de 100°C/min. La montée en température est pilotée en puissance jusqu'à 1100°C puis la température est asservie sur un pyromètre bichromatique. Des cycles de charge-décharge permettent d'évaluer les variations de module et les déformations résiduelles. Deux éprouvettes sont testées au minimum par température.

L'observation de l'endommagement à haute température a été effectuée de la façon suivante : les essais ont été interrompus à des déformations longitudinales successives croissantes, puis l'endommagement créé a été observé à température ambiante grâce au microscope installé sur la machine de traction. Une faible charge (environ

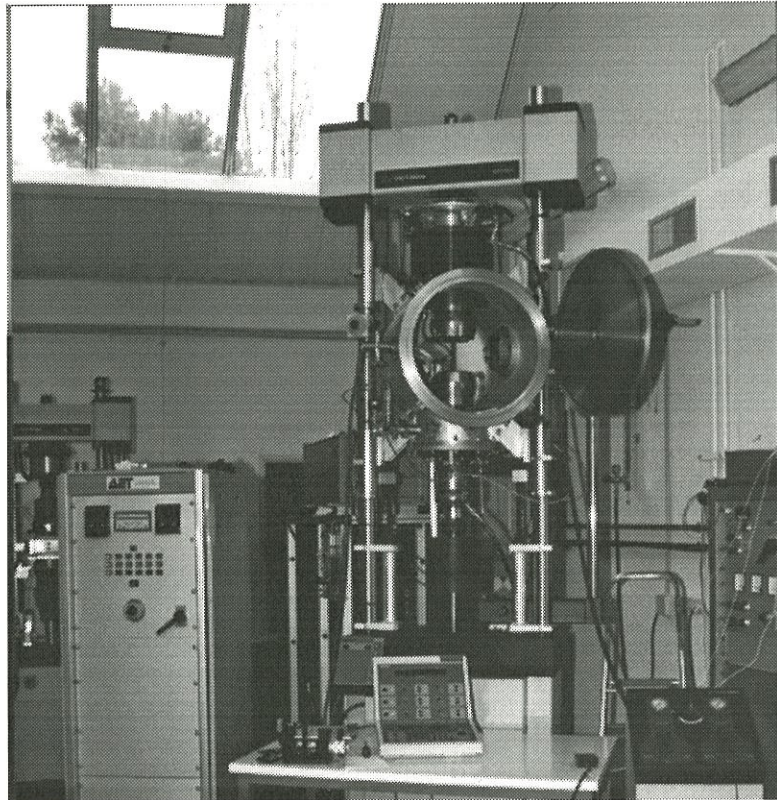


Figure 4-1 : Montage de traction à haute température sous atmosphère neutre

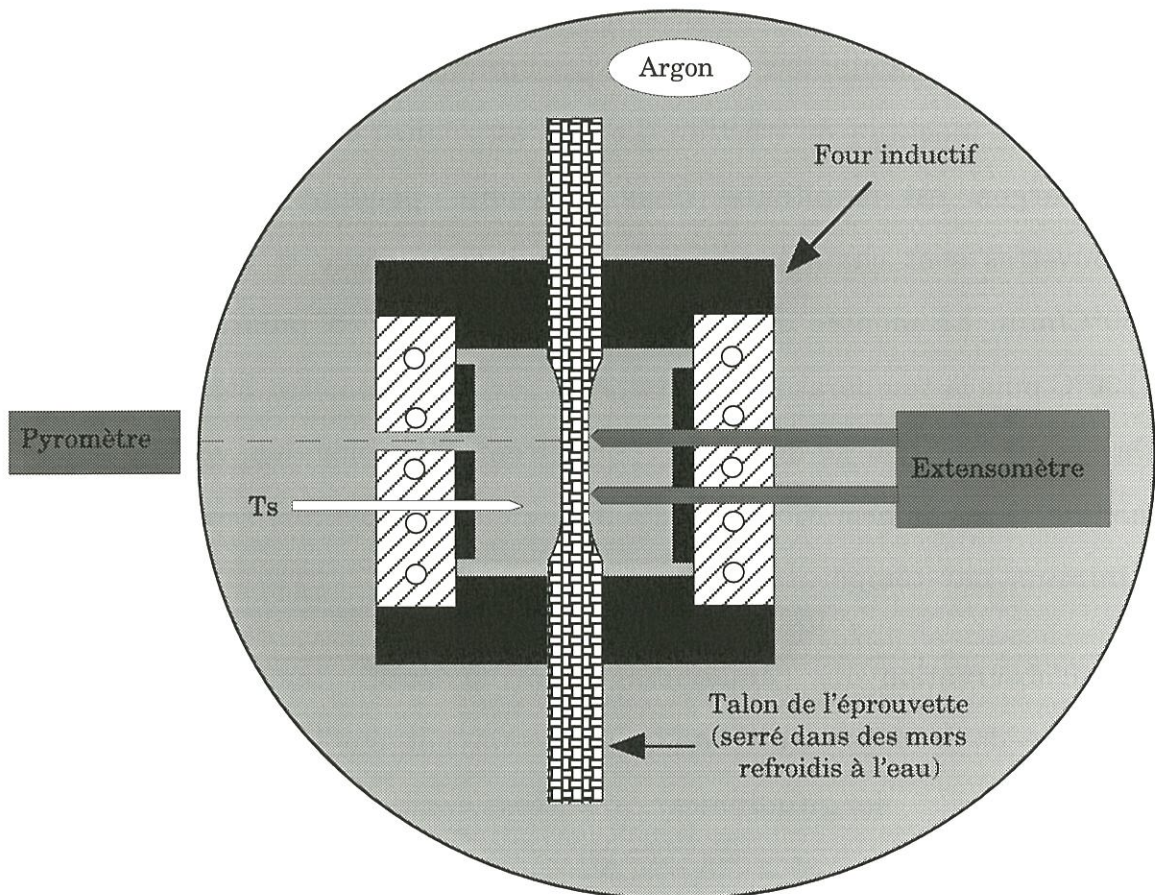


Figure 4-2 : Schéma de l'appareillage de traction sous atmosphère contrôlée [CARRERE, 1996]

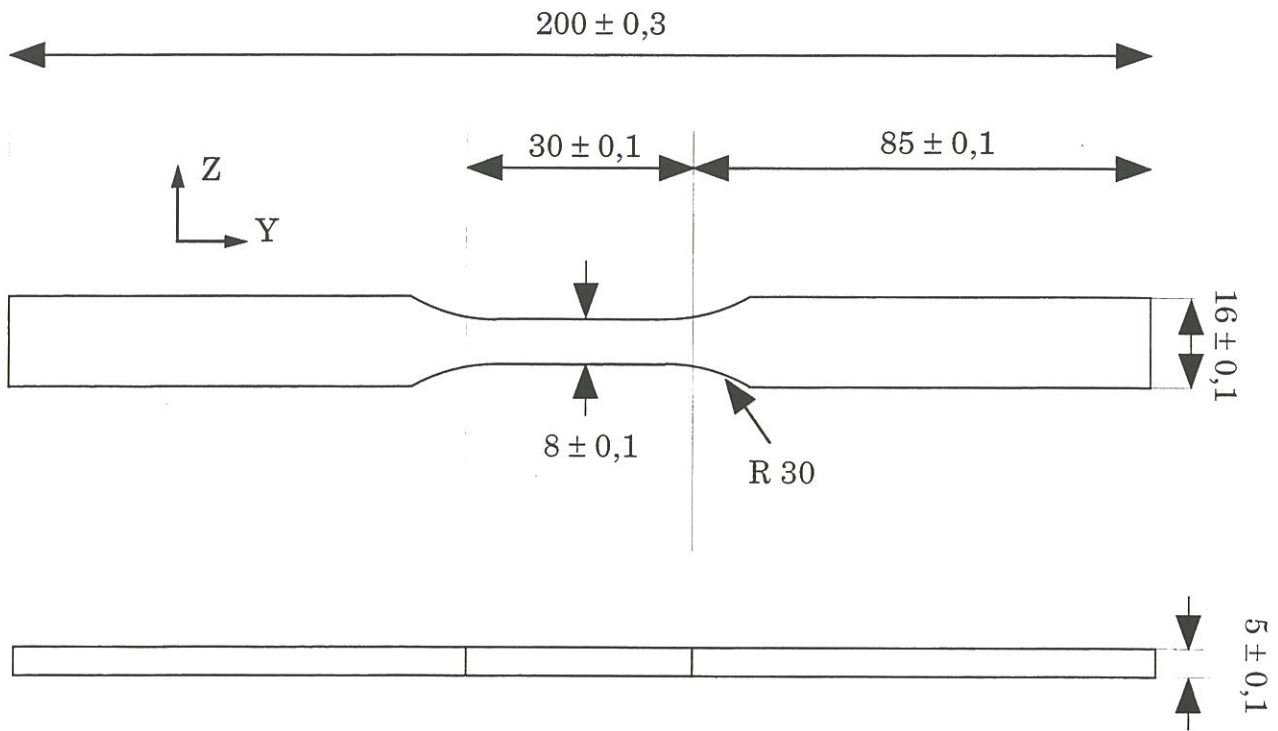


Figure 4-3 : Géométrie des éprouvettes pour essais à haute température

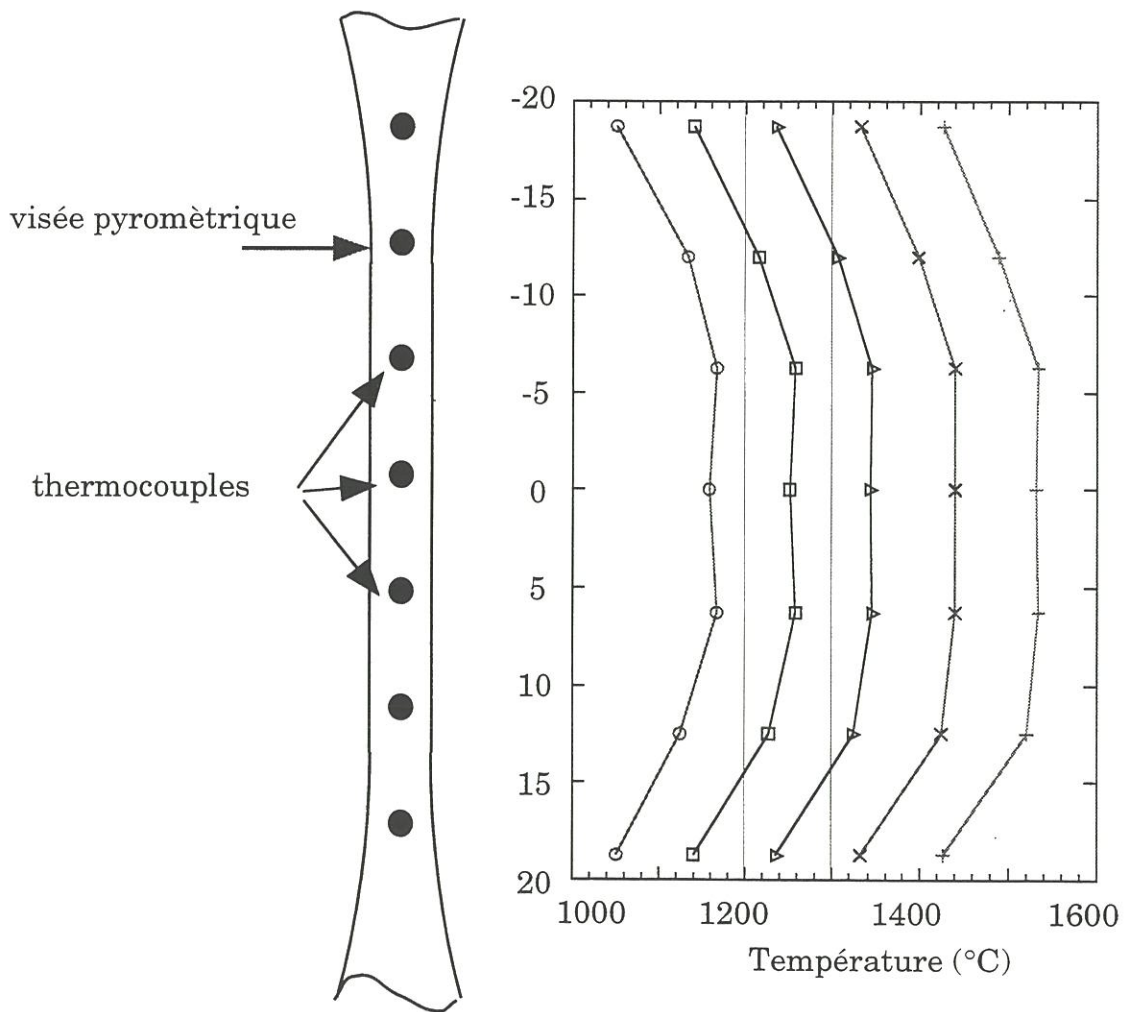


Figure 4-4 : Mesures du profil thermique du four utilisé

100 N) est appliquée de façon à maintenir les fissures suffisamment ouvertes pour qu'elles puissent être détectées.

Pour suivre l'évolution de l'émission acoustique au cours des essais, le problème suivant s'est posé : à température ambiante, le capteur est directement placé sur l'éprouvette, mais dans le cas des essais à haute température, le capteur ne doit pas être exposé à une température supérieure à 180°C.

Pour résoudre ce problème, il a été décidé d'utiliser un guide d'onde dont une extrémité est en contact avec l'éprouvette et l'autre extrémité est destinée à porter le capteur à l'aide du couplant silicone. Le capteur est maintenu au contact de l'éprouvette par une liaison mécanique souple à la sortie immédiate du four (figure 4-5). L'ensemble est conçu pour limiter les températures du guide d'onde et du capteur à respectivement 600°C et 150°C lors d'essais à 2000°C. En cas de surchauffe, le silicone fond et, en désolidarisant le capteur du guide d'onde, évite que le capteur soit endommagé.

Par contre, il est possible que ce montage perturbe la forme des signaux enregistrés. Mais le but de ces réenregistrements est de les comparer en fonction de la température d'essai. Si effectivement le guide d'onde perturbe les signaux, il devient difficile de les analyser isolément. Une comparaison, quant à elle, ne sera pas affectée par cette éventuelle déformation des signaux.

### *2.2.2. Essais de traction à une température supérieure à 2000°C*

Les essais de traction à une température supérieure à 2000°C ont été effectués à la S.E.P. le Haillan. Ils ont été réalisés dans un four résistif placé au centre d'une enceinte à atmosphère contrôlée montée sur une

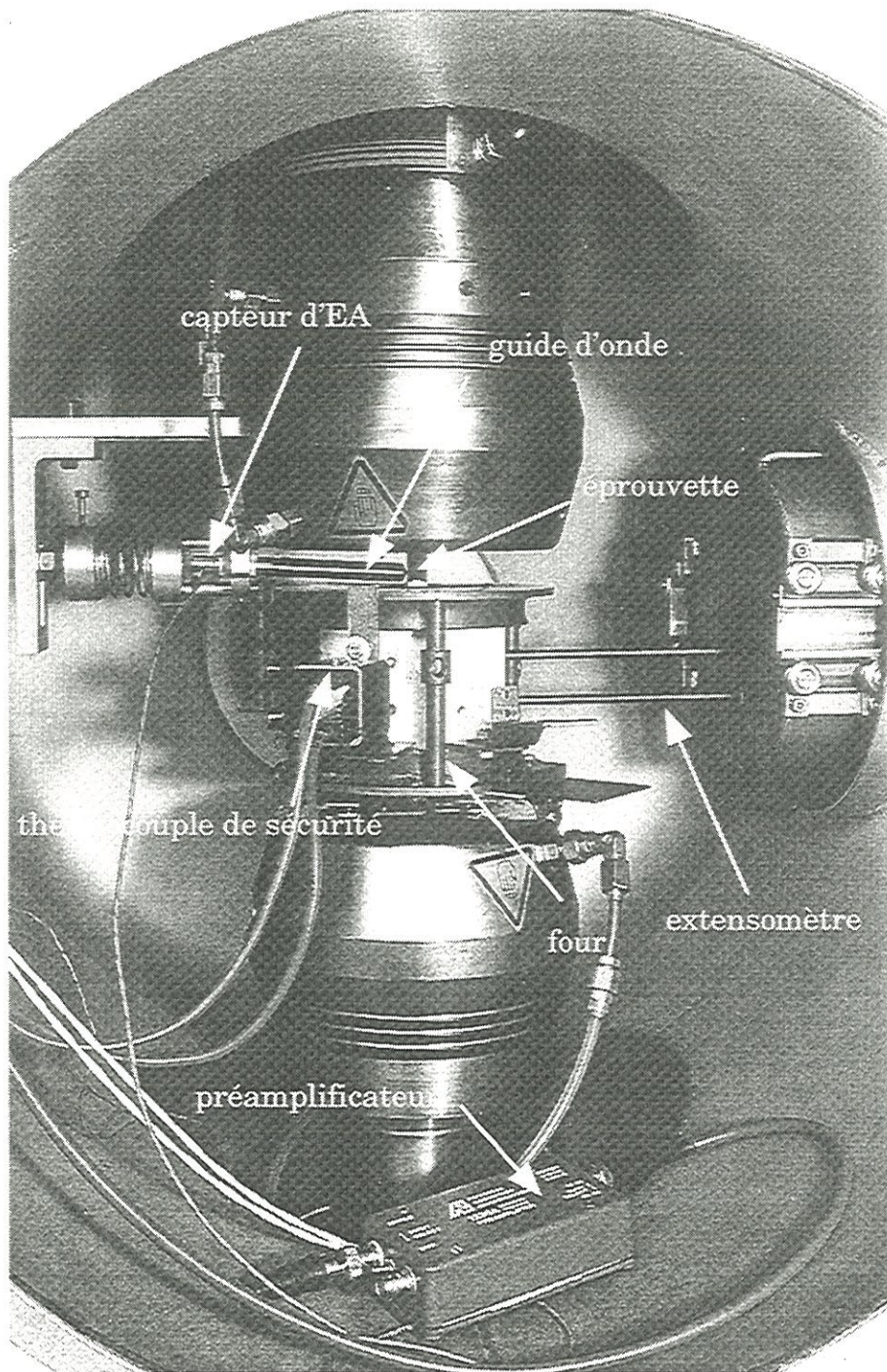


Figure 4-5 : Montage d'émission acoustique pour les essais à haute température sous atmosphère inerte





machine de traction. Le montage utilisé est de type mors chauds. Les éprouvettes ont une géométrie spécialement adaptée au dispositif d'essai (figure 4-6). Les éprouvettes sont installées dans les mors de la machine de traction. La chauffe se fait sous vide jusqu'à 1000°C à 50°C/min. A cette température, une pression de 500 mb d'argon est introduite dans l'enceinte. Le chauffage est alors poursuivi jusqu'à la température d'essai. La température est asservie par un pyromètre.

L'asservissement des essais se fait en force. L'allongement de l'éprouvette est mesuré par un extensomètre à contact dont les embouts sont en composite C/C. La stabilisation en température des tiges de l'extensomètre est pratiquement immédiate. Des cycles de charge-décharge permettent d'évaluer les variations de module et les déformations résiduelles. Après rupture de l'éprouvette, le refroidissement est réalisé à 50°C/min jusqu'à température ambiante.

L'observation de l'endommagement dans ce cas de figure est partiel. Les éprouvettes sont préalablement polies sur une face et une observation à l'état initial et après rupture ultime est effectuée avec le microscope solidaire de la machine de traction utilisée pour les essais à température ambiante. Les essais à haute température ne sont pas interrompus dans ce cas. Les faces polies des éprouvettes sont observées au Microscope Electronique à Balayage après rupture.

Il n'a pas été possible d'enregistrer l'émission acoustique lors de ces essais. Il est, dans ce cas, impossible de positionner le capteur sur l'éprouvette, ni sur un guide d'onde à cause de la température.

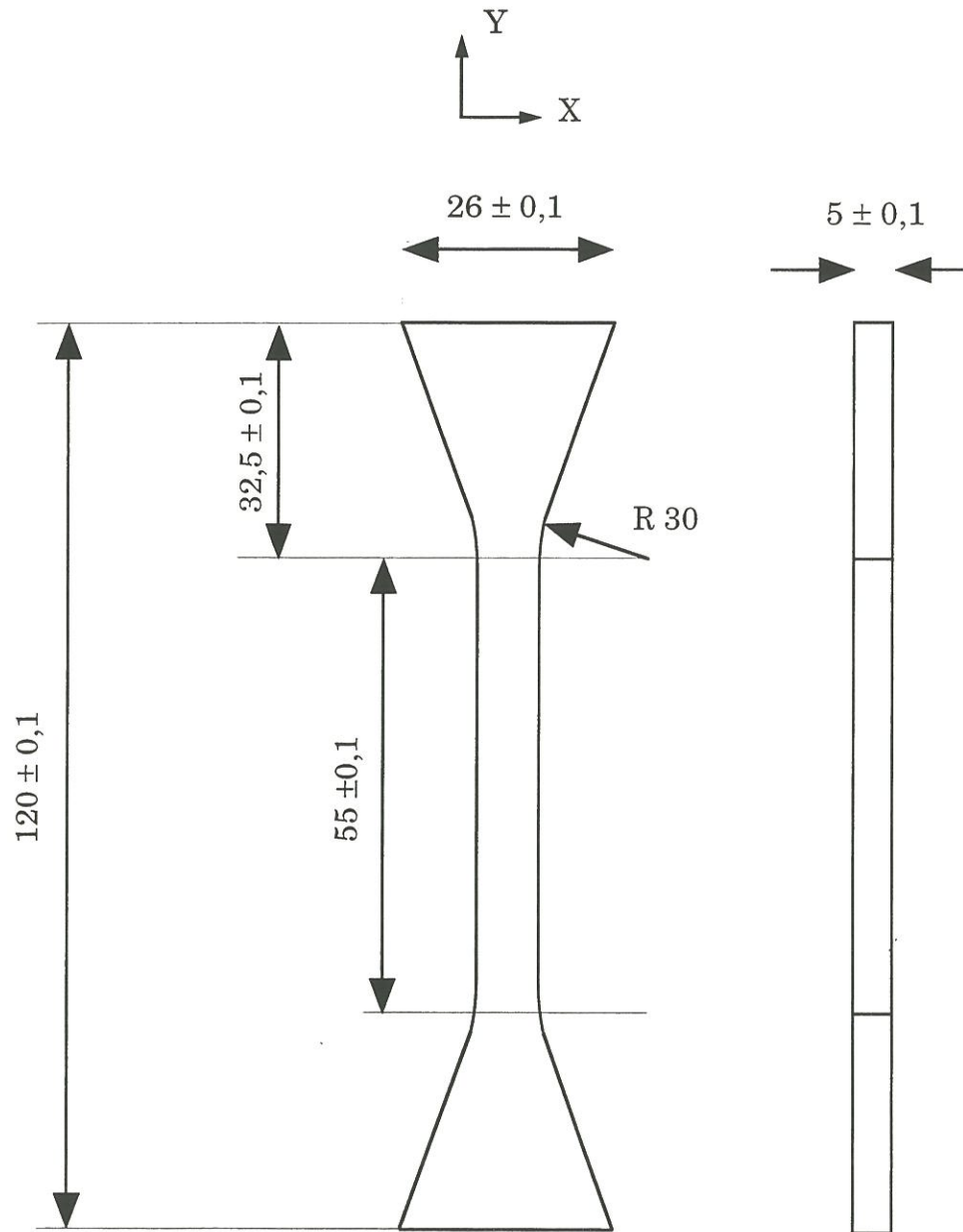


Figure 4-6 : Géométrie des éprouvettes pour essais à  $T > 2000^{\circ}\text{C}$

### 2.3. Exploitation des données

L'exploitation des données mécaniques et morphologiques est similaire à celle utilisée pour les essais effectués à température ambiante.

Pour évaluer l'influence du chauffage sur la fissuration du matériau, des essais spécifiques de chauffe et de refroidissement d'éprouvettes sans charge sous les mêmes conditions de température et de vitesse de chauffage ont été réalisés. Ils ont permis de vérifier que la chauffe et le refroidissement des éprouvettes provoquent des fissures supplémentaires seulement à des températures supérieures ou égales à 1600°C, ce qui rejoint les résultats obtenus par Sohn et al. [SOHN, 1988]. Pour ces températures d'essai, le nombre de fissures recensées a été corrigé par le nombre de fissures créées pendant la chauffe et le refroidissement, déterminé grâce aux essais de chauffage et de refroidissement sans chargement mécanique.

Par contre, en ce qui concerne l'enregistrement de l'émission acoustique, il a été nécessaire d'identifier l'influence de la position du capteur. Pour cela, des mines de critérium ont été rompues sur une éprouvette toujours au même endroit en mettant le capteur sur l'éprouvette puis sur le guide d'onde. Il en est ressorti que, par rapport aux résultats obtenus quand le capteur est directement placé sur l'éprouvette :

- l'amplitude chute d'environ 6 dB,
- le nombre de coups et le temps de montée sont divisés par 2,
- l'énergie est divisée par 3,
- la durée est divisée par 4.

Les signaux sont donc amortis, mais on retrouve des distributions correctes.

Si la procédure expérimentale est modifiée par rapport à celle des essais à température ambiante, le mode d'exploitation reste le même .

### 3. Résultats expérimentaux

#### 3.1. Comportement mécanique

##### 3.1.1. *Essais réalisés à la vitesse de référence (0,05 mm/min ou 10 MPa/min)*

Pour les quatre matériaux, des essais de traction avec des cycles de charge et décharge ont été effectués aux quatre températures d'essai retenues (tableau 1). Pour les quatre matériaux, les évolutions du comportement mécanique avec la température sont similaires. A 20°C, le comportement est non linéaire endommageable avec présence de déformation anélastique. A 1000°C, on constate que le comportement se rigidifie de façon importante. Cela provient d'une part de l'augmentation du module initial (environ 30 %) et d'une très forte diminution des déformations résiduelles (jusqu'à 80 %). A 1600°C, la courbe de comportement mécanique se situe entre celle à 20°C et celle à 1000°C : le module initial a diminué par rapport à celui à 1000°C, mais les déformations résiduelles ont augmenté. A 2000°C, le comportement est de nouveau fortement non linéaire (figure 4-7). Lorsque l'on augmente encore la température d'essai, on obtient à 2200°C à peu de chose près le même comportement qu'à 2000°C. Par contre à 2500°C, la non linéarité du matériau s'accroît et la déformation à rupture augmente considérablement (figure 4-8).

Lorsque l'on compare, pour les quatre matériaux, les caractéristiques mécaniques à haute température par rapport à celles

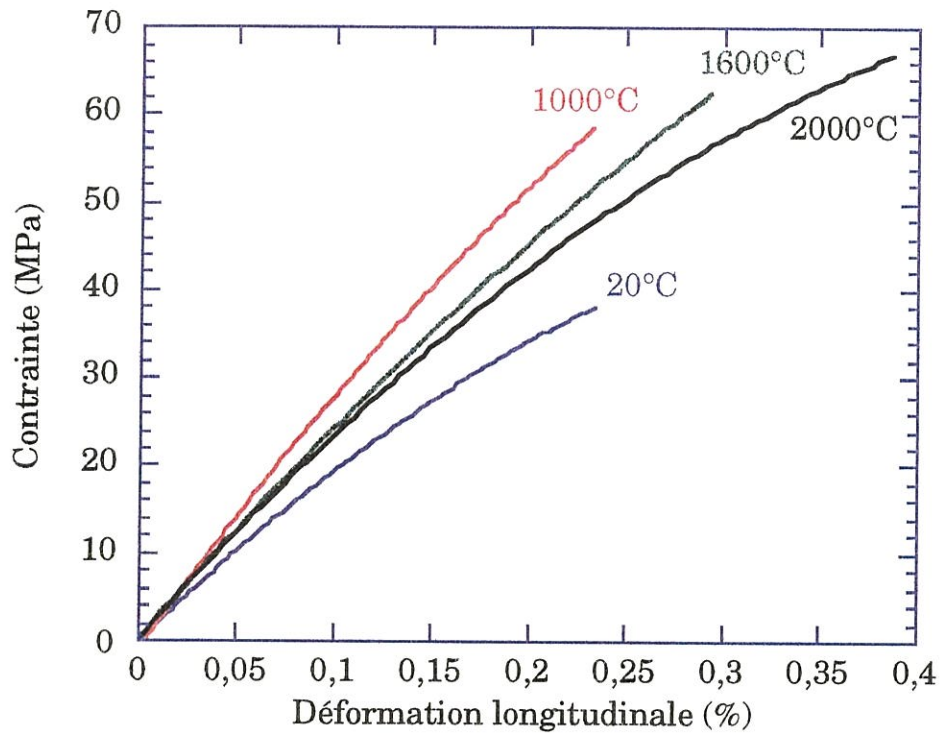


Figure 4-7 : Comportement en traction à haute température jusqu'à 2000°C du matériau 1

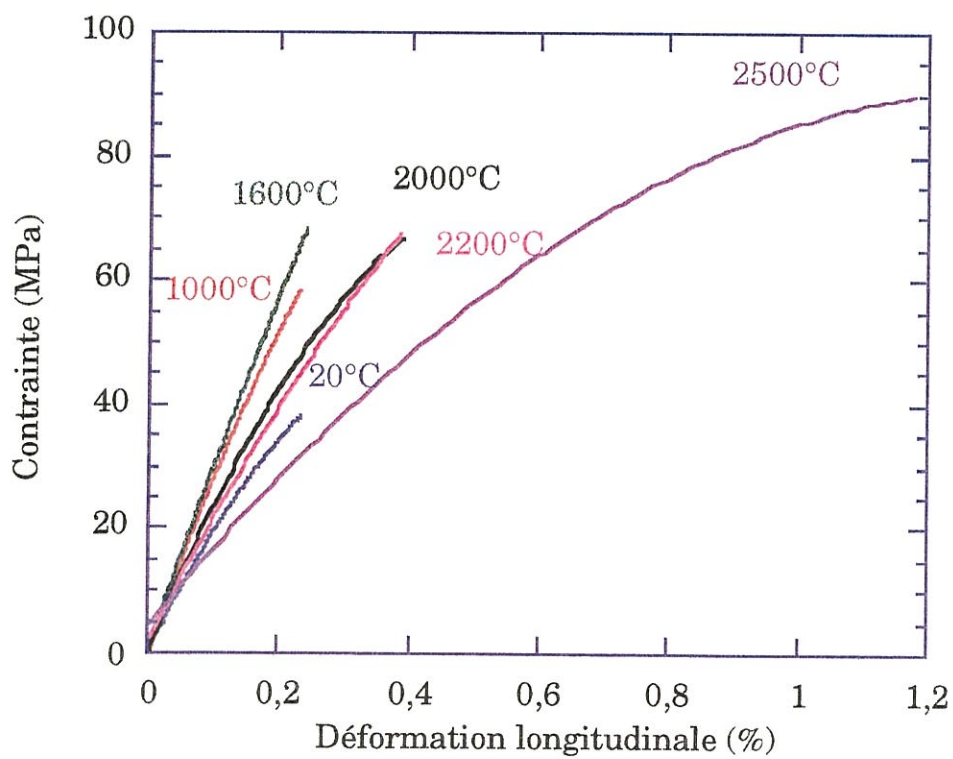


Figure 4-8 : Comportement en traction à haute température jusqu'à 2500°C du matériau 1



obtenues à 20°C, on constate que la contrainte à rupture augmente de façon monotone avec la température (figure 4-9). Les évolutions des matériaux 1 et 4 sont identiques, celles des matériaux 2 et 3 le sont aussi de leur côté. Pour les matériaux 1 et 4, l'augmentation débute dès 20°C, tandis que pour les matériaux 2 et 3, elle n'apparaît nettement qu'à partir de 1000°C.

En ce qui concerne la déformation longitudinale à rupture, on n'observe pas d'évolution jusqu'à 1600°C (figure 4-10). Par contre celle-ci augmente très nettement à 2000°C. Le matériau 3 se distingue des autres par une diminution de sa déformation à rupture à 1000°C. A 1600°C, malgré une légère augmentation de cette déformation à rupture, elle est toujours plus faible que la déformation à rupture obtenue à température ambiante.

Le module initial a également été comparé au module initial à 20°C pour les différents matériaux en fonction de la température d'essai. L'évolution avec la température est similaire pour les quatre matériaux : le module initial augmente jusqu'à 1600°C, point maximum, puis diminue à 2000°C (figure 4-11). A 2000°C, le module initial est supérieur au module à 20°C, malgré la diminution observée entre 1600°C et 2000°C.

Deux autres caractéristiques du comportement mécanique ont été évaluées à haute température et comparées à leurs valeurs à température ambiante. Tout d'abord, la déformation résiduelle obtenue après le cycle de charge-décharge effectué à 0,2 % de déformation longitudinale a été étudiée. On constate que l'évolution est similaire pour les différents matériaux. La déformation résiduelle diminue fortement à 1000°C, puis augmente pour 1600°C et 2000°C (figure 4-12). A 2000°C, suivant les matériaux, cette déformation résiduelle est soit légèrement supérieure





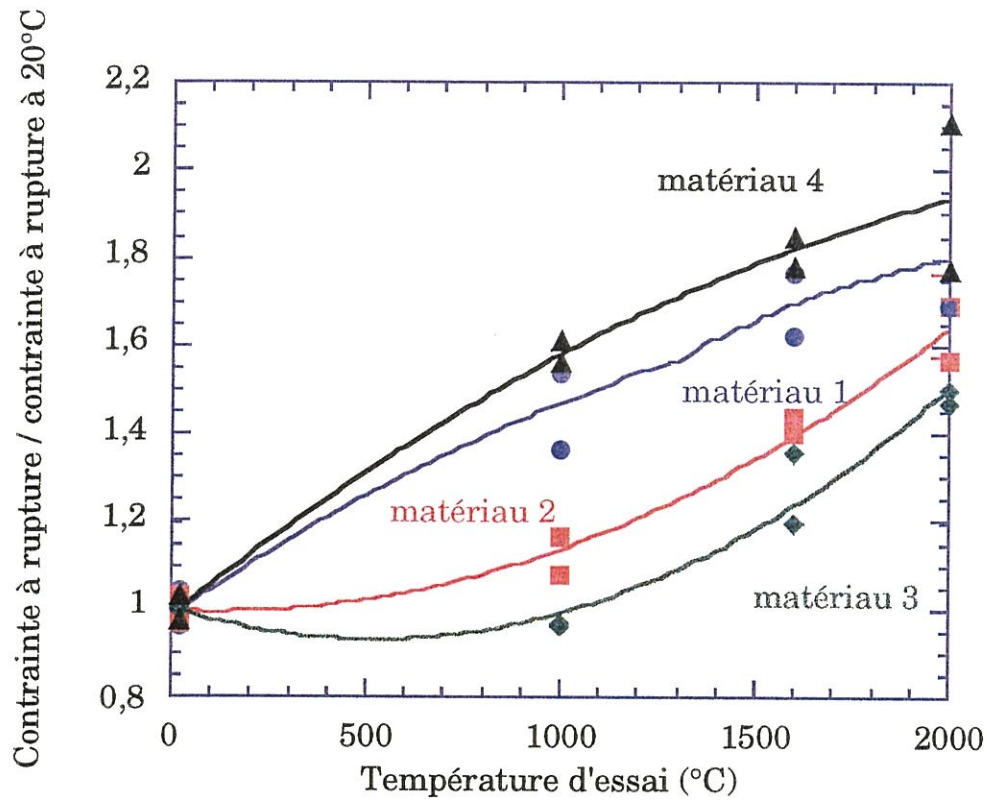


Figure 4-9 : Evolution de la contrainte à rupture en fonction de la température d'essai pour les 4 matériaux

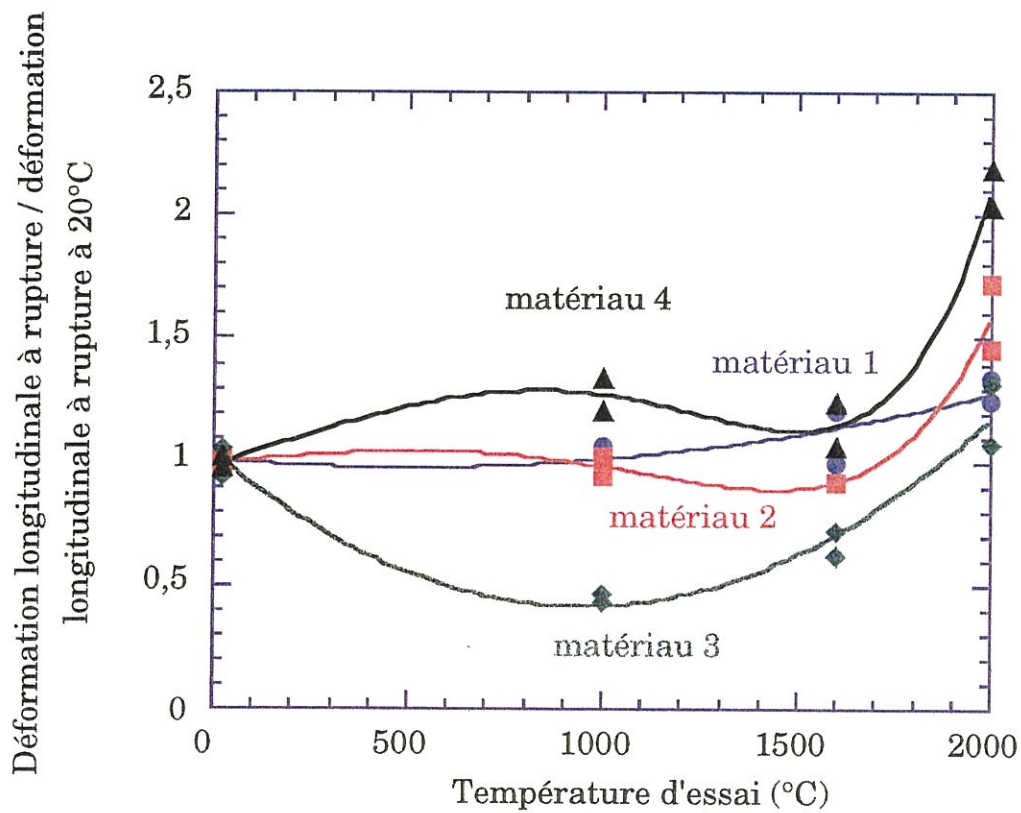


Figure 4-10 : Evolution de la déformation longitudinale à rupture en fonction de la température d'essai pour les 4 matériaux



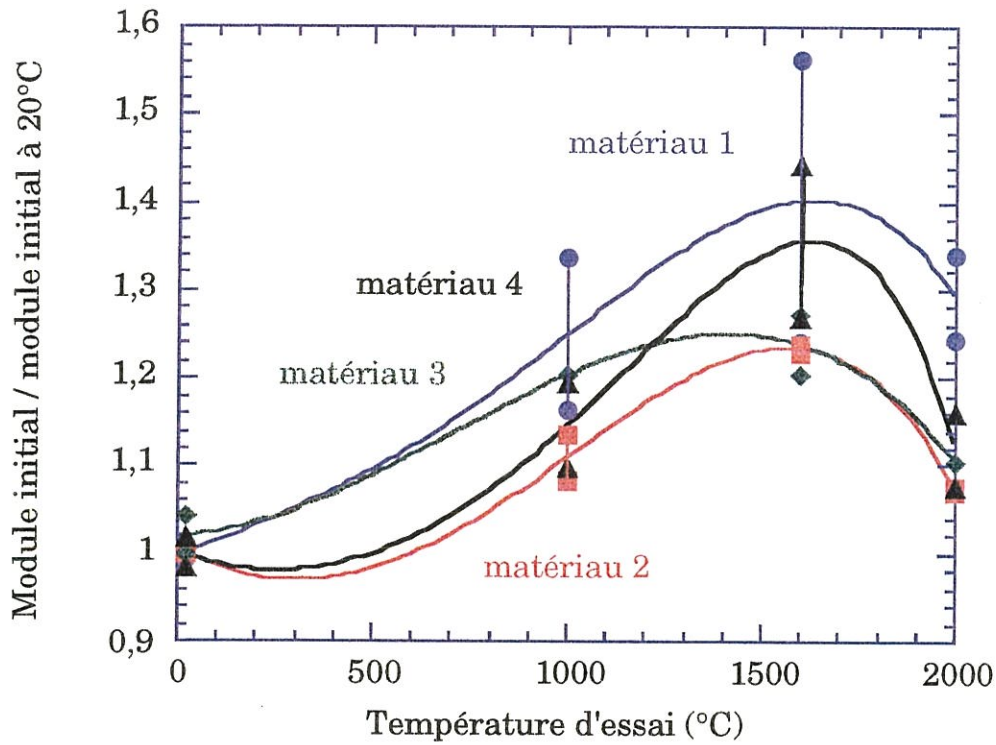


Figure 4-11 : Evolution du module initial en fonction de la température d'essai pour les 4 matériaux

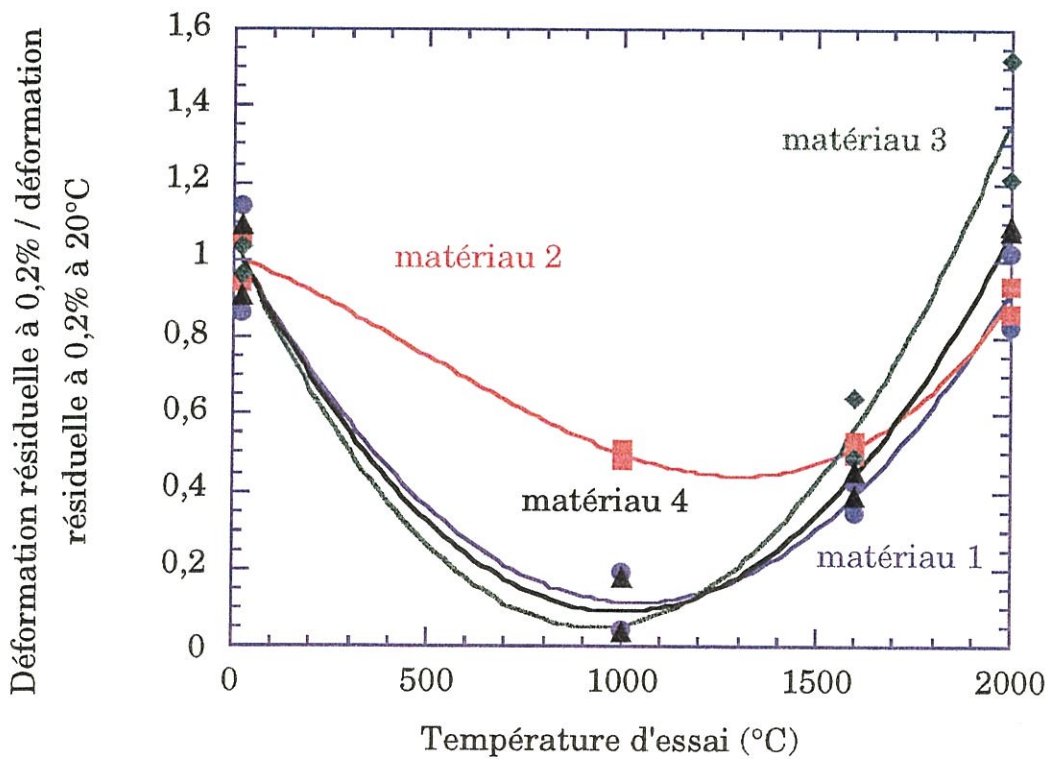


Figure 4-12 : Evolution de la déformation résiduelle à 0,2% en fonction de la température d'essai pour les 4 matériaux



(matériaux 3 et 4), soit légèrement inférieure (matériau 1 et 2) à celle obtenue à 20°C.

Enfin l'évolution de la variable d'endommagement  $d$  obtenue à 0,2 % de déformation longitudinale a été étudiée en fonction de la température. Cette valeur est plus dispersée en fonction du matériau que celle discutée précédemment. Les évolutions en fonction de la température sont plus ou moins marquées en fonction du matériau. Les variations de la variable d'endommagement sont représentées à la figure 4-13.

Ces différents paramètres vont donc permettre de décrire l'évolution de ces matériaux en fonction de la température.

### 3.1.2. *Influence de la vitesse de traction*

Le matériau 1 a tout d'abord été testé à 1600°C à différentes vitesses de traction (tableau 1). Le comportement du matériau est légèrement affecté par la vitesse de déformation : les éprouvettes testées à vitesse lente (0,005 mm/min ou 1 MPa/min) ont cassé pour des déformations plus faibles (figure 4-14). Par contre, la contrainte à rupture est similaire quelle que soit la vitesse, tandis que la déformation longitudinale à rupture varie légèrement.

Lorsque l'on compare, pour ces essais, les déformations résiduelles et les variables d'endommagement en fonction de la vitesse, on ne constate pas d'influence de la vitesse (figure 4-15). A 1600°C, la vitesse affecte légèrement les valeurs à rupture, mais pas le mode d'endommagement puisque l'on n'observe pas de variation des déformations résiduelles et des variables d'endommagement avec la vitesse. Les déformations anélastiques ne sont pas activées par la vitesse de déformation à cette température d'essai.



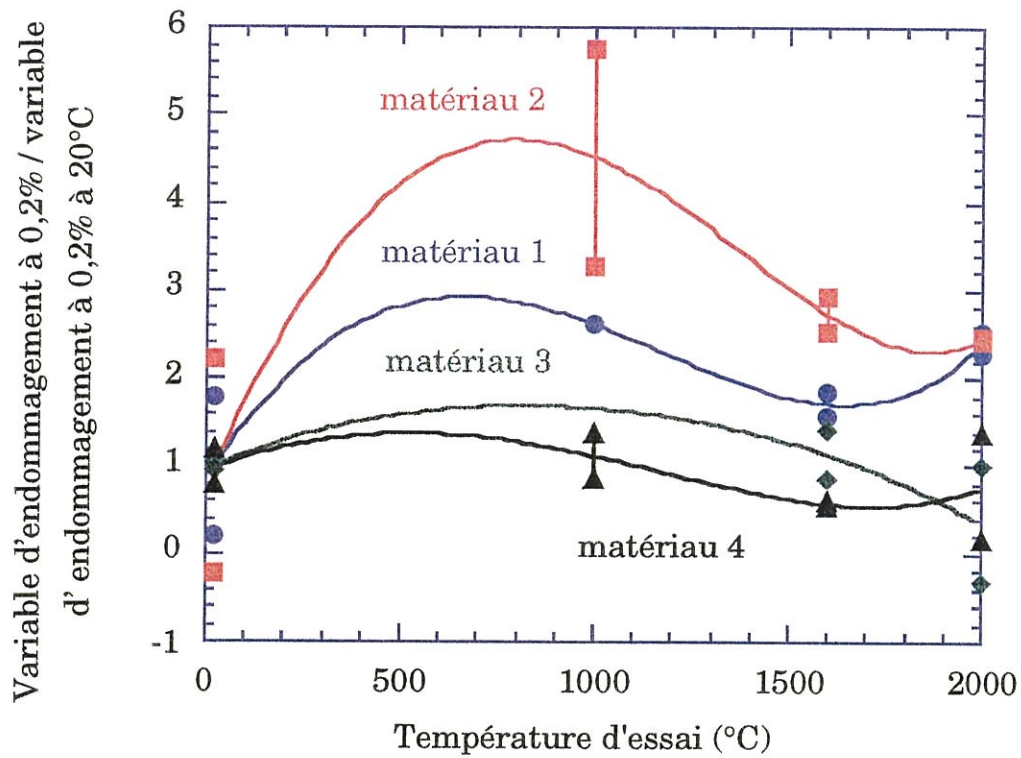


Figure 4-13 : Evolution de la variable d'endommagement à 0,2% en fonction de la température d'essai pour les 4 matériaux

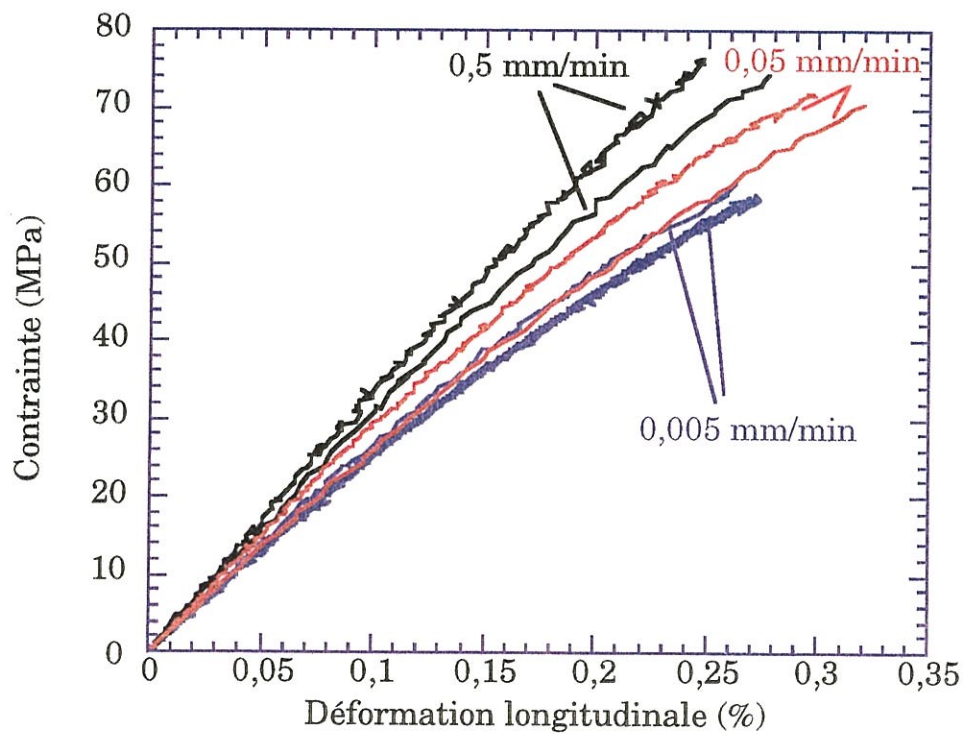


Figure 4-14 : Evolution du comportement du matériau 1 à 1600°C en fonction de la vitesse d'essai





Le matériau 1 a ensuite été testé à 2000°C à diverses vitesses de sollicitation. A cette température d'essai, les variations de comportement sont très nettes. Les éprouvettes testées à une vitesse de sollicitation de référence (0,05 mm/min ou 10 MPa/min) ou lente (0,005 mm/min ou 1 MPa/min) ont des déformations longitudinales à rupture pratiquement une fois et demi plus importantes que celles testées à vitesse rapide (0,5 mm/min ou 100 MPa/min) (figure 4-16). La contrainte à rupture est peu affectée par la variation de la vitesse.

Lorsque l'on observe les évolutions des déformations résiduelles, on constate que, pour une vitesse lente (0,005 mm/min ou 1 MPa/min), ces déformations résiduelles sont deux fois plus importantes que pour la vitesse de référence (0,05 mm/min ou 10 MPa/min) (figure 4-17). Elles sont encore plus faibles pour la vitesse rapide (0,5 mm/min ou 100 MPa/min). La déformation résiduelle est donc nettement tributaire de la vitesse de sollicitation pour les essais à 2000°C. En ce qui concerne la variable d'endommagement, on constate que plus la vitesse est rapide, plus elle est importante (figure 4-18). Ainsi, à 0,3 % de déformation longitudinale, la variable d'endommagement de l'éprouvette testée à vitesse rapide est deux fois plus importante que celle des éprouvettes testées à vitesse de référence ou lente. Cette variable d'endommagement est donc nettement influencée par la vitesse de sollicitation lors des essais à 2000°C.

Des essais de traction à 2000°C ont également été réalisés sur le matériau 2 pour les mêmes vitesses de sollicitation. En effet, ce matériau qui a subi un THT à 2200°C non suivi d'une infiltration PyC, possède une liaison fibre-matrice plus dégradée que celle des autres matériaux (chapitre 1). L'effet de la vitesse sur le comportement est similaire à celui obtenu pour le matériau 1 (figure 4-19). La déformation longitudinale à



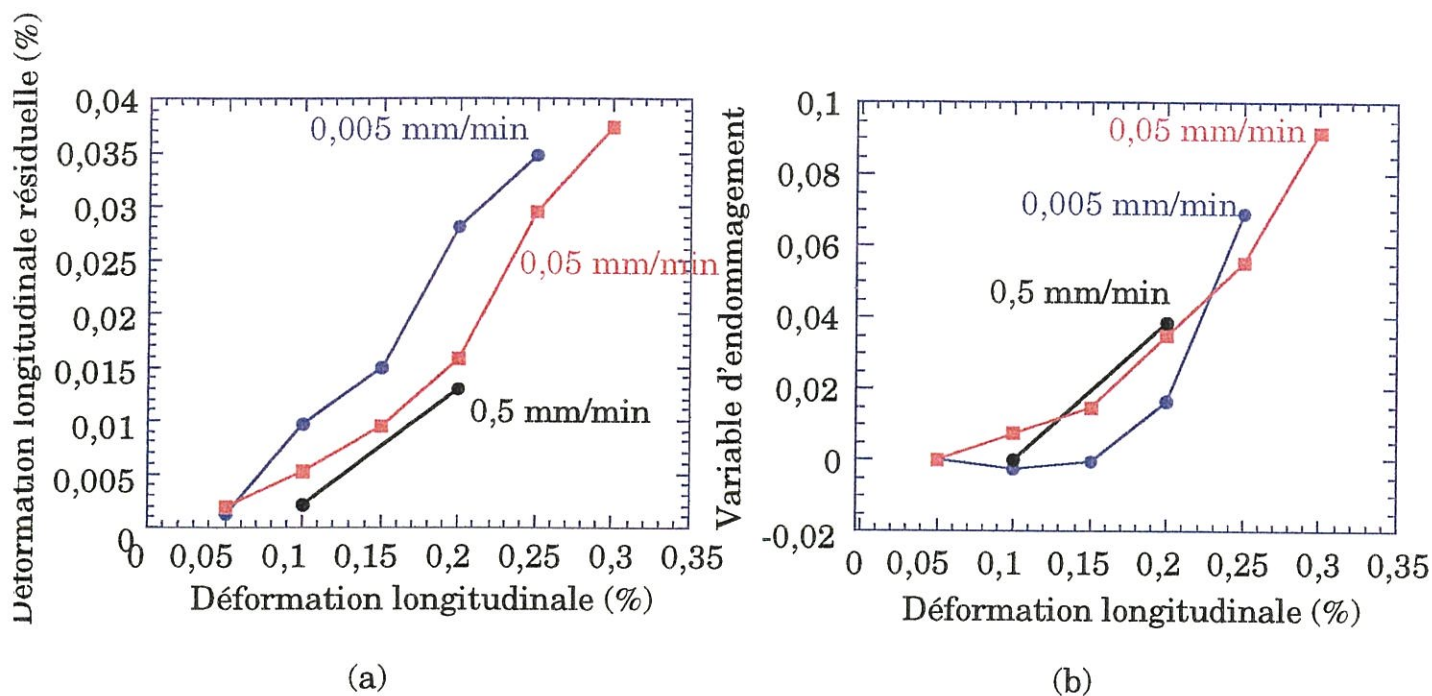


Figure 4-15 : Evolution de (a) la déformation résiduelle et de (b) la variable d'endommagement pour le matériau 1 à 1600°C en fonction de la vitesse de traction

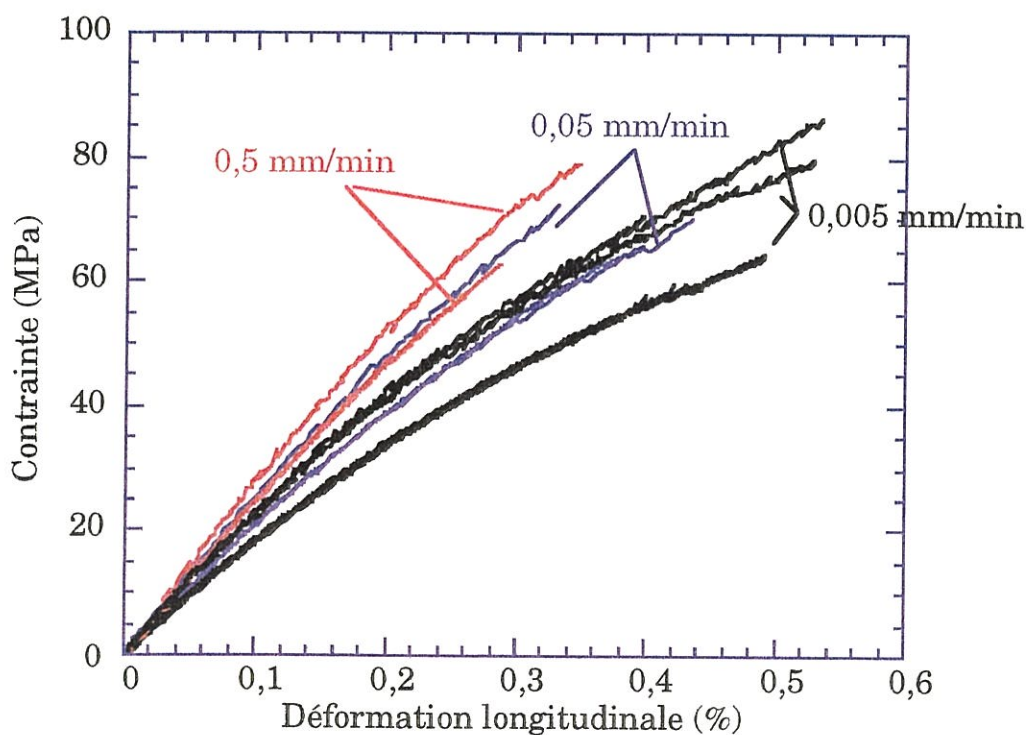


Figure 4-16 : Evolution du comportement du matériau 1 à 2000°C en fonction de la vitesse d'essai



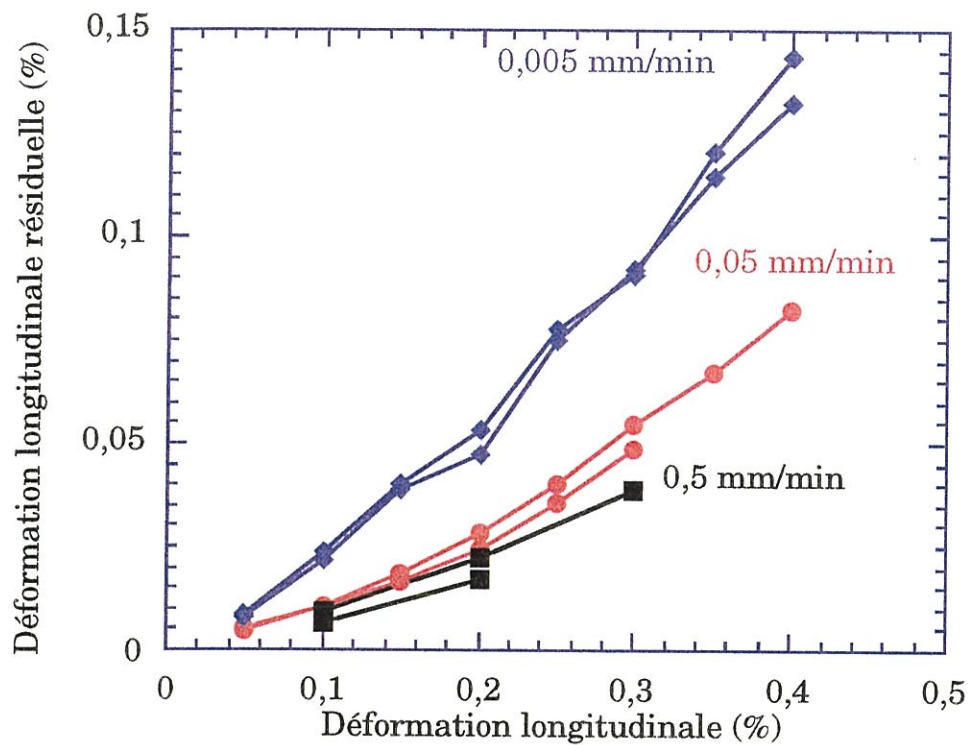


Figure 4-17 : Evolution de la déformation résiduelle pour le matériau 1 à 2000°C en fonction de la vitesse de traction

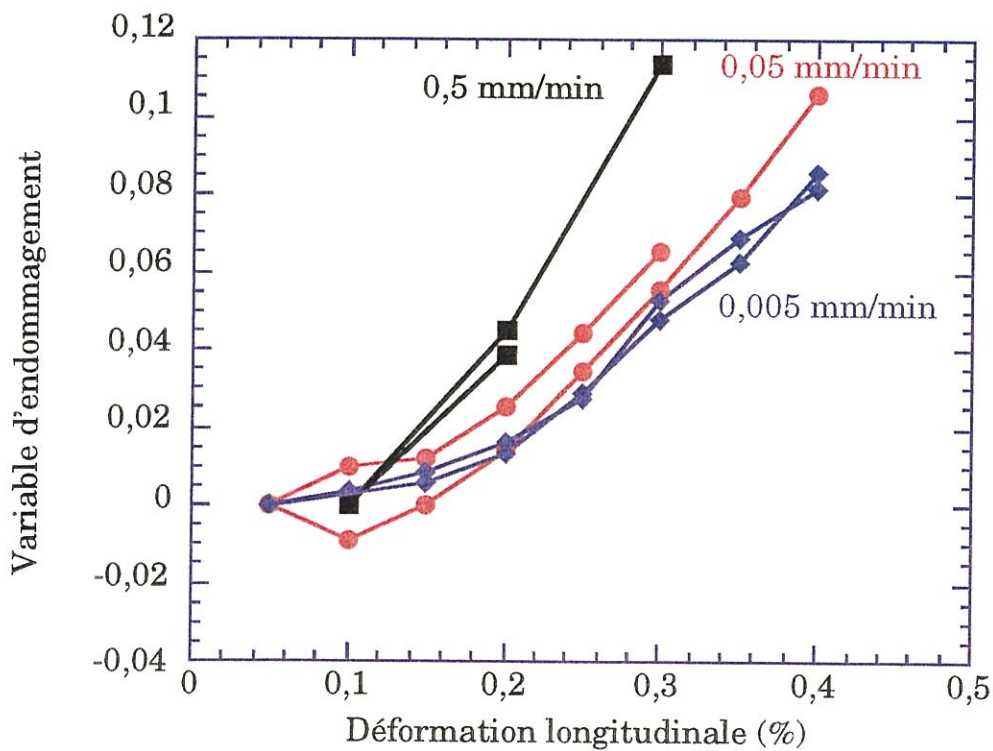


Figure 4-18 : Evolution de la variable d'endommagement pour le matériau 1 à 2000°C en fonction de la vitesse de traction



rupture est multipliée par deux entre les éprouvettes testées à vitesse rapide (0,5 mm/min ou 100 MPa/min) et celles testées à vitesse lente (0,005 mm/min ou 1 MPa/min) (figure 4-19). La contrainte à rupture est équivalente pour ces deux vitesses de sollicitation. Elle semble légèrement plus grande pour la vitesse de référence (0,05 mm/min ou 10 MPa/min).

Lorsque l'on observe les déformations résiduelles, un écart important apparaît entre les éprouvettes testées à vitesse lente et les autres (figure 4-20). Cet écart est encore plus important que celui obtenu pour le matériau 1. Par contre, les écarts obtenus sur la variable d'endommagement sont moins nets. A part une éprouvette testée à la vitesse de référence qui sort du lot, on retrouve la même tendance que pour le matériau 1 : plus la vitesse est rapide et plus la variable d'endommagement est importante, pour une déformation longitudinale donnée (figure 4-20).

Ainsi, pour ces deux matériaux testés à diverses vitesses, on constate qu'à 1600°C, l'effet de la vitesse de sollicitation ne se fait pas encore sentir sur le comportement du matériau. Par contre, à 2000°C, la déformation à rupture, dans une moindre mesure la contrainte à rupture, dépendent de cette vitesse. De plus, la déformation résiduelle et la variable d'endommagement sont elles aussi très largement influencées par la vitesse de sollicitation. Il est également important de noter que pour le matériau 2, dont la liaison fibre-matrice semble plus détériorée que celle du matériau 1, la déformation résiduelle est plus sensible à la vitesse de sollicitation que pour le matériau 1.

Tout ceci tend à montrer qu'en traction à 2000°C, il apparaît des phénomènes viscoplastiques qui influencent le comportement mécanique des matériaux.





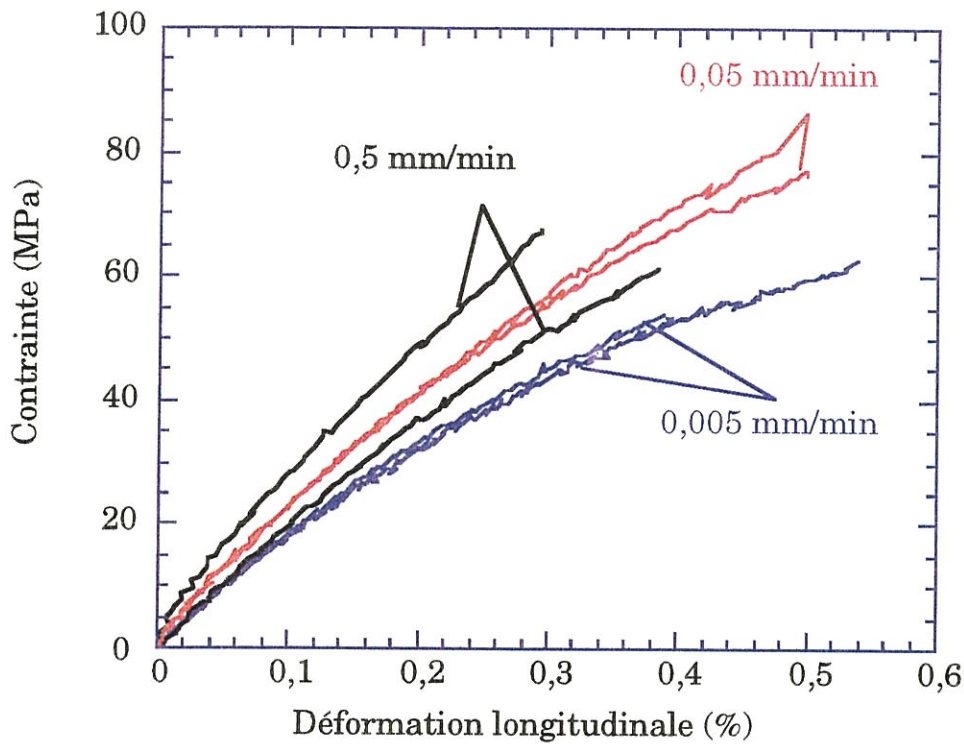


Figure 4-19 : Evolution du comportement du matériau 2 à 2000°C en fonction de la vitesse d'essai

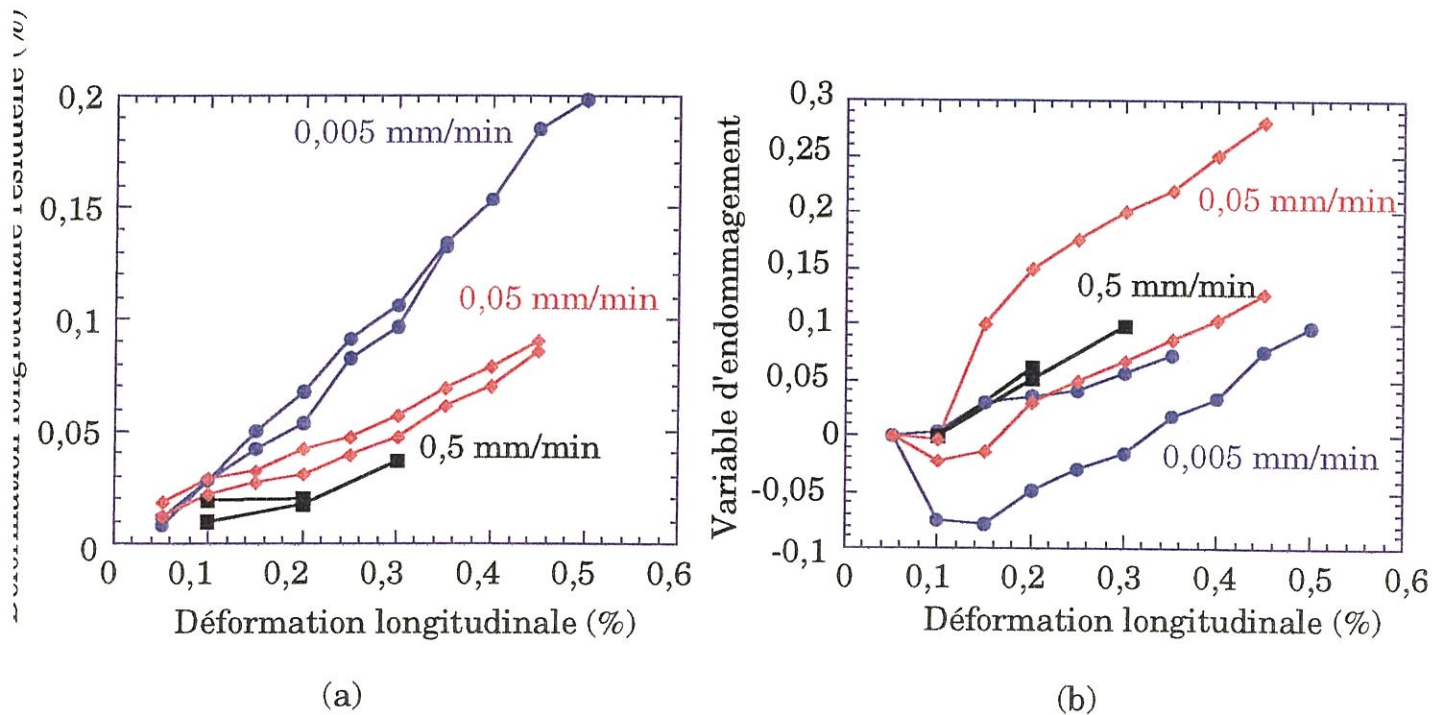


Figure 4-20 : Evolution de (a) la déformation résiduelle et de (b) la variable d'endommagement pour le matériau 2 à 2000°C en fonction de la vitesse de traction



### 3.1.3. Essais pour évaluer le fluage du matériau 1

Les essais réalisés à différentes vitesses de sollicitation ont montré que le comportement mécanique des C/C étudiés est sensible à la vitesse de sollicitation à 2000°C. Pour expliquer l'influence de la vitesse, des essais pour évaluer la contribution du fluage ont été effectués sur le matériau 1, tout d'abord à 1600°C puis à 2000°C.

Un essai pour évaluer le fluage a été réalisé comme suit : une montée à 30 MPa a été réalisée à 10 MPa/min, le palier a été maintenu environ une demi-heure, puis la charge a été augmentée de 10 MPa et maintenue une demi-heure, et ainsi de suite jusqu'à rupture de l'éprouvette. Lors des paliers, la déformation longitudinale de l'éprouvette n'a pratiquement pas été modifiée (figure 4-21). A cette température d'essai, le matériau ne flue donc pas. Cela est en accord avec les résultats précédents qui ont montré qu'à 1600°C, ce matériau n'est pas sensible à la vitesse de sollicitation.

Le même type d'essai a été réalisé à 2000°C. A cette température, on constate que la déformation longitudinale augmente pendant les paliers de charge, et cette augmentation est d'autant plus importante que la charge est élevée (figure 4-22). Il y a donc fluage du matériau et ce fluage n'est pas négligeable.

Ainsi, les essais pour évaluer le fluage réalisés sur le matériau 1 ont montré qu'à 1600°C, le matériau n'est pas sensible au fluage. Par contre, à 2000°C, on observe un fluage non négligeable du matériau.

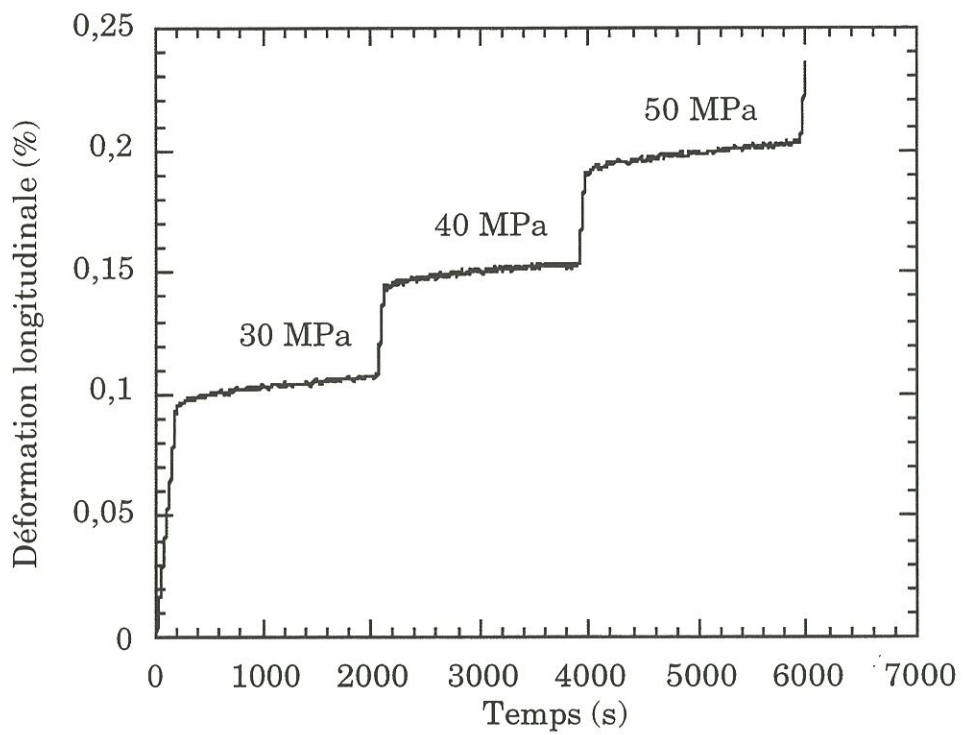


Figure 4-21 : Comportement en fluage à 1600°C du matériau 1

### 3.1.4. Influence du fluage sur le comportement du matériau

A 1600°C sur le matériau 1, l'effet de la vitesse de sollicitation ne se fait pas sentir sur le comportement du matériau. Or, à cette température, le matériau ne flue pas.

Par contre, à 2000°C, sur le matériau 1, la déformation résiduelle double entre l'essai à la vitesse de référence (0,05 mm/min ou 10 MPa/min) et l'essai à vitesse lente (0,005 mm/min ou 1 MPa/min) (figure 4-17). Pour expliquer cet écart, le fluage du matériau a été mis en cause. Pour les trois vitesses d'essai, en utilisant la courbe de fluage obtenue pour ce matériau à 2000°C, la déformation causée par le fluage a été estimée pour chaque niveau de déformation longitudinale de la manière suivante. Pour chaque vitesse de sollicitation, la courbe de traction simple a permis de déterminer le temps écoulé entre différents niveaux de charge. Pour la contrainte moyenne de l'intervalle considéré, la courbe de fluage a permis de déterminer le surplus de déformation longitudinale observée pendant le laps de temps correspondant à l'intervalle considéré, donnant la déformation causée par le fluage.

La comparaison entre cette déformation causée par le fluage et l'écart de déformation résiduelle entre les essais à différentes vitesses montre une bonne corrélation entre ces deux paramètres (figure 4-23).

Il semble donc possible d'expliquer l'augmentation de la déformation résiduelle constatée à 2000°C entre les essais réalisés à différentes vitesses par le fluage du matériau à cette température. Ainsi, la déformation résiduelle du matériau peut être découpée en deux déformations, l'une causée par le fluage du matériau, l'autre provoquée par d'autres phénomènes, que l'on nommera déformation résiduelle effective :

$$\epsilon_{\text{res}} = \epsilon_{\text{fluage}} + \epsilon_{\text{res effective}},$$

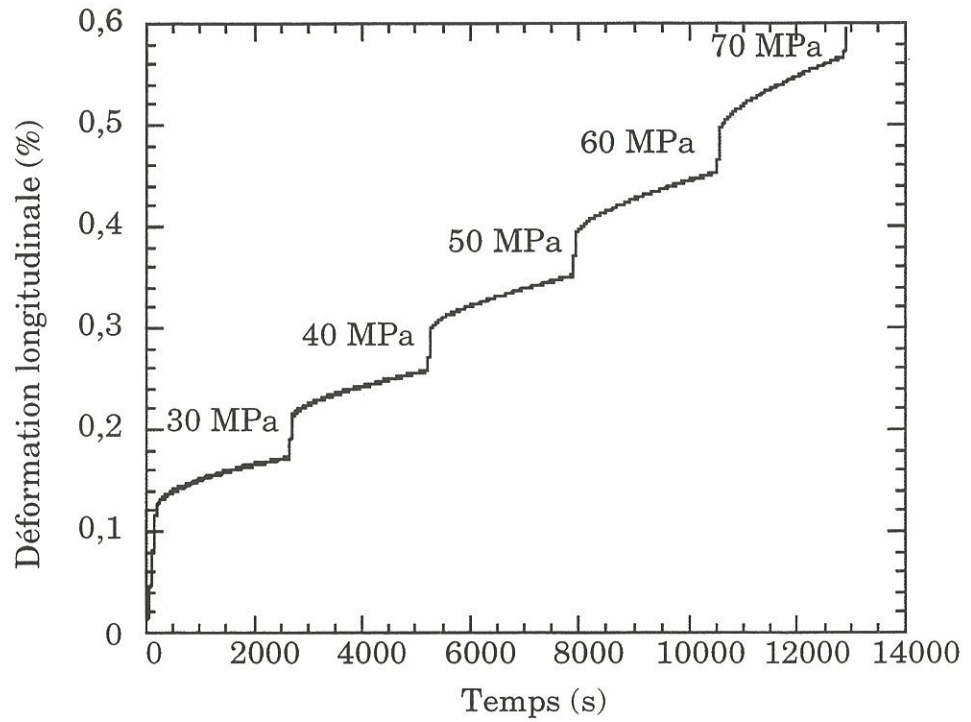


Figure 4-22 : Comportement en fluage à 2000°C du matériau 1

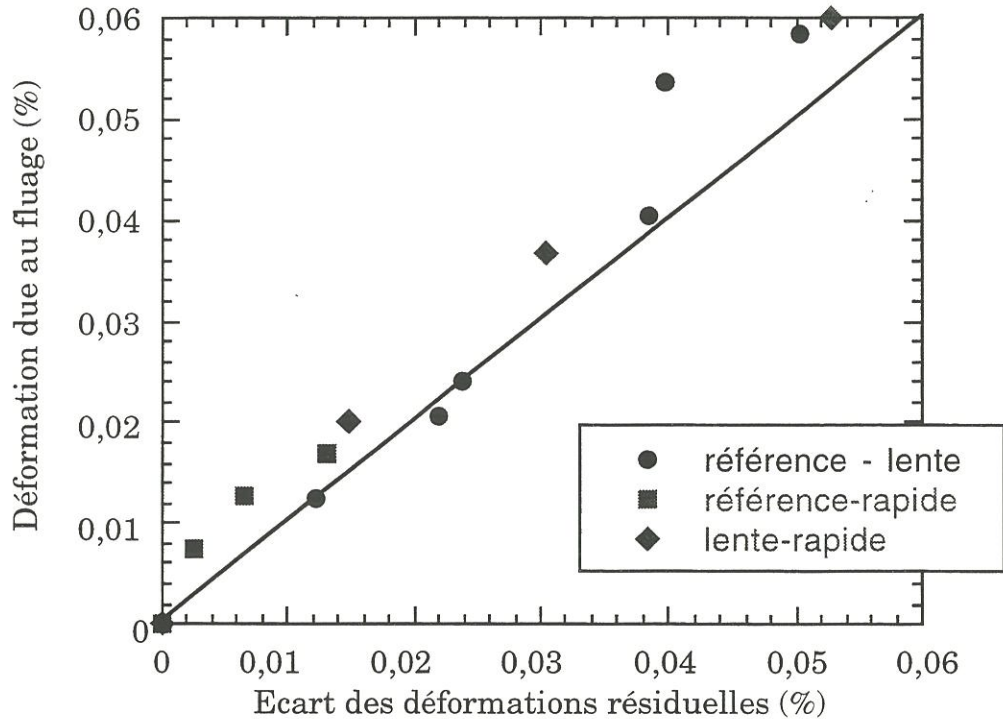


Figure 4-23 : Correspondance entre la déformation due au fluage et l'écart des déformations résiduelles entre des éprouvettes de matériau 1 testées à différentes vitesses

sachant que pour toutes les températures inférieures à 2000°C, la déformation due au fluage est nulle ou négligeable.

Ainsi, l'augmentation de la déformation à rupture à 2000°C entre les éprouvettes testées à vitesse rapide, de référence et lente correspond également aux variations de la déformation résiduelle, et provient donc directement du phénomène de fluage observé à cette température d'essai.

Par contre, le phénomène de fluage n'explique pas les variations de la variable d'endommagement en fonction de la vitesse de sollicitation. Une hypothèse pour interpréter ces variations peut être formulée : la vitesse de sollicitation peut avoir un impact sur les séquences d'apparition des fissures et sur leur nombre. Or, d'après le chapitre 3, la variable d'endommagement semble influencée par l'apparition de ces fissures. Si la vitesse de sollicitation joue sur le niveau de l'indice de fissuration lors des essais à haute température, la variable d'endommagement sera également affectée par cette vitesse. Les essais réalisés pour cette étude n'ont pas permis de déterminer les indices de fissuration pour les essais réalisés à une vitesse autre que la vitesse de référence. Nous ne pouvons donc pas conclure sur ce point.

### 3.2. Analyse de l'endommagement

Pour étudier l'aspect morphologique de l'endommagement, nous utilisons les indices de fissuration définis dans le chapitre 3. Pour chaque matériau, ces indices de fissuration ont été évalués à différents niveaux de déformation longitudinale, et pour les quatre températures d'essai. Les corrections prenant en compte l'effet du chauffage ont été effectuées sur tous les indices de fissurations concernés. Pour les quatre matériaux étudiés, les observations morphologiques de l'endommagement n'ont pas permis de mettre en évidence une variation de la typologie des fissures,



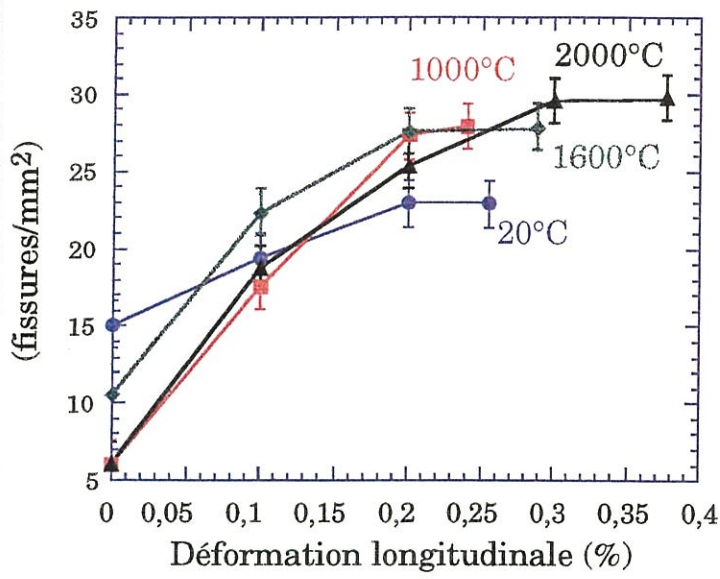
c'est à dire de leur longueur, de leur ouverture, en fonction de la température d'essai. Par contre, les indices de fissuration sont sensibles à cette température. De plus, pour tous les cas de figure, on constate que le mode a est prédominant par rapport au mode b.

Le suivi de l'endommagement n'a pas été réalisé lors des essais à vitesse lente ou rapide. Néanmoins, une comparaison de cet endommagement avant essai et après rupture a montré que la vitesse de sollicitation ne modifie pas la typologie des fissures, et ce quelle que soit la température d'essai.

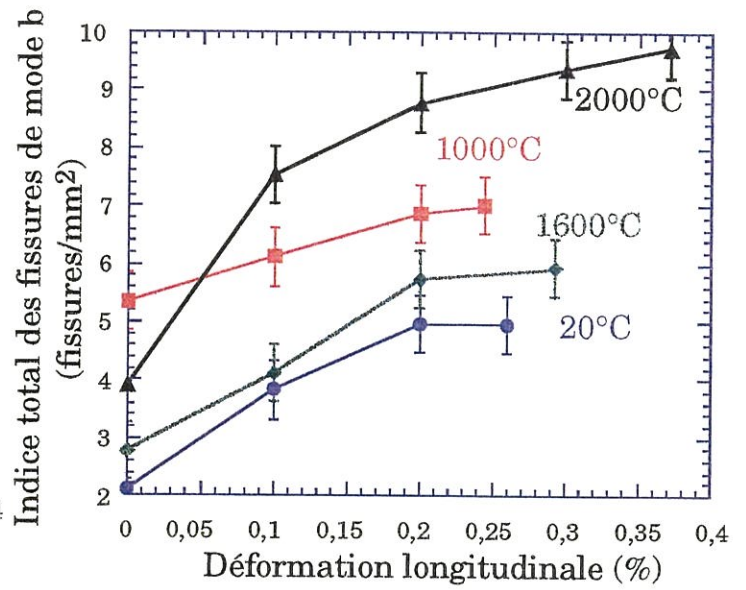
En ce qui concerne le matériau 1, le mode b est plus important après rupture à 2000°C qu'aux autres températures (figure 4-24). Par contre, le mode a, un peu plus faible à 20°C, est équivalent pour les autres températures d'essai. Les indices de fissuration augmentent de façon pratiquement linéaire avec la déformation longitudinale jusqu'à 0,2%. Ensuite, il y a un ralentissement de cette augmentation.

Pour le matériau 2, il n'y a pas d'écart important sur l'indice de fissuration du mode a en fonction de la température (figure 4-25). C'est à 1600°C que l'on observe le plus grand nombre de fissures de mode a et le plus petit nombre de fissures du mode b, et à 20°C le plus grand nombre de fissures du mode b. Cet ordre est complètement inversé par rapport au matériau 1.

L'indice de fissuration de mode a du matériau 3 admet, quant à lui, une forte dépendance vis-à-vis de la température d'essai (figure 4-26). C'est à 20°C que l'on observe le plus grand nombre de fissures de ce mode, et à 1000°C le plus petit nombre. L'indice de fissuration du mode b semble moins affecté par la température, les écarts obtenus n'étant pas significatifs.

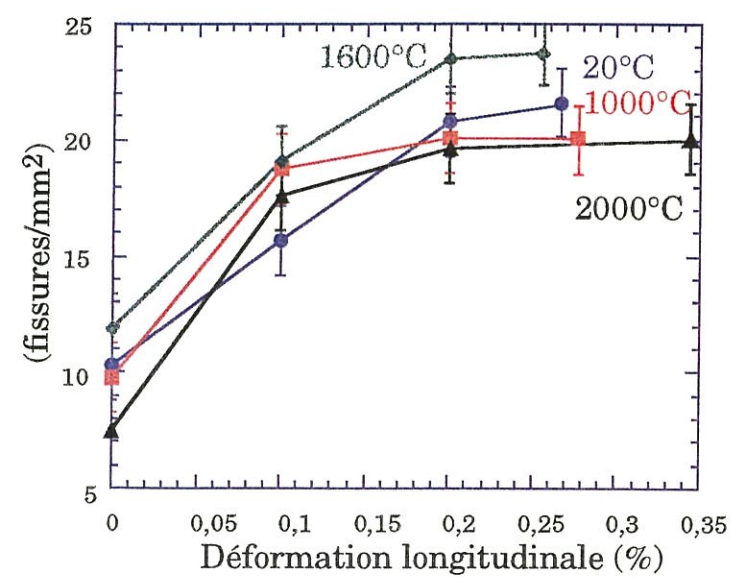


(a)

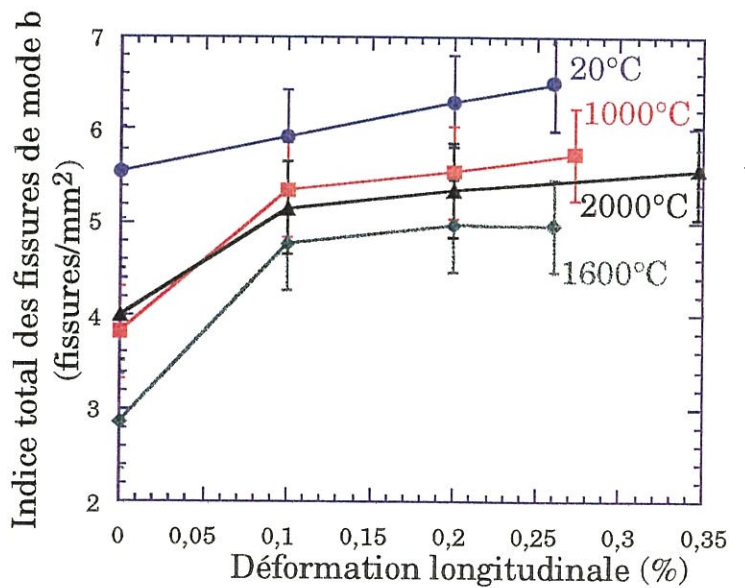


(b)

Figure 4-24 : Indice total (a) des fissures de mode a et (b) des fissures de mode b pour le matériau 1 aux différentes températures d'essai



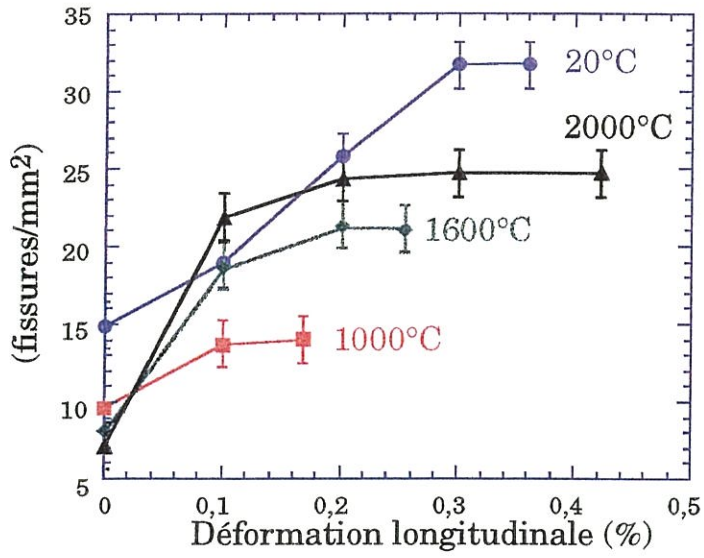
(a)



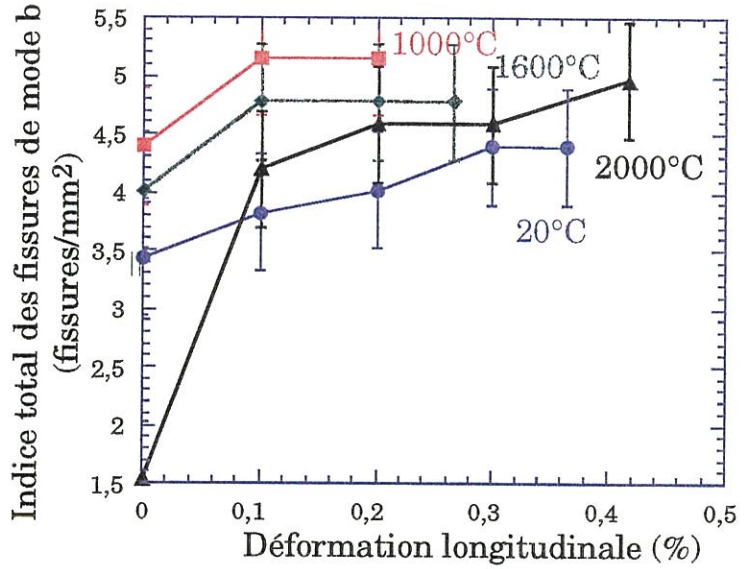
(b)

Figure 4-25 : Indice total (a) des fissures de mode a et (b) des fissures de mode b pour le matériau 2 aux différentes températures d'essai



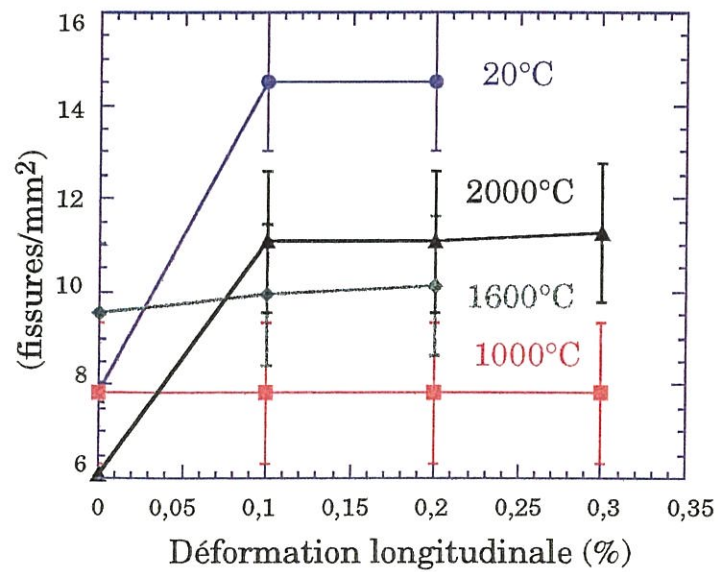


(a)

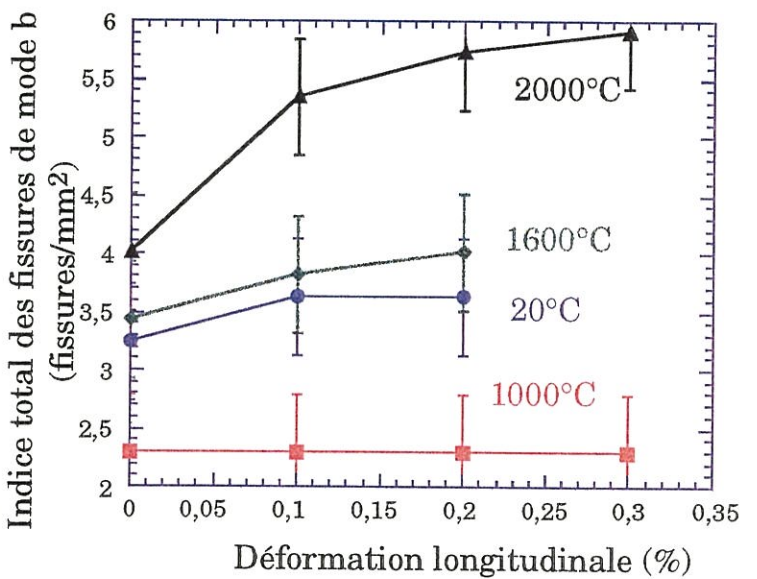


(b)

Figure 4-26 : Indice total (a) des fissures de mode a et (b) des fissures de mode b pour le matériau 3 aux différentes température d'essai



(a)



(b)

Figure 4-27 : Indice total (a) des fissures de mode a et (b) des fissures de mode b pour le matériau 4 aux différentes température d'essai



Pour le matériau 4, on constate que l'indice de fissuration du mode a est bien plus faible que pour les autres matériaux. C'est à température ambiante que l'on obtient le plus grand nombre de fissures (figure 4-27). Par contre, l'indice de fissuration du mode b est le plus important à 2000°C. A 1000°C, il n'y a pas d'apparition de fissure au cours de l'essai mécanique pour ce matériau.

Ainsi, l'étude des indices de fissuration des deux modes permet de montrer que les séquences d'apparition des fissures varient en fonction de la température d'essai et du matériau étudié. Il n'apparaît aucune relation nette entre la fissuration et l'évolution des courbes de comportement avec la température. Il est à noter que le matériau pour lequel il y a le moins de création de fissures, quelle que soit la température d'essai, est le matériau 4.

Les éprouvettes ont été observées au microscope optique, notamment la zone de rupture. Quelle que soit la température d'essai, on constate que la rupture se produit de préférence dans les zones d'embuvage, et en général non loin des zones d'aiguilletage. Cela rejoint les observations effectuées à température ambiante (figure 3-16).

Les faciès de rupture ont été ensuite observés au microscope électronique à balayage. Il est difficile de mesurer les longueurs de déchaussement des fibres. En effet, la méthode de mesure n'est pas au point, et la précision n'est pas suffisante pour comparer précisément les valeurs obtenues. Néanmoins, sur la base d'une estimation, peu de différences ont été constatées entre les faciès des quatre matériaux testés à une même température. Par contre, lorsque l'on observe un matériau, il semble que les longueurs de déchaussement ne varient pas de façon significative en fonction de la température d'essai. Sur le matériau 1, les longueurs de déchaussement ont augmenté sensiblement à partir de

2000°C (figure 4-28). Mais entre 20°C, 1600°C et 2000°C, il n'y a pas de différence flagrante.

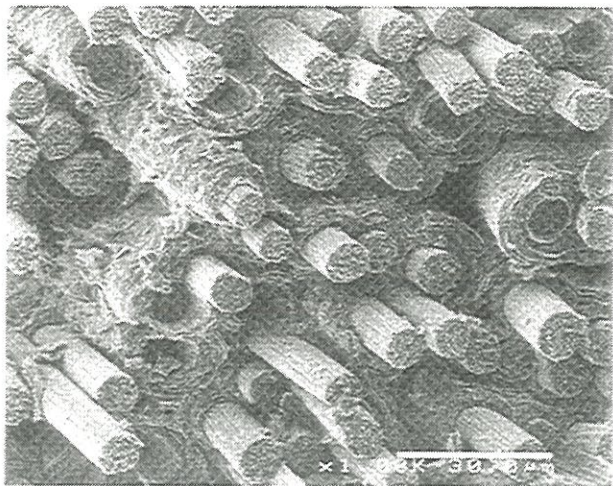
L'étude de l'aspect morphologique de l'endommagement, et notamment les évolutions des indices de fissuration vont permettre, par la suite, de mieux comprendre le comportement en température des différents matériaux étudiés.

### 3.3. Emission acoustique

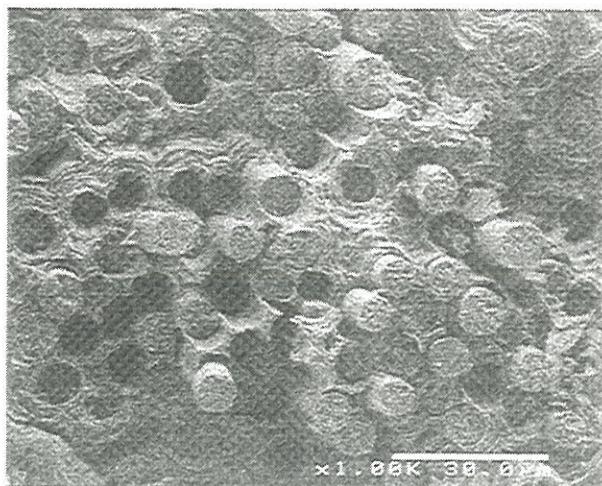
Un des moyens d'exploitation utilisés est l'évolution du nombre de coups cumulés en fonction de la déformation non-linéaire. Ces graphes ont été construits pour le matériau 1 aux quatre températures d'essais (figure 4-29). Ils sont similaires pour les autres matériaux. On constate que l'évolution du nombre de coups cumulés en fonction de la déformation non linéaire est pratiquement linéaire pour les différentes températures d'essai, ce qui rejoint les résultats obtenus à température ambiante (chapitre 3). Par contre, la pente de la droite de régression linéaire varie en fonction de la température d'essai. Cette pente est en effet beaucoup plus forte à 1600°C que pour les autres températures.

Le second moyen d'exploitation utilisé est la construction de graphes 3D représentant la durée du signal en fonction de la contrainte appliquée et de l'amplitude de ce signal. Ces graphes sont présentés pour le matériau 1 à 20°C, 1000°C, 1600°C et 2000°C (figure 4-30). Ils sont similaires pour les autres matériaux. Les graphes présentés ici correspondent à des essais réalisés dans la machine de traction à haute température où le capteur est placé sur un guide d'onde.

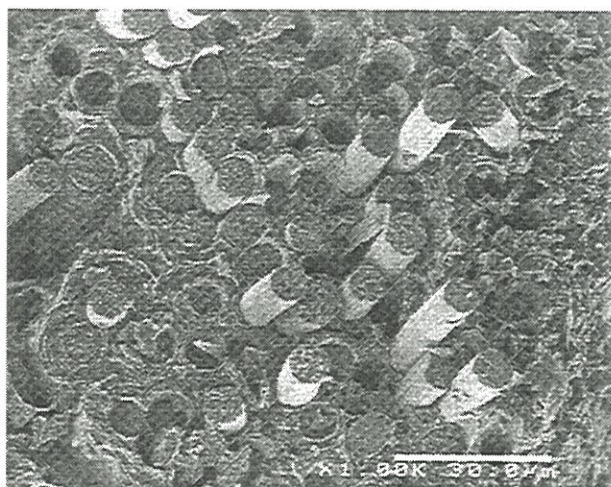
A 20°C, des signaux sont détectés tout au long de l'essai, mais le graphe n'est pas très dense. A 1000°C, seuls quelques signaux sont



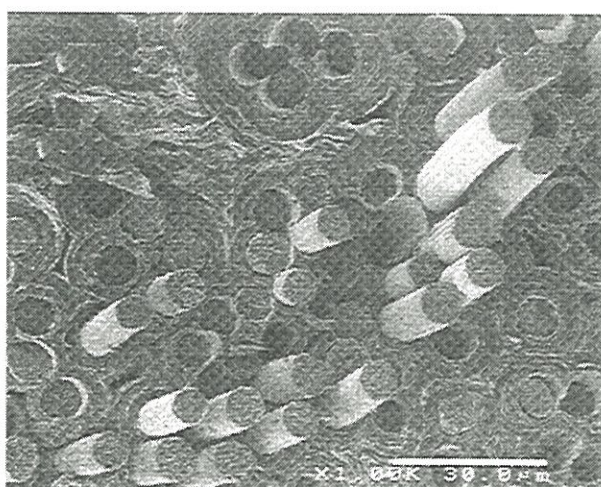
a : 20°C



b : 1600°C



c : 2000°C



d : 2500°C

Figure 4-28 : Faciés de rupture sur matériau 1  
a : 20°C, b : 1600°C, c : 2000°C et d : 2500°C





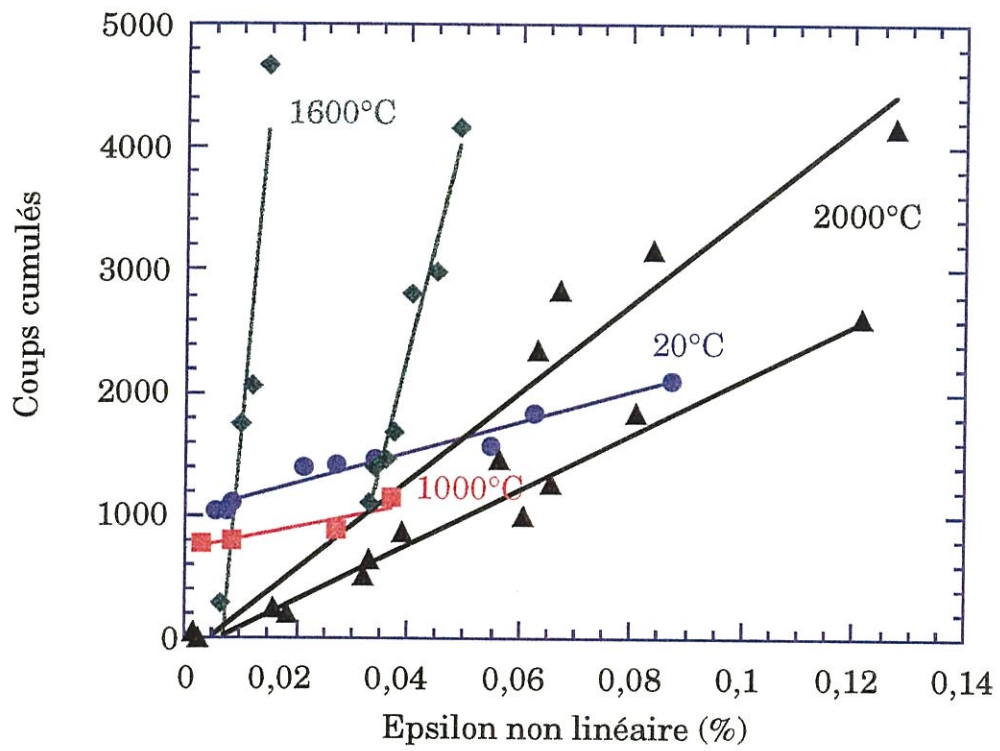
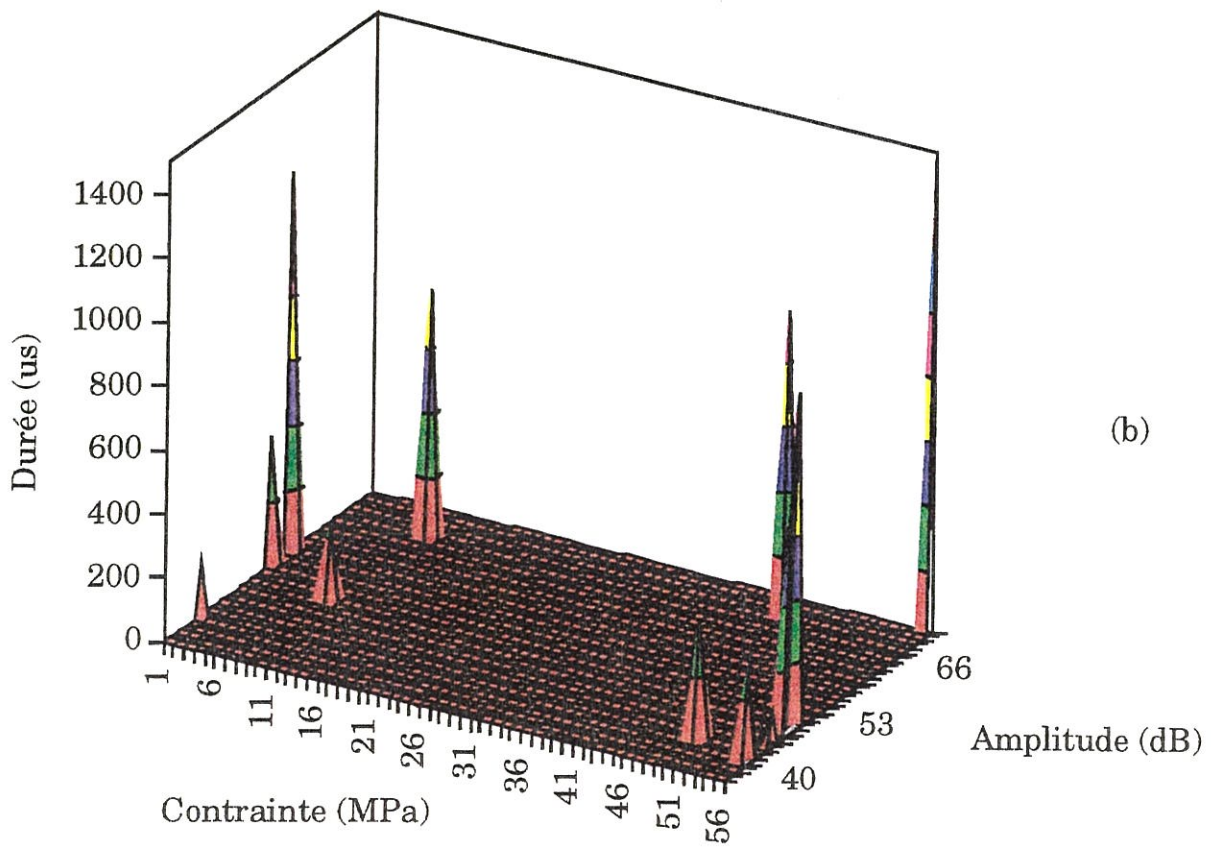
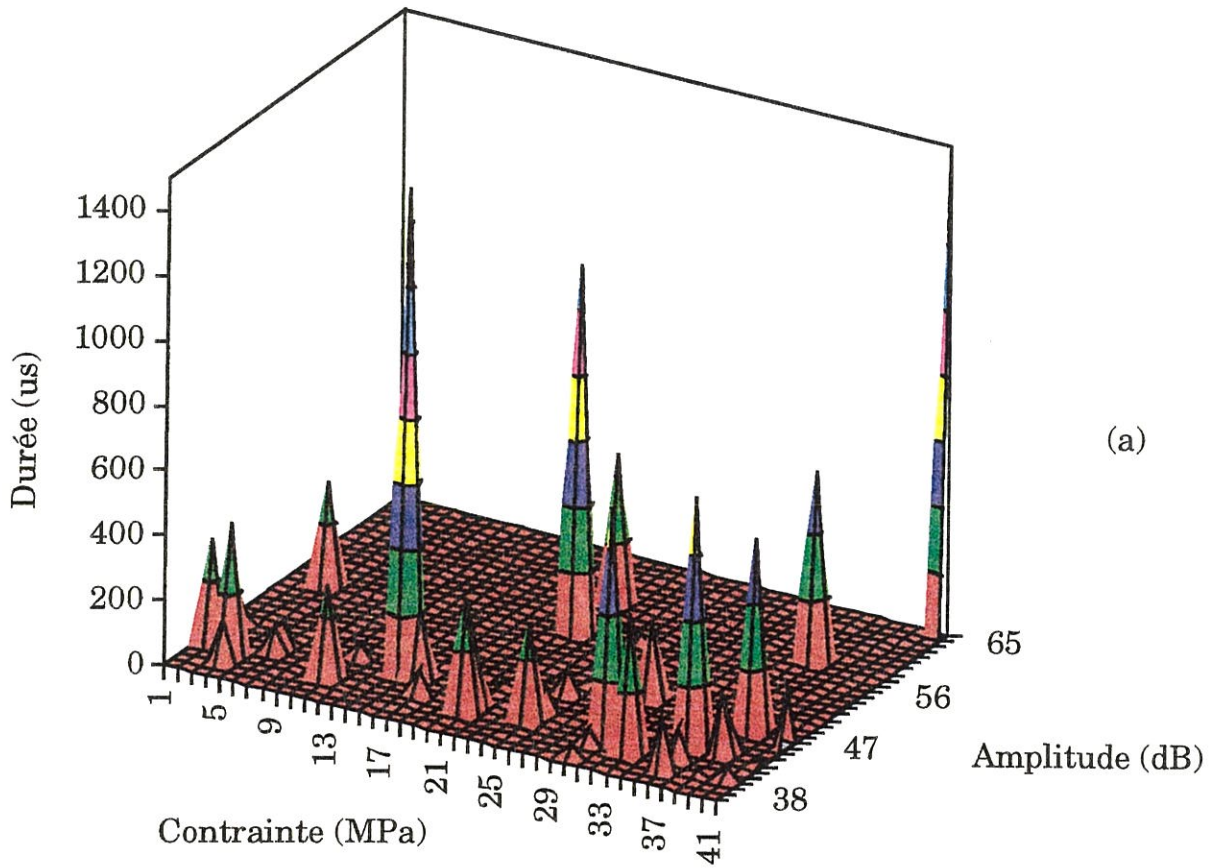


Figure 4-29 : Evolution du nombre de coups cumulés en fonction de la déformation non linéaire pour le matériau 1 aux 4 températures d'essai







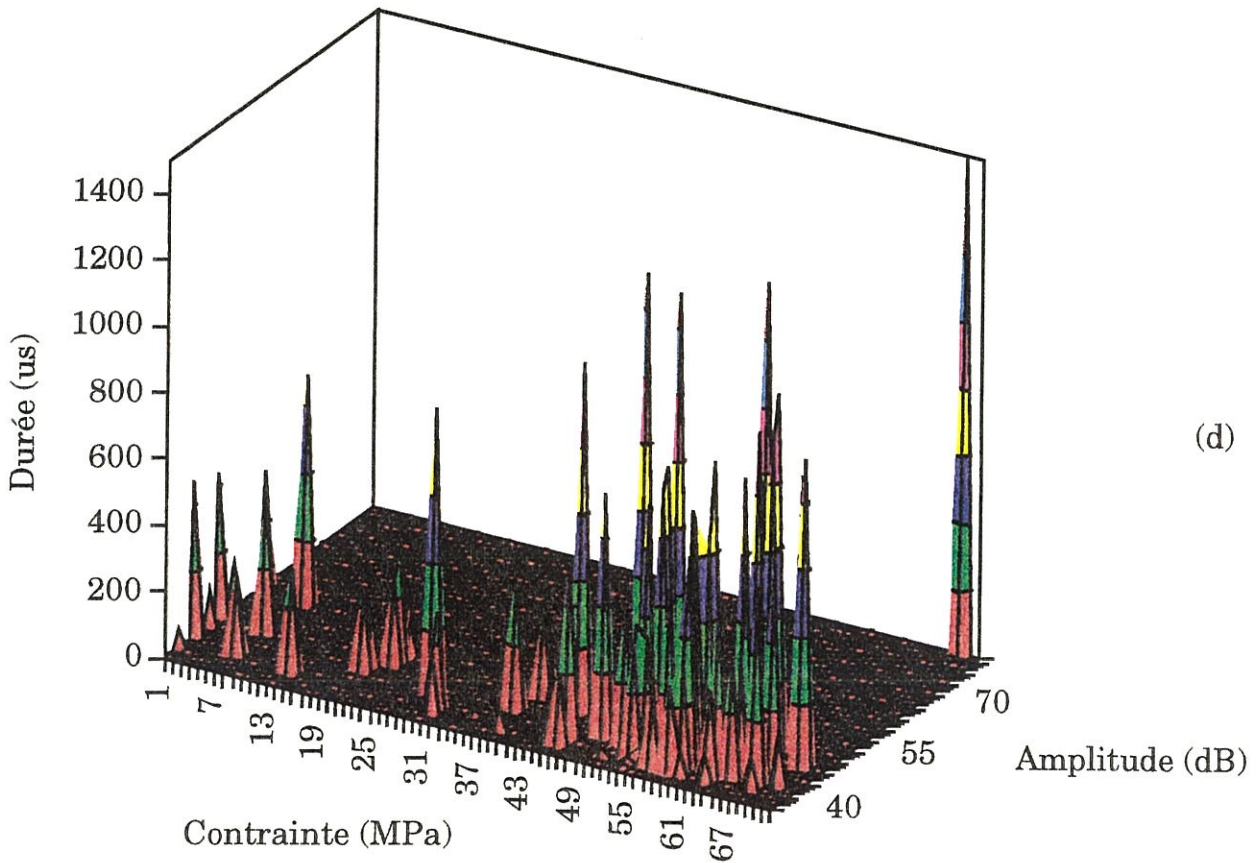
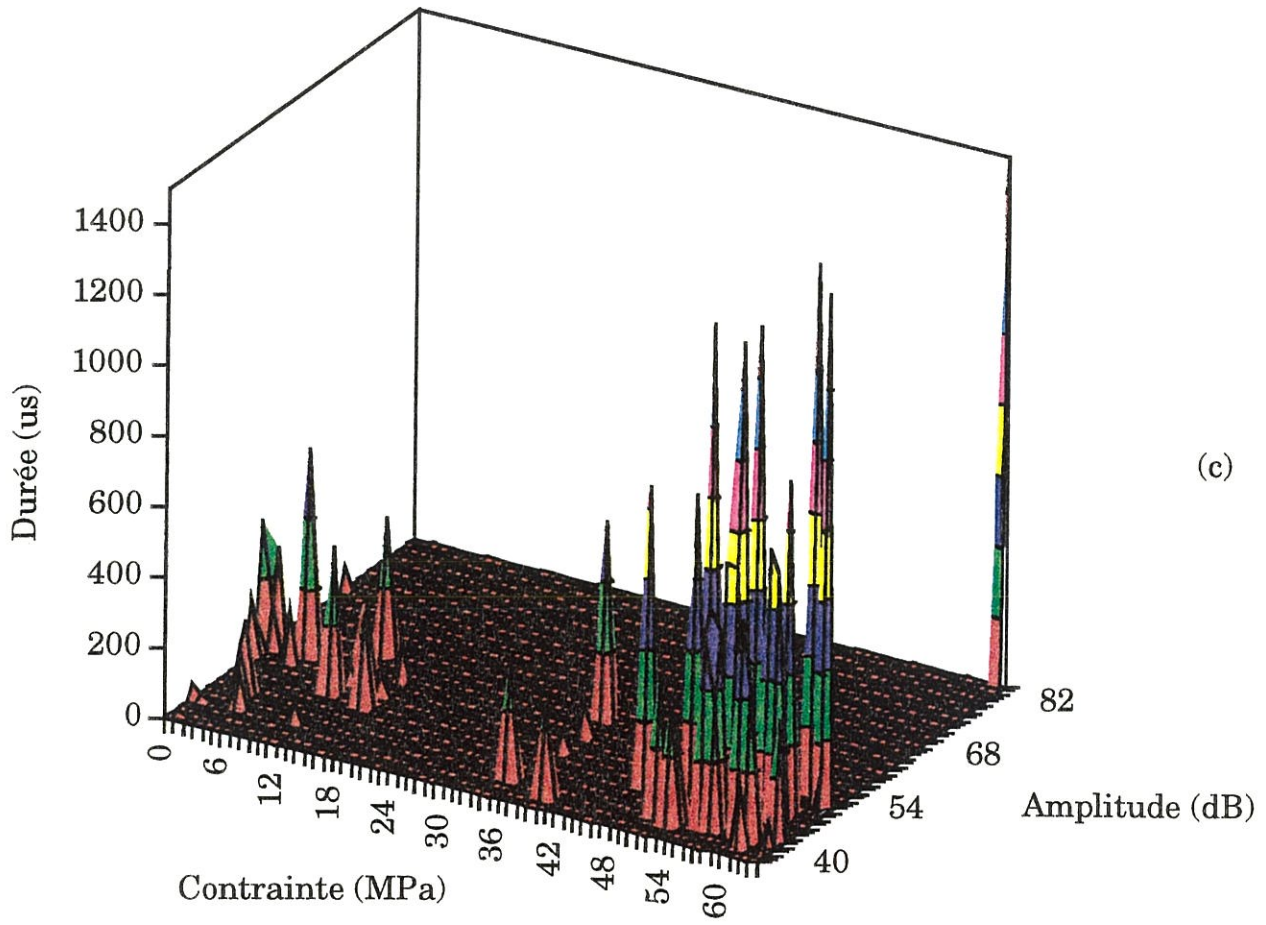


Figure 4-30 : Durée de la salve en fonction de la contrainte appliquée et de l'amplitude pour le matériau 1 testé à (a) 20°C, (b) 1000°C, (c) 1600°C et (d) 2000°C



enregistrés, en début et en fin d'essai. Entre 10 MPa et 45 MPa, la chaîne d'émission acoustique ne reçoit pas de salves. A 1600°C, l'activité acoustique est plus importante. On observe deux types de signaux : ceux captés en début d'essai, avant 20 MPa, et ceux enregistrés en fin d'essai, après 35 MPa. Entre ces deux valeurs, il n'y a pas d'enregistrement. A cette température, le nombre de salves captées est bien plus important qu'aux deux températures précédentes. Enfin, à 2000°C, l'activité acoustique est équivalente à celle enregistrée à 1600°C. Mais cette fois-ci, on enregistre des signaux tout au long de l'essai, avec une densité des salves plus importantes en fin d'essai.

Ainsi, l'activité acoustique, pour une même procédure expérimentale, dépend de la température d'essai, tout comme les indices de fissuration.

### 3.4. Caractérisation microstructurale

Une des questions qui s'est posée à la suite des essais à haute température sur les composites C/C est de savoir si la montée et le maintien à la température d'essai du matériau provoquent une modification de celui-ci.

Le matériau 4, qui n'a pas subi de second THT, a été utilisé pour éclairer ce point. Pour évaluer l'influence des essais sur la structure du matériau, des mesures de la distance interréticulaire  $d_{(004)}$  par diffraction des rayons X ont été effectuées sur des échantillons d'éprouvettes de ce matériau ayant été testées à 20°C, 1000°C, 1600°C et 2000°C. L'écart maximum obtenu entre deux mesures est de 0,0026 Å. Nous considérons donc que la montée et le maintien en température pendant les essais n'a pas d'influence sur la graphitisation du matériau, jusqu'à 2000°C.



Le même type de mesures a été effectué sur le matériau 1 qui a été testé jusqu'à 2500°C. Les résultats obtenus sont présentés au tableau 2.

Température d'essai (°C)	$d_{(004)}$ mesurée (nm)	$d_{(002)}$ calculée (nm)
20	0,16955	0,3391
2000	0,16959	0,33918
2200	0,16962	0,33924
2500	0,16898	0,33796

Tableau 2 : Distances interréticulaires en fonction de la température d'essai sur le matériau 1

Jusqu'à 2000°C, l'évolution de la distance interréticulaire n'est pas significative. Par contre, à partir de 2500°C, celle-ci diminue et se rapproche de la distance interréticulaire  $d_{(002)}$  du graphite de 3,35 Å.

### 3.5. Synthèse

Ces essais de traction effectués à haute température sur différentes nuances de composites C/C ont permis d'obtenir des informations sur l'influence de la température sur le comportement de ces matériaux. De manière générale, pour les quatre matériaux, la contrainte et la déformation à rupture augmentent avec la température d'essai. A 1000°C et 1600°C, les matériaux se rigidifient. A partir de 2000°C, la vitesse de sollicitation influence le comportement mécanique et le fluage du matériau est alors à prendre en compte.

L'aspect morphologique de l'endommagement a également été étudié. Globalement, la température d'essai ne modifie pas le type de fissures observées à 20°C lors de sollicitation mécanique sur le matériau, ni leur taille. Par contre, les séquences d'apparition des fissures varient

en fonction de la température d'essai et de la nuance de matériau étudié. L'examen au MEB des faciès de rupture montre que jusqu'à 2000°C, il n'y a pas d'évolution flagrante de ces faciès. La longueur de déchaussement des fibres a légèrement tendance à augmenter.

Enfin, la température d'essai influence également l'activité acoustique des matériaux. Par contre, jusqu'à 2200°C, elle n'a pas d'effet sur leur distance interréticulaire.

Ces résultats, analysés les uns par rapport aux autres, vont permettre de comprendre et d'expliquer le comportement des matériaux en fonction de la température.

#### **4. Discussion**

##### 4.1. Variation de la contrainte à rupture avec la température d'essai

La démarche utilisée pour évaluer la contrainte à rupture des composites C/C à température ambiante est reprise ici. Elle peut être résumée de la façon suivante : lors du suivi de l'endommagement, il a été constaté que seule la matrice se fissure pendant l'essai mécanique, quelle que soit la température d'essai. Au moment de la rupture, la matrice est donc fissurée et l'hypothèse que seules les fibres supportent la charge est posée. De plus, la rupture a lieu de façon préférentielle dans les zones d'embuvage. Ces observations ont permis de simplifier la loi des mélanges en négligeant le terme se rapportant à la matrice, et de tenir compte de cet embuvage.

A partir de la contrainte à rupture d'un fil brut de carbone, il est alors possible d'évaluer la contrainte à rupture du composite en utilisant la relation (1).

$$\sigma_{\text{composite}} = \sigma_{\text{fil brut}} \times V_{fY} \times \frac{1}{\text{facteur correctif } (\theta)} \quad (1)$$

avec  $\sigma_{\text{fil brut}}$  : contrainte à rupture du fil brut de carbone THT 2200

$V_{fY}$  : fraction volumique de fibres dans la direction Y

facteur correctif ( $\theta$ ) : rapport entre les forces obtenues par Pollock pour un angle de  $0^\circ$  et un angle égal à l'angle d'embuvage moyen (ici, 2,75)

Cette relation peut être utilisée aux quatre températures d'essai. Les valeurs obtenues sont répertoriées dans le tableau 3.

Température d'essai ( $^\circ\text{C}$ )	$\sigma_{\text{fil brut}}$ THT 2200 (MPa)	$\sigma_{\text{composite}}$ calculé (MPa)	$\sigma_{\text{composite}}$ 1 expérience (MPa)
20	$1614 \pm 387$	$58 \pm 14$	$40 \pm 1,3$
1000 ou 1100	$1857 \pm 124$	$67 \pm 5$	$56 \pm 4$
1600	$2086 \pm 644$	$75 \pm 23$	$66 \pm 8$
2000	$2860 \pm 260$	$103 \pm 9$	$75 \pm 6$

Tableau 3 : Contraintes à rupture des fils bruts de carbone et des composites C/C en fonction de la température d'essai.

Les écarts observés entre les valeurs calculées et les valeurs expérimentales sont relativement faibles jusqu'à  $1600^\circ\text{C}$ . A  $2000^\circ\text{C}$ , l'écart devient plus important et dépasse la dispersion du matériau. Mais la tendance est la même. Cet écart peut s'expliquer par la rupture prématurée des fibres. En effet, la variable d'endommagement avant rupture des composites est toujours inférieure à celle que l'on obtient quand l'effort est supporté exclusivement par les fibres, laquelle est de l'ordre de 0,35 (figure 4-18).

Globalement, la contrainte à rupture du composite à haute température dépend fortement de la contrainte à rupture des fils bruts de carbone. L'augmentation de la contrainte à rupture du composite avec la température d'essai est donc provoquée par la variation de la contrainte à rupture des fils bruts.

#### 4.2. Origine des écarts de contrainte à rupture entre les nuances de matériaux

Lors des essais de traction sur les différentes nuances de matériaux, la contrainte à rupture des matériaux augmente avec la température d'essai. De plus, des écarts entre les différents matériaux sont observés. Les différentes valeurs des contraintes à rupture sont données dans le tableau 4.

Matériau	$\sigma_R$ 20°C	$\sigma_R$ 1000°C	$\sigma_R$ 1600°C	$\sigma_R$ 2000°C	Densité
1	40 ± 1	56 ± 4	66 ± 8	75 ± 6	1,8
2	34 ± 1	38 ± 1,5	48 ± 1	56 ± 2	1,75
3	45,5 ± 0,2	44 ± 0,1	58 ± 3	68 ± 1	1,8
4	35 ± 1	55 ± 1	63 ± 1	68 ± 6	1,75

Tableau 4 : Valeur des contraintes à rupture en fonction du matériau et de la température d'essai

Plusieurs facteurs peuvent intervenir pour expliquer les écarts observés entre les matériaux, et notamment la densité. Pour s'en affranchir, nous avons effectué, comme à température ambiante, une correction sur les valeurs des contraintes à rupture des matériaux 2 et 4. En effet, on sait qu'à température ambiante, un écart de densité de 0,05 entraîne un écart de 3 MPa sur la contrainte à rupture [SEP, 1987]. Nous utilisons la même correction pour les quatre températures d'essai.

Les valeurs obtenues pour les composites et les fils bruts sont représentées à la figure 4-31. Les courbes des matériaux 1 et 4 sont relativement proches, et au-dessus de celles des matériaux 2 et 3. Entre 1000°C et 2000°C, les évolutions des quatre matériaux sont similaires. L'écart observé provient du fait qu'entre 20°C et 1000°C, les matériaux 2 et 3 n'ont pas évolué, alors que les contraintes à rupture des matériaux 1 et 4 ont déjà augmenté. La courbe des fils bruts augmente régulièrement jusqu'à 1600°C et est proche de celles des matériaux 2 et 3, puis l'augmentation est plus forte et la courbe rejoint celles des matériaux 1 et 4.

Les écarts entre les différents matériaux sont sensiblement les mêmes qu'à la figure 4-9. L'écart de densité n'explique donc pas à lui seul les différences obtenues entre les nuances de matériaux. D'autres hypothèses sont donc à envisager.

Le matériau 3 n'est sensible à l'augmentation de température qu'à partir de 1000°C, il y a donc un décalage de 1000°C par rapport aux matériaux 1 et 4. Pour expliquer ce décalage, l'équilibre des contraintes au sein du matériau peut être mis en cause. En effet, les deux dernières couches de matrice de ce matériau n'ont pas été stabilisées à 2200°C. Il est donc probable que, jusqu'à 1000°C, l'augmentation de la contrainte à rupture des fibres ne suffise pas à contrebalancer les modifications structurales de la matrice. Mais cela reste une hypothèse.

Ainsi, l'augmentation de la contrainte à rupture des composites C/C avec la température d'essai est reliée directement à l'augmentation de la contrainte à rupture des fils bruts de carbone. Les écarts observés entre les différentes nuances de matériaux ne semblent pas uniquement liés aux écarts de densité entre les matériaux. Il est fort probable que la différence

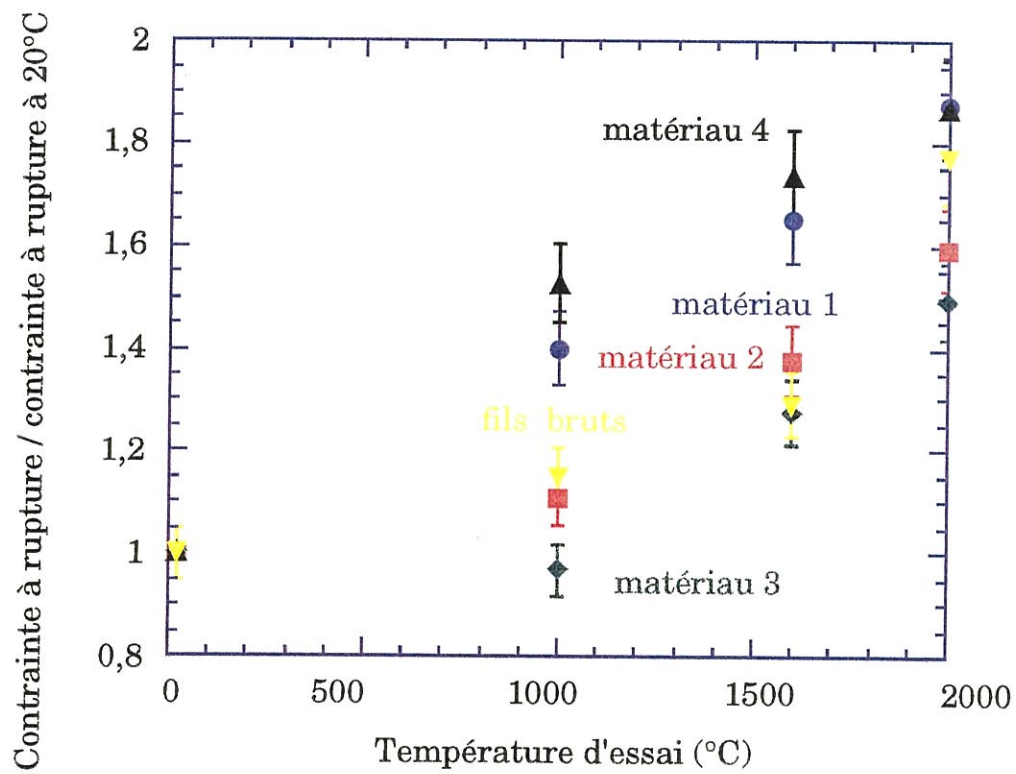


Figure 4-31 : Evolution de la contrainte à rupture à iso-densité en fonction de la température d'essai pour les 4 matériaux et les fils bruts



d'équilibre des contraintes entre la fibre et la matrice et entre les différentes couches de matrice influencent les contraintes à rupture des composites.

#### 4.3. Variations de la déformation longitudinale des composites

Lors des essais de traction sur composite C/C, les courbes de comportement obtenues sont non-linéaires à toutes les températures d'essai. Pour étudier ce phénomène, la déformation longitudinale a été découpée en trois parties (chapitre 3) :

$$\varepsilon = \varepsilon_{\text{lin}} + \varepsilon_{\text{Res}} + \varepsilon_{\text{d}}$$

Lors des essais à haute température, il y a apparition du phénomène de fluage. C'est pourquoi, pour les essais réalisés à 2000°C, la déformation a été divisée en quatre parties :

$$\varepsilon = \varepsilon_{\text{lin}} + \varepsilon_{\text{d}} + \varepsilon_{\text{fluage}} + \varepsilon_{\text{Res effective}}$$

où  $\varepsilon_{\text{fluage}}$  est la déformation causée uniquement par le fluage du matériau, et  $\varepsilon_{\text{Res effective}}$  est la déformation résiduelle provoquée par d'autres phénomènes. Pour les températures inférieures à 2000°C, le terme  $\varepsilon_{\text{fluage}}$  est négligé.

La valeur de la quantité  $\varepsilon_{\text{d}} + \varepsilon_{\text{lin}}$  à une contrainte donnée détermine la forme de la courbe de comportement. En effet, plus  $\varepsilon_{\text{d}} + \varepsilon_{\text{lin}}$  est grand et plus la non linéarité est marquée. Cette quantité dépend du module d'élasticité des fibres, lesquelles déterminent les déformations du composite. Leur contribution est d'autant plus significative que leur module d'élasticité est grand devant celui de la matrice.

Les courbes de comportement de la figure 4-7 montrent que  $\varepsilon_{\text{d}} + \varepsilon_{\text{lin}}$  diminue lorsque la température augmente jusque vers 1000°C - 1600°C (rigidification du matériau) puis augmente ensuite. Ces variations



sont en accord avec les mesures de module d'élasticité des fils, pour une longueur de jauge de 25 mm. Ainsi le tableau 2 du chapitre 2 montre que le module des fibres augmente avec la température jusqu'à un maximum entre 1000°C et 1600°C puis diminue. Donc l'évolution de la courbe de comportement semble pouvoir être attribuée pour une certaine part à l'influence de la température sur le module d'élasticité des fibres.

L'évolution des différentes composantes des déformations en fonction de la température d'essai a été suivie entre 0,1 % et 0,3 % de déformation totale pour les matériaux 1 et 2. En effet, pour ces matériaux, des essais à 2000°C réalisés à différentes vitesses permettent de déterminer la déformation causée par le fluage, et ainsi la déformation résiduelle effective.

En effet, pour évaluer la déformation causée par le fluage pendant les essais, l'hypothèse suivante a été utilisée : lors des essais réalisés à vitesse rapide (0,5 mm/min ou 100 MPa/min), le fluage est négligeable car ces essais sont de très courte durée (120 s pour un essai rapide et 7800 s pour un essai lent). Ainsi, la déformation associée au fluage est la différence entre les déformations résiduelles, pour une même déformation longitudinale, entre deux essais à vitesses normale (0,05 mm/min ou 10 MPa/min) et rapide (0,5 mm/min ou 100 MPa/min). Donc, pour une déformation longitudinale donnée :

$$\varepsilon_{\text{fluage}} = \varepsilon_{\text{Res } 0,05 \text{ mm/min}} - \varepsilon_{\text{Res } 0,005 \text{ mm/min}}$$

Pour les matériaux 3 et 4, nous avons considéré que la déformation causée par le fluage est la même que celle du matériau 1. Pour chaque matériau, la déformation résiduelle a été corrélée avec les différents indices de fissuration (indice total de fissuration, indice de fissuration des fissures créées, et en séparant les modes a et b) aux différentes

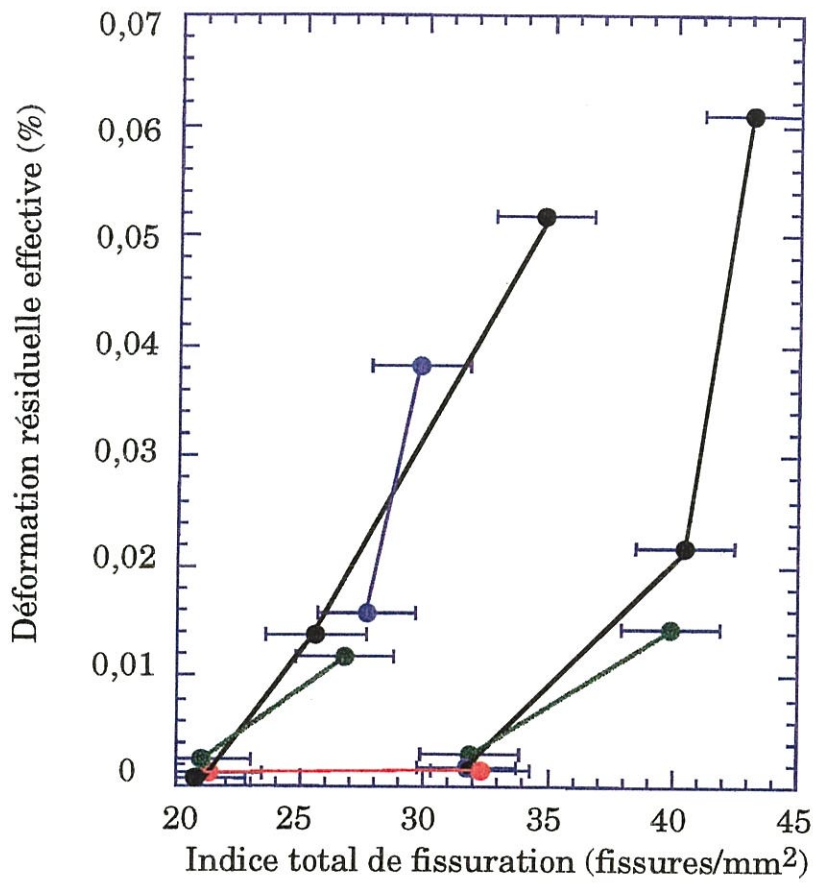
températures d'essai. Les évolutions les plus pertinentes lorsque l'on fait varier la température sont obtenues pour la corrélation entre la déformation résiduelle et l'indice total de fissuration pour les 4 matériaux (figure 4-32), ce à quoi on pouvait s'attendre puisque ce sont les fissures présentes dans le matériau qui entraînent les déformations résiduelles.

Globalement, pour chaque nuance de matériau, la température d'essai ne semble pas affecter la pente moyenne obtenue par régression linéaire pour la figure 4-32. Seuls quelques points sortent du lot, notamment le point à 1600°C pour le matériau 2. Mais de manière générale, l'accroissement de la déformation résiduelle semble être proportionnel à l'augmentation de l'indice de fissuration des modes a et b, aux incertitudes de mesure près. Il est donc fort probable que la déformation résiduelle soit directement reliée à l'importance de la fissuration matricielle incluant les fissures présentes à l'état initial et celles créées pendant le chargement mécanique. Ce résultat est en accord avec les courbes de la figure 3-8 qui montrent que la déformation résiduelle est généralement proportionnelle à l'endommagement à température ambiante.

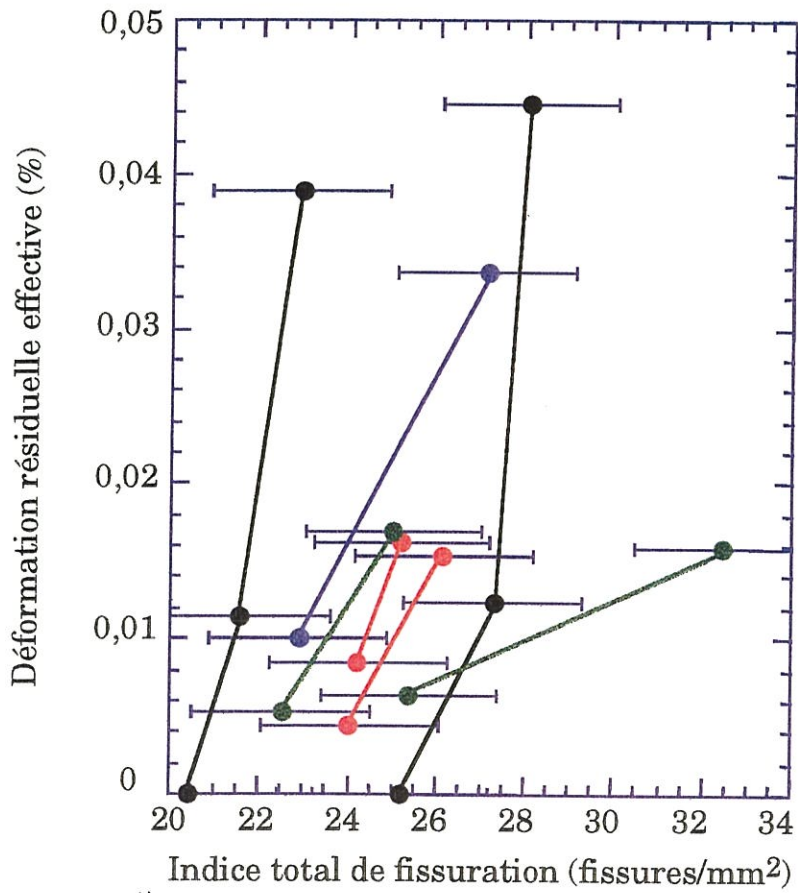
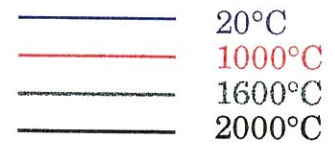
De même, la variable d'endommagement a été comparée aux différents indices de fissuration, pour chaque matériau, aux différentes températures d'essai. Les variations les plus intéressantes ont été obtenues comme on pouvait s'y attendre pour l'indice de fissures créées pendant les essais de traction (figure 4-33).

La variable d'endommagement est généralement une fonction croissante de l'indice de fissuration. En outre, à 2000°C, pour les matériaux 2, 3 et 4, on observe un accroissement significatif de la variable d'endommagement sans que l'indice de fissuration ne varie. Cet effet est à





(a)



(b)



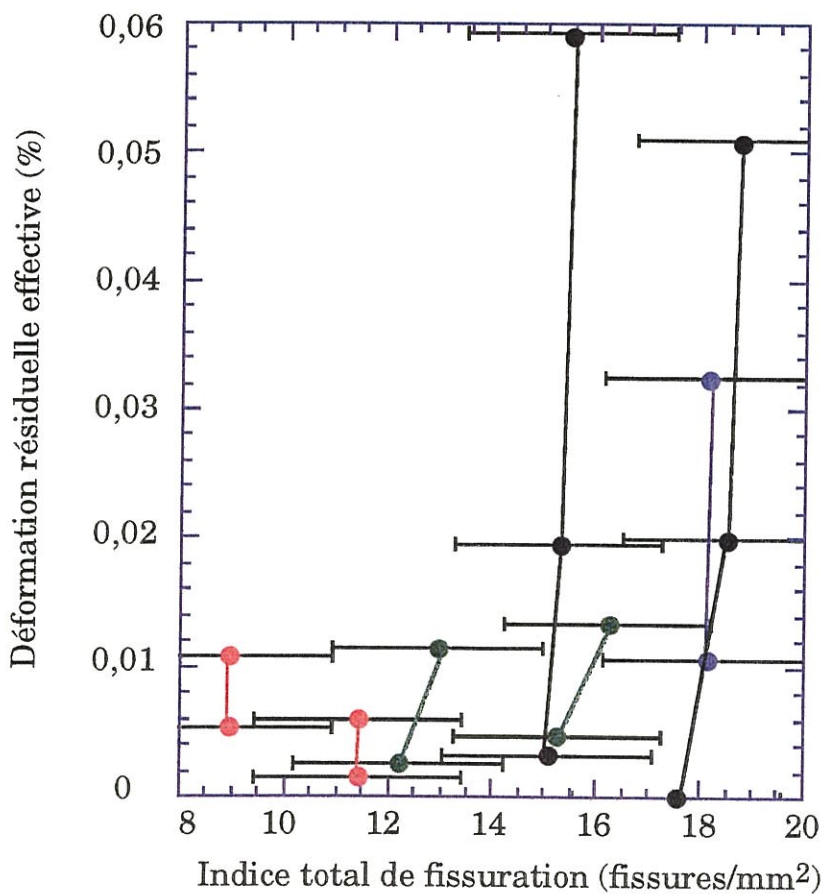
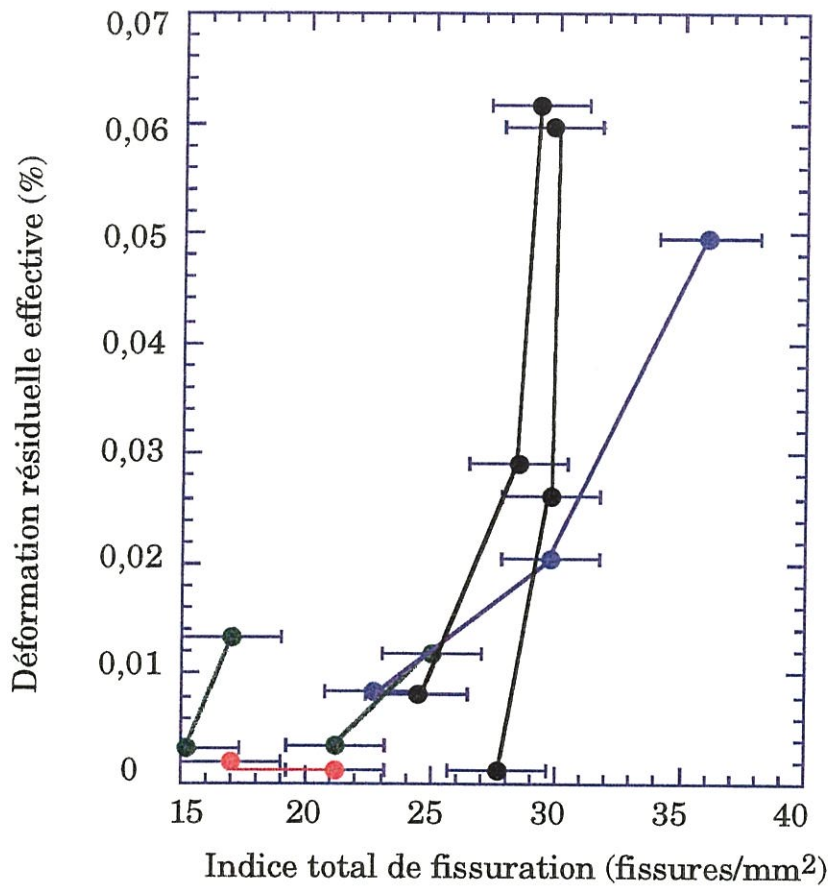
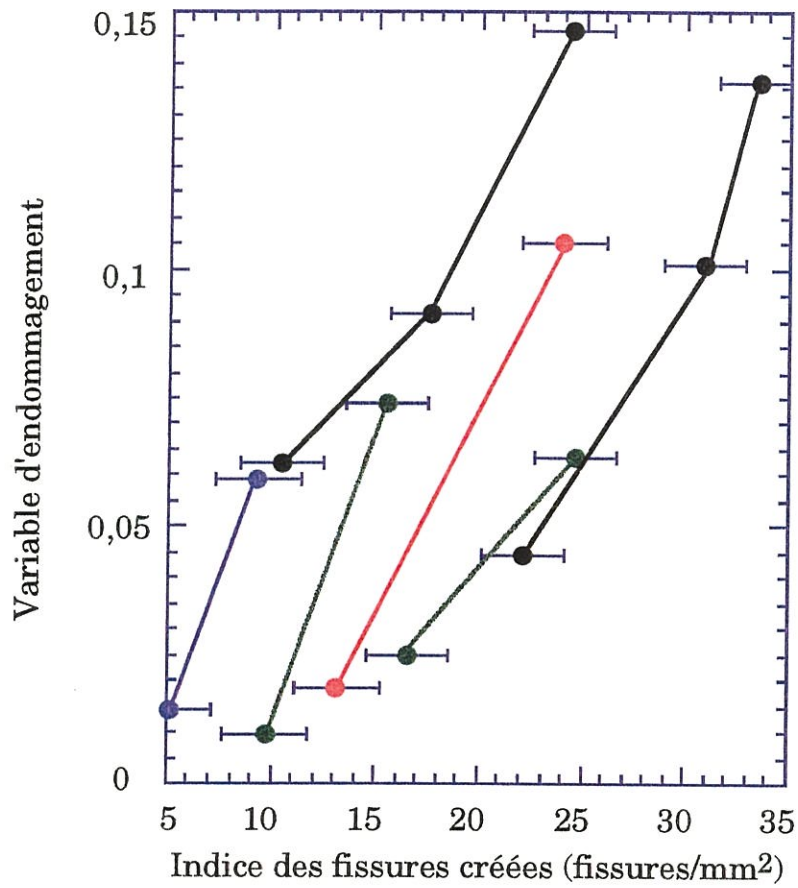
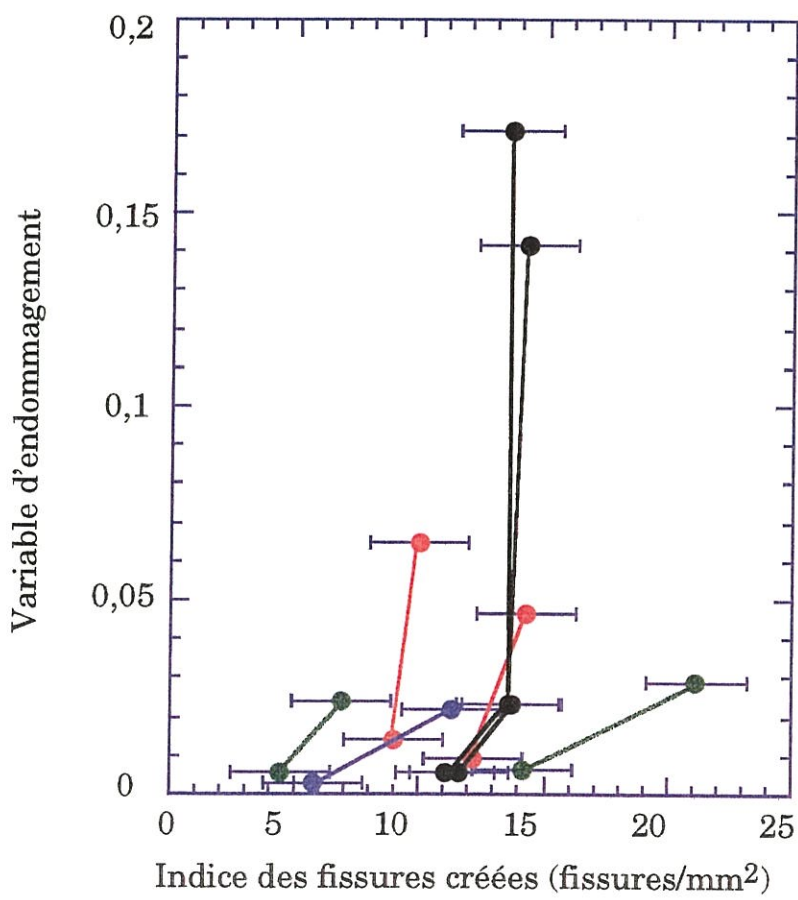
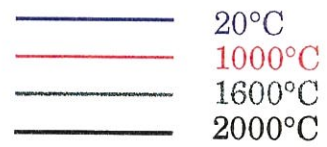


Figure 4-32 : Corrélation entre la déformation résiduelle et l'indice total de fissuration des 2 modes aux 4 températures d'essai pour les matériaux (a) 1, (b) 2, (c) 3, et (d) 4





(a)



(b)





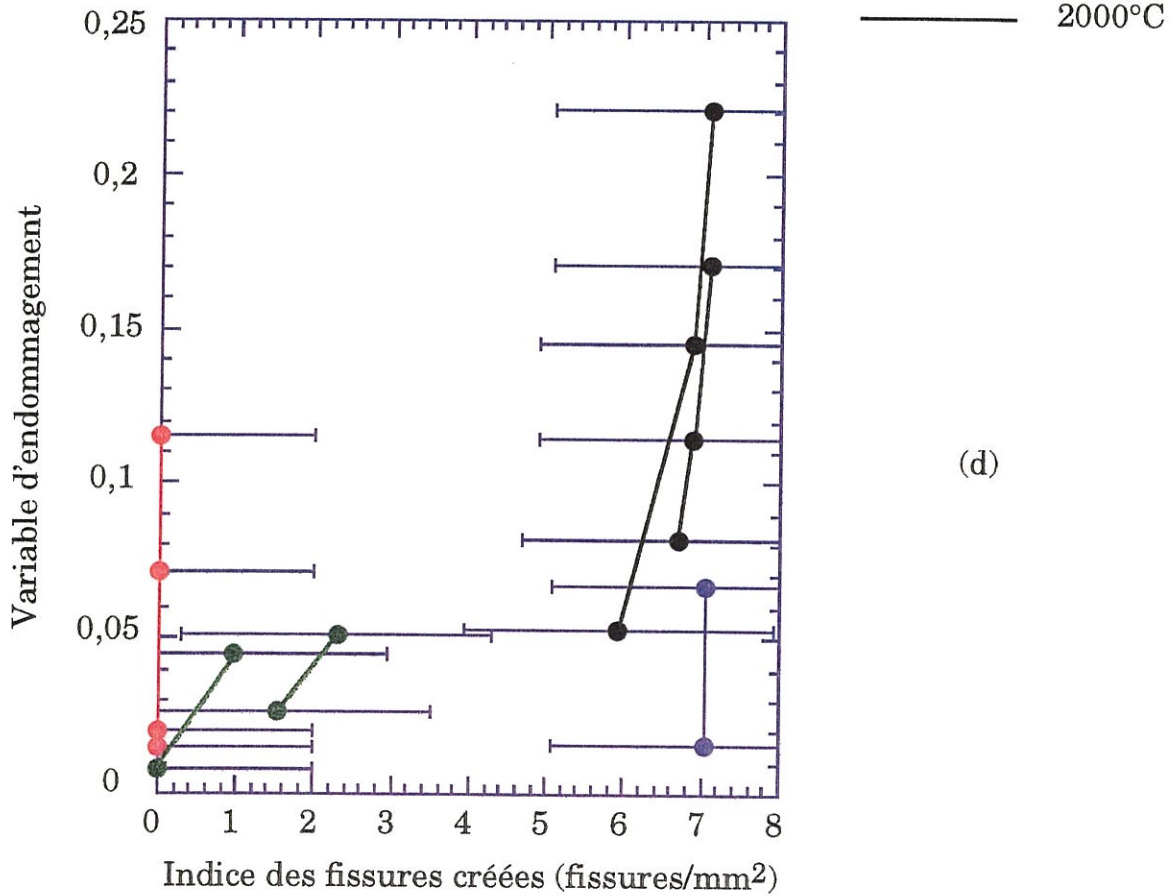
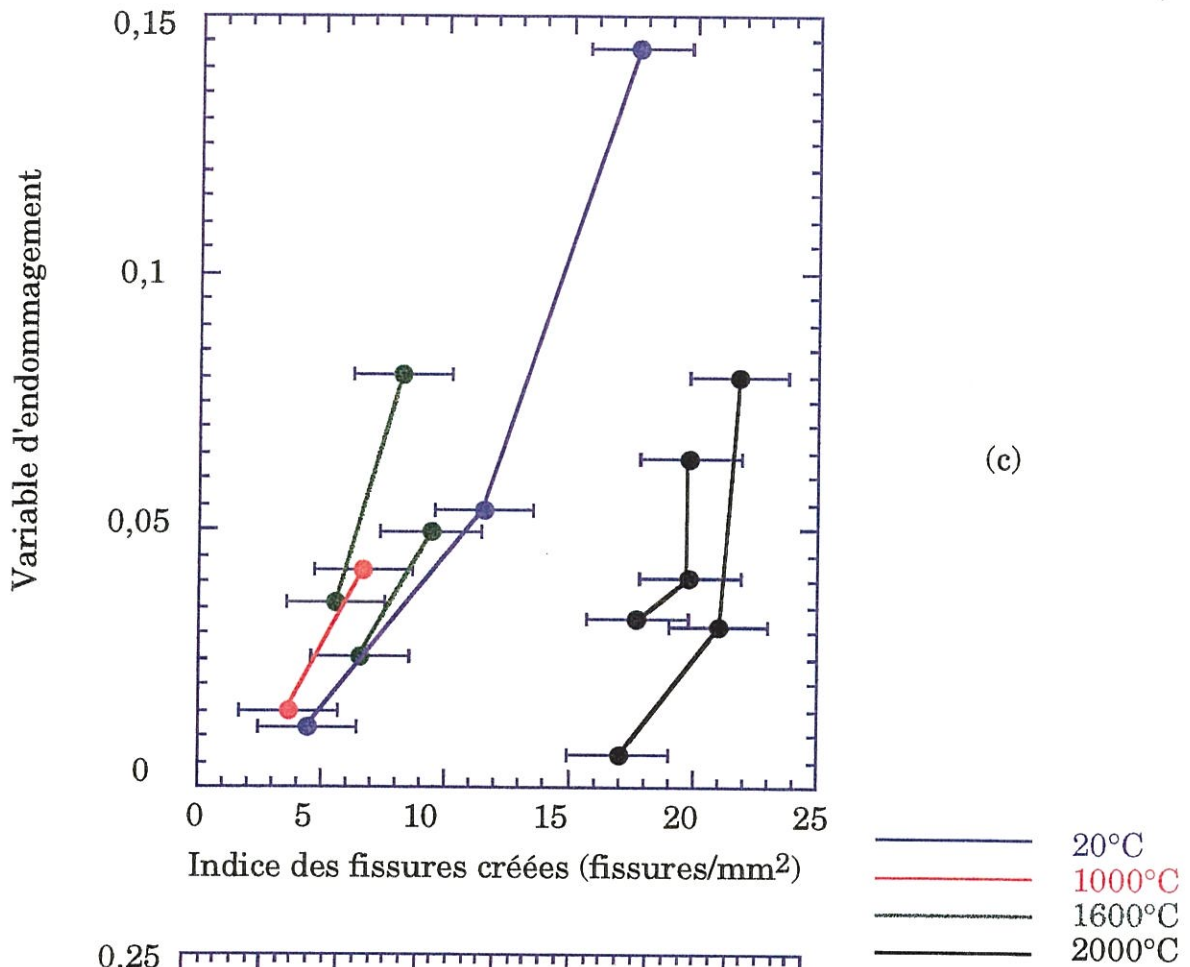


Figure 4-33 : Corrélation entre la variable d'endommagement et l'indice de fissuration des fissures créées des 2 modes aux 4 températures d'essai pour les matériaux (a) 1, (b) 2, (c) 3, et (d) 4

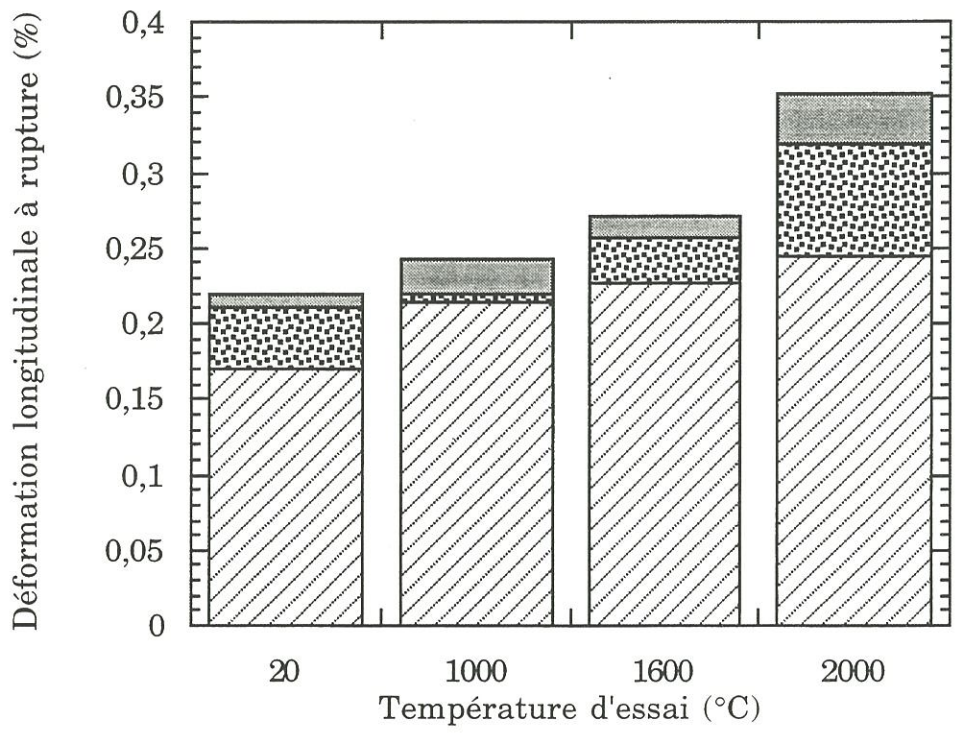


attribuer à la contribution du fluage qui accentue les déformations. En effet, les essais de traction réalisés à différentes vitesses de sollicitation ont montré que le matériau 1 est moins sensible au fluage que le matériau 2 (figures 4-17 et 4-20). Cet effet du fluage est également mis en évidence au moyen de l'émission acoustique.

De plus, il est intéressant de remarquer que, pour une variation identique des indices de fissuration à différentes températures d'essai, les variations associées de déformation résiduelle ou de variable d'endommagement sont les mêmes. Ainsi, pour un matériau donné, l'influence des fissures sur le comportement mécanique du matériau, c'est-à-dire sur la déformation résiduelle et sur la variation du module, ne varie pas en fonction de la température d'essai. Les fissures sont aussi "nocives" sur le comportement du matériau à 20°C qu'à 2000°C. Ce qui varie entre les différentes températures d'essai, ce n'est pas l'effet des fissures sur le comportement mais le nombre de ces fissures.

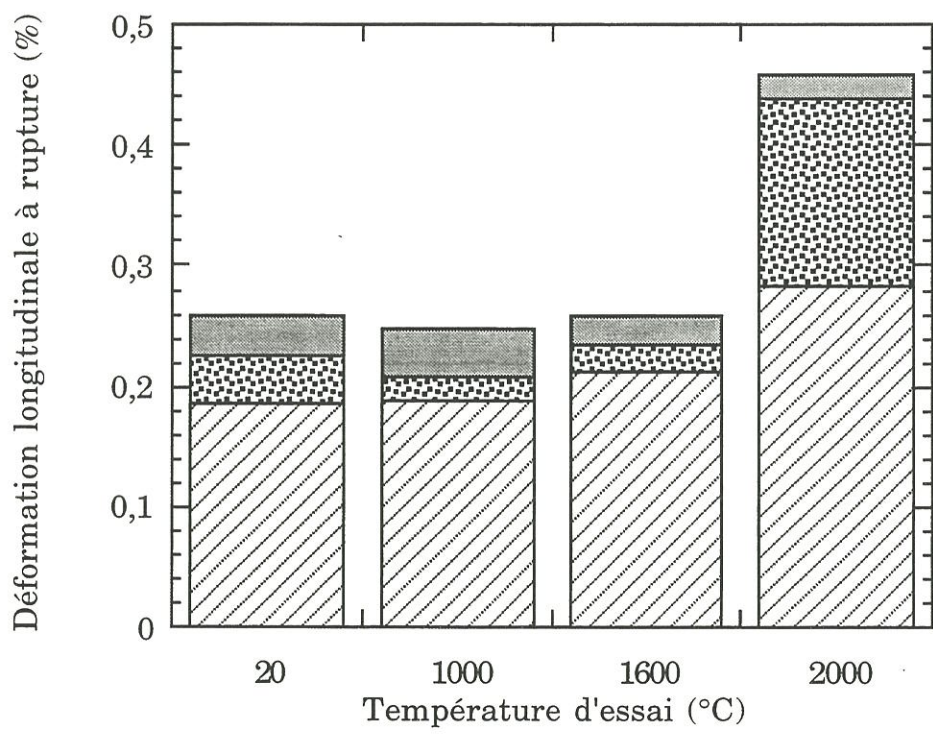
L'évolution des différentes composantes des déformations à rupture en fonction de la température d'essai a également été déterminée (figure 4-34). Pour les matériaux 1 et 4, les évolutions des différentes déformations en fonction de la température d'essai présentent une tendance similaire. La déformation linéaire augmente dès 20°C, la déformation résiduelle diminue à 1000°C, puis augmente jusqu'à 2000°C. La déformation causée par la variation du module est à peu près stable jusqu'à 1600°C, puis augmente.

Pour les matériaux 2 et 3, la déformation linéaire augmente à partir de 1000°C. La déformation résiduelle diminue à 1000°C puis augmente jusqu'à 2000°C. La déformation associée à l'endommagement, pour le matériau 2, reste stable jusqu'à 1000°C, puis diminue légèrement. En



(a)

■ Déformation associée à l'endommagement
   
 ● Déformation résiduelle
   
 ▨ Déformation linéaire



(b)

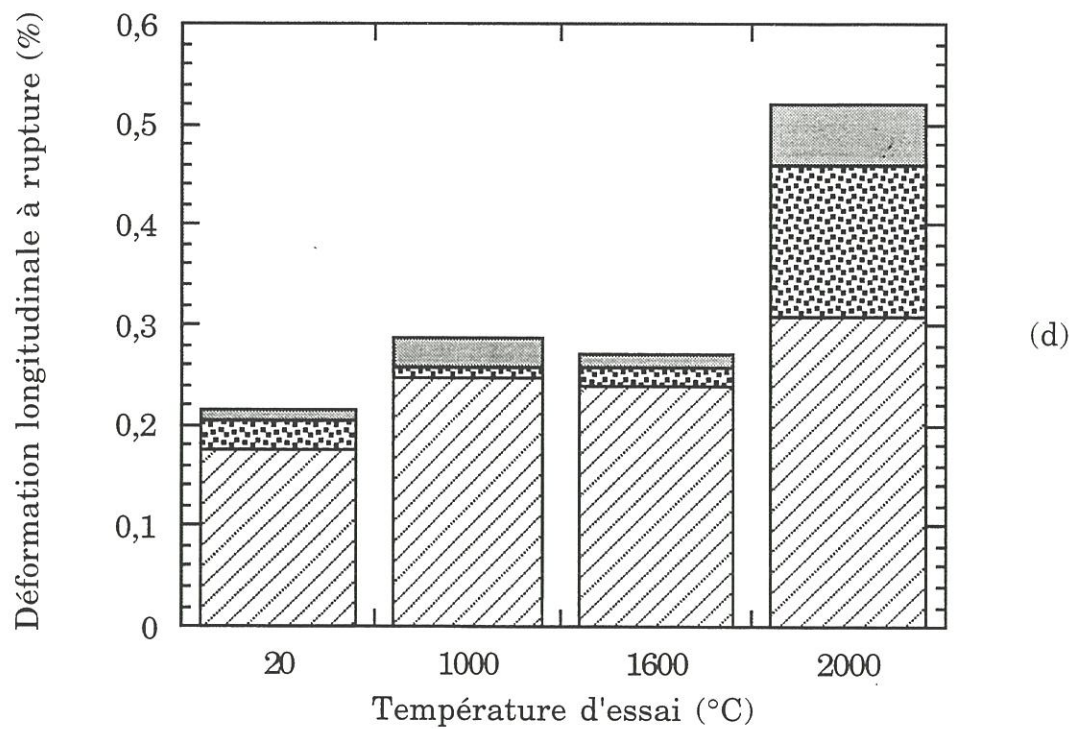
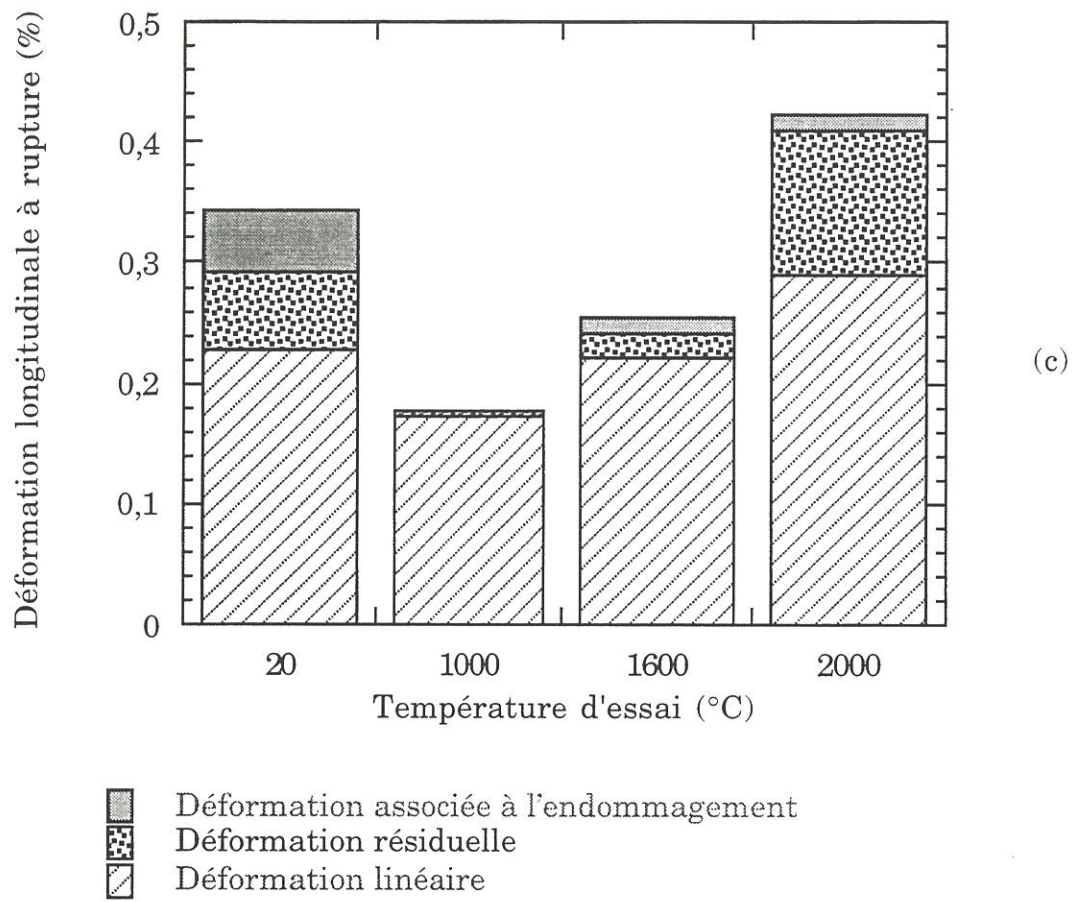


Figure 4-34 : Répartition de la déformation à rupture aux différentes températures d'essai pour les matériaux (a) 1, (b) 2, (c) 3, et (d) 4

revanche, celle du matériau 3, importante à 20°C, disparaît à 1000°C, puis reprend une valeur importante à 1600°C, pour atteindre une valeur faible à 2000°C.

A 2000°C, la déformation résiduelle est bien plus forte qu'aux autres températures d'essai pour les quatre matériaux. Cela provient du fait qu'à cette température, le fluage du matériau entraîne une déformation importante de l'éprouvette.

Ainsi, pour les matériaux 1, 2 et 4, l'augmentation avec la température de la déformation à rupture est causée par l'augmentation de la déformation linéaire, qui provient de l'augmentation de la contrainte à rupture, et de l'augmentation de la déformation résiduelle à 2000°C due au fluage. La contribution de la déformation associée à l'endommagement de la matrice semble être le même.

Une singularité est observée à 1000°C pour le matériau 3, dont la déformation à rupture chute. D'après la figure 4-34, on constate qu'à cette température, la déformation linéaire n'a pas encore augmenté. Par contre, la déformation résiduelle est très faible, et la déformation associée à l'endommagement est nulle, d'où cette faible déformation à rupture. A cette température d'essai, peu de fissures apparaissent. Cela signifie que la rupture est prématurée. L'indice des fissures créées en fin d'essai est de 5,16 à 1000°C alors qu'il est de 17,35 à 20°C (figure 4-26). Cela se traduit par un module qui ne varie pas et une faible déformation résiduelle. A 1600°C, on retrouve des indices de fissuration plus élevés, une variation de module ainsi qu'une déformation résiduelle.

Ainsi, les variations de déformation longitudinale à rupture en fonction de la température proviennent de la contrainte à rupture à cette température. A 2000°C, le fluage du matériau entre également en compte,

et explique en partie l'augmentation de déformation longitudinale à rupture entre 1600°C et 2000°C.

#### 4.4. L'émission acoustique

Comme lors des essais à température ambiante (chapitre 3), des corrélations ont été recherchées entre le nombre de salves enregistrées et le nombre de fissures créées ou entre le nombre de salves enregistrées et la déformation résiduelle.

Le nombre de salves a été représenté en fonction de l'indice de fissures créées (figure 4-35). Comme pour les essais à température ambiante, les courbes dépendent fortement du matériau et présentent une grande dispersion. Pour s'affranchir des problèmes liés au dispositif, le nombre de salves a été corrigé de façon que les pentes initiales soient confondues quelque soit le matériau (figure 4-36). On constate alors que les changements de pente ne se produisent pas pour la même valeur de l'indice de fissuration suivant la température. Il semble donc que d'autres phénomènes interviennent à partir d'un certain niveau de contrainte ou de déformation.

Pour prendre en compte non seulement l'apparition de fissures mais aussi les phénomènes liés à toutes les fissures présentes, nous avons utilisé la déformation résiduelle effective comme paramètre représentatif de l'état de fissuration total des matériaux.

Le nombre de salves enregistrées a été tracé en fonction de la déformation résiduelle effective pour les différents matériaux aux trois températures d'essai (figure 4-37). La dispersion observée est non négligeable, surtout à 1000°C et 1600°C. Pour éliminer les incertitudes liées au dispositif d'essai, une correction est effectuée comme





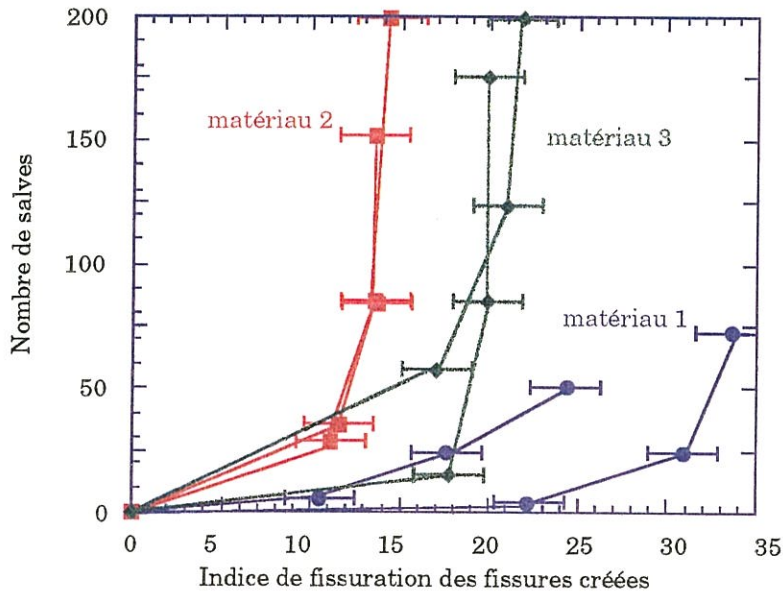
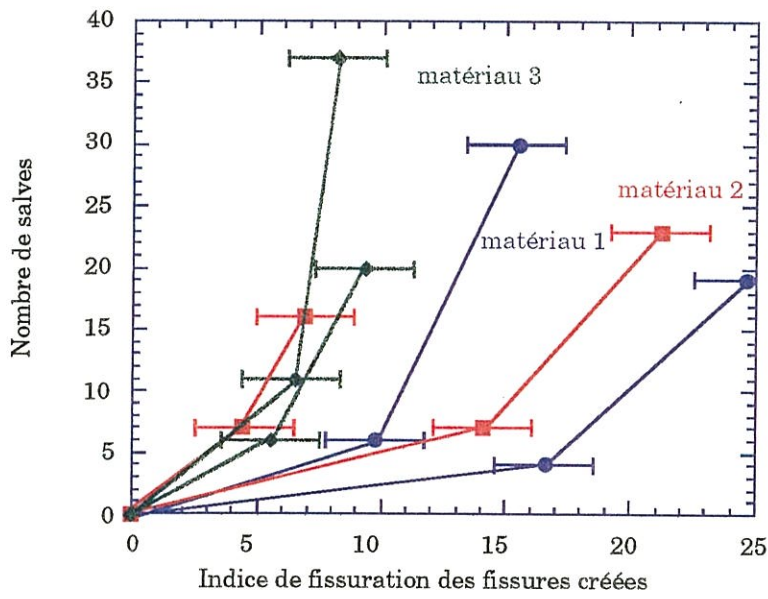
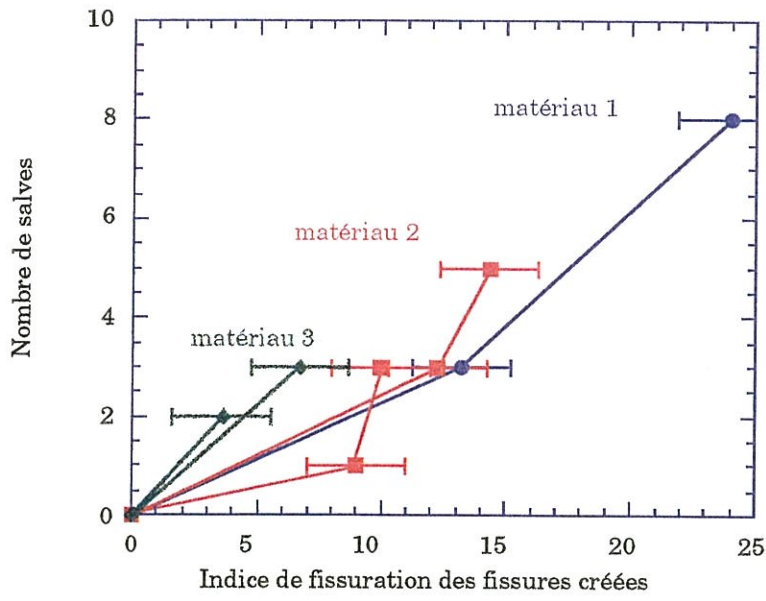
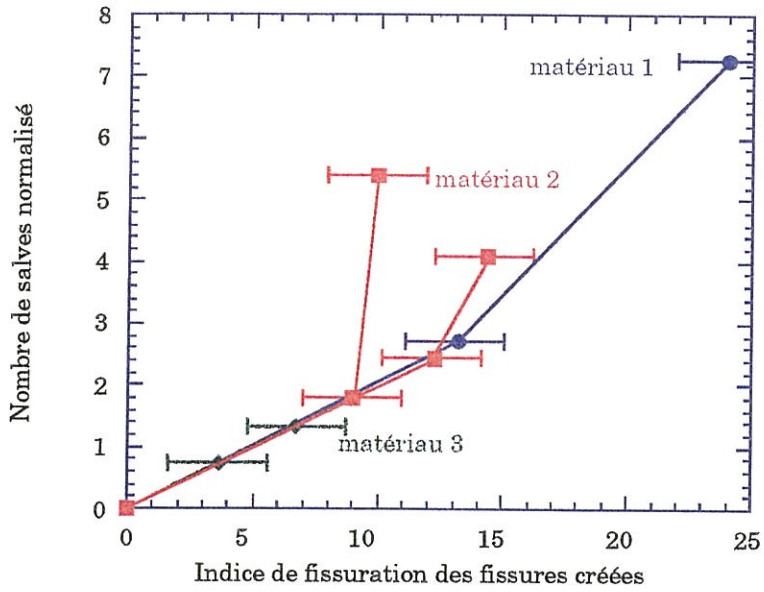
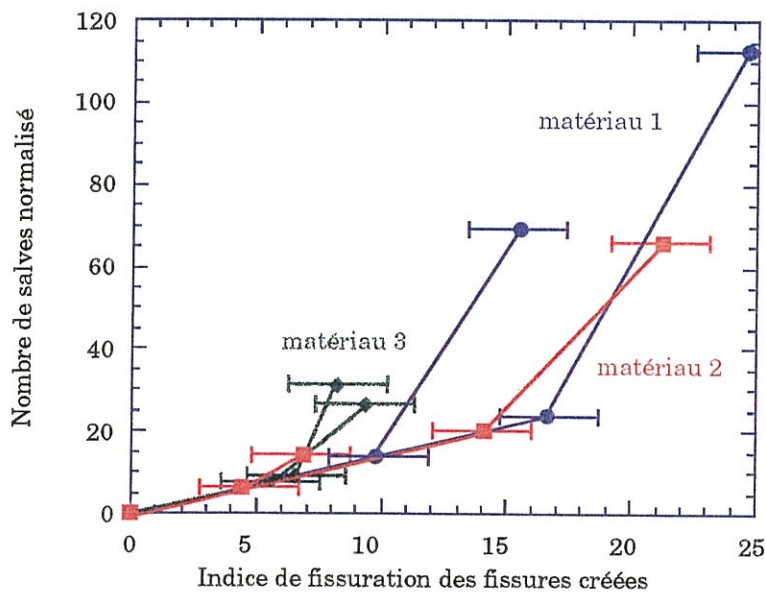


Figure 4-35 : Nombre de salves enregistrées en fonction de l'indice de fissuration des fissures créées pour les matériaux 1, 2 et 3 à (a) 1000°C, (b) 1600°C et (c) 2000°C

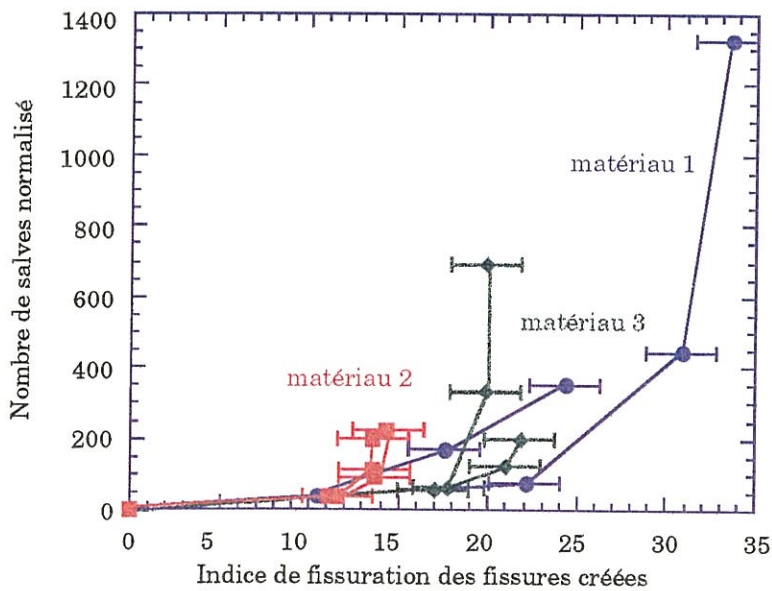




(a)



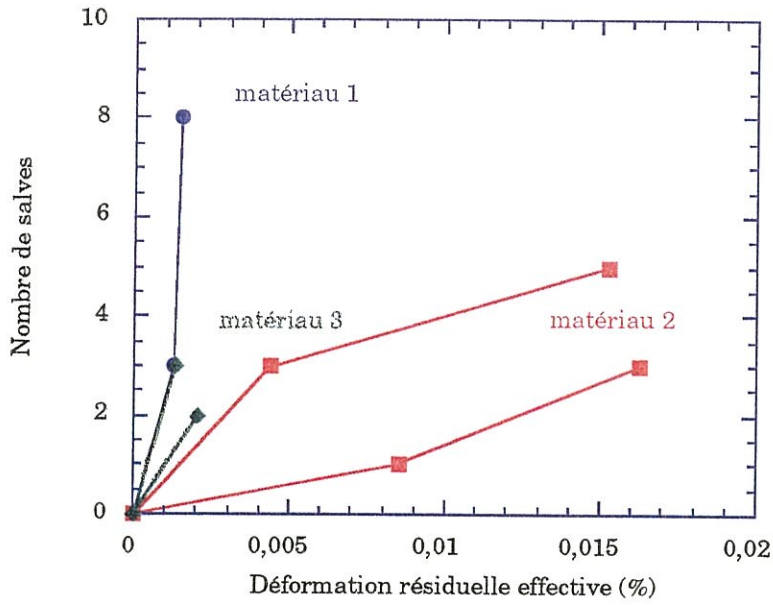
(b)



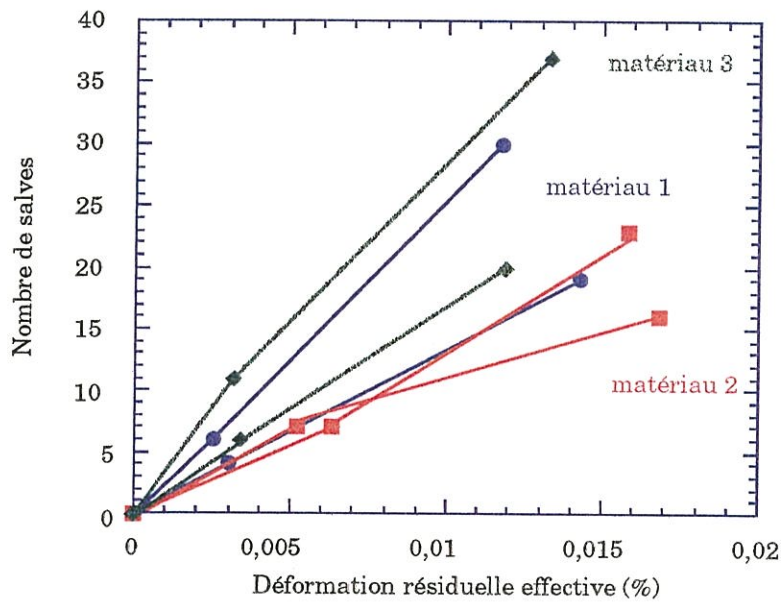
(c)

Figure 4-36 : Nombre normalisé de salves enregistrées en fonction de l'indice de fissuration des fissures créées pour les matériaux 1, 2 et 3 à (a) 1000°C, (b) 1600°C et (c) 2000°C

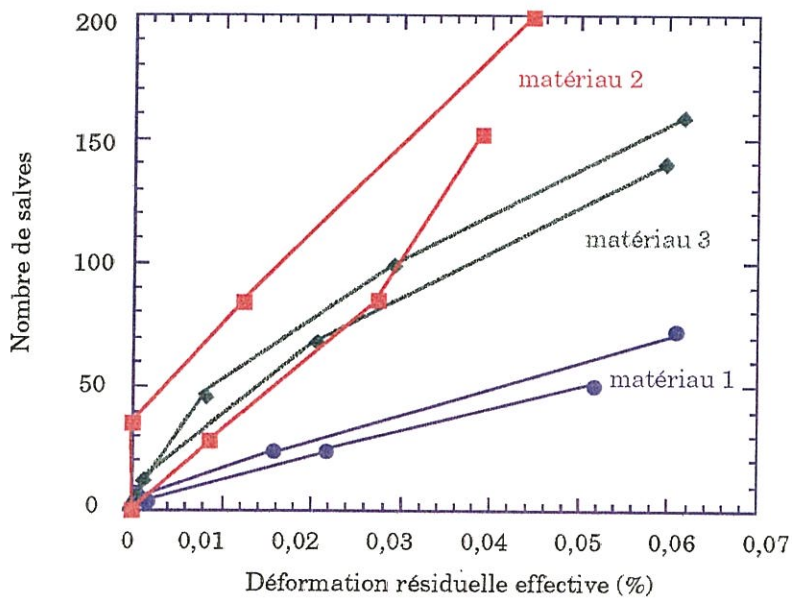




(a)



(b)



(c)

Figure 4-37 : Nombre de salves enregistrées en fonction de la déformation résiduelle effective à (a) 1000°C, (b) 1600°C, et (c) 2000°C



précédemment sur le nombre de salves. Les courbes obtenues sont alors plus regroupées que précédemment (figure 4-38). Pour les trois températures d'essai, la même tendance est observée. Le nombre de salves semble intimement lié à la déformation résiduelle effective des matériaux, indépendamment de la température.

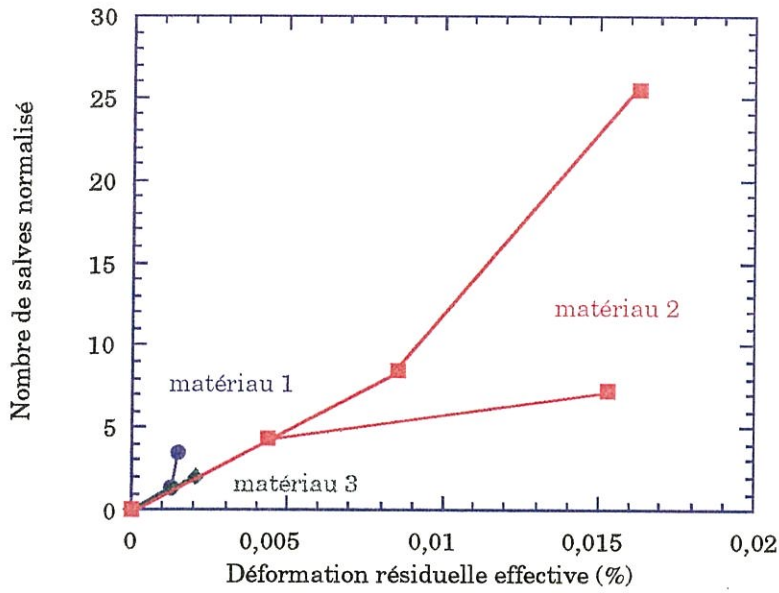
Cependant, une certaine dispersion est observée à 2000°C. Or, à cette température d'essai, les matériaux fluent, et le fluage n'est pas pris en compte dans la déformation résiduelle effective. Pour cette température, le nombre de salves est comparé à la déformation résiduelle totale (figure 4-39). Lorsque l'on normalise le nombre de salves, on constate que la dispersion en fonction des matériaux est bien plus faible que dans le cas où la déformation résiduelle effective est utilisée. De plus, la tendance observée à 1000°C et 1600°C se retrouve. Ainsi, lorsque l'on prend en compte le fluage du matériau à 2000°C, le nombre de salves enregistrées semble lié à la déformation résiduelle totale. La comparaison entre l'évolution du nombre de salves avec la déformation résiduelle effective et avec la déformation résiduelle totale laisse à penser que le fluage du matériau fait varier l'activité acoustique.

Finalement, il semble donc que l'activité acoustique enregistrée au cours des essais de traction, pour toutes les températures d'essai, provienne d'une part de la création de fissures, mais surtout des phénomènes liés à l'apparition de la déformation résiduelle (fissures existantes, créations de fissures, frottements...). De plus, il est intéressant de noter que l'émission acoustique est sensible au fluage du matériau.

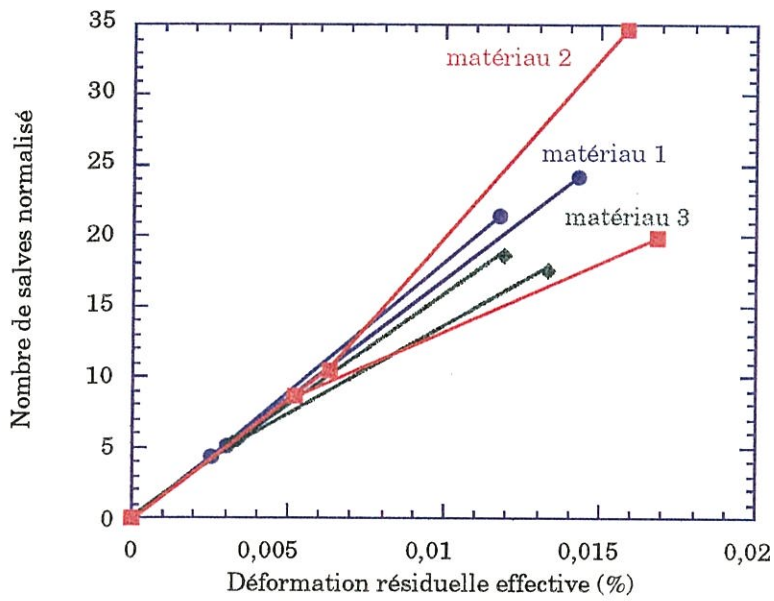
L'émission acoustique, initialement prévue pour dénombrer les fissures apparues au cours des essais, ne semble pas pouvoir être utilisée



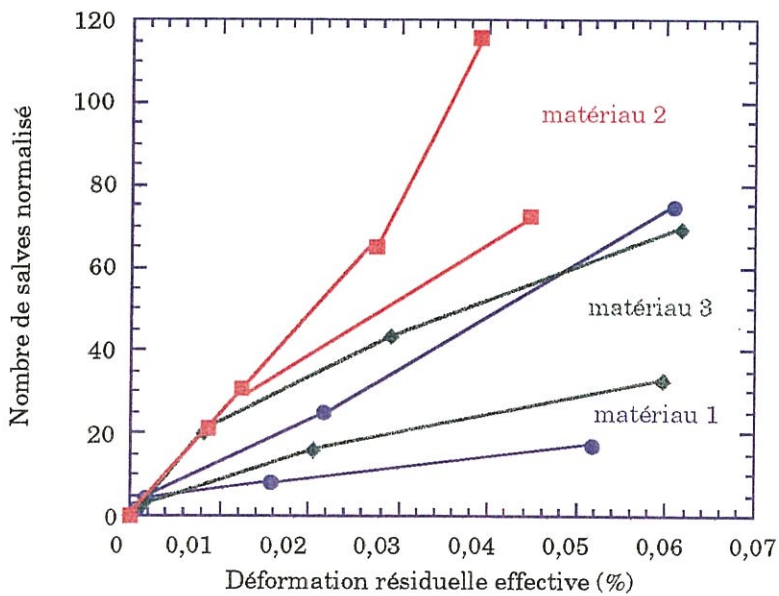




(a)



(b)



(c)

Figure 4-38 : Nombre normalisé de salves enregistrées en fonction de la déformation résiduelle effective à (a) 1000°C, (b) 1600°C, et (c) 2000°C



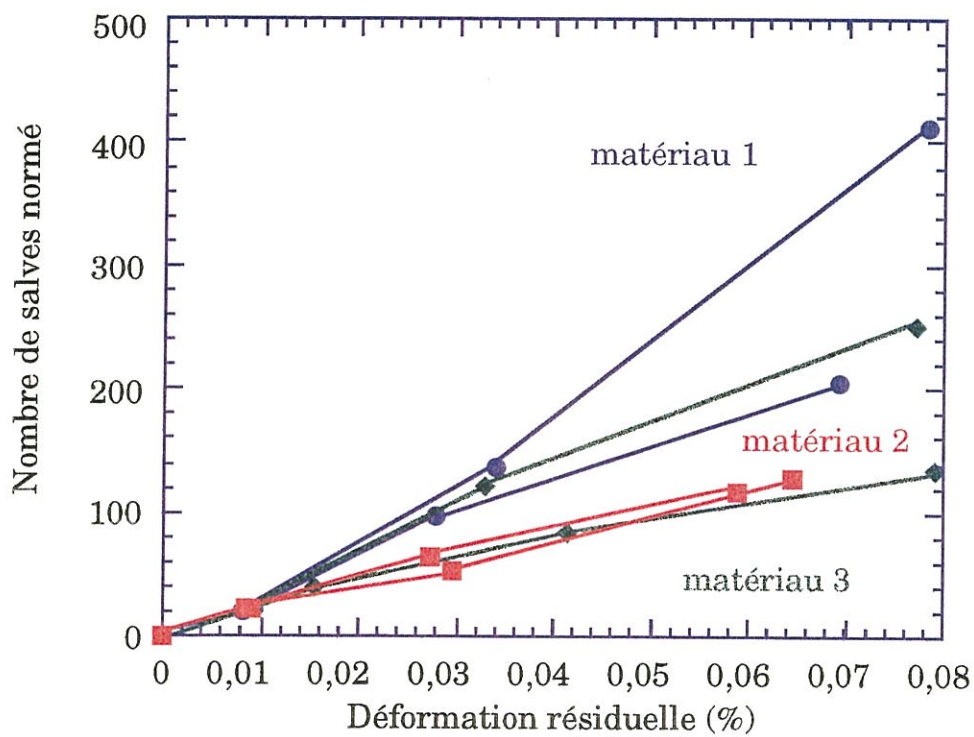
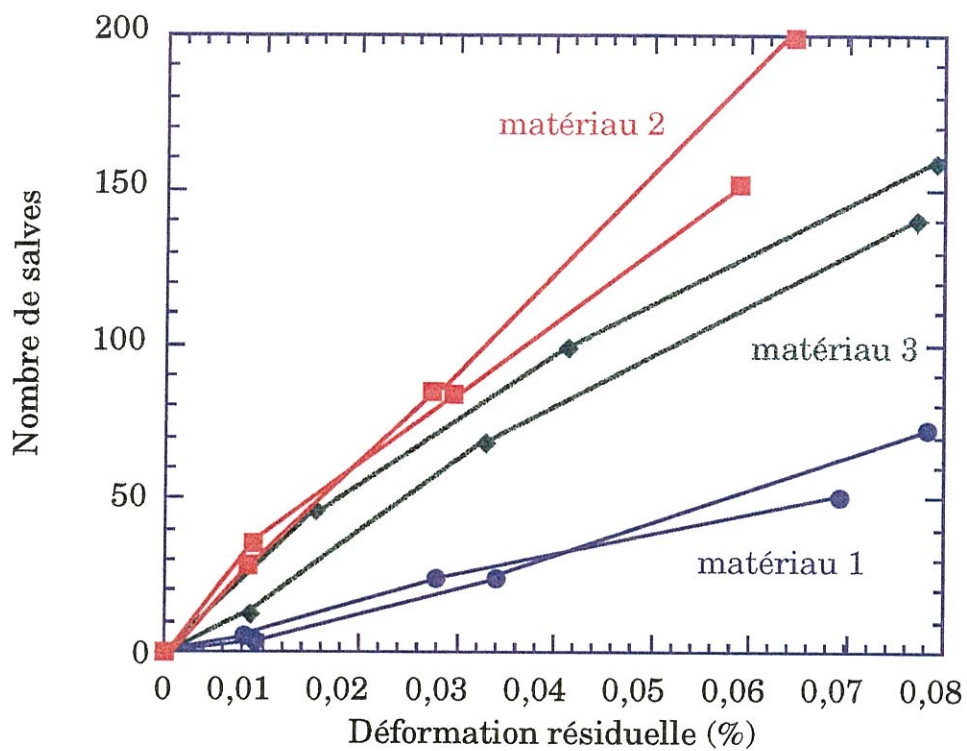


Figure 4-39 : Nombre de salves et nombre normalisé de salves en fonction de la déformation résiduelle totale à 2000°C



à cette fin dans ce cas. Une analyse plus fine des signaux, en amplitude, durée, temps de montée pourrait éventuellement donner des informations complémentaires sur l'endommagement du matériau, mais dans le cas des composites C/C, c'est loin d'être aisé (voir annexe 2).

#### 4.5. Effets des contraintes résiduelles d'origine thermique

Les modifications du comportement mécanique en fonction de la température d'essai ont souvent été attribuées aux contraintes résiduelles d'origine thermique [TALLARON, 1996] dans le cas des composites stratifiés. Cependant, dans notre cas, il est très difficile de les calculer dans les matériaux où l'architecture fibreuse est complexe et dont les propriétés des constituants sont mal connues.

De plus, est-il bien raisonnable d'expliquer une augmentation de la contrainte à rupture entre 20°C et 2000°C de plus de 90 % pour le matériau 4, par exemple, uniquement par la variation des contraintes résiduelles d'origine thermique au sein du matériau, alors que celui-ci est fissuré à l'état initial et donc que les contraintes résiduelles sont partiellement relaxées ?

Cependant, des mesures de contraintes résiduelles d'origine thermique ont été tentées à l'aide de la diffraction des rayons X (annexe 4) en vue d'expliquer les différences constatées entre les quatre matériaux. Un montage permettant de maintenir les échantillons a été réalisé et une série de mesures a été effectuée sur les différentes nuances de matériaux. Des valeurs de contraintes ont été obtenues. Plusieurs problèmes sont apparus : tout d'abord, les mesures sont effectuées sur un certain volume de matière, il n'est pas alors possible d'exploiter les résultats à l'échelle de la fibre et de la matrice et donc de savoir exactement à quoi correspondent

les valeurs mesurées. De plus, la précision des mesures (40%) n'est pas suffisante pour expliquer les écarts constatés (10%).

L'utilisation de cette technique n'a pas été approfondie. Néanmoins, si la variation des contraintes résiduelles d'origine thermique peut difficilement expliquer l'évolution du comportement mécanique des composites C/C en fonction de la température pour un matériau 2,5D, il est possible que les écarts de contraintes à rupture des quatre matériaux, qui ont subi des THT différents, proviennent des différentes valeurs des contraintes résiduelles.

## 5. Conclusion

Les essais de traction effectués sur les différentes nuances de C/C à 20°C, 1000°C, 1600°C, 2000°C puis 2200°C et 2500°C ont permis d'obtenir des données sur le comportement mécanique en traction, sur l'endommagement et sur l'activité acoustique en fonction de la température d'essai. La contrainte et la déformation à rupture augmentent avec la température. La température d'essai influence également la déformation résiduelle et la variable d'endommagement au cours de l'essai.

A 2000°C, on constate l'apparition du phénomène de fluage. La vitesse de sollicitation devient alors un paramètre influant sur le comportement mécanique.

Les mêmes familles de fissures qu'à température ambiante ont été observés dans la matrice. Les fibres ne semblent pas s'endommager en cours d'essai. La température d'essai modifie les séquences d'apparition des fissures, qui dépendent donc du matériau étudié et de la température d'essai.

Enfin, l'activité acoustique des matériaux en cours d'essai est modifiée en fonction de la température. Par contre, la diffraction de rayons X montre que jusqu'à 2000°C, la microstructure de la matrice ne semble pas affectée par cette température.

Le comportement mécanique des composites en fonction de la température semble fortement influencé par l'évolution des propriétés des fibres. Ainsi, la forme de la courbe de comportement et en particulier l'importance de la non linéarité des déformations suit l'évolution du module élastique des fibres lorsque la température augmente.

Les observations de l'endommagement et de la rupture des composites jumelées avec l'étude des fils bruts de carbone ont permis de montrer que la contrainte à rupture des composites C/C est intimement liée à celle des fils bruts, et cela à toutes les températures d'essai. Ainsi, l'augmentation avec la température d'essai de la contrainte à rupture des composites est principalement causée par l'augmentation de celle des fils bruts de carbone. De plus, les écarts observés entre les contraintes à rupture des différents matériaux peuvent s'expliquer par les écarts de densité entre ces matériaux et la résistance des fibres qui peut évoluer de manière différente suivant le matériau.

L'augmentation avec la température de la contrainte à rupture du composite entraîne une augmentation de la part linéaire de la déformation. La déformation résiduelle semble avoir un lien avec la quantité totale de fissures présentes dans le matériau, et le fluage du matériau, qui apparaît à partir de 2000°C, augmente d'autant plus sa valeur.



Ainsi, le niveau de fissuration du matériau qui varie en fonction de la température d'essai, influence le comportement du composite. Il semble responsable de la non linéarité de la courbe de comportement. Cependant, il ne permet pas d'expliquer l'influence de la température sur la courbe de comportement.

L'émission acoustique, et notamment le nombre de salves enregistrées est représentatif au début de l'essai des apparitions de fissures. Par contre, dès 0,2% de déformation longitudinale, d'autres phénomènes interviennent, l'émission acoustique est visiblement reliée à la déformation résiduelle du matériau, et donc à toutes les fissures présentes. De plus, l'apparition du fluage entraîne une modification de l'activité acoustique.

L'effet des contraintes résiduelles sur les évolutions des matériaux n'a pas été établi. Il ne semble pas pouvoir être suffisamment important pour expliquer à lui seul les phénomènes observés. Par contre, ces contraintes peuvent être à l'origine de certaines différences observées entre les matériaux.

Ainsi, ces essais ont permis de comprendre l'évolution du comportement du matériau à travers l'évolution des caractéristiques de ses composants et de son endommagement qui varient en fonction de la température d'essai.

---

**Références bibliographiques****[CARRERE, 1996]**

CARRERE, P., "Comportement Thermomécanique d'un Composite de type SiC/SiC" Thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux I, n°1592, 1996.

**[SOHN, 1988]**

SOHN, K.Y., OHO, S.M., LEE, J.Y., "Failure Behavior of Carbon / Carbon Composites Prepared by Chemical Vapor Deposition" Carbon, Vol. 26, p 157 - 162, 1988.

**[TALLARON, 1996]**

TALLARON, C., "Comportement Thermomécanique en Présence ou Non d'une Entaille sous Régime Statique et Dynamique d'un Composite Multidirectionnel C/C" Thèse de l'INSA Lyon n°96ISAL, 1996.



*CONCLUSION GÉNÉRALE*



L'objectif de ce travail était d'évaluer et de comprendre les évolutions observées dans le comportement mécanique au cours d'essais de traction à haute température jusqu'à 2000°C, pour des composites C/C à architecture 2,5 D. Quatre nuances de matériau ayant subi différents traitements thermiques ont été examinées.

En premier lieu, un soin tout particulier a été apporté à la détermination des caractéristiques mécaniques des fibres et des fils de carbone en fonction de la température, de la température ambiante jusqu'à 2000°C. Une analyse statistique des courbes de comportement des fils bruts a permis, à toute température d'essai, d'estimer les caractéristiques des fibres (contrainte à rupture, module de Weibull). Cette méthode utilisant des fils bruts de préférence à des monofilaments permet de limiter le nombre d'essais, de simplifier la procédure expérimentale et d'éviter certains biais induits par la sélection des fibres au sein d'un fil.

Ces essais ont montré que la contrainte à rupture des fils bruts de carbone augmente avec la température d'essai. L'augmentation de la contrainte à rupture semble se produire sans affecter la population de défauts responsables de la rupture ce qui conduit à penser que la température provoque une modification des caractéristiques intrinsèques des fibres de carbone.

Ensuite, le comportement mécanique du composite 2,5 D C/C a été étudié sous sollicitation mécanique de traction uniaxiale à température ambiante. Le comportement mécanique obtenu est de nature élastique endommageable avec présence de déformation résiduelle.

L'observation in-situ au microscope optique des éprouvettes au cours des essais de traction a permis d'identifier l'existence de deux familles de fissures dans la matrice, à savoir :

- les fissures intra-fils (mode a),
- les fissures inter-fils (mode b), à l'intersection des fils.

Aucune rupture de fibre avant la rupture complète des éprouvettes n'a pu être détectée.

En considérant qu'au moment de la rupture ultime des éprouvettes, l'essentiel de l'effort appliqué est supporté par les fibres, car la matrice possède un faible module d'élasticité et est partiellement décollée des fibres, on peut estimer de manière satisfaisante les caractéristiques de rupture du composite à partir des caractéristiques des fibres.

Le comportement mécanique en traction des composites mesuré à haute température jusqu'à 2000°C sous atmosphère inerte est apparu largement influencé par la température d'essai. A 20°C, le comportement est non linéaire endommageable avec présence de déformation anélastique. A 1000°C et 1600°C, les courbes de comportement tendent à devenir plus linéaires et à 2000°C, le comportement est de nouveau fortement non linéaire. Les évolutions du comportement mécanique en fonction de la température suivent les variations du module d'élasticité des fils observées lorsque la température augmente. Ce qui a conduit à penser, après examen de l'influence de plusieurs autres facteurs, que les effets de la température sur le comportement mécanique résultent essentiellement de la sensibilité des fibres.

La contrainte et la déformation à rupture augmentent avec la température d'essai. Le module élastique initial, les déformations résiduelles et la variation d'endommagement en fonction du module

sécant sont également tributaires de la température. La vitesse de sollicitation influence le comportement mécanique à partir de 2000°C où le fluage du matériau est alors non négligeable.

L'observation au microscope des éprouvettes après essai montre les mêmes types de fissures que lors des essais à température ambiante. Cependant, leurs séquences d'apparition varient avec la température d'essai.

Ainsi, l'approximation utilisée à température ambiante pour évaluer la contrainte à rupture du composite à partir des propriétés des fibres permet d'attribuer l'augmentation de la contrainte à rupture des composites à l'augmentation de la contrainte à rupture des fibres avec la température. L'écart de densité entre les différentes nuances de matériaux n'a pas permis d'expliquer tous les écarts de contrainte à rupture observés.

De plus, l'augmentation de la déformation longitudinale est directement liée à celle de la contrainte du composite, et à partir de 2000°C, au fluage des fibres. Il semble que la déformation résiduelle après déchargement des éprouvettes dépende du nombre total de fissures présentes dans le matériau, c'est-à-dire les fissures créées lors des essais et les fissures présentes avant les essais et formées lors du refroidissement après élaboration du matériau. De même, la variation du module sécant est plutôt liée à l'apparition des fissures au cours de l'essai mécanique.

L'activité acoustique a été enregistrée au cours des essais dans le but de différencier et de compter les fissures créées lors du chargement. Un montage a été réalisé pour pouvoir suivre l'émission acoustique pendant les essais à haute température. L'utilisation d'un guide d'onde a permis



d'enregistrer les phénomènes acoustiques jusqu'à 2000°C. En fait, il n'a pas été possible de séparer les deux familles de fissures. De plus, on a montré que, dans un premier temps, l'activité acoustique reflète la création de fissures, puis à partir d'un certain niveau, est intimement liée aux phénomènes qui provoquent la déformation résiduelle du matériau (fissures existantes, frottements, fluage...).

Enfin, des mesures des contraintes résiduelles d'origine thermique ont été réalisées par diffraction des rayons X pour comprendre les écarts observés entre les différents matériaux. Mais la précision actuelle des mesures n'est pas suffisante pour pouvoir exploiter les résultats obtenus.

Le comportement mécanique des composites C/C dans le sens des fibres est complètement décrit par la contrainte à rupture du matériau, directement liée à celle des fibres, par le module élastique initial lié au module des fils, par la déformation résiduelle, liée à l'état de fissuration et à la vitesse de sollicitation, et par la variation du module sécant, liée à l'apparition des fissures. Ces différents paramètres varient en fonction de la température d'essais, et contribuent donc à modifier le comportement du matériau en fonction de la température.

Ainsi, l'essentiel des variations du comportement mécanique en fonction de la température est attribué à l'évolution des caractéristiques mécaniques des fibres : contrainte de rupture qui détermine la rupture ultime du composite et module d'élasticité qui contrôle le module du composite puis les déformations élastiques au fur et à mesure que les contraintes appliquées augmentent. Ce résultat est en accord avec les propriétés de la matrice qui participe peu aux déformations compte tenu de son faible module d'élasticité par rapport à celui des fibres.

Cependant, il conviendrait d'approfondir les points suivants : (i) tout d'abord, on connaît peu les caractéristiques mécaniques de la matrice, ni leur évolution en fonction de la température; (ii) ensuite, les propriétés interfaciales n'ont pas été déterminées, leur évolution en fonction de la température pourrait également influencer le comportement mécanique des composites C/C; (iii) enfin, les contraintes résiduelles d'origine thermique n'ont pas pu être estimées.

Ces points sont cependant délicats à examiner : en effet, il est difficile d'obtenir un dépôt de matrice seule ayant des mêmes caractéristiques que la matrice déposée sur la préforme fibreuse. De plus, le diamètre des fibres (7  $\mu\text{m}$ ) est trop faible pour les essais de micro-indentation et ainsi estimer la liaison interfaciale. Enfin, le calcul des contraintes résiduelles d'origine thermique n'est pas aisé car les caractéristiques mécaniques de la matrice ne sont pas connues et l'architecture fibreuse de ces matériaux est complexe. Une estimation par mesure de la diffraction des rayons X semble possible, mais elle nécessitera un long travail de mise au point de la méthode.



*ANNEXES*



<i>ANNEXE 1.....</i>	<i>132</i>
<i>Description de la technique d'émission acoustique</i>	
<i>ANNEXE 2.....</i>	<i>138</i>
<i>Exploitation des données d'émission acoustique</i>	
<i>ANNEXE 3.....</i>	<i>141</i>
<i>Procédures expérimentales utilisées par les différents auteurs pour les essais à haute température</i>	
<i>ANNEXE 4.....</i>	<i>144</i>
<i>Résultats des mesures de diffraction par rayons <math>\chi</math> pour évaluer les contraintes résiduelles dans un composite c/c</i>	



---

*ANNEXE 1**DESCRIPTION DE LA TECHNIQUE D'EMISSION ACOUSTIQUE***1. Définition**

Lorsqu'un matériau (métallique, composite, céramique,...) est en déséquilibre du fait de l'application externe d'une contrainte, d'un champ magnétique ou d'un changement de température, des modifications internes apparaissent : changements micro structuraux, déplacements de défauts ponctuels ou linéaires, micro ruptures,... Tous ces remaniements internes correspondent en fait à une dissipation d'énergie qui se traduit par la création d'une onde élastique qui se propage dans le matériau. C'est la définition de l'émission acoustique adoptée par la norme AFNOR : "Phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de micro déplacements locaux internes à un matériau."  
[ROGET, 1988]

La présence de cette onde élastique est déjà un renseignement en soi sur l'évolution interne du matériau, mais l'étude de l'onde elle-même peut apporter des informations plus précises sur la source qui l'a émise. Les caractéristiques de cette onde sont liées directement aux types de sources, à la cinétique et l'amplitude du phénomène et à la propagation dans le matériau.

Plusieurs mécanismes peuvent donner naissance à l'émission acoustique dans les matériaux denses. Citons :

- ceux liés à la déformation plastique : le mouvement des dislocations, le maclage (le cri de l'étain en est un exemple type), la transformation élastoplastique des métaux, l'effet Portevin Lechatelier ou



le "petit bruit sec" dû à un glissement discontinu dans les alliages Al-Cu-Mn, les glissements inter granulaires (fluage)... Ces mécanismes donnent lieu à une émission de type continue et de faible énergie.

- ceux liés aux transformations de phase et en particulier la transformation martensitique.

- et enfin, ceux liés à toutes les manifestations de rupture : amorçage et propagation de fissures inter ou intra granulaires, rupture de fibres dans un composite, rupture ductile ou fragile, rupture par fatigue... Ces phénomènes, plus énergétiques que les précédents, se traduisent par une émission de type discontinue.

De fait, la technique de contrôle et de suivi en temps réel que représente la détection de l'émission acoustique convient à la fois pour l'étude des phénomènes physiques se produisant au sein des matériaux, et pour la détection de défauts dans les matériaux denses.

## 2. Avantages du contrôle par émission acoustique

L'émission acoustique diffère fondamentalement des autres techniques de contrôle par le fait que le signal analysé émane directement d'une région du matériau sollicité et non d'une émission propre au système de contrôle comme le train d'onde pour le contrôle par ultrasons ou les rayons X ou  $\gamma$  pour la radiographie. Sa spécificité réside donc dans le rôle actif du matériau.

Si le matériau, soumis à une contrainte externe, contient un défaut évolutif, il y a émission d'onde élastique au sein du matériau. Leur détection va alors permettre d'une part de déceler et de localiser le défaut, d'autre part de suivre son évolution, c'est-à-dire d'évaluer sa gravité.

Cette technique présente ainsi deux grands avantages par rapport aux autres contrôles non destructifs :

- c'est une méthode volumique. En effet, quelle que soit la zone du matériau, siège d'une source d'émission acoustique, la probabilité de détection n'est jamais nulle. La détection peut se faire à distance, ce qui permet le contrôle de zones non accessibles.

- c'est une méthode dynamique car la détection ne peut se faire qu'à l'instant même où s'effectue le relâchement des contraintes qui engendre l'activité acoustique. Cette détection en temps réel permet de suivre l'évolution du défaut au cours du temps et de prévenir les ruptures imminentes des pièces.

### 3. Détection et traitement du signal

Quand les ondes de contraintes atteignent la surface du matériau, les micro déplacements qu'elles génèrent sont détectés par un capteur. La plupart des applications de l'émission acoustique utilisent des capteurs piézo-électriques, qui ont l'avantage d'être omnidirectionnels et sensibles à tous les types d'ondes. Ces propriétés sont importantes car ni la direction ni la nature des ondes de contrainte sont connues a priori. En outre, contrairement au contrôle ultrasonore, l'amplitude des ondes n'est pas maîtrisable en émission acoustique, ce qui explique l'utilisation préférentielle de capteurs piézo-électriques résonnants, donc très sensibles.

Le niveau très faible des signaux électriques, délivrés à haute impédance par le capteur, nécessite la mise en oeuvre d'amplifications importantes. Le traitement et l'analyse des signaux en seront ainsi facilités. Afin de conserver un faible bruit électronique, deux étages d'amplifications sont utilisés :

- un préamplificateur, placé à proximité immédiate du capteur, est en général associé à un filtre de façon à atténuer les bruits basse fréquence d'origine mécanique.

- un amplificateur à gain variable perfectionne l'atténuation des bruits parasites d'origine mécanique, électronique et thermique.

Les ondes de contrainte ne sont détectées en surface qu'après avoir subi un certain nombre de dégradations (réflexions, diffractions, atténuations...). Ces altérations sont dues soit au matériau lui-même, soit aux multiples interfaces entre la source émissive et le capteur, ou encore à la qualité non parfaite du couplage capteur/matériau. Les signaux détectés par le capteur diffèrent donc des événements sources. Remonter à ces événements supposerait connaître toutes les fonctions de transfert liées aux altérations, ce qui est loin d'être le cas aujourd'hui. L'émission acoustique ne prétend donc pas donner une "image" exacte du défaut mais vise plutôt à détecter son apparition et suivre son évolution.

Selon la nature du mécanisme d'endommagement, on distingue deux types d'émission :

- l'émission dite continue qui se traduit par une augmentation du bruit de fond, associée à un phénomène de déformation plastique au sein du matériau,

- l'émission dite discrète ou pulsée qui correspond à une suite aléatoire d'événements structuraux transitoires, de faible durée et d'énergie importante. Ce type d'émission témoigne souvent de la présence d'un phénomène de fissuration dans le matériau, ce qui nous intéresse dans les composites C/C. Après amplification, l'émission discrète se manifeste par une suite d'événements de type sinusoides amorties, appelées "salves".

Une salve est décrite par plusieurs paramètres comme le montre la figure 1. La nature aléatoire des signaux acoustiques a conduit au développement de méthodes d'analyses spécifiques. Les techniques d'acquisition et de stockage numérique des données permettent la mesure et l'enregistrement, pour chaque salve émise, des paramètres suivants :

- l'amplitude maximale,
- la durée de la salve,
- le nombre de coups,
- le temps de montée,
- l'énergie de la salve,
- la fréquence moyenne du signal,

ainsi que des paramètres externes comme les contraintes, les déformations, le temps...

L'analyse temporelle des salves consiste à étudier en fonction du temps ou d'un paramètre externe un ou des paramètres acoustiques. Cette analyse permet de détecter le moment où les contraintes ont une efficacité du point de vue activité acoustique.

L'analyse statistique, particulièrement bien adaptée au traitement des phénomènes aléatoires, conduit à la description de la fonction de distribution du nombre d'événements. L'exploitation des résultats en terme de distribution des amplitudes est courante en émission acoustique. Une autre technique d'analyse couramment utilisée est la localisation des sources à l'aide de plusieurs capteurs acoustiques.

Dans le cas présent, l'analyse temporelle sera surtout utilisée, ainsi qu'une analyse multivariable pour dégager les paramètres les plus significatifs et déterminer leur degré de corrélation.

### Référence bibliographique

**[ROGET, 1988]**

ROGET, J., "Essais non Destructifs : l'Emision Acoustique. Mise en Oeuvre et Applications" AFNOR, CETIM, 1988.

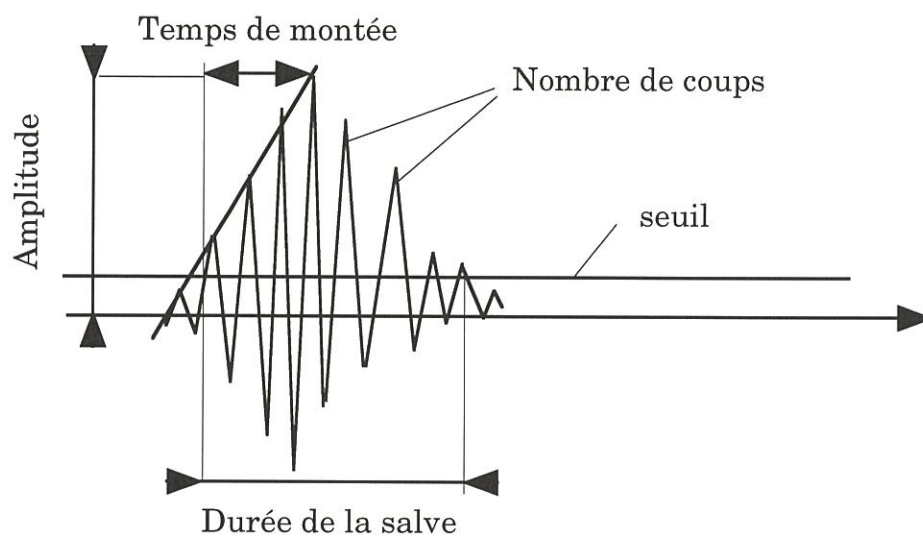


Figure 1 : Description d'une salve d'émission acoustique



---

*ANNEXE 2**EXPLOITATION DES DONNÉES D'ÉMISSION ACOUSTIQUE*

La chaîne d'acquisition de l'émission acoustique utilisée dans cette étude permet une analyse des signaux en terme de "coups" (dépassement d'un seuil préalablement défini) et de "salves" (série ininterrompue de coups). Ces signaux sont ensuite traités en nombre cumulé, distribution d'amplitude et de fréquence.

Pour exploiter les enregistrements obtenus, nous avons tout d'abord utilisé l'amplitude du signal. Dans diverses études sur ce sujet, les distributions sont classées en trois types [BERTHELOT, 1990] : les distributions discontinues, continues ou intermédiaires (figure 1).

Dans le cas d'une distribution discontinue, il est aisé d'associer les pics d'amplitude à des types de rupture grâce à des observations au microscope [BERTHELOT, 1986], alors que dans le cas d'une distribution continue, les phénomènes de rupture sont plus complexes. Néanmoins, l'évolution des distributions d'amplitude permet de caractériser la transition entre les différentes phases de fissuration. De plus, l'utilisation de l'amplitude et de la durée du signal permet de séparer les différents modes de fissuration [BERTHELOT, 1988]

Dans le cas des composites C/C étudiés ici, les distributions d'amplitudes obtenues sont continues (figure 2). Pour tenter de séparer les amplitudes en gammes d'amplitudes, l'étude de la répartition d'amplitude sur la totalité d'un essai a été effectuée. Les techniques de distribution, d'auto-corrélation, pour détecter les singularités dans la répartition ont été testées (figure 3). Lorsque l'on applique ces techniques à



des paramètres que l'on peut regrouper en plusieurs familles, une singularité, en général un pic, apparaît pour chacune de ces familles.

Ici, l'auto-corrélation ne fait apparaître qu'un pic, qui correspond à la période du signal, ce qui ne nous permet pas de dissocier l'amplitude. En nous inspirant des résultats obtenus par Alfutov sur des composites C/C [ALFUTOV, 1992] et de la répartition d'amplitude, nous avons distinguer trois gammes d'amplitude (figure 2): 40 - 48 dB, 49 - 56 dB, et 57 - 90 dB.

Ce découpage permet alors d'utiliser le taux de participation des amplitudes pour relier ces gammes d'amplitude aux modes de fissurations [MERAGHNI, 1994] [MERAGHNI, 1995a] [MERAGHNI, 1995b] [GONG, 1995] :

$$\text{Taux de participation} = \frac{(\text{Nombre d'événements})_{ij}}{\text{Nombre d'événements total}}$$

avec        i : différentes gammes d'amplitude,  
              j : différents niveaux de sollicitation.

La corrélation avec le nombre de fissures est alors possible. Les essais effectués à 20°C (figure 4) ont permis de recueillir assez de signaux acoustiques pour utiliser cette méthode. Ce type d'analyse de l'émission acoustique ne semble pas donner des résultats suffisamment pertinents pour être approfondie.

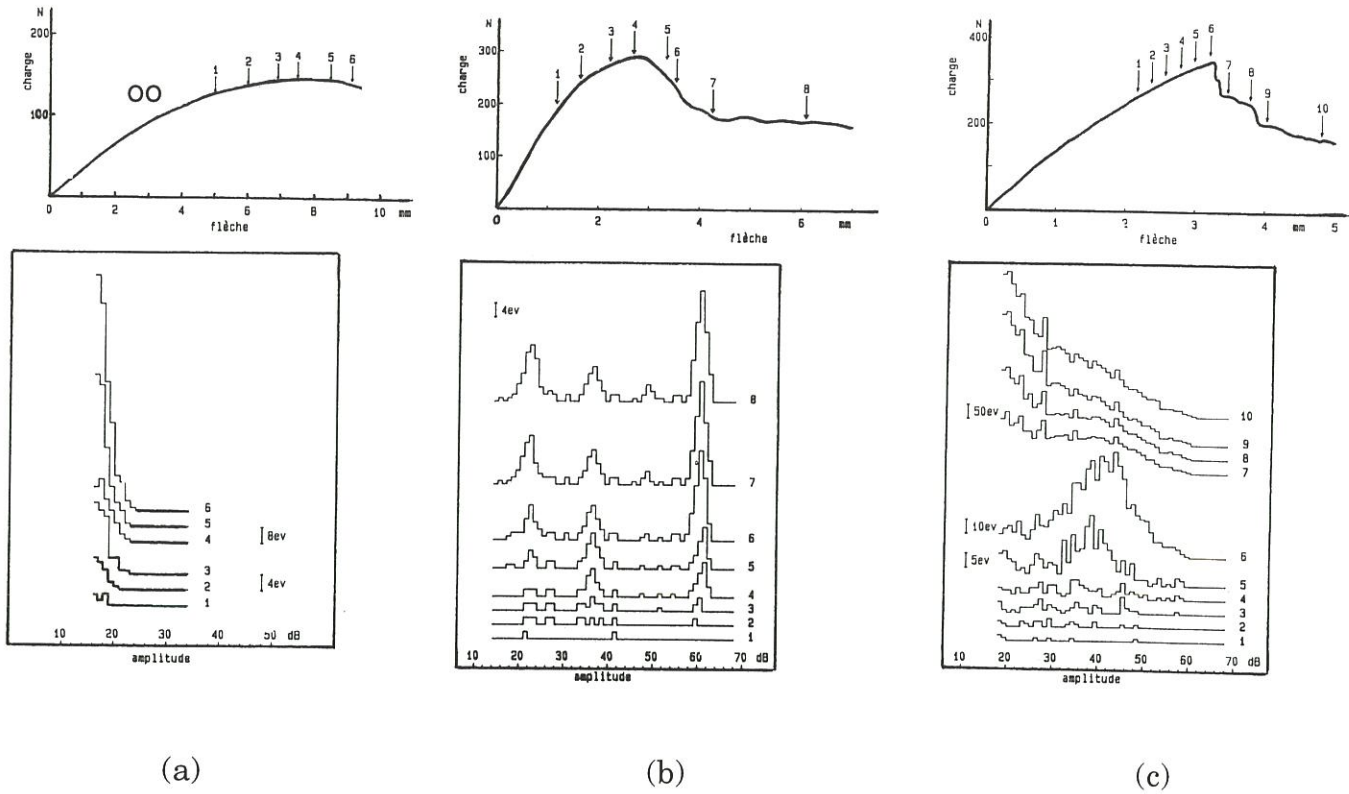


Figure 1 : Exemples de distributions d'amplitude : (a) distribution continue, (b) distribution discontinue, (c) distribution intermédiaire [BERTHELOT, 1986].

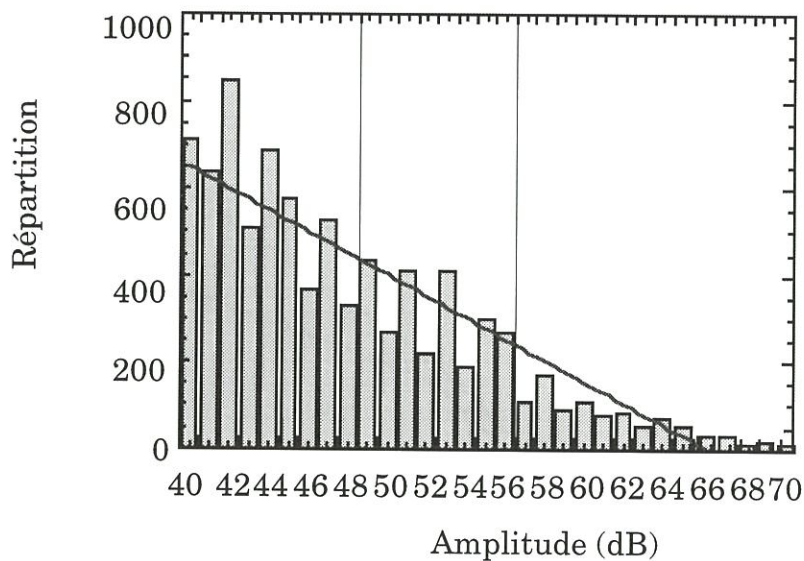


Figure 2 : Répartition d'amplitude pour un essai à 20°C sur le matériau 1

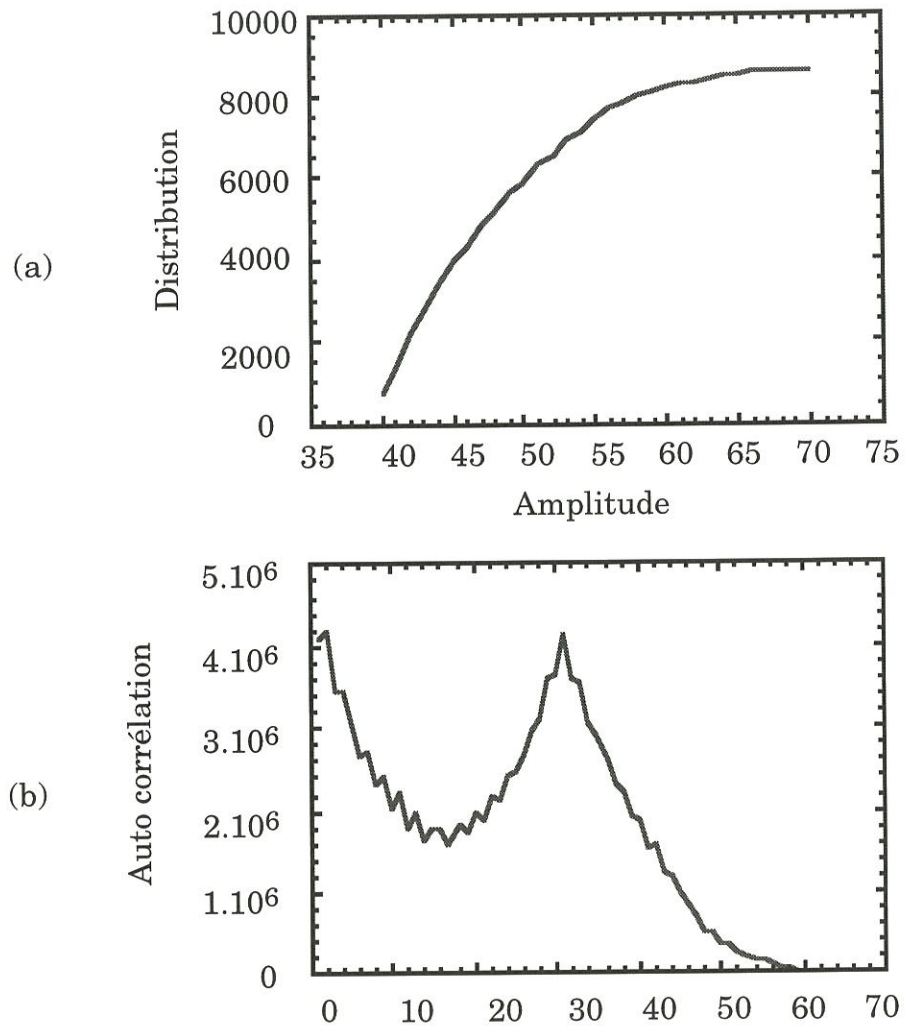


Figure 3 : Distribution (a) et auto corrélation (b) de l'amplitude pour un essai à température ambiante sur matériau 1

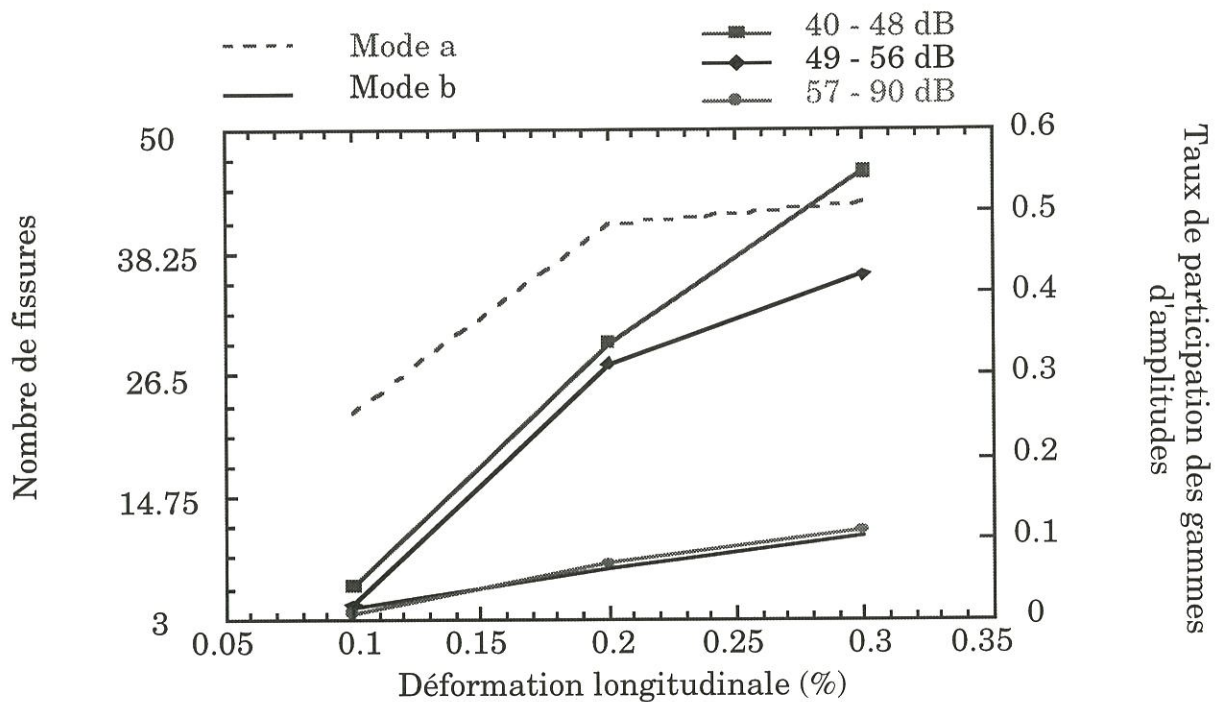


Figure 4 : Corrélation du taux de participation des gammes d'amplitude avec le nombre de fissures lors d'un essai à température ambiante sur le matériau 1

---

**Références bibliographiques****[ALFUTOV, 1992]**

ALFUTOV, N.A., ZINOVEV, P.A., SEL'YANIN, O.S., "An Experimental Study of Carbon / Carbon Composites" *Composites Science and Technology*, Vol. 45, p 189 - 200, 1992.

**[BERTHELOT, 1988]**

BERTHELOT, J.M., "Relation Between Amplitude and Rupture Mechanisms in Composite Materials" *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Vol. 7, p 284 - 299, 1988.

**[BERTHELOT, 1986]**

BERTHELOT, J.M., RHAZI, J., "Caractérisation des Mécanismes de Rupture dans les Matériaux Composites à l'aide de l'Amplitude des Signaux d'Emission Acoustique" *Cinquèmes Journées Nationales sur les Composites*, p 519 - 534, 1986.

**[BERTHELOT, 1990]**

BERTHELOT, J.M., RHAZI, J., "Acoustic Emission in Carbon Fibre Composites" *Composites Sciences and Technology*, Vol. 37, p 441 - 428, 1990.

**[GONG, 1995]**

GONG, X.L., LAKSIMI, A., LAI, D., BENZEGGAGH, M.L., "Damage in Glass / Epoxy Plates under Combined Tension - Torsion Loading" *Proceedings of the Tenth International Conference on Composite Material*, Vol. 1, p 351 - 360, 1995.

**[MERAGHNI, 1994]**

MERAGHNI, F., "Identification Expérimentale des Mécanismes d'Endommagement Contribuant à la Modélisation Micromécanique du Comportement Elastique - Endommageable des Composites à Fibres Discontinues Orientées Aléatoirement" *Thèse de doctorat UTC*, 1994.

**[MERAGHNI, 1995a]**

MERAGHNI, F., BENZEGGAGH, M.L., "Micromechanical Modelling of Matrix Degradation in Randomly Oriented Discontinuous-Fibre Composites" *Composites Science and Technology*, Vol. 55, p 171 - 186, 1995a.

**[MERAGHNI, 1995b]**

MERAGHNI, F., BENZEGGAGH, "Exploitation des Techniques d'Emission Acoustique dans la Modélisation Micromécanique du Comportement des Composites à Renforts Discontinus" *Journées organisées par l'AMAC et MECAMAT*, Vol. 4, p 159 - 172, 1995b.

---

*ANNEXE 3**PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES UTILISÉES PAR LES DIFFÉRENTS  
AUTEURS POUR LES ESSAIS À HAUTE TEMPÉRATURE*

Pour effectuer des essais à très haute température, les premières difficultés sont le choix des moyens expérimentaux et de la procédure à suivre.

Suivant les auteurs, deux types de fours sont utilisés : les fours résistifs et les fours inductifs. Deux cas de figure sont alors possibles : soit l'utilisation d'un montage à mors froids, soit à mors chauds. L'avantage du montage à mors chaud est que le gradient thermique dans toute le four est d'environ 100°C pour une température d'essai de 2000°C alors que pour un montage à mors froid, le gradient est plus proche de 600°C.

Pour la régulation en température, suivant la température maximale d'essai, deux dispositifs sont employés : la régulation par pyromètre pour les températures supérieures à 1500°C, ou les thermocouples de type Thungstène-Rhénium. Les essais se font dans tous les cas sous atmosphère neutre (argon, azote ou vide).

Pour mesurer la déformation de l'éprouvette, l'utilisation d'extensomètres à contact est courante. Suivant la température d'essai, les tiges de l'extensomètre peuvent être en C/C 4D [BOURGEON, 1993], en SiC, en saphir, ou pour une température inférieure à 1500°C, en alumine.

Différentes géométries d'éprouvettes sont utilisées : soit des éprouvettes à section rectangulaire et comportant une diminution de section [SATO, 1989] [PERES, 1993], ou deux diminutions de section

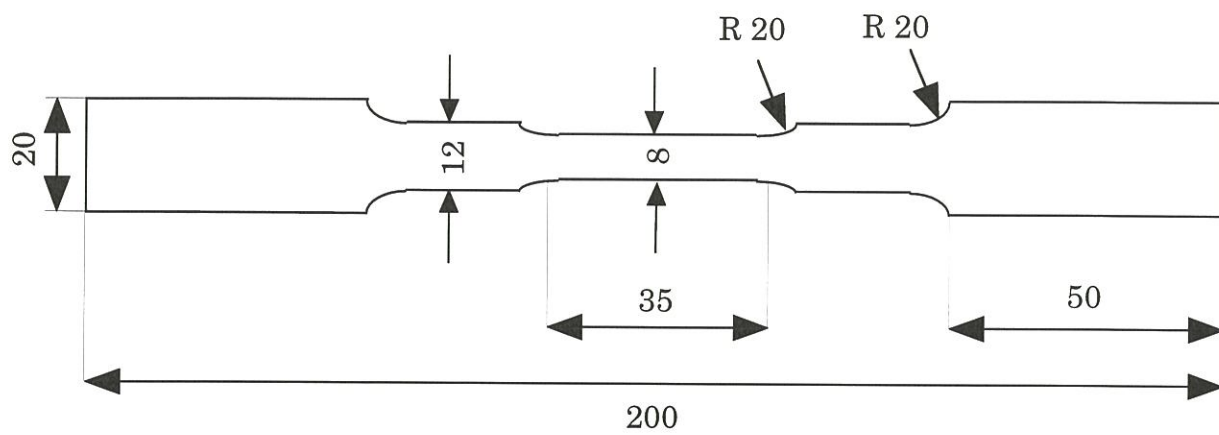


Figure 1 : Géométrie des éprouvettes de traction pour essai à très haute température [TAKAHASHI, 1995]



---

[TAKAHASHI, 1995] (figure 1), soit des éprouvettes à section circulaire [BOURGEON, 1993].

La vitesse de montée en température varie d'un auteur à l'autre. Une fois la température d'essai atteinte, l'éprouvette est laissée à force nulle, l'extensomètre étant en place, pour que l'équilibre thermique se fasse. Le temps de stabilisation varie entre 15 minutes pour Sato et Karumada [SATO, 1989] et 1 heure pour Kiuchi et al. [KIUCHI, 1995].

Pour réaliser les essais à haute température au laboratoire, nous avons utilisé le matériel disponible décrit dans le chapitre 4. Par contre, pour le choix de la géométrie des éprouvettes, pour mettre au point la procédure expérimentale, les publications des différents auteurs nous ont permis de choisir parmi plusieurs possibilités celle qui semble être la mieux adaptée à l'étude effectuée.



---

**Références bibliographiques****[BOURGEON, 1993]**

BOURGEON, M., "Mechanical Characterisation of C-C Materials at up to 2700°C in Inert Atmosphere" Premier Colloque France-USA sur les composites Carbone/Carbone, p 14.1 - 14.5, 1993.

**[KIUCHI, 1995]**

KIUCHI, N., KUDE, Y., SOHDA, Y., IDO, Y., TAKASHIMA, H., "The Strength and Creep Behavior of Pitch Based C/C Composites at Elevated Temperatures" Composite'95 : Recent Advances in Japan and the United States, p 175 - 182, 1995.

**[PERES, 1993]**

PERES, P., RENARD, P., "Mechanical Testing at High Temperature Aerospace Know-How" Premier Colloque France- USA sur les composites Carbon/Carbon, p 13.1-13.6, 1993.

**[SATO, 1989]**

SATO, S., KURUMADA, A., "Tensile Properties and Fracture Toughness of Carbon-Fiber Felt Reinforced Carbon Composites at High Temperature" Carbon, Vol. 27, p 791-801, 1989.

**[TAKAHASHI, 1995]**

TAKAHASHI, J., KEMMOCHI, K., WATANABE, J., FUKUDA, H., HAYASHI, R., "Development of Ultra - High Temperature Testing Equipment and Some Material Properties of Advanced Carbon : Carbon Composites" Advanced Composite Material, Vol. 5, p 73 - 86, 1995.

---

*ANNEXE 4**RÉSULTATS DES MESURES DE DIFFRACTION PAR RAYONS X POUR  
ÉVALUER LES CONTRAINTES RÉSIDUELLES DANS UN COMPOSITE  
C/C*

Les composites C/C étudiés ont subi des traitements thermiques à des températures élevées, suivis pour certains d'entre eux d'une infiltration à plus basse température. Des contraintes résiduelles d'origine thermique sont donc présentes dans ces matériaux. La connaissance de leur importance peut permettre de comprendre les différences de comportement des matériaux en fonction de la température.

Toutes les mesures de diffraction des rayons X ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre équipé d'un goniomètre de texture<sup>(1)</sup>. Des mesures ont été conduites sur le matériau 1 suivant la méthode des  $\sin^2\psi$ . Le pic de diffraction retenu du carbone est le pic à  $54,5^\circ$ . L'orientation du berceau se fait entre  $-40^\circ$  et  $40^\circ$ . Le pic étant d'intensité moyenne, le berceau n'a pas pu être incliné davantage. Suivant la face observée, la courbe déformation en fonction des  $\sin^2\psi$  est une ellipse plus ou moins déformée (figure 1). Mais dès que l'on applique une contrainte mécanique sur l'échantillon étudié, on obtient un nuage de points (figure 2). Il est alors très délicat d'exploiter ces données.

De plus, la fraction volumique de la fibre étant de 27% environ dans ces composites, les mesures effectuées renvoient surtout l'état de la matrice, présente à 73% dans le matériau composite. Wright et al. ont

---

(1) D5000, Siemens

constaté sur d'autres matériaux l'impossibilité de détecter les contraintes des fibres par diffraction des rayons X [WRIGHT, 1993]. Enfin, l'angle incident est faible, l'incertitude sur les valeurs mesurées est importante. Les mesures de contraintes résiduelles se font en général pour des angles de diffraction supérieurs à  $100^\circ\text{C}$  [FENN, 1988].

Ainsi, les résultats obtenus sur la matrice ne sont pas assez précis pour pouvoir être utilisés, d'autant plus que la matrice est partiellement endommagée à l'état initial, donc les contraintes résiduelles sont partiellement relaxées. Cette étude des contraintes résiduelles d'origine thermique par diffraction des rayons X, au demeurant très intéressante, n'a cependant pas été poursuivie.

### Références bibliographiques

**[BOBET, 1993]**

BOBET, J.L., "Sur l'Emploi de MoSi<sub>2</sub> comme Interphase dans les Matériaux Composites à Matrice SiC Elaborés par CVD/CVI" Thèse de l'Université de Bordeaux 1, n° 987, 1993.

**[FENN, 1988]**

FENN, R.H., JONES, A.M., "Measurement of Residual Stress in Carbon Fibre Composite Materials Using X-Ray Diffraction" International Conference on Residual Stresses ICRS2, Edited by G. Beck, S. Denis and A. Simon., p 160-165, 1988.

**[WRIGHT, 1993]**

WRIGHT, P.K., SENSMEIR, M.D., KUPPERMAN, D.S., "Measurement and Analysis of Residual Stresses in Intermetallic Matrix Composites" Residual Stresses in Composites Measurement, Modelling & Effects on Thermo-Mechanical Behavior, Edited by E.V. Barrera and I. Dutta, p 131-146, 1993.

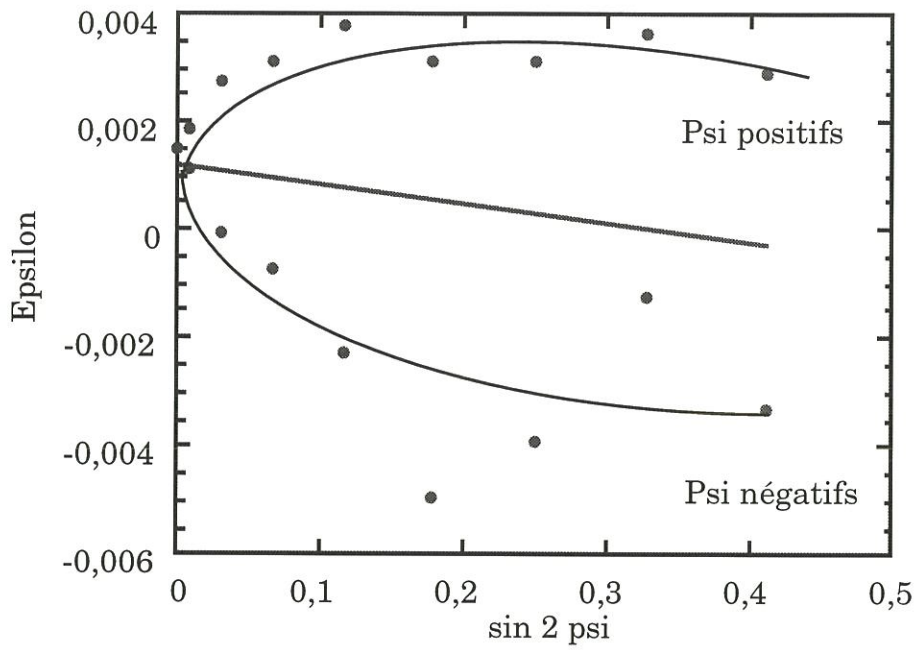


Figure 1 : Courbe  $\varepsilon = f(\sin^2\psi)$  sur le matériau 1 non contraint

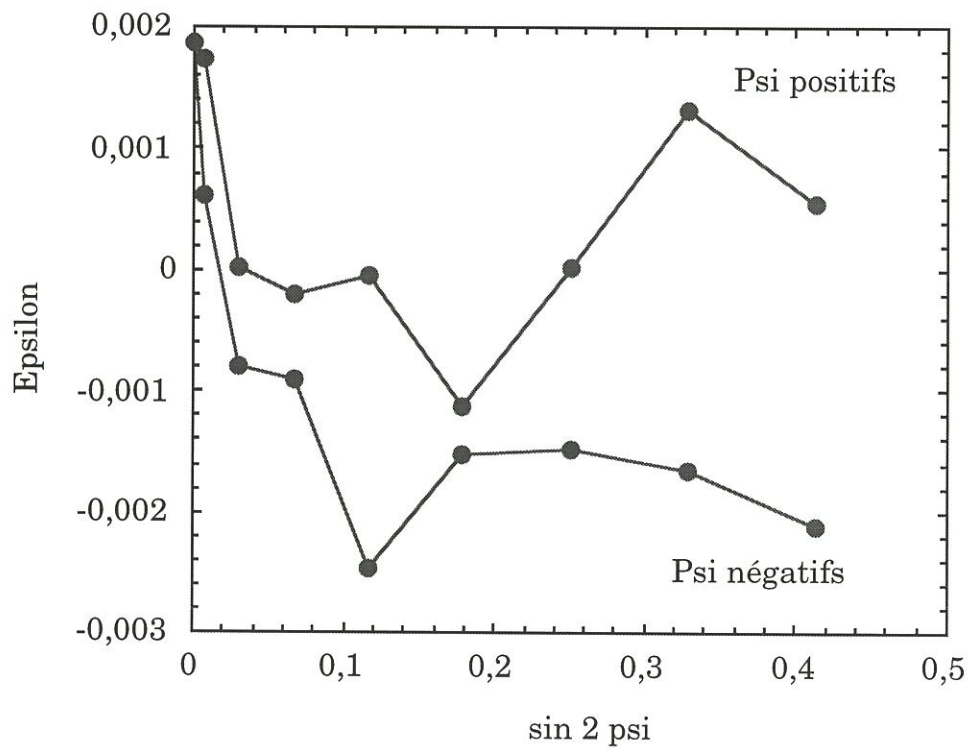


Figure 2 : Courbe  $\varepsilon = f(\sin^2\psi)$  sur le matériau 1 contraint











## **Résumé**

Le comportement mécanique en traction de composites carbone/carbone évolue avec la température. Cette évolution a été déterminée pour des composites C/C à architecture 2,5 D grâce à des essais de traction jusqu'à 2500°C sous atmosphère inerte. Pour expliquer les tendances observées, le comportement mécanique en traction des fils de renfort (fils carbone) a été évalué à diverses températures jusqu'à 2000°C, puis le comportement des composites C/C a été analysé à température ambiante, et enfin l'effet de la température sur les différentes caractéristiques mécaniques et morphologiques sur l'endommagement et sur l'émission acoustique a été examiné. Finalement, la contribution de facteurs prépondérants tels que les propriétés des fibres, l'endommagement de la matrice, les contraintes résiduelles a été établie.

## **Mots clés**

Composite, carbone/carbone, haute température, fils, fibres, endommagement, émission acoustique, rupture, contraintes résiduelles.

## **Summary**

The tensile mechanical behaviour of carbon/carbon composites varies with temperature. This evolution was determined for 2.5 D C/C composites owing to tensile tests up to 2500°C under inert atmosphere. To explain the observed tendencies, the tensile mechanical behaviour of the reinforced carbon fibre tows was evaluated at different temperatures up to 2000°C, then the C/C composite behaviour was analyzed at room temperature, and finally the effect of temperature on the different mechanical, morphological characteristics, on damage and an acoustic emission was examined. Finally, the contribution of outstanding factors such as the properties of the fibres, the matrix damage and residual stresses were established.

## **Key words**

Composite materials, carbon/carbon, high temperatures, tows, fibres, damage, acoustic emission, failure, residual stresses.