



**HAL**  
open science

# Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC à interphase séquencée : effet de l'environnement

Sophie Pasquier

► **To cite this version:**

Sophie Pasquier. Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC à interphase séquencée : effet de l'environnement. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Bordeaux 1, 1997. Français. NNT: . tel-03619580

**HAL Id: tel-03619580**

**<https://hal.science/tel-03619580v1>**

Submitted on 25 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 : 1727

# THESE

PRESENTEE A

## L'UNIVERSITE BORDEAUX I

ECOLE DOCTORALE DE SCIENCES CHIMIQUES

**Sophie Pasquier**  
Ingénieur ECN

POUR OBTENIR LE GRADE DE

### DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : SCIENCES DES MATÉRIAUX

---

**COMPORTEMENT THERMOMÉCANIQUE  
D'UN COMPOSITE DE TYPE SiC/SiC À INTERPHASE SÉQUENCÉE,  
EFFET DE L'ENVIRONNEMENT**

---

Soutenue le : 15 septembre 1997

Après avis de : MM. C. GAULT  
D. ROUBY

Rapporteurs

Devant la Commission d'examen formée de :

MM. J.L. CHERMANT  
C. GAULT  
D. ROUBY  
B. LAMY  
M. BOURGEON  
R. NASLAIN  
J. LAMON







N° d'ordre : 1727

# THESE

PRESENTEE A

## L'UNIVERSITE BORDEAUX I

ECOLE DOCTORALE DE SCIENCES CHIMIQUES

**Sophie Pasquier**

**Ingénieur ECN**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

### DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : SCIENCES DES MATÉRIAUX

---

**COMPORTEMENT THERMOMÉCANIQUE  
D'UN COMPOSITE DE TYPE SiC/SiC À INTERPHASE SÉQUENCÉE,  
EFFET DE L'ENVIRONNEMENT**

---

**Soutenue le : 15 septembre 1997**

Après avis de : MM. C. GAULT  
D. ROUBY

Rapporteurs

Devant la Commission d'examen formée de :

MM. J.L. CHERMANT  
C. GAULT  
D. ROUBY  
B. LAMY  
M. BOURGEON  
R. NASLAIN  
J. LAMON



*A mes parents,  
A Frédéric.*







## REMERCIEMENTS

*Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (Unité Mixte de Recherche du CNRS, de la Société Européenne de Propulsion et de l'Université de Bordeaux I) entre septembre 1994 et mai 1997.*

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

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

*Je suis particulièrement sensible à l'intérêt que, Messieurs D. Rouby, Professeur à l'INSA de Lyon, C. Gault, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure de Céramique Industrielle de Limoges et J. L. Chermant, Directeur de recherche au CNRS, ont porté à ce travail en me faisant l'honneur de le juger. Je leur adresse mes sincères remerciements.*

*Monsieur M. Bourgeon, Chef du service de Caractérisation Matériaux Composites de la SEP (MC/C) a aimablement accepté de participer à mon jury de thèse. Je lui adresse tous mes remerciements.*

*Je suis particulièrement sensible à l'intérêt que Monsieur F. Christin, chef du Département Matériaux Composites MC à la SEP, m'a témoigné au cours de ce travail.*

*Je tiens à remercier vivement B. Humez, Technicien du LCTS, pour ses conseils avisés et pour le sérieux avec lequel il m'a formé à l'utilisation des machines d'essais mécaniques.*

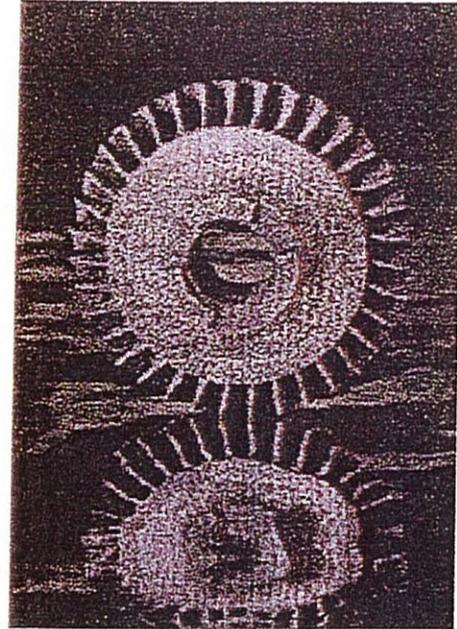
*Je tiens à exprimer ma reconnaissance aux membres du LCTS pour leur amitié et leur soutien, particulièrement Agnès Mauchin, Gauthier Antoine Lebrun et Franck Lamouroux.*

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

*Enfin, je remercie l'Université de Bordeaux I et la SEP pour m'avoir fait bénéficier d'une bourse de recherche.*

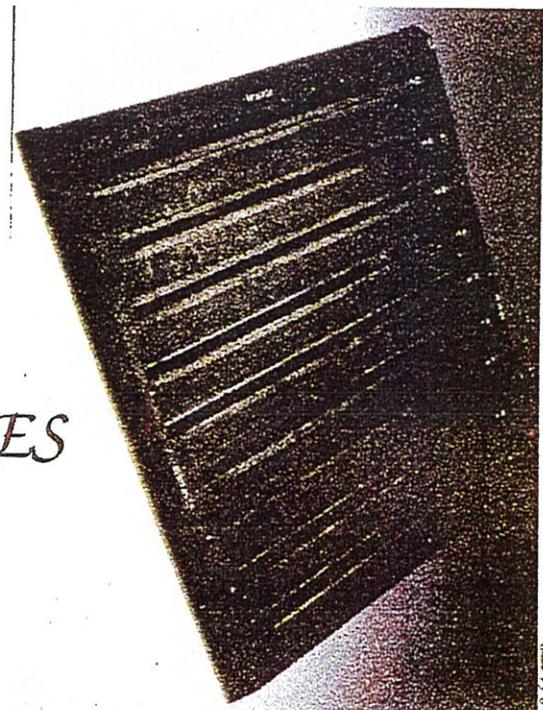


# *LES COMPOSITES À MATRICE CÉRAMIQUE*



## *APPLICATIONS THERMOSTRUCTURALES*

*À HAUTES TEMPÉRATURES*









# *SOMMAIRE*



## SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

### CHAPITRE 1 : PRÉSENTATION DE L'ÉTUDE

Introduction.....	4
I - Les interphases .....	5
I.1 - Interphases et interfaces : leur rôle.....	5
I.2 - Matériaux d'interphase.....	6
I.3 - Les interphases multicouches .....	9
II - Les matériaux de l'étude.....	10
II.1 - Les fibres.....	10
II.2 - Matrice de carbure de silicium.....	12
II.3 - Les composites 2D SiC/SiC à interphase PyC et (PyC/SiC) <sub>n</sub> .....	13
II.31 - Élaboration du SiC/SiC à interphase PyC ou (PyC/SiC) <sub>4</sub> .....	14
II.32 - Observations des éprouvettes.....	16
II.33 - Composition chimique de l'interphase .....	18
II.34 - Caractéristiques des éprouvettes.....	19
III - Méthodologie des essais.....	20
III.1 - Ligne directrice de l'étude.....	20
III.2 - Les procédures expérimentales.....	21
III.21 - Matériel et montage .....	21
III.22 - Conditions expérimentales.....	23
III.23 -Déroutement des essais à haute température.....	26
III.3 - Moyens d'analyses post-essai.....	27

III.31 - Analyse des résultats mécaniques.....	27
III.32 - Calcul des contraintes de cisaillement interfaciales.....	29
III.33 - Observations microscopiques.....	31
III.34 - Les analyses AES.....	32
Conclusion.....	33
Annexe.....	34

**CHAPITRE 2 : COMPORTEMENT EN TRACTION DES COMPOSITES  
SiC/X/SiC ET EFFET DE L'ENVIRONNEMENT**

Introduction.....	37
I. - Traction à température ambiante.....	38
I.1 - Courbes de traction .....	38
I.2 - Élasticité.....	39
I.3 - Endommagement .....	40
I.4 - Frottements interfaciaux .....	42
I.5 - La rupture .....	44
II - Traction à haute température sous atmosphère inerte.....	45
II.1 - Les fibres SiC à haute température sous argon .....	45
II.2 - La matrice SiC à haute température sous argon.....	46
II.3 - Le composite 2D-SiC/X/SiC à haute température sous argon.....	46
III - Traction monotone sous atmosphère oxydante.....	49
III.1 - Caractérisation en traction.....	49
III.2 - Effet de l'oxydation sur l'endommagement.....	51
Conclusion.....	51



## CHAPITRE 3 : FATIGUE STATIQUE SOUS ATMOSPHERE OXYDANTE

Introduction.....	53
I - Effet de l'environnement oxydant sur le composite SiC/PyC/SiC.....	54
I.1 - Les fibres.....	54
I.2 - La matrice et l'interphase SiC CVI.....	56
I.3 - Le composite.....	56
II - Résultats des essais de fatigue statique à haute température sous air .....	58
II.1 - Description du comportement en fatigue statique.....	59
II.2 - Influence des paramètres d'essai et de la nature de l'interphase .....	61
II.3 - Les observations morphologiques et analyses physico- chimiques .....	61
II.31 - Observations morphologiques.....	66
II.32 - Analyses physico-chimiques.....	67
II.33 - Fissuration.....	68
III - Mécanismes d'évolution.....	70
III.1 - Phase I.....	70
III.2 - Phase II.....	81
Conclusion.....	85
Annexe .....	88



## CHAPITRE 4 : LA RUPTURE DU 2D SiC/SiC À INTERPHASE SIMPLE OU SEQUENCEE

Introduction.....	92
I - Méthode d'analyse de la rupture.....	93
I.1 - Les observations en microscopie électronique à balayage.....	93
I.2 - Contrainte à la rupture locale des fibres longitudinales.....	93
I.3 - L'analyse statistique de la rupture.....	95
II- Résultats .....	96
II.1 - Rupture en traction monotone .....	96
II.2 - Rupture en fatigue statique sous atmosphère oxydante .....	100
II.3 - Rupture en traction après fatigue statique .....	104
II.4 - Les durées de vie.....	108
III - Mécanismes de rupture, discussion.....	111
III.1 - En traction monotone .....	111
III.2 - En fatigue statique .....	114
Modification des propriétés des fibres ? .....	115
Formation de défauts extrinsèques ?.....	116
Conclusion.....	121
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>124</b>



## NOMENCLATURE ET ABRÉVIATIONS

On notera :

a	Paramètre de maille,
b	Ordonnée à l'origine de la droite $\Delta$ ,
$a_1, b_1$	Coefficients de Hutchinson,
$C_s$	Complaisance de la machine de traction sur fibre,
$C_{V,m} = \frac{S_m}{m\Delta}$	Coefficient de variation pour une série de mesures (mesure classique de la dispersion d'une distribution),
$d_v$	Durée de vie,
$d_a$	Densité apparente
$d_g$	Densité géométrique
$\epsilon_R$	Déformation à la rupture du composite
$E_f$	Module d'Young de la fibre,
$E_m$	Module d'Young de la matrice,
$E_0$	Module d'élasticité du composite non endommagé à TA,
$E(t)$	Module d'élasticité du composite au cours du temps
$E_{HT}$	Module d'élasticité du composite non endommagé à HT,
$\dot{E}$	Vitesse d'endommagement au cours du temps,
EA	Émission acoustique,
fd	Fibres déchaussées,
fnd	Fibres non déchaussées,
HT	Haute température,
$l_s$	Pas de fissuration à saturation,
$l_d$	Longueur de décohésion,
$l_{dc}$	Longueur de décohésion d'origine chimique,
$l_{dm}$	Longueur de décohésion d'origine mécanique,
$L_g$	Longueur de jauge,
$l_{oc}$	Longueur de fibre déchaussée sans contact avec la matrice,

### *Nomenclature et abréviations*

$l_{pc}$	Longueur de fibre déchaussée en contact partiel avec la matrice,
$m$	Module de Weibull,
$\bar{m}_A$	Valeur moyenne de $m$ ,
$m_m$	Module de Weibull de la distribution statistique des contraintes de fissuration matricielle,
$m_{of}$	Module de Weibull de la distribution statistique des contraintes à rupture des fibres au sein du toron,
$N$	Nombre d'échantillons (probabilité de rupture),
$P_i$	Probabilité de rupture de l'individu $i$ dans la population,
$p_1$	Pente de la courbe de détermination de $\tau$ ,
$p_f$	Pas de fissuration matricielle,
$R$	Coefficient de corrélation linéaire,
$R_f$	Rayon des fibres,
$R_m$	Rayon miroir
$S$	Aire des cycles d'hystérésis,
$\dot{S}(t)$	Vitesse d'évolution de l'aire des cycles,
$S_f$	Section des fibres dans le minicomposite,
$S_m$	Écart type,
$t$	Temps,
$t_v$	Temps de vieillissement,
$T$	Température,
$T_A$	Température ambiante,
$V$	Volume sollicité (analyse statistique),
$V_f$	Fraction volumique des fibres,
$\mathcal{V}_f$	Volume de fibre sollicité (analyse statistique),
$V_m$	Fraction volumique de la matrice,
$V_{of}$	Volume élémentaire d'une fibre,
$V_{poro}$	Fraction volumique des pores,
$V_{po}$	Porosité ouverte dans le composite 2D (%)

*Nomenclature et abréviations*

$V_{pi}$	Porosité fermée ou interne (%)
$X$	Interphase,
$\delta\Delta$	Ouverture du cycle d'hystérésis au point de contrainte $\sigma$ ,
$\varepsilon_r$	Déformation à la rupture,
$\varepsilon$	Déformation totale,
$\varepsilon_{endo}$	Déformation de préendommagement initial en fatigue statique,
$\varepsilon_{res}$	Déformation résiduelle,
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation totale,
$\dot{\varepsilon}_{res}$	Vitesse de déformation résiduelle,
$\phi_f$	Diamètre des fibres,
$\nu_f$	Coefficient de Poisson des fibres,
$\nu_m$	Coefficient de Poisson de la matrice,
$\rho_f$	Masse volumique de la fibre,
$\rho_m$	Masse volumique de la matrice,
$\sigma_c$	Contrainte de traction appliquée sur un composite modèle,
$\sigma_0$	Facteur d'échelle (statistique de Weibull),
$\sigma_{om}$	Facteur d'échelle de la distribution des contraintes de fissuration matricielle,
$\sigma_{of}$	Paramètre statistique de la distribution des contraintes à la rupture des fibres au sein des torons longitudinaux,
$\sigma_{n-1}$	Ecart type sur les mesures,
$\sigma_m$	Contrainte à la rupture de la matrice,
$\sigma_r$	Contrainte à la rupture du composite,
$\sigma_{rf}$	Contrainte à la rupture locale d'une fibre longitudinale,
$\sigma_p$	Contrainte au point de déchargement d'un cycle d'hystérésis,
$\sigma_m$	Contrainte de maintien en traction (essai de fatigue statique),
$\tau$	Contrainte de cisaillement interfacial.



## LEXIQUE

### *Fatigue statique :*

Essai consistant à maintenir sous charge constante un matériau composite. On enregistre les évolutions de ses caractéristiques mécaniques au cours du temps ;

### *Minicomposite :*

Composite modèle unidirectionnel formé d'une mèche de fibres enrobée d'une interphase et noyée dans une gaine de matrice ;

### *Mode I et II :*

Mode de fissuration de la matrice et de l'interphase; le mode I est le mode d'ouverture et le mode II est le mode de cisaillement ;

### *Pré-endommagement :*

Avant l'essai de fatigue statique, l'éprouvette est endommagée en traction à température ambiante jusqu'à un niveau de déformation appelée la déformation de pré-endommagement, notée  $\epsilon_{\text{endo}}$  ;

### *Réactif de Murakami :*

Mélange d'hexacyanoferrate de potassium ( $K_3Fe(CN_6)$ ), de soude (NaOH) et d'eau. La préparation de ce mélange selon une procédure bien établie permet de révéler les fissures sur une surface polie de composite à matrice de carbure de silicium, par attaque chimique préférentielle de cette phase ;

### *Régime diffusionnel :*

Régime d'oxydation régi par les diffusions gazeuses de réactifs et des produits ;

### *PyC :*

Couche de Pyrocarbone ;

### *Séquençage :*

Création de séquence dans le multicouche, le même "n-uplet" de matériaux (ici c'est un couple PyC/SiC) est répété n fois ;

*SiC/SiC :* Composite à fibres et matrice en carbure de silicium ;

*SiC/X/SiC* :

Composite SiC/SiC avec une interphase de matériau X ;

*Toron* :

Dans le composite 2D SiC/SiC, il s'agit d'une **mèche** du tissu composée de 500 fibres SiC et infiltrée d'**interphase** et de **matrice** par CVI. L'éprouvette est formée de torons longitudinaux parallèles à l'axe de traction et de torons transverses perpendiculaires aux premiers ;

# *INTRODUCTION GÉNÉRALE*



Le terme de "composite" a une connotation moderne. Pourtant, le principe de l'alliance de fibres très résistantes et d'une matrice en matériau bon marché est déjà très ancien. La voie Processionnelle de la Babylone antique, qui était garnie de bitume renforcé de paille tressée, en fut l'un des lointains précurseurs. Nous pourrions citer encore de nombreux exemples tels que les composites naturels que sont les os et le bois, le papier, ou le torchis.

Aujourd'hui, les matériaux composites trouvent des applications dans de nombreux domaines : le sport, les loisirs, l'art, les transports, l'aéronautique, etc ...

La réalisation des grands programmes aéronautiques et spatiaux est un pari scientifique et technologique qui passe par la recherche de performances inégalées auparavant, en terme de résistance structurale sous des contraintes élevées et dans des conditions d'environnement sévères (températures extrêmes et atmosphères variant de l'air ambiant au vide poussé).

Les **Composites à Matrice Céramique** font partie des matériaux nouveaux créés pour répondre à de telles exigences d'utilisation. Ces matériaux sont prometteurs, mais ils nécessitent encore des recherches destinées à mieux les comprendre et à améliorer leur résistance en environnements agressifs. Plusieurs solutions ont été envisagées afin d'augmenter la durée de vie des CMC : un revêtement externe présentant une bonne inertie chimique assurant une parfaite étanchéité entre le matériau et les gaz oxydants, le développement d'une nouvelle famille de fibres plus stables et moins oxydables, l'introduction de composés borés dans la matrice ou d'un multicouche inoxydable entre les fibres et la matrice.

L'**évaluation du concept d'interphase multicouche** en tant que barrière à l'oxydation au sein d'un composite 2D à fibres et matrice en carbure de silicium fait l'objet de ce travail. L'environnement oxydant choisi est l'air ambiant sous des températures variant de 700°C à 1200°C.

Les essais sont réalisés sur des composites SiC/X/SiC à interphase simple de PyC ou séquencée (PyC/SiC)<sub>n</sub>.

Le **premier chapitre** permet de préciser le contexte de l'étude. Les principaux travaux concernant l'interphase et ses différents concepts sont présentés. Dans un deuxième temps, **les matériaux testés** et leur mode d'élaboration sont décrits, puis les **procédures expérimentales** et la **démarche de l'étude**.

Le thème du **second chapitre** est le **comportement en traction jusqu' à la rupture** à température ambiante et à haute **température** sous atmosphère inerte et oxydante. L'**influence de l'environnement et du type d'interphase X** sur ce comportement est analysée.

L'évolution d'un matériau composite maintenu sous charge constante au cours du temps est appelée fatigue statique. Dans le **chapitre 3**, qui constitue une partie importante de l'étude, les 2D SiC/SiC sont sollicités en **fatigue statique en traction à haute température sous air**. On observe les éventuelles modifications de l'évolution des matériaux engendrées par **les paramètres d'essais**, c'est à dire la charge de maintien en traction, la température, le taux d'endommagement du 2D et la durée de vieillissement. Le rôle de la morphologie de l'interphase sur le comportement en fatigue statique est également discuté.

L'origine de la rupture du composite SiC/X/SiC en traction et en fatigue statique sous atmosphère oxydante est étudiée dans le **quatrième chapitre**. Fondée

## *Introduction générale*

sur de nombreuses observations fractographiques et le calcul des contraintes à la rupture locale de fibres, cette partie du travail amène des éléments nouveaux qui prouvent l'intérêt de l'interphase séquencée vis à vis d'une interphase simple en environnement oxydant.



# *CHAPITRE 1*



## CHAPITRE 1 : PRÉSENTATION DE L'ÉTUDE

<b>Introduction</b> .....	4
<b>I - Les interphases</b> .....	5
I.1 - Interphases et interfaces : leur rôle.....	5
I.2 - Matériaux d'interphase.....	6
I.3 - Les interphases multicouches .....	9
<b>II - Les matériaux de l'étude</b> .....	10
II.1 - Les fibres.....	10
II.2 - Matrice de carbure de silicium.....	12
II.3 - Les composites 2D SiC/SiC à interphase PyC et (PyC/SiC) <sub>n</sub> .....	13
II.31 - Élaboration du SiC/SiC à interphase PyC ou (PyC/SiC) <sub>4</sub> .....	14
II.32 - Observations des éprouvettes.....	16
II.33 - Composition chimique de l'interphase .....	18
II.34 - Caractéristiques des éprouvettes.....	19
<b>III - Méthodologie des essais</b> .....	20
III.1 - Ligne directrice de l'étude.....	20
III.2 - Les procédures expérimentales.....	21
III.21 - Matériel et montage .....	21
III.22 - Conditions expérimentales.....	23
III.23 -Déroutement des essais à haute température.....	26
III.3 - Moyens d'analyses post-essai.....	27
III.31 - Analyse des résultats mécaniques.....	27
III.32 - Calcul des contraintes de cisaillement interfaciales.....	29
III.33 - Observations microscopiques.....	31
III.34 - Les analyses AES .....	32
<b>Conclusion</b> .....	33
<b>Annexe</b> .....	34



## Introduction

Les composites à matrice céramique, (CMC), prennent une place de plus en plus importante dans divers secteurs industriels (e.g. le secteur des industries aéronautique et spatiale). La particularité de ces matériaux est d'être tenaces en dépit de la nature fragile de leurs constituants. Les matrices céramiques les plus usuelles sont de type carbure (TiC, SiC, B<sub>4</sub>C), nitrure (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, BN), ou encore oxyde (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>). On distingue deux types de CMC selon que le renfort est constitué de fibres longues ou d'une phase particulaire dispersée. L'emploi simultané de fibres minérales réfractaires et de matrices céramiques permet de réaliser des composites structuraux destinés aux très hautes températures, d'où leur appellation de composites thermostructuraux. Aujourd'hui, les composites à fibres et matrices céramiques dont le développement est le plus avancé sont les carbone-carbone (C/C), les carbure-carbure (comme le SiC/SiC), et les carbone-carbure (comme le C/SiC). Dans ces CMC, la matrice et les fibres sont fragiles. Les C/C, C/SiC et SiC/SiC composés de fibres longues, font l'objet d'une fabrication industrielle dans le domaine spatial\*.

Le matériau de cette étude est un composite céramique 2D SiC/SiC développé par la SEP en vue d'applications pour des pièces de moteur d'avion. Il est constitué d'un empilement de 8 à 11 strates de tissu de fibres à base de SiC\*\*. L'interphase entre fibre et matrice est un multicouche composé de n séquences de carbone/carbure de silicium (PyC/SiC)<sub>n</sub> [Droillard, 1993].

---

\* Par exemple les composites CERASEP et SEPCARB élaborés par la Société Européenne de Propulsion

\*\* fibres Si-C-O de type Nicalon NLM 202 traitées, de Nippon Carbon

## I - LES INTERPHASES

### I.1 - Interphases et interfaces : leur rôle

Les propriétés des matériaux composites sont largement influencées par la nature de la liaison entre le renfort fibreux et la matrice.

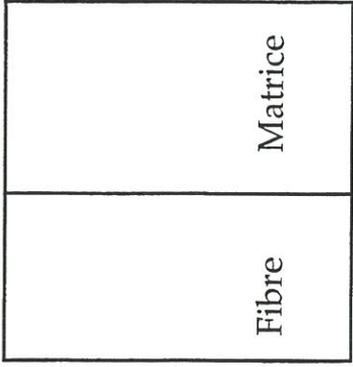
Cette liaison peut être de deux types : (i) lorsque la matrice est déposée directement sur le renfort fibreux sans qu'il y ait de réaction chimique étendue entre fibres et matrice, on crée alors une **interface F/M**. Ce cas de figure est de moins en moins rencontré ; (ii) le plus souvent, une couche de matériau X intermédiaire, appelée **interphase**, est interposée entre fibre et matrice (fig. 1,1). Ce troisième corps présente deux interfaces fibre/X et X/matrice.

Dans les composites SiC/X/SiC, l'interphase X doit accomplir simultanément cinq "**fonctions clé**" [Naslain, 1995].

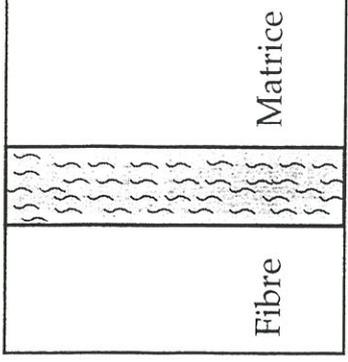
(i) - Tout d'abord, elle doit permettre, comme dans tous les composites, le **transfert de charge** fibres/matrice, de manière à assurer un comportement endommageable. Si la liaison interfaciale est faible, on obtient une courbe de traction "à plateau" (cas b fig. 1,2) avec des déformations importantes et une contrainte à la rupture relativement faible. Si elle est trop forte, la courbe de traction est caractéristique d'un comportement fragile (cas c de la fig. 1,2), l'interphase ne dévient pas les fissures. Le cas idéal est une interphase présentant des qualités intermédiaires (fig. 1,2 cas a).

(ii) - Ensuite, elle doit jouer le **rôle de fusible mécanique**, en permettant la **déviations des fissures** matricielles en mode II, parallèlement aux torons longitudinaux. Cette déviation peut avoir lieu aux interfaces (rupture adhésive) ou, au sein même de l'interphase (rupture cohésive) (fig. 1,3).

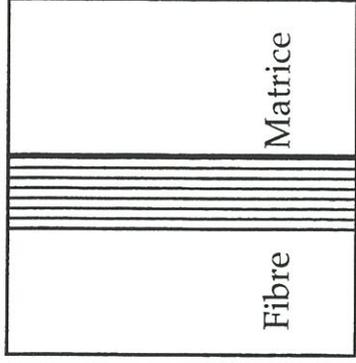
(iii) - Lors de l'élaboration à haute température, des **déformations résiduelles** d'origine thermique peuvent apparaître dans le composite, dues aux



interface simple



interphase à micro-texture  
en couche



interphase multicouche

Fig. 1,1 : Interface et interphases : différentes catégories

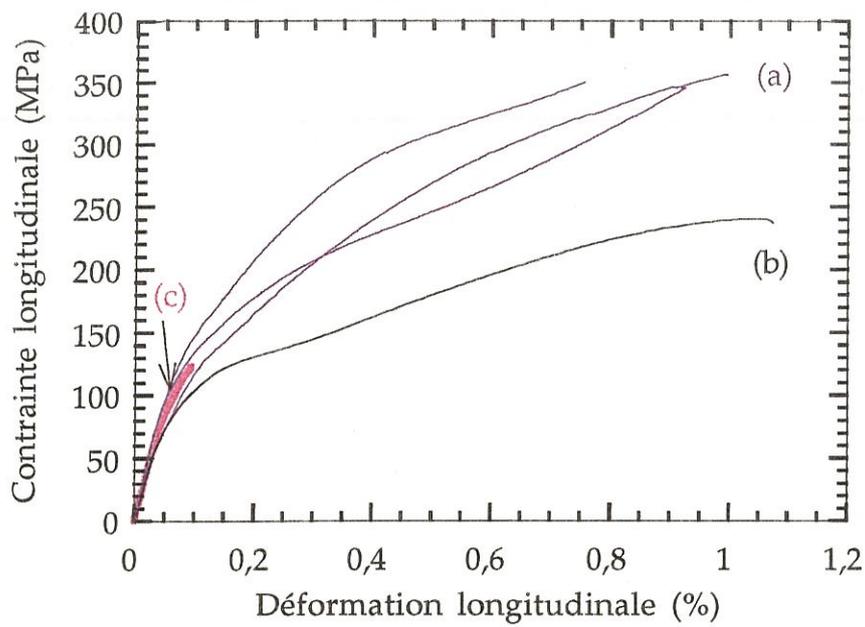


Fig. 1,2 : Comportement de composites 2D SiC/SiC, à interphase forte (a), à interphase faible d'après [Droillard, 1993] (b) et à interphase très forte<sup>(\*)</sup>(c).

(\*) Essai réalisé dans le cadre de cette étude sur des matériaux SiC/BN/SiC

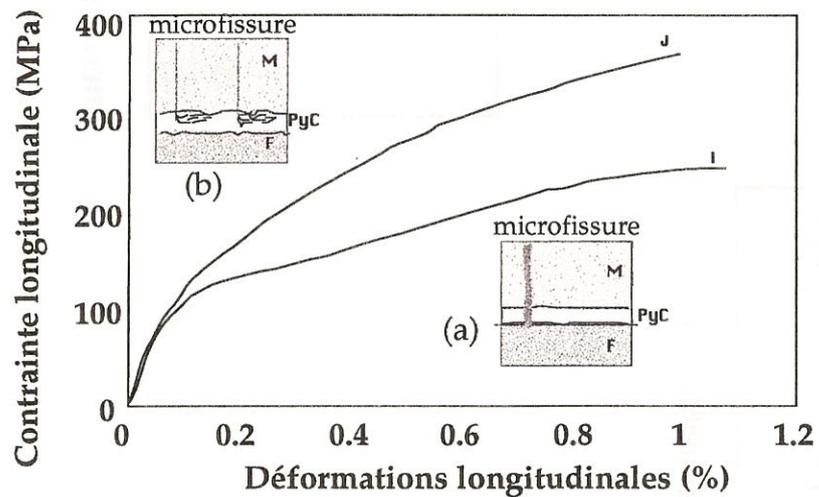


Fig. 1,3 : Rupture adhésive (a) et cohésive (b) d'après [Droillard et al., 1996]

dilatations différentielles des fibres et de la matrice. L'interphase doit **absorber** une partie de ces déformations, limitant ainsi les surcontraintes locales ou de trop grandes variations dans les champs de contraintes entre deux constituants.

(iv) - Par ailleurs, à haute température, les couches minces comprises entre les fibres et la matrice, peuvent assurer une **protection chimique** contre l'oxydation et l'agressivité de certaines matrices vitrocéramiques vis à vis des fibres. De nombreux travaux se sont orientés vers la recherche de nouvelles interphases afin d'en améliorer les performances en particulier à haute température et sous atmosphère oxydante [Heurtevent, 1996], [Hall et Cooper, 1990], [Chyung et Dawes, 1993], [Reig et al., 1996].

(v) - Enfin, le matériau d'interphase doit être **compatible** chimiquement avec les fibres de carbure de silicium et la matrice.

Ces fonctions doivent être vérifiées non seulement à température ambiante, mais aussi à hautes températures et sous différentes atmosphères en particulier sous air.

## I.2 - Matériaux d'interphase

La complexité du choix du matériau d'interphase provient en partie du fait, que quelques unes des fonctions énumérées ci-dessus, sont contradictoires. Par exemple, le rôle de fusible mécanique impose un matériau suffisamment fragile radialement pour rompre en mode mixte I/II, tout en conservant une certaine souplesse afin d'absorber les déformations différentielles. Il doit aussi être assez tenace et rigide pour assurer le transfert de la charge entre fibre et matrice. De plus, afin de rester compatible avec les fibres et la matrice de SiC, l'utilisation d'un matériau d'interphase non oxyde s'impose, alors que la résistance à l'oxydation suggère l'utilisation d'un matériau oxyde.

Les travaux d'optimisation mécanique des SiC/SiC suggèrent qu'un bon matériau d'interphase doit présenter une microstructure ou une structure cristalline en couches, entre lesquelles la liaison est suffisamment faible [Naslain, 1995]. Lorsque ces couches sont déposées parallèlement à la surface des fibres, le comportement du composite est élastique endommageable et présente des propriétés à rupture élevées. Les matériaux d'interphase les plus utilisés dans les SiC/SiC, sont actuellement le **pyrocarbone** et le **nitru de bore**.

*Le pyrocarbone : (fig. 1,4)*

La particularité de sa structure cristalline provient de l'empilement de plans parallèles d'atomes de carbone distribués en hexagones réguliers (réseaux benzéniques). Dans ces plans, le carbone adopte l'hybridation  $sp^2$  et il est lié à trois autres carbone. La liaison entre les feuillets adjacents est assurée par le recouvrement entre deux vastes nuages d'électrons  $\pi$  **délocalisés** sur chaque feuillet et la distance entre ces plans est de l'ordre de **335 pm**. La faible résistance à la rupture en mode I dans la direction perpendiculaire aux plans d'empilement, permet à ce matériau d'assurer parfaitement le rôle de fusible mécanique à température ambiante (fig. 1,5). Le point faible du pyrocarbone est sa grande sensibilité à l'oxydation dès **500°C**.

*Le nitru de bore : (fig. 1,4)*

Le nitru de bore cristallisé présente une structure en couches comme le carbone pyrolytique. On note une différence significative qui est la disposition des couches les unes sur les autres ; chaque atome de bore dans une couche est situé au dessus d'un atome d'azote de la couche suivante à une distance de **333 pm**. Au sein de chaque couche, la distance B-N est seulement de **145 pm**.

	a (pm)	c (pm)	c/a	distance inter-feuillet (pm)	distance B--N (pm)
BN	250,4	666,1	2,66	333	144,6
PyC	245,6	669,6	2,73	335	142

Paramètres de maille du PyC et du BN-hexagonal.

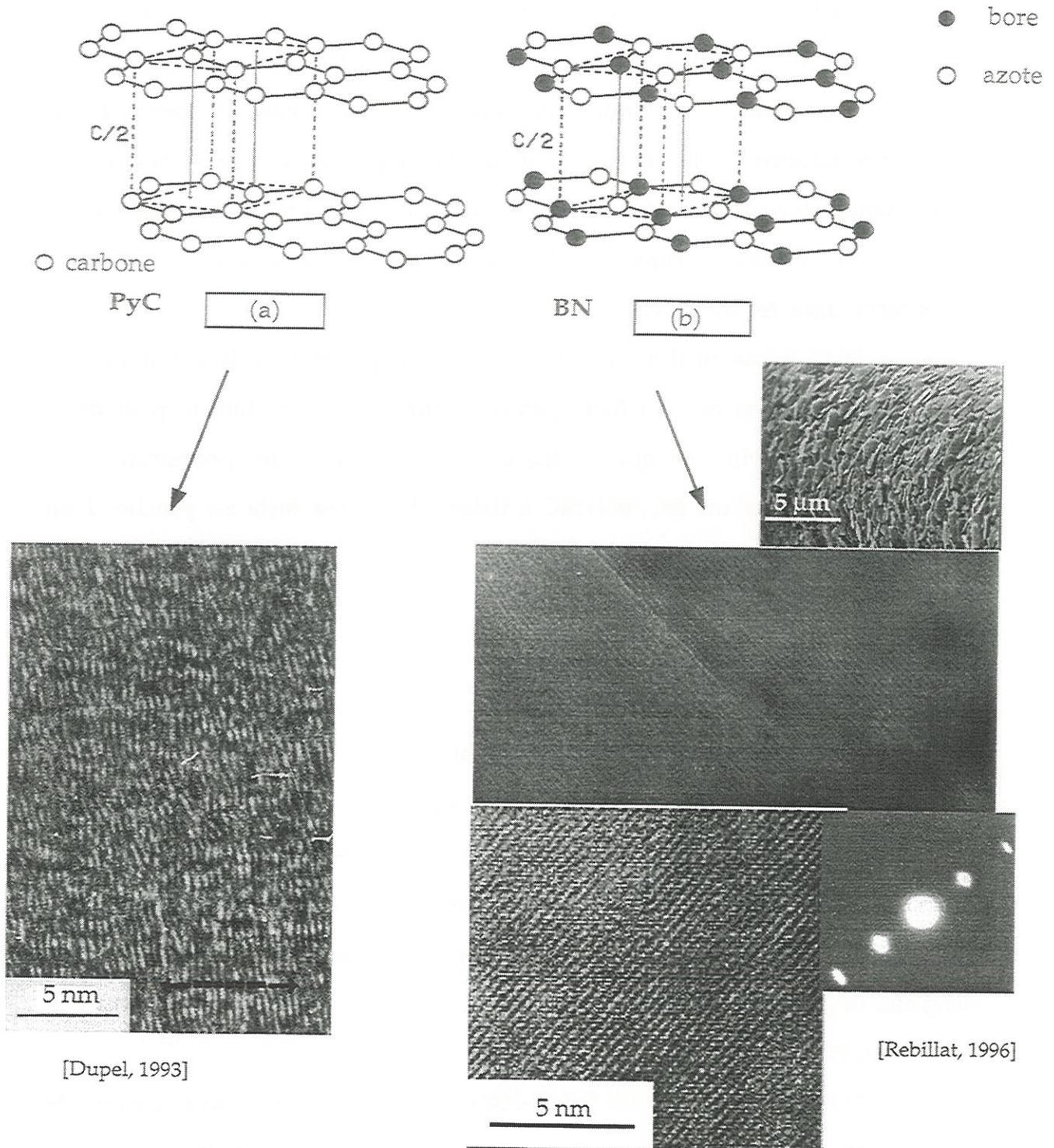


Fig. 1,4 : Micrographie en MET de la microstructure du pyrocarbone d'après [Dupel, 1993] (a) et du nitrure de bore d'après [Rebillat, 1996] (b).

Le nitrure de bore présente une bonne tenue sous air, jusqu'à au moins 800°C, en formant une phase condensée de B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> qui atténue la vitesse d'oxydation.

Des travaux effectués sur des composites modèles SiC/SiC ont montré que le BN pouvait remplacer le PyC dans l'interphase sans altérer trop fortement le comportement mécanique [Rebillat, 1996].

Cependant, la déviation en mode II de la fissure se produit par rupture adhésive soit à la surface de la fibre soit entre deux couches de BN de nanotextures différentes, scindées artificiellement lors de l'élaboration.

Aucun cas de rupture cohésive du nitrure de bore n'a encore été observé dans les interphases.

Dans le cas où il n'existe pas d'interface permettant la déviation des fissures, les fibres ne contrôlent pas la rupture et cassent dans le plan de la fissure matricielle, ce qui se traduit par une rupture prématurée. Le comportement d'un SiC/BN/SiC à **liaison F/M très forte** est proche d'un comportement fragile (fig. 1,1, courbe a).

### *Autres interphases*

Il existe d'autres matériaux dont la microstructure en feuillets pourrait être envisagée en tant qu'interphase [Labronici et al., 1994] [Naslain, 1995]. Les micas sont bien connus pour leurs structures cristallisées en lamelles faiblement liées les unes aux autres. Totalement insensible à l'oxydation, ce matériau à faible résistance au cisaillement pourrait être une interphase idéale. Ceci fut expérimenté dans des composites à matrice vitrocéramique [Beall et al. 1989], [King et Cooper, 1994], [Hall et Cooper, 1990], [Chyung et Dawes, 1993].

Malheureusement, dès 500°C-700°C, la structure lamellaire cristallisée disparaît par décomposition des phyllosilicates (c'est à dire les micas) qui contiennent des ions OH<sup>-</sup>. Le remplacement des ions OH<sup>-</sup> par des ions F<sup>-</sup>

accroît leur stabilité thermique.

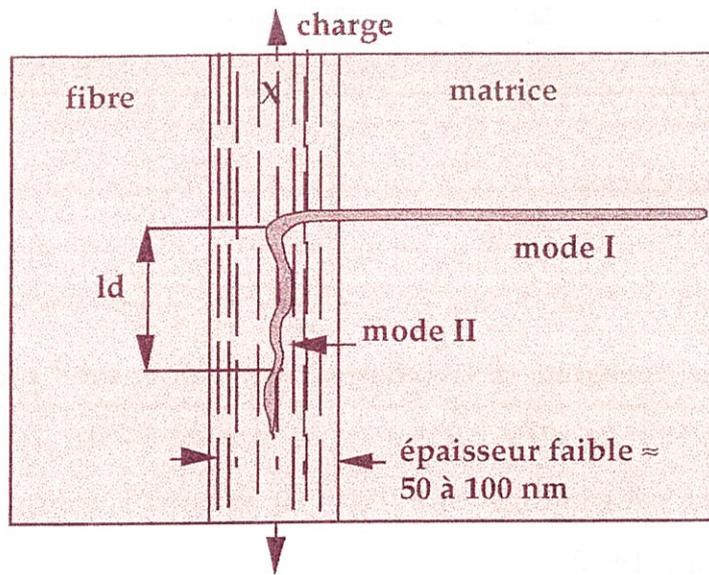
La structure cristalline de  $Ti_3SiC_2$  est également "multicouche". Elle est composée de feuillets de  $Ti_6C$  en alternance avec des plans d'atomes de silicium. Cependant, sa sensibilité à l'oxydation dès  $400^\circ C$ , sans produire assez de silice pour espérer un effet protecteur, et son mode de croissance perpendiculairement au substrat, n'en font pas un matériau approprié au rôle d'interphase [Naslain, 1995].

Enfin, des phyllosiloxides constituent une nouvelle génération de matériaux proches des micas (tous les ions  $OH^-$  ont été remplacés par des ions  $O^{2-}$ ) dont la stabilité est assurée jusque vers  $950^\circ C$  sous pression atmosphérique. Ces matériaux, qui peuvent jouer le rôle d'interphase dans des composites modèles, sont prometteurs, [Reig et al. 1993].

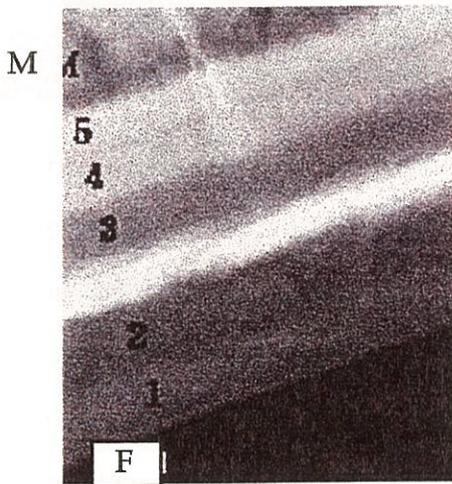
### I.3 - Les interphases multicouches (fig. 1,6)

Une interphase multicouche est composée de plusieurs couches qui peuvent être d'épaisseur et de composition variables. Lorsqu'un même couple de phase (X-Y) est déposé n fois, l'interphase est dite **séquencée** ; on la note  $(X-Y)_n$ .

L'épaisseur totale des interphases est en général très faible, de l'ordre de quelques centaines de nanomètres. L'épaisseur de chaque couche est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres [Droillard, 1993] dans les interphases **microséquencées**, ou de quelques nanomètres dans les interphases **nanoséquencées** [Heurtevent, 1996]. La multiplication des couches de SiC peut être un atout afin de freiner l'oxydation, par formation de silice qui boucherait les fissures dans l'interphase et protégerait les couches de pyrocarbone de l'oxydation par l'oxygène diffusant via le réseau de fissures.

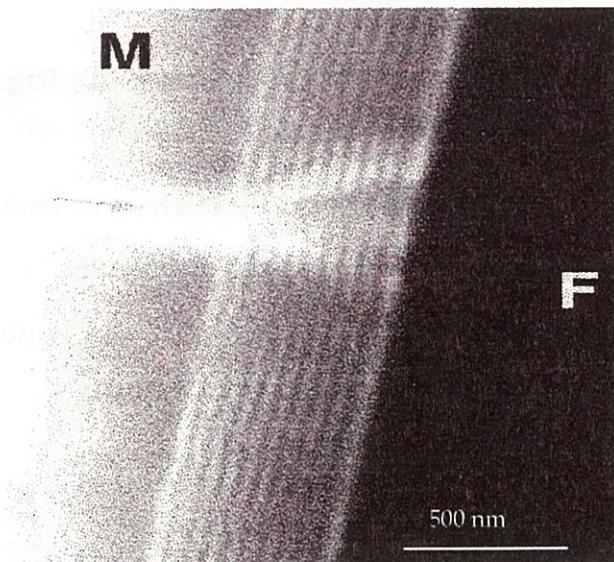


**Fig. 1,5 : Composite SiC/PyC/SiC**  
 Schéma de la déviation d'une fissure matricielle dans une interphase à microtexture en couches d'après [Naslain, 1995]



[Jacques, 1995]

1D- SiC/BN/SiC



[Heurtevent, 1996]

1D- SiC/(PyC-SiC)<sub>n</sub>/SiC  
 interphase nanoséquencée

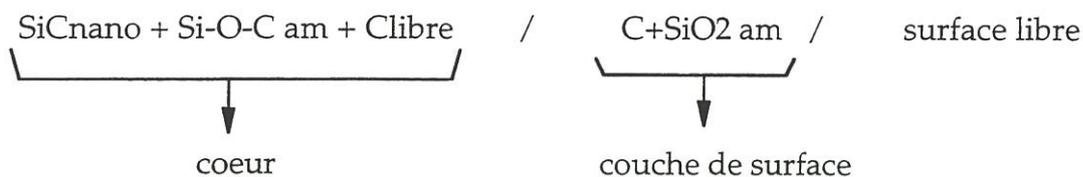
**Fig. 1,6 : Micrographie en MET des interphases multicouches d'après [Jacques, 1995] et [Heurtevent, 1996]**

## II - LES MATERIAUX DE L'ÉTUDE

### II.1 - Les fibres (\*)

La fibre Si-C-O (Nicalon) utilisée pour cette étude, élaborée à partir de polycarbosilane suivant un procédé chimique complexe (fig. 1,7), est nanocristallisée, i.e. constituée de carbure de silicium  $\beta$  (cristaux de 2,5 nm) et de carbone libre turbostratique noyés dans une phase amorphe d'oxycarbure de silicium  $\text{SiC}_x\text{O}_y$  (fig. 1,8) [Yajima et al., 1978], [Hasegawa et al., 1980 ], [Yajima et Okamura, 1983], [Bouillon,1989], [Monthieux et al., 1990].

La composition chimique de la surface des fibres peut être schématisée par la séquence suivante :



Un traitement de surface(\*\*) a permis de modifier la composition de surface de la fibre (Nicalon) sur une épaisseur significative, en la débarrassant notamment de la silice. Ainsi la surface de la fibre traitée est riche en carbone libre ce qui favorise une microstructure en feuillets de la première couche de PyC de l'interphase déposée [Cojean et Monthieux, 1992], [Droillard, 1993].

---

(\*) NLM 202 (ceramic grade, série 200), fibre Nicalon (N) de SiC de Nippon Carbon (Tokyo) à ensimage polyvinylacétate (M).

(\*\*) Propriété de la Société Européenne de Propulsion

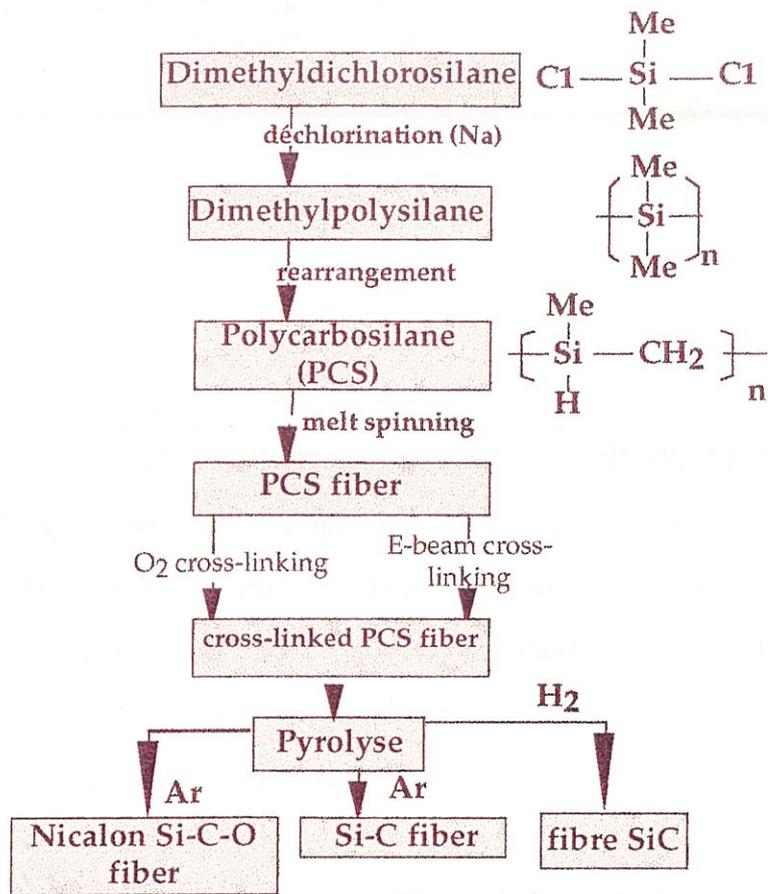
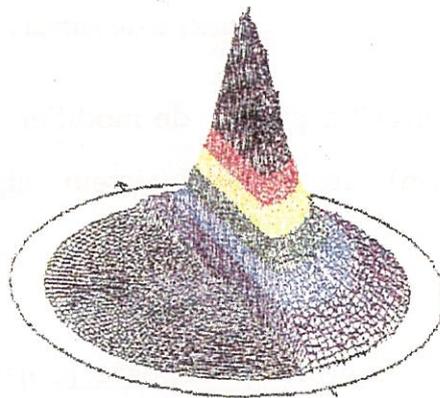
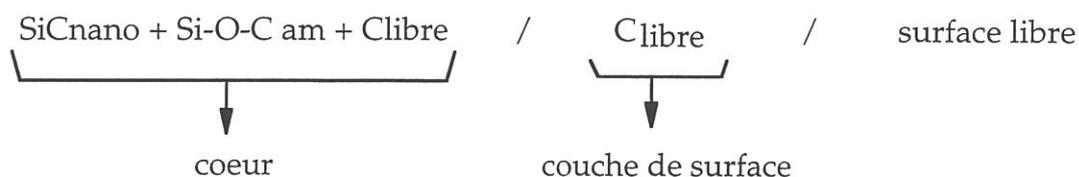


Fig. 1,7 : Élaboration de la fibre à base de SiC à grande stabilité thermique, d'après [Naslain, 1994 ]



Plan 111 parallèle à la surface de la fibre

Fig. 1,8 : Matrice SiC<sub>β</sub> à forte texture, d'après [Bobet, 1993]



La section droite des fibres SiC traitées, observées en microscopies optique et électronique, est de forme circulaire. Son diamètre moyen de 14,6 (écart type 1,9)  $\mu\text{m}$  a été évalué par diffractométrie laser. Les résultats de ces caractérisations sont répertoriés en annexe.

Le résultat des mesures au pycnomètre à hélium donne une masse volumique de 2,6 (0,03)  $\text{g}/\text{cm}^3$  (\*), alors que la donnée du fabricant pour la fibre NL 202 est égale à 2,55  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

Des essais de microtraction réalisés sur des fibres SiC extraites des tissus destinés aux éprouvettes ont permis de comparer leurs caractéristiques mécaniques à celles de fibres de référence [Villeneuve, 1991], [Lissart, 1994], [Lesniewski et Bunsell, 1990]. Les conditions d'essais et les résultats sont répertoriés en annexe.

À température ambiante, les fibres ont un comportement linéaire élastique fragile. Les valeurs du module d'élasticité estimées à partir des courbes de traction,  $187 \pm 68 \text{ GPa}$ , encadrent la valeur moyenne rapportée par ces auteurs, 200 GPa.

De nombreux chercheurs ont montré que l'analyse des courbes de traction sur monofilaments et sur mèche (ensemble de 500 filaments) permet de définir les paramètres statistiques de Weibull ( $m_{\text{of}}$ , le paramètre de forme ou module de Weibull et  $\sigma_{\text{of}}$ , le facteur d'échelle) des fibres qui les composent, [Manders et Chou, 1985], [Helmer, 1989], [Chi et al., 1984]. Les résultats obtenus pour différentes longueurs de jauge sont répertoriés au tableau A.

---

(\*) Écart type  $\sigma_{n-1}$

	Longueur de jauge (mm)	$\sigma_{rf}$ (MPa)	$\epsilon_{rf}$ (%)	$m_{of}$	$\sigma_{of}$ (MPa) ( $V_o = 1 \text{ mm}^3$ )
Fibres non traitées	25 [Lissart, 1994]	2203 (584)	1,00 (0,25)	3,5	514
	50 [Lissart, 1994]	1914 (388)	0,90 (0,18)	5,5	870
	75 [Lissart, 1994]	1773 (466)	0,84 (0,19)	3,5	561
	25 [Lesniewski et al,1986]	2110 (600)	/	3,3	430
	80 [Lesniewski et al,1986]	1850 (600)	/	3,2	558
	220 [Lesniewski et al,1986]	1400 (500)	/	3,3	623
Fibres traitées	75 [Pasquier, 1995]	1292 (265)(*)	/	3,7(**)	505
	75 [Pasquier, 1995]	1292 (265)(*)	/	4,8(**)	/
	50 [Pasquier, 1995]	1382 (422)	/	3,5(**)	/
	50 [Pasquier, 1995]	1613 (301)	/	4,5(**)	/

(\*) : contraintes locales de rupture des fibres calculées dans les mèches infiltrées (minicomposite) à partir des faciès "miroir"

(\*\*) distribution statistique de Weibull des  $\sigma_{rf}$  obtenus par mesure des miroirs

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

$R_f$ ( $\mu\text{m}$ )	$E_m$ (GPa)	$E_f$ (GPa)	$\nu_m$ et $\nu_f$
7,5	400	190	0,25

**Tableau B** : Propriétés des constituants des matériaux composites de l'étude.

L'influence limitée du traitement des fibres (traitement  $\beta$ ) a été vérifiée [Pasquier, 1994]

L'analyse des courbes de microtraction sur les fibres de SiC traitées  $\beta$  utilisée pour l'étude de 3 matériaux R, L et S, objet de ce travail, est résumée en annexe. On obtient :  $m_{Of} = 3,8$  et  $\sigma_{Of} = 211 (8,3)^{(*)}$  MPa pour  $V_O = 1 \text{ mm}^3$ .

Par ailleurs, une étude complète sur mèches SiC NLM 202 traitées donne les résultats suivants :  $m_{Of}$  est compris entre 3,4 et 5,9 et  $\sigma_{Of}$  entre 505 MPa et 662 MPa ( $V_O = 1 \text{ mm}^3$ ) [Pasquier, 1994].

## II.2 - Matrice de carbure de silicium

La matrice SiC élaborée par CVI [Christin, 1979], [Naslain et al., 1981] présente la même microstructure que le SiC d'interphase. Elle est formée de grains de  $\text{SiC}\beta$ , qui ont été observés par diffraction de rayons X [Arnault, 1989].

La masse volumique de la matrice SiC est de  $3,2 \text{ g/cm}^3$  (valeur communément admise).

Il n'a pas été démontré que la croissance radiale des grains de SiC entraînait une anisotropie de la matrice, qui sera considérée comme isotrope.

L'étude de la rupture des minicomposites SiC/C/SiC en traction permet d'accéder à la contrainte à rupture de la matrice SiC déposée sur les torons longitudinaux et de déduire ses paramètres de Weibull. On obtient les paramètres suivants :  $m_m = 5,6$  et  $\sigma_{Om} = 1810 \text{ MPa}$  ( $V_o = 1 \text{ mm}^3$ ).

La contrainte à rupture de la matrice vaut  $123,6 (21,6)^*$  MPa pour  $L_g = 75 \text{ mm}$  et  $265,9 (17,5)$  MPa pour  $L_g = 50 \text{ mm}$  [Pasquier, 1994].

Les résultats obtenus par Lissart [Lissart, 1994] sont :

---

\* Écart type  $\sigma_{n-1}$

$\bar{\sigma}_R$ (MPa)	$m_m$	$\sigma_{Om}$ (MPa)(V = 1 mm <sup>3</sup> )
626 (127)	5,4	795
195 (34)	6,2	315
146 (37)	5,1	296

Les caractéristiques des fibres et de la matrice retenues pour la modélisation sont répertoriées dans le tableau B.

### II.3 - Les composites 2D SiC/SiC à interphase PyC et (PyC/SiC)<sub>n</sub>

L'interphase X des matériaux SiC/X/SiC objet de cette étude est :

- (i) soit une monocouche de 0,05  $\mu\text{m}$  de PyC, matériau R
- (ii) soit un multicouche référencée (PyC/SiC)<sub>4</sub>, de 0,5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur totale composée de 4 bicouches PyC/SiC) : matériau L

Quelques éprouvettes de référence élaborées à partir d'un autre concept d'interphase ont été testées et serviront de comparaison. Il s'agit de composites SiC/SiC à interphase simple de PyC de 200 nm (matériau S), 500 nm (matériau J) et à interphase multicouche de 0,5  $\mu\text{m}$  (PyC/SiC)<sub>3</sub>, composée de 3 séquences (matériau D). La composition de chacune de ces interphases est précisée dans le tableau C.

Les matériaux référencés L (n = 4) et D (n = 3) ont été retenus pour cette étude, car ils présentent le meilleur comportement mécanique à température ambiante et l'énergie de rupture la plus élevée [Droillard et Lamon. 1996].

Matériau	Composition							
L	F SiC $\beta$ / PyC / SiC / PyC / SiC / PyC / SiC / PyC / Matrice SiC							
Épaisseur	(nm)	50	50	50	100	50	150	50
D	F SiC $\beta$ / PyC / SiC / PyC / SiC / PyC / Matrice SiC							
	(nm)	100	100	100	100	100		
R	F SiC $\beta$ / PyC / Matrice SiC							
	(nm)	50						
S	F SiC $\beta$ / PyC / Matrice SiC							
	(nm)	200						
J	F SiC $\beta$ / PyC / Matrice SiC							
	(nm)	500						

**Tableau C** : Récapitulatif des interphases X de l'étude.

Couche	Épaisseur MEB (nm)	Valeur nominale	Couche	Épaisseur MEB (nm)	Valeur nominale
PyC (1)	40	50	SiC 1	80	50
PyC (2)	70	50	SiC 2	320	100
PyC(3)	70-80	50	SiC 3	500	150
PyC (4)	80	50			

**Tableau D** : Épaisseur moyenne de chaque couche de l'interphase L dans la zone utile de l'éprouvette, observée au MEB à effet de champs. (SiC(3) la plus éloignée de la fibre).

## II.31 - Élaboration du 2D SiC/SiC à interphase PyC ou (PyC/SiC)<sub>4</sub>

### *-1<sup>ère</sup> étape : constitution du renfort fibreux*

Les composites 2D SiC/SiC sont élaborés sous forme de plaques de 3 mm d'épaisseur qui sont usinées par la suite afin d'obtenir la pièce finale.

Pour débiter une quarantaine d'éprouvettes de traction, une dizaine de plaques rectangulaires (205x75 mm<sup>2</sup>) ont été nécessaires.

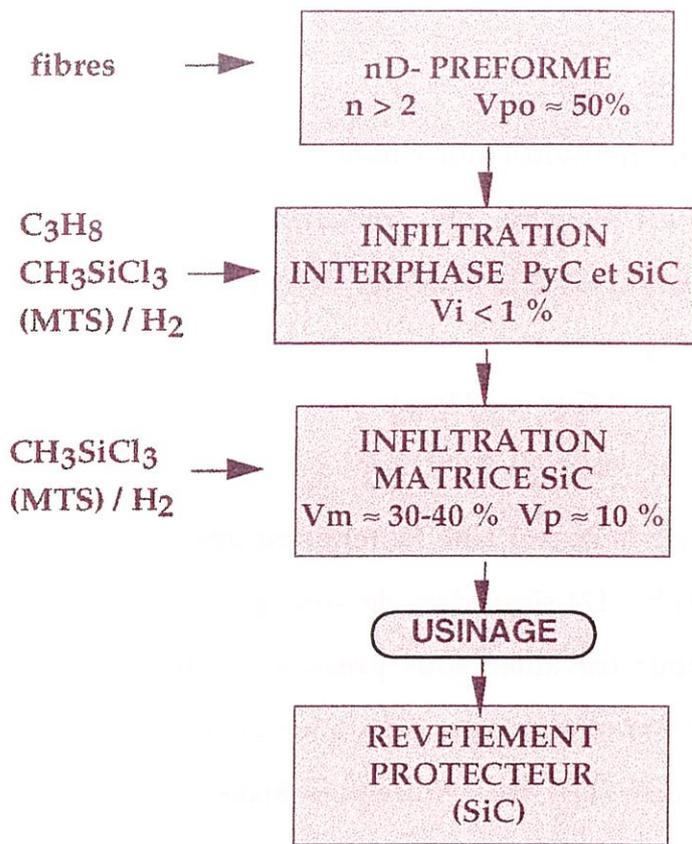
Chaque plaque est composée d'un empilement de 11 strates de tissus de fils de fibres Nicalon NLM 202 superposées avec la même orientation (fil de trame parallèlement à la grande arête de la plaque). Le matériau final présente 2 directions privilégiées 0° (fil de trame ou torons longitudinaux) et 90° (fil de chaîne ou torons transverses).

Cette préforme sèche est ensuite prise en sandwich entre deux plaques percées de trous en graphite purifié (les conformateurs), pour garantir les caractéristiques dimensionnelles et géométriques des pièces à réaliser ainsi que le taux de fibres optimal pour ce matériau (fig. 1,9). C'est cet ensemble qui sera utilisé pour les deux étapes suivantes de l'élaboration.

### *- 2<sup>ème</sup> étape : dépôt de l'interphase (fig. 1,10)*

Les interphases sont obtenues par infiltration chimique en phase vapeur isotherme et isobare (I-CVI). Cette méthode conduit à des dépôts de bonne qualité structurale et microstructurale sans dégrader les fibres [Christin, 1979], [Naslain et al, 1981], [Naslain et Langlais, 1986], [Naslain et al. 1989], [Naslain et Langlais 1990].

Les différentes espèces gazeuses introduites sous pressions réduites à haute température dans un réacteur forment une phase solide par réaction chimique au contact du substrat (la préforme). Le dépôt de PyC est obtenu par cracking de propane (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>) alors que le carbure de silicium provient de



**PRÉFORME 3D: MILIEU POREUX**  
 3 étapes d'élaboration à faible T et P  
 densification stoppée à  $V_p \approx 10-15\%$   
 seal-coat de SiC, d'après [R. Naslain, ]

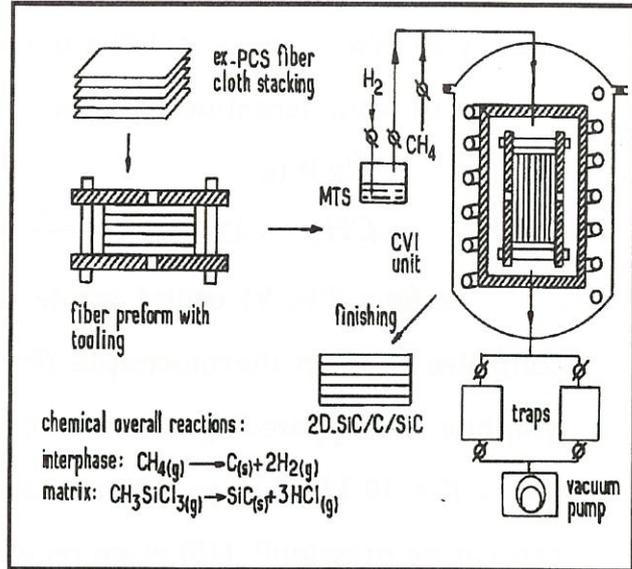


Fig. 1,9 : Élaboration du matériau 2D SiC/SiC (en haut ) et de l'interphase (en bas)

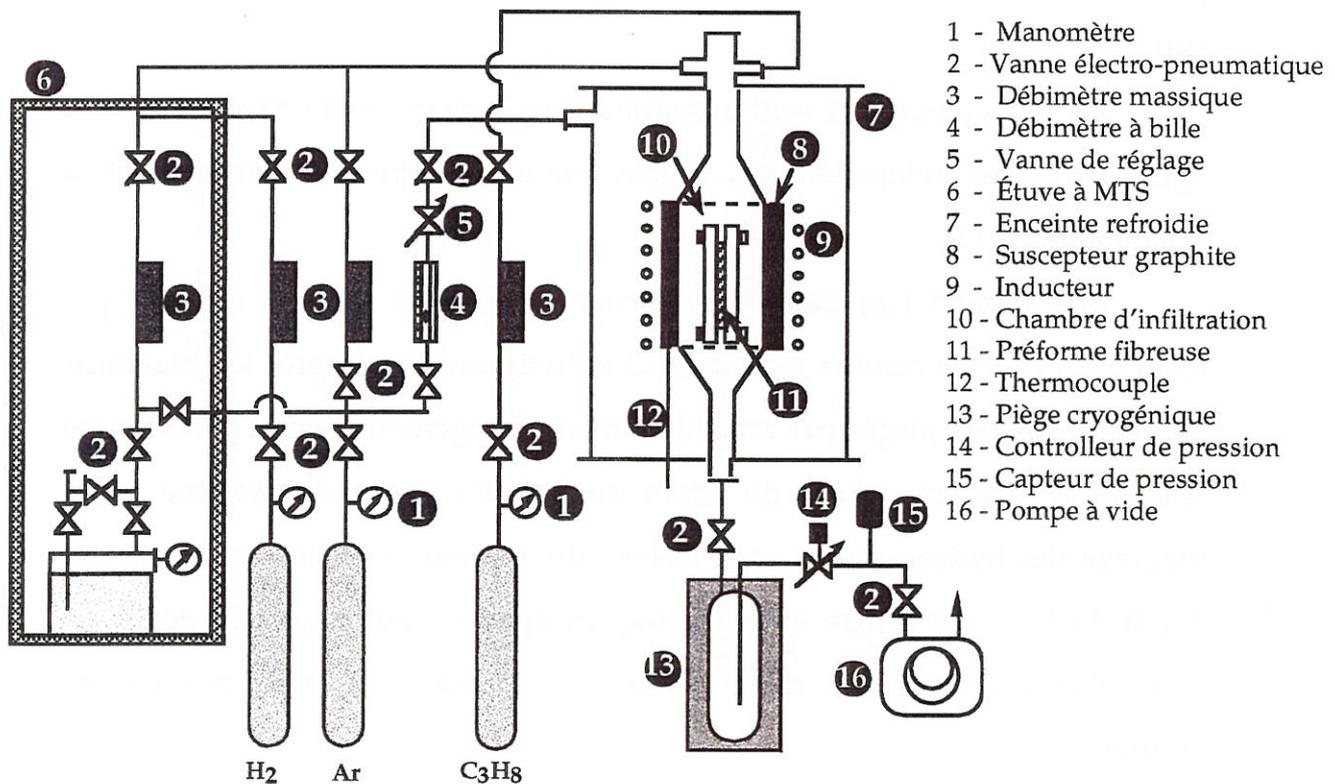
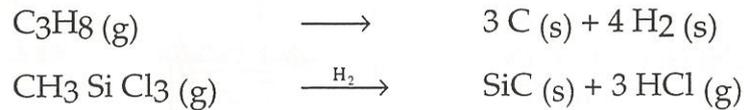


Fig. 1,10 : Schéma du système d'élaboration des interphases séquentielles d'après [Droillard, 1993]

la décomposition dans l'hydrogène du méthyltrichlorosilane (MTS). Le MTS, liquide à température ambiante, est évaporé, puis mélangé à l'état gazeux à l'hydrogène, avant son introduction dans la chambre de dépôt afin d'éviter sa recondensation [Droillard, 1993].



Le four d'I-CVI utilisé est décrit sur la figure 1,10. La température est contrôlée avec un thermocouple (Pt/PtRh) (12) situé dans le suscepteur de graphite. Cet appareillage a été conçu pour travailler sous pression réduite ( $0,5 < P < 10$  kPa), la pression totale étant maintenue constante avec un capteur de pression<sup>(1)</sup> (15) et un régulateur<sup>(2)</sup> (14). Des débitmètres massiques (3) sont utilisés pour mesurer les débits des différentes espèces gazeuses : propane (QC<sub>3</sub>H<sub>8</sub>), hydrogène (QH<sub>2</sub>) et MTS (QMTS) [Droillard, 1993]. La préforme (11) est introduite dans la zone isotherme de la chambre de dépôt (10).

Les gaz précurseurs sont introduits dans la chambre de dépôt par deux lignes parallèles indépendantes, isolées par un système de vannes électropneumatiques (2).

Une pompe (16) permet d'évacuer les espèces sources n'ayant pas réagi ainsi que les résidus gazeux (HCl et hydrocarbures) après les réactions de dépôt. Ils sont piégés par refroidissement cryogénique, entre la sortie du réacteur et la pompe. Lors du dépôt du SiC, les lignes de propane et de piégeage des hydrocarbures sont isolées du réacteur et vice-versa pour le dépôt du PyC. On réalise ainsi un séquençage continu. Après le dépôt de l'interphase, la cohésion entre les strates du matériau n'est pas encore assurée.

*- 3ème étape : infiltration de la matrice SiC CVI , usinage et seal-coat*

Toutes ces opérations ont été réalisées, en site industriel<sup>(\*)</sup>.

## II.32 - Observations des éprouvettes

Le matériau final, observé en section polie au microscope optique est présenté aux figures 1,11 et 1,12. La densification par CVI épouse parfaitement la forme du substrat et génère des porosités résiduelles dans le matériau. À l'intersection des gaines circulaires de matrice qui entourent les **torons longitudinaux et transverses**, il se forme des pores inter-fil : les **macropores** (fig. 1,13 et 1,14).

Au coeur des fils infiltrés, il reste inévitablement des vides, que les gaz ne peuvent plus atteindre, et il apparaît une micro-porosité intra-fil : la **porosité interne**. L'état initial du matériau après élaboration et usinage a été observé. Aucune fissuration n'a été détectée.

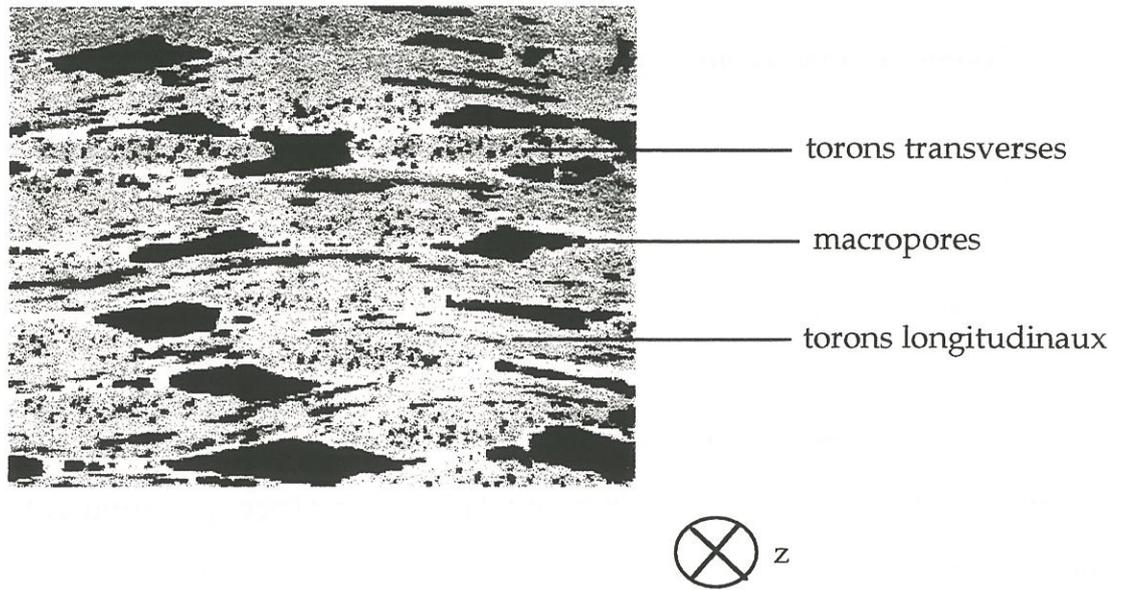
La **morphologie de l'interphase** du matériau L réalisée à la fin de l'étape 2 est étudiée par différentes méthodes (microscopie électronique à balayage, analyse en spectroscopie d'électrons Auger, microscopie optique). Trois sections prélevées en différents points d'une plaque prototype permettent de connaître le gradient d'épaisseur d'interphase déposé dans le fût de l'éprouvette et les talons. Lorsque l'on observe la répartition circonférentielle et longitudinale de l'interphase (fig. 1,15) des festons et des irrégularités d'épaisseurs apparaissent dans certaines zones .

Le **gradient d'infiltration** le long des trois sections transverses est faible entre le coeur et les bords, alors qu'il semble plus important entre le haut et le bas de la plaque (rapport d'environ 2). L'interphase est présente dans toutes les zones observées. L'observation au microscope électronique à balayage à effet de champs <sup>(\*)</sup> sur échantillons polis permet de mesurer les

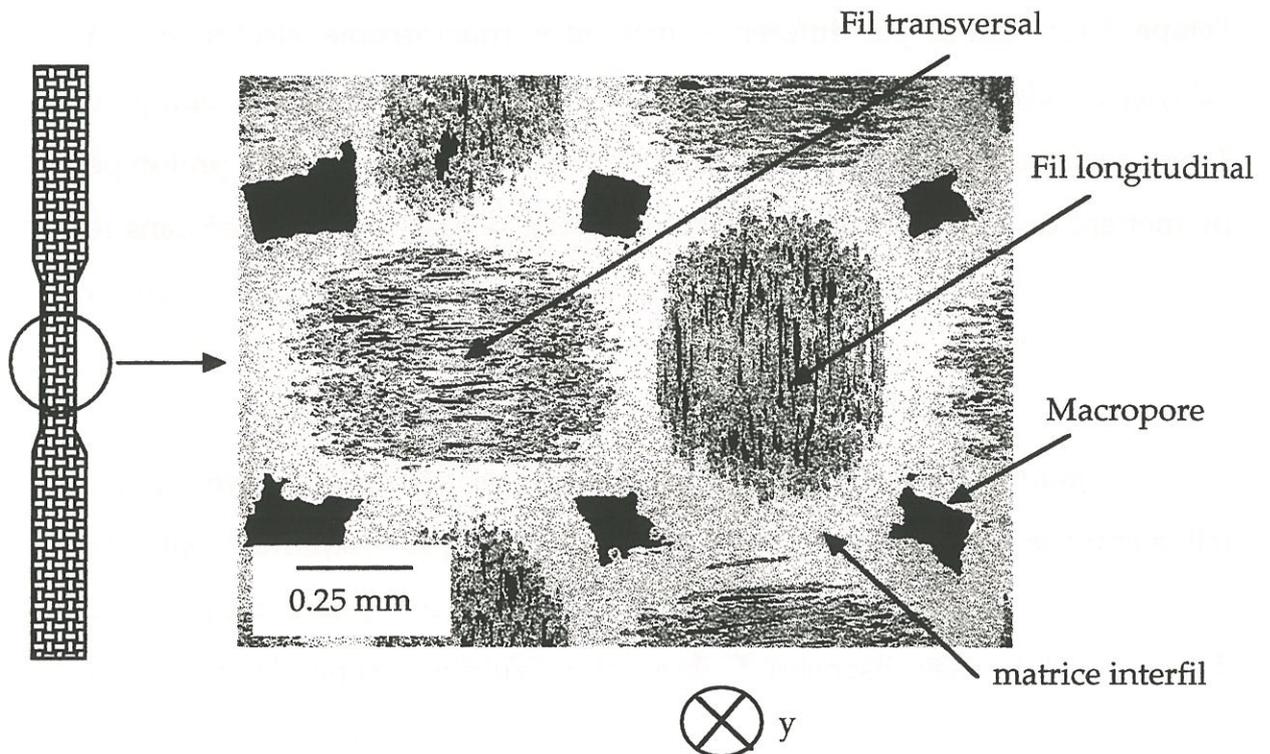
---

<sup>(\*)</sup> Société Européenne de Propulsion

<sup>(\*)</sup> S.E.M. Hitachi



**Fig. 1,11 : Vue en section du composite 2D tissé SiC/SiC ; éprouvette polie perpendiculairement aux fils longitudinaux, microscopie optique.**



**Fig. 1,12 : Vue en section d'une éprouvette de traction polie dans le plan des strates**

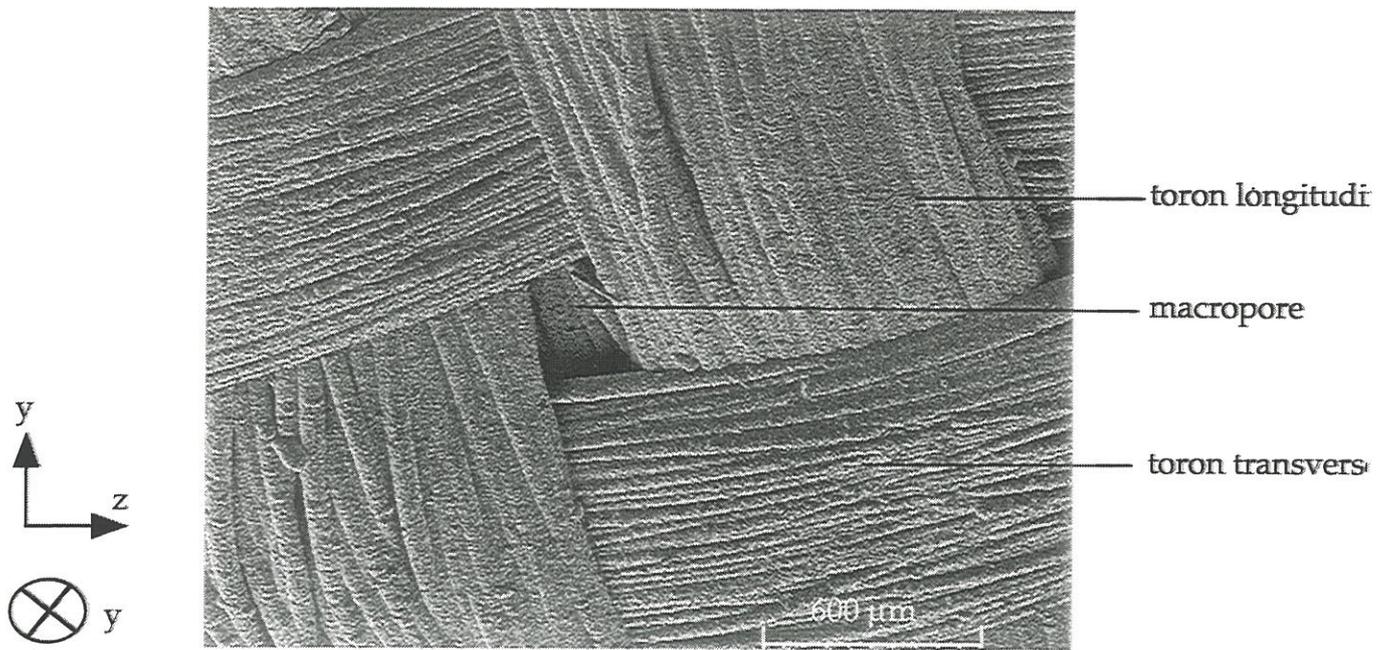


Fig. 1,13 : Observation au microscope électronique à balayage d'un macropore en surface d'une éprouvette 2D SiC/SiC.

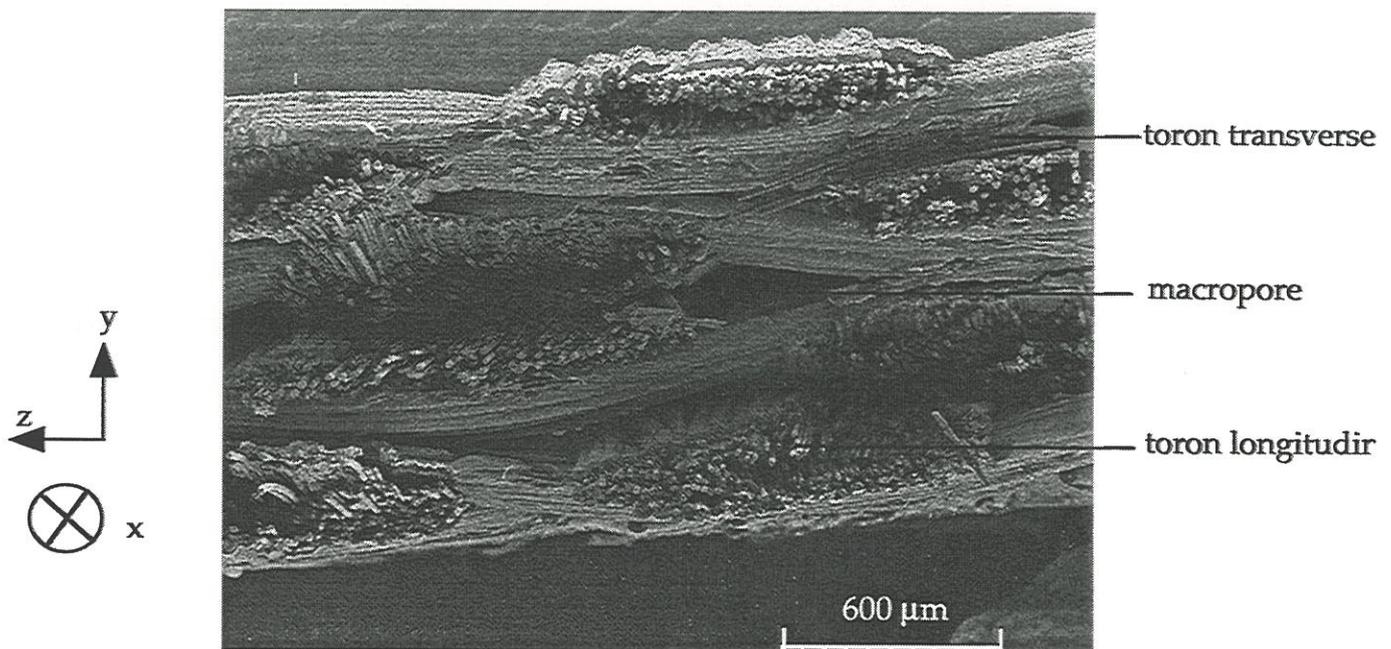


Fig. 1,14 : Observation au microscope électronique à balayage d'une éprouvette rompue, vue en section perpendiculaire à x.

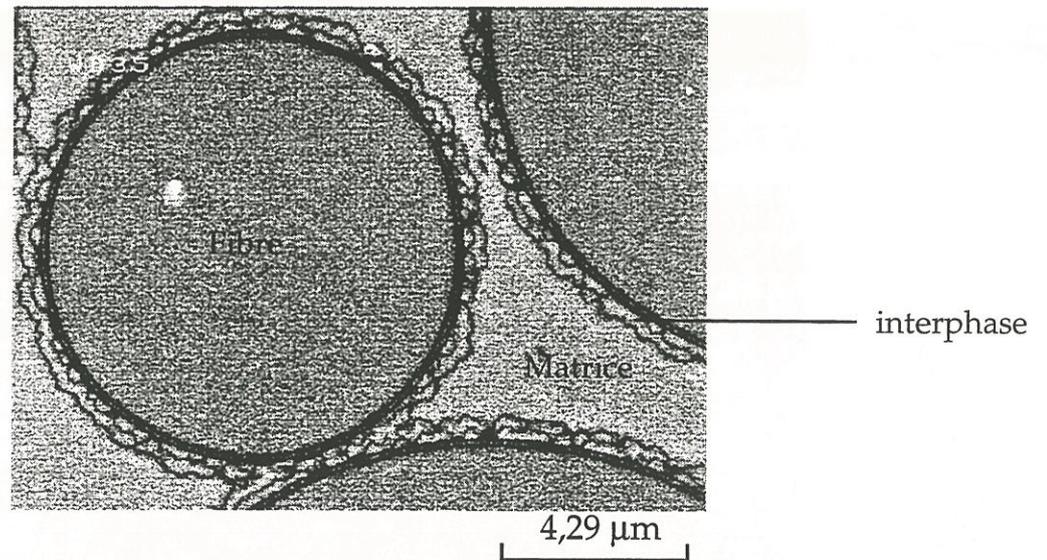
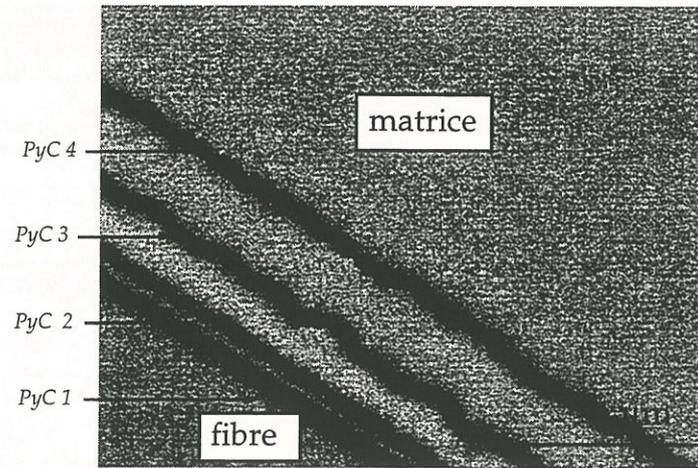


Fig. 1,15 : Micrographie de MEB de la morphologie de l'interphase du matériau L .

épaisseurs de chaque couche. L'épaisseur totale de l'interphase varie de 0,5  $\mu\text{m}$  à 1,5  $\mu\text{m}$  le long de la zone utile. L'interphase est donc beaucoup plus épaisse que prévu initialement, soit 1,1  $\mu\text{m}$  en moyenne sur la longueur de jauge (25 mm) au lieu de 0,5  $\mu\text{m}$  (tableau D). On s'aperçoit que, contrairement à l'hypothèse faite lors de l'élaboration, la vitesse de déposition du SiC n'est pas constante, mais elle croît au cours du temps. La première couche de SiC est beaucoup plus fine que les autres et les grains de SiC sont suffisamment fins pour obtenir un dépôt d'épaisseur régulière et lisse. Par contre, les couches de SiC(2) et SiC(3) croissent sous forme de gros grains de SiC qui forment des ondulations, voire même, des chapelets de nodules sans continuité entre eux. Ainsi les couches obtenues sont très discontinues (aspect de festons).

La **texture** et la **microstructure du PyC et SiC des interphases** ont été observées en microscopie électronique par transmission (fig. 1,16) [Droillard, 1993]. Les couches de PyC élaborées par cracking de propane présentent une forte anisotropie, une faible porosité et une distance entre feuillets importante. La première couche déposée sur la surface de la fibre riche en C<sub>libre</sub> forme une interface carbone/carbone. Dans le matériau L, les trois autres couches croissent sur du SiC. Dans ce cas, le PyC qui se trouve en faible épaisseur épouse parfaitement la forme de son support. Ainsi, quand la couche de SiC (SiC(2) ou SiC(3)) est formée de cristaux adjacents, les couches de PyC sont plus ou moins continues et pas toujours parallèles à la surface de la fibre. Par contre la couche PyC(2) qui croît sur du SiC(1) est parfaitement parallèle à la fibre et régulière. La nature des cristaux de SiC du substrat ne semble pas présenter d'influence sur l'organisation du carbone. Le SiC est bien cristallisé. La taille des grains varie selon l'épaisseur de la couche déposée. Deux types de cristaux sont observés :

- variété cubique  $\beta$  (3C),

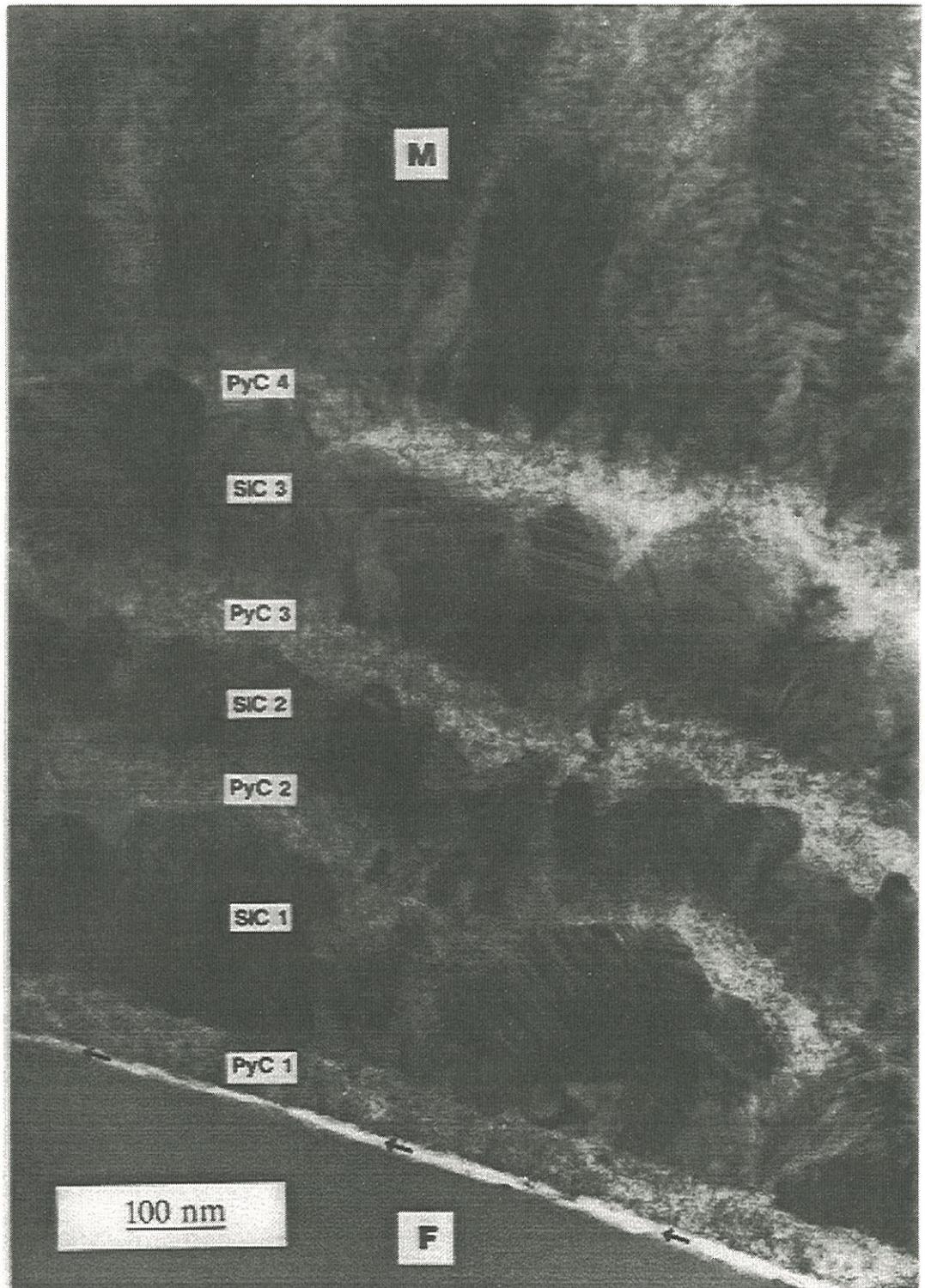


Fig. 1,16 : Image-TEM, succession des 4 séquences (PyC/SiC) au sein de l'interphase du matériau L, d'après [Droillard, 1993].

- séquence de polytypes désordonnés [Droillard,1993].

### II.33 - Composition chimique de l'interphase

Une analyse profilométrique par spectrométrie d'électrons Auger<sup>(\*)</sup> de l'interphase du matériau L permet de conclure sur la nature chimique des couches déposées lors de l'infiltration. Trois échantillons prélevés en différents points de la plaque ont été analysés.

Le décapage ionique ( $Ar^+$ ) est poursuivi jusqu'à la fibre. Pour le dosage semi-quantitatif des éléments C, O, les transitions KLL ont été utilisées et la transition LVV pour le silicium.

Les courbes obtenues sont assez reproductibles. Elles mettent en évidence l'alternance de pics à forte concentration d'atomes de carbone et de silicium, qui correspondent à la succession des couches de pyrocarbone et de carbure de silicium dans l'interphase (fig. 1,17). Le profil obtenu met en évidence 4 pics à forte concentration de Si en alternance avec 4 pics de C.

On note la présence d'atomes d'oxygène en très faible concentration (environ 5 % atomique) dans l'interphase et en surface de la fibre (à 500 nm de profondeur, référence Ta205). Elle peut s'expliquer par une contamination de l'interphase durant ou après l'élaboration ou par une diffusion des atomes d'oxygène, car le taux semble croître lorsque que l'on s'approche de la fibre. Il s'agit d'une fibre Nicalon traitée  $\beta$  dont la teneur en oxygène est proche de 12% à coeur, mais n'excède pas 4% à 5% en surface [Okamura, et al., 1990].

Aucune conclusion quant à l'épaisseur exacte des différentes couches n'est possible, car il n'apparaît pas de zone transition nette lors du passage d'un élément à l'autre. Ceci peut être lié à trois causes : (i) l'absence de déconvolution du signal, (ii) la non planéité de la surface analysée, (iii) la

---

(\*) Analyses réalisées au CECAMA/PAM, Université de Bordeaux I

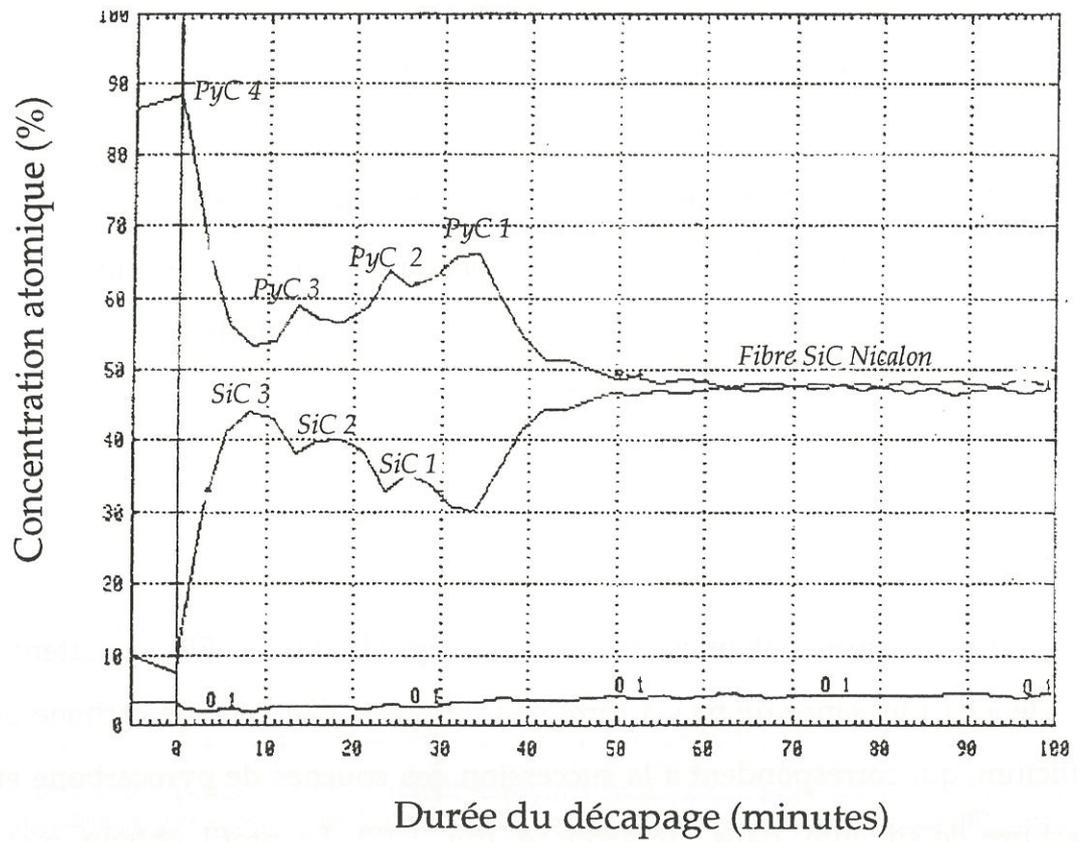


Fig. 1,17 : Analyse de la composition chimique du matériau L par spectroscopie d'électrons Auger, au voisinage de la surface de la fibre.

diffusion éventuelle entre couches. En outre, la vitesse de décapage de chacun des constituants n'est pas parfaitement déterminée, mais il semble que celle du carbure de silicium soit voisine de celle de l'oxyde de tantale (utilisé comme étalon), c'est à dire 10 nm/mn. Par contre, celle du PyC est plus lente.

Cependant, on peut extraire de cette courbe quelques informations concernant la géométrie de l'interphase multicouche :

- les pics de carbone sont plus aigus que ceux du silicium, ce qui confirme la plus faible épaisseur du dépôt de PyC (50 nm) par rapport à celui de SiC jusqu'à 150 nm).
- les épaisseurs **relatives** du PyC et du SiC semblent être celles recherchées ; en effet, les mesures d'épaisseurs sur le graphe donnent un facteur 2,6 entre la première et la dernière couche de SiC. Les dépôts de PyC restent d'épaisseur constante et à peu près égale à celle de la première couche de SiC (7 mm sur le graphe), sauf pour la couche de PyC en contact avec la fibre qui contient plus de carbone que les autres du fait du traitement de la fibre.
- Après 140-160 minutes de décapage, les concentrations de carbone et de silicium restent constantes car on atteint la fibre Si-C-O.

### II.34 - Caractéristiques des éprouvettes

Ce sont des éprouvettes de **traction uniaxiale plate** en forme d'**haltère**. Une des deux directions de tissage du renfort est prise comme axe de traction. La zone utile mesure 8 mm de large pour 30 mm de long.

Afin de pouvoir être fixées hors de la zone chauffée (mors froids), les éprouvettes destinées aux essais à haute température mesurent 200 mm de long . À température ambiante, on utilise des éprouvettes de 150 mm de long. L'épaisseur des éprouvettes est d'environ 3 mm (8 à 11 strates de tissu).

Les caractéristiques du matériau sont répertoriées dans le tableau E.

Matériau.	Lot	d <sub>a</sub>	d <sub>g</sub>	V <sub>po</sub> (%)	V <sub>pi</sub> (%)	V <sub>f</sub> (%)	V <sub>m</sub> (%)
L  (nombre d' échantillons)	1	2,62	2,36	9,4	8,9	<b>35,1</b>	46,6
	(52)	(0,07) <sup>(1)</sup>	(0,06)	(0,8)	(2,1)	(1,6)	(2,8)
		2,6%	2,5%	8,5%	23,6%	4,5%	6%
D	2	2,64	2,42	10,6	6,7	<b>37,2</b>	45,5
	(13)	(0,01)	(0,03)	(0,9)	(1,05)	(0,6)	(0,9)
		0,4%	1,2%	8,4%	15,6%	1,6%	2%
R	1	2,63	2,42	11	6,7	<b>35,5</b>	46,8
	(7)	(0,017)	(0,02)	(0,25)	(0,7)	<b>(0,6)</b>	(0,6)
		0,6%	0,8%	2,2%	10%	<b>1,7%</b>	1,3%
R	1	2,34	2,17	15,6	3,34	<b>38,2</b>	42,9
	(13)	(0,03)	(0,04)	(0,8)	(0,1)	(0,6)	(1,2)
		1,3%	1,8%	5,1%	4,5%	1,6%	2,8%
R	2	2,51	2,28	11,0	2,6	<b>37,8</b>	48,5
	(16)	(0,04)	(0,07)	(1,4)	(0,6)	(0,7)	(1,7)
		1,6%	3,1%	12,7%	23%	1,8<%	3,5%

**Tableau E** : Caractéristiques des différents lots de fabrication des matériaux L, D et R.

<sup>(1)</sup> Ecart type  $\sigma_{n-1}$  entre parenthèses

Les densités géométriques<sup>(\*)</sup> ( $d_g$ ) sont comprises entre 2,36 et 2,42 pour L et D, entre 2,17 et 2,22 pour R, alors que les densités apparentes <sup>(\*\*)</sup> ( $d_a$ ) sont supérieures de 0,2 points. La fraction volumique moyenne de fibres des éprouvettes est de 35,1 % et 37,2 % selon le lot de fabrication. La fraction volumique moyenne de matrice est de 46,6 % (lot 1) et 45,5 % (lot 2) pour le matériau L et de 42,9 % et 48,5 % pour le matériau R. La porosité ouverte du matériau L est de 9,4 % (lot 1) ou 10,6 % (lot 2). Elle est un peu plus élevée pour les matériaux D (11%) et R (11% à 15,6%).

### III - PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

#### III.1 - Ligne directrice de l'étude

La premier point important du plan d'essais, est de vérifier la *reproductibilité* du matériau SiC/SiC à interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub> ou 3 par rapport aux échantillons élaborés antérieurement par Droillard [Droillard, 1993]. Pour cela, le comportement mécanique à *température ambiante* des nouveaux échantillons est comparé aux données trouvées dans la littérature. Plusieurs essais de traction monotone jusqu'à rupture sont donc réalisés, en choisissant des éprouvettes issues de différentes plaques et de divers lots de fabrication et présentant des caractéristiques les plus éloignées possibles.

Afin de déterminer les niveaux de contrainte des essais de fatigue (statique), il est aussi indispensable de déterminer le *comportement en traction* des SiC/SiC à interphase simple ou séquencée à *haute température*

---

(\*) Densité géométrique : densité obtenue à partir du rapport de la masse sèche de l'éprouvette sur son volume mesuré au pied à coulisse

(\*\*) Densité apparente , calculée à partir de la masse sèche ( $M_o$ ), de la masse saturée en eau ( $M_s$ ), et la masse dans l'eau ( $M_e$ ) par la relation :  $d_a = M_o / (M_s - M_e)$

sous air. Les températures sont fixées initialement à 450°C, 700°C, 850°C et 1200°C.

Enfin, des essais de fatigue statique jusqu'à rupture sont réalisés, à différents niveaux de contrainte. Ils permettent de comparer les évolutions en vieillissement sous charge en atmosphère oxydante, et les durées de vie des matériaux en fonction de la nature de leur interphase. Certains essais de fatigue sont interrompus avant rupture et suivis de tractions résiduelles à température ambiante, afin de caractériser le matériau en cours de vieillissement.

### III.2 - Les procédures expérimentales

#### III.2.1 - Matériel et montage (tableau F)

Les essais de traction à température ambiante sont réalisés à l'aide d'une **machine de traction électromécanique**<sup>(1)</sup> (fig. 1,18). Un **extensomètre à couteaux longitudinal**<sup>(2)</sup> de 25 mm de jauge (Lg) est fixé sur le plat de l'éprouvette.

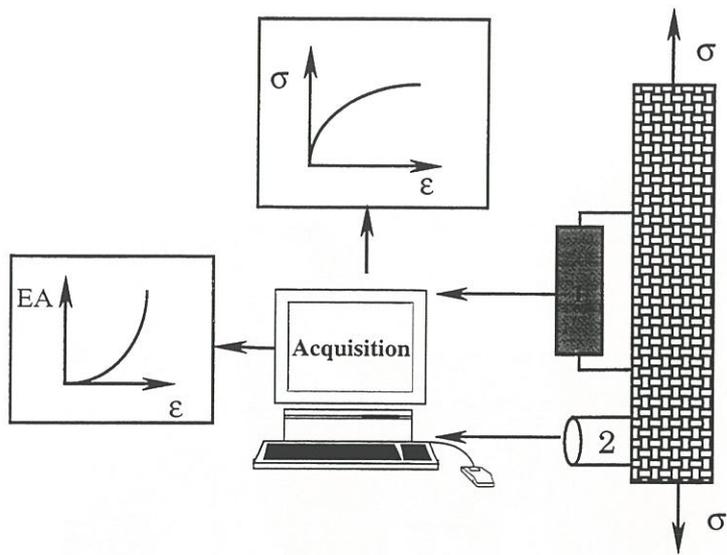
Une **machine de traction hydraulique**<sup>(3)</sup> équipée d'un **four résistif** permet la réalisation d'essais **sous atmosphère oxydante** en traction, fatigue statique (fig. 1,19). Elle est équipée de mors hydrauliques refroidis par une circulation permanente d'eau. Le four de 9 cm de haut est constitué d'une résistance de platine et peut atteindre 1200°C. Il est monté sur une glissière qui permet de le déplacer. La température est contrôlée par deux thermocouples. À 700°C, le gradient thermique dans la zone utile de l'éprouvette est de 40°C, alors qu'il n'excède pas 25°C à 1200°C. Une **cellule**

---

(1) Instron 4505

(2) type 127 A de MTS

(3) Instron 8501



- 1: extensomètre
- 2: capteur piézoélectrique (émission acoustique)

Synoptique du montage expérimental.

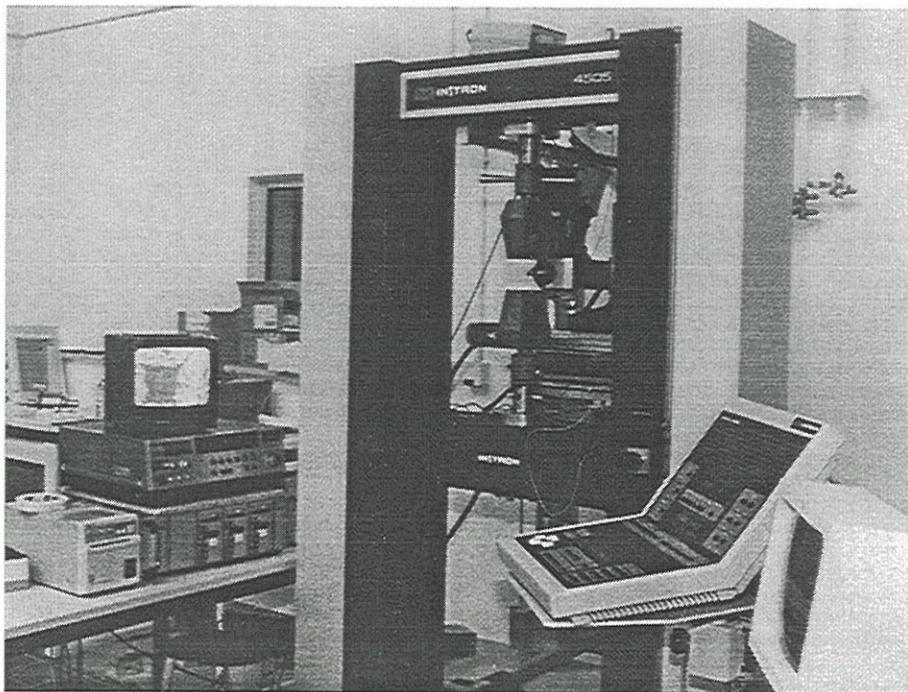


Fig. 1,18 : Montage de traction à température ambiante.

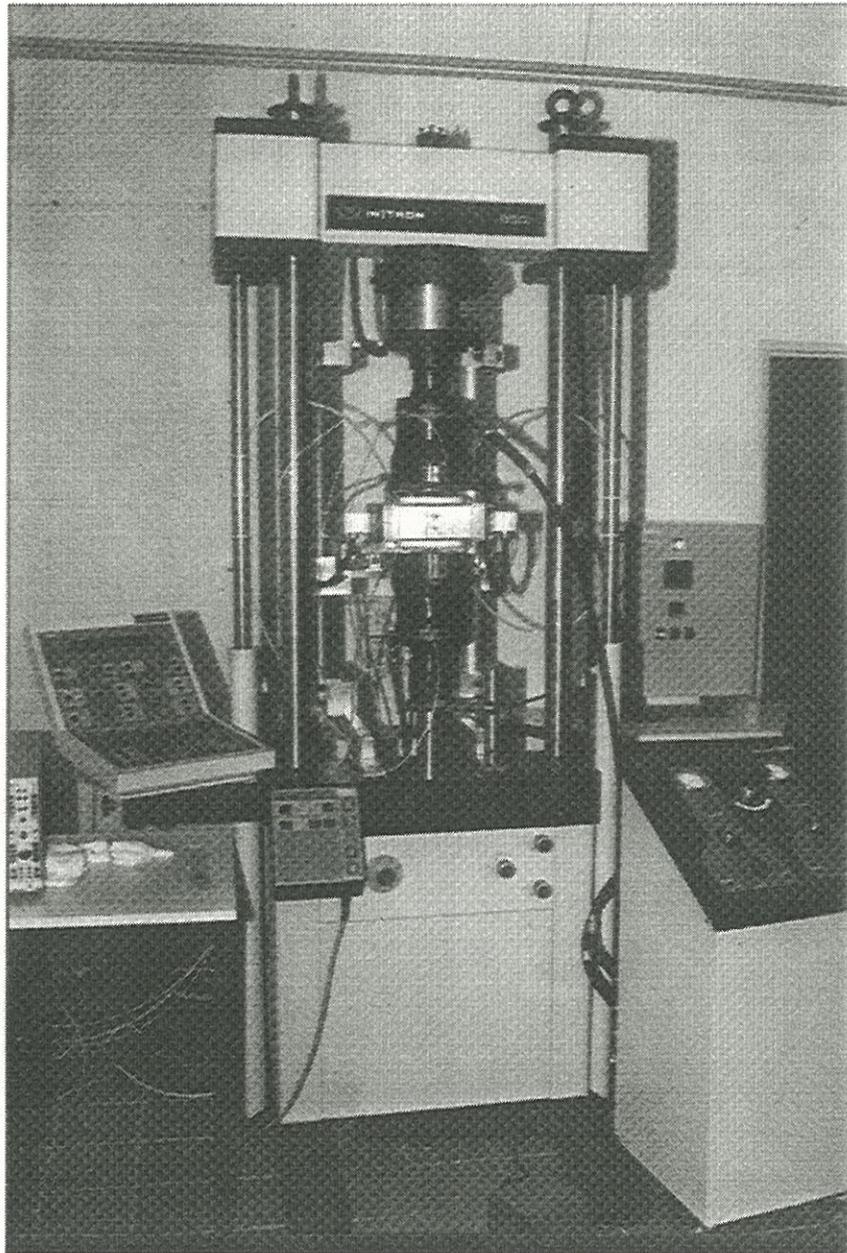


Fig. 1,19 : Appareillage de traction sous air.

de force de 100 kN intégrée à la machine de traction permet la mesure de l'effort de traction/compression à tout instant dans la zone utile de l'éprouvette. La mesure de la déformation à haute température sous air est réalisée à l'aide d'un extensomètre MTS<sup>(4)</sup> à **tiges d'alumine**, maintenu au contact de la tranche de l'éprouvette par deux ressorts à lame. La longueur de jauge est de 25 mm. L'extensomètre est refroidi par circulation d'eau. Des bouchons en laine de roche isolent l'entrée des couteaux dans le four, limitant ainsi les courants de convection. Un carter de protection en aluminium améliore la stabilité thermique de l'extensomètre et limite le bruit du signal de déformation (inférieur à 0,001% - 0,25 µm-).

Le matériel utilisé pour les essais sous argon diffère peu du précédent (fig. 1,20). La **machine de traction est électromécanique**. Le **four inductif** et l'éprouvette se trouvent dans une enceinte dans laquelle règne une pression de 50 kPa d'argon confiné. L'extensomètre à **tiges de carbure de silicium** de 25 mm de longueur de jauge est placé au contact de l'éprouvette. Un capteur d'**émission acoustique** est maintenu sur le mors froid supérieur.

Essai	<i>à température ambiante</i>	<i>sous atmosphère inerte (argon)</i>	<i>sous air</i>
<b>Machine</b>	électromécanique <sup>(1)</sup>	électromécanique <sup>(2)</sup>	hydraulique <sup>(3)</sup>

---

<sup>(4)</sup> Type 252 de MTS

<sup>(1)</sup> Instron 4505

<sup>(2)</sup> Instron 8562

<sup>(3)</sup> Instron 8501

Pilotage	déplacement traverse	Force	Déplacement
Extensomètre longitudinal (YZ)	à couteaux <sup>(4)</sup>	à contact <sup>(5)</sup> tiges en SiC	à contact <sup>(6)</sup> tiges en alumine
Extensomètre tranverse (XZ)	à couteaux	/	/
Four - type Hauteur (mm)	/	Inductif (2000°C) 100	Résistif (1200°C) 80
Mors	mécaniques	hydrauliques	hydrauliques

Tableau F : Récapitulatif des moyens d'essais utilisés dans cette étude.

### III.22 - Conditions expérimentales

Les paramètres d'essai sont (i) la température, (ii) l'atmosphère et (iii) les conditions d'asservissement. Auxquels s'ajoutent deux paramètres de fatigue statique (iv) la contrainte de maintien et (v) l'endommagement initial des éprouvettes.

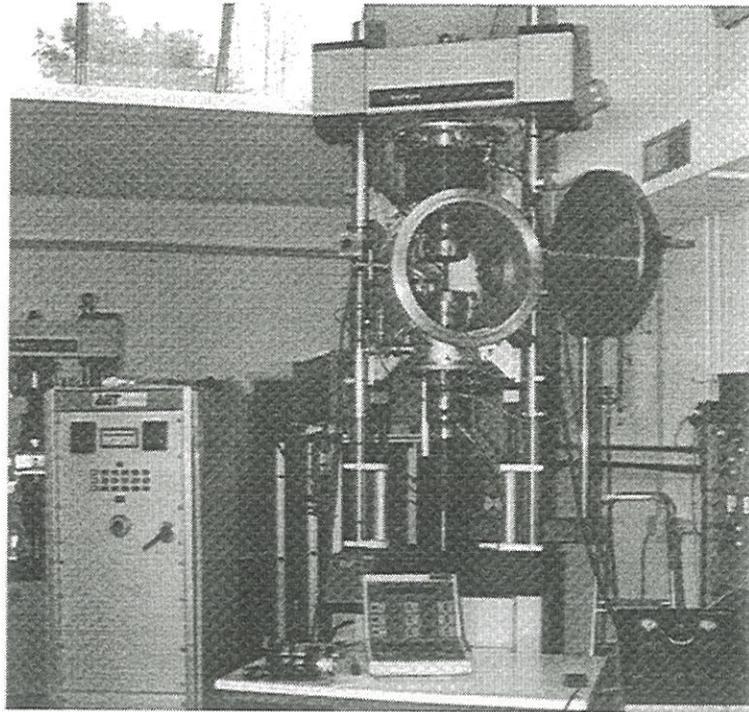
(i) - Les *températures* des essais sont 700°C, 850 °C, 1000°C et 1200°C. Les températures comprises entre 500°C et 1000 °C ont été choisies en se référant à des résultats de travaux sur l'oxydation [Filipuzzi, 1991], dans lesquels il apparaît très nettement que la disparition du pyrocarbone est très rapide dans cette gamme de températures, alors que la formation de silice est encore assez lente. À 1000°C [Mah et al, 1984] - 1200°C [Raghuraman et al, 1995], la silice se forme plus facilement, et **les fibres Nicalon-NLM 202 commencent à se dégrader.**

---

<sup>(4)</sup> Instron 2620 - 603

<sup>(5)</sup> Instron

<sup>(6)</sup> MTS 632.51F-01



Appareillage de traction sous atmosphère contrôlée.

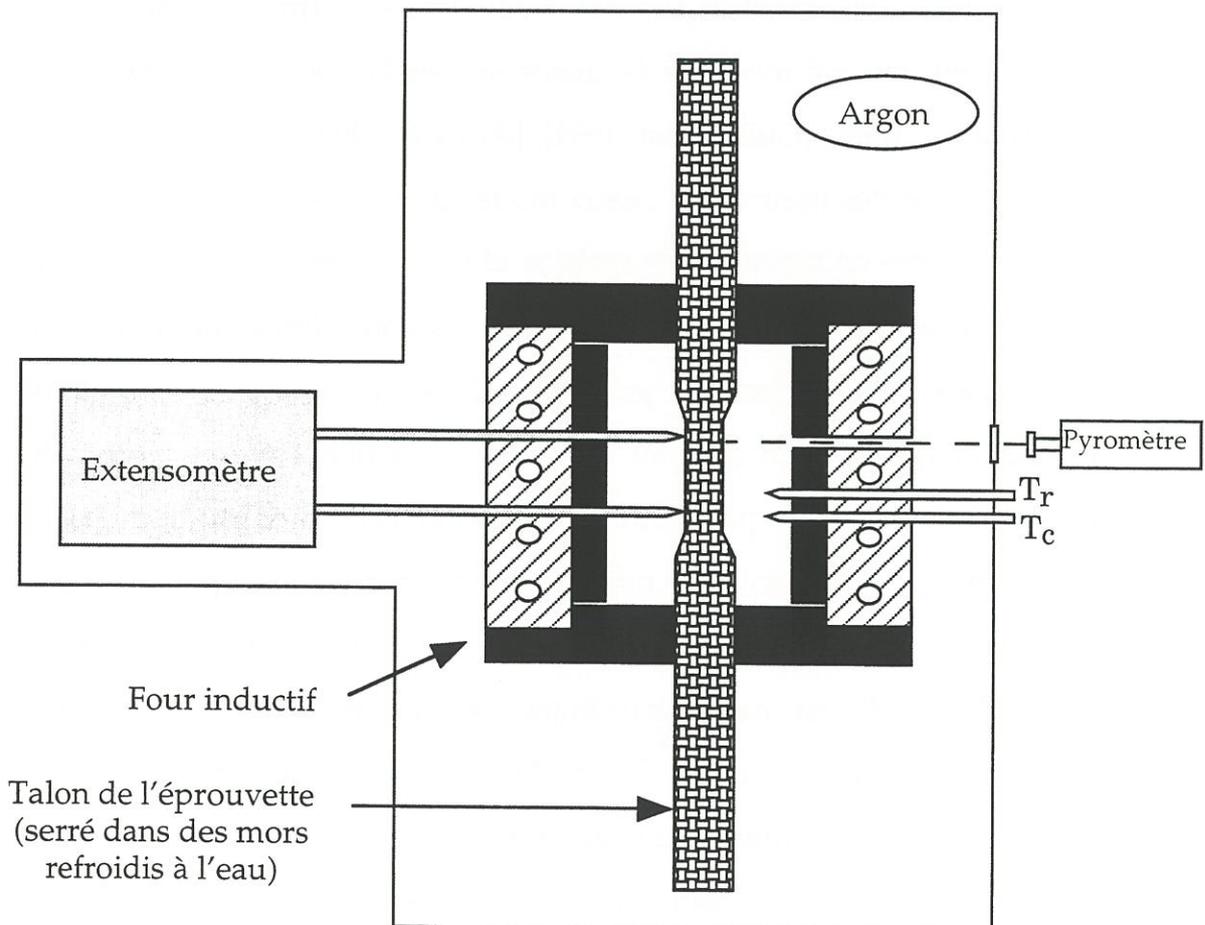


Fig. 1,20 : Schéma de l'appareillage de traction sous atmosphère contrôlée.

(ii) - L'*atmosphère environnante* est soit un gaz rare inerte (Ar) confiné à 50 kPa, soit l'air ambiant à la pression atmosphérique.

(iii) - Le *niveau de la contrainte appliquée* pour chaque température varie de 40 MPa (avec pré-endommagement ou non) jusqu'à la valeur maximale supportable par l'éprouvette.

(iv) - Les *paramètres d'endommagement* intervenant dans la tenue du matériau sous atmosphère oxydante à haute température sont :

- la densité de fissures ( $n$ ) liée au pas de fissuration. On a vérifié que le taux de fissures créées en mode I lors du pré-endommagement était stable au cours du vieillissement.

- la (ou les) catégorie(s) de fissures considérée(s) parmi les trois familles de fissures qui ont été mises en évidence sur les 2D SiC/SiC en fonction de la déformation totale [Guillaumat, 1994], [Aubard, 1993].

- l'ouverture des fissures ( $u$ ) ; deux modes de fissures sont à considérer :

1 - Les fissures en mode I de la matrice et de l'interphase. Leur ouverture  $u_I$  est contrôlée par la **contrainte appliquée**, les contraintes thermiques axiales et la **densité de fissures** présentes dans le matériau. Un suivi de l'endommagement in situ, au cours de la traction sur une éprouvette de matériau R polie, n'a pas permis de mesurer cette ouverture inférieure au micromètre, car la résolution optique du microscope n'est pas suffisante.

2 - Les fissures de **mode II** ( $u_{II}$ ) qui se produisent au voisinage du pyrocarbone d'interphase entraînant la décohésion fibre/matrice. Leur ouverture est produite par l'effet Poisson, la relaxation des contraintes résiduelles et le réalignement des torons longitudinaux dans leur gaine matricielle lorsque la décohésion interfaciale progresse.

- le chemin de fissuration (longueur des fissures, position, déviation).

Plusieurs essais de fatigue statique sous atmosphère oxydante (à

différentes conditions de température) ont été menés avec des éprouvettes pré-endommagées à 0,06% (première famille de fissures), 0,25% (deuxième famille) et 0,75% (troisième famille), afin de vérifier l'influence de l'endommagement initial sur le comportement du matériau sous atmosphère oxydante.

(v) - Les essais de traction à température ambiante sont pilotés en déplacement traverse. La vitesse de sollicitation est très faible, **0,03 - 0,04 %/mn** afin de créer un état de sollicitation **quasi-statique**. Les essais de traction sous atmosphère oxydante sont pilotés par le déplacement du vérin hydraulique. Quelques essais préliminaires ont permis de déterminer la correspondance entre la vitesse de déformation du fût de l'éprouvette et la vitesse de déplacement du vérin. La vitesse de déformation imposée est constante - **0,8 %/mn** - de manière à avoir proportionnalité entre le temps et l'allongement de l'éprouvette (voire l'ouverture moyenne des fissures) ; cette vitesse est très importante car des effets viscoélastiques et physico-chimiques, qui dépendent du temps, risquent de se produire à haute température. En essais de fatigue statique, la vitesse de sollicitation lors de mise en charge jusqu'à la charge d'essai est de 300 MPa/mn et celle des cycles de décharge-recharge est 400 MPa/mn.

Les essais de traction monotone ou avec cycles de charge/décharge jusqu'à la rupture sous argon sont asservis en force. La vitesse de sollicitation est de 130 MPa/mn pour l'essai monotone et de 200 MPa/mn pour l'essai cyclé afin de limiter certains phénomènes viscoplastiques possibles.

### **III.23 -Déroutement des essais à haute température**

Avant tout essai à haute température, on mesure le module d'Young

longitudinal à température ambiante jusqu'à un niveau de contrainte de 30 MPa. Le four d'essai sous air a une inertie thermique importante. Dès que sa stabilité thermique est atteinte, il est installé autour de l'éprouvette déjà placée dans les mors. Seule la zone utile de l'éprouvette est chauffée (fig. 1,20). Cette manipulation se passe sans contraindre l'éprouvette, car l'effort de traction est maintenu à zéro à  $\pm 200$  N. L'extensomètre, dont les tiges ont été préchauffées, est mis en place sur la tranche de l'éprouvette. Le système isolé (four/éprouvette/extensomètre) reste en température pendant une heure avant de commencer l'essai afin de s'assurer de la stabilisation thermique de l'ensemble. Sous argon, la montée en température est contrôlée ; elle suit une rampe de  $50^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ .

Les essais sont automatisés. Ils comportent une séquence d'endommagement fixée par une limite en déformation -1- ( $\epsilon_{\text{endo}}$ ), suivie d'une phase de vieillissement sous charge à un niveau de contrainte ( $\sigma_m$ ) constant -3- (fig. 1,21). Des cycles de charge et décharge -2 -, espacés suivant une loi logarithmique fonction du temps, l'émission acoustique (EA) et la déformation totale ( $\epsilon$ ) enregistrées de façon continue permettent de suivre l'évolution de l'éprouvette. En fin d'essai, les éprouvettes non rompues sont sollicitées, soit en fatigue statique à un niveau de contrainte supérieur, soit en traction avec des cycles de déchargement/rechargement régulièrement espacés, jusqu'à rupture à température ambiante.

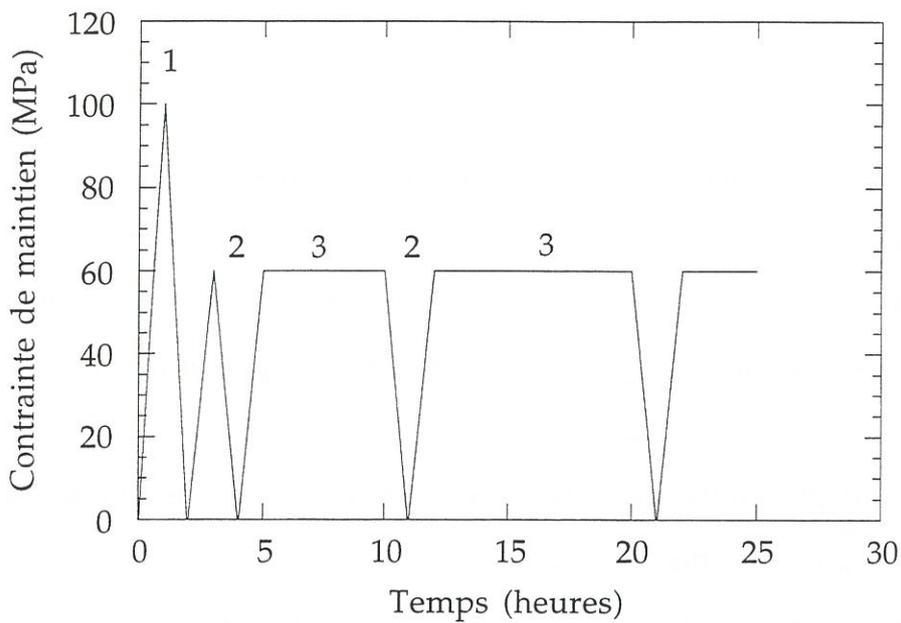


Fig. 1,21 : Déroulement d'un essai de fatigue statique sous atmosphère oxydant.

### III.3 - Moyens d'analyses post-essai

#### III. 31 - Analyse des résultats mécaniques

L'exploitation des cycles d'hystérésis de décharge et recharge permet de connaître à tout instant :

- le module d'élasticité du matériau estimé sur les parties linéaires des cycles,  $E$ , et son taux d'endommagement  $D$ ,
- les dissipations d'énergie liées à des frottements internes du composite 2D qui évoluent avec l'aire des cycles d'hystérésis,  $S$ ,
- la contrainte de cisaillement interfacial,  $\tau$ ,
- la déformation résiduelle à chaque cycle,  $\epsilon_{res}$ ,

#### - *L'endommagement*

L'endommagement n'est pas directement accessible aux mesures. Son

évaluation quantitative, comme celle de toute grandeur physique, est liée à la définition de la variable choisie pour représenter le phénomène. Ayant choisi une définition fondée sur le concept de contrainte effective, associée au principe d'équivalence en déformation, les mesures qui en découlent naturellement sont essentiellement liées au couplage déformation-endommagement, c'est-à-dire à la modification des caractéristiques mécaniques des matériaux engendrée par l'endommagement [Lemaitre et Chaboche, 1988] : mesure de caractéristiques de plasticité, de viscoplasticité, de résistivité, ou plus souvent d'élasticité. C'est une variable d'élasticité, le module d'Young, qui est mesurée ici.

Pour ce faire, certains utilisent une méthode dynamique de propagation d'ondes ultrasonores [Huger, 1992], [Cutard, 1993]. On choisit une méthode statique basée sur les **cycles d'hystérésis**. La loi d'élasticité endommagée unidimensionnelle permet de définir un paramètre d'endommagement  $D$  :

$$\sigma = E_0(1 - D)\epsilon_e \quad (1)$$

$E_0$  étant le module d'Young initial du matériau, et  $E(t)$  étant le module d'élasticité du matériau endommagé à l'instant  $t$  :

$$D = 1 - \frac{E(t)}{E_0} \quad (2)$$

L'évaluation du module d'élasticité au déchargement et au rechargement utilise la pente de la partie linéaire des cycles d'hystérésis. Après avoir vérifié que les deux valeurs correspondantes  $E_{inf}$  et  $E_{sup}$  sont très proches, on choisit systématiquement  $E_{sup}$  pour  $E(t)$ .

L'évolution de l'endommagement est décrite à l'aide soit de  $D$ , soit de  $E(t)/E_0$ , soit de  $E(t)$ .

### III.32 - Calcul des contraintes de cisaillement interfacial

Il existe plusieurs modèles qui permettent de calculer les propriétés mécaniques des interphases. Le paramètre le plus souvent utilisé est la contrainte de cisaillement interfacial ( $\tau$ ). Les méthodes A, B et C utilisées par la suite sont développées ici.

Le modèle initial a été proposé pour les microcomposites [Lamon et al., 1995] (fig. 1,22).

Sur un cycle de déchargement/rechargement (commençant à la contrainte  $\bar{\sigma}_p$ ), la différence entre les déformations mesurées ( $\delta\epsilon$ ) à un niveau de contrainte ( $\bar{\sigma}$ ), (c'est à dire la largeur d'un cycle), donne la contrainte de cisaillement interfacial. Lorsque N fissures matricielles sont formées,  $\tau$  est défini par :

$$\tau = \frac{b_2 \cdot N \cdot (1 - a_1 \cdot V_f)^2 \cdot \bar{\sigma}_p^2 \cdot R_f \cdot (\bar{\sigma} / \bar{\sigma}_p) \cdot [1 - \bar{\sigma} / \bar{\sigma}_p]}{2 \cdot E_m \cdot V_f^2 \cdot \delta\Delta} \quad (3)$$

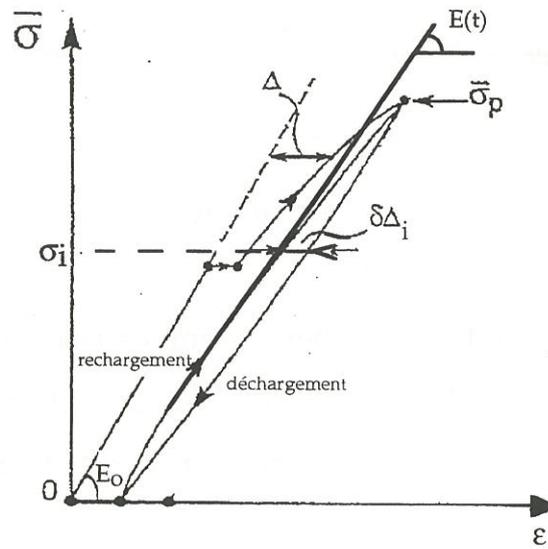
#### \* Méthode A

Le modèle développé ci-dessus est appliqué au 2D en utilisant le dernier cycle d'hystérésis juste avant la rupture du matériau. N est le nombre de fissures à saturation comptées en microscopie optique sur l'éprouvette rompue.

#### \* Méthode B

Cette méthode est une variante de la précédente.

Le nombre de fissures N est celui à saturation observé après la rupture de l'éprouvette 2D. On utilise plusieurs cycles d'hystérésis dans la dernière portion linéaire de la courbe de traction, après saturation de la fissuration matricielle. L'équation (2) s'exprime alors sous la forme suivante :

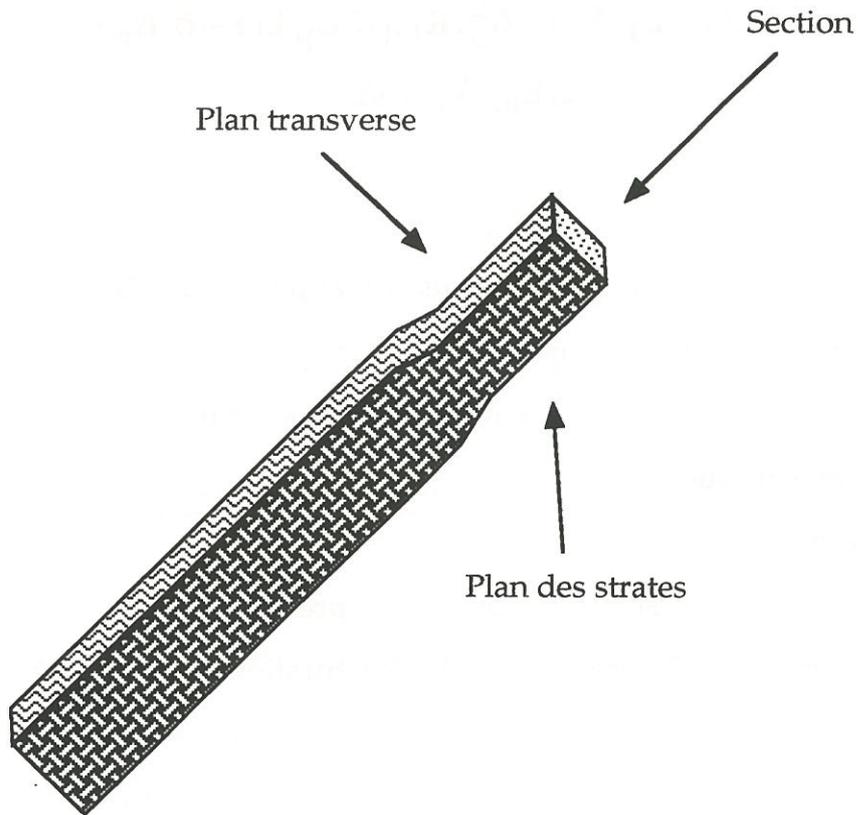


paramètres interfaciaux :

- $\tau$  : contrainte de cisaillement interfacial
- $l_d$  : longueur de décohésion

dérivés des cycles de déchargement/rechargement

**Fig. 1,22 :** Méthode A analyse des cycles d'hystérésis.  
Mesure de  $(\delta\Delta_i, \sigma_i)$ , d'après [Lamon et al., 1995].



**Fig. 1,23 :** Plans d'observation de l'endommagement.

$$\tau = \frac{b_2 \cdot (1 - a_1 \cdot V_f)^2 \cdot \bar{\sigma}_p^2 \cdot R_f}{8 \cdot E_m \cdot V_f^2 \cdot l_s \cdot \partial \varepsilon_{1/2}} \quad (4)$$

Les coefficients de Hutchinson et Jensen  $a_1$ ,  $b_2$  sont définis par,

$$a_1 = \frac{E_f}{E_0} \quad (5)$$

$$b_2 = \frac{(1 + \nu) E_m [E_f + (1 - 2\nu) E]}{E_f [(1 + \nu) E_f + (1 - \nu) E]} \quad (6)$$

$\partial \varepsilon_{1/2}$  est l'ouverture du cycle de charge et décharge à mi-hauteur,

$R_f$  est le rayon de la fibre de SiC,

$V_f$  est la fraction volumique de fibres dans le composite,

$\bar{\sigma}_p$  est la contrainte de déchargement du cycle,

$E_m$  est le module de la matrice SiC,

$E_f$  est le module de la fibre,

$l_s$  est la distance inter-fissures à saturation,

La valeur de  $\tau$  est déduite de la pente de la droite représentant la variation de  $\sigma_p^2$  comme une fonction de  $\partial \varepsilon_{1/2}$ .

#### \*Méthode C [Marshall et Evans, 1985]

Ce modèle développé sur un composite modèle monofilamentaire définit, pour une contrainte  $\sigma_c$  appliquée en traction, la contrainte de cisaillement interfacial par :

$$\tau = \frac{V_m \cdot E_m \cdot R_f \cdot \sigma_c}{4 \cdot V_f \cdot l_s \cdot E_0} \quad (7)$$

où :

$V_m$  est la fraction volumique de matrice,

$V_f$  est la fraction volumique de fibres,

$R_f$  est le rayon de la fibre de SiC,

$E_m$  est le module de la matrice SiC,

$E_0$  est le module du composite non endommagé,

$l_s$  est la distance interfissures à saturation.

Dans chacun de ces modèles, on considère que l'interphase est d'épaisseur négligeable. On conservera cette hypothèse par la suite, pour les matériaux L, D et R, bien que des épaisseurs de  $0,5 \mu\text{m}$  ne soient sans doute pas négligeables.

### III.33 - Observations microscopiques

#### - Les surfaces polies

L'ensemble des éprouvettes testées ont fait l'objet d'observations multiples. Elles ont été découpées à la scie à fil, enrobées dans de la résine époxy puis polies sur des plateaux métalliques recouverts de draps et de pâtes diamantées de granulométrie décroissante (minimum  $1 \mu\text{m}$ ).

Le polissage des SiC/SiC est une opération longue et délicate qui présente la difficulté majeure d'éviter les arrachements de fibres et les rayures, tout en maintenant un temps de polissage raisonnable. Les trois plans d'observation correspondent aux trois axes du matériau : le plan des strates, le plan perpendiculaire au torons longitudinaux et le plan perpendiculaire aux torons transverses (fig. 1,23).

Les fissures n'étant pas toujours suffisamment ouvertes pour être visibles en microscopie optique, une attaque chimique au réactif de Murakami(\*) permet de les révéler. La résolution en microscopie optique est suffisante pour mesurer :

---

(\*) mélange de NaOH,  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  et  $\text{H}_2\text{O}$  porté à ébullition

- le nombre de fissures,
- la distance inter-fissures,

L'observation de la morphologie de l'endommagement de la matrice et de l'interphase (les chemins de fissuration, la formation de phases oxydes et leur position), requiert l'utilisation d'une technique à fort grossissement : (microscope électronique à balayage à effets de champs). Les échantillons polis doivent être observés avant attaque au réactif de Murakami.

#### - *Fractographie*

La majorité des faciès de rupture des éprouvettes après les essais de traction ou de fatigue ont été observés en microscopie électronique à balayage. Ceci permet de déterminer des données essentielles à la compréhension des mécanismes de rupture telles que le type de faciès de rupture de chaque fibre, les zones déchaussées et leurs longueurs de déchaussement, les contraintes locales à la rupture des fibres.

### **III.34 - Les analyses AES**

Une analyse par spectroscopie d'électrons Auger (AES) haute résolution de certaines régions de la matrice, de l'interphase et de la fibre déchaussée sur les faciès de rupture est réalisée en utilisant un appareillage<sup>(\*)</sup> à 10 KeV. Les spectres d'électrons Auger ont été enregistrés plusieurs fois dans trois régions différentes :

- 1 : en surface de la fibre déchaussée,
- 2 : dans un berceau de matrice gaine de la fibre déchaussée,
- 3 : à travers la et les coques cylindriques de l'interphase (lorsque celle-ci est encore visible).

Les échantillons ont été décapés entre chaque analyse par attaque aux

---

<sup>(\*)</sup> Vacuum Generators

ions d'argon (Ar<sup>+</sup>) par intervalle de 20-30 secondes, et les données AES ont été enregistrées après chaque décapage afin de réaliser une analyse en profondeur. La vitesse de décapage est de 80 Å/mn (référence Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). Pour le dosage des éléments C et O, les transitions KLL ont été utilisées et pour le silicium la transition LVV. On cherche la présence de SiC, de PyC, de SiO<sub>2</sub>, et de Si-C-O.

## CONCLUSION

Les lots d'éprouvette SiC/SiC à interphase simple de PyC de 50 nm et 200 nm et à interphase séquencées (PyC/SiC)<sub>3</sub> et (PyC/SiC)<sub>4</sub> sont homogènes sur le plan des caractéristiques physiques (densité, porosité et taux de fibres);

Cette faible dispersion laisse espérer la reproductibilité des essais mécaniques de traction (chapitre 2) et de fatigue (chapitre 3). Afin de s'en assurer, plusieurs essais de caractérisation en traction monotone à température ambiante avec cycles de charge et décharge sont réalisés sur chaque lot de fabrication.

La reproductibilité est la condition nécessaire pour pouvoir étudier l'influence d'autres paramètres tels que la nature de l'interphase, la température, l'environnement et l'endommagement.

## Annexe : Propriétés des fibres SiC NLM 202 traitées $\beta$

### (A) Mesure des propriétés des fibres NLM 202 traitées $\beta$

#### Diamètre des fibres :

La mesure du diamètre des fibres est réalisée par diffractométrie laser He-Ne  $\lambda = 0,6328$  nm. Cette technique repose sur le principe de diffraction de FRAUNHOFFER. La fibre représente la fente de diffraction. L'interaction entre le rayonnement et la source forme sur l'écran un spectre de diffraction présentant des minima. En mesurant la distance entre deux minima, il est possible de calculer le diamètre de la fibre. La condition pour que l'intensité diffractée s'annule de part et d'autre du maximum central est :

$$d \cdot \sin\theta = \lambda$$

$d$  est le diamètre du filament et  $\lambda$  représente la longueur d'onde du faisceau incident,  $\theta$  l'angle de diffraction.

$$\sin\theta = i/(2D)$$

$D$  est la distance entre la fibre et l'écran,  $i$  est la largeur du maximum central de diffraction. On peut alors calculer le diamètre :

$$d = 2 \cdot \lambda \cdot D / i$$

La valeur du diamètre obtenue n'est pas exacte.

Une correction est nécessaire :

$$d_v = \frac{d - 0,22}{1,0365}$$

On effectue une mesure tous les 3 mm sur 22 fibres de 10 mm et on calcule le diamètre moyen à partir de ces trois valeurs.

### Densité au pycnomètre

Le pycnomètre à hélium permet la mesure des densités volumiques et surfaciques du tissu formé de torons de fibres NLM 202 traitées  $\beta$ . La mesure est répétée sur 5 échantillons.

### Résultats

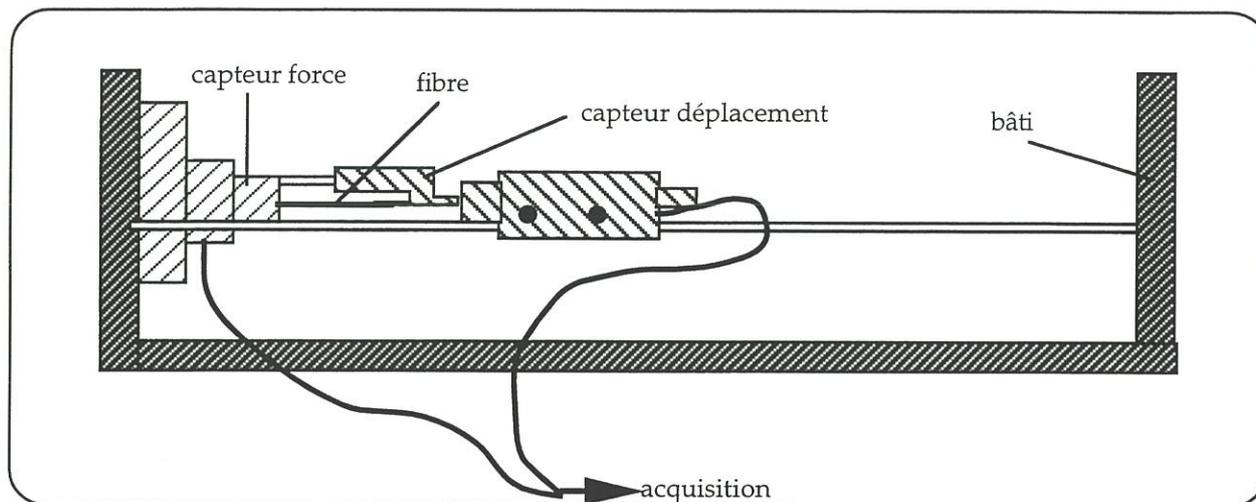
Fibres NLM 202	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	Masse volumique $\rho$ ( $\text{g cm}^{-3}$ )
traitée $\beta$	14,6 (1,9) <sup>(1)</sup>	2,6(0,03)
[Villeneuve, 1991]	14	2,55

---

(1) Les chiffres entre parenthèses et en italique précisent l'écart type des résultats par rapport à la valeur moyenne inscrite devant

**(B) : Comportement mécanique des fibres NLM 202 à l'ambiante**

**Microtraction**



Nombre de fibres testées : 18

Vitesse de déplacement des mors de traction constante : 1 % / mn

Longueur de jauge : 25 mm

Complaisance : 0,0623 mm/N

**Résultats**

Fibres	$E_f$ (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Contrainte à la rupture (MPa)	Module de Weibull des fibres <sup>(1)</sup>
NLM 202 (traité $\beta$ )	187 (68)	1,49(0,64) <sup>(2)</sup>	2719 (985)	3,8

(1) la distribution statistique des contraintes à la rupture est décrite par l'équation :  $P = 1 - \exp[-V/V_0(\sigma/\sigma_0)^m]$ , avec  $V_0 = 1 \text{ mm}^3$

(2) les chiffres entre parenthèses et en italique précisent l'écart type des résultats par rapport à la valeur moyenne inscrite devant



## *CHAPITRE 2*



**CHAPITRE 2 : COMPORTEMENT EN TRACTION DES COMPOSITES  
SiC/X/SiC ET EFFET DE L'ENVIRONNEMENT**

<b>Introduction.....</b>	<b>37</b>
<b>I. - Traction à température ambiante.....</b>	<b>38</b>
I.1 - Courbes de traction .....	38
I.2 - Élasticité.....	39
I.3 - Endommagement .....	40
I.4 - Frottements interfaciaux .....	42
I.5 - La rupture .....	44
<b>II - Traction à haute température sous atmosphère inerte.....</b>	<b>45</b>
II.1 - Les fibres SiC à haute température sous argon .....	45
II.2 - La matrice SiC à haute température sous argon.....	46
II.3 - Le composite 2D-SiC/X/SiC à haute température sous argon.....	46
<b>III - Traction monotone sous atmosphère oxydante.....</b>	<b>49</b>
III.1 - Caractérisation en traction.....	49
III.2 - Effet de l'oxydation sur l'endommagement.....	51
<b>Conclusion.....</b>	<b>51</b>



## INTRODUCTION

Des essais de traction monotone sont réalisés à température ambiante et à hautes températures sous argon et sous air. Les matériaux R, S et J comportent une **interphase simple** de pyrocarbone dont l'épaisseur est respectivement égale à 50 nm, 200 nm et 500 nm. Les matériaux L et D comportent respectivement une **interphase séquencée** (PyC/SiC)<sub>4</sub> et (PyC/SiC)<sub>3</sub>, dans laquelle l'épaisseur de chaque couche de PyC est égale à 50 nm. **L'influence du type d'interphase** et de **l'environnement** sur le **comportement en traction** unidirectionnelle du composite, est analysée. Les conditions expérimentales retenues pour ces essais ont été présentées au chapitre 1.

Le **premier paragraphe** présente les résultats des essais de traction (monotone ou avec des cycles d'hystérésis) à température ambiante, menés avec les matériaux 2D-SiC/X/SiC. On observe ainsi **l'influence du choix de X** sur le comportement en traction, le mode d'endommagement et les propriétés interfaciales des composites.

Le matériau L est sollicité en traction **sous argon** à 1200°C jusqu'à rupture. L'analyse de la courbe de traction et les observations microscopiques de la fissuration, permettent de comprendre l'influence de la température sur le comportement et les propriétés mécaniques du composite SiC/SiC à interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub>. Ces travaux font l'objet du **deuxième paragraphe**.

Dans le **troisième paragraphe**, en appliquant la même méthodologie que précédemment, l'effet d'un environnement **oxydant** sur le comportement en traction du composite 2D SiC/SiC à interphase simple ou à interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub> est étudié. Le rôle de la **vitesse de sollicitation** est mis en évidence.

## I. - TRACTION À TEMPÉRATURE AMBIANTE

Le tableau A répertorie l'ensemble des conditions d'essais et des résultats obtenus en traction à température ambiante sur les matériaux L, R et S.

### I.1 - Courbes de traction

Le composite SiC/SiC présente un comportement élastique endommageable avec déformation résiduelle. On identifie trois zones sur les courbes de traction (figure 2,1).

- une zone linéaire (zone 1) qui correspond au domaine de comportement élastique réversible. L'émission acoustique, mesurée en coups cumulés, est un bon indicateur d'endommagement. Les premiers coups cumulés sont enregistrés vers 30 MPa ( $\approx 0,03\%$ ), mais, dans une très faible proportion, en comparaison des niveaux d'émission atteints par la suite.

- la zone (zone 2) la plus importante de la courbe est non linéaire (entre 0,05% et 0,8% de déformation). C'est au cours de cette phase que la fissuration se produit : l'endommagement est mis en évidence par la déformation résiduelle qui atteint en moyenne 0,1 % en fin d'essai, l'émission acoustique qui croît considérablement et le module sécant qui chute.

- la dernière portion de la courbe (zone 3) (entre 0,8% de déformation totale et la rupture) est à nouveau linéaire. La pente de cette droite est très proche de  $1/2 E_f V_f$  et la fissuration matricielle des torons longitudinaux, arrive à saturation. Ceci suggère que l'effort appliqué est désormais porté principalement par les seules fibres orientées dans la direction de traction. La

Matériau	R	L	L	L	L	L	L	D
Nature de l'interphase X	PyC	(PyC/SiC) <sub>4</sub>	(PyC/SiC) <sub>3</sub>					
Épaisseur de PyC (nm)	50	50	50	50	50	50	50	100
Section (mm <sup>2</sup> )	25,7	29,34	28,01	26,35	21,65	23,02	21,77	
Densité apparente	2,4	2,65	2,64	2,68	2,57	2,68	2,64	
Densité géométrique	2,19	2,4	2,41	2,37	2,5	2,44	2,44	
Vf de fibres (%)	37,2	34,1	36,2	37,4	36,7	35,1	36,5	
Vm matrice (%)	45,3	46,8	44,2	44,3	41,5	46,7	44,1	
porosité externe (%)	14,3	9,31	7,78	7,7	11,38	7,5	6,33	
porosité interne (%)	3,2	7,87	9,8	8,55	8,3	8,75	11,13	
Type d'essai	Tc	Tc	Tc	Tc	Ts	Ts	Tc	
Nombre de strates	11	11	11	11	9	9	9	
Vitesse de traction (%/min)	0,035	0,035	0,035	0,035	0,035	0,035	0,035	Moyenne
Module loi des mélanges (GPa)	252	246,8	240,6	243,5	231,3	248,4	240,9	243,3
Module à l'origine (30 MPa)	180	215	216	210	220	221	222	212
Ecart exp/théorie (%)	28	13	10	14	5	12	8	/
Contrainte linéarité (MPa)	70	64	82	71	60	100	77	74,85
Déformation linéarité (%)	0,04	0,03	0,038	0,034	0,027	0,045	0,035	0,035
Contrainte à rupture (MPa)	300	354	376	(278)*	345	390	392	359,5
Déformation longi à rupture (%)	0,95	1,06	1,02	(0,47)*	0,95	1,19	1,05	1,04
								0,09
								6,7
								14,7
								/
								13,3
								6x10 <sup>-3</sup>
								34,75
								0,09

Tableau A : Traction unidirectionnelle monotone (Ts) ou avec cycles de charge-décharge (Tc) jusqu'à rupture à température ambiante de composite 2D SiC/X/SiC.

\* Rupture dans un talon

rupture se produit lorsque la contrainte appliquée aux torons devient supérieure à leur limite en rupture. Aucune rupture en délaminage n'a été observée.

Les courbes de traction des matériaux L, D et R présentent la même allure générale, quels que soient le lot d'éprouvettes et le type d'interphase X utilisée (fig. 2,1). La comparaison du comportement des matériaux élaborés pour cette étude à celui du matériau L mis au point par Droillard (même concept d'interphase), montre la **reproductibilité du matériau**. Le niveau de rupture des nouveaux matériaux semble un peu plus élevé (fig. 2,2).

Des courbes de traction comparables ont été obtenues pour les matériaux R, S et J indiquant une influence limitée de l'épaisseur d'interphase lorsqu'elle varie entre 50 nm et 500 nm. Par contre, la contrainte à la rupture chute lorsque la quantité de PyC entre fibres et matrice diminue (fig. 2,3).

## I.2 - Élasticité

La rigidité initiale ( $E_0$ ) de chaque éprouvette est évaluée à température ambiante à partir de la pente de la zone élastique de la courbe de traction (entre 0 et 30 MPa). Les modules moyens des éprouvettes de matériau L, D et R, qui sont respectivement 216 (19)\* GPa, 217 (6,9) GPa et 200 (20,2) GPa, sont peu dispersés. Cette faible dispersion est liée à l'homogénéité de la densité des lots de fabrication des éprouvettes.

L'interphase, dont la fraction volumique est inférieure à 3 %, a peu d'influence sur la rigidité globale du matériaux.

Le module théorique est calculé pour chaque éprouvette par la loi des

---

\* Écart type entre parenthèse,  $\sigma_{n-1}$

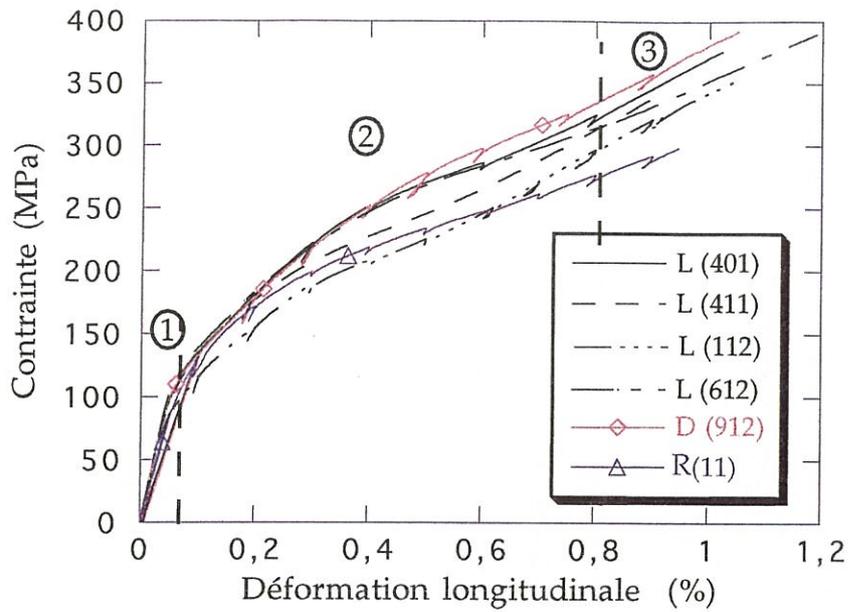


Fig. 2,1 : Essais de traction à température ambiante des matériaux L, D et R.

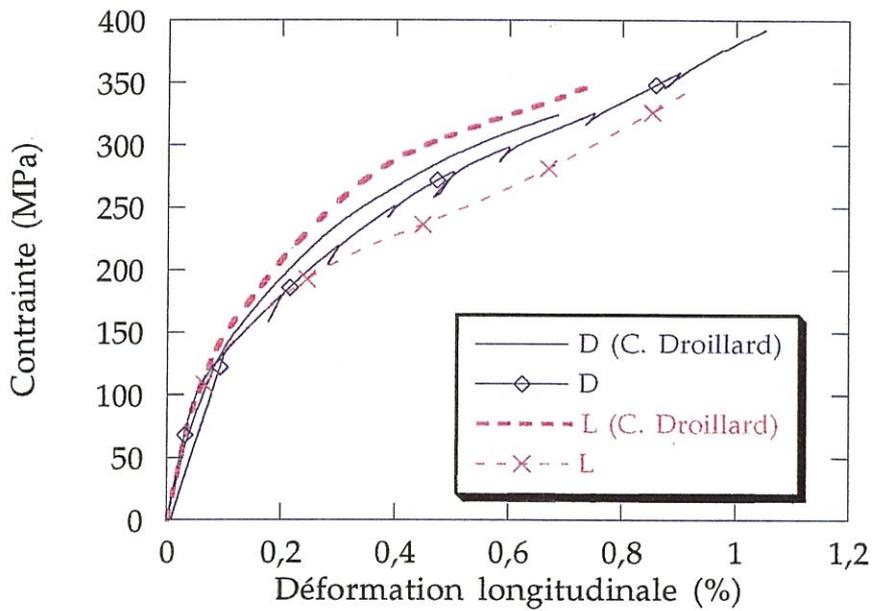


Fig. 2,2 : Comparaison des nouveaux matériaux avec ceux élaborés antérieurement par Droillard, en traction à température ambiante [Droillard, 1993]



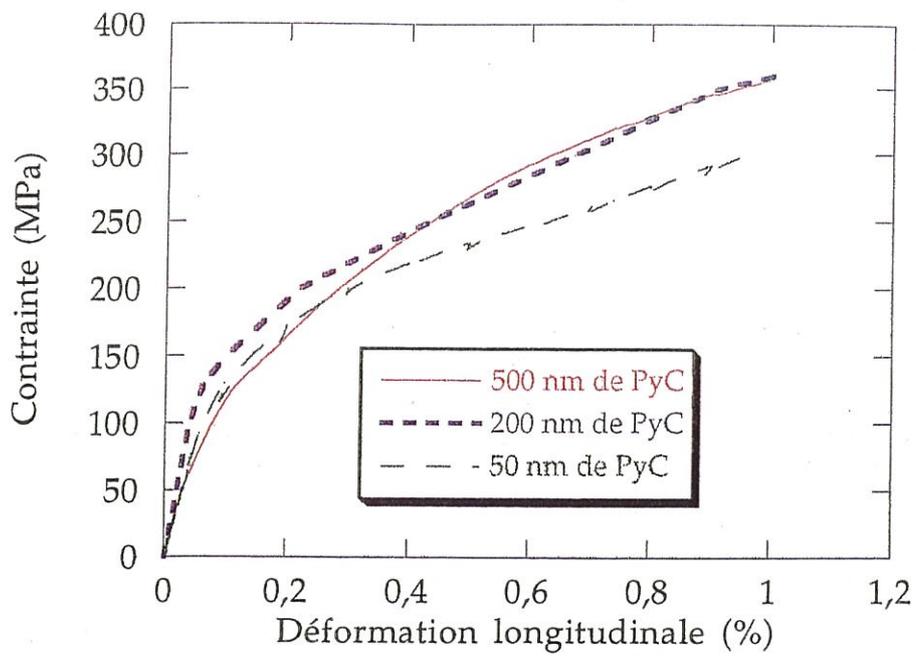


Fig. 2,3 : Traction à température ambiante sur des 2D SiC/PyC/SiC à épaisseur d'interphase variable (50 nm, 200 nm, 500 nm).

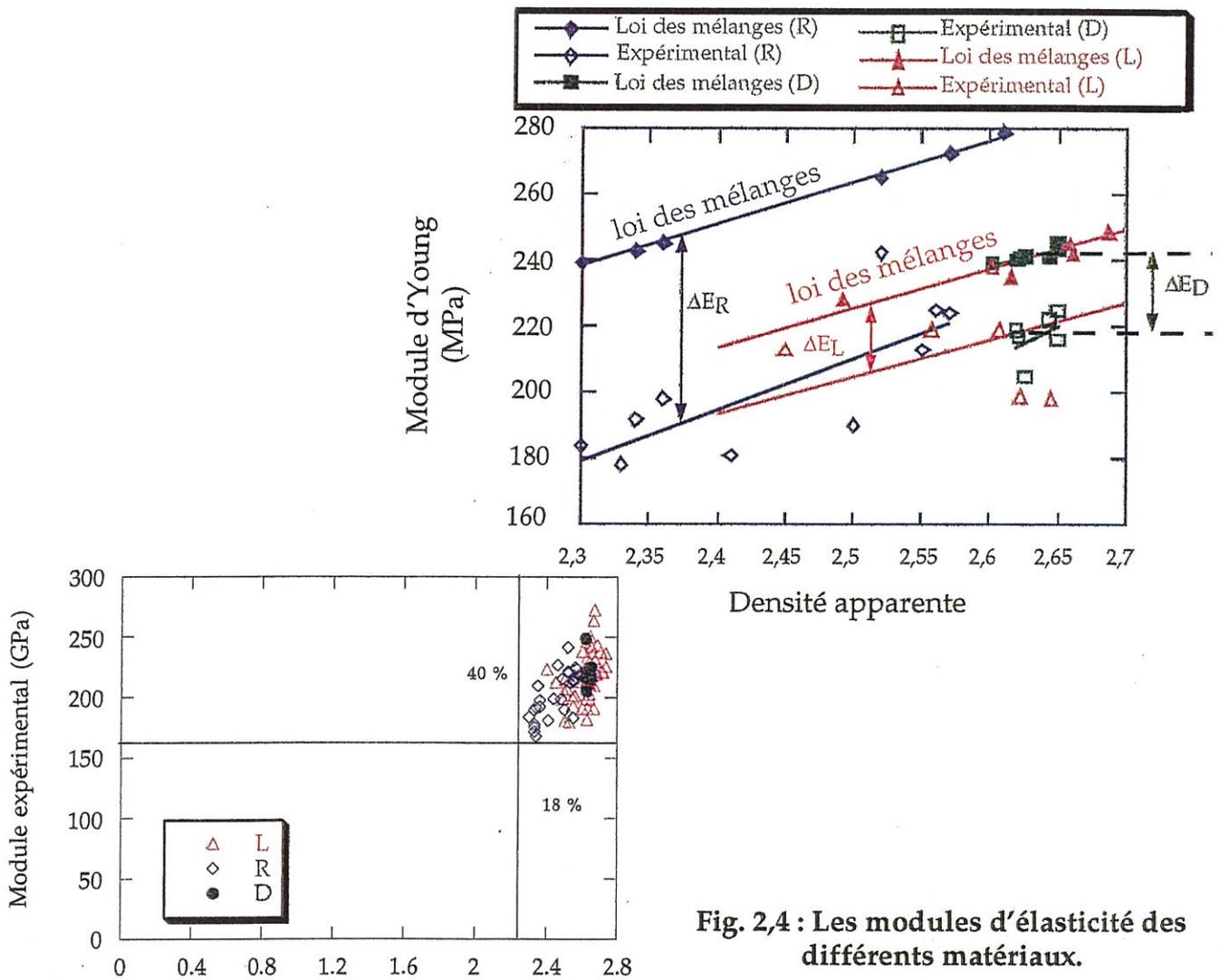


Fig. 2,4 : Les modules d'élasticité des différents matériaux.



mélanges (interphase négligée,  $\bar{E}_m = 400$  GPa -valeur communément admise [Lissart, 1994] ,  $\bar{E}_f = 190$  GPa). La valeur obtenue est systématiquement supérieure au module expérimental (fig. 2,4). On observe un écart de 10 % à 30 %, qui peut être expliqué par :

- l'incertitude sur la mesure du module expérimental,
- l'incertitude liée à la mesure des fractions volumiques des divers constituants, en raison des dispersions morphologiques inhérentes au matériau. Les porosités obtenues à partir d'une mesure à l'eau, sont probablement sous-estimées.
- la surestimation de la rigidité de la matrice qui n'a pas été testée expérimentalement pour ces matériaux.
- l'incertitude sur la valeur de  $E_f$ .

L'écart entre la valeur théorique et expérimentale de  $E$  est surtout lié à l'incertitude sur  $V_f$  et  $V_m$  ; en effet, dans la loi des mélanges, toute variation des fractions volumiques a une grande influence sur le module du composite alors que les variations de  $E_m$  et  $E_f$  modifient peu le résultat.

### I.3 - Endommagement

Les courbes d'évolution du taux d'endommagement  $D = (1-E/E_0)$  en fonction de la déformation longitudinale totale sont très proches pour les trois matériaux L, D et R (fig. 2,5). La variable  $D$  tend vers l'asymptote  $(1 - \frac{E_f V_f}{2E_0})$ .

Des essais de traction interrompus ont permis l'observation, sur surfaces polies, du taux de fissuration des éprouvettes à différents niveaux de déformation totale longitudinale.

L'endommagement du 2D SiC/SiC à interphase simple (matériau S,

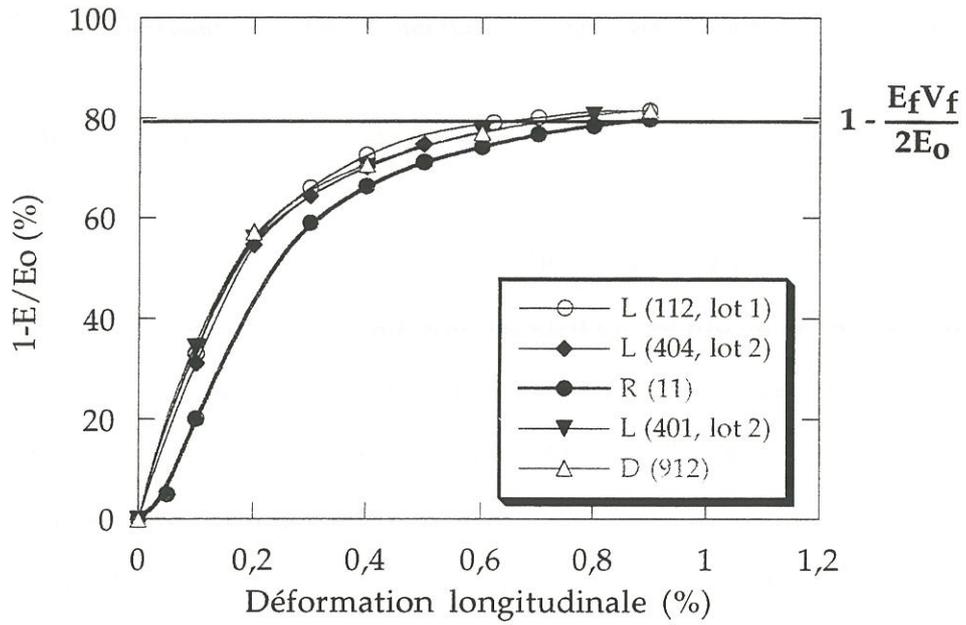


Fig. 2,5 : Évolution du taux d'endommagement d'un 2D SiC/X/SiC avec X=PyC (matériau R), X=(PyC/SiC)<sub>3</sub> (matériau D) ou X=(PyC/SiC)<sub>4</sub> (matériau L).

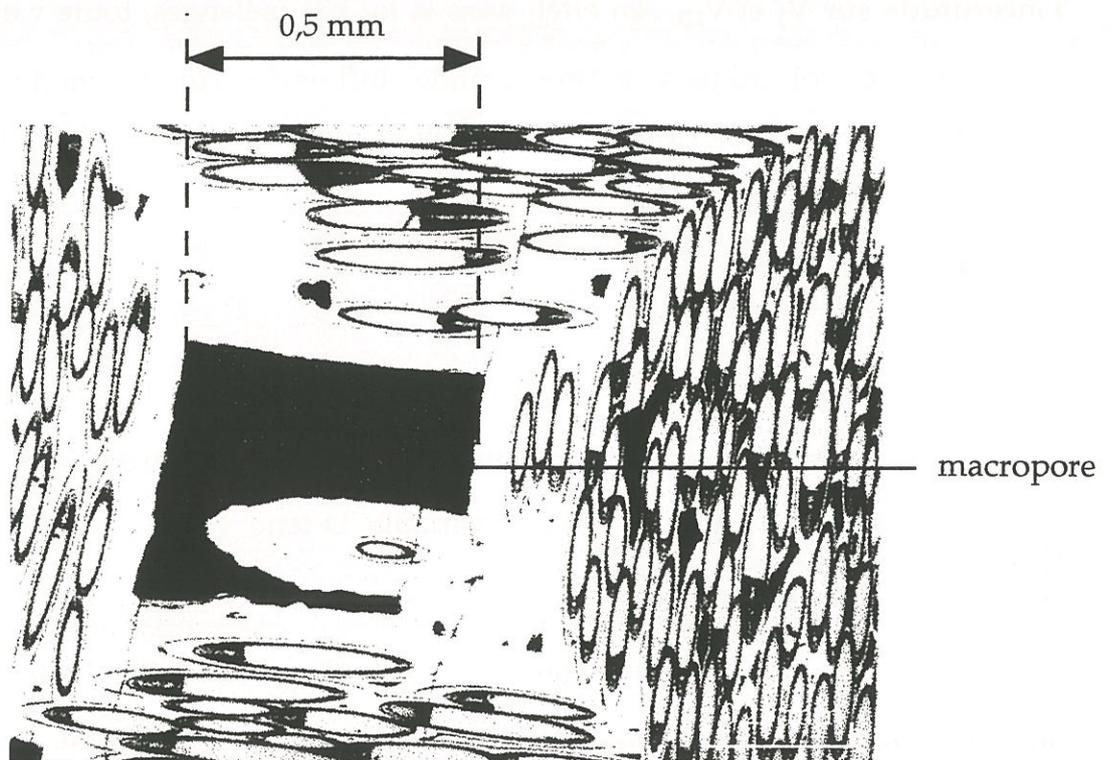


Fig. 2,6 : Micrographie MEB du matériau L après traction unidirectionnelle à température ambiante jusqu'à 0,06% de déformation longitudinale (mode 1).

interphase PyC de 200 nm), a été étudié en détails par Aubard et Guillaumat, [Aubard, 1992] [Guillaumat 1994].

Le premier mode de fissuration de la matrice apparaît vers 0,05 % ( $\sigma \approx 80$  MPa). Il marque la fin de la zone de déformation élastique. Les fissures se forment dans la matrice externe aux torons, aux angles des macropores où règnent des surcontraintes.

La deuxième famille de fissures se forme dans les torons transverses à partir de  $\varepsilon=0,25$  % ( $\sigma \approx 200$  MPa).

La famille de fissures qui apparaît en dernier lieu, s'observe dans la matrice interne, au sein des torons longitudinaux, perpendiculairement à l'axe de traction. Ces fissures se répartissent régulièrement le long des torons, lorsqu'on approche de l'état de saturation de l'endommagement qui se produit vers 0,75 % de déformation longitudinale ( $\sigma \approx 300$  MPa). Au delà de cette limite, le nombre de fissures n'évolue presque plus. Ceci explique la portion linéaire observée sur la courbe en fin de traction.

L'analyse des modes de fissuration des matériaux L, R et D a été réalisée après endommagement en traction unidirectionnelle à 0,06%, 0,25 % et 1 % de déformation longitudinale. Les distances inter-fissures mesurées sur des sections polies sont répertoriées au tableau B. À 0,06%, le taux de fissuration des macropores est encore faible. La distance qui sépare deux fissures dans la matrice inter-strate (ou externe) est égale à environ 1,5 mm (intervalle entre deux macropores) ou 0,4 - 0,5 mm (la distance entre deux angles d'un même macropore) (fig. 2,6). Ce résultat est conforme aux observations de Guillaumat (fig. 2,7).

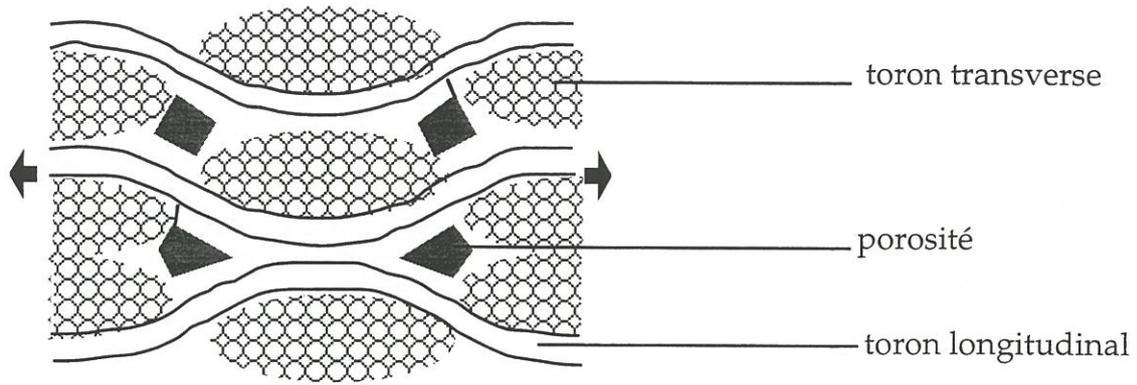
Les modes de fissuration pour L, D et R sont les mêmes que pour le matériau S. En effet, **l'interphase qui se trouve en faible quantité ( $V_i < 3$  %) ne modifie pas le seuil d'apparition des familles de fissures. Par contre, elle modifie la fissuration intra-torons longitudinaux en favorisant la**

Chapitre 2 : Comportement en traction des composites SiC/X/SiC et effet de l'environnement

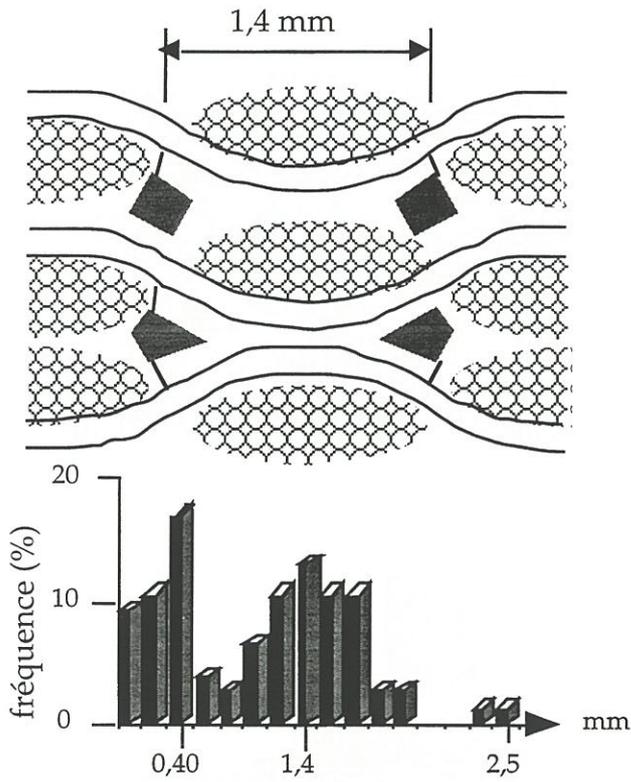
	J	R	C373 <sup>(1)</sup> [Guillaumat, 1994]	D	L
Nature de l'interphase X	PyC	PyC	PyC	(PyC/SiC) <sub>3</sub>	(PyC/SiC) <sub>4</sub>
Épaisseur interphase (nm)	500	50	100	500	500
Épaisseur de PyC (nm)	500	50	100	100	50
Distance inter-fissure à 0,06% de déformation (mm)	/	0,5 et 1,5	0,4 et 1,4	0,4 et 1,5	0,5 et 2
Distance inter-fissure à 0,25% de déformation (µm)	/	-	20 et 40	-	68 (50 mesures)
Pas de fissuration intra-toron à saturation (1%) (µm)	/	25 (65 mesures)	10/15	37 (60 mesures)	45 (80 mesures)
Pas de fissuration d'après [Droillard, 1993], (µm)	20	-	-	30	30

**Tableau B** : Distances inter-fissures mesurées sur les composites 2D SiC/X/SiC à différents niveaux de déformation.

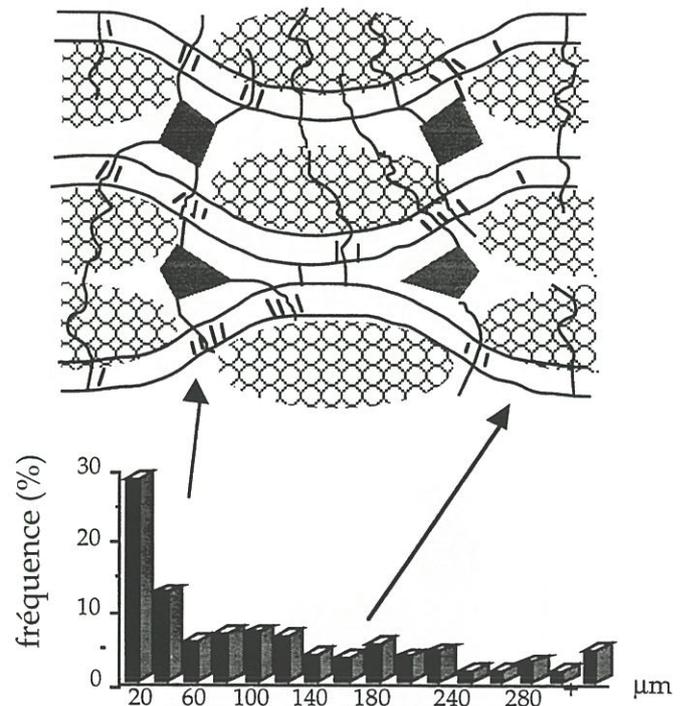
(1) C373, référence matériau de la Société Européenne de Propulsion. Ce matériau est le même que le matériau S



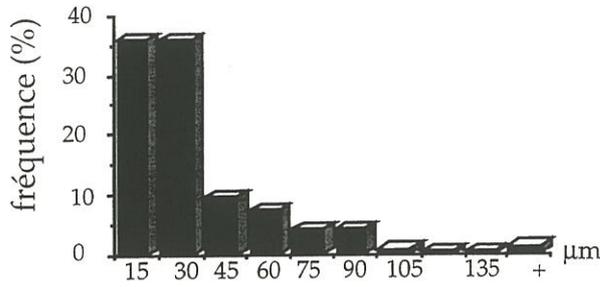
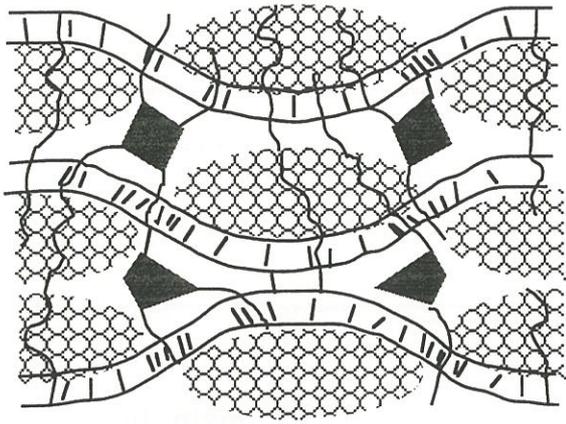
a) Déformation = 0,035 %



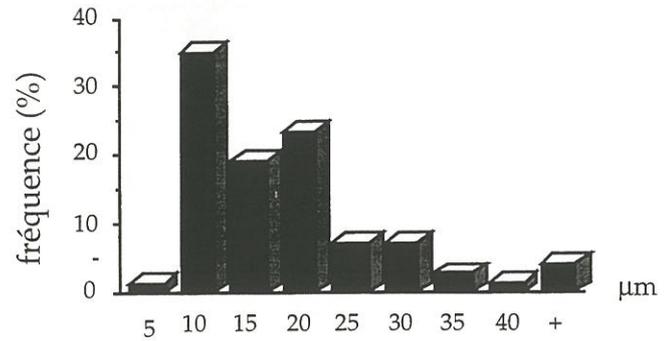
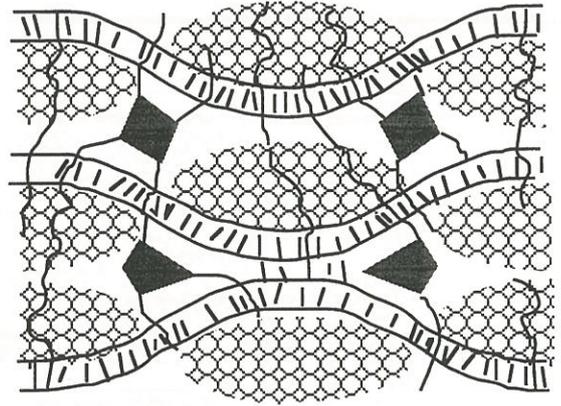
b) Déformation = 0,06 %



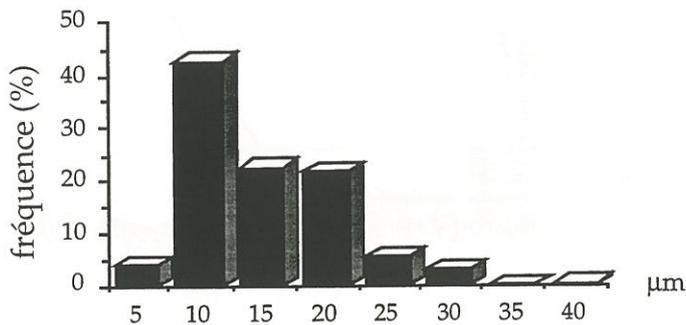
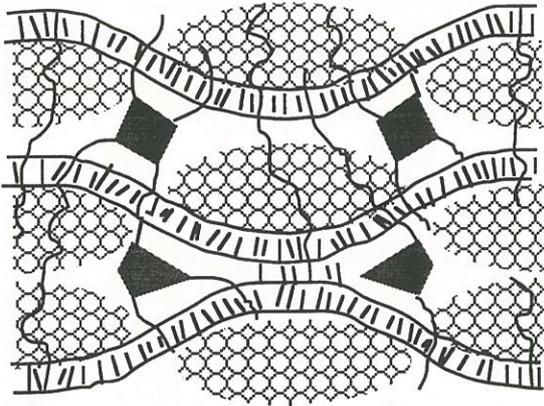
c) Déformation = 0,2 %



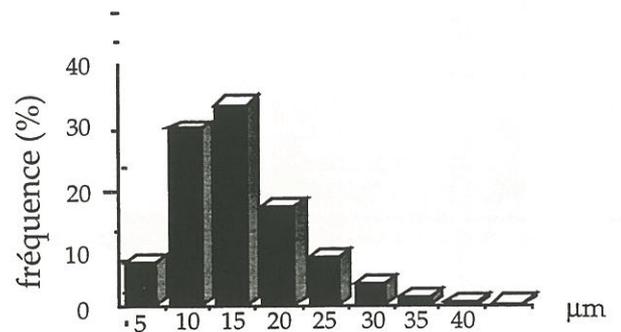
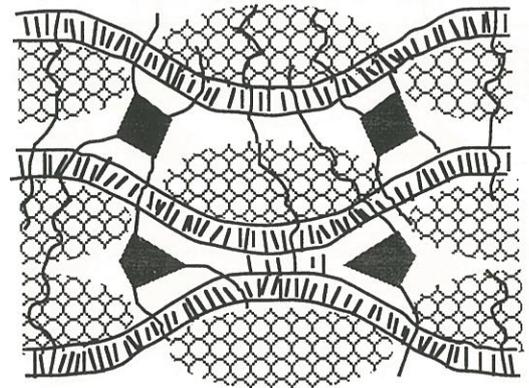
d) Déformation = 0,4 %



e) Déformation = 0,6 %



f) Déformation = 0,8 %



g) Déformation = 1,0 %

Saturation

Fig. 2,7 : Etude de l'endommagement d'un 2D SiC/SiC à interphase simple de PyC ( $\approx 200$  nm) d'après [Guillaumat, 1994].

**ramification des fissures** ; une fissure issue de la matrice externe se prolonge en plusieurs fissures vers le coeur du toron, dans la matrice interne. Ceci engendre la formation d'un réseau de fissures de plus en plus serrées de l'extérieur vers le coeur des torons (fig. 2,8). Le pas moyen de la fissuration intra-fil à saturation est de 37  $\mu\text{m}$  avec l'interphase D (5 couches), et de 45 $\mu\text{m}$  avec l'interphase L (7 couches) (fig. 2,9). Le pas de fissuration des matériaux à interphase monocouche de PyC est plus faible, i.e. 14  $\mu\text{m}$  avec 200 nm de PyC et 25  $\mu\text{m}$  avec 50 nm de PyC.

Lorsque l'interphase est séquencée, les distances inter-fissures sont plus importantes. Par conséquent, la multiplication des interfaces dans un multicouche peut affaiblir la liaison fibre-matrice.

Les observations au microscope électronique à balayage à effet de champs ne permettent pas de qualifier le type de rupture du PyC (cohésive (fig. 2,12) ou adhésive), mais on peut localiser la zone de déviation des fissures. Dans le matériau L, après la saturation, les fissures observées dans les torons longitudinaux sont parfois déviées en "marches d'escalier" (fig. 2,10 et 2,11). Elles s'arrêtent, le plus souvent, au niveau des deux premières couches de PyC les plus proches des fibres longitudinales (PyC(3) et PyC(4)). Les deux couches de SiC les plus épaisses (SiC(1) et SiC(2)), dont la morphologie est assez irrégulière, n'arrêtent pas les fissures et les dévient rarement.

#### **I.4 - Frottements interfaciaux**

Les dissipations d'énergie mises en jeu par les frottements internes aux interfaces lors du déplacement relatif fibre/matrice en traction, se traduisent par des boucles d'hystérésis.

Des cycles de déchargement et rechargement du composite

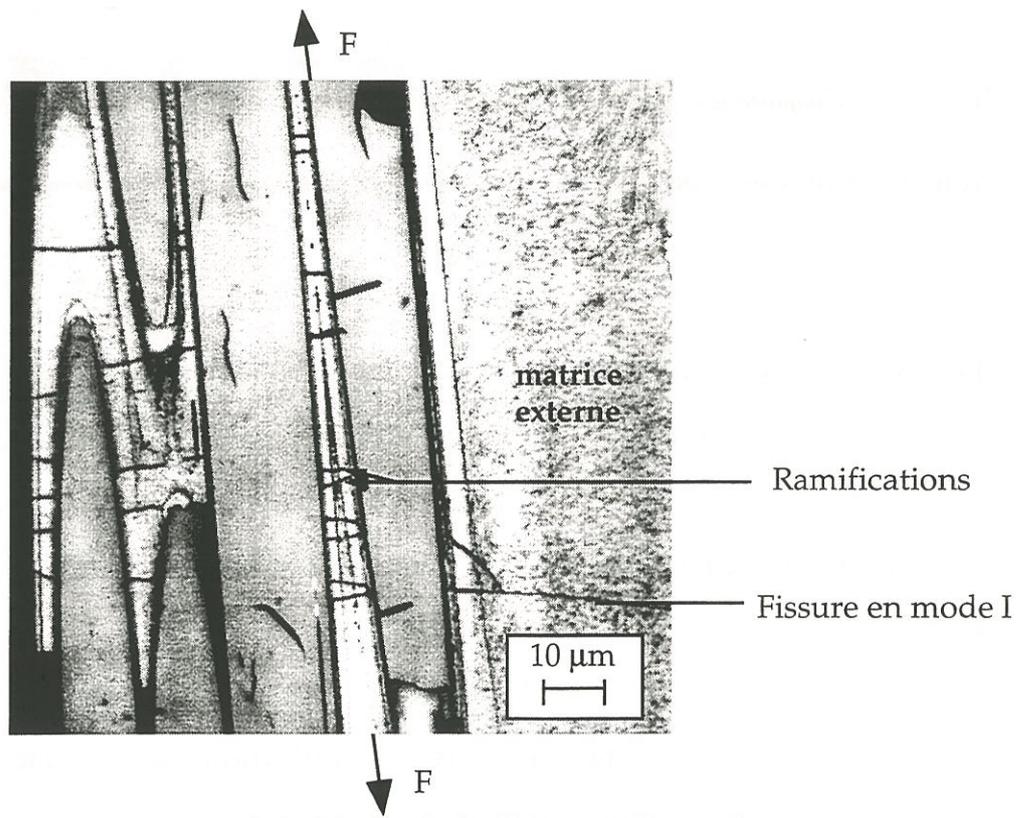


Fig. 2,8 : Micrographie sur section polie des ramifications des fissures dans les matériaux à interphase séquencée

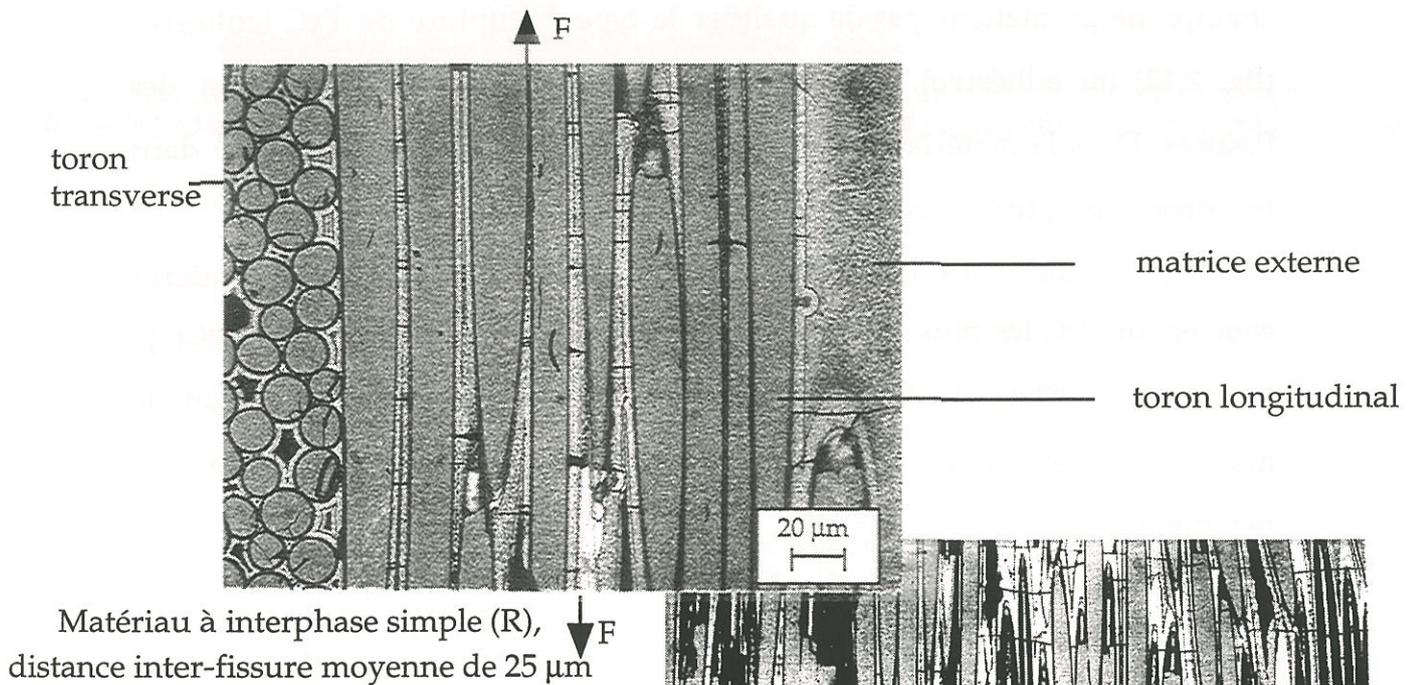
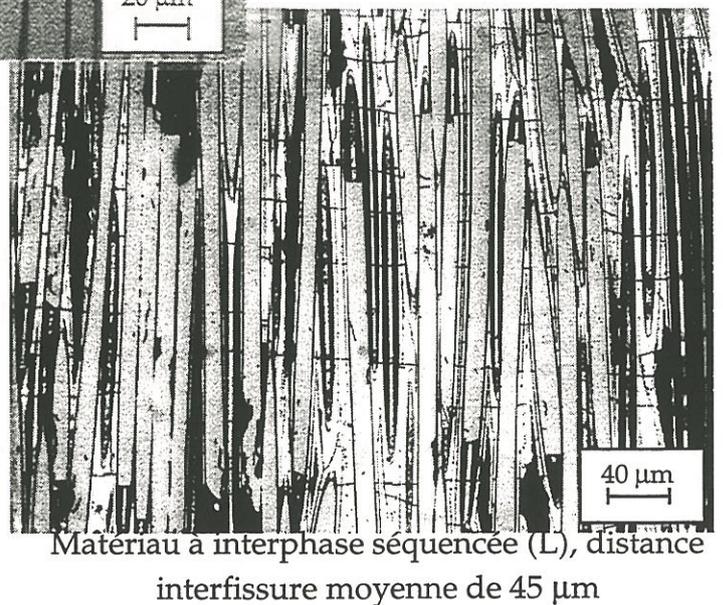


Fig. 2,9 : Micrographie sur sections polies, observation au microscope optique de l'endommagement à 1% de déformation longitudinale (mode 3)



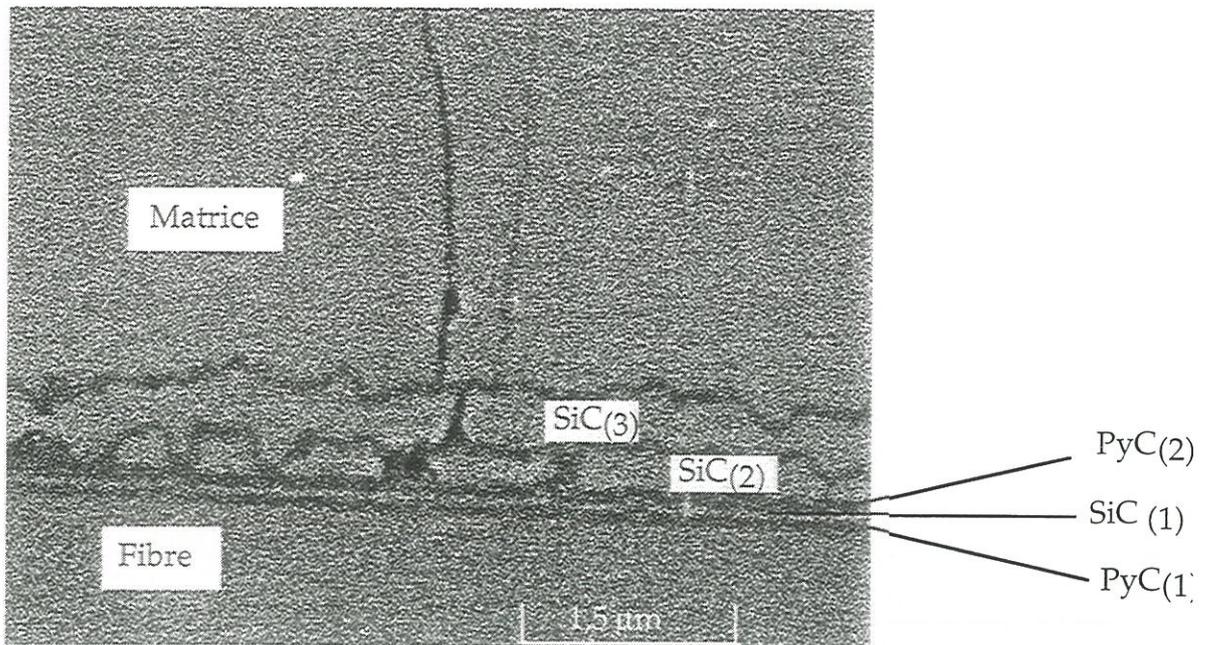


Fig. 2,10 : Micrographie MEB de la fissuration de l'interphase séquentiée (PyC/SiC)<sub>4</sub> à température ambiante lors de l'essai de traction.

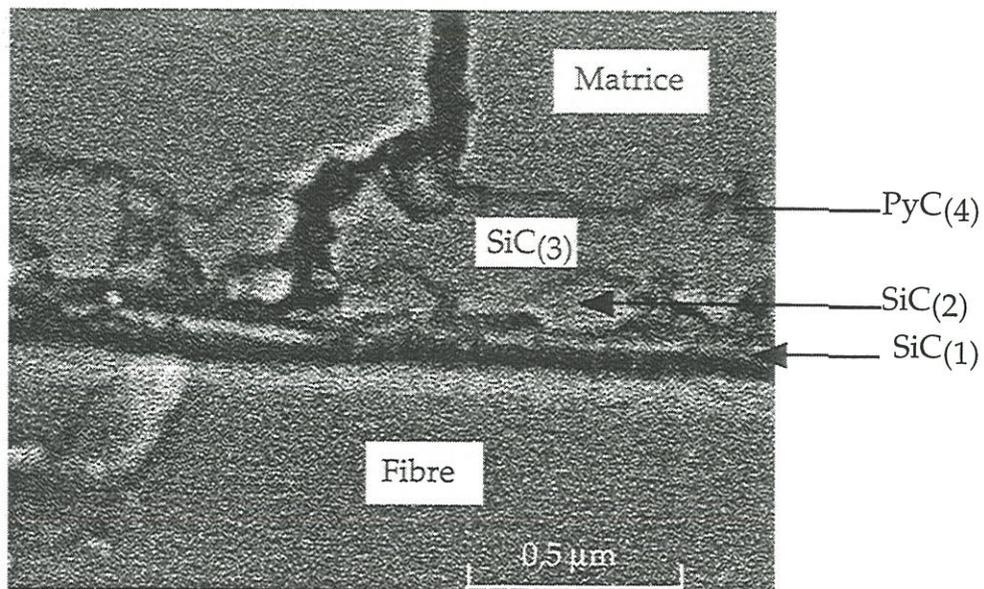


Fig. 2,11 : Micrographie MEB de la fissuration de l'interphase séquentiée (PyC/SiC)<sub>4</sub> à température ambiante lors de l'essai de traction.

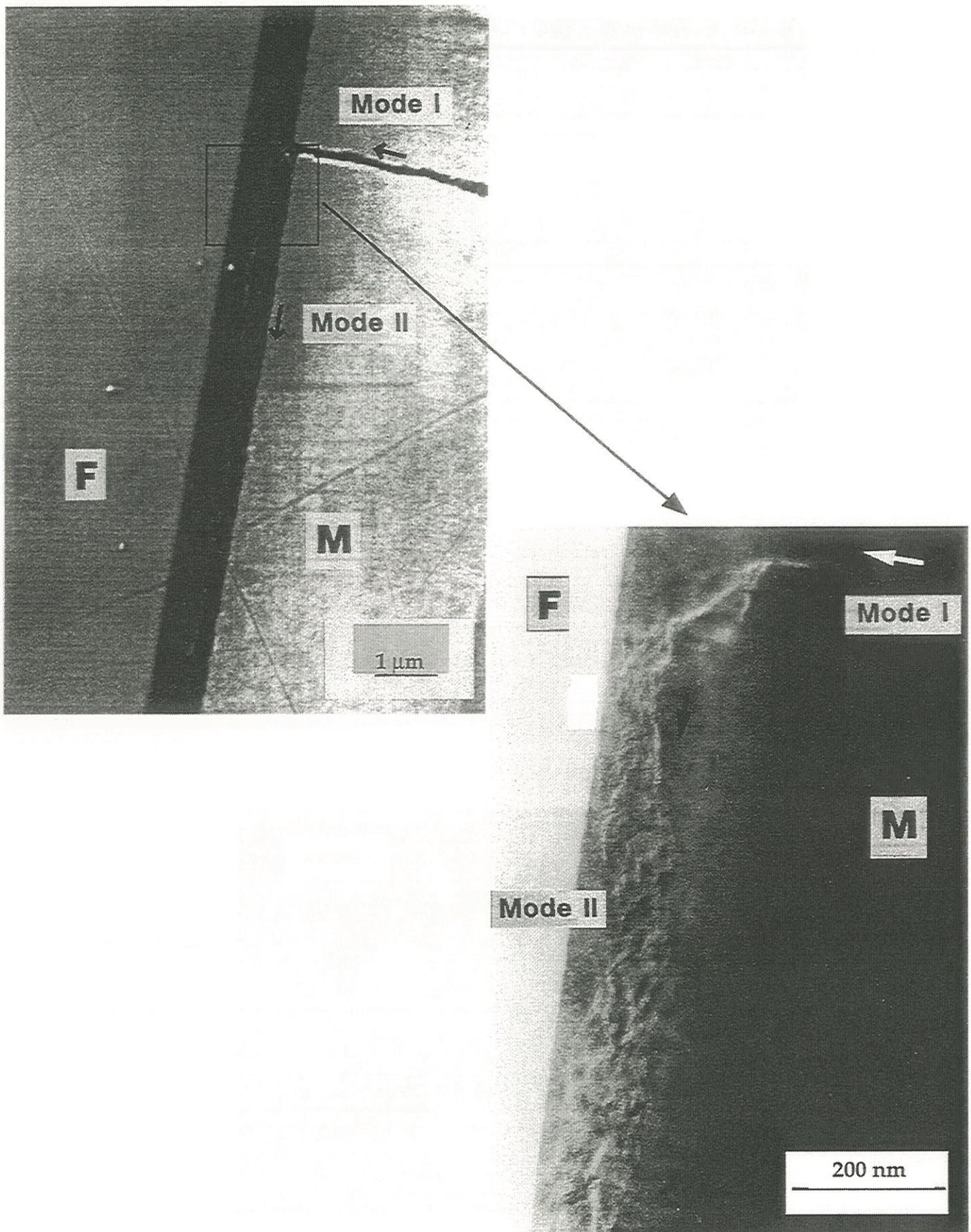


Fig. 2,12 : Micrographie en MET montrant la déviation des fissures par rupture cohésive de la couche de PyC (matériau J), d'après [Droillard, 1993].

régulièrement espacés au cours des essais de traction permettent de comparer les caractéristiques interfaciales et les dissipations d'énergie pour différents matériaux, en fonction de la nature de l'interphase, du nombre de couches et de l'épaisseur de pyrocarbone mise en jeu (fig. 2,13).

Le matériau J à interphase épaisse de 500 nm de PyC présente des cycles moins ouverts que le matériau R à 50 nm de PyC. Les distances inter-fissures à saturation sont pratiquement les mêmes pour les deux matériaux (respectivement 20 et 25  $\mu\text{m}$ ). Par contre, les cycles du matériau L, à 50 nm de PyC par couche, sont plus ouverts que ceux de D à 100 nm de PyC par couche.

De nombreux auteurs ont étudié la contrainte de cisaillement dans la zone interfaciale ( $\tau$ ) au sein d'un composite SiC/SiC, à plusieurs échelles de matériaux (tableau C).

Tout d'abord, dans les microcomposites, qui sont des composites modèles composés d'une seule fibre à base de SiC, dans une gaine d'interphase X et de matrice SiC. Les méthodes A et C (voir chapitre I) donnent des valeurs de  $\tau$  comprises entre 1 et 21 MPa avec une interphase PyC de 100 nm [Lissart et al., 1993]. Avec une interphase à séquençage nanométrique (PyC/SiC)<sub>n</sub> (une dizaine de couches de 3 nm), la valeur de  $\tau$  se situe entre 0,5 MPa et 6 MPa [Heurtevent, 1996].

À une échelle supérieure, les minicomposites sont formés d'un toron longitudinal (vrillé ou non) infiltré d'interphase X et de matrice. Lorsque X est constitué de 100 nm de PyC, les contraintes de cisaillement interfaciales sont comprises entre 20 MPa à 115 MPa [Lissart, 1994], [Lebrun, 1996]. Avec une interphase nanoséquencée,  $\tau$  est comprise entre 13 MPa et 24 MPa.

À l'échelle du composite 2D, les méthodes de calcul de la contrainte de cisaillement interfacial développées au chapitre 1 sont appliquées aux courbes de traction obtenues lors des essais à température ambiante. Les résultats de la présente étude sont répertoriés dans le tableau D et sur les

Échelle	Fibres	Interphase	PyC(nm)	Méthode	$\tau$ (MPa)	Références
micro-composite	SiCHN <sup>(1)</sup>	(PyC/SiC) <sub>n</sub>	3	/	0,5 à 6	[Heurtevent, 1996]
micro-composite	SiCN <sup>(2)</sup>	PyC	100	Hystérésis	1 à 21	[Rebillat, 1996]
	SiCN <sup>(2)</sup>	PyC	100	Courbe enveloppe	3	[Rebillat, BN, 1996]
mini composite	SiCHN twisté	PyC	100	/	18 (1)	[Heurtevent, 1996]
	SiCN	PyC	100	Courbe enveloppe	40-80	[Lamon, 1995]
	SiCN	PyC	100	A	115	[Lissart, 1994]
	SiCN	PyC	100	Aire des cycles	94	[Lebrun, 1996]
	SiCN	PyC	100	Longueur d'extraction	150	[Lebrun, 1996]
	SiCN	PyC	100	Ouverture des cycles	100	[Lebrun, 1996]
2D	SiC $\beta$ <sup>(3)</sup>	(PyC/SiC) <sub>3</sub>	100	Ouverture des cycles	70	[Droillard, 1993]
	SiC $\beta$	(PyC/SiC) <sub>4</sub>	50	Ouverture des cycles	90	[Droillard, 1993]
	SiC $\beta$	(PyC/SiC) <sub>4</sub>	50	Push-out (plateau)	90	[Lamon <sup>(4)</sup> ]
	SiC $\beta$	PyC	500	Ouverture des cycles	370	[Droillard, 1993]
	SiCN	PyC	500	Push-out (courbes)	14-16	[Lamon <sup>(4)</sup> ]

**Tableau C :** Valeur de la contrainte de cisaillement interfacial pour différentes interphases à base de PyC et pour différentes échelles de matériaux SiC/X/SiC.

(1) Fibres Hi-Nicalon

(2) Fibres Nicalon CG

(3) Fibres Nicalon traitée  $\beta$

(4) Communication personnelle

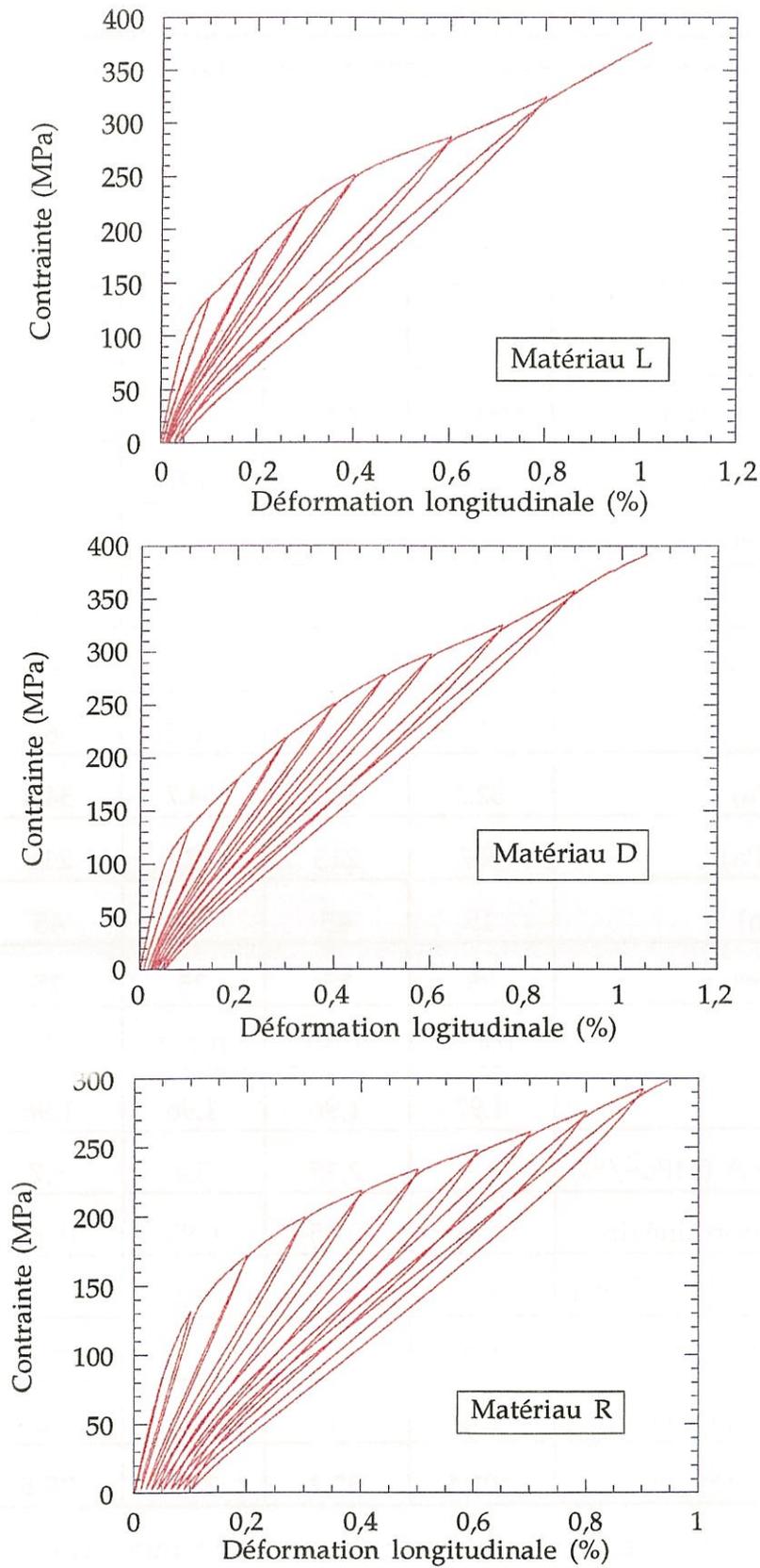
À saturation,  $\sigma \approx 300$  MPa

Matériau	L	L	D	L	R
Température (°C)	1200°C	TA*	TA	TA	TA
Epaisseur de PyC totale (nm)	200	200	300	200	50
Couche de PyC (nm)	50	50	100	50	50
$\sigma_S$ (MPa)	320	290	310	300	275
$V_m$ (%)	44,6	48,7	46,1	46,2	45,3
$V_f$ (%)	34	34	36,5	36,2	37,2
$E_s$ (GPa)	32,3	32,3	34,7	34,4	35,3
$E_{oc}$ (GPa)	207	215	222	216	180
$l_s$ ( $\mu\text{m}$ )	15	45	37	45	25
$l_g$ (mm)	25	25	25	25	25
a1	0,473	0,491	0,473	0,464	1,05
b2	1,97	1,96	1,96	1,96	1,98
$p_A$ ( $\cdot 10^5$ ), méthode A (MPa <sup>2</sup> /%)	1,9	2,25	5,4	3,7	3,1
Coeff de corrélation linéaire	0,94	0,95	0,91	0,91	0,97
$p_B$ ( $\cdot 10^5$ ), méthode B (MPa <sup>2</sup> /%)	8,3	12,8	16,0	14,4	16,0
$\tau$ , méthode A (MPa)	142	54	137,6	79,6	61,6
$\tau$ , méthode B (MPa)	156	78	105	78	80
$\tau$ , méthode C (MPa)	101,4	32,2	35,7	29,5	55,8

Tableau D : Valeur de  $\tau$  à température ambiante et haute température sous argon.

$p_A$  et  $p_B$  sont les pentes des parties linéaires de la représentation de  $\sigma_p^2$  en fonction de  $\Delta\epsilon$  (méthodes A et B).

\* TA : Température ambiante



**Fig. 2,13 : Courbes contrainte-déformation longitudinale avec les ouvertures des cycles d'hystérésis des matériaux L, D et R.**

figures 2,14 et 2,15. Les méthodes A et B permettent d'accéder à des valeurs de  $\tau$  proches. Elles sont un peu supérieures à celles obtenues par Droillard (70 MPa pour le matériau D, 90 MPa pour le matériau L et 370 MPa pour le matériau J). La méthode C donne des valeurs de  $\tau$  un peu plus faibles.

L'application des méthodes A, B et C permet de comparer les propriétés interfaciales des différents matériaux.

Il semble que le **facteur déterminant ne soit pas l'épaisseur totale de PyC** dans l'interphase, mais **l'épaisseur d'une couche élémentaire**. Ainsi, on constate qu'il y a peu d'écart entre  $\tau_R$  et  $\tau_L$ , alors que L contient 200 nm de PyC au total et R seulement 50 nm. Mais dans chacune de ces interphases, la couche de PyC élémentaire mesure 50 nm d'épaisseur.

Dans le composite 2D SiC/SiC, la **contrainte de cisaillement interfaciale croît avec l'épaisseur de la couche de PyC élémentaire présente dans l'interphase** ( $\tau_R = 80$  MPa pour R avec 50 nm de PyC /  $\bar{\tau} = 104$  MPa pour L avec  $e_{PyC} = 50 \text{ nm} \times 4$  /  $\tau = 105$  MPa pour D qui contient 3 couches de 100 nm de PyC /  $\tau = 370$  MPa pour J qui contient 500 nm de PyC d'après [Droillard, 1993]). Ceci peut s'expliquer par la capacité du PyC à se déformer en cisaillement par glissement des feuillets de carbone les uns sur les autres. Lorsque l'on augmente le nombre de feuillets (donc l'épaisseur), la déformation à la rupture augmente.

### I.5 - La rupture

La contrainte à la rupture moyenne obtenue en traction à température ambiante est de 366 (20,5)\* MPa pour le matériau L, 392\*\* MPa pour le matériau D et 300\*\* MPa pour le matériau R. Ces valeurs sont dans

---

\* écart type entre parenthèses  $\sigma_{n-1}$

\*\* un seul essai

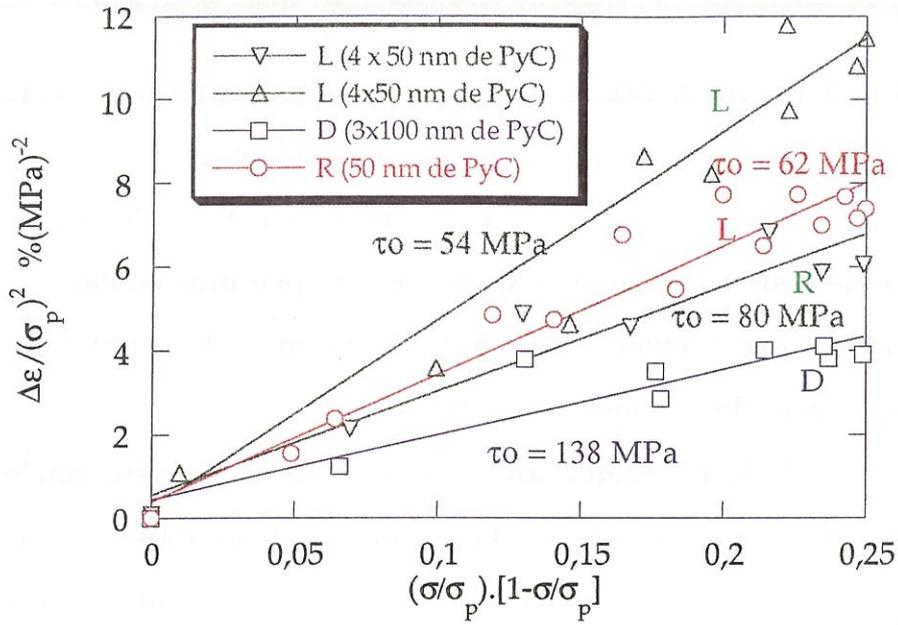


Fig. 2,14 : Calcul du cisaillement interfacial  $\tau$  par la méthode A dans les composites à interphase séquencée à 3 séquences, matériau D et 4 séquences, matériau L.

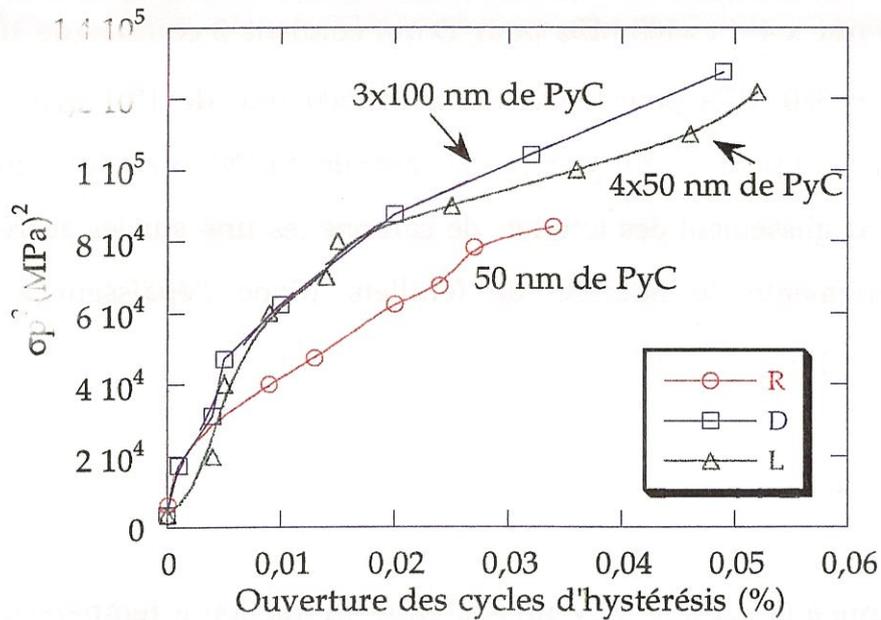


Fig. 2,15 : Calcul du cisaillement interfacial  $\tau$  par la méthode B dans les composites à interphase séquencée à 3 séquences, matériau D et 4 séquences, matériau L.

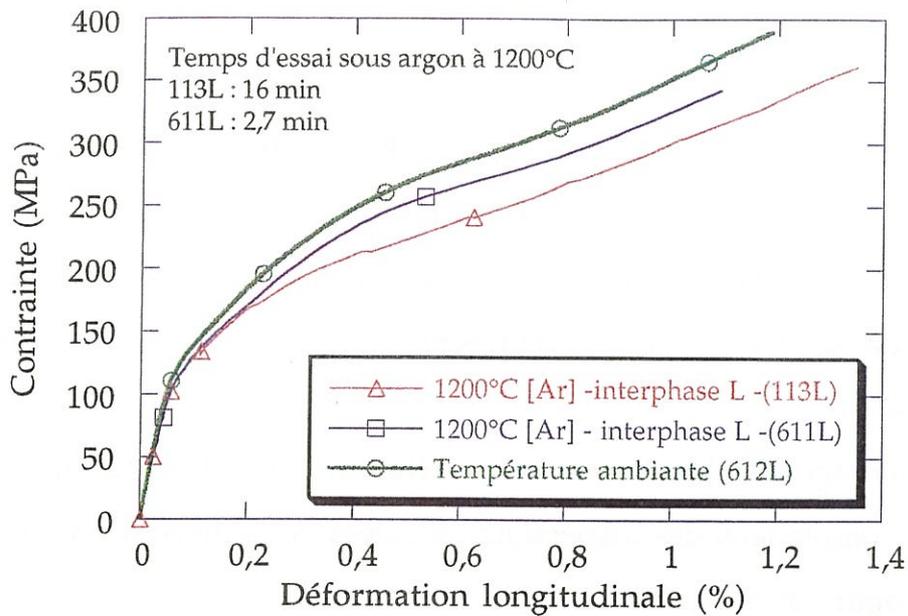


Fig. 2,16 : Essais de traction sous atmosphère inerte à 1200°C.

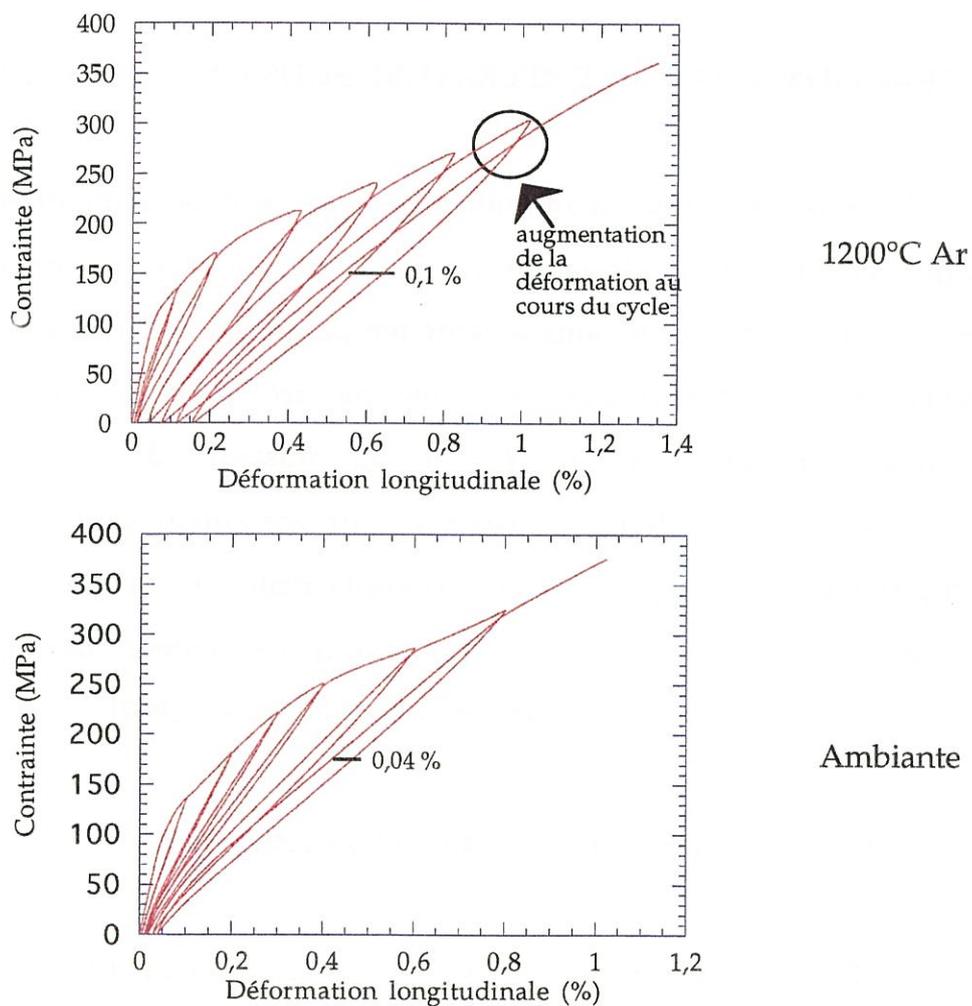


Fig. 2,17 : Comparaison des cycles d'hystérésis à 1200°C sous argon (en haut) et à température ambiante (en bas) ;  
 Matériau L.

l'intervalle d'incertitude de  $\sigma_R$ , c'est à dire  $[360 \pm \sigma_{n-1} \approx 34,7 \text{ MPa}]$ . La déformation à la rupture vaut 0,9 %\*\* dans le matériau à 50 nm de PyC et 1,05 % dans le matériau D ou L à 5 et 7 couches. L'écart type sur la déformation est de 0,09 %, ce qui représente plus de 6 % de la valeur moyenne (1,04 %).

Le séquençage semblerait accroître la déformation et la contrainte à la rupture, mais compte tenu des dispersions calculées, le nombre d'essai n'est pas suffisant pour l'affirmer.

## II - TRACTION À HAUTE TEMPÉRATURE SOUS ATMOSPHÈRE INERTE

L'influence d'une température élevée sur le comportement en traction est étudiée sur le **matériau L**. L'évolution des déformations du composite et de ses constituants à haute température au cours du temps a été étudiée par de nombreux auteurs. Ils ont montré que lorsqu'un composite est sollicité à température élevée, un ou plusieurs de ses constituants peuvent se comporter de façon viscoplastique entraînant un comportement viscoplastique du composite. Cette viscoplasticité est caractérisée le plus souvent grâce à des *essais de fluage* qui permettent de mesurer la déformation sous chargement constant [François et al., 1992].

### II.1 - Les fibres SiC à haute température sous argon

Le fluage de la fibre Si-C-O ex-PCS Nicalon a fait l'objet de plusieurs études [Simon et Bunsell, 1984], [Bodet, 1993]. Il apparaît tout d'abord que cette fibre est **instable à partir de 1100°C-1200°C**. La décomposition de la

phase vitreuse  $\text{SiC}_x\text{O}_y$  de la fibre en CO et en SiO ou/et sa réaction avec le carbone libre, associées à une croissance des grains de SiC, entraînent une augmentation de la viscosité globale de la fibre. Cela se traduit par l'absence de régime secondaire, particulièrement à 1200°C [Bodet, 1993], [Tressler et DiCarlo, 1995].

Une autre conséquence de l'instabilité chimique de la fibre Nicalon est le rôle prépondérant de l'environnement de la fibre pendant le fluage qui conditionne la vitesse de réaction de la phase  $\text{SiC}_x\text{O}_y$ . Ainsi, la fibre évolue moins vite sous CO que sous argon pour une contrainte et une température données [Bodet, 1993], [Jia, 1993].

Les propriétés élastiques et de rupture des fibres SiC en dessous de 1000°C sont bien conservées.

## **II.2 - La matrice SiC à haute température sous argon**

La plupart des études sur le fluage du SiC monolithique concernent du SiC élaboré par frittage et dont la taille du grain est relativement importante. Le fluage de SiC élaboré par CVD (de taille de grain beaucoup plus faible) a fait l'objet de quelques travaux par [Carter et al., 1984], [DiCarlo, 1986] et [Courtright, 1991]. Dans tous les cas, le SiC CVI apparaît nettement plus résistant au fluage que la fibre (facteur 100 minimum) [Carrère, 1996].

## **II.3 - Le composite 2D-SiC/X/SiC à haute température sous argon**

Plusieurs études ont montré que dans un SiC/SiC fissuré, il y a fluage des fibres longitudinales dans les zones exposées à l'atmosphère inerte [Abbé, 1990], [Holmes et Chermant, 1993].

Deux essais de traction sous argon, à 1200°C sont réalisés selon les

procédures exposées précédemment (cf. chapitre 1 § III). La température choisie est supérieure à la température d'élaboration ( $\approx 1000^{\circ}\text{C}$ ) afin de vérifier si l'inversion des contraintes résiduelles d'origine thermique modifie le comportement mécanique en traction. L'effet de la température n'aura lieu que pendant des temps d'exposition très brefs.

De même qu'à température ambiante, les courbes de traction présentent deux zones linéaires et une zone centrale de non linéarité qui est plus étendue (fig. 2,16). Aucune rupture prématurée n'est observée. Les résultats obtenus sont répertoriés au tableau E.

La diminution du module d'Young à  $1200^{\circ}\text{C}$  est de l'ordre de 10 % par rapport à sa valeur à température ambiante, ce qui est confirmé par les études, conduites dans le cadre du Groupement Scientifique dit GS4C, qui affichent une baisse de la rigidité initiale de 13% à  $1000^{\circ}\text{C}$  et de 26% à  $1400^{\circ}\text{C}$  [Abbé et al. , 1993].

Les déformations résiduelles à charge nulle sont élevées. Elles atteignent jusqu'à 0,18 % au lieu de 0,05 % à température ambiante pour le matériau L (fig. 2,17). Cette déformation irréversible peut être associée à l'ouverture permanente des fissures et à la déformation non élastique des fibres et de la matrice.

La courbe d'endommagement  $D = (1-E/E_0)$  ( $E_0$  étant le module à  $1200^{\circ}\text{C}$ ) en fonction de la déformation longitudinale totale met en évidence que, pour une déformation donnée, le taux d'endommagement à  $1200^{\circ}\text{C}$  est plus important qu'à température ambiante (fig. 2,18). La perte de rigidité se produit plus rapidement. La courbe tend vers une limite d'environ 80 % d'endommagement qui correspond à la saturation (distance inter-fissure de  $15\ \mu\text{m}$ ). La valeur asymptotique de  $D$  est alors proche de  $1-0,5.V_f.E_f/E_0$ . On peut donc faire l'hypothèse que seuls les torons longitudinaux supportent l'effort en fin de traction avant la rupture.

Nombre de strates	11	9
Densité apparente	2,51	2,63
Densité géométrique	2,36	2,39
Vf de fibres (%)	34	36
V(m+i) (%)	42,6	46,2
porosité externe (%)	13,6	8,5
porosité interne (%)	7,8	9,3
Type d'essai	Tc	Ts
Vitesse de traction (MPa/min)	203	132
Module loi des mélanges Em = 400 GPa / Ef = 190 GPa	235	253
Module à l'origine (30 MPa) à HT	207	205
Ecart exp/théorie (%)	13,5	23,4
Contrainte à rupture (MPa)	<b>362</b>	<b>342,5</b>
Déformation longi à rupture (%)	<b>1,35</b>	<b>1,09</b>
Durée de l'essai	16 min	2,7 min
Emission acoustique à rupture (Coups cumulés)	1,97e9	1,83 e7

**Tableau E** : Essais de traction à rupture sur le matériau L ( $X = (\text{PyC}/\text{SiC})_n$  avec une épaisseur de PyC de 50 nm) à 1200°C sous argon.

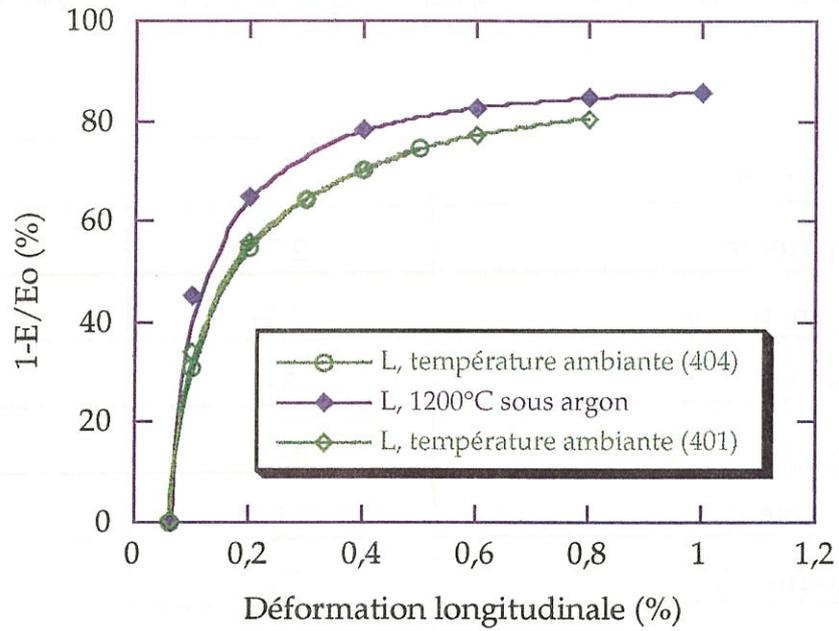


Fig. 2,18 : Taux d'endommagement à température ambiante et sous argon à 1200°C.

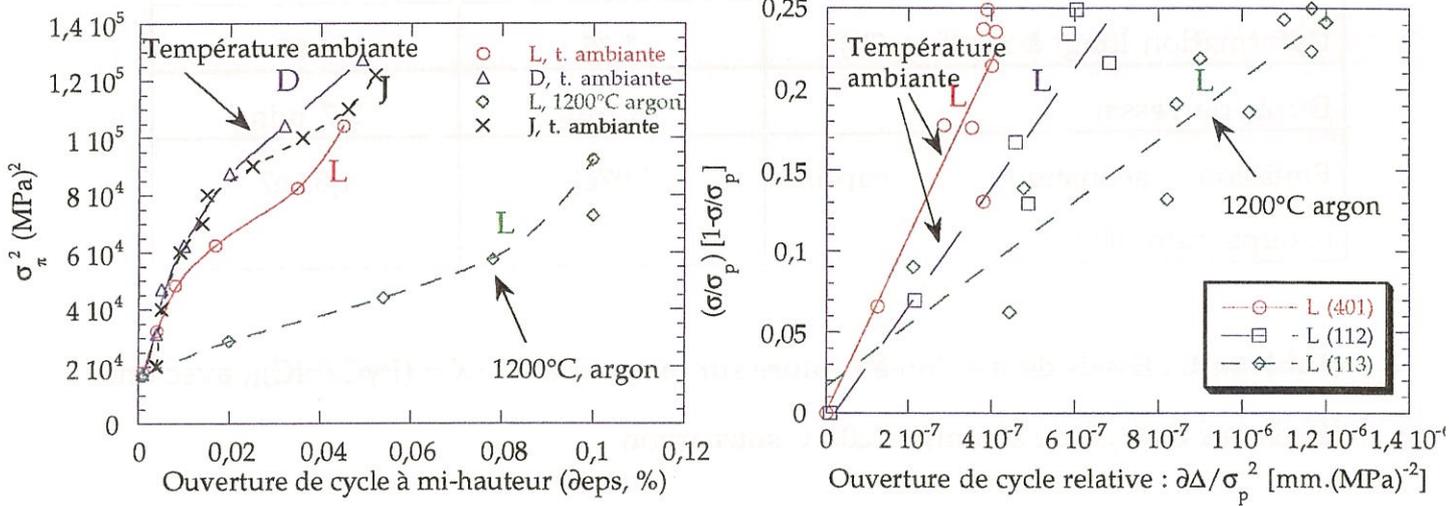


Fig. 2,19 :

Calcul de  $\tau$  pour le matériau L à 4 séquences par la méthode A (à droite) et B (à gauche). Comparaison avec les caractéristiques interfaciales à température ambiante et à 1200°C.

Les cycles sont plus ouverts à 1200°C qu'à température ambiante (fig. 2,19). Pourtant, la contrainte de cisaillement interfacial est supérieure à celle obtenue à température ambiante (méthode B, 156 MPa à 1200°C sous argon, 78 MPa à température ambiante) car le nombre de fissures à saturation est plus grand.

On constate que les cycles d'hystérésis ne sont pas parfaitement fermés (fig. 2,17). Ce phénomène a déjà été observé sur des composites modèles et des 2D [Carrère, 1996], [Rugg, 1997]. Il peut être attribué à un endommagement ou à des déformations visco-élastiques qui se produisent au cours du déchargement et rechargement. Cette évolution rapide de la déformation au cours de la boucle s'accroît lorsque l'on se rapproche de la rupture. L'émission acoustique reste constante au cours des cycles, ce qui écarte l'hypothèse d'endommagement du matériau. On l'attribue donc au **fluage des fibres** dans les zones exposées à l'argon, ce qui serait conforme au mécanisme de dégradation des fibres Si-C-O Nicalon proposé par Labrugère [Labrugère, 1994].

La déformation totale est plus importante sous argon à 1200°C (1,35 % au lieu de 1,19 % maximum à température ambiante, voir tableaux A et E). Elle est d'autant plus grande que l'essai de traction est long (fig. 2,16). Le **comportement** à haute température sous atmosphère inerte est donc **dépendant de la durée d'exposition**.

L'effet de la température sur les modes d'endommagement 1 et 2 a été observé sur un 2D SiC/SiC avec interruption des essais et observations du taux fissuration à différents niveaux de déformation totale [Carrère, 1996]. La température, qui permet d'inverser les contraintes résiduelles d'origine thermique, augmente la contrainte d'apparition des fissures aux angles des

macropres de 50 MPa car la matrice au sein des torons longitudinaux est en tension axiale.

Le matériau L a été observé après rupture. Plus de 35 % des fissures extra-torons sont éloignées de 0,2 mm et la distance entre fissures dans la matrice interne est de 15  $\mu\text{m}$  (fig. 2,20). Il est un peu inférieur à celui observé à température ambiante (45  $\mu\text{m}$ ). La disposition des fissures est très régulière et on remarque qu'elle est de l'ordre de grandeur d'un diamètre moyen de fibre SiC. Les fissures issues de la matrice sont déviées en "marches d'escalier" le long des fibres au niveau de PyC (3) (50 % des fissures) et de PyC (4) (50 % des fissures) (fig. 2,21). **Les fibres des torons longitudinaux multifissurés sont donc directement exposées à l'argon dès que le mode 3 apparaît sur la zone de décohésion.**

### III - TRACTION MONOTONE SOUS ATMOSPHERE OXYDANTE

#### III. 1 - Caractérisation en traction

Après avoir observé l'effet de la température, des essais de traction monotone à haute température sous air ont été conduits afin d'identifier **l'incidence d'un environnement oxydant sur le comportement** des matériaux 2D SiC/X/SiC (L et R). Les températures d'essais sont 450°C, 700°C, 850°C et 1200°C. Le mode expérimental est exposé au chapitre 1 (§ III). Les courbes de traction obtenues se superposent toutes à la courbe de traction à température ambiante (fig. 2,22). À 450°C et 700°C, la rupture est **identique à celle obtenue à température ambiante**. À 850°C et 1200°C, la **rupture se produit prématurément** dans la zone non linéaire d'endommagement. Le

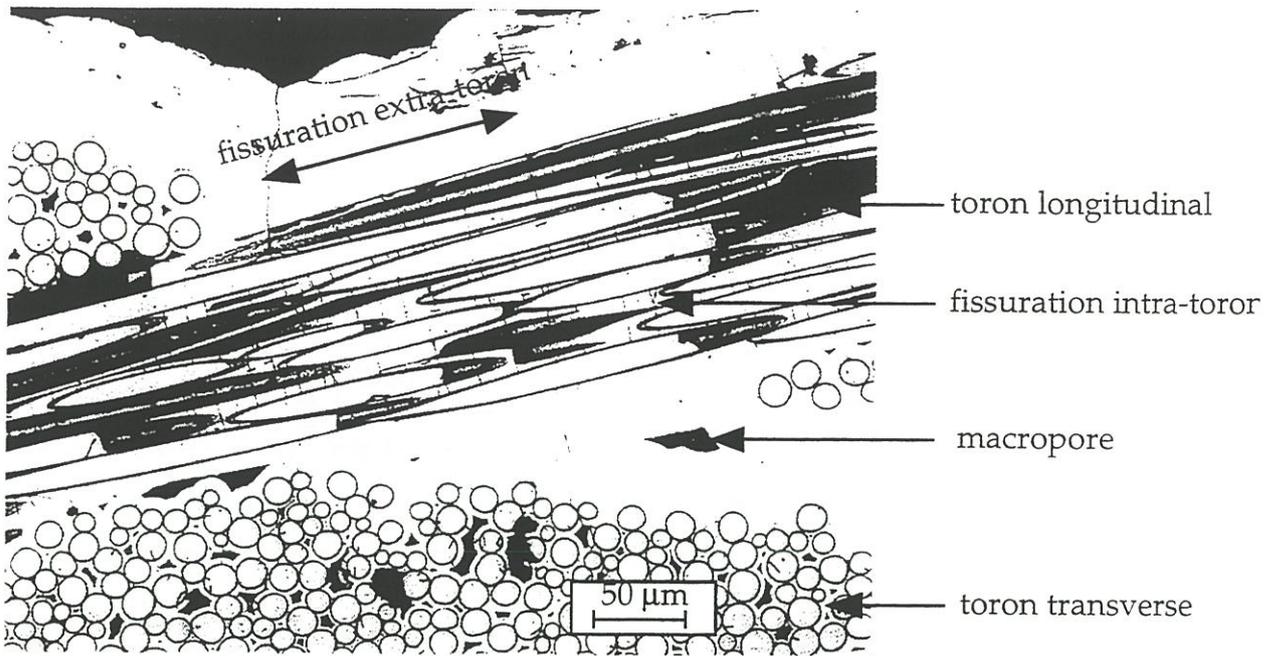


Fig. 2,20 : Micrographie en MO montrant l'endommagement du 2D SiC/SiC en traction à 1200°C sous argon.

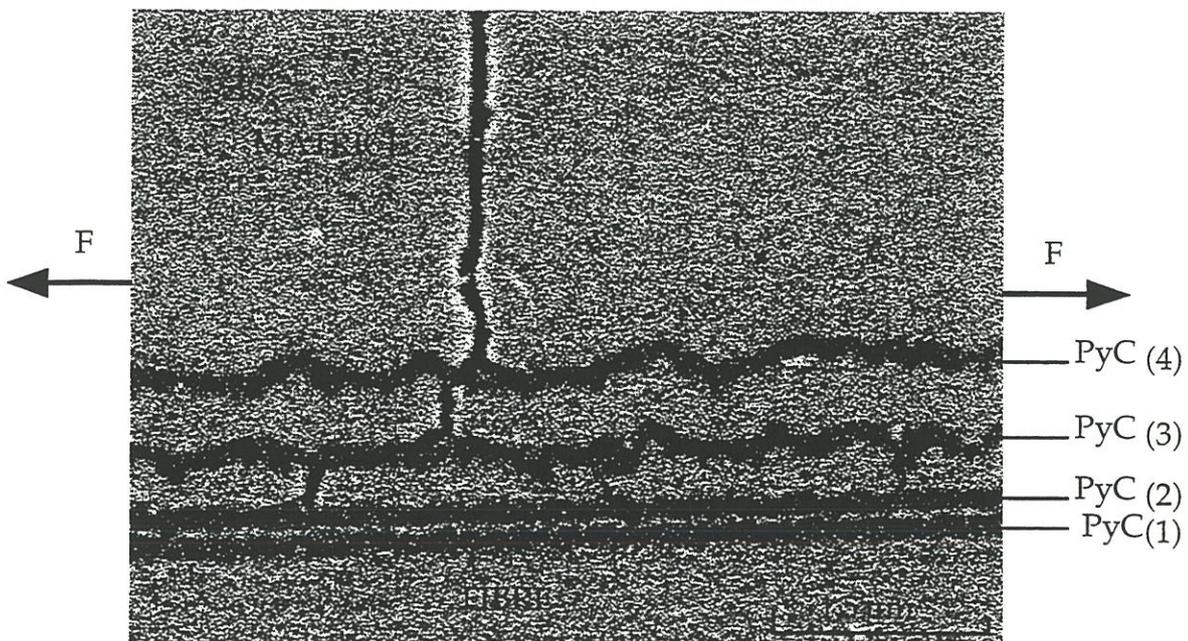


Fig. 2,21 : Micrographie en MEB montrant la déviation d'une fissure dans le matériau L après rupture en traction sous argon à 1200°C.

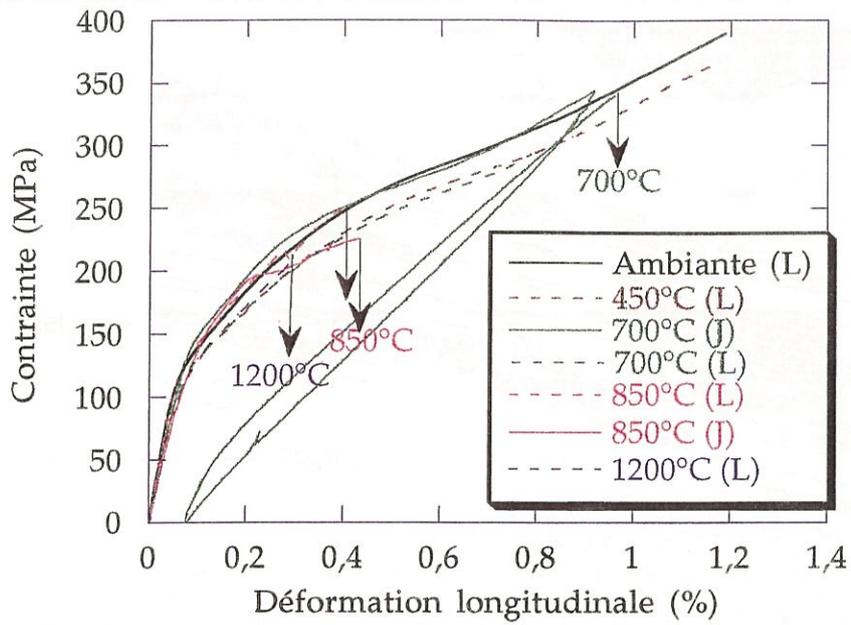


Fig. 2,22 : Traction à haute température sous air .

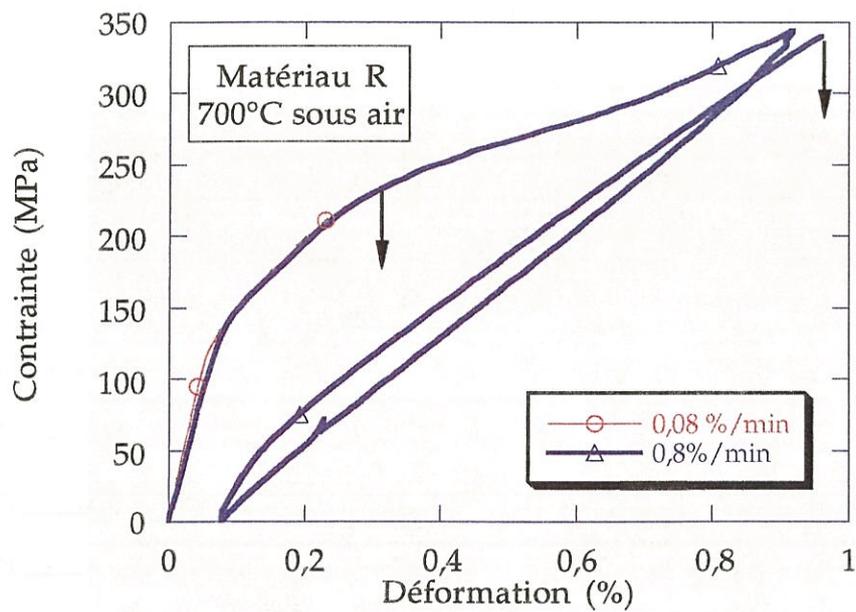


Fig. 2,23 : Traction à 700°C sous air à différentes vitesses de déformation longitudinale.

niveau de rupture est d'autant plus faible que la température est élevée ; il chute de 43 % à 1200°C et de 32 % à 850°C (Tableau F). Étant donnée que cette rupture prématurée n'a pas été observée à 1200°C sous argon, on l'attribue au changement d'environnement, donc à **l'oxydation**.

Ces résultats sont confortés par les travaux de Pluvinage qui a réalisé des **essais de traction à chaud sous air et sous argon**, sur des composites SiC/SiC [Pluvinage et al., 1993]. Il a montré que les effets de l'oxydation étaient beaucoup plus importants sous charge. À 900°C et à 1300°C, la déformation à la rupture est divisée par 2 sous air alors qu'elle augmente sous argon.

Les cinétiques d'oxydation dépendent de la température. À basse température, (450°C, 700°C) la progression de l'oxydation est sans doute trop lente pour avoir une influence sur le comportement macroscopique, au cours de l'essai qui dure 1 minute environ.

Si l'on attribue la rupture prématurée à l'oxydation, la vitesse de traction doit modifier le niveau de rupture du composite. Plusieurs essais ont été réalisés à 850°C et 700°C à une vitesse de déformation 10 fois plus lente (0,08 %/min). On montre que la rupture se produit d'autant plus tôt à 700°C que la vitesse de déformation est faible (fig. 2,23 et Tableau F). À cette température, il est donc important, en traction sous atmosphère oxydante, **d'associer les propriétés à la rupture à la vitesse de sollicitation de l'éprouvette**.

**L'influence du séquençage** par rapport à une interphase simple à 50 nm de PyC n'apparaît pas sur ces essais de traction à la rupture des composites 2D SiC/X/SiC. Les paramètres prépondérants sont la température qui modifie les cinétiques d'oxydation et à 700°C la vitesse de traction qui fixe le temps d'exposition à l'air de l'interphase de pyrocarbone.

Chapitre 2 : Comportement en traction des composites SiC/X/SiC et effet de l'environnement

Matériau	R	R	R	R	R	R	R	R	R	L	L	L	L	L
Nature de l'interphase X	PyC	PyC	PyC	PyC	PyC	PyC	PyC	PyC	PyC	(P/S)4	(P/S)4	(P/S)4	(P/S)4	(P/S)4
Épaisseur du PyC d'interphase (nm)	50	50	50	50	50	50	50	50	50	4x50	4x50	4x50	4x50	4x50
Nombre de strates	11	11	11	11	11	11	11	11	9	11	11	9	9	9
Densité apparente	2,55	2,49	2,33	2,34	2,52	2,64	2,62	2,64	2,64	2,62	2,66	2,66	2,64	2,64
Densité géométrique	2,27	2,35	2,13	2,09	2,35	2,38	2,47	2,38	2,38	2,47	2,39	2,39	2,38	2,38
Vf (%)	38,0	38,6	37,5	37,6	38,9	34,3	37,8	34,3	34,3	37,8	35,8	35,8	36,4	36,4
Vm (%)	49,4	47,3	42,9	43,2	47,7	48,2	44,1	48,2	48,2	44,1	47,5	47,5	46,2	46,2
porosité externe (%)	10,3	11,9	16,0	15,9	10,7	8,3	7,4	8,3	8,3	7,4	7,7	7,7	7,3	7,3
porosité interne (%)	2,3	2,2	3,6	3,3	2,7	9,2	10,7	9,2	9,2	10,7	9	9	10	10
Température (°C)	700	700	850	850	1200	450	700	450	450	700	850	850	1200	1200
Vitesse de traction (%/min)	0,08	0,8	0,08	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Loi des mélanges ; $E_m = 400$ GPa, $E_f = 190$ GPa	270	262	243	244	242	258	235	258	258	235	258	258	254	254
Module expérimental à TA (GPa)	215	216	175	168	192	?	213	?	?	213	220	220	222	222
Module à l'origine à HT (GPa)	210	181	156,5	165	165	215	212	215	215	212	220	220	196	196
Ecart exp/théorie (%)	20	17,5	30	31	14	20	9,4	20	20	9,4	17,2	17,2	14,4	14,4
Contrainte à rupture (MPa)	250	340	220	255	208	363	390	252	363	390	252	252	210	210
Déformation longitudinale à rupture (%)	0,55	0,96	0,5	0,43	0,28	1,16	1,09	0,38	1,16	1,09	0,38	0,38	0,3	0,3

Tableau F : Essais de traction à rupture des composites 2D SiC/X/SiC à hautes températures sous air.

TA : température ambiante

HT : Haute température

exp : expérimental

P/S : PyC/SiC

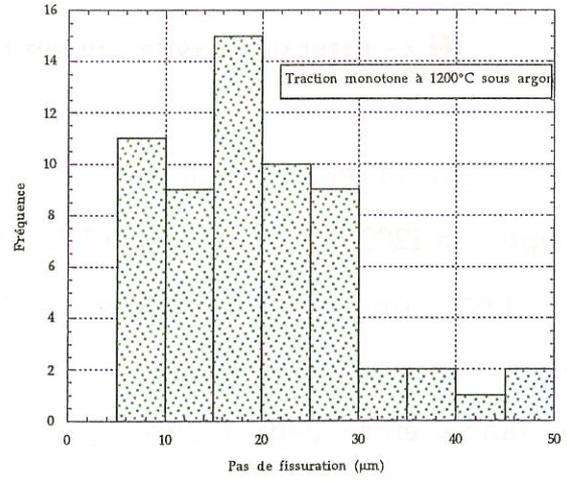
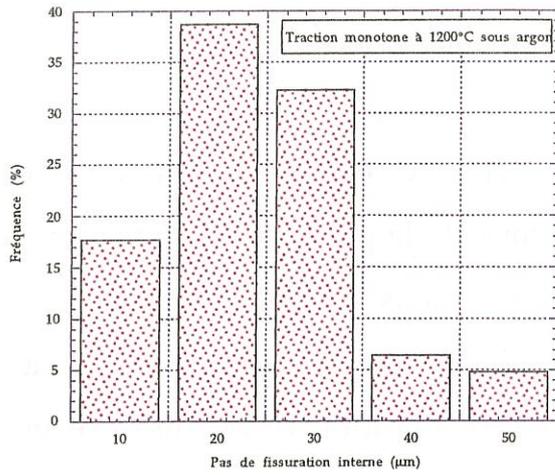
### III.2 - Effet de l'oxydation sur l'endommagement

On observe l'endommagement sur une éprouvette polie après rupture à 1200°C à 200 MPa et 0,3 %. On constate la présence de deux pics de fréquence du pas de fissuration. 20 % des fissures, distantes d'environ 1,1 mm, sont réparties de part et d'autre d'un toron transverse. 55 % des distances entre deux fissures oscillent entre 0,2 mm et 0,4 mm, ce qui correspond à la distance qui sépare deux angles de macropores. À température ambiante, ce taux de fissuration est observé sur des éprouvettes sollicitées à 0,08 %. À 0,3 % de déformation longitudinale, la distance inter-fissures est beaucoup plus faible et vaut 30  $\mu\text{m}$  [Guillaumat, 1994].

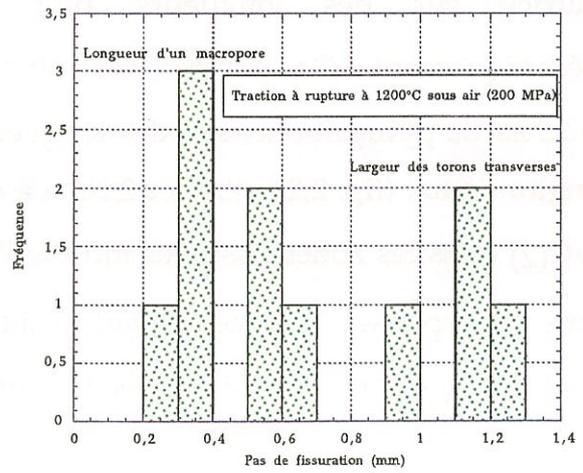
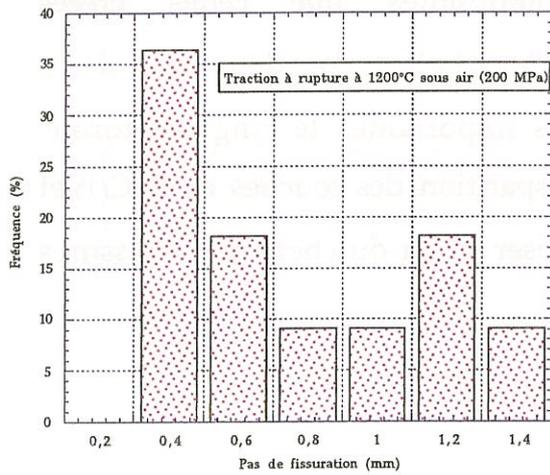
On constate donc un retard dans les phases d'endommagement contrairement à ce qui se produit à 1200°C sous argon (fig. 2,24 et 2,25). L'oxydation de l'interphase pourrait expliquer ce retard, car elle décharge la matrice sur des longueurs plus importantes que celles créées mécaniquement. On observe, en effet, l'oxydation des deux premières couches de pyrocarbone, sur des longueurs importantes le long des torons longitudinaux (fig. 2,26 ; 2,27 et 2,28). La disparition des couches de PyC(1) et PyC(2) dans les zones fissurées infirme l'observation du chemin des fissures dans l'interphase. Il est cependant visible que la fissure se propage le long des fibres qui sont en contact avec l'oxygène.

### Conclusion

Le **comportement en traction** à rupture des composites 2D SiC/X/SiC à température ambiante et à haute température sous argon et sous air n'est pas modifié de façon considérable par la nature de l'interphase X.



**Fig. 2,24 : Histogramme des pas de fissuration des échantillons après traction monotone à la rupture à 1200°C sous argon .**



**Fig. 2,25 : Histogramme des pas de fissuration des échantillons après traction monotone à la rupture à 1200°C sous air .**

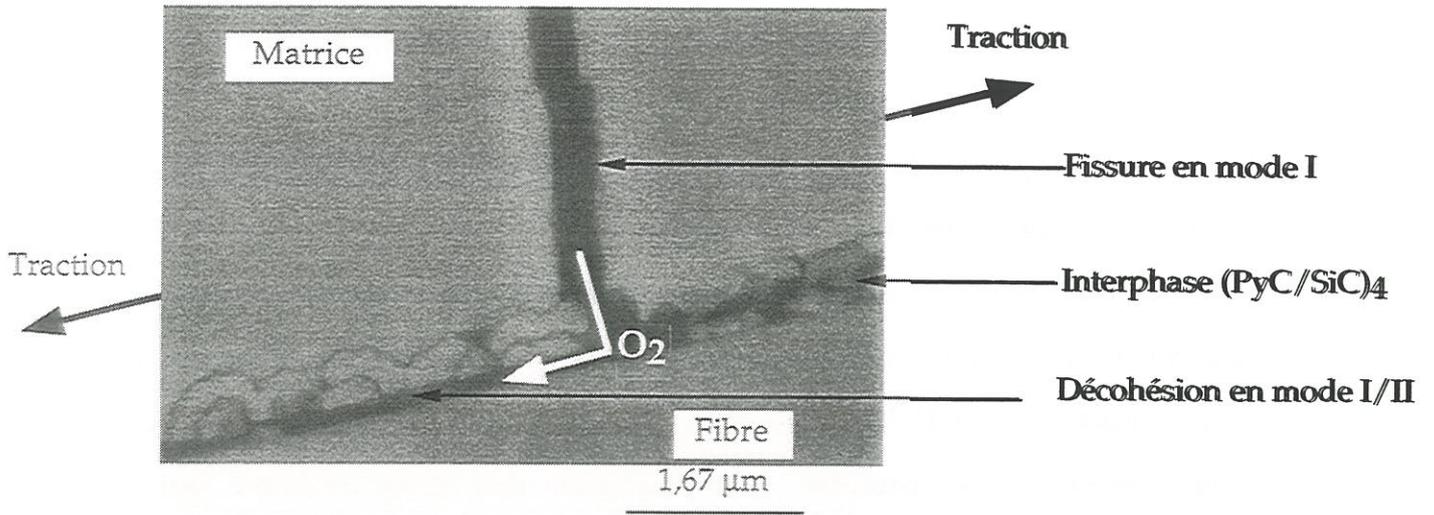


Fig. 2,26 : Micrographies d'éprouvettes après essais de traction à 850°C sous air.

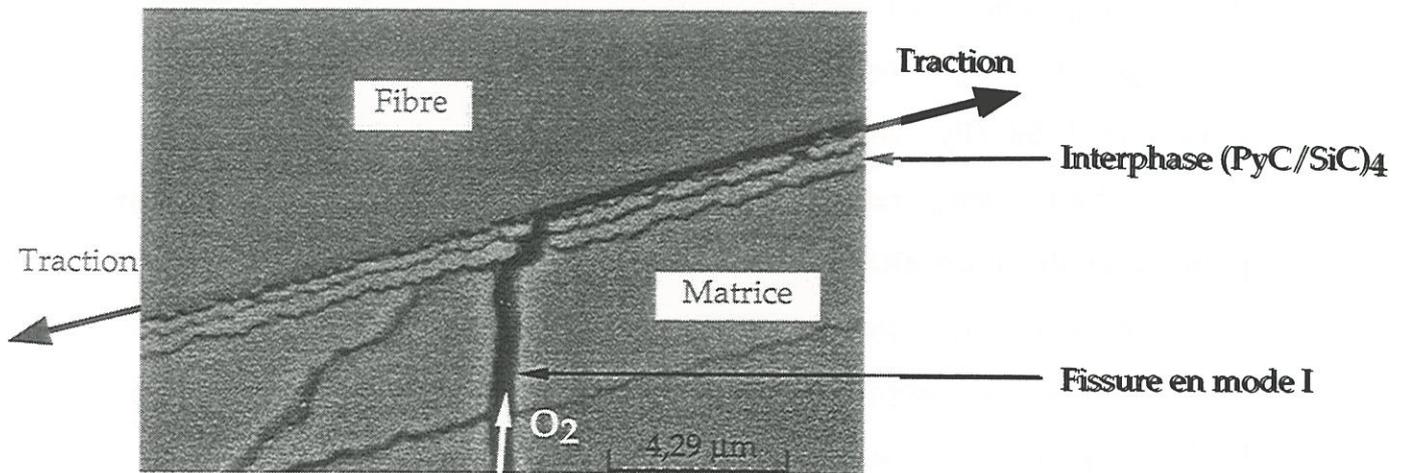


Fig. 2,27 : Micrographies d'éprouvettes après essais de traction à 850°C sous air.

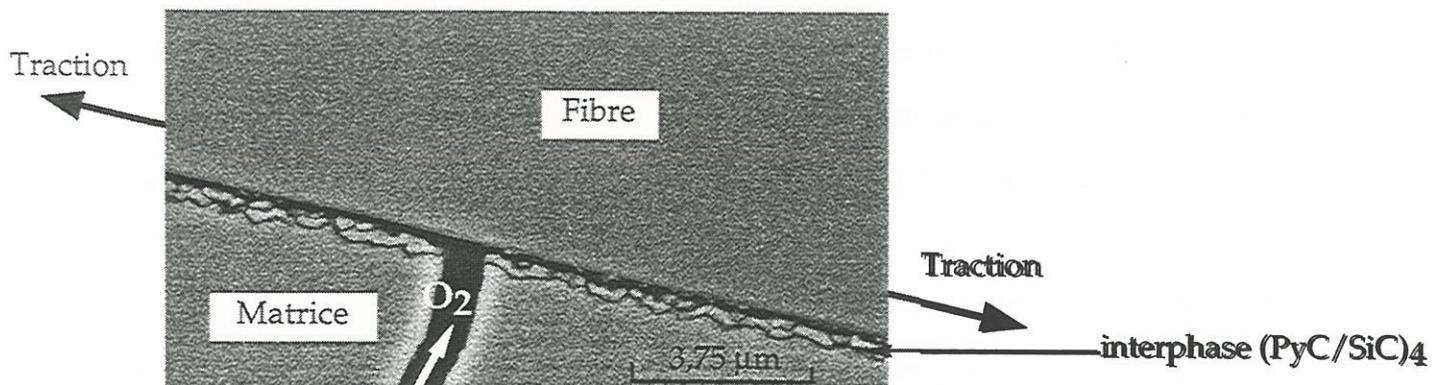


Fig. 2,28 : Micrographies d'éprouvettes après essais de traction à 1200°C sous air.

En revanche, l'épaisseur d'une couche élémentaire de PyC dans la séquence modifie **la contrainte de cisaillement interfacial**.

Le séquençage permet la **déviation multiple** des fissures, mais **la décohésion finale se propage contre les fibres longitudinales**.

Le comportement à la rupture du composite 2D à interphase séquencée en traction est **peu affecté par la température sous argon** (au moins jusqu'à  $\approx 1200^\circ\text{C}$ ). Les effets observés sont principalement des phénomènes de déformation visco-plastiques des fibres Nicalon qui se produisent lorsque le matériau est fissuré ; ces phénomènes qui dépendent du temps n'ont qu'une faible incidence sur la courbe de traction, car les durées d'exposition des fibres sont faibles. La courbe de traction à  $1200^\circ\text{C}$  sous argon du composite à interphase  $(\text{PyC}/\text{SiC})_4$  est identique à celle d'un composite 2D SiC/PyC 200 nm/SiC.

À haute température sous air, l'oxydation entraîne **la rupture prématurée du composite**.

Ces essais ont permis de vérifier **l'influence de la vitesse de sollicitation** sur les propriétés à la rupture à haute température sous air à faible température et sous argon, alors qu'à température ambiante le comportement est indépendant de la vitesse de déformation de l'éprouvette [Guillaumat, 1994].

Le temps est un facteur important en oxydation et les essais de traction monotone jusqu'à rupture ne sont pas toujours adaptés pour caractériser les mécanismes d'oxydation. En effet, il est difficile de découpler les mécanismes d'oxydation des mécanismes d'endommagement purement dus au chargement. En réalisant des essais de vieillissement sous charge constante, i.e. en fatigue statique, on s'affranchit du deuxième paramètre, figeant la contrainte de maintien au cours du temps.

D'autre part, l'apport de l'interphase séquencée n'est pas prouvé lors

d'essais de traction dans un environnement sévère. Cela ne préjuge en rien des performances du composite SiC/X/SiC lors d'un maintien sous charge constante, en traction dans les mêmes conditions d'environnement, comme nous le verrons au prochain chapitre.



## *CHAPITRE 3*



## CHAPITRE 3 : FATIGUE STATIQUE SOUS ATMOSPHERE OXYDANTE

<b>Introduction.....</b>	<b>53</b>
<b>I - Effet de l'environnement oxydant sur le composite SiC/PyC/SiC.....</b>	<b>54</b>
I.1 - Les fibres.....	54
I.2 - La matrice et l'interphase SiC CVI.....	56
I.3 - Le composite.....	56
<b>II - Résultats des essais de fatigue statique à haute température sous</b>	
<b>air .....</b>	<b>58</b>
II.1 - Description du comportement en fatigue statique.....	59
II.2 - Influence des paramètres d'essai et de la nature de	
l'interphase .....	61
II.3 - Les observations morphologiques et analyses physico-	
chimiques .....	61
II.31 - Observations morphologiques.....	66
II.32 - Analyses physico-chimiques.....	67
II.33 - Fissuration.....	68
<b>III - Mécanismes d'évolution.....</b>	<b>70</b>
III.1 - Phase I.....	70
III.2 - Phase II.....	81
<b>Conclusion.....</b>	<b>85</b>
<b>Annexe .....</b>	<b>88</b>



## INTRODUCTION

De nombreux essais de fatigue statique ont été réalisés à 700°C, 850°C et 1200°C sous air, à des niveaux de contraintes compris entre 40 MPa et 140 MPa, selon le mode expérimental présenté au chapitre 1.

L'exploitation de ces essais permet de mettre en évidence les évolutions des **matériaux L** à interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub> et **R** à interphase simple de PyC (50 nm) sous charge constante au cours du temps. En fonction des paramètres d'essais, le comportement peut être décomposé en une ou deux phase(s), notées *phase I et II*.

Les **effets d'un environnement oxydant** sur les composites SiC/SiC et leurs constituants, sous charge constante ou nulle, ont déjà fait l'objet de plusieurs études qui sont rappelées dans le **premier paragraphe**.

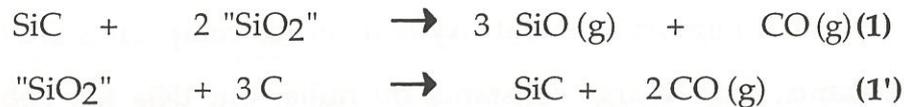
Le **deuxième paragraphe** de ce chapitre présente les résultats des essais de fatigue statique sous air dans des conditions de **température, de contrainte et d'endommagement initial** variables. La comparaison des comportements des matériaux L, R et S permet de mettre en évidence certaines différences induites par le **changement d'interphase**.

L'interprétation et la **discussion** des évolutions en phase I et II font l'objet du **troisième paragraphe**. L'influence des différents paramètres d'essais ( $T$ ,  $\varepsilon_{\text{endo}}$ ,  $\sigma_m$ , ...) et de la nature de l'interphase est analysée.

## I - Effet de l'environnement oxydant sur le composite SiC/PyC/SiC

### I.1 - Les fibres

Lesniewski et Bunsell ont étudié l'évolution des caractéristiques des fibres Nicalon sous atmosphère oxydante avec des longueurs de jauge de 220mm. Ils montrent que les propriétés mécaniques sont peu modifiées jusqu'à 1200°C sous air [Lesniewski et Bunsell, 1990]. La dégradation des fibres à haute température sous argon se traduit par une perte de masse en analyse thermogravimétrique. Elle s'explique par un dégagement gazeux sous forme de CO et CO<sub>2</sub>.



Les équations étant écrites en supposant que l'oxygène de la fibre est présent sous forme de silice (alors qu'il l'est, dans les faits, sous forme d'oxycarbure de silicium).

Jaskowiack et Di Carlo ont montré qu'à des températures supérieures à 1200°C, ces réactions entraînent, dans un premier temps, l'extension des défauts de surface préexistants et donc une diminution sensible de la contrainte à rupture [Jaskowiack et Di Carlo, 1989]. L'appauvrissement en oxygène de la phase d'oxycarbure amorphe SiC<sub>x</sub>O<sub>y</sub>, peut entraîner le grossissement des grains de SiC [Le Costumer et al., 1990], qui font chuter de manière irréversible les caractéristiques de la fibre.

La coalescence (et donc la croissance) des cristaux de SiC est bloquée par la présence d'oxygène dans les joints de grains sous forme de tétraèdres SiC<sub>x</sub>O<sub>y</sub>. La stabilité structurale de la fibre est contrôlée par la décomposition de cette phase intergranulaire [Huger, 1992].

Outre ce problème d'instabilité thermique, la fibre est également susceptible de s'oxyder en présence d'oxygène à une température supérieure à 600°C [Filipuzzi, 1991] :



Les travaux de Filipuzzi menés sous air et sous oxygène entre 800°C et 1500°C, montrent que les cinétiques réactionnelles suivent une loi parabolique en dessous de 1200°C. Dans un premier temps, la couche de silice formée en surface, limite les dégagements de monoxyde de carbone et la transformation chimique de la fibre, ce qui préserve ses caractéristiques mécaniques jusque vers 1000°C [Pluvinage et al. 1991] - 1200°C [Raghuraman et al., 1995]. La fragilité s'accroît avec l'épaisseur de SiO<sub>2</sub>. Au delà de 1200°C, divers facteurs, tels que l'instabilité microstructurale de la fibre, la transformation de la silice vitreuse en cristobalite, la formation de fissures dans la couche de silice [Huger, 1992], ne permettent plus de suivre une loi parabolique.

L'énergie d'activation (69 - 77 kJ/mol) de la fibre Nicalon est plus faible que celle du SiC pur [Filipuzzi, 1991].

Ainsi, la fibre Nicalon NLM 202 est très sensible à l'environnement et se dégrade à partir de 1000°C-1200°C, ce qui constitue un point faible pour les matériaux 2D SiC/SiC destinés aux hautes températures.

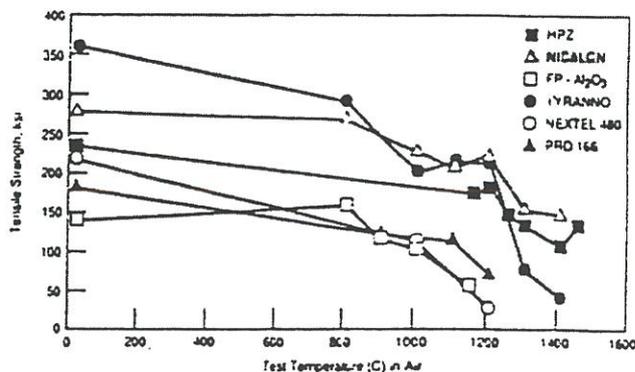
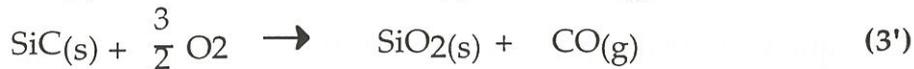


Fig. 3,0 : Influence de la température sur la contrainte à la rupture en tension

de fibres céramiques [Courtright, 1991]

### I.2 - La matrice et l'interphase SiC CVI

De par sa structure cristallisée et sa composition chimique proche du SiC pur, la matrice est beaucoup plus stable en température que les fibres. Aucune évolution microstructurale n'a été observée en dessous de 1200°C [Huger, 1992]. Le SiC CVI (dans la matrice et dans l'interphase) s'oxyde en milieu oxygéné en formant une couche de silice **passivante** [Filipuzzi, 1991] .



La faible vitesse des réactions à des températures modérées lui confère une bonne résistance à l'oxydation sous air et sous oxygène sec. Les cinétiques suivent une loi parabolique en dessous de 1200°C.

Lorsque la pression partielle d'oxygène est trop faible, l'oxydation du SiC devient active, et les produits des réactions sont volatils. Vaughn et Moachs, puis Schneider ont montré les différents domaines de températures et de pressions partielles d'O<sub>2</sub>, pour lesquels l'oxydation est passive ou active (fig. 3,1) [Vaughn et Moachs 1990] [Schneider, 1995]. Les conditions d'essais choisies dans la présente étude placent l'**oxydation du SiC en zone passive**.

### I.3 - Le composite

Dans un premier temps, les 2D SiC/SiC n'étaient pas revêtus d'un "seal-coat" après l'usinage. Ces **SiC/SiC non protégés** ont fait l'objet de nombreuses études et en particulier sous atmosphère oxydante. Les effets d'un tel environnement ont été initialement mis en évidence lors de

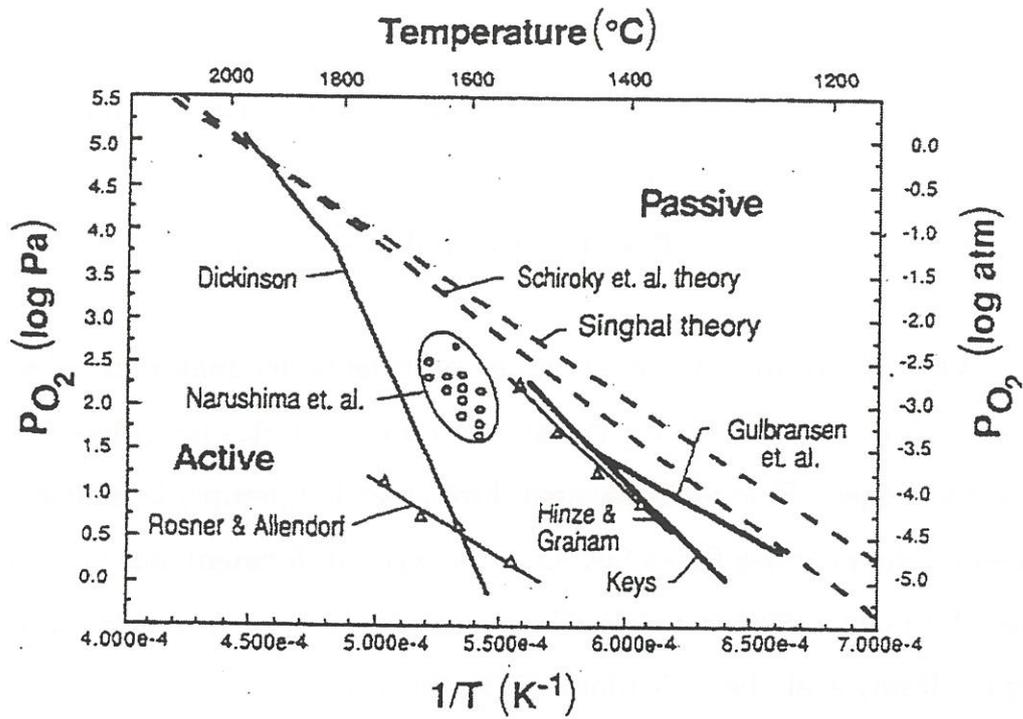


Fig. 3, 1 : Domaines de températures et de pressions partielles d'oxygène correspondant aux régimes d'oxydation du SiC d'après [Vaughn et Moahs, 1990].

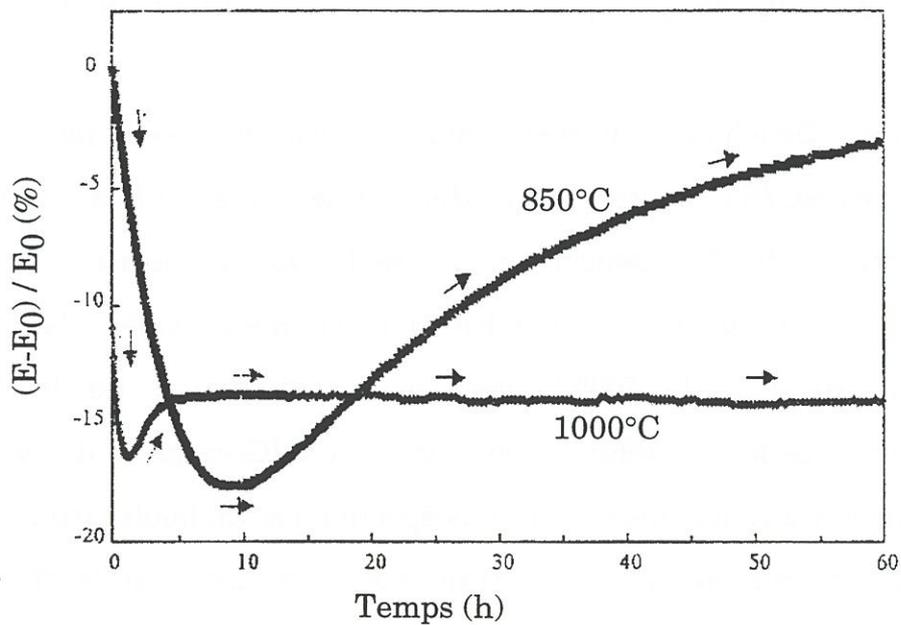


Fig. 3, 2 : Evolution de la rigidité d'un SiC/SiC à chaud sous atmosphère oxydante, d'après [Cutard, 1993].

vieillessement sous charge sous air. Les éprouvettes vieilles ont été observées en microscopie [Cojean et al., 1992] ou testées mécaniquement à température ambiante [Frety et al., 1992], [Filipuzzi, 1991].

On observe une dégradation des propriétés des matériaux dès 600°C, qui est due à l'oxydation du pyrocarbone au niveau des interphases usinées et non protégées. Si le vieillissement dure assez longtemps, la matrice de SiC et essentiellement les fibres Si-C-O qui s'oxydent, forment des bouchons de silice [Filipuzzi, 1991] (fig. 3,1). Ce colmatage protège le matériau mais le fragilise [Frety et al., 1992], [Cutard, 1993] (fig. 3,2).

Grâce au **revêtement de SiC** déposé après usinage des éprouvettes, le vieillissement du matériau non endommagé non chargé, n'a aucun effet sur son comportement. Il est insensible à l'oxydation. Il faut alors appliquer au matériau une contrainte suffisante pour créer de nouvelles fissures et permettre l'accès de l'oxygène jusqu'à l'interphase [Raghuraman et al., 1994].

En 1982, Dauchier et al. mentionnaient déjà des **essais de flexion à chaud** sur des SiC/SiC mettant en évidence une chute de la résistance en flexion à partir de 1000°C [Dauchier et al., 1982]. Avec des essais mécaniques similaires, Gomina et al. ont montré que les mécanismes de rupture changeaient au delà de 700°C avec une rigidification de la liaison fibre/matrice et de faibles déformations à la rupture [Gomina et al., 1992]. Les essais de flexion à chaud nécessitent des éprouvettes de faibles dimensions. Cependant, l'interprétation de ces essais n'est pas aisée, car le champ de contraintes est complexe [Abbé, 1990] et peut être perturbé par du cisaillement interlaminaire [Gomina et al., 1992].

La fragilisation du composite mise en évidence au chapitre 2 en

traction à haute température sous air dès 850°C a également été observée par Pluvinage [Pluvinage, 1993] et par Jenkins et al. à 1000°C [Jenkins et al., 1994].

Des essais de **fatigue cycliques à chaud** ont aussi été réalisés [Elahi et al., 1994], [Evans et al., 1995]. Ils ont surtout montré que les **effets de l'environnement étaient prédominants sur les effets de fatigue**. Ainsi, d'une part les durées de vie en fatigue sont beaucoup plus grandes à l'ambiante qu'à haute température. Elles sont, d'autre part, sensiblement égales sous **chargements statiques et cycliques** à des contraintes maximales similaires [Carrère, 1996].

## II - Résultats des essais de fatigue statique à haute température sous air

Les **paramètres qui caractérisent l'évolution** du matériau au cours du temps lors de ces essais sont rappelés (cf. chapitre 1) :

- \* le module d'élasticité (partie linéaire supérieure et inférieure des cycles d'hystérésis, chapitre 1),  $E(t)$ , et la variable d'endommagement  $D$
- \* l'aire des cycles d'hystérésis,  $S(t)$ ,
- \* l'émission acoustique,  $EA(t)$ ,
- \* la déformation longitudinale totale du matériau,  $\varepsilon(t)$ ,
- \* la déformation résiduelle,  $\varepsilon_{res}(t)$ ,

On notera :

- $\dot{E}$ , la vitesse d'endommagement au cours du temps,
- $\dot{S}$ , la vitesse d'évolution de l'aire des cycles,
- $\dot{\varepsilon}$  et  $\dot{\varepsilon}_{res}$ , les vitesses de déformation totale et résiduelle.

Les **paramètres d'essais** qui peuvent **influencer l'évolution** du matériau en fatigue statique sous air sont :

- \*  $T$  : la température (700°C, 850°C et 1200°C) ;

\*  $\epsilon_{\text{endo}}$  : la déformation appliquée à l'éprouvette pour créer un endommagement initial avant l'essai de fatigue statique ; cette variable modifie le taux et le mode de fissuration ;

\*  $\sigma_m$  : la contrainte de maintien en fatigue statique qui modifie l'ouverture des fissures ;

\* la nature de l'interphase X des matériaux 2D SiC/X/SiC avec X= (PyC/SiC)<sub>4</sub> pour le matériau L, X = PyC(50 nm) pour le matériau R et X = PyC<sub>200 nm</sub> pour le matériau S.

L'influence de chacun de ces paramètres est examinée dans cette étude.

## II. 1 - Description du comportement en fatigue statique

### Trois évolutions

Au cours de la fatigue statique, qui commence dès la mise en charge de l'éprouvette, on distingue 3 types d'évolution du composite SiC/X/SiC au cours du temps .

- Évolution de type 1 : On observe **une seule phase (phase I)** au cours de laquelle la dégradation rapide des propriétés du matériau conduit systématiquement à la **rupture** (fig. 3,3).

- Évolution de type 2 : La rupture du matériau n'a pas lieu en phase I et un comportement en **2 phases** est observé (fig. 3,4). La rigidité du composite  $E_{\text{mini}}^I$  à la fin de la phase I est proche de celle des torons longitudinaux :

$$E_{\text{mini}}^I \approx \frac{1}{2} E_f V_f \quad (4)$$

où :

$E_f$  est

le module de la fibre,

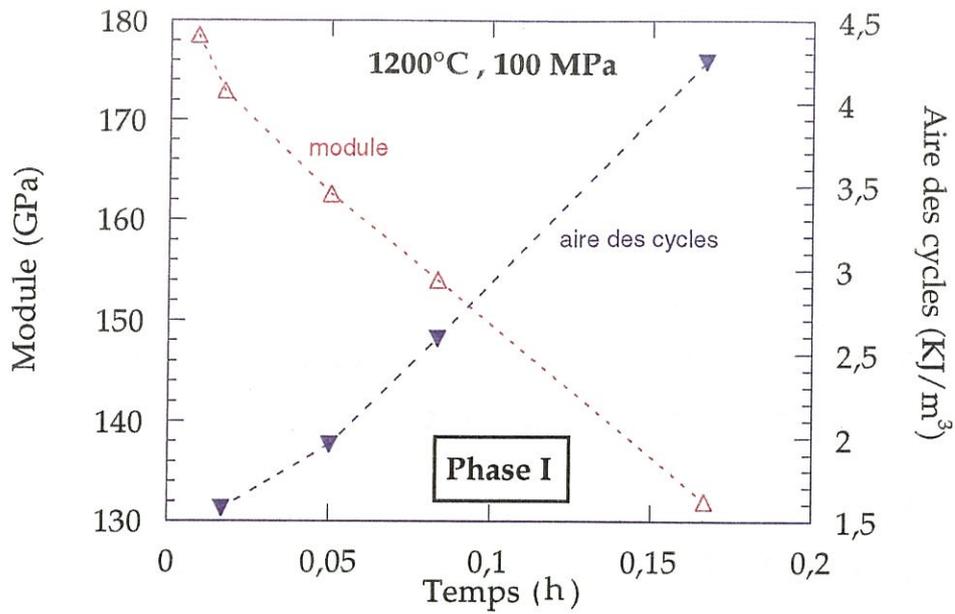


Fig. 3,3 : Courbe module-temps décrivant l'évolution de type 1, Rupture en phase I.

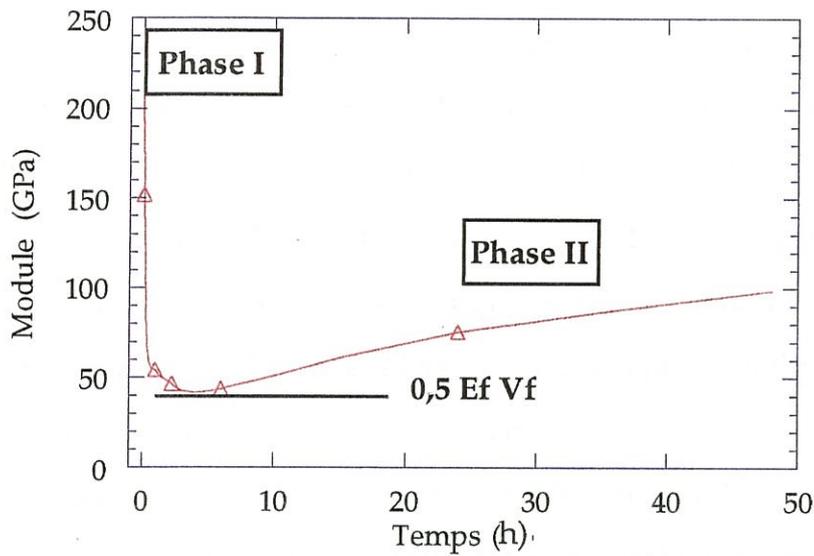


Fig. 3,4 : Courbe module-temps décrivant l'évolution de type 2,  $E_{min} \leq 0,5 E_f V_f$ .

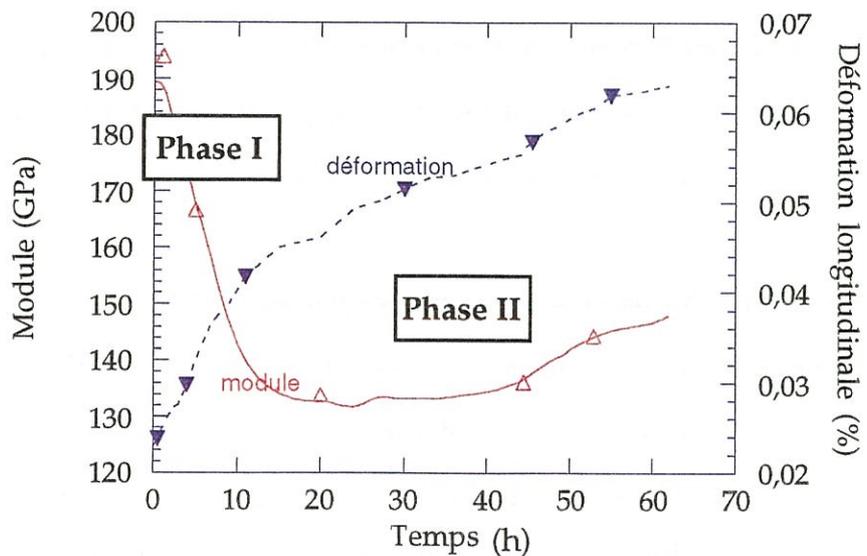


Fig. 3,5 : Courbe module-temps décrivant l'évolution de type 3,  $E_{min} > 0,5 E_f V_f$ .

$V_f$  est la fraction volumique de fibres dans le composite.

- **Évolution de type 3** : Il s'agit également d'un comportement en 2 phases, mais les propriétés de l'éprouvette diminuent jusqu'à une valeur minimale supérieure à  $\frac{1}{2} E_f V_f$  (fig. 3,5). La rigidité du composite à la fin de la phase I est :

$$E_{\text{mini}}^I > \frac{1}{2} E_f V_f \quad (5)$$

Ce résultat est en accord avec les travaux de Cutard [Cutard, 1993] (fig. 3,2).

### *Cartes d'endommagement*

La figure 3.6 présente les différents domaines de température ( $T_{\text{maximale}} = 1200^\circ\text{C}$ ) et de contrainte, pour lesquels l'évolution des matériaux L (fig. 3,6a) ou R (fig. 3,6b) est de type 1, 2 ou 3.

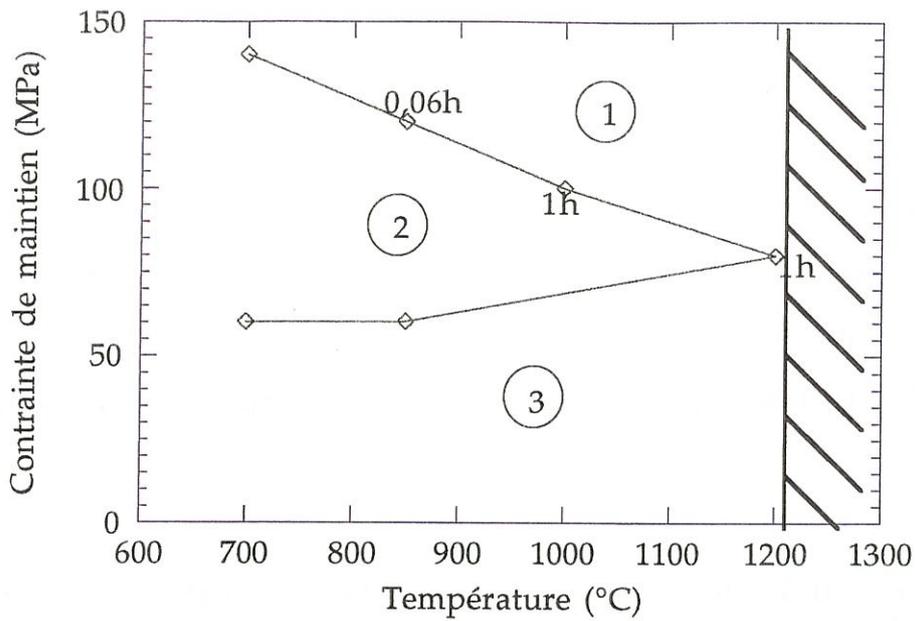
Avec le **matériau R**, la rupture se produit en phase I pour une contrainte appliquée supérieure ou égale à 60 MPa. L'évolution en deux phases de type 3 n'est observée qu'à un niveau de contrainte très faible (40 MPa), sur le matériau pré-endommagé. Le module minimum est alors de 100 GPa et le temps de transition est autour de 10 heures. **Aucune évolution de type 2 n'est observée.**

Le **matériau L** peut évoluer en une phase ou en deux phases, selon le niveau de contrainte et de température appliqué. Les durées de vie les plus longues sont obtenues lors des évolutions de type 3.

### *Evolution des variables durant les phases I et II*

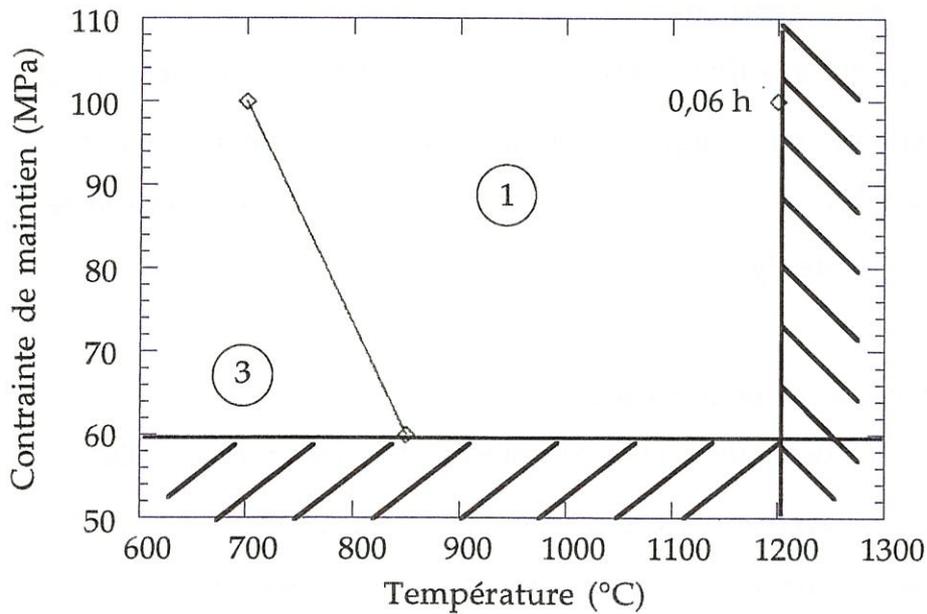
Dans la phase I, les **déformations** longitudinales totale et résiduelle (L et R) sont des fonctions du temps **linéaires et croissantes**.

La **surface des cycles augmente** quasi proportionnellement au temps lorsque le pré-endommagement est créé sous une déformation  $\varepsilon_{\text{endo}} =$



- 1 : rupture en phase I
- 2 :  $E_{mini} \leq 0,5 E_f V_f$
- 3 :  $E_{mini} < 0,5 E_f V_f$

**Fig. 3.6a : Cartographie des trois types d'évolution en fatigue statique sous atmosphère oxydante du matériau L en fonction de la température et de la contrainte de maintien.**



**Fig. 3.6b : Types d'évolution en fatigue statique sous atmosphère oxydante du matériau R en fonction de la température et de la contrainte de maintien.**

0,06%, car l'aire du cycle à l'instant initial est presque nulle.

À 1200°C et 1000 °C, la **rigidité** du matériau L est une fonction **décroissante exponentielle** du temps :  $E = E_0 \exp(-at)$ , (le coefficient  $a$  apparaît dans le tableau A1), alors qu'elle est linéaire décroissante à plus basse température .

L'**émission acoustique** en nombre de coups cumulés est en constante augmentation.

En **phase II**, les tendances s'inversent. La déformation totale reste constante au cours du vieillissement, et la déformation résiduelle augmente très lentement (fonction logarithmique du temps). Le module de rigidité croît quasi-linéairement et la surface des cycles diminue. L'émission acoustique est stoppée.

## II. 2 - Influence des paramètres d'essai et de la nature de l'interphase

On examine l'influence de la température ( $T$ ), de la contrainte de maintien ( $\sigma_m$ ) et de la déformation d'endommagement initial ( $\varepsilon_{\text{endo}}$ ) sur le comportement en fatigue statique sous atmosphère oxydante des matériaux 2D SiC/X/SiC à interphase séquencée  $X = (\text{PyC}/\text{SiC})_4$  et à interphase simple de PyC.

### *Influence de la température*

$\varepsilon_{\text{endo}}$  est fixé à 0,06 % et la contrainte de maintien est de 100 MPa. Les températures d'essais sont : 700°C, 850°C, 1000°C et 1200°C.

Les vitesses de variation des propriétés des matériaux L et D sont mesurées pour chaque essai. Les résultats sont rassemblés dans les tableaux A1 et A2. Les figures 3,7 à 3,15 présentent l'évolution du module sécant, de l'émission acoustique, de l'aire des cycles et des déformations totale et

Matériau	T (°C)	$\dot{E}$ (GPa/h)	$\dot{S}$ (kJ/m <sup>3</sup> h)	$\dot{\epsilon}$ (%/h)	$\dot{\epsilon}_{res}$ (%/h)
D	1200	= $E_{Oeat}$ a = -0,5	/		
	1200	a = -0,5	16	0,24	0,13
	1000	a = -1,7	13,5	0,21	0,04
L	850	-298	14,7	0,3/0,22/0,14 (0,186)*	0,012/0,037/0,054/0,046 (0,037)
	700	-73	7,1	0,1	0,009
R	700	-4,63	0,19	0,0029	0,004
	850	-43	3,15	0,022	0,0044
	1200	-476	53	0,23	0,048

Tableau A1 : phase I

Matériau	T (°C)	$\dot{E}$ (GPa/h)	$\dot{S}$ (kJ/m <sup>3</sup> h)	$\dot{\epsilon}$ (%/h)	$\dot{\epsilon}_{res}$ (%/h)
L	700	+0,12	-0,12	0,001	0,0013
	850	+1,5	-0,6	0,0015	0,05 log t
	1000°C	/	/	/	/
	1200°C	/	/	/	/

Tableau A2 : phase II

Tableau A 1 et A2 : Influence de la température sur le comportement en fatigue statique sous atmosphère oxydante à 100 MPa sans endommagement initial, lors de la phase I (A1) et lors de la phase II (A2).

\* Valeur moyenne entre parenthèses

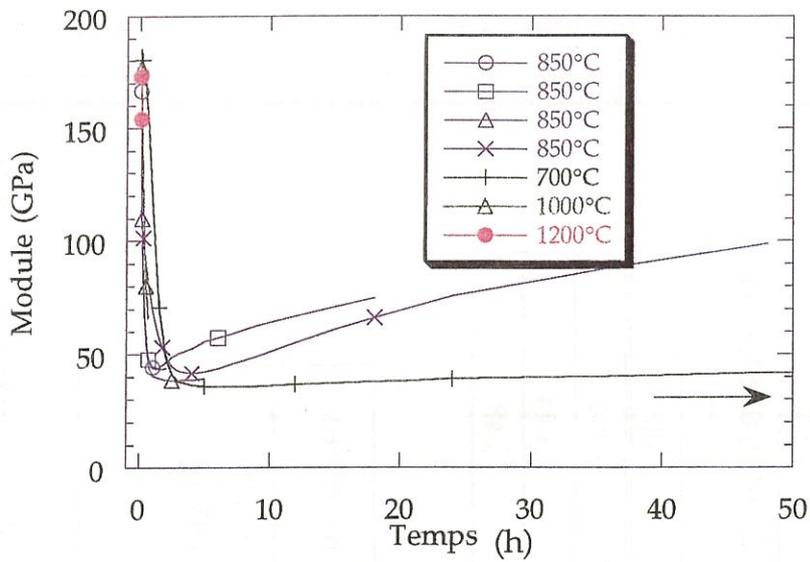


Fig. 3,7 : Variation du module au cours du vieillissement sous charge à 100 MPa, (matériau L).

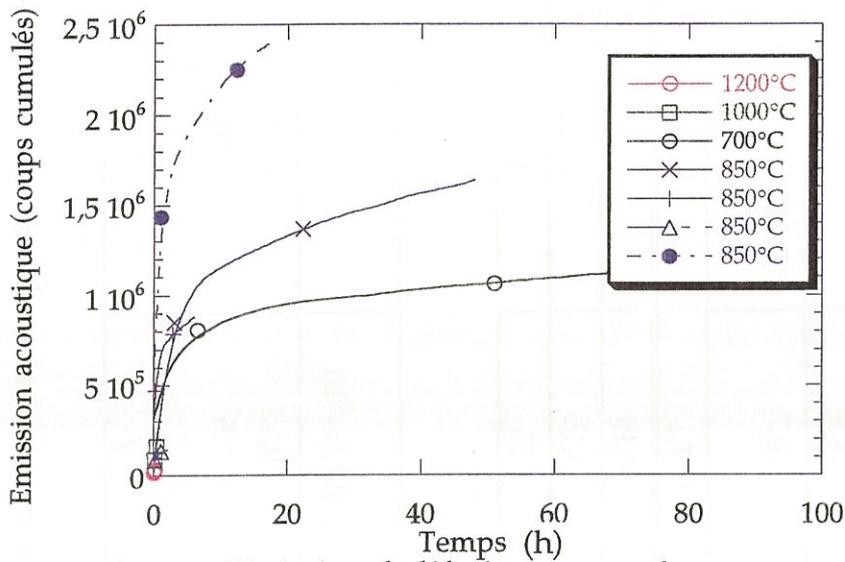


Fig. 3,8 : Variation de l'émission acoustique au cours du vieillissement sous charge à 100 MPa, (matériau L).

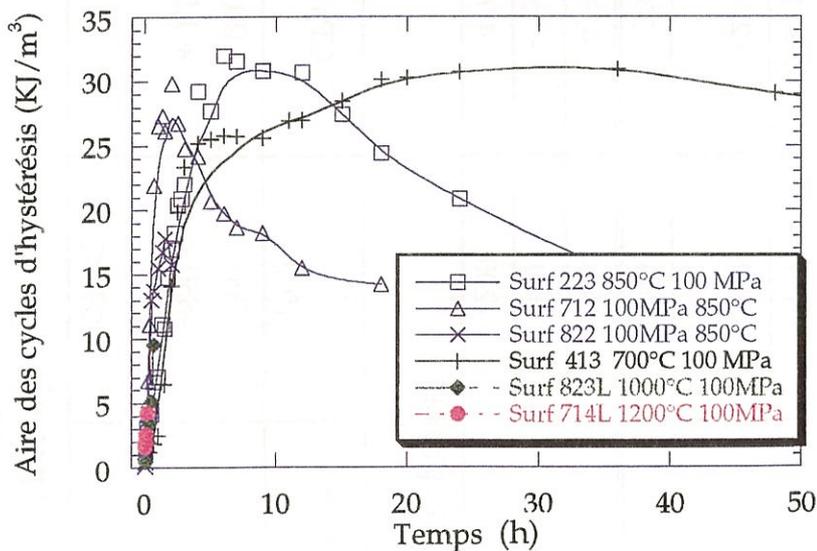
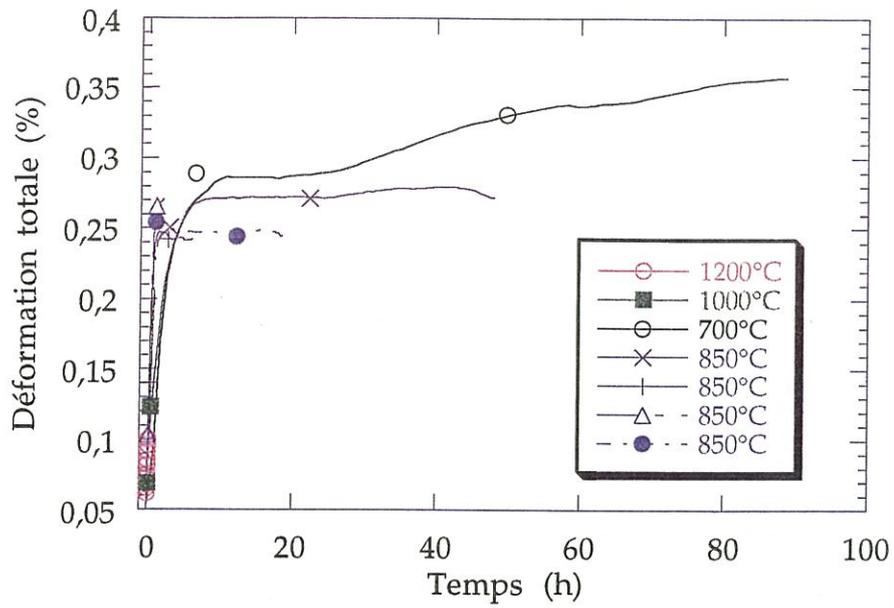
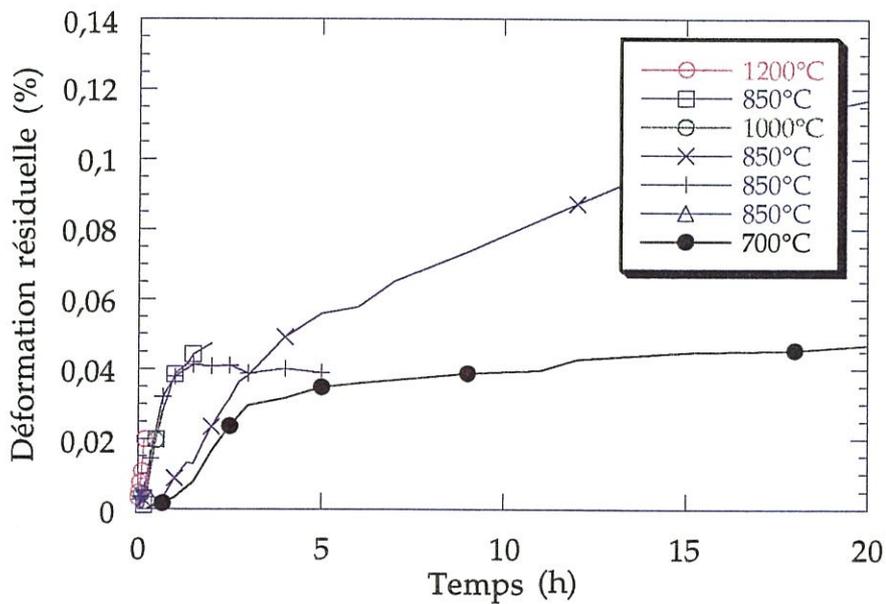


Fig. 3,9 : Variation de l'aire des cycles d'hystérésis au cours du vieillissement sous charge à 100 MPa, (matériau L).



**Fig. 3,10 : Influence de la température sur l'évolution de la déformation longitudinale totale au cours du temps, (matériau L).**



**Fig. 3,11 : Influence de la température sur l'évolution de la déformation résiduelle au cours du temps, (matériau L).**



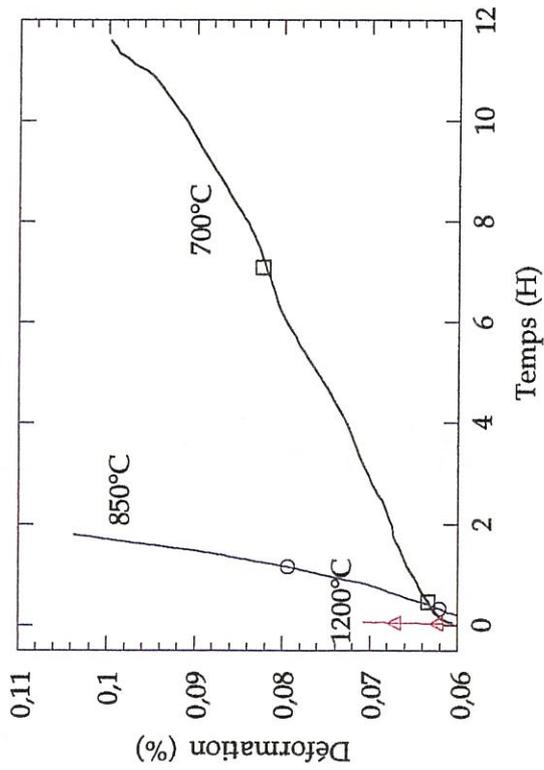


Fig. 3,12 : Influence de la température sur l'évolution de la déformation longitudinale totale au cours du temps, (Matériau R).

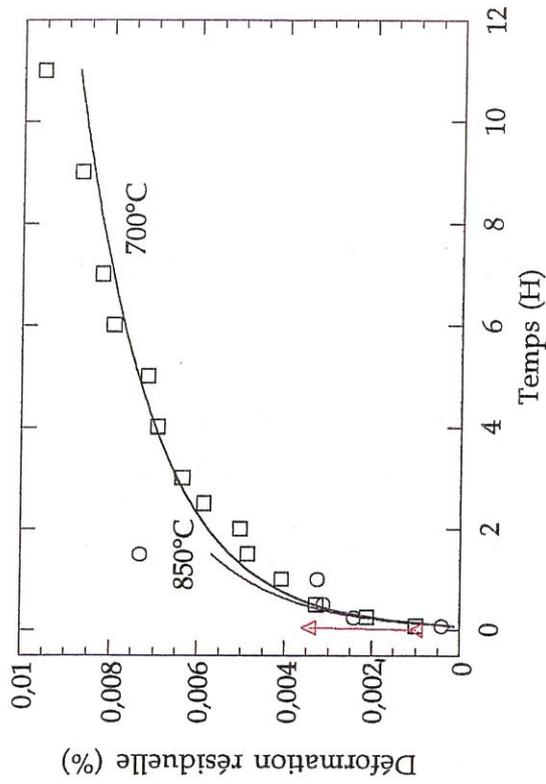


Fig. 3,13 : Influence de la température sur l'évolution de la déformation résiduelle au cours du temps, (Matériau R).

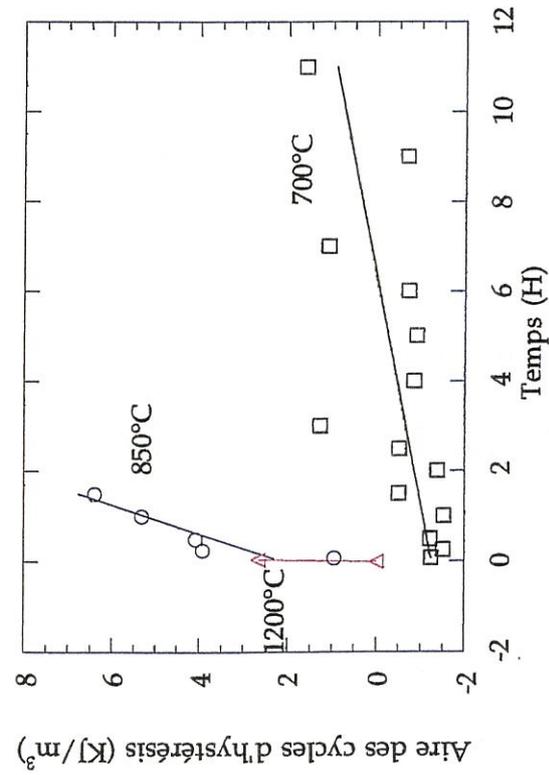


Fig. 3,14 : Influence de la température sur l'évolution de l'aire des cycles au cours du temps, (Matériau R).

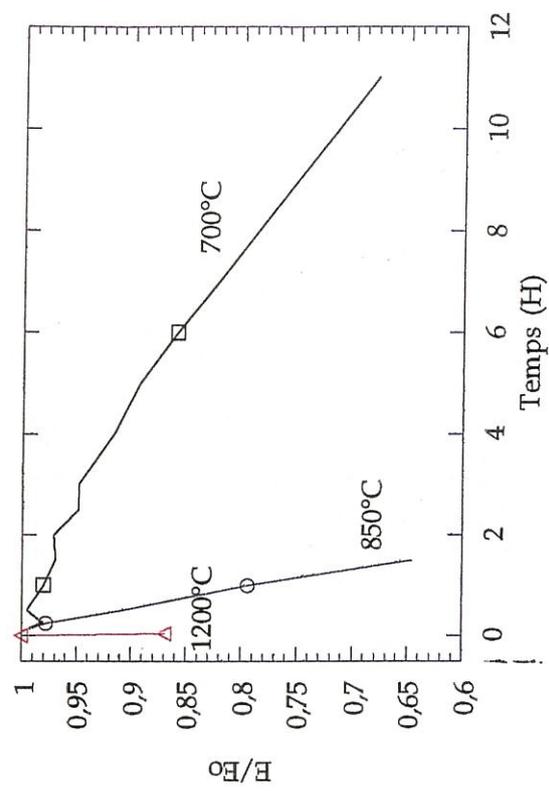


Fig. 3,15 : Influence de la température sur l'évolution de l'endommagement au cours du temps, (Matériau R).



résiduelle au cours du temps à différentes températures.

Dans la phase I, les **caractéristiques mécaniques de L et R évoluent d'autant plus vite que la température est élevée**. De 700°C à 1200°C, la vitesse de déformation résiduelle est multipliée par 10. L'accroissement de l'aire des cycles est beaucoup plus lent à 700°C (R et L) et 850°C (R) qu'à haute température (1000°C et 1200°C) (facteur 5 pour L et 300 pour R). Le **matériau R est plus sensible à la température (dès 700°C) que le matériau L** (figures 3,16 et 3,17). Les vitesses d'évolution des propriétés de R sont supérieures à celles de L en phase I.

Dans la **phase II**, seul le matériau L à faible température (700°C et 850°C) a pu être étudié à 100 MPa. Dans ces conditions, la rupture du matériau R se produit en phase I. Les vitesses de déformation totale et résiduelle sont peu sensibles à la variation de la température en phase II. Par contre, entre 700°C et 850°C, la vitesse de  $\dot{S}$  diminue (facteur 50) et  $\dot{E}$  augmente (facteur 10).

#### *Influence de la contrainte appliquée ( $\sigma_m$ )*

Pour chaque température (1200°C, 850°C et 700°C) et pour  $\varepsilon_{\text{endo}}=0,06\%$ , les matériaux L et R sont sollicités sous charge constante à une contrainte  $\sigma_m$  variant entre 40 MPa et 140 MPa maximum, par incrément de 20 MPa. Parfois, la contrainte de maintien est inférieure à la limite de linéarité, mais le matériau peut évoluer car il est pré-endommagé au delà de la zone de déformation élastique. La valeur de 140 MPa constitue la limite supérieure, obtenue à 700°C, pour laquelle la durée de vie de l'éprouvette tend vers zéro. L'influence de la contrainte  $\sigma_m$  pour chaque température est ainsi étudiée.

Les résultats des essais de fatigue statique à 700°C, 850°C et 1200°C sont présentés aux tableaux B, C et D et aux figures 3,18 à 3,25 qui présentent les courbes d'évolution des propriétés E, S,  $\varepsilon$  et  $\varepsilon_{\text{res}}$  au cours du temps pour

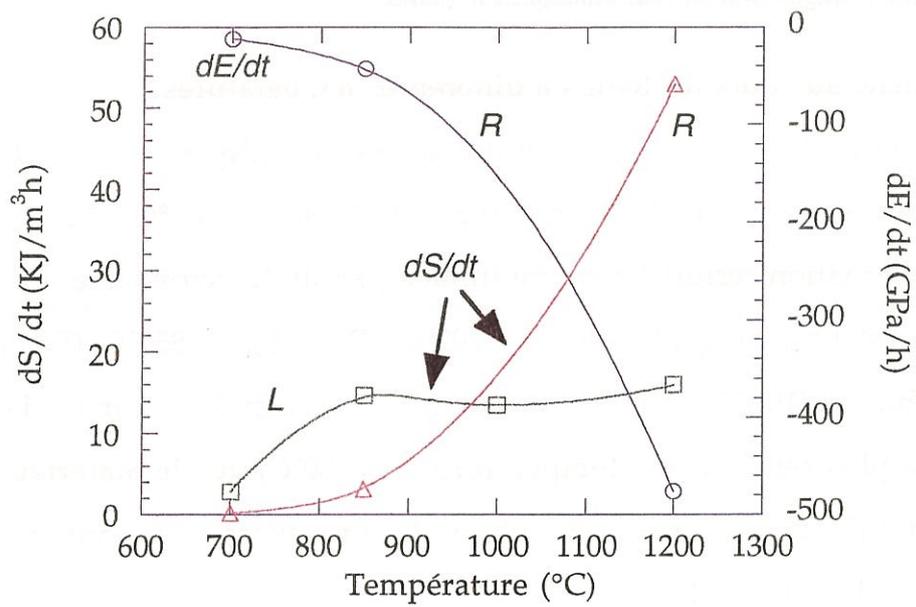


Fig. 3,16 : Évolution des vitesses de variation des aires des cycles et de la rigidité du matériau L et R avec la température en fatigue statique sous air à 100 MPa.

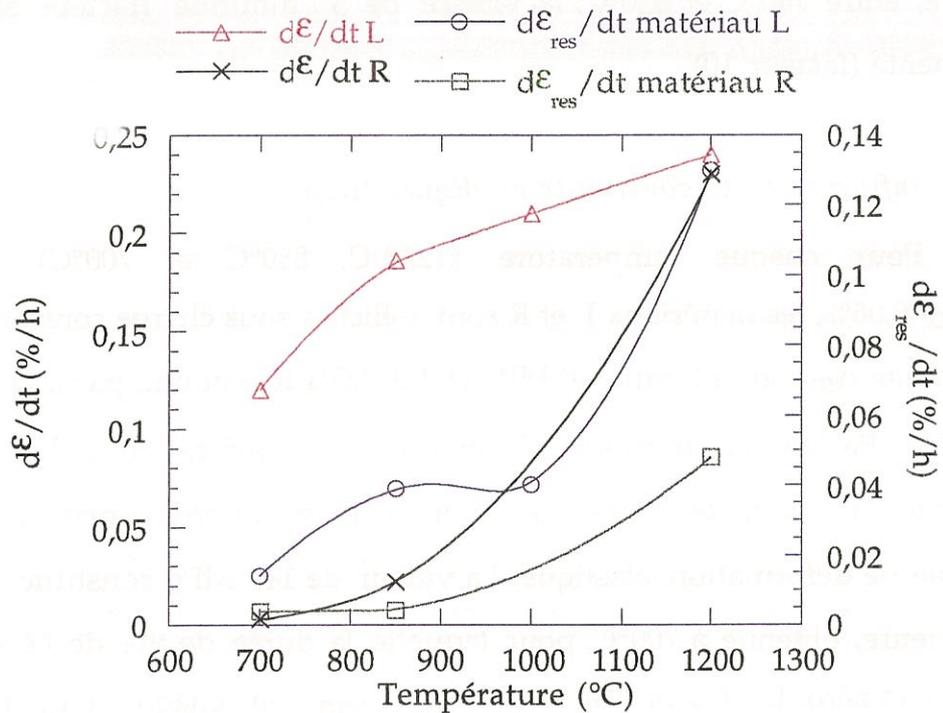


Fig. 3,17 : Évolution des vitesses de déformation longitudinales totale et résiduelle du matériau L et R avec la température en fatigue statique sous air à 100 MPa.

Contrainte de maintien (MPa)	Phase de fatigue	interphase (PyC/SiC)						interphase PyC				
		E = f(t)	E (GPa/h)	S (KJ/m <sup>3</sup> h)	ε res (%/h)	ε (%/h)	E = f(t)	E	S	ε res	ε	
100	I	linéaire	-73	7,7	0,01	0,08		-5	0,19	0,001		0,03
	II	linéaire	0,15	0,14	0,0013	0,001	-----	-----	-----	-----	-----	-----
120	I	linéaire	-60	4,5	0,007	0,05	-----	-----	-----	-----	-----	-----
	II	linéaire	-0,2	-	0,02+0,0 2logt	0	-----	-----	-----	-----	-----	-----
140	I	linéaire	-12	1,5	0	0,032	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tableau B : Résultats de fatigue statique à 700°C et ε<sub>endo</sub> = 0,06%, matériau L et R.

Chapitre 3 : Fatigue statique sous atmosphère oxydante

$\sigma_m$ (MPa)	phas e	PyC/SiC						PyC					
		E = f(t) (GPa/h)	$\overset{\circ}{E}$ (KJ/m <sup>3</sup> h)	$\overset{\circ}{S}$ (%/h)	$\overset{\circ}{\epsilon}$ (%/h)	E = f(t)	$\overset{\circ}{E}$	$\overset{\circ}{S}$	$\overset{\circ}{\epsilon}$ res	$\overset{\circ}{\epsilon}$			
40	I	linéaire	-15	0,12	0,0012	0,002	linéaire	-5,2	0,004	0,0008	0,002		
	II	linéaire	0,41	0,008	0,0003	0,0005	linéaire	0,4	0,005	0,0006	n L		
60	I					linéaire	-9	0,17	0,0013	0,004			
	II												
80	I	linéaire	-60	5	0,013	0,05	-----	----	-----	-----	-----		
	II	linéaire	1,1	-0,12	0,12 logt	0,003	-----	----	-----	-----	-----		
100	I	linéaire	-70-350- 476(298)	7/2,3 14/35,5	0,012/0,054 0,046(0,037)	(0,186)*	linéaire	-40	1	4,6e-3	0,022		
	II	lin	1,3 1,6	-0,55 -0,7	0,1 logt 0,07 logt	0,0015	-----	----	-----	-----	-----		
120	I	aY	23t-0,36	44	0,03	0,3							

Tableau C : Résultat de l'influence de la contrainte (nombre de fissures) en fatigue statique à 850°C /  $\epsilon_{\text{endo}} = 0,06\%$  ( $40 < \sigma_m < 100$  MPa).

\* valeur moyenne entre parenthèses

Contrainte de maintien (MPa)	Phase de fatigue	(PyC/SiC) <sub>4</sub>						PyC				
		E = f(t)	$\dot{\epsilon}$ (GPa/h)	S (KJ/m <sup>3</sup> h)	$\epsilon_{res}$ (%/h)	$\epsilon$ (%/h)	E = f(t)	$\dot{\epsilon}$	S	$\epsilon_{res}$	$\epsilon$	
40	I	linéaire	-0,09	0,001	0,00026	0,0003	/	/	/	/	/	
60	I	linéaire	-0,36	0,01	0,0045	0,002	/	/	/	/	/	
80	I	linéaire	-12,5	1,2	0,016	0,02	/	/	/	/	/	
100	I	= E <sub>o</sub> e at	a=-0,5	16	0,1	0,24	2 points	-476	1 point	0,001	0,1	
120	I	linéaire	2 points	2 points	2 points	1,85	/	/	/	/	/	

Tableau D : Résultat de fatigue statique à 1200°C et  $\epsilon_{endo} = 0,06\%$ .

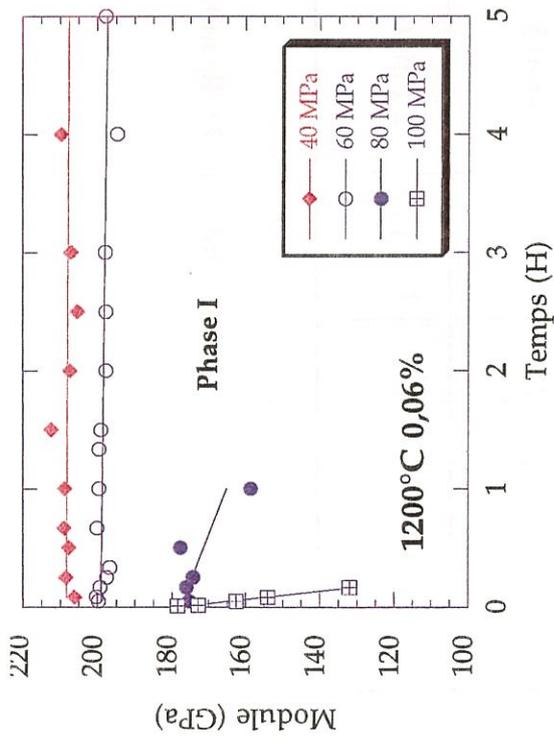


Fig 3,18 : Évolution de la rigidité au cours du temps en fatigue statique à 1200°C, sous air, avec un pré-endommagement de 0,06%, (matériau L).

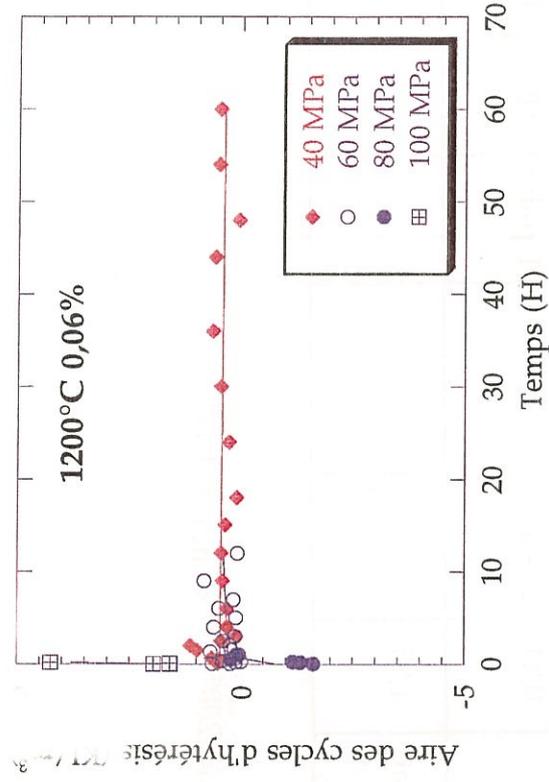


Fig 3,19 : Évolution de l'aire des cycles au cours du temps en fatigue statique à 1200°C, sous air, avec un pré-endommagement de 0,06%, (matériau L).

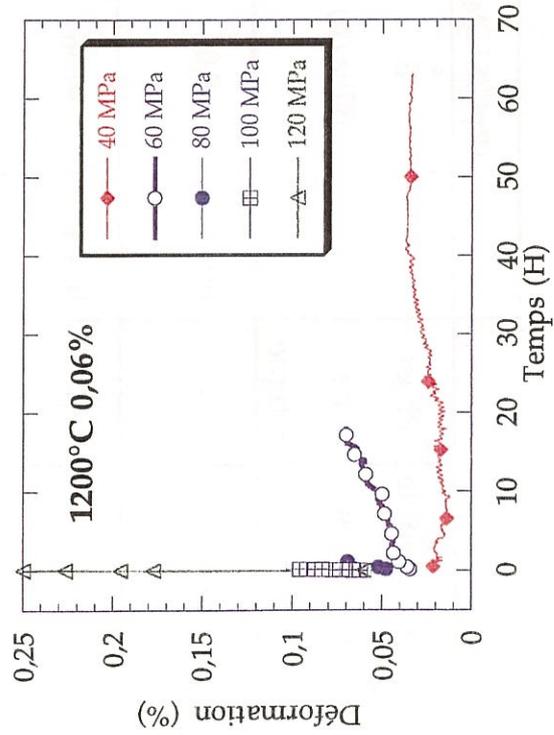


Fig 3,20 : Évolution de la déformation longitudinale au cours du temps en fatigue statique à 1200°C, sous air, avec un pré-endommagement de 0,06%, (matériau L).

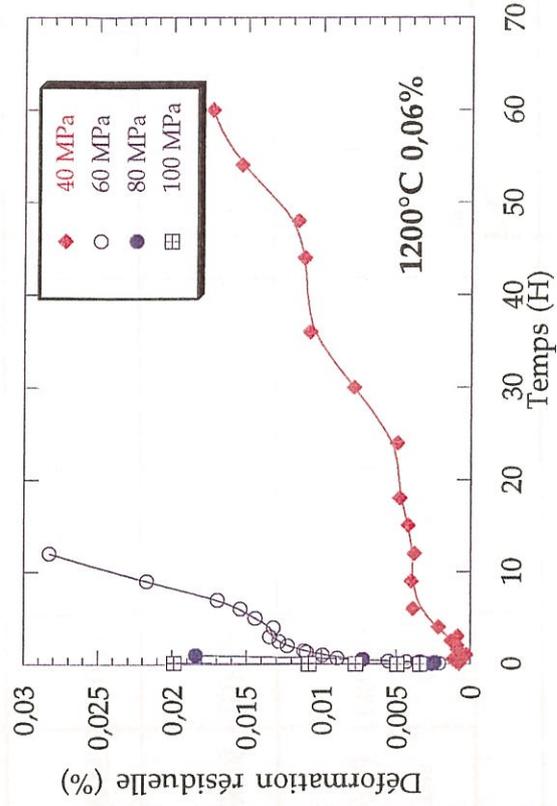


Fig 3,21 : Évolution de la déformation résiduelle au cours du temps en fatigue statique à 1200°C, sous air, avec un pré-endommagement de 0,06% (matériau L).

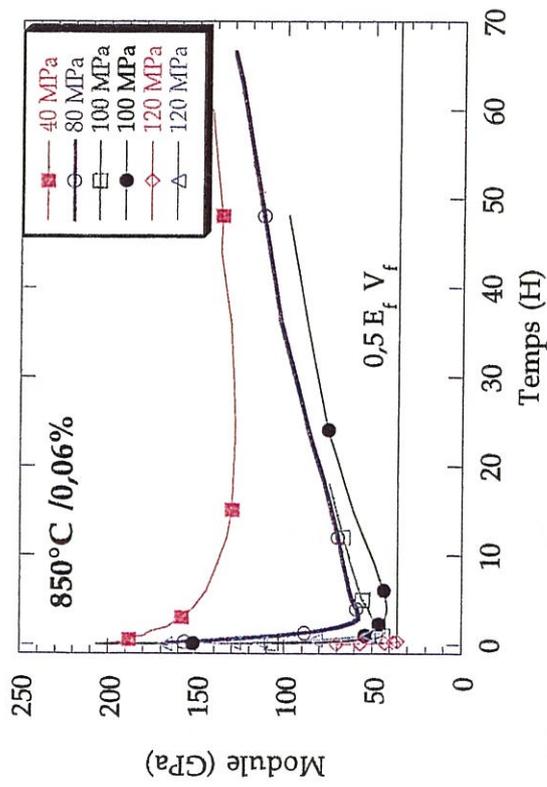


Fig. 3,22 : Evolution de la rigidité au cours du temps en fatigue statique à 850°C, sous air, avec un pré-endommagement de 0,06 %, (matériau L).

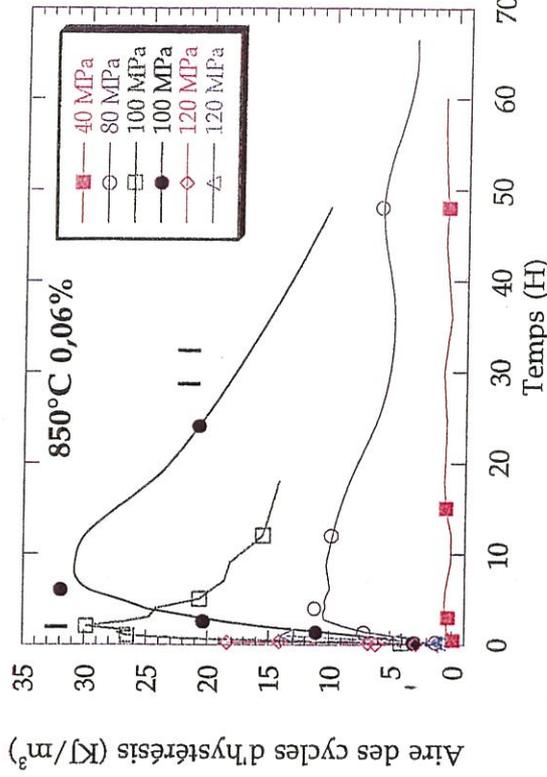


Fig. 3,23 : Evolution de l'aire des cycles d'hystérésis au cours du temps en fatigue statique à 850°C, sous air, avec un pré-endommagement de 0,06 %, (matériau L).

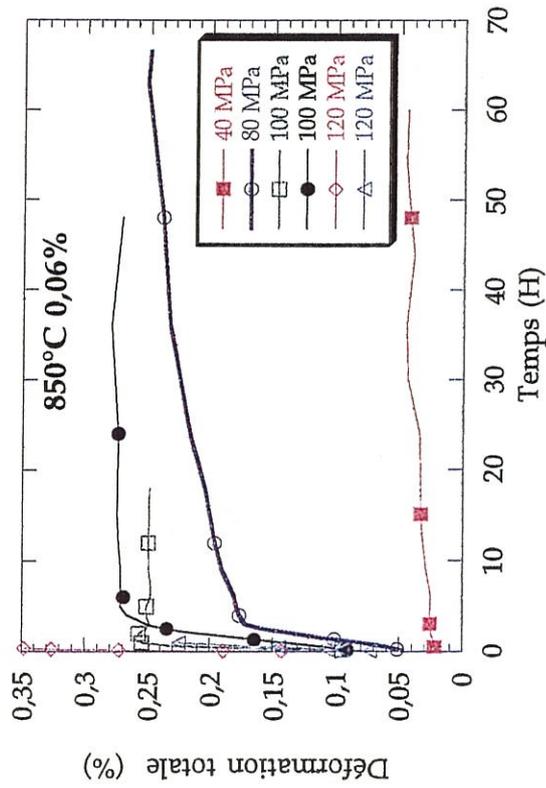


Fig. 3,24 : Evolution de la déformation longitudinale totale au cours du temps en fatigue statique à 850°C, sous air, avec un pré-endommagement de 0,06 %, (matériau L).

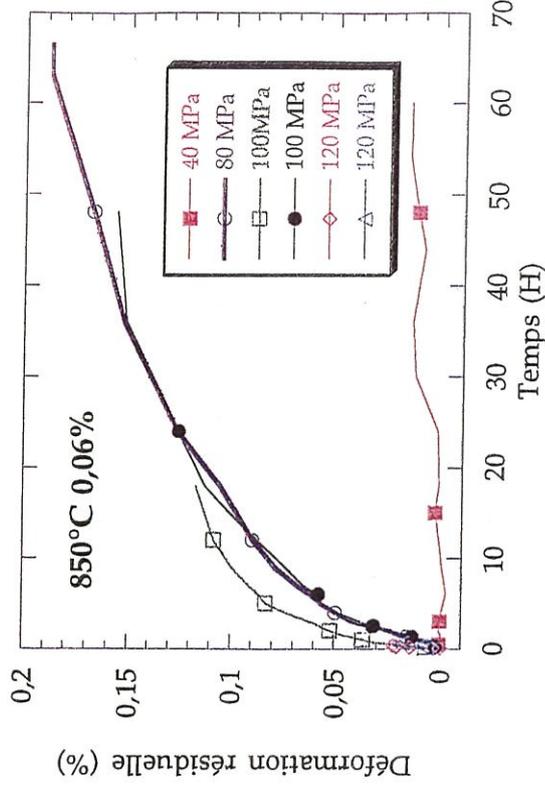


Fig. 3,25 : Evolution de la déformation résiduelle au cours du temps en fatigue statique à 850°C, sous air, avec un pré-endommagement de 0,06 %, (matériau L).



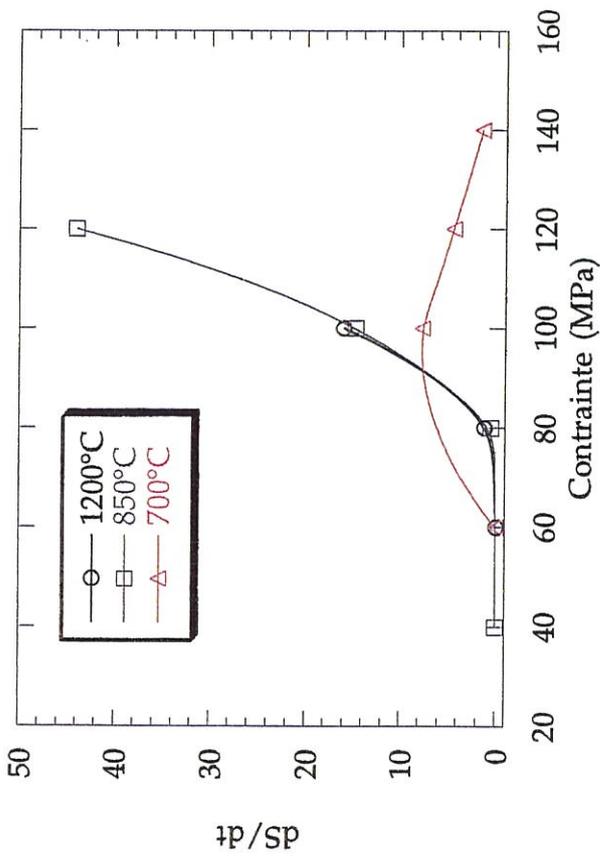


Fig 3,26 : Influence de  $\sigma_m$  sur  $S$  en phase I (matériau L).

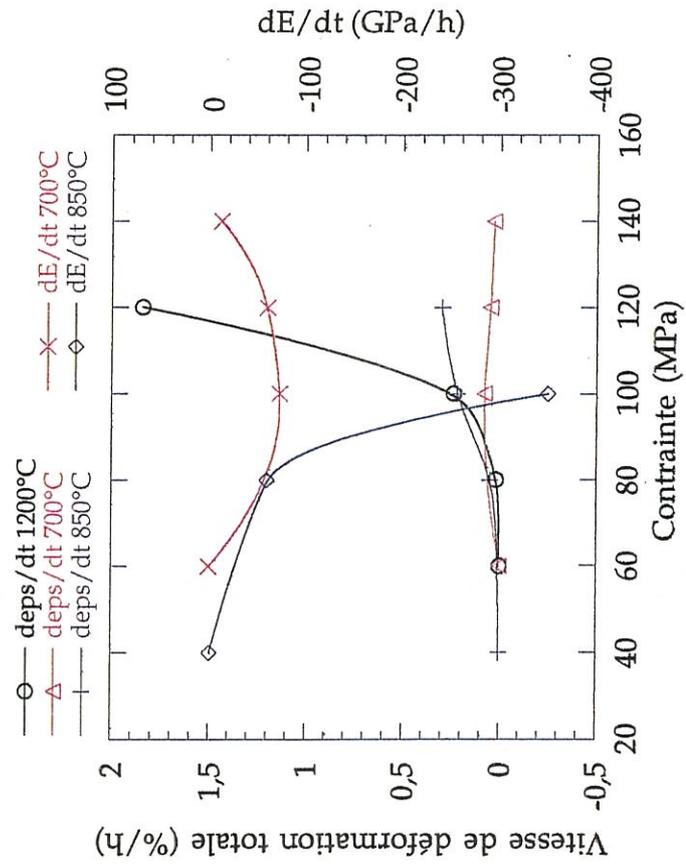


Fig 3,28 : Influence de  $\sigma_m$  sur  $\epsilon$  et  $E$  en phase I (matériau L).

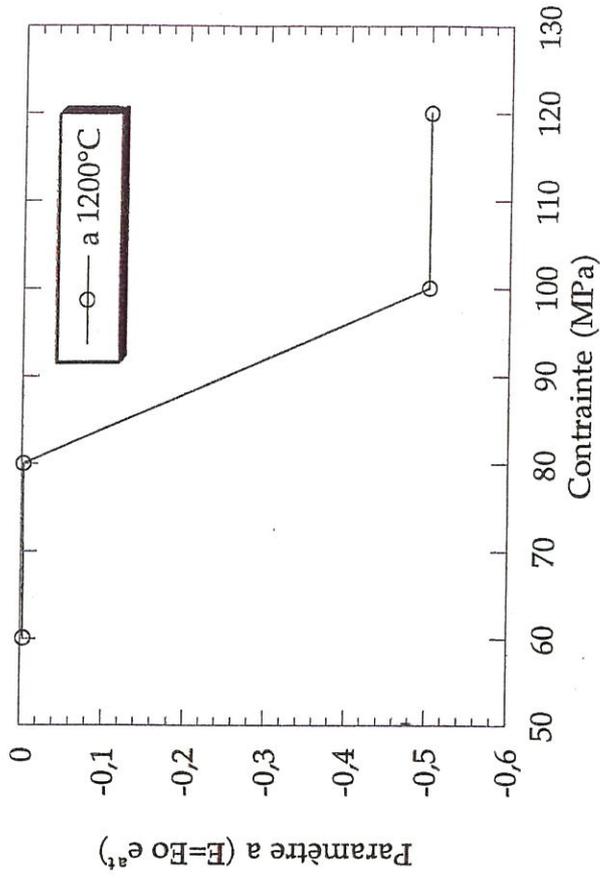


Fig 3,27 : Influence de  $\sigma_m$  sur  $a$  en phase I à 1200°C (matériau L).

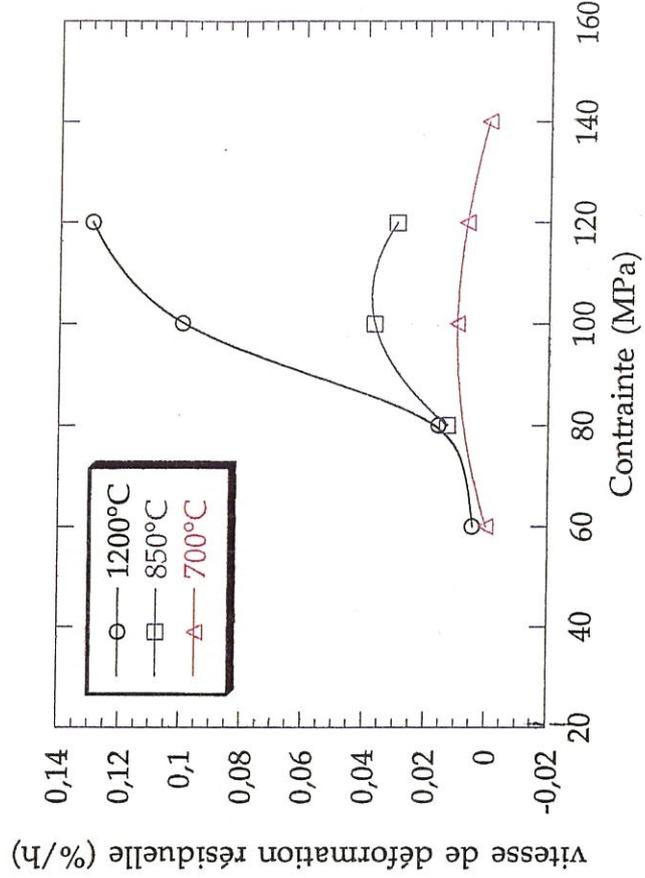


Fig 3,29 : Influence de  $\sigma_m$  sur  $\epsilon_{res}$  en phase I (matériau L).



différentes contraintes  $\sigma_m$ . Les figures 3,26 à 3,29 mettent en évidence les variations de  $\overset{\circ}{E}$ ,  $\overset{\circ}{S}$ ,  $\overset{\circ}{\varepsilon}$  et  $\overset{\circ}{\varepsilon}_{res}$  en fonction de  $\sigma_m$  en phase I.

À 1200°C, le matériau R ne permet pas les calculs de  $\overset{\circ}{\varepsilon}$ ,  $\overset{\circ}{\varepsilon}_{res}$ ,  $\overset{\circ}{S}$ ,  $\overset{\circ}{E}$  dès que  $\sigma_m$  dépasse 40 MPa, car la rupture se produit très rapidement (au premier ou deuxième cycles d'hystérésis). Seul le matériau L a pu être testé à cette température entre 40 MPa et 120 MPa. Les vitesses d'évolution des propriétés du matériau L augmentent considérablement à partir de 80 MPa. Seule la vitesse de déformation résiduelle reste à peu près constante avec  $\sigma_m$ . Au delà de 120 MPa, à 850°C et 1200°C, l'évolution est tellement rapide qu'elle conduit systématiquement à la rupture en début de phase I.

#### *Influence de l'endommagement initial ( $\varepsilon_{endo}$ )*

Cutard a montré que dans un SiC/SiC non protégé à interphase de PyC simple ( $\approx 100$  nm), il existe une relation entre les pertes de rigidité du composite, le nombre et l'ouverture des fissures [Cutard 1993].

Afin de vérifier si cette tendance s'applique aux composites L et R, des essais de fatigue statique sur des éprouvettes ayant subi divers degrés de pré-endommagement ont été réalisés ( $\varepsilon_{endo} = 0\%$ ; 0,06 % ; 0,25 % et 0,75 %).  $\sigma_m$  et T restent constants. Ceci permet de faire varier la localisation et la densité des fissures en jouant sur les modes de fissuration créés dans le 2D.

L'état de fissuration initial de l'éprouvette est connu assez précisément à l'aide des observations morphologiques sur le 2D SiC/SiC en traction pour différentes déformations longitudinales (cf. chap. 2).

Les résultats des essais de fatigue sont regroupés dans les tableaux E et F et aux figures 3,30 à 3,33.

Lors de l'essai de fatigue statique réalisé à 60 MPa sans endommagement initial pendant 24 heures, l'éprouvette n'évolue pas. Le

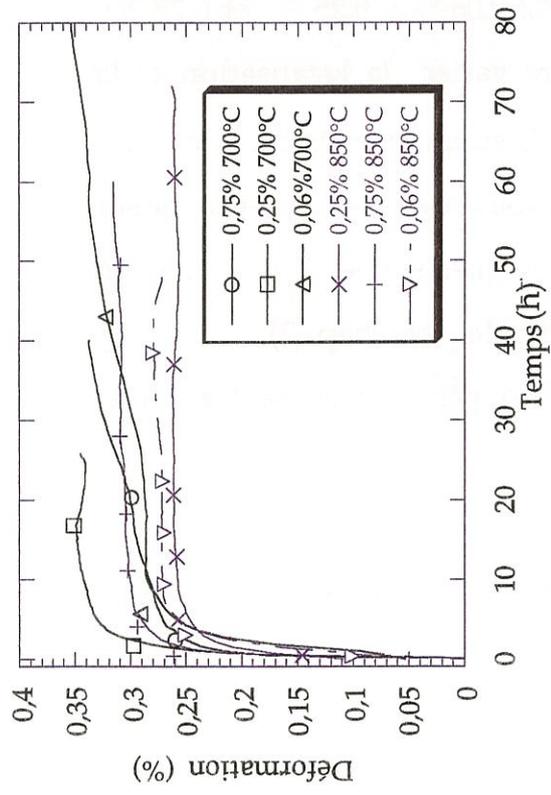


Fig. 3,30 : Influence de l'endommagement sur la déformation longitudinale totale en fatigue statique, (Matériau L).

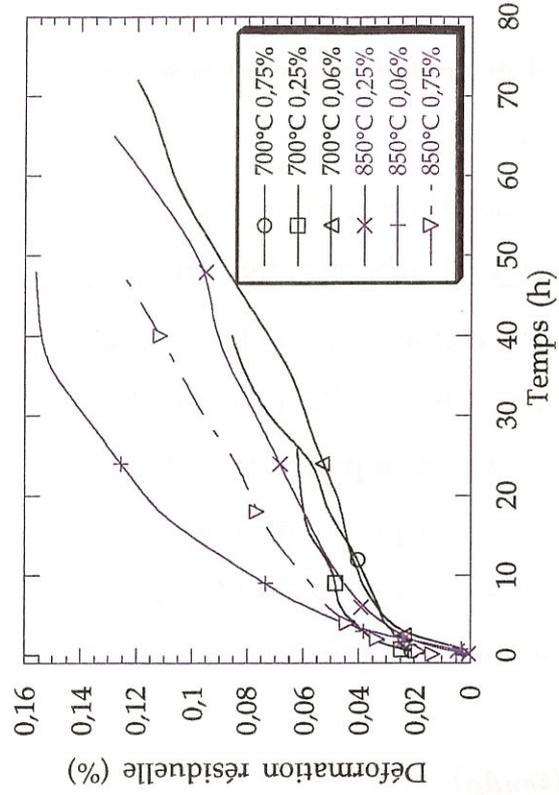


Fig 3,31: Influence de l'endommagement sur la déformation résiduelle en fatigue statique, (Matériau L).

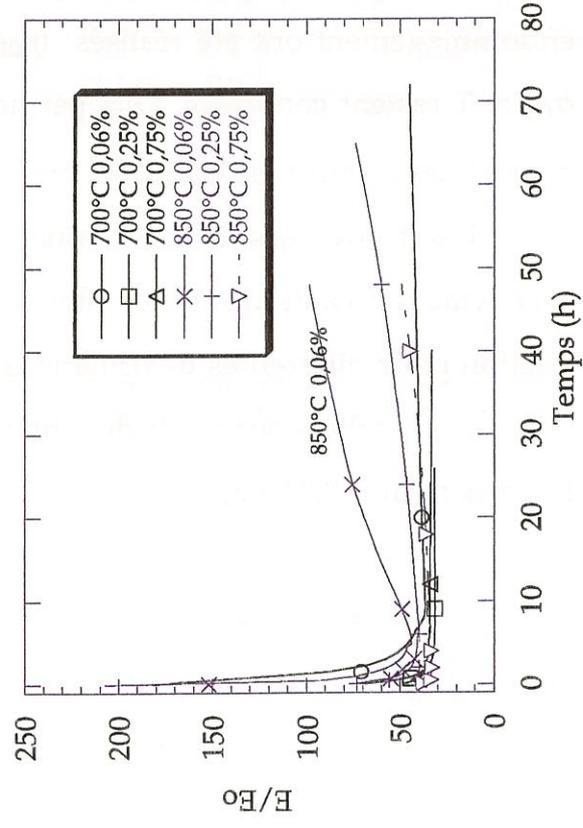


Fig. 3,32 : Influence de l'endommagement sur l'évolution de la rigidité en fatigue statique à 100 MPa, (Matériau L).

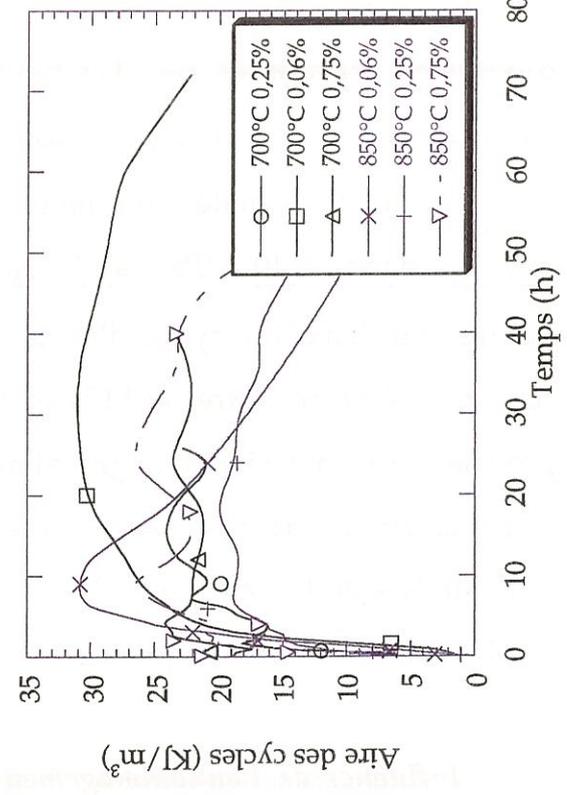


Fig. 3,33 Influence de l'endommagement sur l'évolution de l'aire des cycles en fatigue statique à 100 MPa, (Matériau L).

Interphase	(PyC/SiC) <sub>4</sub>					
ε <sub>endo</sub>	0,06		0,25		0,75	
Phase	I	II	I	II	I	II
I dE/dt (GPa/h)						
II ( $\frac{\dot{E}}{E_0}$ ) fonction linéaire (h <sup>-1</sup> )	- 298	0,006	- 290	0,008	- 310	0,009
$\dot{S}$ (KJ/M <sup>3</sup> h)	14	-0,7	/	- 0,16	/	- 0,13
ε <sub>res</sub> fonction logarithmique (%/h)	0,02 + 0,05 logt		0,02 + 0,04 logt		0,035 + 0,03 logt	
ε linéaire par morceau (%/h)	0,06	0,000 2	0,09	0,0002	0,1	0,0006
E après endommagement (GPa)	207		75		39	

**Tableau E :** Résultats de l'influence de l'endommagement (nombre et ouverture des fissures) sur les vitesses d'évolution du matériau L en fatigue statique sous air à isocontrainte (100 MPa) et à 850°C.

déformation de pré-endommagement	PyC		PyC/SiC					
	0,06%	0,25%	0,06%		0,25%		0,75%	
Phase de fatigue	I	I	I	II	I	II	I	II
$\dot{E}$ (GPa/h)	-5	-4	-73	0,12	-32,7	0,001	-12,4	-0,036
$\dot{S}$ (KJ/m <sup>3</sup> h)	0,19	0,57	7,1	-0,12	13,2	-0,04	1,7	0,05
ε <sub>res</sub> (%/h)	0,003	0,0012	0,009	0,0013	0,015	0,0008	0,008	0,0016
ε (%/h)	0,001	0,015	0,1	0,001	0,12	0,0014	0,24+ 0,05.logt	0,0019
E <sub>0</sub> avant endommagement à HT	203	170	207		198		200	
E <sub>0</sub> après endommagement (GPa)	180	80	180		70		47	
durée de vie (H)	11 H rupture	11 H rupture	> 24 H rupture en phase II		> 3 J rupture en phase II		rupture en phase II	

**Tableau F :** Résultats de l'influence de l'endommagement (nombre et ouverture des fissures) sur les vitesses d'évolution du matériau L et R en fatigue statique sous air à isocontrainte (100 MPa) et à 700°C

module reste constant, les cycles sont fermés, la déformation résiduelle est stable et aucune émission acoustique n'est enregistrée au cours de l'essai. La vitesse de déformation longitudinale totale n'est pas nulle, mais égale à 0.002%/h. Cette variation est du même ordre de grandeur que la dérive de mesure de l'extensomètre à haute température.

Pour les essais à 0,06 %, 0,25 % et 0,75 %, les vitesses de déformations (totale et résiduelle) **ne sont pas** (ou peu) **modifiées par le taux d'endommagement** initial du matériau. La valeur de  $E_{mini}$  est la même quel que soit l'endommagement initial ; elle est comprise entre 30 GPa et 40 GPa.

#### *Influence du temps de vieillissement sous charge constante à 850 °C*

##### *À 100 MPa (tableau G1)*

Au cours du vieillissement sous 100 MPa à 850°C du **matériau L**, cinq essais ont été interrompus après 30 minutes, 1 heure, 10 heures et 20 heures. Toutes ces éprouvettes présentent une évolution similaire, avec une transition entre la phase I et la phase II se reproduisant après 1 heure de vieillissement. Les éprouvettes vieilles ont ensuite été testées en traction monotone à température ambiante avec des cycles de décharge et recharge. Les résultats de ces essais sont regroupés dans le tableau F et aux figures 3,34 à 3,36.

L'allure des courbes de traction tend vers une courbe à plateau qui est très différente de la courbe de traction du matériau sain, puisqu'elle ne présente pas la zone de linéarité de reprise des efforts par les fibres longitudinales.

**Le module d'élasticité est le même** que celui obtenu **en fin de vieillissement**, c'est pourquoi les courbes de traction après une interruption de la fatigue statique en phase I (30 mn et 1 h) sont situées en dessous des autres courbes. La limite de linéarité en contrainte est la même d'une

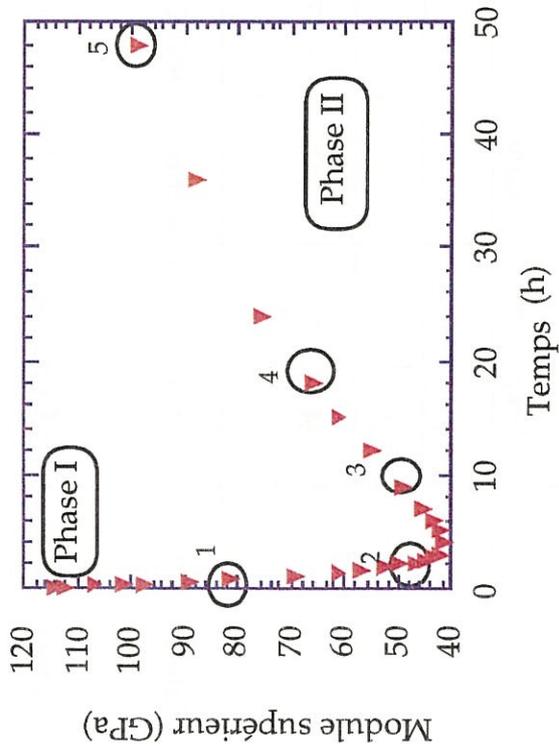


Fig. 3,34 : Évolution en fatigue statique de type 2 (850°C).

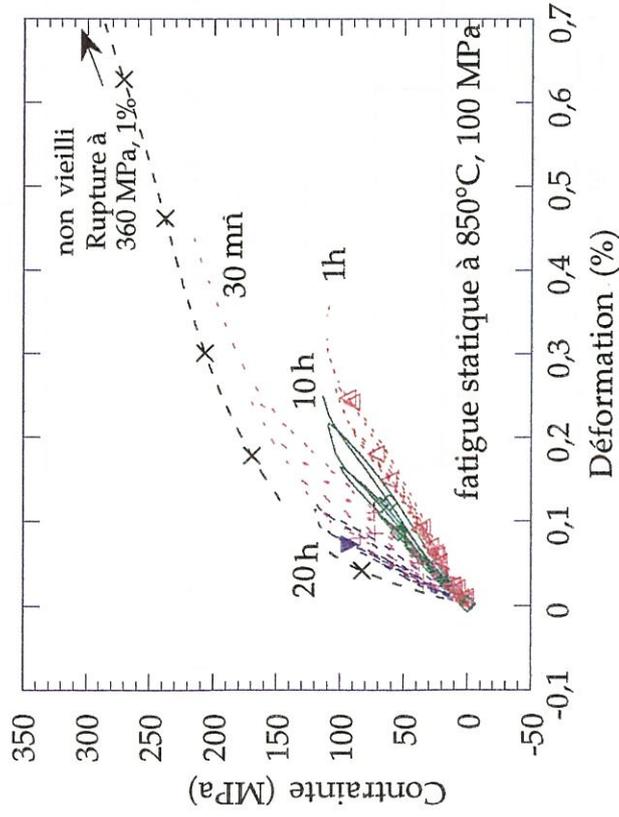


Fig. 3,35 : Courbes de traction résiduelle à température ambiante sur des matériaux vieillis en fatigue statique sous air à 850°C, 100 MPa, pendant 30 mn, 1 h, 10 h et 20 h.

Repère sur la courbe	Temps de fatigue statique à 100 MPa et 850 °C	Phase
1	30 mn	I
2	1 h	I
3	10 h	II
4	20 h	II
5	48 h	II

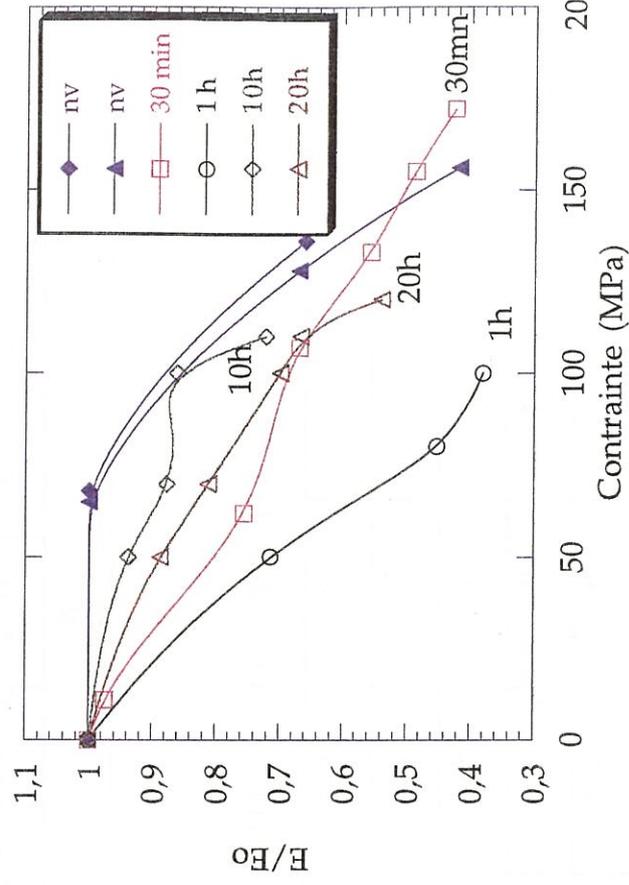


Fig. 3,36 : Influence du temps de vieillissement en fatigue statique sous air à 850°C, 100 MPa, sur l'évolution de l'endommagement en traction résiduelle à température ambiante, (matériau L).

phase de fatigue	temps de vieillissement	$\sigma_{res}$ (MPa)	$\epsilon_{res}$ (%)	E (GPa)
I	30 min	215	0,43	121
I	1 h	105	0,37	42
II	10 h	115	0,25	60
II	20 h	120	0,17	80
II	48 h	100	/	/

Tableau G1 : Résultats en fatigue statique à 850°C / 100 MPa suivie d'une traction résiduelle à température ambiante, matériau L.

t (H)	L					R				
	$\sigma_{res}$ (MPa)	$\epsilon_{res}$ (%)	$E_s(tT)$ (GPa)	EORES	Phase	$\sigma_{res}$ (MPa)	$\epsilon_{res}$ (%)	$E_s(t)$	EoTA	Phase
1	/	/	/	/	I	266	0,7	180	170	I
20	/	/	/	/	II	144	0,48	133	120	II
60	190	0,47	142	≈ 170	II	96	0,22	141,7	150	II

Tableau G2 : Résultats en fatigue statique à 850°C/40 MPa/0,06 % suivie d'une traction résiduelle à température ambiante, matériaux L et R.

Tableaux G1 et G2 : Essais de fatigue statique suivis d'essais de tractions résiduelles jusqu'à rupture à température ambiante.

éprouvette à l'autre. Elle est proche de celle d'un matériau non vieilli (60 - 70 MPa). La déformation résiduelle des matériaux vieillis est presque nulle.

**Les cycles sont beaucoup plus ouverts** qu'à température ambiante pour les mêmes niveaux de déformations totales (fig. 3,37 a, b et c).

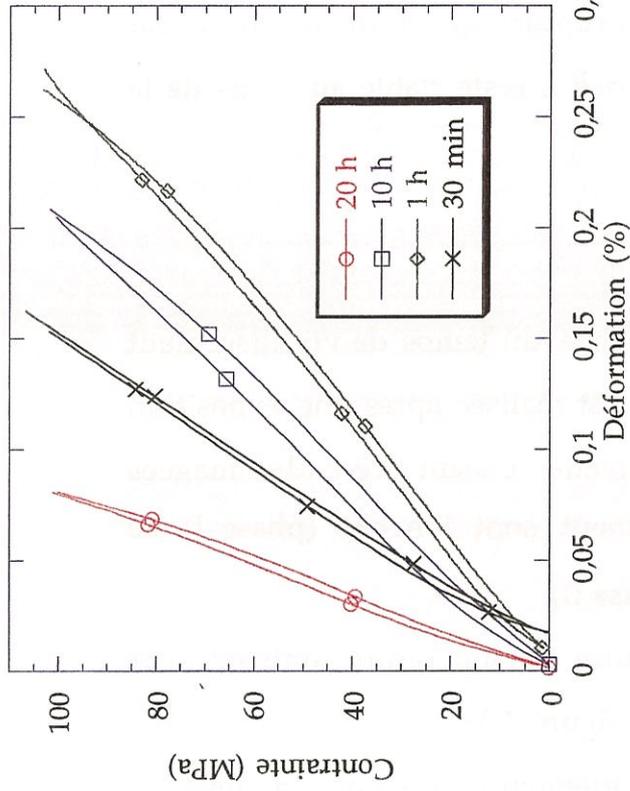
Les matériaux vieillis moins d'une heure, (en phase I), présentent une capacité de déformation longitudinale à la rupture beaucoup plus importante (0,45% après 30 minutes et 0,4 % après 1 heure) que les matériaux vieillis en phase II (0,1 % après 10 heures , 0,2 % après 20 heures). Le temps de vieillissement fait chuter la déformation à la rupture longitudinale. Par contre, **la contrainte à la rupture qui chute de 70 % par rapport à la valeur nominale durant la phase I, reste stable au cours de la phase II.**

#### À 40 MPa (tableau G2)

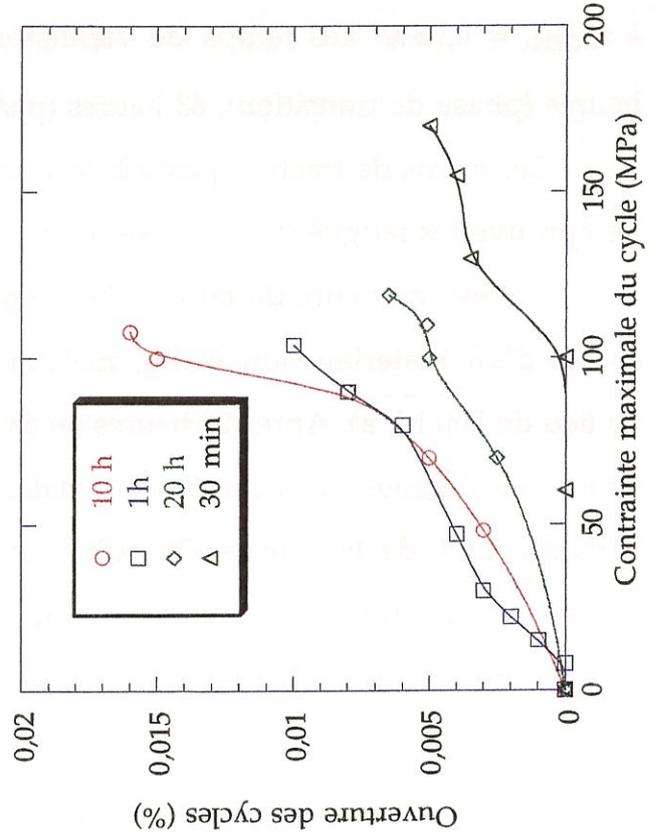
Pour le **matériau R**, l'étude de l'influence du temps de vieillissement sur le comportement en traction résiduelle est réalisée après une exposition à **850°C et 40 MPa** sous air. Toutes les éprouvettes étaient prè-endommagées à  $\epsilon_{\text{endo}} = 0,06\%$ . Les temps de vieillissement sont 1 heure (phase I), 20 heures (phase de transition), 63 heures (phase II).

Les essais de traction jusqu'à la rupture à température ambiante sur les éprouvettes fatiguées sont présentés à la figure 3,38.

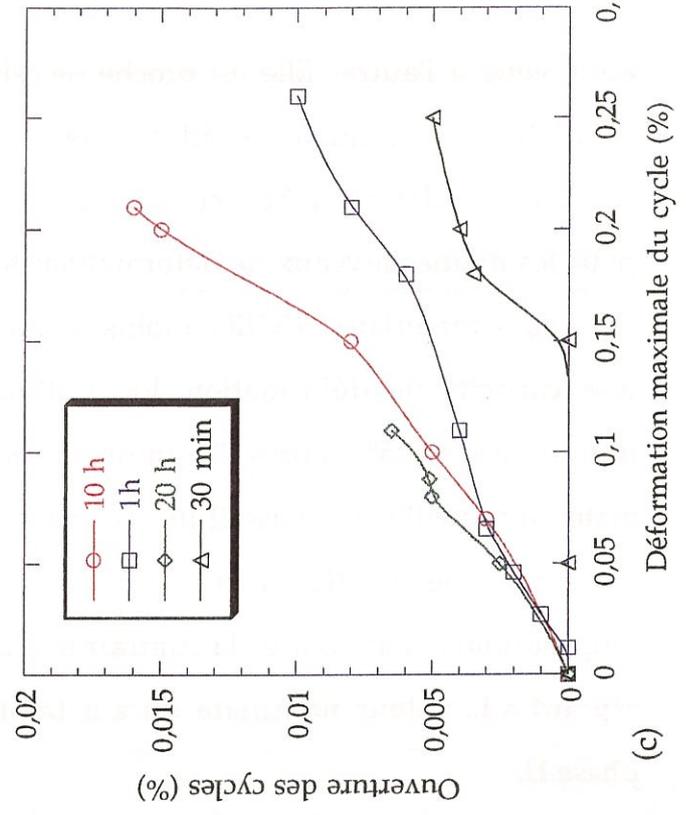
Après une heure de fatigue, le comportement en traction est similaire à celui d'un matériau non vieilli, mais la rupture est prématurée (266 MPa au lieu de 300 MPa). Après 20 heures ou 63 heures, les courbes de traction se situent en dessous de la courbe nominale. Contrairement au cas précédent, l'affaissement de la courbe s'accroît avec le temps de vieillissement. Les niveaux de rupture sont situés bien au dessus de ceux obtenus après un vieillissement à 100 MPa.



(a)



(b)



(c)

Fig. 3,37 : Influence du temps de vieillissement en fatigue statique à 850°C, 100 MPa sur l'allure des cycles (a), l'ouverture des cycles (b) (c) en traction à température ambiante, (matériau L préendommagé à 0,06%).

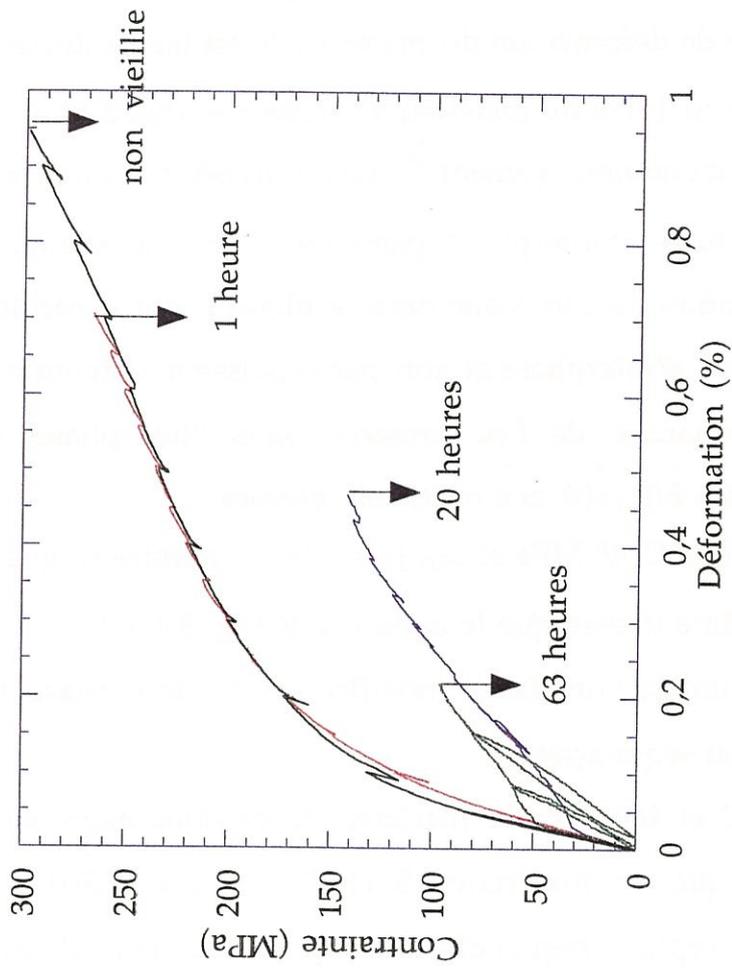


Fig. 3,38 : Traction jusqu'à la rupture à température ambiante du matériau R préendommagé à 0,06%, puis vieilli en fatigue statique à 850°C sous 40 MPa, pendant 1 heure, 20 heures et 63 heures.

### *Influence de l'épaisseur de PyC dans l'interphase et le séquençage*

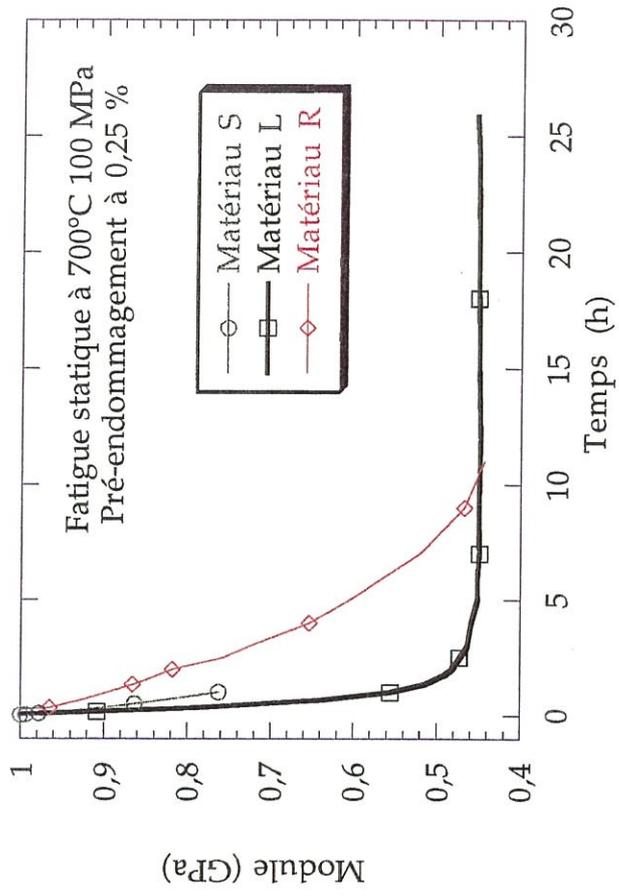
Les matériaux L (4 x 50 nm de PyC), R (interphase PyC de 50 nm) et S ( $\approx 200$  nm de PyC) ont été testés en fatigue statique dans les mêmes conditions afin de vérifier l'influence du séquençage et de l'épaisseur de la couche de PyC d'interphase. Les figures 3,40 à 3,42 et le tableau H présentent les résultats obtenus.

À 700°C et 100 MPa (fig. 3,40), pour un même pré-endommagement ( $\varepsilon_{\text{endo}} = 0,25\%$ ), la vitesse de déformation du matériau R est bien inférieure à celle du matériau L (facteur 10) et du matériau S (facteur 4) (fig. 3,40 a). De même la vitesse de perte d'endommagement  $\dot{E}/E_0$  est divisée par un facteur 3 à 6 lorsque l'épaisseur totale d'interphase passe de 200 nm à 50 nm. À 700°C, les vitesses d'évolution du composite dans la **phase I** sont **contrôlées par l'épaisseur totale de PyC d'interphase** et non par l'épaisseur élémentaire de la couche. Plus la quantité de PyC présente dans l'interphase est importante, plus les vitesses  $\dot{E}(t)$ ,  $\dot{\varepsilon}(t)$  et  $\dot{\varepsilon}_{\text{res}}(t)$  sont élevées.

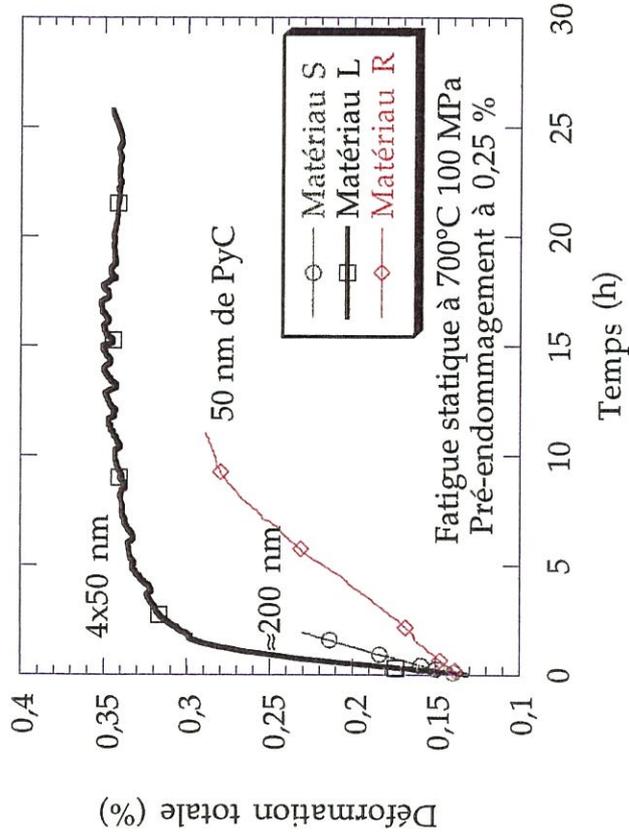
Les essais menés à 850°C, 40 MPa et  $\varepsilon_{\text{endo}} = 0,06\%$  montrent que le matériau L évolue à la même vitesse que le matériau R (fig. 3,41). Les cycles restent très fermés ce qui indique une faible modification de l'interphase. On n'observe **aucun effet dû au séquençage**.

Par contre, à 850°C et 100 MPa le matériau L **s'endommage et se déforme beaucoup plus** que les matériaux S et R (fig. 3,42).  $\dot{E}(t)$  est multipliée par 10 avec l'interphase séquençée, alors qu'elle est sensiblement la même pour une interphase simple de PyC de 50 nm ou 200 nm.  $\dot{\varepsilon}(t)$  est multipliée par 3. **L'épaisseur de l'interphase simple ne modifie pas le comportement du composite à 850°C mais la morphologie de l'interphase (simple ou séquençée) a un effet considérable.**

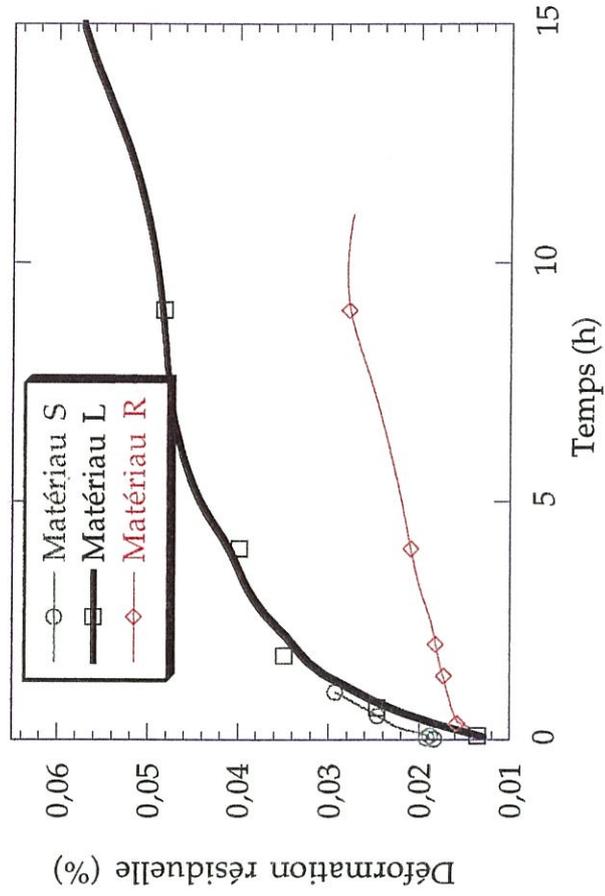
## II. 3 - Observations morphologiques et analyses physico-chimiques



(a)



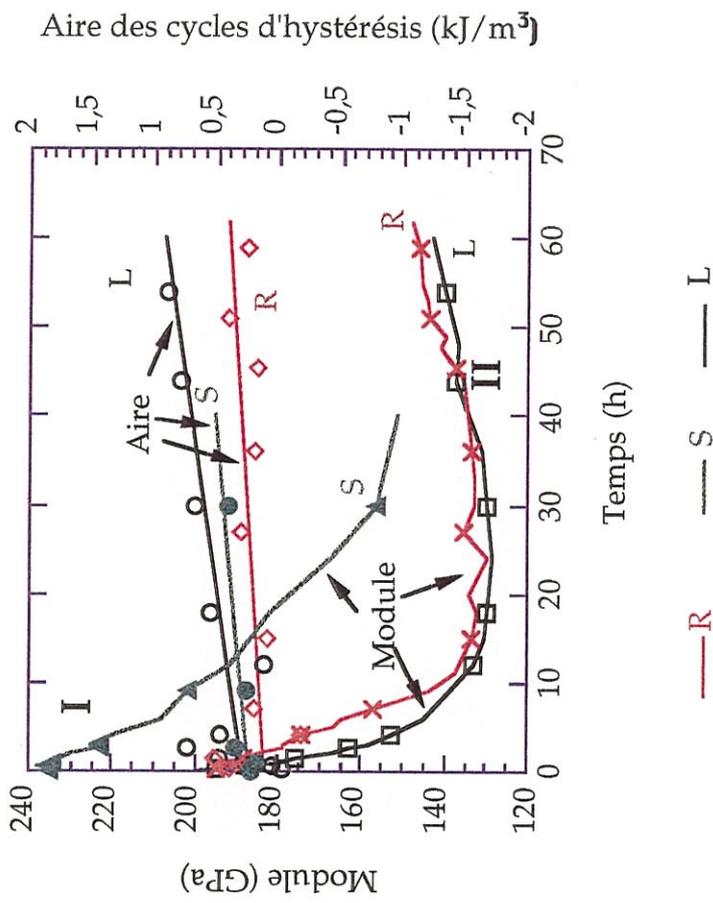
(b)



(c)

Fig. 3,40 : Influence de l'épaisseur de PyC présente dans l'interphase sur l'évolution de la déformation totale (a), de la rigidité (b), de la déformation résiduelle (c) du 2D SiC/SiC en fatigue statique à 700°C et 100 MPa sur des matériaux pré-endommagés à 0,25%.





interphase

- L : 4 x 50 nm de PyC
- R : 50 nm de PyC
- S : 200 nm de PyC

Fig 3,41 : Evolution du module d'élasticité et de l'aire des cycles d'hystérésis au cours du temps en fatigue statique sous air à 850°C et 40 MPa sur les matériaux L, R et S pré-endommagés à 0,06%.



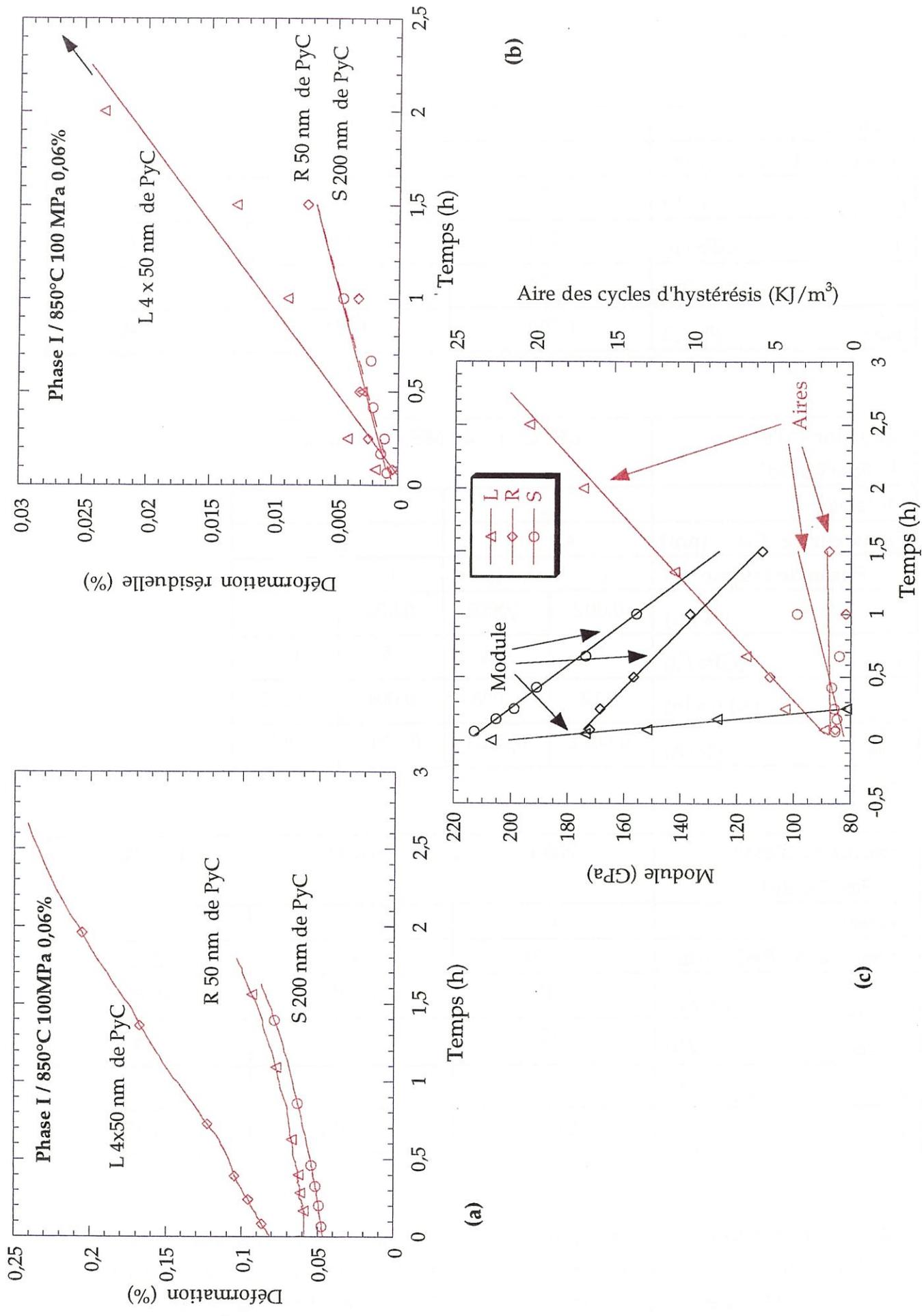


Fig. 3,42 : Influence de l'épaisseur de PyC dans l'interphase sur l'évolution de la déformation totale (a), de la rigidité (b), de la déformation résiduelle (c) du 2D SiC/SiC en fatigue statique à 850°C et 100 MPa sur des matériaux pré-endommagés à 0,06%.

conditions d'essai (T/ $\sigma_m$ / $\epsilon_{\text{endo}}$ )	850°C / 100 MPa / 0,06 %		
Matériau	L	R	S
Épaisseur PyC (nm)	4x50	50	200
$\epsilon$ (% /h)	0,06	0,02	0,024
$\dot{E}$ (GPa/h)	-475	-43	-59
$\dot{S}$ (KJ/m <sup>3</sup> h)	+ 7,4	+ 0,2	2
$\epsilon_{\text{res}}$ (%/h)	0,011	0,004	0,004

(a)

conditions d'essai (T/ $\sigma_m$ / $\epsilon_{\text{endo}}$ )	850°C / 40 MPa / 0,06 %			
Matériau	L		R	
Épaisseur de PyC (nm)	4 x 50		50	
Phase de fatigue	I	II	I	II
$\epsilon$ (% /h)	0,002	0,0005	0,002	/
$\dot{E}$ (GPa/h)	-15	0,4	-5	0,4
$\dot{S}$ (KJ/m <sup>3</sup> h)	0,12	0,008	0,004	0,005
$\epsilon_{\text{res}}$ (%/h)	0,0012	0,0003	0,0008	0,0006

(b)

conditions d'essai (T/ $\sigma_m$ / $\epsilon_{\text{endo}}$ )	700°C / 100 MPa / 0,25 %		
Matériau	L	R	S
Épaisseur de PyC (nm)	4 x 50	50	200
$\epsilon$ (% /h)	0,12	0,015	0,05
$\dot{E}/\dot{E}_0$ (%/h)	-47	-8	-24
$\dot{S}$ (KJ/m <sup>3</sup> h)	/	/	/
$\epsilon_{\text{res}}$ (%/h)	0,019	0,0014	0,013

(c)

**Tableau H** : Évolution en phase I des matériaux L, R et S testés dans les mêmes conditions de T,  $\sigma_m$  et  $\epsilon_{\text{endo}}$  : (a) T=850°C,  $\sigma_m$ =100 MPa et  $\epsilon_{\text{endo}}$ =0,06% , (b) T=850°C  $\sigma_m$ =40 MPa et  $\epsilon_{\text{endo}}$ =0,06% , (c) T=700°C,  $\sigma_m$ =100 MPa et  $\epsilon_{\text{endo}}$ =0,25%.

### II.3.1 - Observations morphologiques

Les éprouvettes testées en fatigue sont préparées selon la procédure exposée au chapitre 1. Les sections polies sont ensuite observées au microscope électronique à balayage à effet de champ.

À toutes les températures d'essai de fatigue statique sous air, on observe une **décohésion** entre la fibre et l'interphase (fig. 3,43 et 3,44), qui ne joue pas son rôle de déviateur de fissures loin de la fibre. Cela avait déjà été remarqué en traction à haute température ( cf. chapitre 2).

Compacte à température ambiante, l'interphase présente une morphologie très différente sous forme de feuillets de SiC sans cohésion entre eux après quelques minutes d'exposition à 1200°C sous air (fig. 3,45 et 3,46).

En section polie, le PyC est visible sur une éprouvette non vieillie (zones sombres) entre les fibres et la matrice. Suite à un vieillissement d'une heure à 850°C, il est remplacé par de la résine près de la fibre (PyC(1) et PyC(2)) (zones claires), ce qui signifie qu'il a disparu lors du traitement en fatigue (fig. 3, 47). L'absence du carbone est confirmée par l'arrachement des grains de SiC des couches de l'interphase séquencée, qui ne sont plus maintenus par le carbone environnant (fig. 3,48). Les couches de PyC les plus éloignées de la fibre (PyC(3) et PyC(4)) ne semblent pas oxydées.

Dans le matériau L, lorsque le temps d'évolution en phase II est suffisamment important (48 h), **la première couche de SiC n'est plus visible** (fig. 3,49), alors qu'après 10 heures de vieillissement à 850°C elle est encore présente dans certaines zones (fig. 3,50 et 3,51). Elle est remplacée par une nappe translucide d'aspect visqueux qui joint les couches externes de l'interphase aux fibres (fig. 3,52 et 3,53 ). Cette phase est également observée sur les lèvres des fissures matricielles de mode I peu ouvertes ou dans les macropores (fig. 3,54).

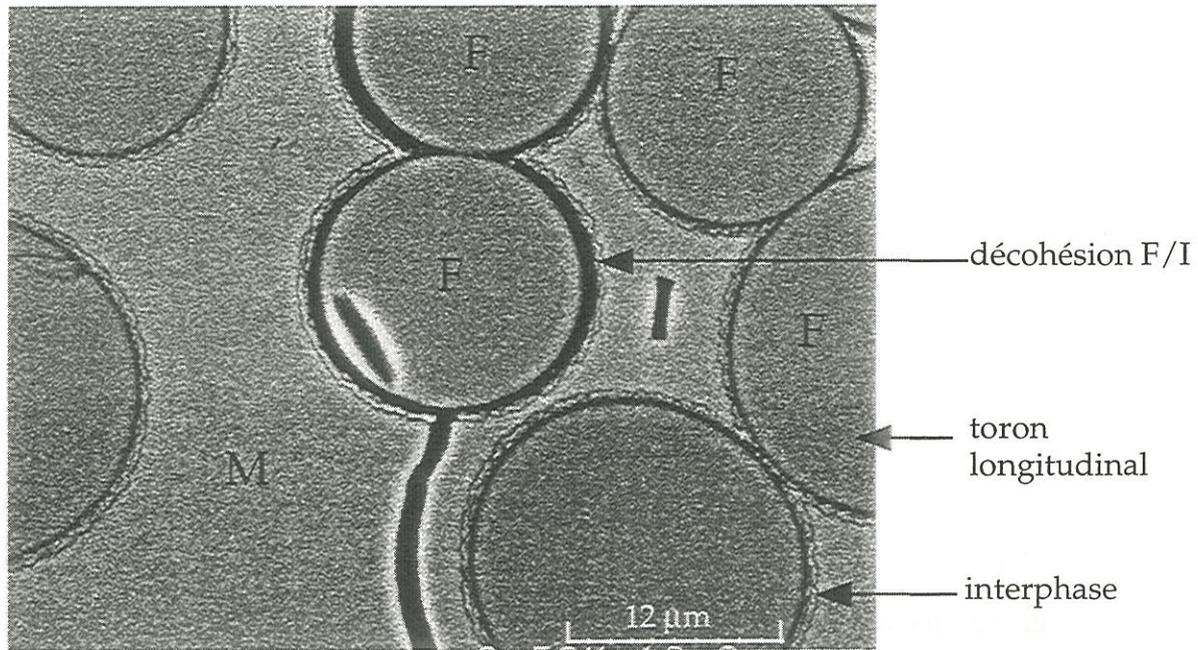


Fig. 3,43 : Micrographie MEB d'une décohésion entre la fibre et l'interphase

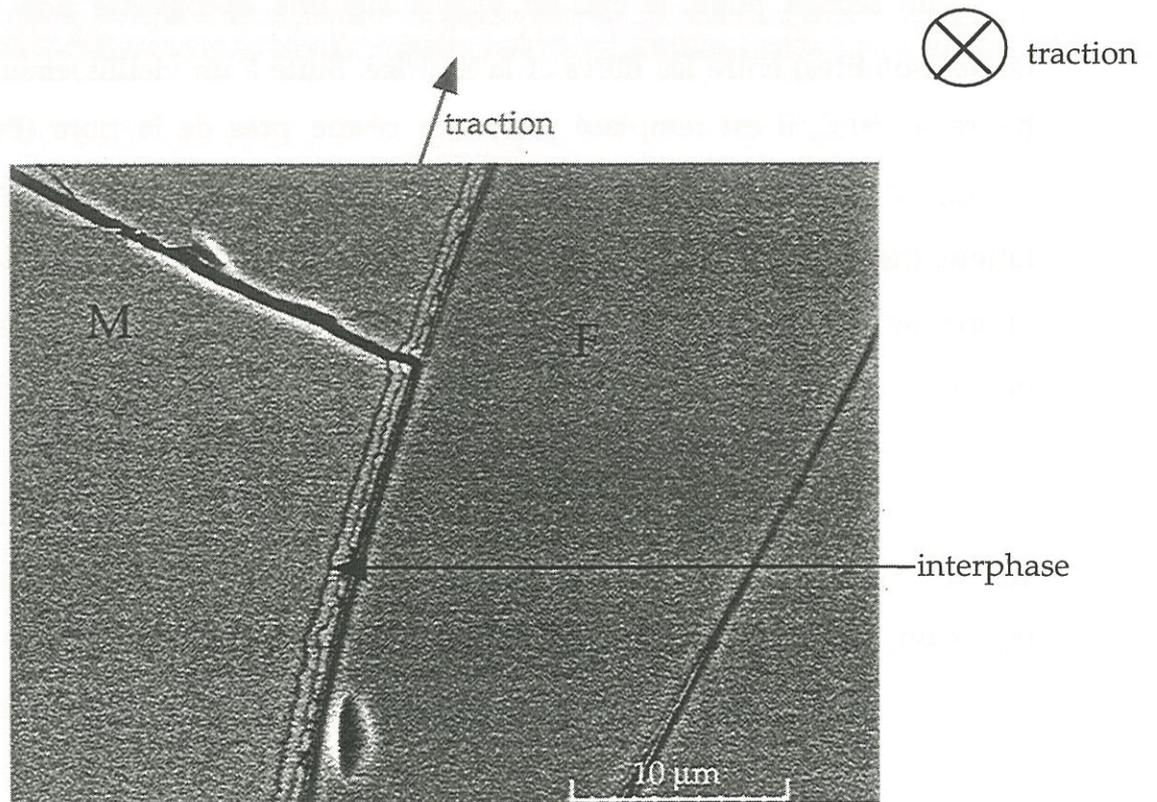


Fig. 3,44 : Micrographie MEB d'une décohésion entre la fibre et l'interphase

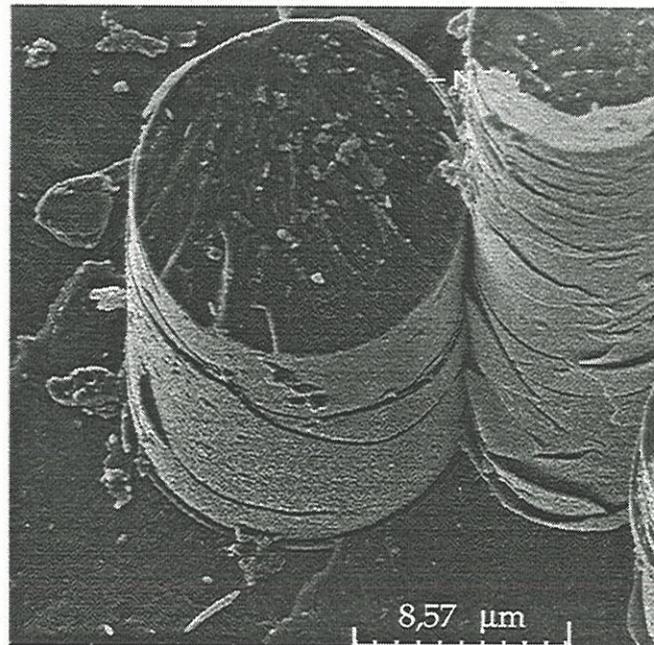
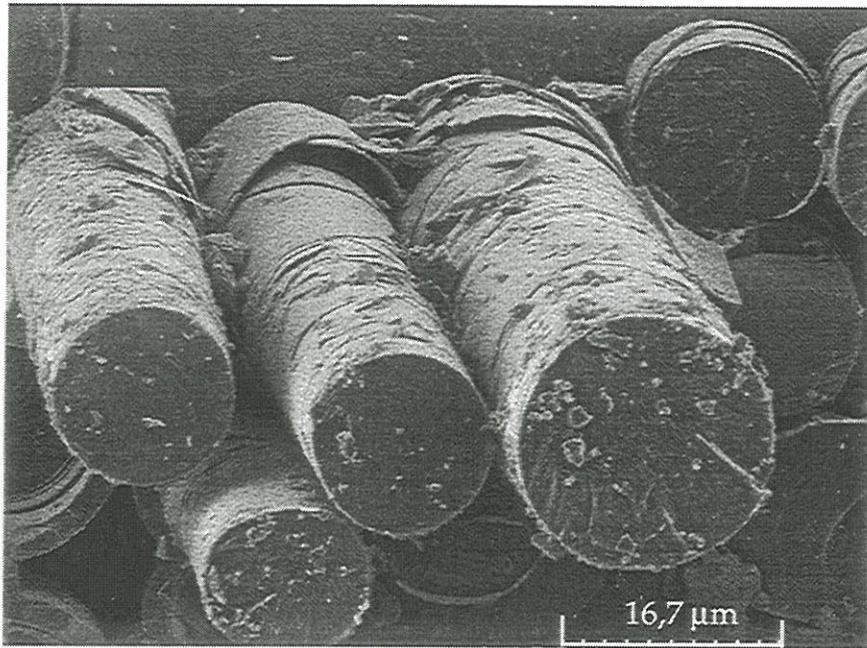
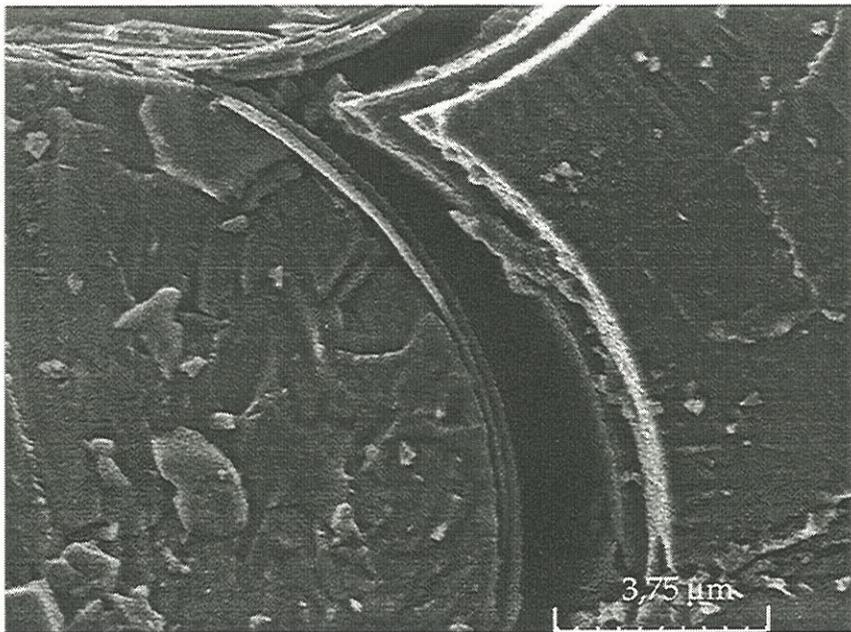
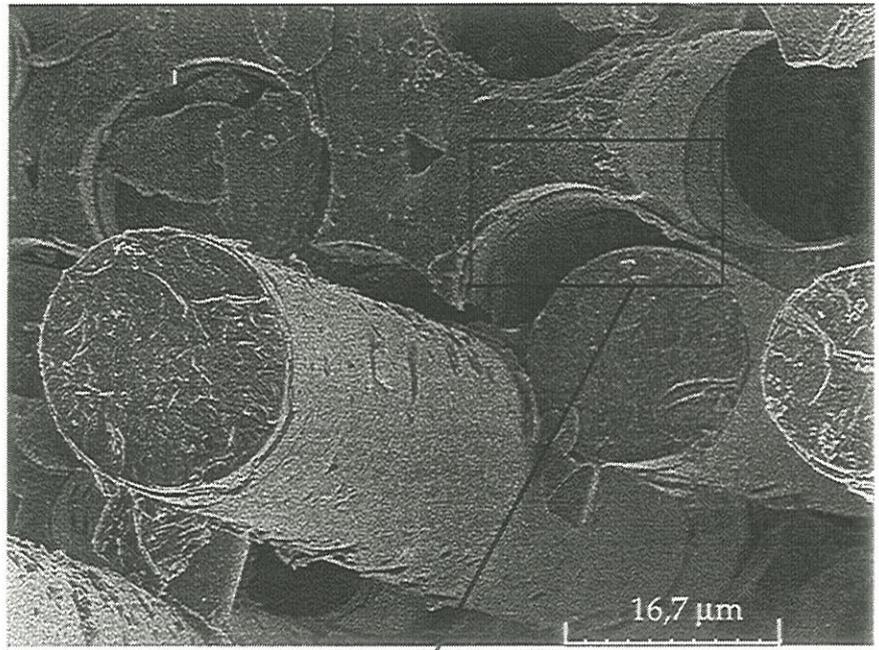
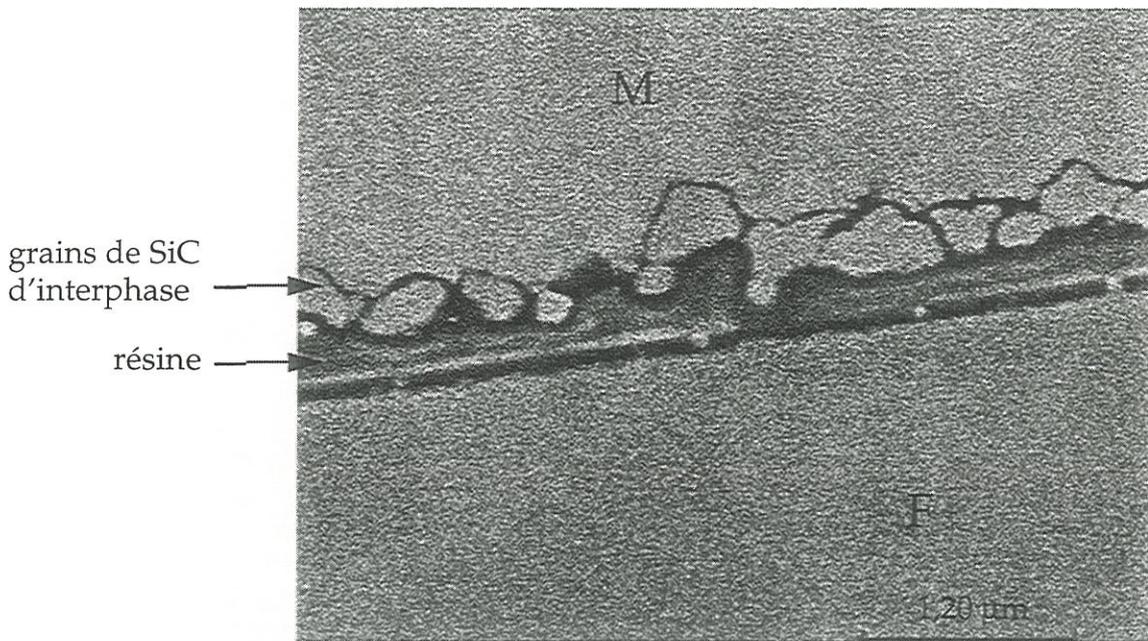


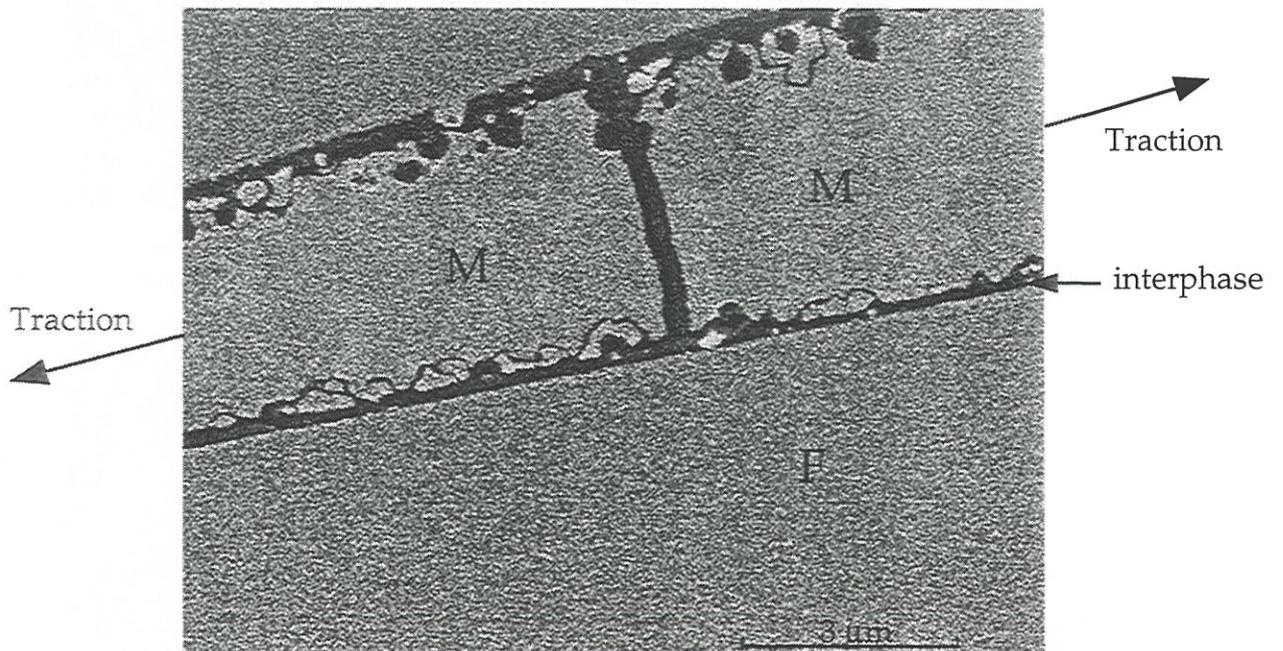
Fig. 3,45 : Micrographie MEB du faciès de rupture après un essai de fatigue statique sous air à 1200 °C et 120 MPa ; Interphase en feuillets.



**Fig. 3,46 : Micrographie MEB de l'interphase multicouche après un essai de traction à température ambiante.**



**Fig. 3,47 : Micrographie MEB sur une section polie de l'interphase après essais de fatigue statique à 850°C sous air, 100 MPa et 0,06 % de pré-endommagement pendant 1 heure, (matériau L)**



**Fig. 3,48 : Micrographie MEB sur une section polie de l'interphase après essais de fatigue statique à 850°C sous air, 100 MPa et 0,06 % de pré-endommagement pendant 1 heure (matériau L)**

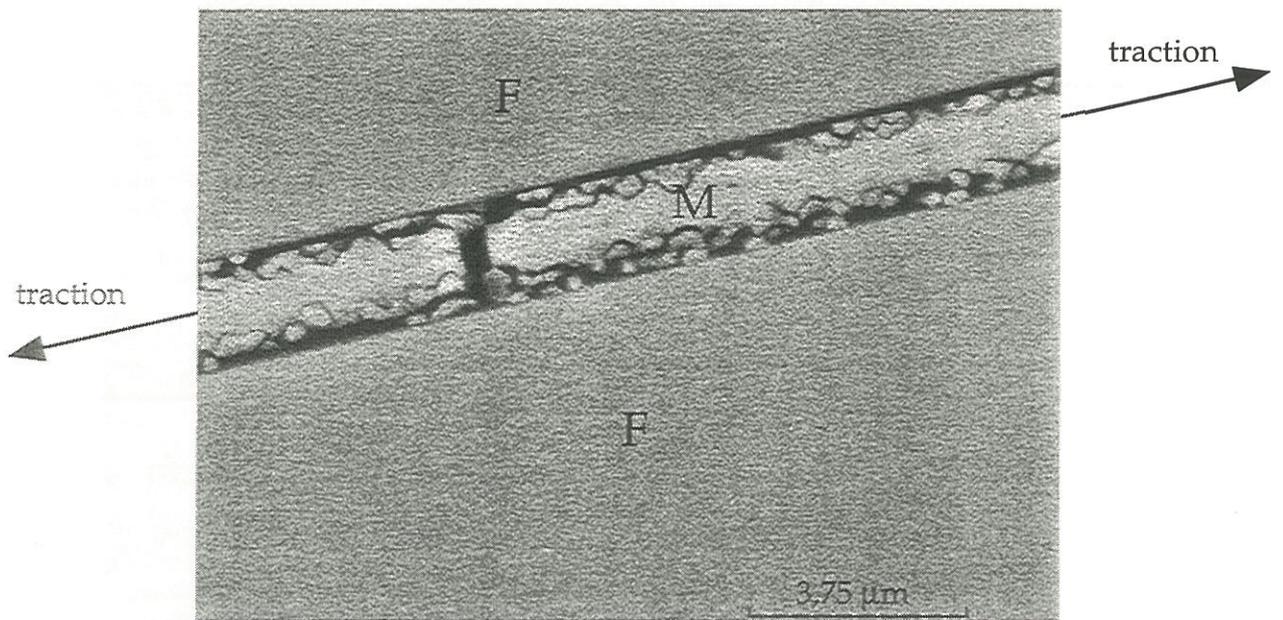


Fig. 3,49 : Micrographie MEB après vieillissement pendant 48 heures à 850°C, (matériau L).

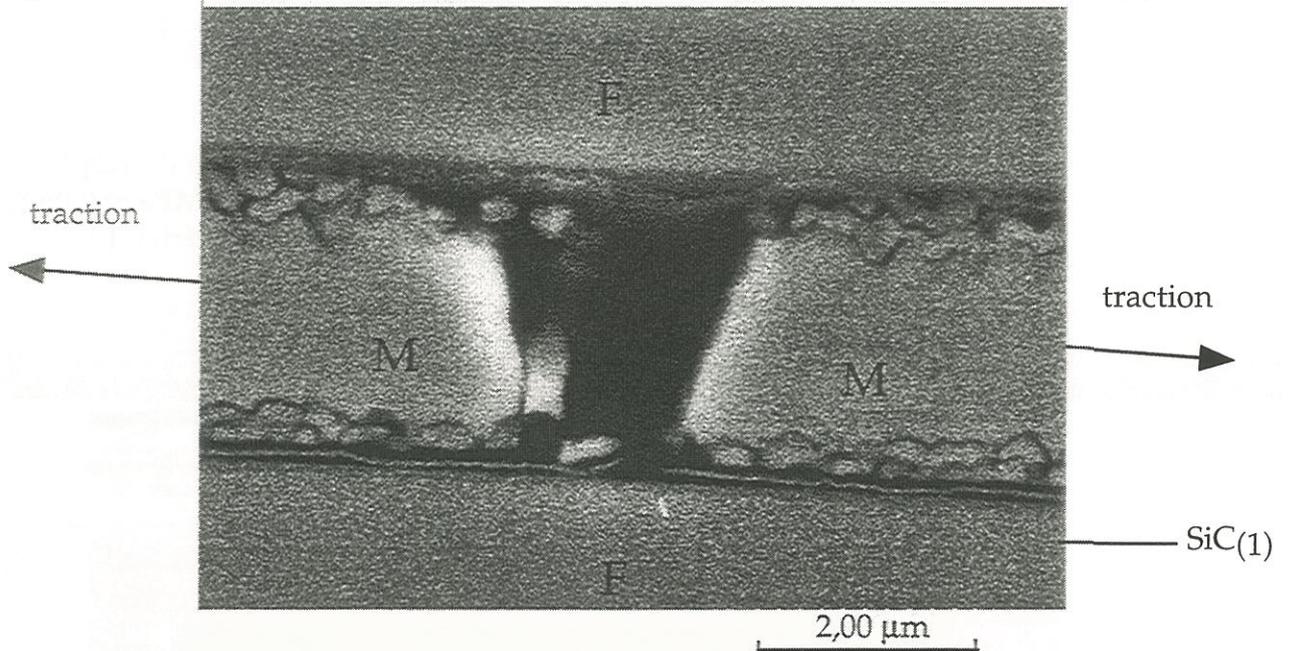


Fig. 3,50 : Micrographie MEB après vieillissement pendant 10 heures à 850°C, (matériau L).

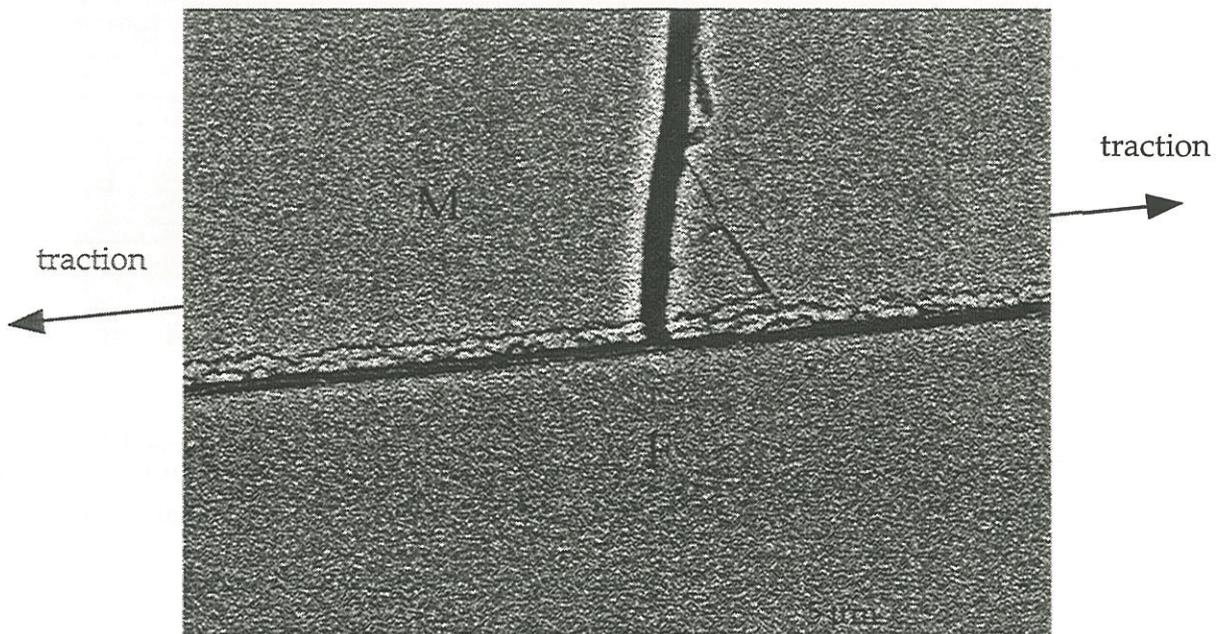


Fig. 3,51 : Micrographie MEB après vieillissement pendant 10 heures à 850°C, (matériau L).

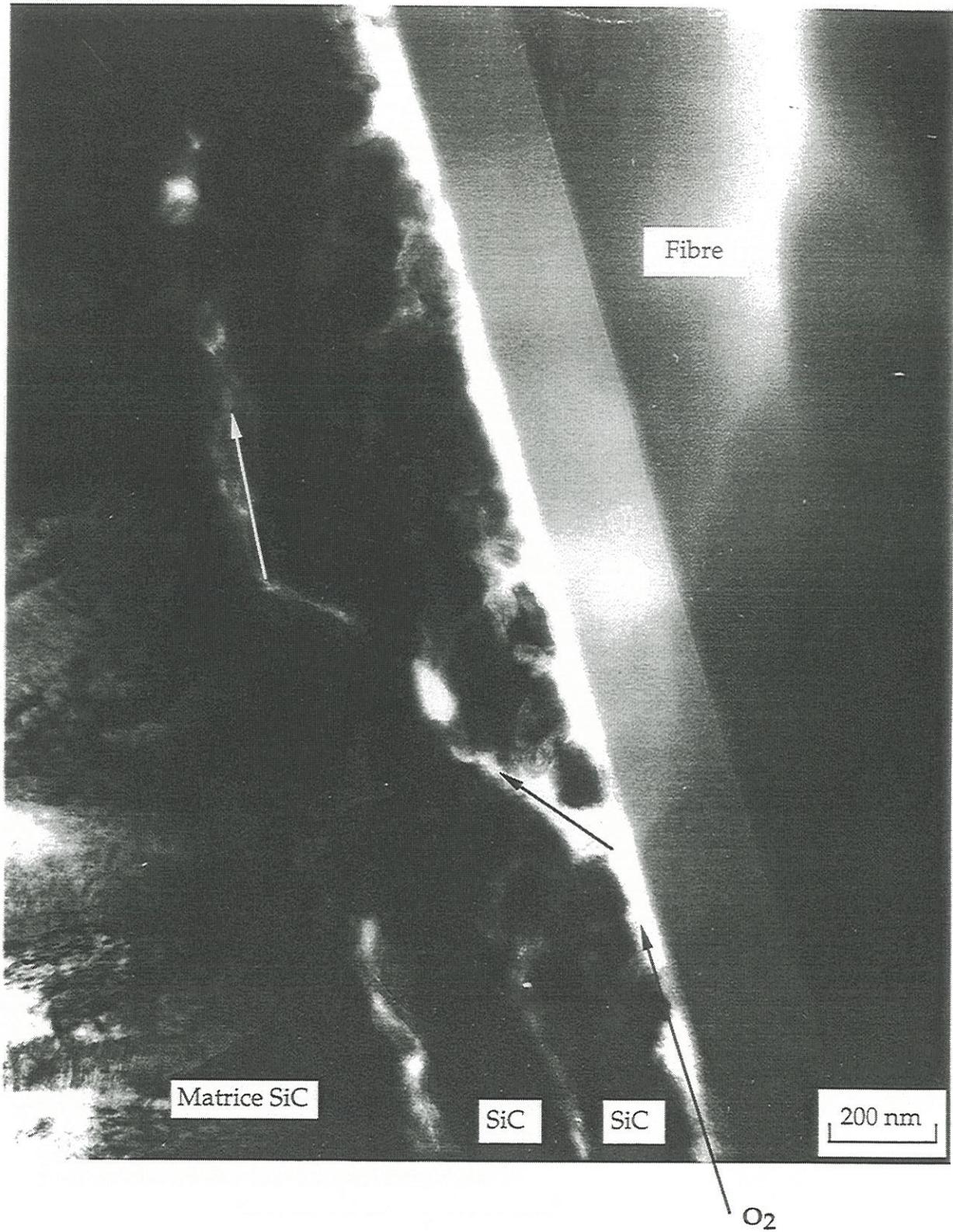


Fig. 3,49b : Micrographie en MET du matériau L après un traitement en fatigue statique pendant 48 heures à 100 MPa et 850°C

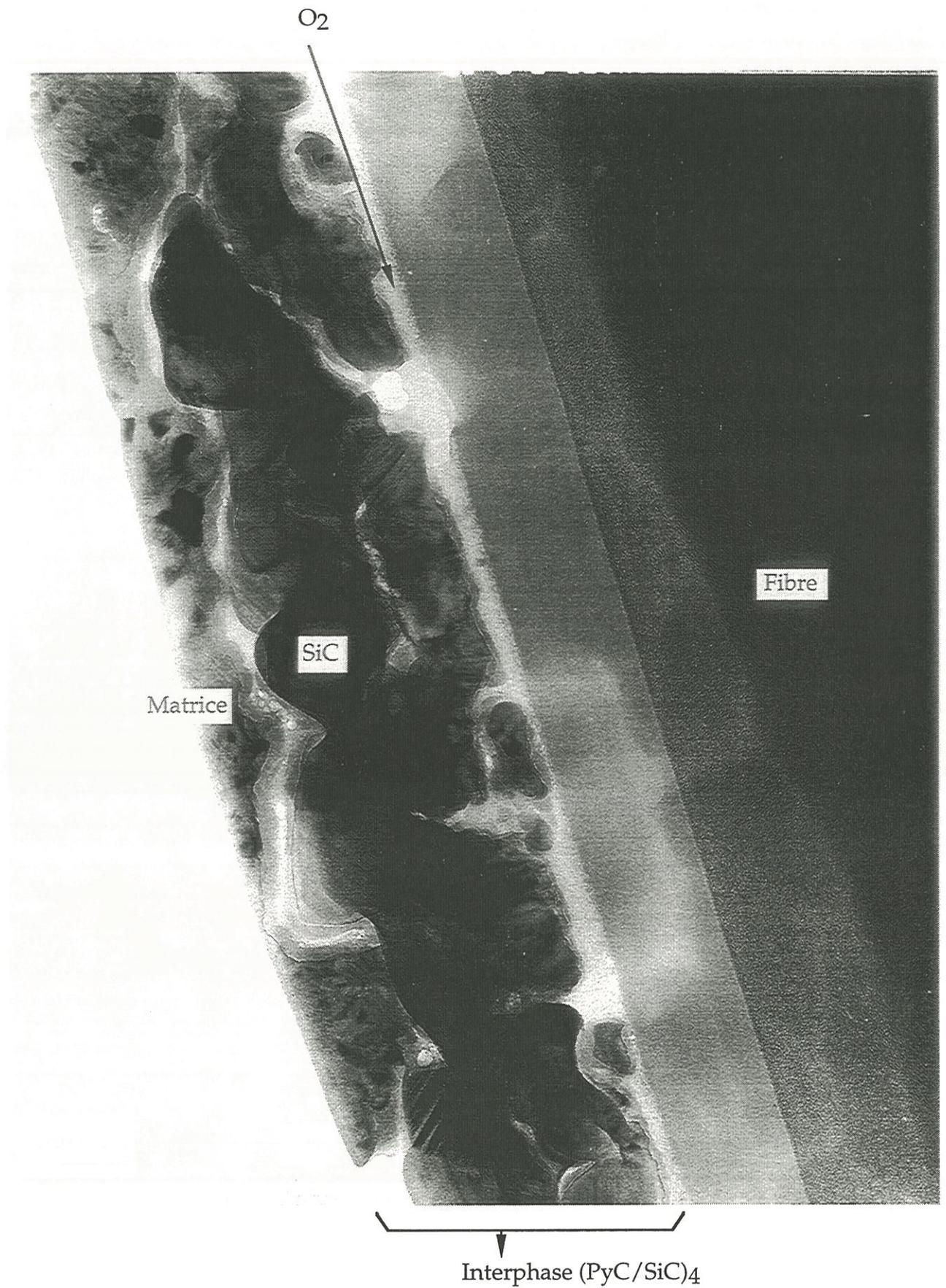


Fig 3,49c: Micrographie en MET du matériau L traité en fatigue statique sous charge de 100 MPa à 850°C pendant 48 heures

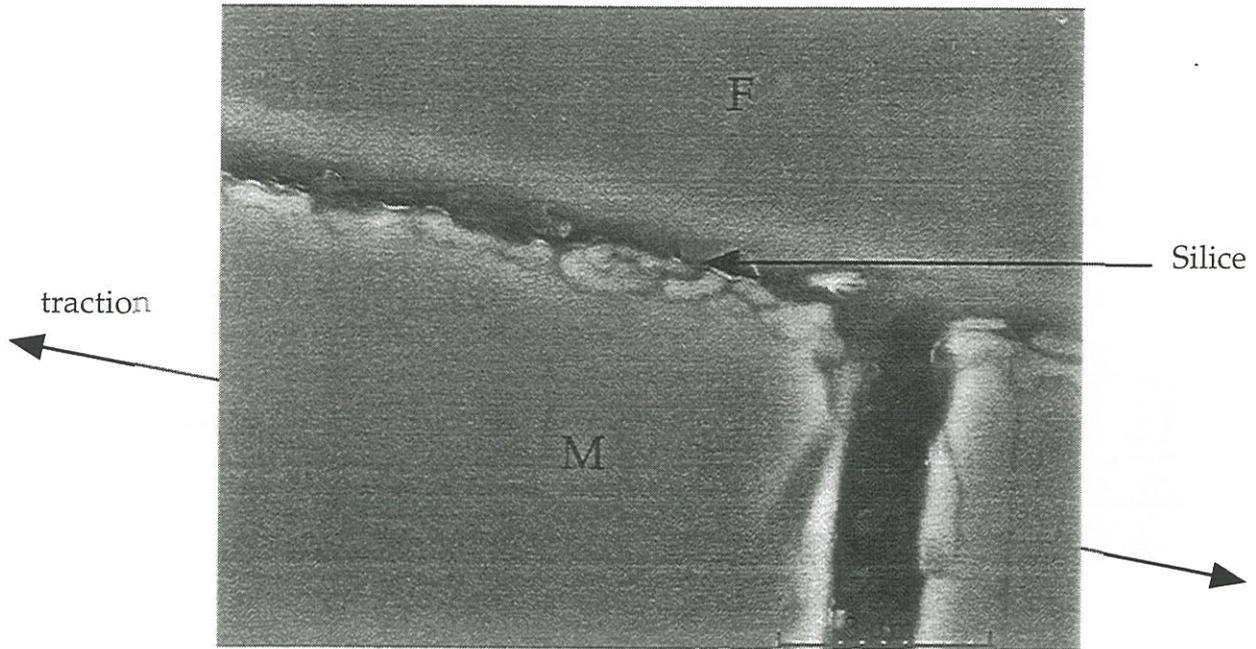
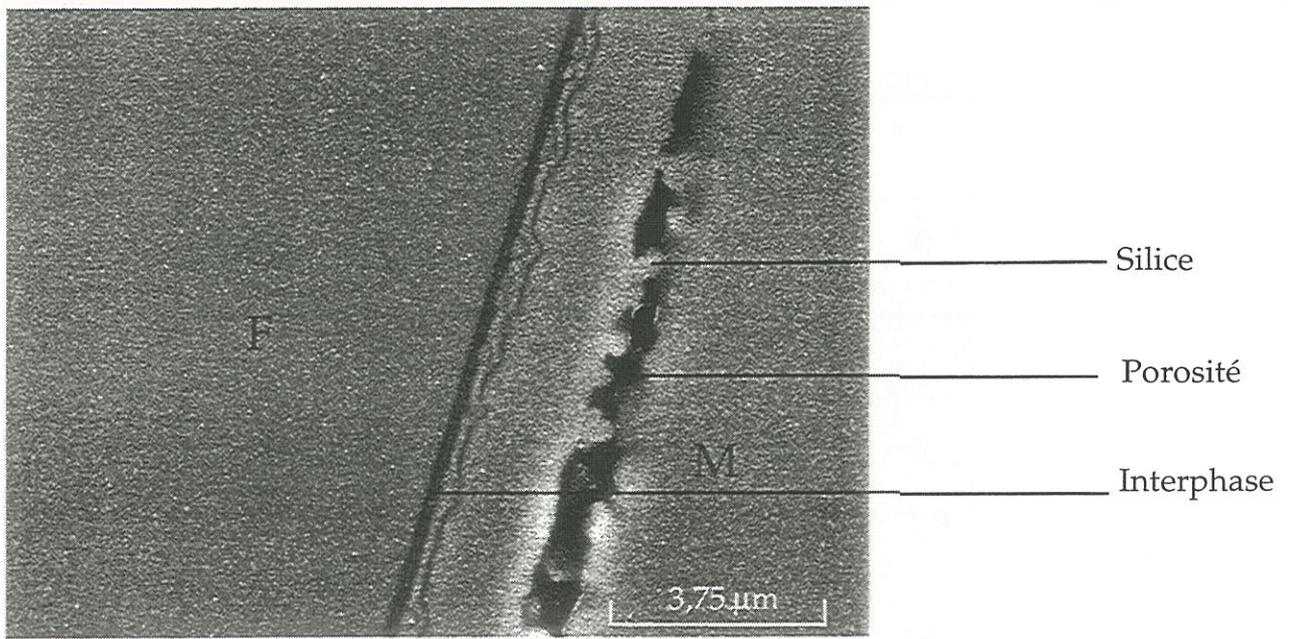


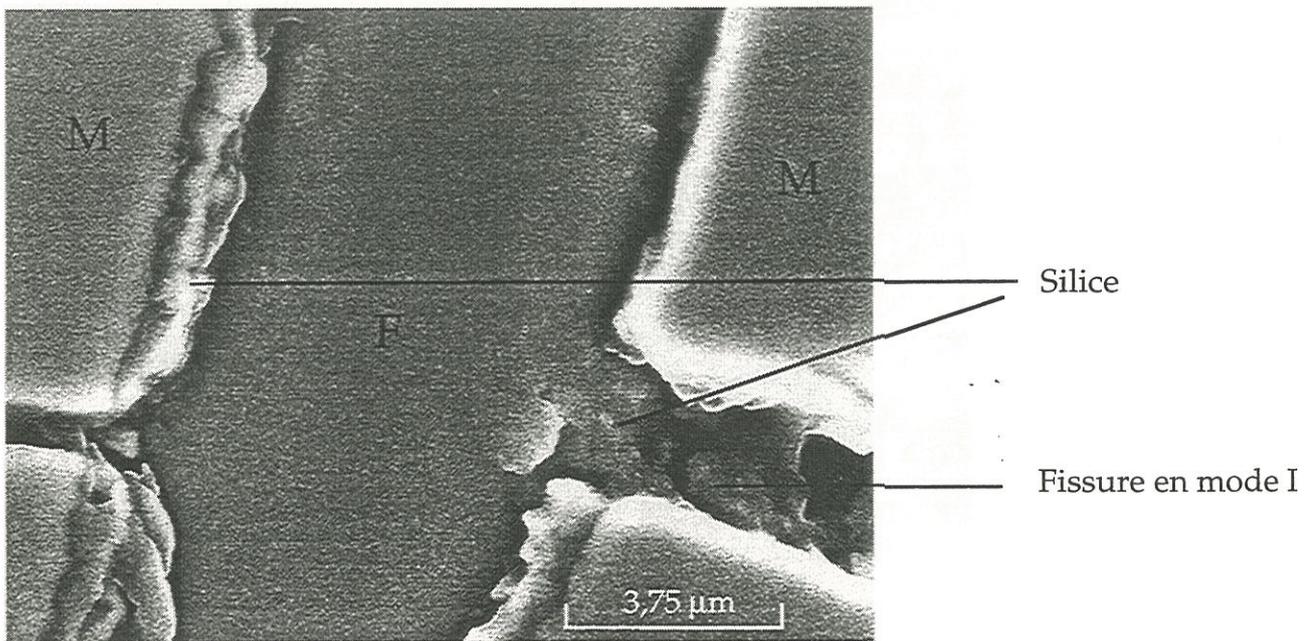
Fig. 3,52 : Micrographie MEB après fatigue statique en traction à 100 MPa à 850°C sous air pendant 48 heures.



Fig. 3,53 : Micrographie MEB après fatigue statique en traction à 100 MPa à 850°C sous air pendant 48 heures.



(a)



(b)

**Fig. 3,54 : Micrographie MEB de la formation de silice dans les macropores (a) et dans les fissures en mode I et II (b) à 1200°C.**

### II.3.2 - Analyses physico-chimiques

L'analyse par spectrométrie d'électrons Auger (AES) des échantillons après rupture en fatigue statique a permis de vérifier la composition chimique des fibres, de l'interphase et de la matrice après une exposition sous atmosphère oxydante plus ou moins prolongée. Il faut rappeler que l'analyse AES, dont le mode opératoire est exposé au chapitre 1, n'est que semi-quantitative. L'interprétation est difficile car le silicium conduit à un pic d'énergie et un facteur de sensibilité différent selon qu'il se combine pour former de la silice (75 eV) ou du carbure de silicium (92 eV) [Pluvinage et al., 1993].

#### - Les fibres

Une couche de composition Si (30 % d'atomes) -O (40 % d'atomes) - C (30 % d'atomes) dans des proportions qui ne sont pas exactement celles de la silice ( $\text{SiO}_2$ ) est analysée sur les fibres à toutes les températures. L'épaisseur de cette couche est plus ou moins importante selon la température et la durée de l'essai. Sous cette couche d'oxyde, se trouve la fibre Si-C-O, dont la composition en surface est très riche en carbone (60 %) (fig. 3,55). Il peut s'agir d'une migration du carbone libre qui se produit lors de la réaction d'oxydation de surface de la fibre.

#### - L'interphase séquencée (fig. 3,56)

Après 48 heures de fatigue statique à 850°C, un berceau de matrice contenant des morceaux d'interphase du matériau L est analysé sur une épaisseur de 4,4 ksecondes. Entre chaque couche de SiC, la concentration atomique de carbone diminue, alors qu'elle augmente dans une interphase non vieillie (cf chapitre 1, fig. 1). La **phase carbonée** a donc **partiellement** ou

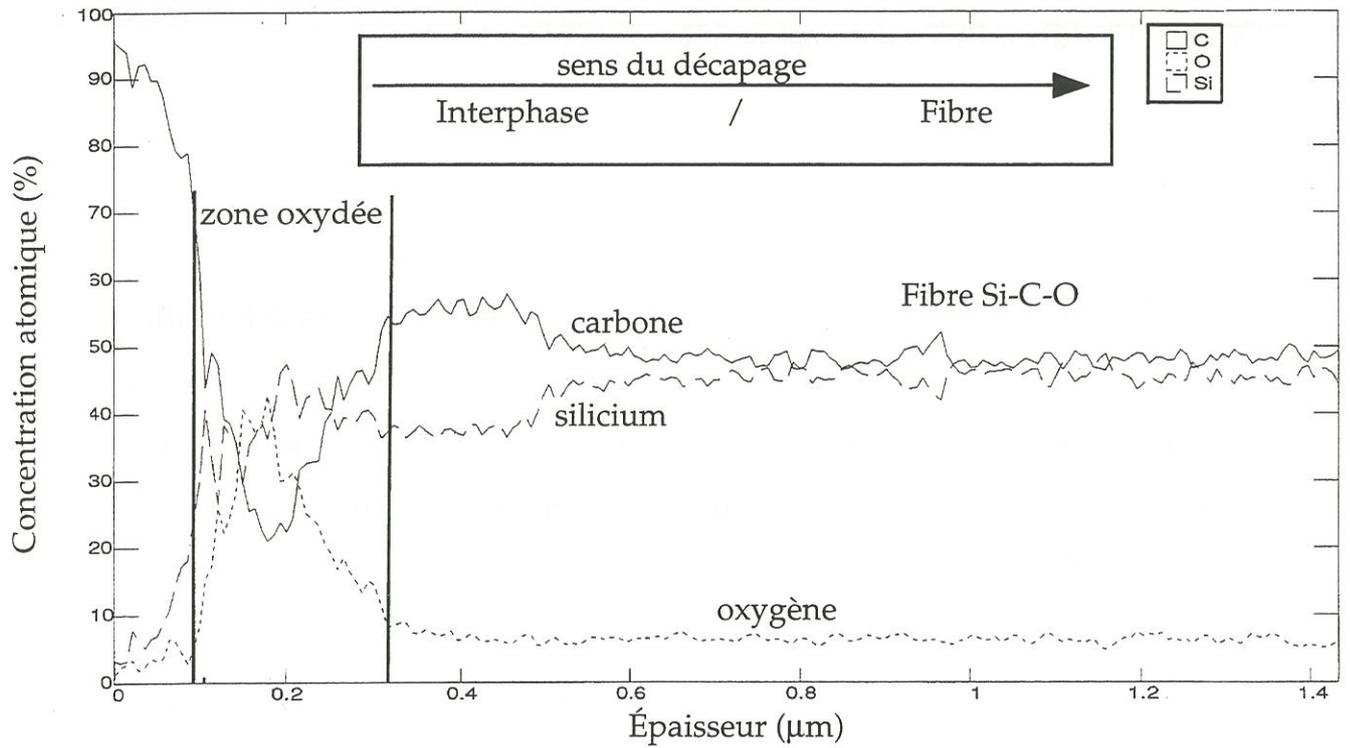


Fig. 3,55 : Analyse par spectrométrie d'électrons Auger sur une éprouvette testée à 850°C sous 100 MPa pendant 48 heures, côté fibre.

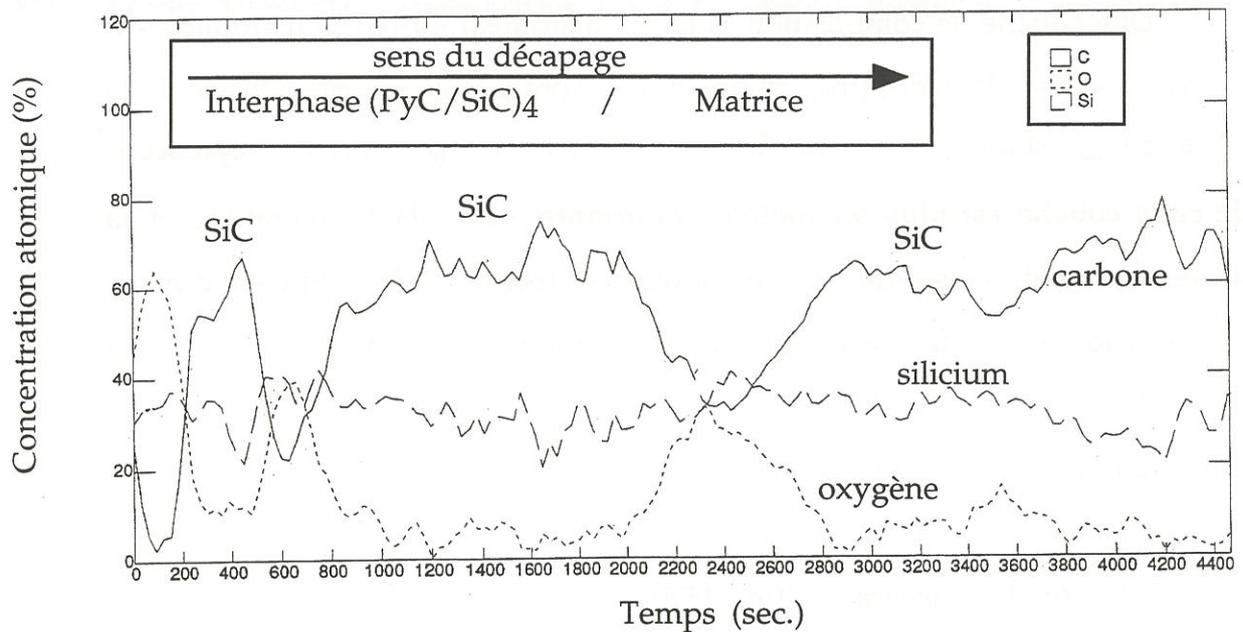


Fig. 3,56: Analyse par spectrométrie d'électrons Auger sur une éprouvette testée à 850°C sous 100 MPa pendant 48 heures, côté berceau de matrice.

totallement disparu selon les zones analysées. De plus, on ne compte que deux couches de composition proche de celle du SiC avant d'atteindre la fibre, ce qui **confirme la disparition de la couche d'interphase la plus fine**. La surface de **chaque couche est riche en oxygène** ; le SiC d'interphase est donc oxydé.

*- La matrice en surface de l'éprouvette*

Après une exposition d'une heure, à 1200°C, on détecte sur la surface externe de l'éprouvette (matrice), une couche de composition Si (40% d'atomes) O (60 % d'atomes) qui est proche de celle de la silice pure (fig. 3,57). La même couche est observée à 850°C, mais en épaisseur très faible (facteur 10), et de composition chimique légèrement différente, puisqu'elle contient 20% d'atomes de carbone (fig. 3,58).

### **II3.3 - Fissuration**

L'état de fissuration des éprouvettes après rupture en fatigue statique à 100 MPa est observé sur des sections polies. On choisit des éprouvettes peu pré-endommagées ( $\epsilon_{\text{endo}} = 0,06\%$ ) afin de bien différencier l'endommagement initial et l'endommagement créé pendant l'essai. Pour chaque température d'essai, on dénombre les fissures et leur espacement afin de mettre en évidence une éventuelle influence de la température sur le mode d'endommagement du matériau en fatigue statique.

Quelles que soient la température et la phase d'évolution du matériau (phase I ou phase II), **le nombre de fissures reste constant au cours des essais**. Le pas de fissuration moyen est compris entre 0,8 mm et 1,4 mm (annexe tableau A1 et Fig. A1).

Le matériau L à interphase séquencée a été vieilli. Les résultats de

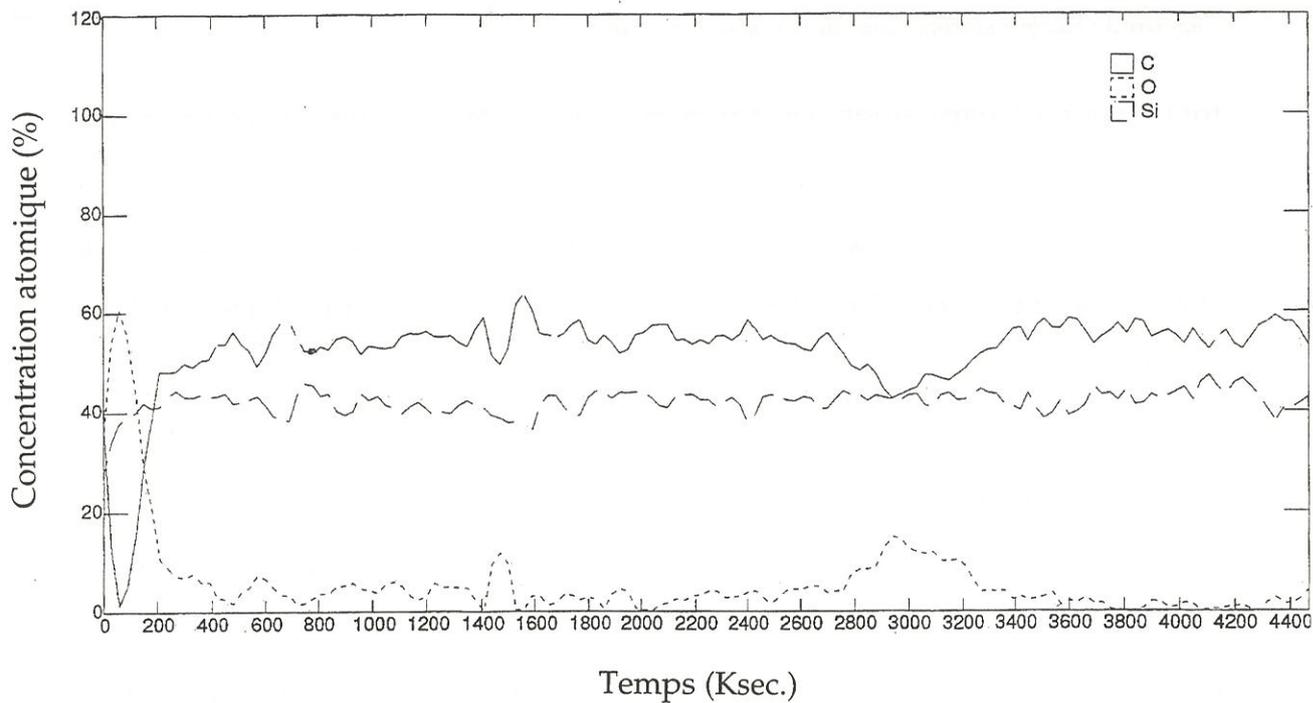


Fig. 3,57 : Matrice de SiC exposée à l' air à 1200°C pendant une heure.

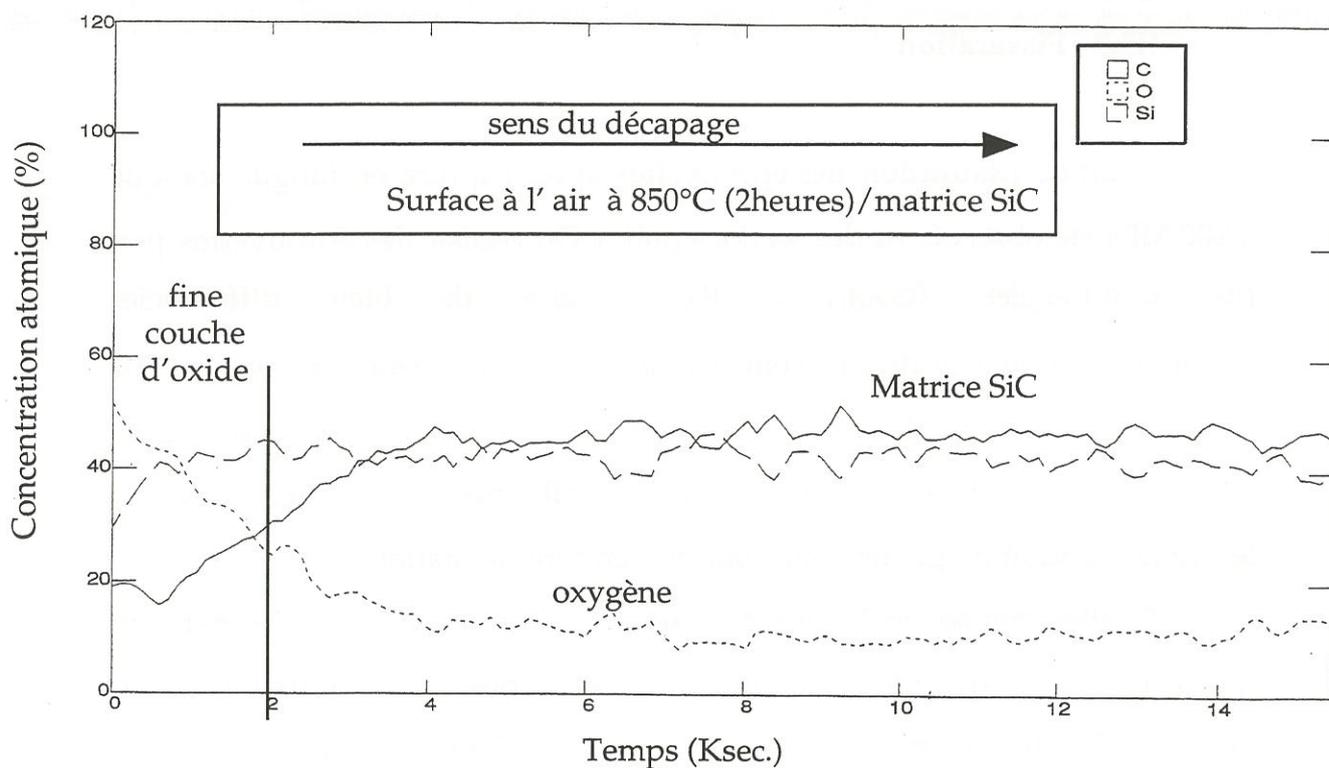


Fig. 3,58 : Analyse par spectrométrie d'électrons Auger de la matrice d'une éprouvette testée à 850°C pendant 1 heure.

L'observation en microscopie optique du mode de fissuration du matériau L rompu en traction monotone à température ambiante après un vieillissement en fatigue statique à 100 MPa et 850°C sous atmosphère oxydante pendant une heure, 10 heures ou 20 heures, sont présentés dans l'annexe (fig. A2, tableaux A2 et A3). Le taux de fissures, initial est fixé par la déformation de pré-endommagement (i.e. 0,06%). Dans le matériau vieilli **une heure**, le **nombre de fissures** dans la zone utile a doublé lors de l'essai en traction. Par contre, il reste **constant en phase II** après un vieillissement de 10 heures et 20 heures.

### III - Mécanismes d'évolution

Lorsque la déformation d'endommagement est inférieure à la **déformation élastique** du composite ( $\approx 70$  MPa), les éprouvettes SiC/SiC à interphase X ne sont pas affectées par le vieillissement sous charge à haute température sous air. Par contre, quand le matériau a été pré-endommagé, le comportement de fatigue statique présente une ou deux phases d'évolution.

Ces phases I et II sont liées à des phénomènes physico-chimiques internes, qui sont décrits dans ce paragraphe.

#### III.1 - Phase I

Les essais de fatigue statique montrent que la **chute des caractéristiques** ( $E$ ,  $S$ ,  $\varepsilon$ , et  $\varepsilon_{res}$ ) **des matériaux L et R durant la phase I est contrôlée par la température**, le débit gazeux (ouverture et nombre de fissures) et le temps. Par ailleurs, les observations microscopiques et les analyses **physico-chimiques** mettent en évidence des **modifications de l'interphase** dès le début des essais de fatigue statique sous atmosphère oxydante. Le carbone au contact immédiat des fibres disparaît en grande partie. Ces résultats

permettent d'attribuer la dégradation du 2D, à l'**oxydation de la (ou des) couche(s) de PyC** d'interphase. Cette oxydation entraîne la formation d'oxydes de carbone gazeux (réactions (6) et (6')) et la destruction de la liaison interfaciale fibre/matrice sur une longueur  $l_{dc}$ .



Lorsque la décohésion chimique  $l_{dc}$  **progress**e, la **matrice est déchargée** et l'effort de traction est reporté progressivement sur les torons. Lorsque  $l_{dc}$  est égale à la longueur de jauge, la matrice est entièrement déchargée et la totalité de l'effort de traction est supportée par les torons longitudinaux. Ainsi, le **module de rigidité** du 2D chute progressivement et tend vers une valeur minimale  $E_{\text{mini}}^I$  proche de la rigidité des torons longitudinaux ( $0,5 E_f V_f \approx 35$  GPa). Ceci correspond à l'évolution de type 2. Lorsque la contrainte ou la température sont trop sévères, les torons de fibres longitudinales peuvent rompre avant d'atteindre  $E_{\text{mini}}^I$ , ce qui correspond à l'évolution de type 1.

L'évolution du transfert de charge entre la matrice et les fibres longitudinales au cours de l'endommagement peut être représentée à partir d'un modèle simplifié constitué d'une fibre, d'une interphase et d'une gaine de matrice. À tout instant  $t$  de l'essai, la décohésion  $l_d$  entre les fibres et la matrice est due à la **décohésion purement mécanique** créée à l'instant initial sous l'action de la déformation d'endommagement  $\epsilon_{\text{endo}} (l_{dm})$  et à la **décohésion chimique** engendrée par la combustion du carbone d'interphase ( $l_{dc}$ ):

$$l_d(t) = l_{dm}(t_0) + l_{dc}(t) \quad \text{à } t = 0 \quad l_d(t) = l_{dm} \quad (7)$$

$$\text{à } t = t_{\text{mini}} \quad l_d(t) \approx l_{dc} = L_g$$

où :

$L_g$  est la longueur de jauge (25 mm).

$l_{dm}$  est supposée négligeable devant la valeur de  $l_{dc}$  qui augmente considérablement dès la première heure de vieillissement. On considérera donc par la suite que :

$$l_d(t) = l_{dc}(t) \quad (7')$$

On distingue deux zones le long de la décohésion [Guillaumat, 1994]:

- la **région 1** : déchargement total de la matrice et report de l'intégralité de l'effort sur la fibre. Aucun contact entre la fibre et la gaine de matrice ne subsiste. La contrainte de cisaillement interfacial est nulle sur  $l_{oc}$ . ( $0 < x < l_{oc}$ )
- la **région 2** : chargement partiel de la matrice par friction sur une longueur  $l_{pc}$  sur laquelle il subsiste un contact ( $l_{oc} < x < l_d$ ). Il existe une contrainte de cisaillement interfaciale supposée constante le long de  $l_{pc}$  :  $\tau$ .
- la **région 3** : interphase non endommagée ( $x > l_d$ ).

De même que  $l_d$ ,  $l_{oc}$  et  $l_{pc}$  évoluent au cours du temps.

$$l_d(t) = l_{dc}(t) = l_{oc}(t) + l_{pc}(t) \quad (8)$$

Le module d'un composite modèle (microcomposite) évolue avec la longueur de décohésion selon la relation (9) [Guillaumat, 1994].

$$E(t) = \frac{E_0}{1 + \frac{2 \cdot N \cdot l_{dc}(t) \cdot a}{L_g} \cdot \left( \left( \frac{\sigma_m}{E_f V_f - \sigma_m} + 1 \right) \frac{(1 + \beta_c(t))}{2} \right)} \quad (9)$$

où :  $N$  est le nombre de fissures,

$\sigma_m$  est la contrainte de maintien en fatigue statique,

$$\beta_c(t) = \frac{l_{0c}(t)}{l_{dc}(t)}$$

$$a = \frac{E_m V_m}{E_f V_f}$$

Lors de l'oxydation,  $l_{0c}$  tend vers  $l_{dc}$ , donc  $\beta$  tend vers 1. Ensuite,  $l_{dc}(t)$  augmente (avec  $\beta = 1$ ) de sorte que  $2.N.l_{dc}$  tende vers  $L_g$ .

Dans la phase I, on a donc :

$$E(t) \approx \frac{E_0}{1 + \frac{N.a.l_{dc}}{L_g}(1 + \beta_c(t))} \approx \frac{E_0}{1 + \frac{2.N.l_{dc}}{L_g}} \quad (10)$$

À la fin de la phase I :  $2.n.l_{dc} = L_g$

$$E(t) \approx \frac{E_0}{1+a} = \frac{E_m V_m + E_f V_f}{1 + \frac{E_m V_m}{E_f V_f}} = E_f V_f \quad (10')$$

Si l'on pose une loi d'oxydation du PyC linéaire,  $l_{dc}(t) = k.t$  alors :

$$E(t) \approx \frac{E_0}{1 + \lambda t} \quad (11)-$$

avec :

$$\lambda = \frac{2.n.a.k}{L_g}$$

Les évolutions de  $E(t)$ ,  $S(t)$ ,  $\varepsilon(t)$  et  $\varepsilon_{res}(t)$  sont contrôlées par la progression de  $l_{dc}(t)$ .

L'oxydation du PyC fait croître  $\beta_c(t)$  vers 1 ( $l_{0c}$  tend vers  $l_{dc}(t)$ ), puis  $l_{0c}$  ( $=l_{dc}$ ) augmente jusqu'à ce que les fibres longitudinales soient

entièrement déchaussées ( $2 n l_{dc}=Lg$ ). La relation (10) décrit la chute de la rigidité au cours de la phase I.

La figure 3,59 présente la décroissance du module longitudinal en fonction de la déformation du composite. Elle est de nature hyperbolique, en accord avec l'équation (11). Pour comparaison est indiquée la décroissance de E induite par les essais mécaniques de traction à température ambiante.

Dans un composite sollicité en **traction à la rupture à température ambiante**, la longueur de décohésion  $l_d$  augmente avec la contrainte appliquée au composite. Durant l'accroissement de  $l_d$ ,  $\tau$  **peut être supposé constant** au cours du temps lorsque la déformation augmente (nature du contact entre les lèvres de la fissures dans la région 2 non modifiée). Au cours de l'essai de **fatigue statique sous atmosphère oxydante**, la longueur de décohésion  $l_{dc}$  augmente alors que la contrainte appliquée constante ne modifie pas l'endommagement mécanique. L'augmentation de l'aire et de la largeur des cycles d'hystérésis indique que la contrainte de **cisaillement interfacial**  $\tau$ , qui leur est inversement proportionnelle (relation 12), **diminue au cours de la phase I**. La relation (12) donne  $\tau(t)$  la contrainte de cisaillement interfacial au cours du temps.

$$\tau = \frac{b_2 N (1 - a_1 V_f)^2 R_f}{12 E_m V_f^2 S} \times \sigma_m^3 \quad (12)$$

où :

- $b_2$  et  $a_1$  sont les coefficients d'Hutchinson,
- N est le nombre de fissures,
- $R_f$  est le rayon de la fibre,
- $E_f$  et  $E_m$  sont les modules respectifs de la fibre et la matrice,
- $V_f$  est la fraction volumique de fibres ,
- S est l'aire du cycle,

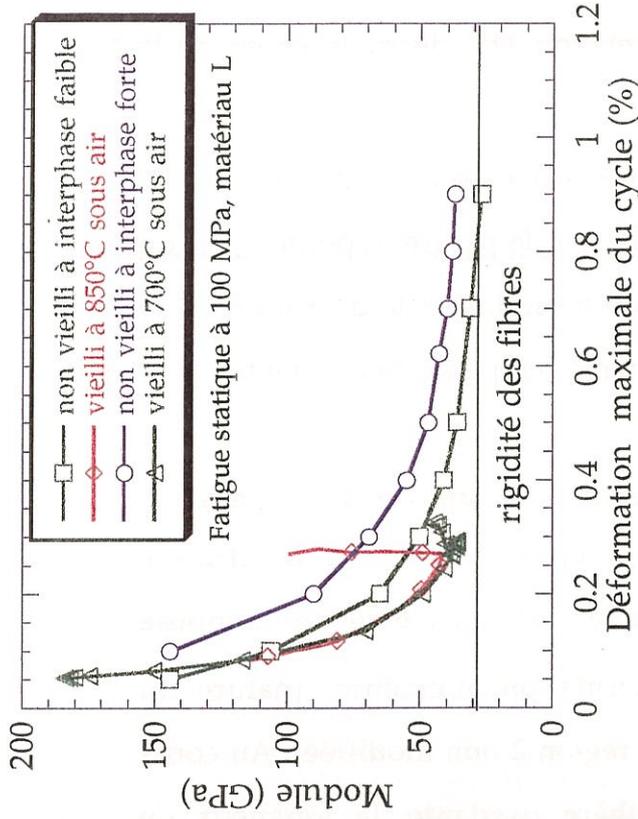
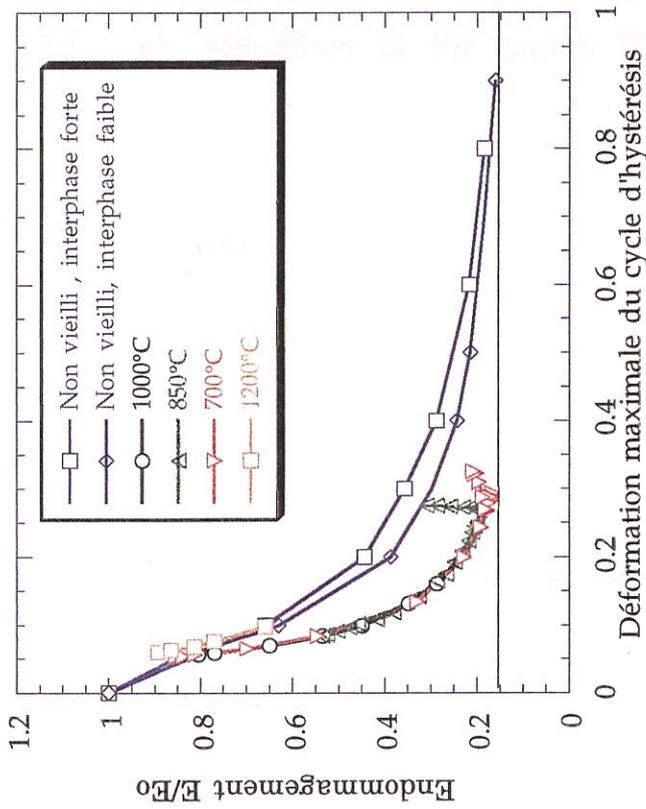


Fig. 3,59 : Evolution de l'endommagement en fonction de la déformation longitudinale totale.

• Oxydation du PyC d'interphase



pore annulaire

• Oxydation de la fibre/matrice



silice

• Compétition entre la diffusion d'oxygène et les réactions de surface

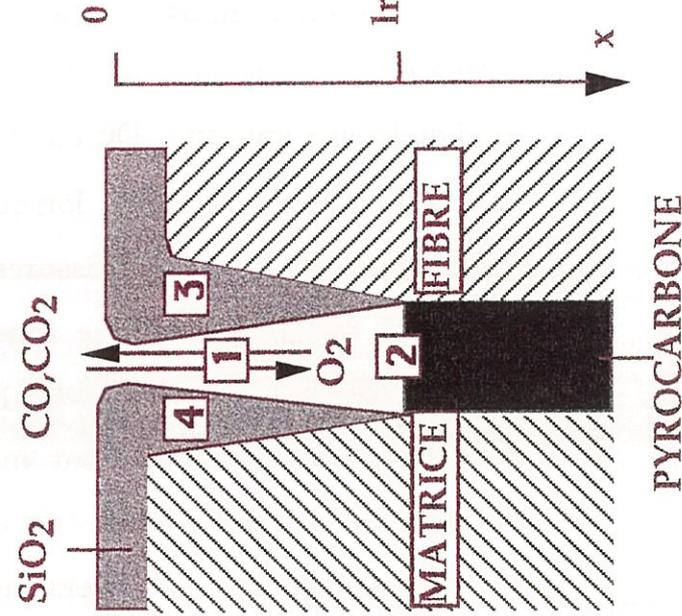


Fig. 3, 60 : Formation de silice le long fissures d'après [Filipuzzi, 1991].

-  $\sigma_m$  est la contrainte de maintien (valeur maximale de contrainte sur le cycle).

Le calcul de  $\tau$  est effectué sur le matériau L en fatigue statique à 100 MPa pour les différentes températures d'essais (700°C, 850°C, 1000°C et 1200°C). Le tableau I rassemble les résultats des calculs de  $\tau$  en phase I et II.

La contrainte de cisaillement interfacial chute continuellement au cours de la phase I jusqu'à une valeur minimale de 9,1 MPa à 700°C et 7,0 MPa à 850°C (Tableau I).

$$\tau(t) = \frac{\sigma_m \cdot a \cdot R_f}{2 \cdot V_f (1 + a) (1 - \beta(t)) l_{dc}(t)} \quad (13)$$

On peut faire deux hypothèses sur le mode de propagation du front d'oxydation du PyC :

(i) Dans le cas d'une propagation unidirectionnelle longitudinale, l'augmentation de  $l_o$  au détriment de  $l_p$ , entraîne l'annulation de la contrainte de cisaillement interfacial dès que la combustion du carbone, le long des fibres longitudinales, est totale. La courbe 3,59 met en évidence que la chute de  $\tau$  n'est pas aussi brutale.

(ii) Le front d'oxydation **multidirectionnel** (radial, longitudinal et circonférentiel) se **propage** dans un premier temps entre les lèvres de la décohésion mécanique  $l_{dm}$  et par la suite en pointe de la décohésion  $l_{dc}$  [Lebrun, 1996]. La **dégradation de l'interphase** provoque la **formation de surfaces de frottement internes** qui expliquent l'augmentation de **l'aire et de la largeur des cycles d'hystérésis** au cours du temps.

L'**émission acoustique** croît considérablement durant la phase I à charge constante. Les sources d'émission acoustique peuvent être très diverses : création de fissures, ruptures de fibres, frottements, décohésion

$\sigma_m = 100$ MPa	Temps de vieillissement sous charge (heures)						
	0 (état initial)	0.5 (phase I)	transition I/II	10 (phase II)	30 (phase II)		
T (°C)							
700	S (KJ/m <sup>3</sup> )	1.2 10 <sup>-3</sup>	2.2 10 <sup>-3</sup>	32 10 <sup>-3</sup>	26.4 10 <sup>-3</sup>	30 10 <sup>-3</sup>	
N = 30	$\tau$ (MPa)	243	132.7	$\tau_{\text{mini}} = 9.1$	11	9.7	
850	S (KJ/m <sup>3</sup> )	1.3 10 <sup>-3</sup>	3.9 10 <sup>-3</sup>	32 10 <sup>-3</sup>	31 10 <sup>-3</sup>	18 10 <sup>-3</sup>	
N = 23	$\tau$ (MPa)	172	57	$\tau_{\text{mini}} = 7$	7.2	12.4	
1000	S (KJ/m <sup>3</sup> )	1.9 10 <sup>-3</sup>	5.2 10 <sup>-3</sup>				
N = 30	$\tau$ (MPa)	154	56				
1200	S (KJ/m <sup>3</sup> )	1.9 10 <sup>-3</sup>	8 10 <sup>-3</sup>				
N = 25	$\tau$ (MPa)	128	30				

Tableau I : Résultats des calculs des contraintes de cisaillement interfacial dans le matériau L au cours de l'essai de fatigue statique sous atmosphère oxydante à 100 MPa.

Données du calcul : R = 7,5 mm     $E_m = 400$  GPa     $E_f = 190 = 0,25$      $v_f \text{ et } m = 0,25$      $v_f = 0,4$      $V_m = 0,6$

$$b_2 = \frac{1 + vE_m[E_f + (1 - 2v)E]}{E_f[(1 - v)E_f + (1 - v)E]} = 0,38 \text{ a1} = \frac{Et}{E_0} = 0,475$$

T (°C)	N (nombre de fissures)
700	30
850	23
1000	15
1200	25

mécanique ou chimique aux interfaces... .La formation de nouvelles fissures en mode I dans la matrice, qui supporte un effort de plus en plus réduit, est exclue. En effet, la fissuration intra et extra-toron observée après essai est semblable à celle de l'état initial. Des ruptures de fibres ne sont que très rarement observées sur les sections polies. Lors d'un cycle de décharge-recharge à température ambiante, on n'enregistre aucune émission acoustique, donc les frottements internes ne peuvent pas expliquer la montée de l'émission en phase I. La **création de la décohésion fibre/matrice**  $l_{dc}$  reste donc l'hypothèse la plus probable, mais il n'existe aujourd'hui aucune corrélation directe entre l'émission acoustique et la combustion du carbone.

La croissance de la **déformation permanente** ( $\epsilon_{res}$ ) témoigne de deux phénomènes : (i) la relaxation de l'ensemble des contraintes thermiques résiduelles (surtout axiales) au sein du 2D lorsque  $l_{dc}$  progresse et libère les fibres longitudinales ; (ii) la création de déformations viscoplastiques irréversibles comparables à celles qui avaient été observées sur le matériau L testé en traction à 1200°C sous argon (cf. chapitre 2).

$$\epsilon_{\text{permanente}} = \epsilon_{\text{viscoplastique}} + \epsilon_{\text{relaxation}} \quad (14)$$

Cette viscoplasticité est confirmée par la sensibilité de la vitesse de déformation résiduelle à la température et à la contrainte de chargement.

Les travaux de Carrère sur le fluage à 1200°C sous argon ont montré que le **régime de fluage** des composites SiC/SiC protégés est **primaire**. Il est contrôlé par le **fluage des fibres SiC Nicalon au niveau des décohésions F/M**.

La matrice ne flue pas [Abbé, 1990]. À 1200°C l'absence de régime secondaire s'explique par l'instabilité de ces fibres qui s'accompagne de la croissance des grains de SiC et, donc, d'une augmentation de la résistance au

fluage [Carrère, 1996].

La **déformation totale** est la somme des déformations élastiques et permanentes d'origine mécanique (endommagement, refermeture des fissures) et physico-chimique (viscoplasticité).

$$\varepsilon_{\text{totale}} = \varepsilon_{\text{élastique}} + \varepsilon_{\text{permanente}} \quad (15)$$

La charge  $\sigma_m$  est constante, mais la charge appliquée aux fibres augmente lorsque la décohésion progresse, ce qui accroît la déformation élastique des fibres.

Dans le cas limite où l'intégralité de l'effort de traction est supportée par les torons longitudinaux (hypothèse 1), la déformation élastique théorique des fibres se déduit de la relation 16 :

$$\varepsilon_{\text{f élastique}}^{\text{th}} = \frac{\sigma_m}{E_f V_f} \quad (16)$$

La déformation élastique des fibres au cours de l'essai de fatigue peut être déduite de la déformation totale et de la déformation permanente, par la relation 17.

$$\varepsilon_{\text{élastique}}^{\text{exp}} = \varepsilon_{\text{totale}}^{\text{exp}} - \varepsilon_{\text{permanente}}^{\text{exp}} \quad (17)$$

Les déformations élastiques des fibres longitudinales expérimentales et théoriques présentées au **tableau J** sont assez proches lorsque la contrainte est suffisante pour que le matériau ait une évolution de type 1 ou 2. Par contre, à faible contrainte, (40 MPa), un écart considérable apparaît car l'hypothèse 1 n'est plus valable lors de l'évolution de type 3.

$\sigma_m$ (MPa)	40	80	100	100	120
$0,5 V_f$ (valeur mesurée) (%)	18	18	18	17,5	18
$\varepsilon_{f\text{élastique}}^{\text{th}} = \frac{\sigma_m}{E_f V_f}$ valeur maxi (%)	0.11	0.23	0.29	0.3	0.35
$\varepsilon_{\text{totale}}^{\text{exp}}$ valeur maximale (%)	0.05	0.25	0.27	0.25	0.35
$\varepsilon_{\text{élastique}}^{\text{exp}} = \varepsilon_{\text{totale}}^{\text{exp}} - \varepsilon_{\text{permanente}}^{\text{exp}}$ (%)	0.03	0.13	0.22	0.2	0.33

**Tableau J** : Résultats des essais de fatigue statique à 850°C et 0.06 % d'endommagement comparaison des déformations théoriques et expérimentales maximales en fin de phase I.

	Matériau	PyC (nm)	700°C	800 °C	850°C	900°C
SiC protégé sollicité à $\sigma_m < \sigma_e$	L	150/200	≈10		≈8	
	R	50	≈10		≈11	
SiC non protégé non sollicité [Huger, 1992]	/	140	>100	≈ 67		≈7
	/	40	≈ 27	≈13		≈92

**Tableau K** : Mesures des temps d'obturation en heures en fonction de la température sous air pour les différentes épaisseurs d'interphase pyrocarbone des composites étudiés.

$\sigma_m$ (MPa)	40	80	100	100	100	120
$E_{\text{mini}}^I$ (GPa)	128	58	43	50	42	52
$0,5 E_f V_f$ théorique (GPa)	≈38	≈38	≈38	≈38	≈38	≈38
$0,5 E_f V_f$ (valeur mesurée) (GPa)	34,2	34,2	34,2	34,2	33,2	34,2
$\sigma_f$ (MPa)	222	444	555	555	571	666
$t_{\text{mini}}$ (H)	≈ 12	3	1,2	0,6	3,6	1

**Tableau L** : Mesures des valeurs minimales du module en fin de phase I, à 850 °C.

### Influence de la température

La **température**, qui engendre l'accroissement de la **cinétique de réaction** du carbone sous air, peut également modifier le **régime d'oxydation**. Ceci permet d'expliquer la sensibilité thermique des caractéristiques macroscopiques  $\overset{\circ}{E}$ ,  $\overset{\circ}{S}$ ,  $\overset{\circ}{\varepsilon}$  et  $\overset{\circ}{\varepsilon}_{res}$  surtout à partir de 1000°C. Filipuzzi a montré qu'à 700°C, les pertes de masse mesurées, qui sont **linéaires en fonction du temps**, correspondent à une combustion du carbone dans le composite en **régime chimique réactionnel**. L'oxydation est alors contrôlée par la cinétique des réactions (6) et (6'). De même, la perte de rigidité observée en fatigue statique sous air avec les matériaux L et R en phase I évolue linéairement en fonction du temps à 700°C. De plus, l'oxydation ne dépend pas de l'ouverture des fissures, ce qui se traduit pas la stabilité de  $\overset{\circ}{E}$ ,  $\overset{\circ}{S}$ ,  $\overset{\circ}{\varepsilon}$  et  $\overset{\circ}{\varepsilon}_{res}$  pour des matériaux identiquement endommagés et soumis à des contraintes de maintien différentes (fig. 3,26 à 3,29). D'après ces résultats, la **progression de  $l_{dc}$  en phase I n'est pas contrôlée par la diffusion gazeuse à faible température**, ce qui permet d'établir la loi suivante :

$$l_{dc}(t) = k_1 t \quad \text{pour} \quad T = 700^\circ\text{C} \quad (18)$$

où :

$l_{dc}$  est la décohésion fibre-matrice (pénétration de l'oxygène) ;

$k$  est une constante,

$t$  est la durée d'oxydation ;

Par contre, à **plus hautes températures** ( $T \geq 850^\circ\text{C}$ ) et à  $\varepsilon_{endo} > 0$ ,  $l_{dc}$  est contrôlée par la **diffusion de l'oxygène à travers les fissures et les porosités interfaciales** apparues après combustion du carbone. D'après les travaux de Huger, sur des SiC/SiC non protégés, lorsque la pénétration de

l'oxydation est suffisante pour que la **diffusion** en phase gazeuse de **type Knudsen** devienne l'étape limitante de la réaction, la consommation du carbone pyrolytique d'interphase peut alors être décrite par une loi parabolique [Huger, 1993] :

$$(l_{dc})^2 = k_2 t \quad \text{pour} \quad T \geq 850^\circ\text{C} \quad (19)$$

Lorsque l'on introduit la relation (19) dans le calcul de  $E(t)$  (relation 10 et 10'), on obtient :

$$E(t) = \frac{E_0}{1 + \lambda \sqrt{t}} \quad \text{pour} \quad T \geq 850^\circ\text{C} \quad (20)$$

D'après les équations (11) et (20), à  $700^\circ\text{C}$ ,  $E(t)$  est une fonction hyperbolique de  $\frac{1}{1 + \lambda t}$  alors qu'à  $850^\circ\text{C}$  et plus,  $E(t)$  est une fonction de  $\frac{1}{1 + \lambda' \sqrt{t}}$ .

Expérimentalement, on constate que la perte de rigidité à  $700^\circ\text{C}$  est plus lente qu'à  $850^\circ\text{C}$  (fig. 3,16).

Compte tenu des résultats expérimentaux, deux possibilités sont envisageables :

- la variable  $\lambda'$  qui dépend de  $k$  est une fonction croissante de la température et elle est beaucoup plus grande à  $T \geq 850^\circ\text{C}$  qu'à  $700^\circ\text{C}$ ,

- la loi de consommation du carbone n'est pas parabolique, mais reste linéaire. Il serait intéressant de réaliser une mesure en analyse thermogravimétrique de l'oxydation de ce matériau SiC/SiC protégé fissuré et **maintenu sous charge afin d'ouvrir les fissures**. La loi d'oxydation du PyC pourrait ainsi être recalculée.

L'oxydation à haute température semble bien contrôlée par la diffusion des gaz, puisqu'à  $850^\circ\text{C}$  et  $1200^\circ\text{C}$ ,  $\overset{\circ}{E}$ ,  $\overset{\circ}{S}$ ,  $\overset{\circ}{\varepsilon}$  et  $\overset{\circ}{\varepsilon}_{res}$  sont activées par l'accroissement de  $\sigma_m$  qui augmente l'ouverture des fissures à iso-endommagement (fig. 3,26 à 3,29). Ceci renforce l'hypothèse d'un régime d'oxydation de type Knudsen.

### Influence de l'épaisseur de PyC (phase I)

Il faut noter que dans des composites SiC/SiC à interphase PyC de 1  $\mu\text{m}$ , certains auteurs ont mis en évidence des cinétiques de perte de masse linéaires entre 800°C et 1000°C [Windisch et al. 1997]. L'oxydation est **contrôlée par les cinétiques de réactions**, alors qu'à la même température avec l'interphase de 200 nm ou 50 nm, le régime est diffusionnel.

L'épaisseur de PyC semble donc avoir un rôle important sur la détermination du régime d'oxydation.

**Si on attribue la chute du module à l'oxydation du PyC**, on constate qu'à 700°C, cette oxydation durant la phase I **est d'autant plus rapide que l'interphase est épaisse (fig. 3,40)**.

À cela plusieurs raisons possibles :

- L'oxydation du pyrocarbone est largement influencée par le type de carbone [Shernet et al., 1993], sa **microtexture** qui peut varier avec l'épaisseur du dépôt, la morphologie des surfaces de réaction [Luthra, 1988] et la présence d'impuretés [Walker et al., 1965]. Ainsi, l'oxydation de l'interphase de 50 nm pourrait être plus lente que celle de 200 nm à 700°C sous air.

- Les échanges gazeux le long de la porosité annulaire, laissée par l'oxydation du carbone, sont plus limités dans le cas d'une interphase de 50 nm qu'avec une interphase plus large de 200 nm. Ceci favorise le régime diffusionnel de Knudsen et ralentit l'oxydation du PyC dans la décohésion loin de la fissure de mode I.

- La distance entre les fibres et la matrice laissée après combustion du PyC est beaucoup plus faible dans le matériau R (50 nm) que dans le matériau S, ce qui pourrait limiter les échanges gazeux et ralentir les réactions [Filipuzzi et Naslain, 1990]. Pourtant, avec 200 nm de PyC (matériau S), la chute du module (pas tout à fait linéaire) est moins rapide

qu'avec 50 nm. L'hypothèse de propagation radiale du front d'oxydation est donc renforcée par cette observation.

- D'autre part, on constate **qu'à 850°C, la cinétique d'oxydation du PyC est plus sensible à l'augmentation de l'ouverture des fissures qu'à celle de l'épaisseur de pyrocarbone.**

#### Influence du séquençage (phase I)

La chute de E est beaucoup plus rapide dans le matériau L que dans S (200 nm) ou R (50 nm) à 700°C. La consommation de chaque couche de 50 nm dans le multicouche semble être plus rapide qu'en présence d'une interphase simple de PyC de même épaisseur. Le séquençage ne freine donc pas les phénomènes d'oxydation du PyC, car l'irrégularité du dépôt des couches SiC dans l'interphase facilite l'accès de l'oxygène entre les différentes couches de carbone.

Par contre, à 850°C, en régime de Knudsen, aucune différence d'évolution entre L et R n'est observée car l'épaisseur de la couche élémentaire de carbone dans l'interphase est la même.

### III.2 - Phase II

Lors de l'oxydation du composite SiC/SiC non protégé, la courbe de variation de masse au cours du temps en analyse thermogravimétrique [Huger, 1993] présente des similitudes avec la courbe de  $E(\tau)$  sur le matériau L (évolution de type 2 ou 3).

La cinétique d'oxydation passive du SiC est limitée **par la diffusion de l'oxygène** à travers la couche d'oxyde de silice dont la croissance est généralement décrite par une loi parabolique :

$$de = \frac{K_p \cdot dt}{2e} \quad (21)$$

où :

e est l'épaisseur d'oxyde formé,

t est le temps,

$K_p$  est la constante parabolique.

$K_p$  du SiC CVI (matrice) à 1200°C sous air a été évaluée par Filipuzzi à  $1,6 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}^2\text{min}^{-1}$  [Filipuzzi, 1991]. La valeur de  $K_p$  pour le SiC CVI et pour les fibres est du même ordre de grandeur [Carrère, 1996], pourtant, en dessous de 900°C, la formation de silice en surface de la matrice est beaucoup plus réduite que sur la fibre. D'après Cutard, la matrice ne participe pas à la cicatrisation, car même après une exposition de 100 heures, elle ne présente pas de  $\text{SiO}_2$  [Cutard, 1993]. Le matériau L présente cependant une couche nanométrique d'oxyde en surface après 48 heures de vieillissement comme le prouvent les analyses AES.

La silice proviendrait essentiellement des fibres et de l'interphase, comme cela a été montré par les analyses chimiques en spectroscopie d'électrons Auger. Ce processus a déjà été identifié à une température inférieure à 900°C [Cutard et al., 1993]. Le **coefficient d'expansion volumique** de la fibre est d'environ 1,48 et celui de la matrice est de 2,3 [Huger, 1992]. Par conséquent, la formation des couches de silice sur les fibres et sur les parois des interphases en SiC CVI, sont susceptibles d'entrer en **contact** (fig. 3,60).

Lors d'un vieillissement sous charge, le **module d'Young** ne peut devenir théoriquement **constant** qu'à partir du moment où l'oxydation de l'interphase de pyrocarbone, responsable de la progression de la longueur de

décohésion  $l_{dC}$ , est stoppée [Huger et al., 1994]. Ceci peut se produire dans deux cas limites :

(i) Soit tous les accès gazeux sont **obturés** par la formation de silice avant que l'intégralité de la couche assurant la cohésion fibres/matrice soit consommée. Le module d'élasticité de stabilisation est supérieur à  $0.5.E_f.V_f$ , car **il reste des zones de cohésion où le pyrocarbone contre la fibre est intact**. On constate expérimentalement que, quelle que soit la morphologie de l'interphase, ce cas se produit lorsque la **contrainte appliquée est inférieure à la limite d'élasticité** (évolution de type 3) (fig. 3,5). Les temps nécessaires à l'obturation des décohésions pour les deux matériaux sont présentés dans le **tableau K**. Ces temps devraient correspondre, sur les courbes de fatigue statique, aux instants où  $E$  est minimal,  $S$  est maximal,  $\epsilon_{tot}$  et l'émission acoustique deviennent constants. Il n'en est pas ainsi. En effet, on constate, que la vitesse de croissance de la silice est beaucoup trop lente pour combler 50 à 100 nm d'espace présent entre les fibres et la matrice (ou le SiC d'interphase) en une heure ou deux.

On attribue plutôt le nouveau transfert de charge vers la matrice, à une **formation très locale** de silice sur les parois des fibres en contact avec des couches d'interphase du fait du **réalignement des fils longitudinaux**. Ces points de silice sont visibles après 48 heures de fatigue statique à 850 °C et 100 MPa (fig. 3,52 et 3,53). La formation de silice commence dès le début de l'essai, mais elle ne devient visible sur le plan mécanique **macroscopique** que lorsqu'elle est en quantité suffisante pour créer le contact fibres-matrice et rigidifier ainsi le matériau .

(ii) Tout le PyC situé dans les interphases, entre les torons longitudinaux et la matrice, disparaît et le module minimal tend vers  $0,5.E_f.V_f$  (**tableau L**).

La diminution de l'aire des cycles d'hystérésis qui traduit l'**augmentation de la contrainte de cisaillement interfacial** du matériau L, s'explique par la formation du **joint de silice** qui limite les déplacements relatifs entre les fibres et la matrice lors des cycles de déchargement-rechargement. Ainsi, comme on le constate dans le tableau L,  $\tau$  augmente en phase II à 850°C. Sa valeur après 30 heures de vieillissement atteint 13 MPa après être passée par un minima de 7 MPa à la fin de la phase I. Par contre, à 700°C  $\tau$  reste constante au cours de la phase II ( $\tau \approx 10$  MPa).

Cette augmentation de  $\tau$  se traduit par une droite de pente positive sur la **courbe d'endommagement** du matériau L en fonction de la déformation résiduelle (fig. 3,59). Au cours de la phase II, cette droite verticale (pente infinie) à 850°C, passe de la courbe d'endommagement, d'un matériau à interphase très faible (presque sans cohésion entre fibre et matrice) à celle d'un matériau à interphase très forte (fig. 3.59).

#### *Influence de la température (phase II)*

La croissance de la phase oxyde est **d'autant plus rapide que la température (T) est élevée**. C'est pourquoi entre 700°C et 850°C,  $\dot{E}$  est multipliée par 4 pour L et par 9 pour R (fig. 3,7). La silice formée n'est visible au microscope électronique à balayage à effet de champ qu'à 850°C. À 700°C, la quantité de verre formé est beaucoup plus faible.

#### *Influence du temps de vieillissement (phase II)*

L'observation du taux de fissuration après rupture en traction à température ambiante du matériau vieilli 10 heures et 20 heures à 850°C en fatigue statique à 100 MPa souligne le **comportement fragile du matériau** dont le nombre de fissures matricielles augmente peu par rapport à l'état initial. **L'interphase de silice qui recharge la matrice par contact ne permet cependant pas sa multifissuration**. La nouvelle interphase fragile entre fibre

et matrice est donc très différente, de l'interphase ductile de pyrocarbone par sa nature et ses propriétés.

### Influence de l'épaisseur de PyC (phase II)

À 850°C et 40 MPa, le rechargement de l'éprouvette se produit au même instant ( $\approx 12$  heures) avec l'interphase simple de 50 nm de PyC et l'interphase séquencée 4 x 50 nm. Par contre, avec l'interphase de 200 nm, (matériau S), la phase II débute beaucoup plus tard ( $\approx > 48$  heures).

La réduction de l'espace entre fibre et matrice favorise le rechargement. La multiplication de faible épaisseur de PyC ne fonctionne pas comme une couche unique d'épaisseur égale à la somme de couches du séquençage. On peut penser que : (i) chaque couche de SiC participe au colmatage de l'espace laissé par le carbone consommé, et/ou (ii) le carbone loin de la décohésion ne disparaît pas totalement, et le rechargement a lieu dès que la décohésion au voisinage immédiat de la fibre est cicatrisée.

## CONCLUSION

Le comportement en fatigue statique sous environnement oxydant du composite 2D SiC/SiC à interphase à base de PyC séquencée ou non, est régi par la **compétition de deux phénomènes** physico-chimiques. Ils se manifestent sur le plan macroscopique à des instants différents.

Tout d'abord, en *phase I*, on observe une **dégradation** du matériau qui est contrôlée par la quantité de carbone d'interphase consommée entre les torons longitudinaux et la matrice.

Puis, en *phase II*, la **rigidification** du matériau est due à la formation de silice dans les lacunes interfaciales laissées par la combustion du PyC. Cette **nouvelle interphase vitreuse** qui est beaucoup plus **fragile** que le pyrocarbone ne permet pas au matériau de retrouver le comportement de référence à température ambiante.

Ainsi, d'un matériau à **interphase forte à l'état initial**, on passe à un matériau à interphase faible en fin **de phase I**, puis dans certains cas, à un matériau à **interphase très forte en phase II**.

La variation du taux d'endommagement à isocontrainte ne modifie pas le comportement en fatigue statique.

Par contre, la contrainte de maintien ( $\sigma_m$ ) qui contrôle l'ouverture des fissures, et la température (T) qui modifie les cinétiques d'oxydation du carbone et du SiC, ont une grande influence sur les vitesses d'évolution des propriétés mécaniques du 2D en phase en I et II. Ainsi, on distingue **trois types d'évolution** en fonction de T et  $\sigma_m$ , pour lesquelles la dégradation et la durée de vie sont très différentes.

En régime non-diffusionnel, c'est la quantité totale de carbone présente dans l'interphase qui fixe les vitesses d'évolution en phase I, alors qu'en régime de Knudsen (vers 850°C et plus), c'est l'épaisseur élémentaire de chaque couche de PyC.

Seul le matériau L évolue en deux phases lorsque la contrainte de traction est supérieure à 60 MPa, ce qui permet d'accroître considérablement la durée de vie du composite SiC/SiC. L'intérêt de l'interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub>, par rapport à une interphase monocouche de carbone, est ainsi mis en évidence. Le séquençage ne joue pas le rôle de barrière à l'oxydation pour lequel il a été imaginé, mais il **retarde la rupture**.

L'analyse de la rupture en fatigue statique est développée dans le prochain chapitre.

## ANNEXE

### Observation de la fissuration par microscopie optique

Les éprouvettes ont été imprégnées de résine et observées en microscopie optique après chaque essai. Des sections polies ont été réalisées selon **trois** plans perpendiculaires : le plan des strates, le plan transverse et le plan perpendiculaire à l'axe de traction. Les mesures des distances inter-fissures de toutes les éprouvettes sont exposées dans cette annexe. Aucune attaque au Murakami n'a été réalisée sur les échantillons observés.

#### - Pas de fissuration en fatigue statique à haute température sous air

Phase de FS	Temps d'exposition en fatigue statique (h)	T (°C)	Nombre de fissures pour 25 mm	Distance inter-fissure moyenne (mm)
/	0	TA	≈ 60	1,1/0,3
II	>90,5	700	≈ 30	0,87
II	6	850	≈ 20	1,4
II	48	850	≈ 25	0,98
I	1	1000	≈ 15	1,7
I	0,18	1200	≈ 25	1,1

Tableau A.1 : Résultats de l'endommagement à la rupture de matériaux pré-endommagés à 0,06% et vieillis en fatigue statique à 100 MPa.

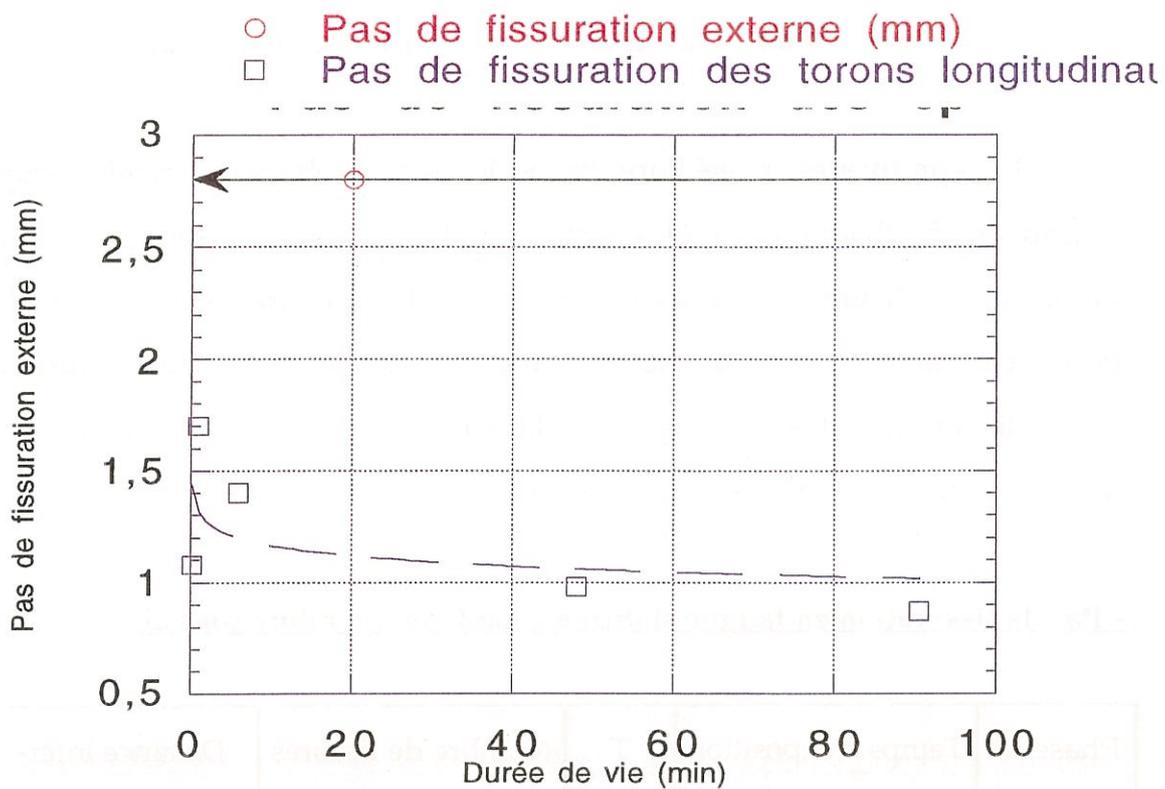


Fig. A,1 : Evolution du pas de fissuration du matériau L en fatigue statique à 1200°C en fonction de la durée de vie du matériau.

**- Pas de fissuration en traction résiduelle après vieillissement en fatigue statique à 850°C 100 MPa**

Temps de fatigue statique (h)	Contrainte maximale appliquée (MPa)	Déformation maximale (%)	Pas extra-toron moyen (mm)	Nombre de fissures pour 25 mm
0	100	0,06	1,1	≈ 25
1	105	0,37	0,5	≈ 50
10	115	0,25	1,35	≈ 20
20	120	0,17	1,1	≈ 20

Tableau A,2 : Morphologie de l'endommagement des matériaux vieillis à 850°C sous charge constante (100 MPa, 0,06 % d'endommagement initial), puis sollicités en traction à la rupture à température ambiante.

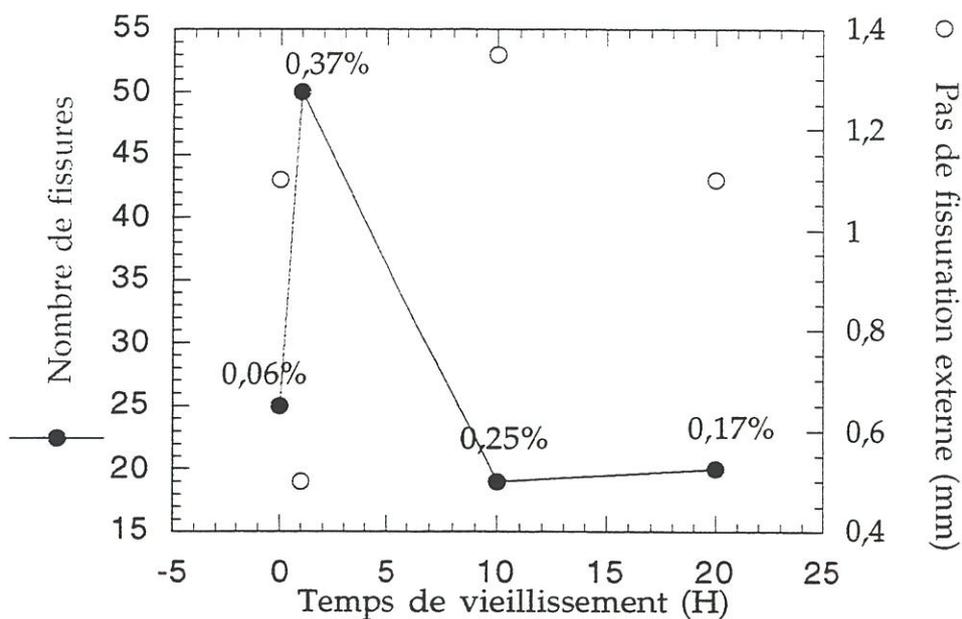


Fig. A,2 : Pas de fissuration observé après rupture en traction à température ambiante du matériau L vieilli 1 heure, 10 heures et 20 heures.

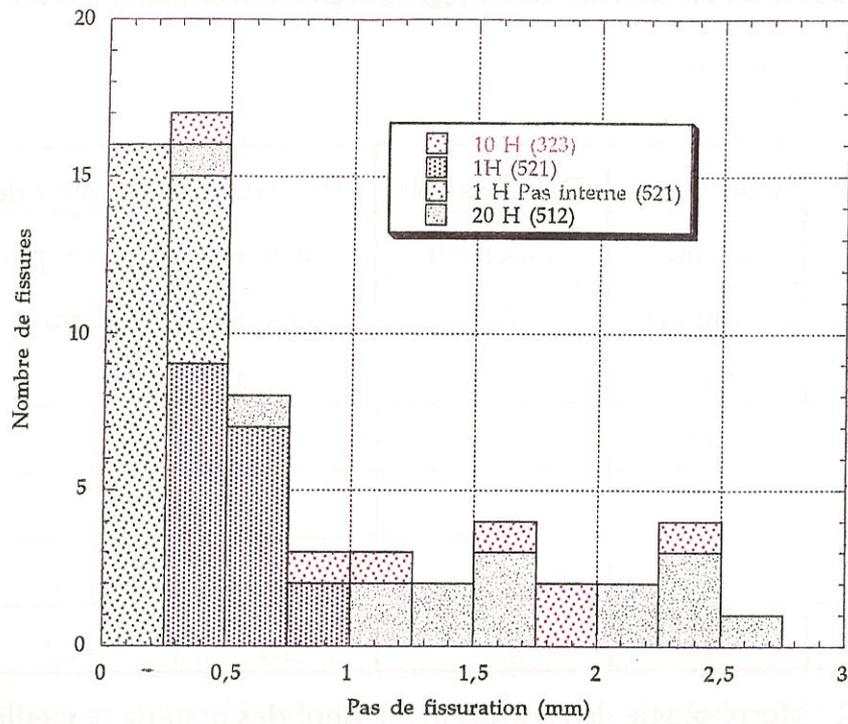


Fig. A,3 : Histogramme des pas de fissuration post rupture en traction sur le matériau L vieilli en fatigue statique à 850°C, 100 MPa, pendant 1 heure, 10 heures et 20 heures.

## *CHAPITRE 4*



## CHAPITRE 4 : LA RUPTURE DU 2D SiC/SiC À INTERPHASE SIMPLE OU SEQUENCEE

<b>Introduction.....</b>	<b>92</b>
<b>I - Méthode d'analyse de la rupture.....</b>	<b>93</b>
I.1 - Les observations en microscopie électronique à balayage.....	93
I.2 - Contrainte à la rupture locale des fibres longitudinales.....	93
I.3 - L'analyse statistique de la rupture.....	95
<b>II- Résultats .....</b>	<b>96</b>
II.1 - Rupture en traction monotone .....	96
II.2 - Rupture en fatigue statique sous atmosphère oxydante .....	100
II.3 - Rupture en traction après fatigue statique .....	104
II.4 - Les durées de vie.....	108
<b>III - Mécanismes de rupture, discussion.....</b>	<b>111</b>
III.1 - En traction monotone .....	111
III.2 - En fatigue statique .....	114
Modification des propriétés des fibres ? .....	115
Formation de défauts extrinsèques ?.....	116
<b>Conclusion.....</b>	<b>121</b>



## Introduction

La rupture en traction et en fatigue statique à hautes températures et sous différentes atmosphères (argon, air) est étudiée dans ce chapitre, pour les matériaux L et R.

Le premier paragraphe expose les méthodes d'observation et les différents outils de calcul qui permettent d'évaluer le type de rupture de l'éprouvette, les contraintes à la rupture des fibres ( $\sigma_{rf}$ ), et le module de Weibull des fibres.

Le second paragraphe présente les principaux résultats obtenus en observant des éprouvettes rompues en traction monotone et en fatigue statique. Pour chacune de ces deux catégories d'essai, l'analyse fractographique, le calcul de  $\sigma_{rf}$  et du module de Weibull des fibres permettent de dégager l'influence de l'environnement sur les matériaux L et R.

Dans le dernier paragraphe, l'interprétation des résultats mène à une discussion sur les mécanismes de rupture du 2D SiC/SiC à interphase carbonée monocouche ou à interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub>.

## I - Méthodes d'analyse de la rupture

### I.1 - Les observations en microscopie électronique à balayage

Après les essais, les faciès de rupture des éprouvettes ont été systématiquement observés au microscope électronique à balayage à effets de champ. La procédure d'observation peut être décomposée en deux phases :

(i) Tout d'abord une vue globale à faible grossissement ( $\times 50$ ), sur l'ensemble de la section de l'éprouvette, permet de repérer l'existence ou non de différentes zones qui correspondraient à plusieurs types de rupture. À ce grossissement on peut également estimer les longueurs d'extraction des fibres en fonction de la position des torons longitudinaux au sein de la section de l'éprouvette (ceci permet de vérifier les effets de bord), et de la position des fibres dans les torons (fibres à coeur ou en bordure).

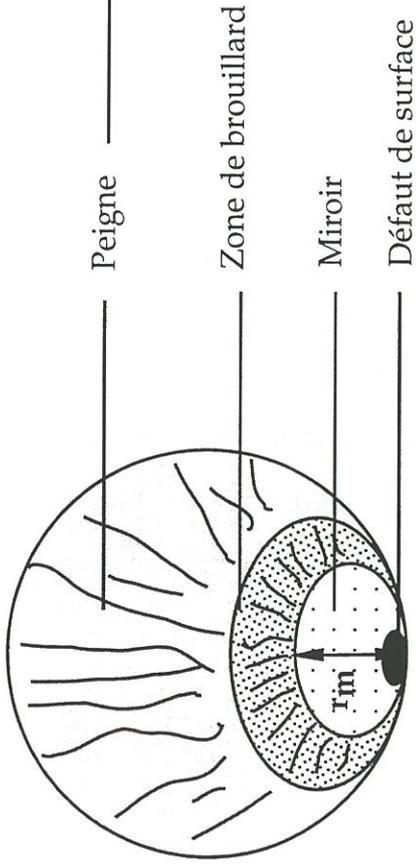
(ii) Dans un deuxième temps, une trentaine de fibres sont choisies au hasard au sein de plusieurs torons longitudinaux. On observe, à **un plus fort grossissement**, la morphologie des faciès de rupture de ces fibres. Ils sont classés par catégories.

### I.2 - Contrainte à la rupture locale des fibres longitudinales

Certaines fibres présentent un "faciès miroir" avec trois régions typiques (fig. 4,1) :

- le miroir qui est une petite zone pratiquement circulaire et lisse. Il est centré sur le défaut volumique ou surfacique (le plus souvent), à l'origine de la rupture de la fibre,
- ce miroir est entouré d'une surface plus sombre et mate où l'on observe des irrégularités de relief,

# MIROIR DE RUPTURE



$$\sigma_{rf} = A / r_m \quad 0,5$$

A = 2,45 MPa.m<sup>0,5</sup>

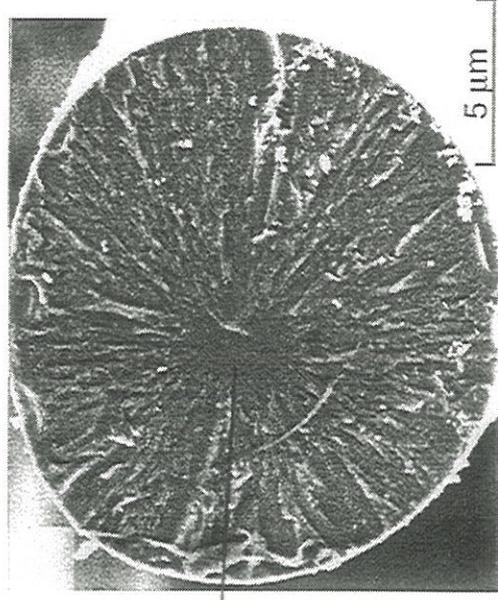
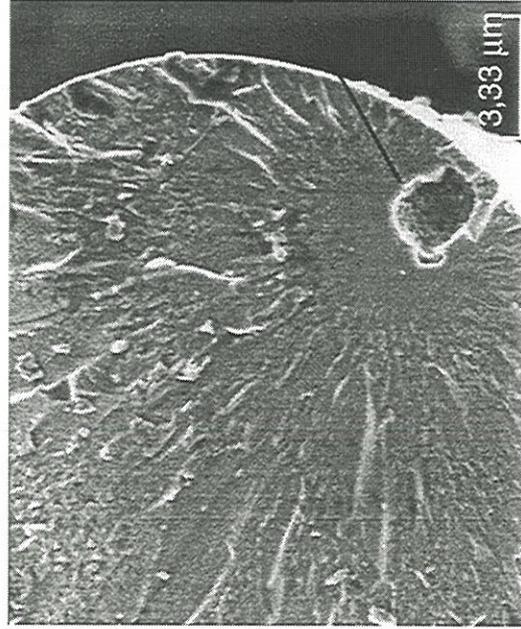
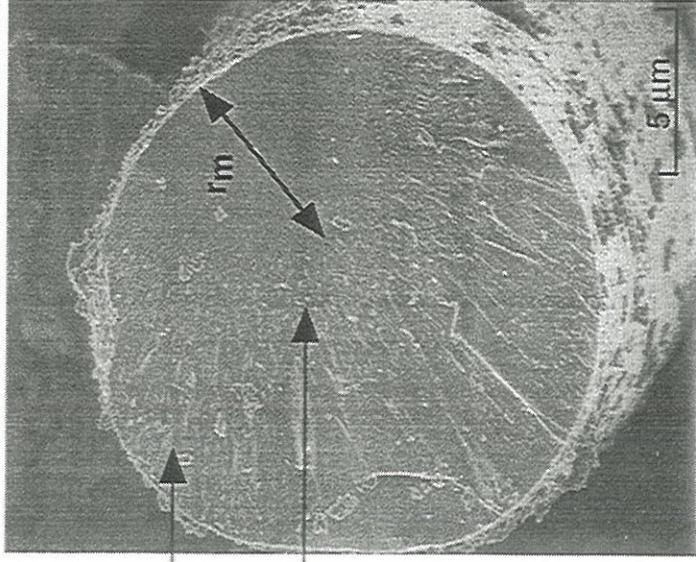


Fig. 4,1 : Méthode de calcul de la contrainte à la rupture locale des fibres au sein des torons longitudinaux : mesure des "rayons miroir".

- enfin, le domaine le plus éloigné du miroir, est composé de vallées et de bosses régulièrement espacées et orientées radialement par rapport au centre du miroir : le peigne. C'est la zone de propagation instable de la fissure.

La mesure des rayons des miroirs permet de calculer les contraintes locales de rupture de chaque fibre au sein des torons longitudinaux et d'analyser le mécanisme de rupture en localisant son origine, le type de défaut, etc ....

Des études en mécanique de la rupture développées initialement pour les verres ont permis de relier la contrainte à rupture de la fibre Nicalon au rayon du miroir [Lissart, 1994] :

$$\sigma_{rf} = A/r_m^{1/2} \quad (1)$$

où :

A est une constante ( $A \approx 2,35 K_{Ic}$ )

$r_m$  est le rayon du miroir.

Dans les publications, de nombreuses valeurs de A ont été proposées pour les fibres de SiC Nicalon. Elles varient entre 2 MPa.m<sup>1/2</sup> [Lissart, 1994] et 3,5 MPa.m<sup>1/2</sup> [Thouless et al., 1989]. La valeur retenue ici est **2,45 MPa.m<sup>1/2</sup>** [Villeneuve, 1991]. On suppose que A n'est pas affecté par la température et l'environnement (argon, air chaud,...). Une vingtaine de "rayons miroir", sont mesurés sur quelques éprouvettes testées.

L'incertitude sur la mesure de  $\sigma_{rf}$  est comprise entre 20% et 30% (calcul en annexe).

### I.3 - L'analyse statistique de la rupture

Les contraintes à la rupture des fibres SiC en traction sont dispersées. Leur distribution statistique influence la rupture en traction des torons longitudinaux au sein du composite 2D. Cette distribution peut être caractérisée par une loi statistique de Weibull (2) :

$$P = 1 - \exp \left[ - \int_{\mathcal{V}} (\sigma / \sigma_{0f})^{m_{of}} d\mathcal{V} \right] \quad (2)$$

où :

$\mathcal{V}$  est le volume sollicité,

$\sigma$  représente le champ de contrainte s'exerçant sur la fibre.

Les paramètres de Weibull ( $m_{of}$  et  $\sigma_{0f}$ ) permettent de décrire la distribution des  $\sigma_{rf}$  au sein d'un échantillonnage. Le module de Weibull,  $m_{of}$ , traduit la dispersion (équivalent d'un écart type) et le facteur d'échelle,  $\sigma_{0f}$ , reflète la contrainte moyenne de rupture de la distribution.

Ils sont évalués par une méthode de régression linéaire à partir des contraintes locales à la rupture des fibres des torons longitudinaux ( $\sigma_{rf}$ ). Ces  $N$  contraintes sont classées par ordre croissant, puis on leur attribue un numéro de rang  $i$ . À chaque rang  $i$ , correspond une probabilité  $P_i$  définie par la relation (3) :

$$P_i = \frac{(i - 0,5)}{N} \quad (3)$$

où :

$N$  est le nombre total de données,

$i$  est le rang de classement de  $\sigma_{rfi}$ .

La représentation de  $\ln(-\ln(1 - P_i))$  en fonction de  $\ln(\sigma_{rf})_i$  est une droite ( $\Delta$ ) d'équation :

$$\ln[-\ln(1 - P)] = m_{of} \ln(\sigma_{rf}) + [\ln(\mathcal{V}_f) - m_{of}\sigma_{of}] \quad (4)$$

où :

$\mathcal{V}$  est un volume équivalent de fibre sollicité sur le lequel s'exerce un champ de contrainte supposé uniforme.

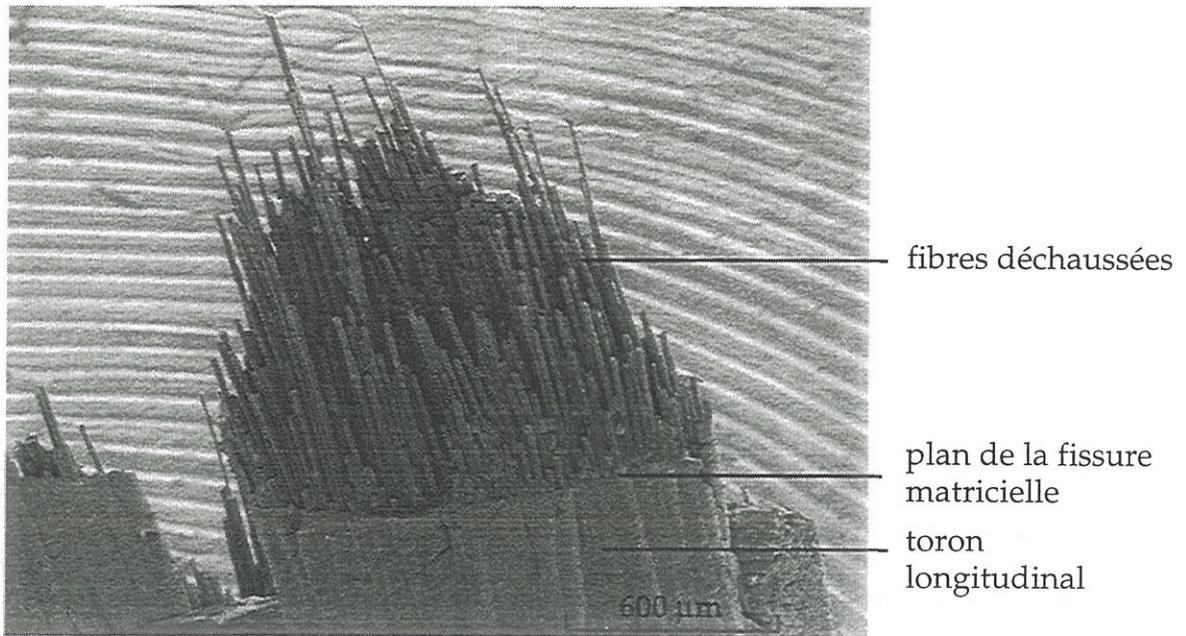
Le coefficient directeur de ( $\Delta$ ) donne le module de Weibull des fibres  $m_{of}$ . L'ordonnée à l'origine permet le calcul de  $\sigma_{of}$  (relation 4). Son calcul nécessite la connaissance de  $\mathcal{V}$ . Le champ de contrainte à l'interface fibre/matrice dans un 2D est difficilement accessible. De plus, dans le cas présent, l'oxydation du pyrocarbone d'interphase accroît, par un processus chimique, la zone de décohésion créée mécaniquement entre les fibres longitudinales et la matrice. Il est donc difficile de calculer  $\mathcal{V}$  équivalent et de calculer  $\sigma_{of}$ . On se contentera d'une **comparaison qualitative** du facteur d'échelle d'une éprouvette à l'autre en observant la **position relative de chaque droite  $\Delta$** .

## II- Résultats

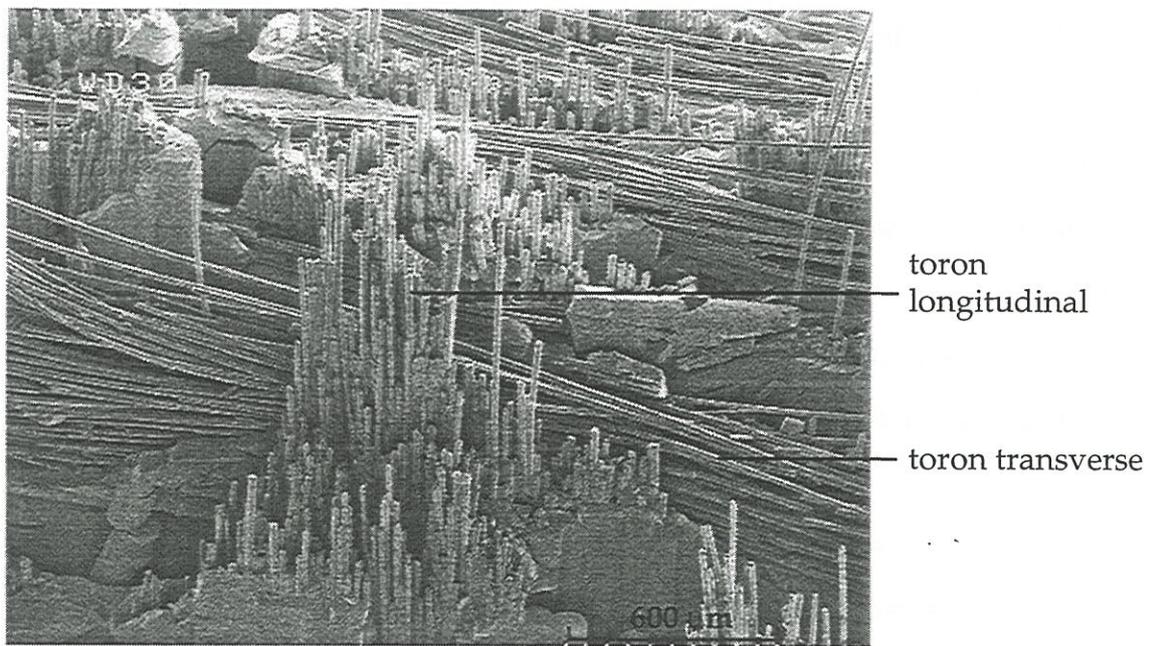
### II.1 - Rupture en traction monotone

#### Fractographie

À température ambiante, les matériaux de type L et R, présentent le même faciès de rupture, avec de nombreuses fibres déchaussées (fig. 4,2a et 4,2b). Les longueurs des fibres extraites de leur gaine matricielle sont plus grandes à coeur des torons longitudinaux (jusqu'à 1,2 mm) que sur les bords.



Matériau de type R



Matériau de type L

Fig. 4,2 : Fractographies de 2 matériaux testés en traction à température ambiante.

Les faciès de rupture des éprouvettes testées à 1200°C sous argon et des éprouvettes testées sous air, sans rupture prématurée (à 450°C et 700°C), sont semblables à celui d'une éprouvette rompue à température ambiante (fig. 4,3). Le taux de fibres non déchaussées est presque nul.

En revanche, à 850°C et 1200°C, les longueurs d'extraction des fibres au sein des composites testés sous air L et R sont beaucoup plus petites. Elles atteignent 200 à 300 µm au maximum (fig. 4,4). Certaines zones, souvent au bord des torons longitudinaux, ne présentent aucun déchaussement. Les fibres rompent dans le même plan que la matrice (fig. 4,5).

On distingue quatre types de faciès de rupture dans les fibres longitudinales (fig. 4,6) :

- des faciès miroir,
- des plans brillants et lisses, perpendiculaires à l'axe des fibres qui pourraient être le résultat de ruptures en traction pure avec un rayon miroir plus grand que la fibre,
- des faciès lisses en biseau qui pourraient correspondre à des ruptures en torsion ou en flexion simple,
- des faciès à surface très irrégulière et chaotique. Sur ces faciès, la zone miroir est extrêmement réduite alors que la surface de rupture instable est très large.

Les faciès plans sont souvent situés au bord des torons longitudinaux, alors que les faciès-miroirs n'ont pas de localisation privilégiée (fig. 4,7). Les faciès irréguliers ou en biseaux, sont observés dans des zones de déviation de la fissure matricielle.

Sur les éprouvettes à **rupture non prématurée** (température ambiante, 1200°C sous argon et basses températures sous air), le **taux** de faciès "miroirs" est majoritaire (**Tableau A**) ; il est compris entre 58% et 68%. On **dénombre**

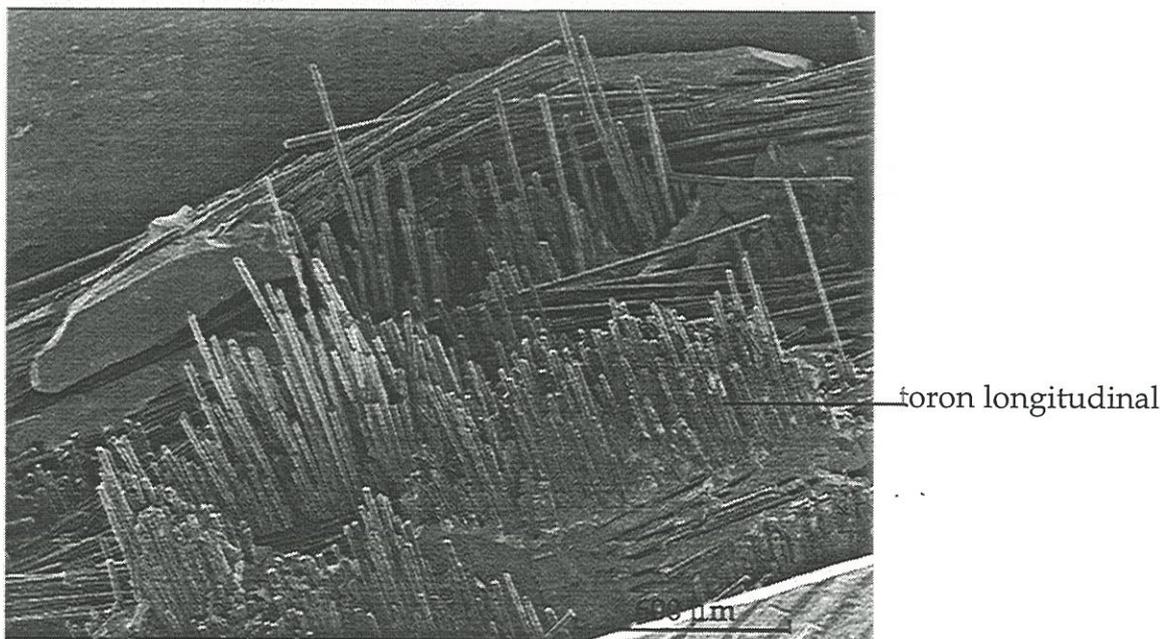
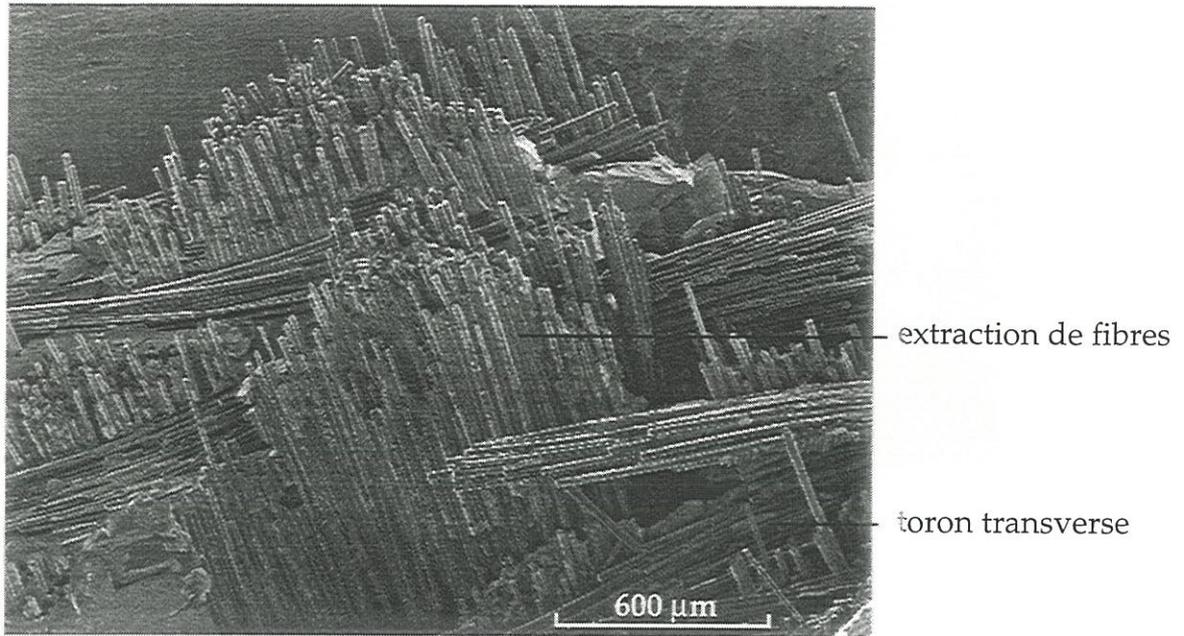
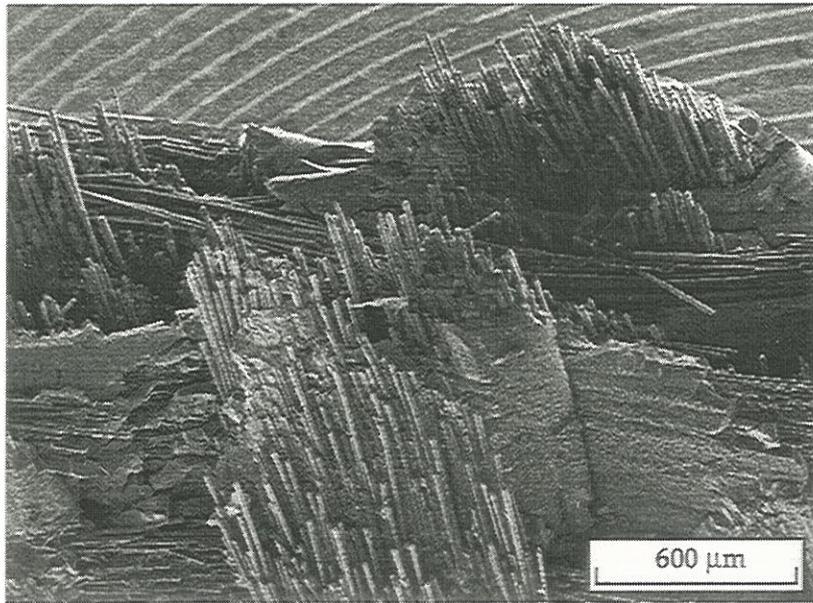
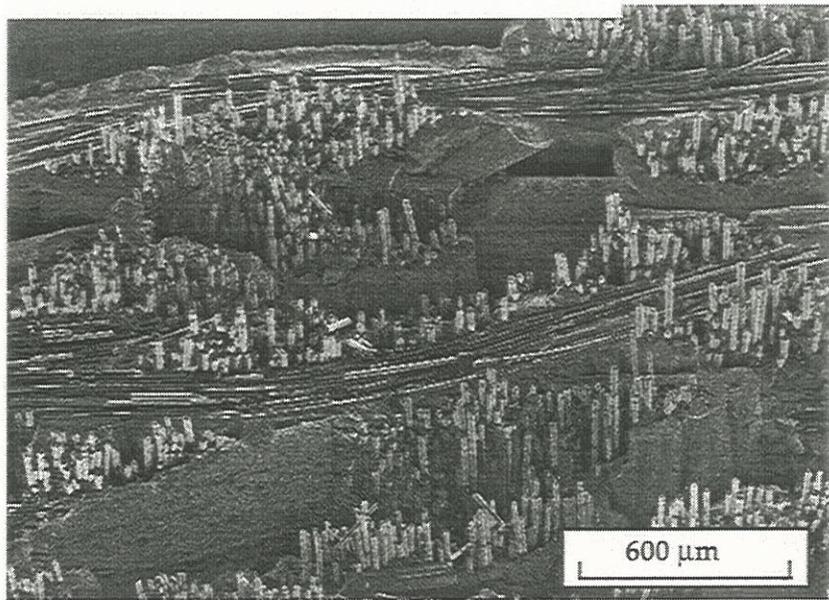


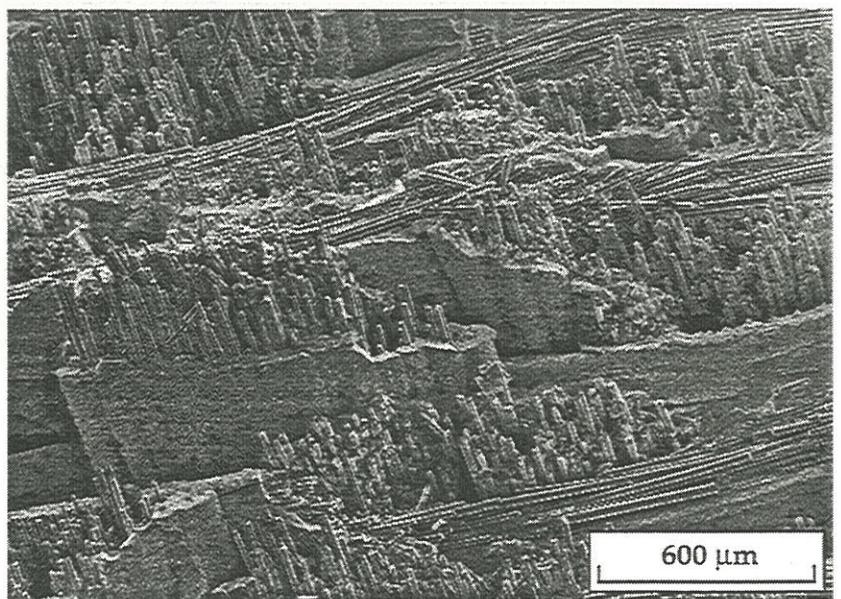
Fig. 4,3 : Fractographies de 2 matériaux testés en traction à 1200°C sous argon.



450°C



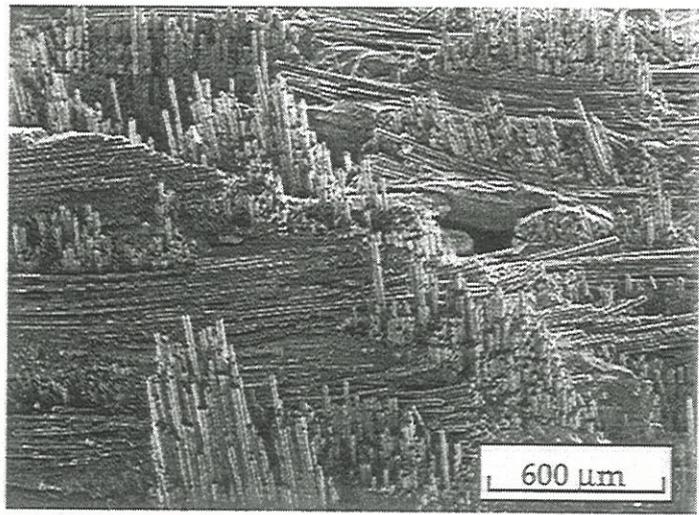
850°C



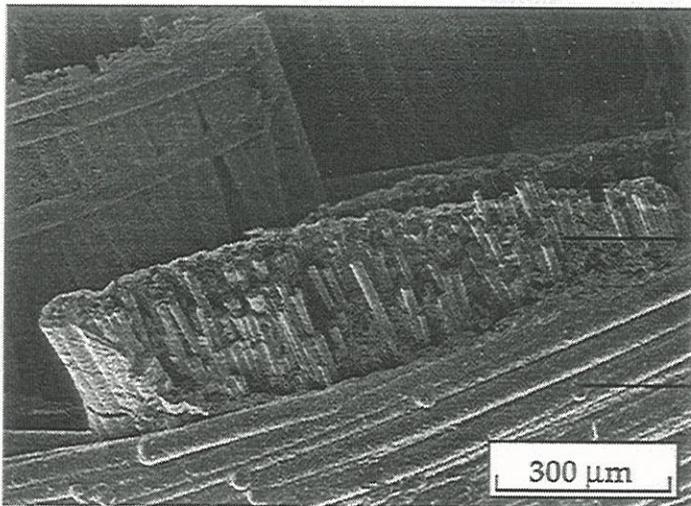
1200°C

Fig. 4,4a : Faciès de rupture de matériaux de type L testés en traction sous air.

700 °C



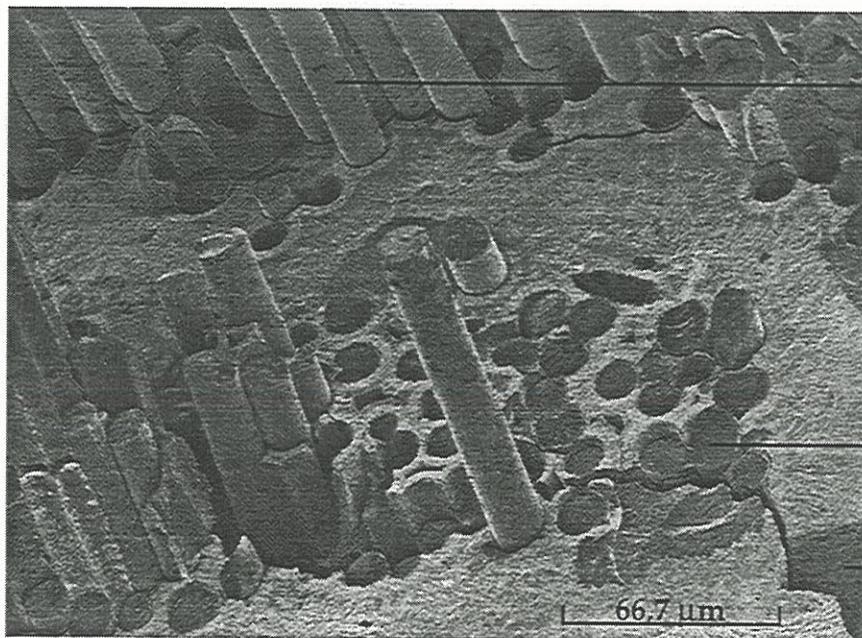
850 °C



toron longitudinal

toron transverse

Fig. 4,4b : Fractographie du faciès de rupture d'un matériau de type R testé en traction sous air.

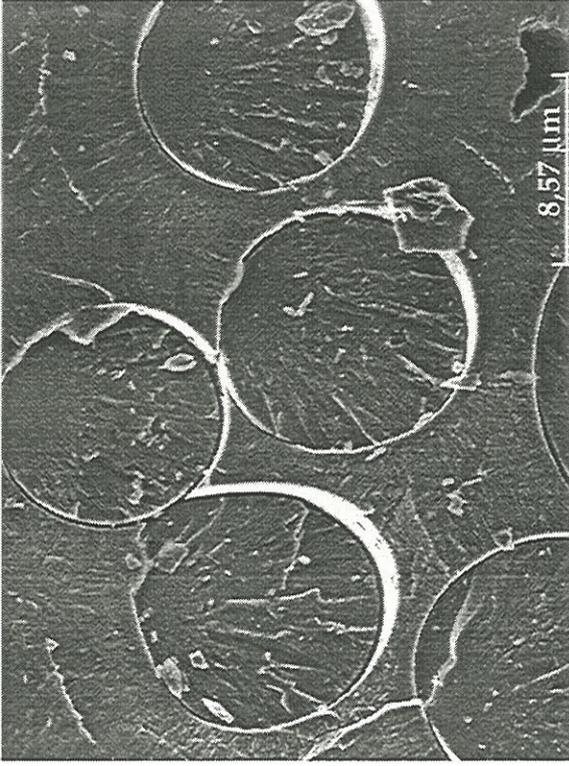


fibre avec extraction

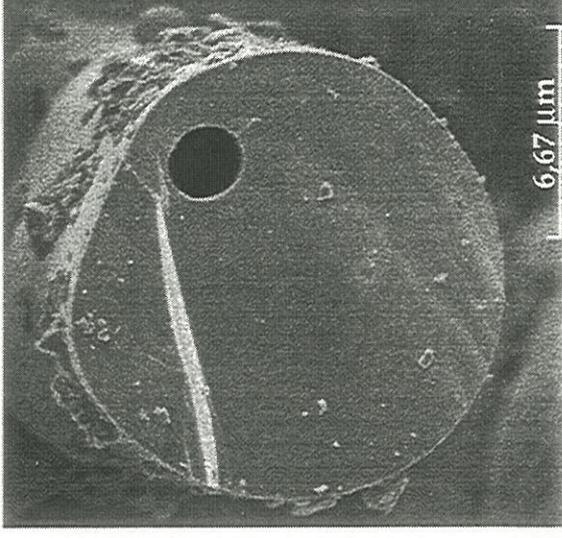
bord du toron,  
fibres non  
déchaussées

macropore

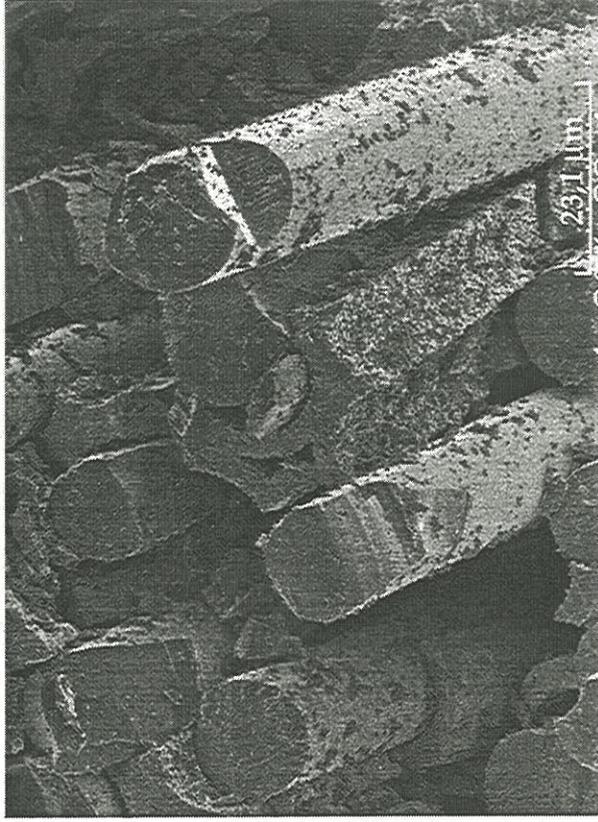
Fig. 4,5 : Fractographie du faciès de rupture du matériau de type L dans le plan de la matrice au bord des torons longitudinaux, à 1200°C.



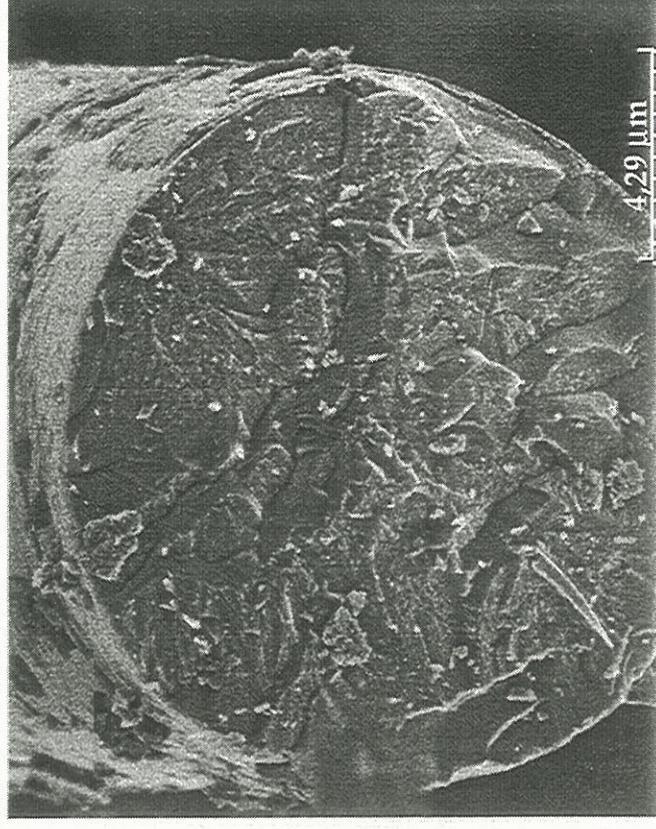
"Faciès miroirs"



Faciès plan



Faciès en biseau



Faciès "perturbé"

Fig. 4,6 : Micrographie en MEB des quatre catégories de faciès de rupture des fibres.

Matériau	T(°C)	Atm. (*)	Interphase Epaisseur totale	Miroir	Plan	Autres
R	TA	air	PyC 50 nm	60%	29%	11%
L	TA	air	(PyC/SiC) <sub>4</sub> 500 nm	58%	26%	16%
D	TA	air	(PyC/SiC) <sub>3</sub> 500 nm	65%	22%	13%
L	1200	argon	(PyC/SiC) <sub>4</sub> 500 nm	68%	21%	11%
L	450	air	(PyC/SiC) <sub>4</sub> 500 nm	68%	28%	4%
L	700	air	(PyC/SiC) <sub>4</sub> 500 nm	68%	22%	10%
R	850	air	(PyC/SiC) <sub>4</sub> 500 nm	58%	7%	35%
L	1200	air	(PyC/SiC) <sub>4</sub> 500 nm	45%	5%	40%
R	1200	air	(PyC/SiC) <sub>4</sub> 500 nm	62%	8%	30%

**Tableau A** : Répartition par catégories des faciès de rupture des fibres longitudinales, après des essais de traction à température ambiante, sous argon à 1200°C, et sous atmosphère oxydante à 450°C, 700°C, 880°C et 1200°C.

(\*) Atm. : Atmosphère

21% à 29% de faciès plans. Les faciès irréguliers ou en biseaux sont peu nombreux (10 à 16%).

En traction sous air, à haute température, lorsque l'éprouvette rompt entre 200 MPa et 240 MPa, au lieu de 360 MPa, le pourcentage de faciès plans diminue beaucoup (5 % à 8 %) alors que celui des ruptures en biseaux ou avec éclats de fibres, est important (jusqu'à 40%) (fig. 4,8). La proportion des faciès "miroir" est la plus élevée ; elle varie entre 45% et 62% (Tableau A).

#### Les contraintes à rupture locales des fibres (Tableau B)

La relation (1) permet de calculer les contraintes à rupture locale des fibres présentant un faciès de type "miroir". On effectue deux moyennes de  $\sigma_{rf}$  des fibres longitudinales, selon qu'elles sont déchaussées ou non.

À température ambiante, la contrainte à rupture moyenne des fibres déchaussées du matériau L est de l'ordre de 3240 (616)\* MPa et 2970 (416) MPa pour les fibres sans extraction. Dans le matériau R, les fibres déchaussées cassent à 1675 (600) MPa et les non déchaussées à 2130 (852) MPa.

La différence entre  $\sigma_{rf}$  des fibres déchaussées et non déchaussées est trop faible vis à vis de l'écart type pour pouvoir conclure sur une réelle indépendance de ces deux familles de fibres.

Sous argon à 1200°C,  $\sigma_{rf}$  moyenne égale 2550 (509) MPa pour des fibres déchaussées et 2670 (386) MPa pour les fibres peu déchaussées. Ces deux valeurs sont comparables à la contrainte à la rupture des fibres SiC au sein du composite testé en traction à température ambiante. Les propriétés à la rupture en traction ne sont donc pas modifiées par la température et en environnement inerte d'argon.

---

\* écart type  $\sigma_{n-1}$

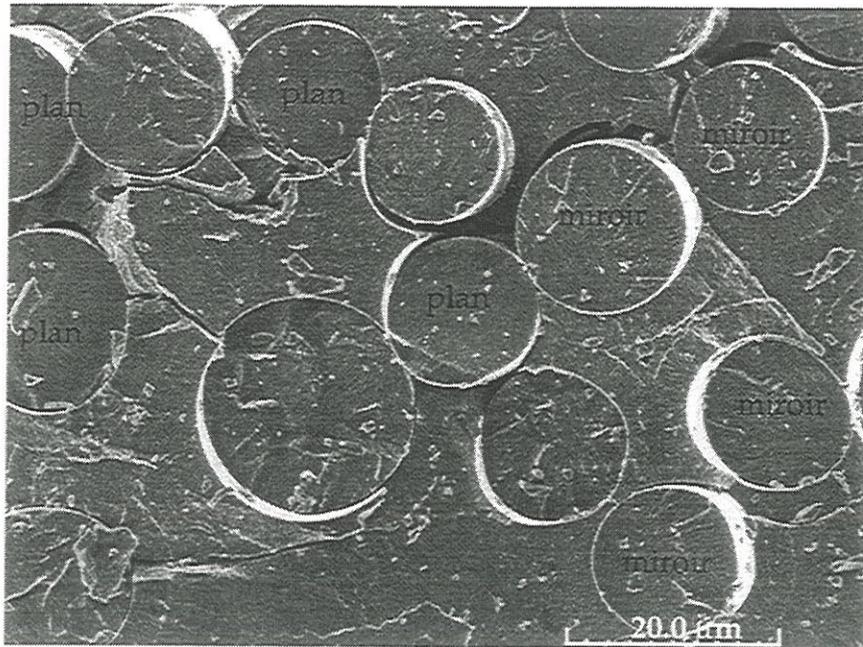


Fig. 4,7 : Micrographie en MEB d'une majorité de faciès "miroirs" et plans au bord des torons.

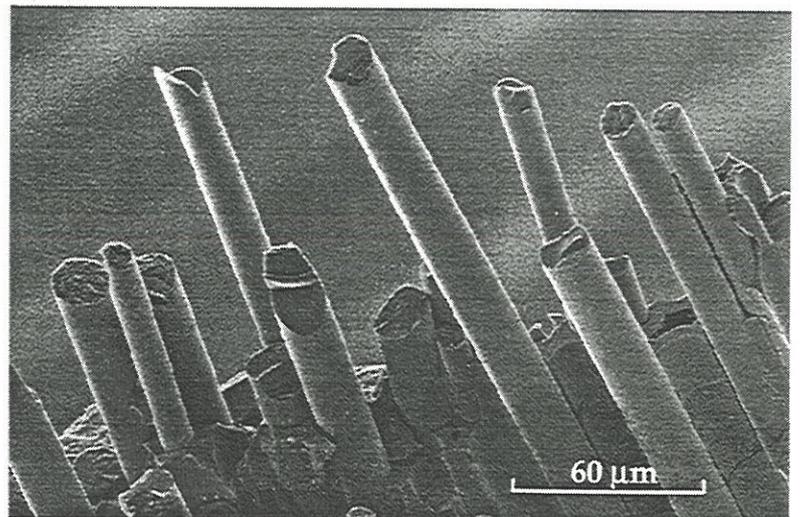
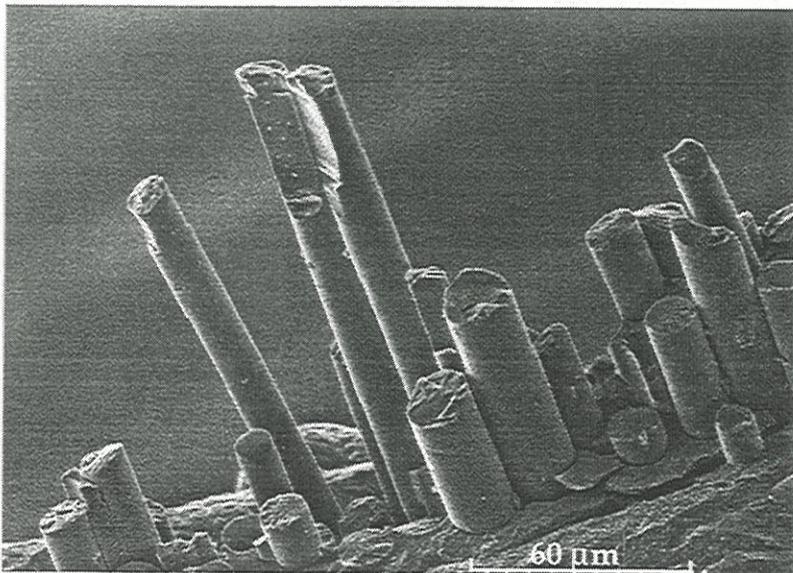


Fig. 4,8 : Micrographie en MEB de faciès en biseau avec éclats de fibres.

T (°C)	Environ <sup>t</sup>	Matériau	PyC (nm)	$\sigma_R$ (MPa)	f. d.(*) $\sigma_{rf}$ (MPa)	f. n. d.(**) $\sigma_{rf}$ (MPa)	m <sub>of</sub> f <sub>d</sub>	m <sub>of</sub> f <sub>d</sub>	b <sup>(***)</sup> f <sub>d</sub>	b f <sub>nd</sub>	R <sup>(****)</sup> f <sub>d</sub>	R f <sub>nd</sub>
1200	air	L	50 x 4	210	2286 (24%)*	1857 (31%)	3,8	4,3	-29	-34	0,97	0,96
850	air	R	50	255	2249 (34%)	1460 (41,6%)	3,2	3,4	-25	-25	0,95	0,85
450	air	L	50 x 4	252	2640 (25,5 %)	1450 (25,4%)	4,37	4,9	-34,8	-39	0,99	0,98
		L	50 x 4	360	2375 (28%)	/	3,5	/	-27,8	/	0,93	/
1200	argon	L	50 x 4	362	2552 (20%)	2670 (14%)	5,1	8,2	-40,6	-65	0,96	0,97
TA		R	50	300	2675 (35,8%)	2130 (40%)	3,0	2,2	-22,8	-17	0,96	0,96
		L	50 x 4	360	3245 (19%)	2972 (14%)	6,9	/	-55,9	/	0,95	/
		L	50 x 4	376	2510 (18,6%)	-	5,9	/	-46,7	/	0,93	/
		L	50 x 4	390	2260 (17,7%)	2377 (20,6)	6,6	5,3	-51,7	-41,9	0,95	0,97

**Tableau B** : Résultats des contraintes locales à la rupture des fibres longitudinales en traction monotone à température ambiante et sous atmosphère oxydante des matériaux L à interphase (PyC/SiC)<sub>4</sub> et R à interphase PyC ; évolution des composantes (m<sub>of</sub>, b) du vecteur directeur de la droite Δ obtenues par la méthode de régression linéaire.

(\*)f<sub>d</sub> : fibres déchaussées ; (\*\*)f<sub>nd</sub> : fibres non déchaussées ; (\*\*\*)b : ordonnée à l'origine de la droite Δ ; (\*\*\*\*)R : coefficient de corrélation linéaire.

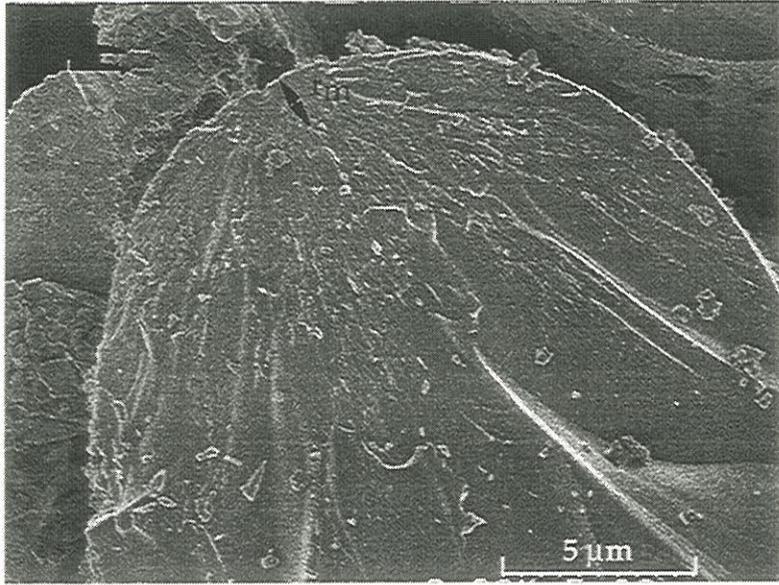
$$* \text{ Calcul de } \frac{\sigma_{n-1}}{\sigma_{rf}} \times 100$$

En traction monotone sous atmosphère oxydante, la contrainte à la rupture des fibres est inchangée aux basses températures (450°C et 700°C). À 850°C et 1200°C, les fibres déchaussées cassent à 2200-2800 MPa. En revanche, les contraintes à la rupture des fibres non déchaussées, qui se situent le plus souvent sur les bords des torons sont divisées par deux. Elles sont comprises entre 1450 MPa à 1850 MPa. Ce résultat est mis en évidence par la taille respective des miroirs des fibres déchaussées et non déchaussées (fig. 4,9). Bodet a également montré, lors d'essais de traction sur des fibres Nicalon, (longueur de jauge de 25,4 mm) qu'après une exposition de courte durée sous air à 1200°C et 800°C la contrainte à rupture chute respectivement à 1400 MPa et 2000 MPa [Bodet et al., 1993]. Ainsi, la **stabilité thermomécanique** de la fibre observée sous atmosphère oxydante jusqu'à 1000°C [Pluvinage et al., 1991], ou 1200°C [Raghuraman et al., 1995], **n'est pas vérifiée dans un composite.**

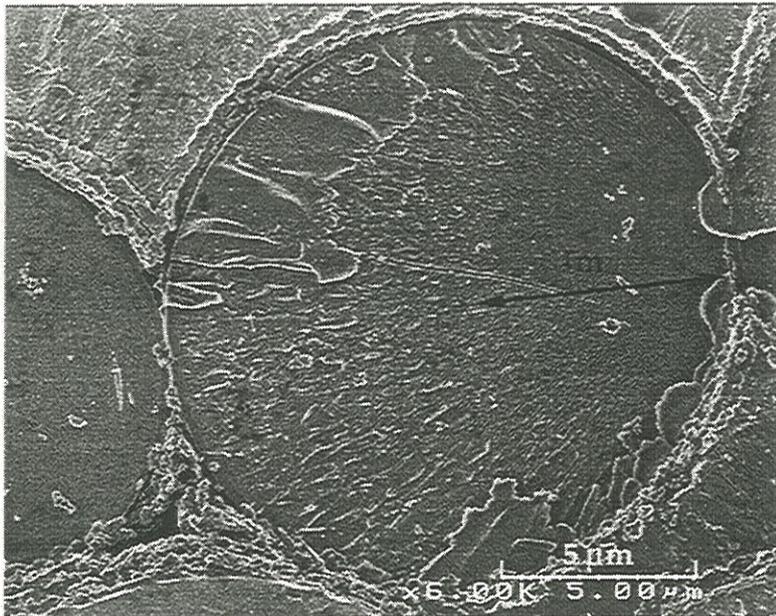
#### Évolution des paramètres de Weibull

Pour chaque essai de traction, on procède à l'analyse statistique de la distribution des contraintes à la rupture des fibres (tableau B).

À température ambiante, le module de Weibull des fibres est compris entre 5 et 7 pour le matériau L. Il est un peu plus bas pour le matériau R (2,2/3). Les valeurs de b (l'ordonnée à l'origine) oscillent entre -42 et -56 pour le matériau L et entre -17 et -23 pour R (fig. 4,10). Ces résultats sont en accord avec les essais menés sur des monofilaments et sur des mèches de 500 fibres Nicalon traitées  $\beta$ , dont les modules de Weibull sont compris entre 3,4 et 5,9 (cf. Chapitre 1 § II.1). Les propriétés des fibres, ayant servi à l'élaboration des composites testés, n'ont donc pas été modifiées au cours du cycle de fabrication.

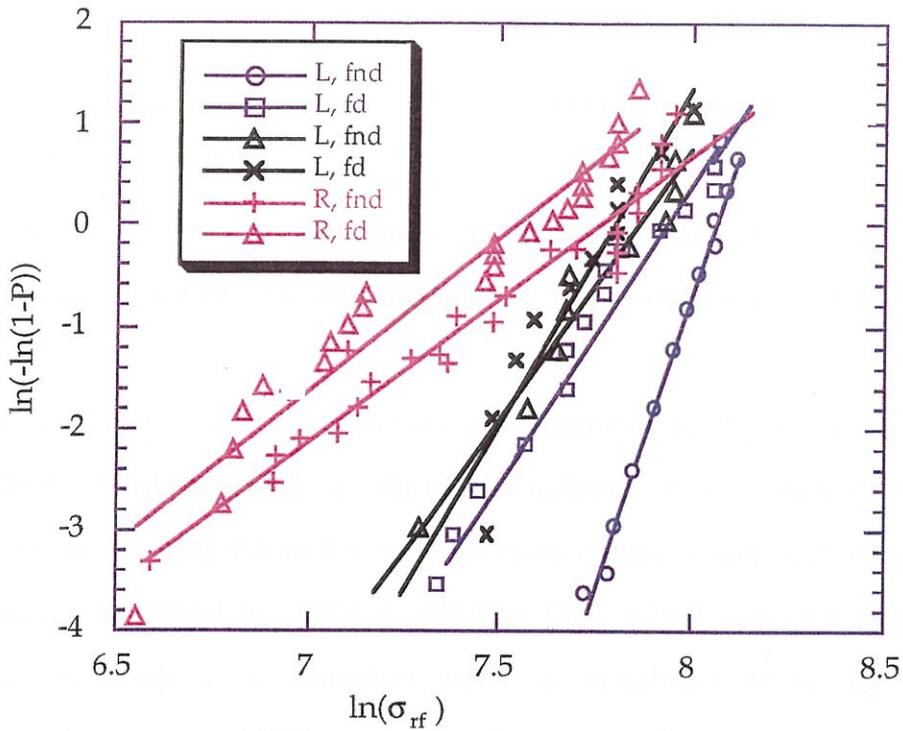


Faciès de rupture de fibres longitudinales déchaussées situées au coeur du toron en traction monotone à haute température sous air.

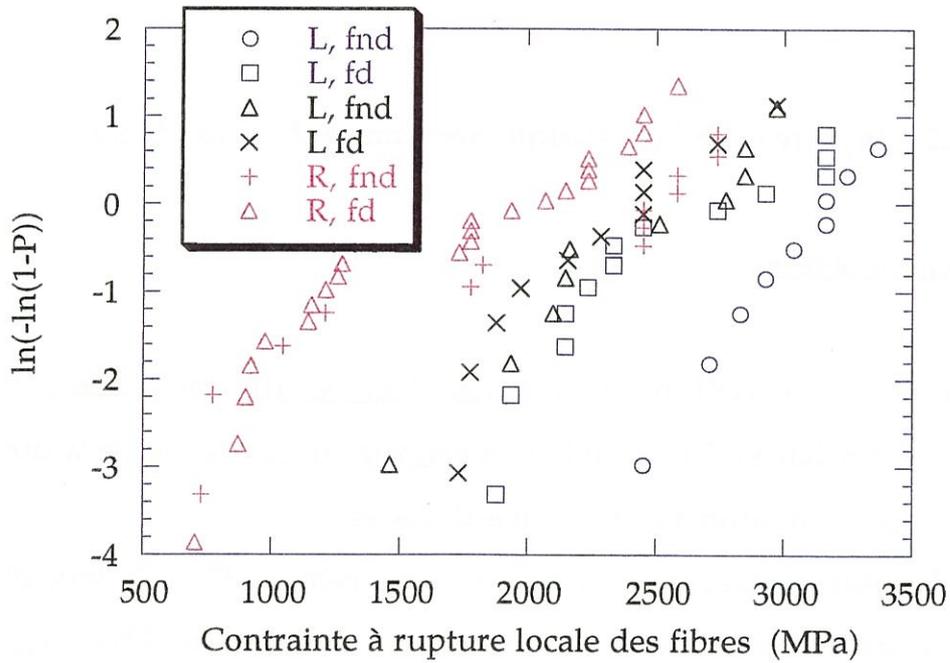


Faciès de rupture de fibres longitudinales sans déchaussement situées en bord de toron en traction monotone à haute température sous air.

**Fig 4,9 : Micrographie en MEB pour la comparaison des miroirs de rupture obtenus en traction monotone sous atmosphère oxydante à ceux obtenus en traction monotone à température ambiante.**



**Fig. 4,10 a :** Distribution statistique des contraintes à la rupture des fibres longitudinales au sein des composites 2D SiC/SiC de type L et R, testés en traction à température ambiante .



**Fig. 4,10 b :** Distribution statistique des contraintes à la rupture des fibres longitudinales au sein des composites 2D SiC/SiC de type L et R, testés en traction monotone à température ambiante .

Sous atmosphère inerte à 1200°C, pour les fibres déchaussées du matériau L, le module  $m_{of}$  égale 6,2, et 8,2 pour les fibres peu déchaussées (fig. 4,11). Donc, lors de l'essai de traction, les propriétés à la rupture des fibres ne sont pas réduites par la température et l'environnement inerte d'argon.

Sous atmosphère oxydante, les droites  $\Delta$ , obtenues par la méthode de régression linéaire, sont proches et parallèles. Le module de Weibull des fibres ne change pas, il reste compris entre 3,5 et 4,9 pour le matériau L et entre 3,2 et 3,4 pour R (fig. 4,12 et 4,13). À 450°C et 850°C, les ordonnées  $b$  restent également similaires à celles obtenues à température ambiante ( $-40 < b < -28$  pour L et  $-25$  pour R). Par contre, à 1200°C, on constate un léger décalage de la distribution des contraintes à la rupture des fibres non déchaussées vers la gauche à la figure 4,12b (matériau L). Ce décalage est moins net lorsque l'on observe les fibres déchaussées.

## II.2 - Rupture en fatigue statique sous atmosphère oxydante

### Fractographie

Le faciès de rupture d'un échantillon vieilli sous charge et en atmosphère oxydante (air) dépend de la température d'essai et de la durée de vieillissement. On distingue deux types de faciès :

- À faible contrainte et moyenne température (850 °C), lors d'essais longs, les faciès sont plats, les longueurs d'extraction de fibres sont très faibles voire nulles (fig. 4,14 a). La rupture est fragile. Ce type de faciès a également été observé à 1000 °C par Frety et al. [Frety et al., 1992].

- Le deuxième type de faciès est observé après des essais courts à des températures élevées 1200°C (quelle que soit la contrainte appliquée) ou à

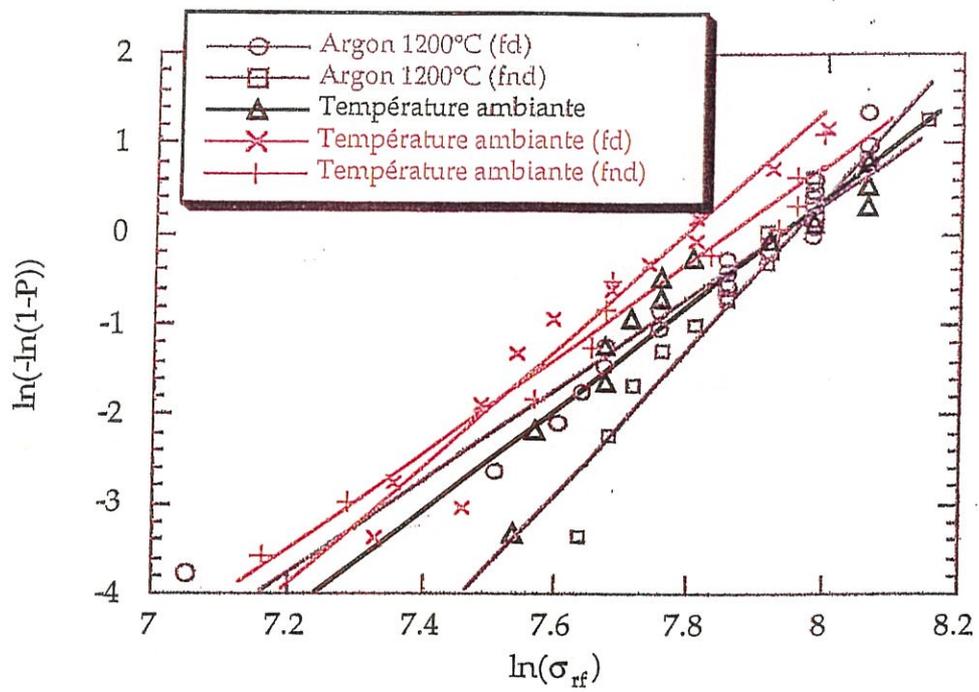


Fig. 4,11 : Distribution statistique des contraintes à la rupture des fibres—  
longitudinales au sein du composite 2D SiC/SiC de type L, testé en traction à  
température ambiante et sous atmosphère inerte (argon) à 1200°C.



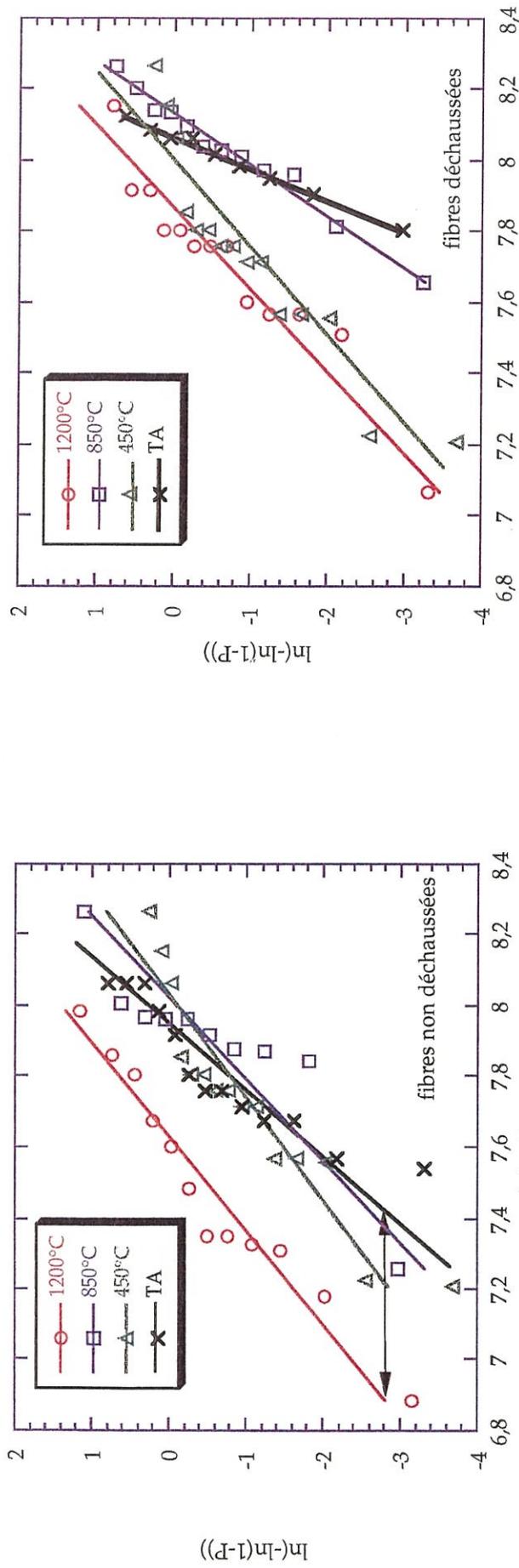
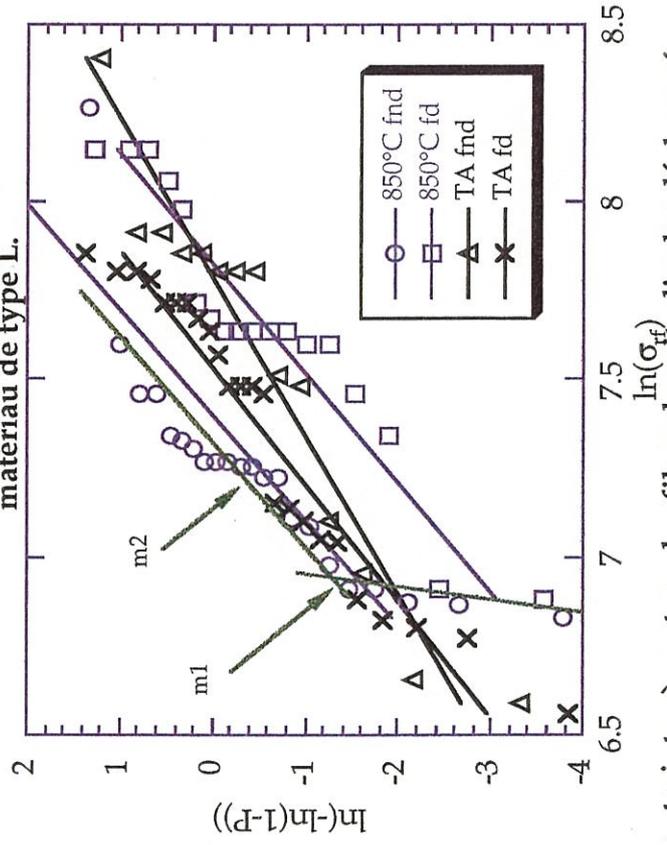


Fig. 4.12 : Distribution des contraintes à rupture des fibres, testées en traction sous atmosphère ambiante et oxydante,

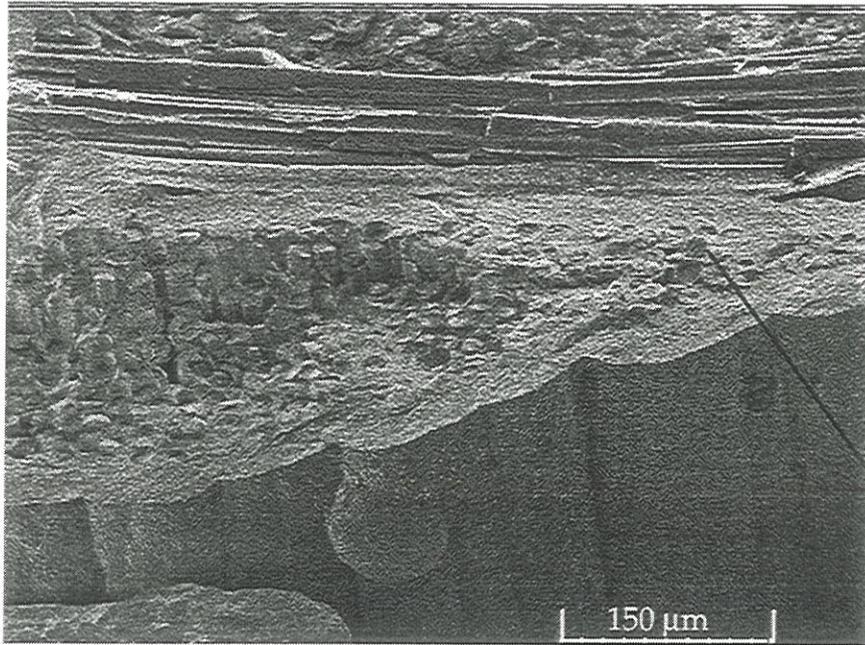
matériau de type L.



Légende :  
 TA = température ambiante  
 fd = fibres déchaussées  
 fnd = fibres non déchaussées

Fig. 4.13 : Distribution des contraintes à rupture des fibres longitudinales déchaussées et non déchaussées, testées en traction sous atmosphère ambiante et oxydante, matériau R.

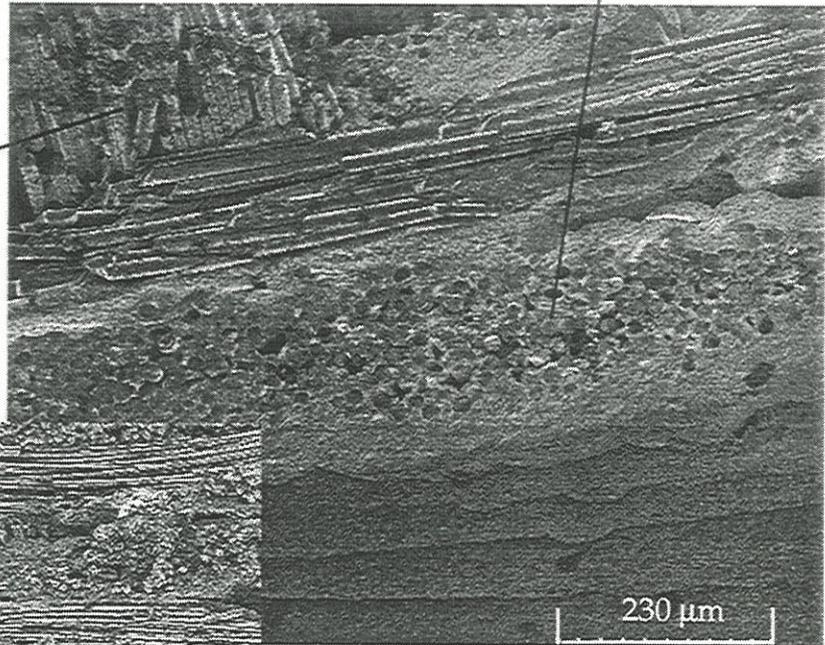




(a)

Faciès plat

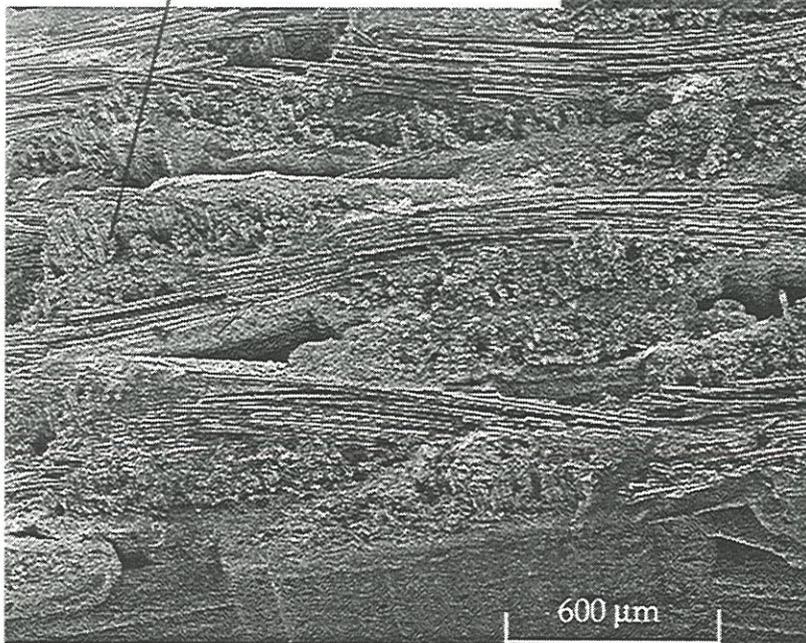
Fibres non déchaussées



Fibres déchaussées

(b)

Faciès mixte



(c)

Fig. 4,14 : Micrographie en MEB de deux types de faciès de rupture des éprouvettes  
Faciès plat (a) et faciès mixte (b) et (c).

des contraintes élevées et des températures modérées (par exemple, 120 MPa à 850 °C). Les éprouvettes rompent dans un "**mode mixte**" avec coexistence de zones de déchaussement comparables à celles du matériau non oxydé et de zones avec des fibres très peu extraites qui sont très souvent situées sur le pourtour des torons longitudinaux (fig. 4,14 b). Plus l'essai est court, plus l'étendue des régions déchaussées est importante (fig. 4,15). On observe le même phénomène sur des SiC/SiC à interphase simple de 200 nm de PyC [Pluvinage, 1993].

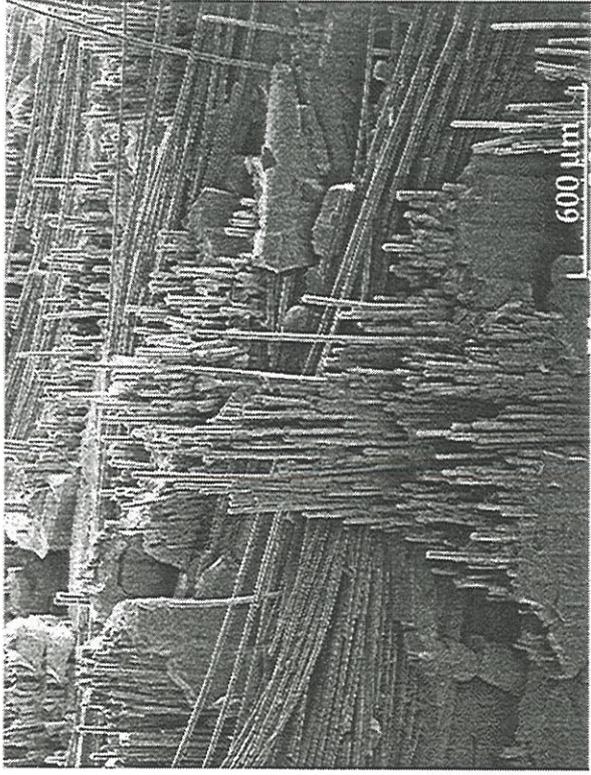
Les faciès des fibres sont principalement **des miroirs et des plans**. Comme en traction monotone sous air à 850°C et 1200°C, on note la présence de nombreux éclats de surface sur les fibres. Ils ont souvent une **forme conique** (fig. 4,16).

#### Les contraintes locales à la rupture des fibres

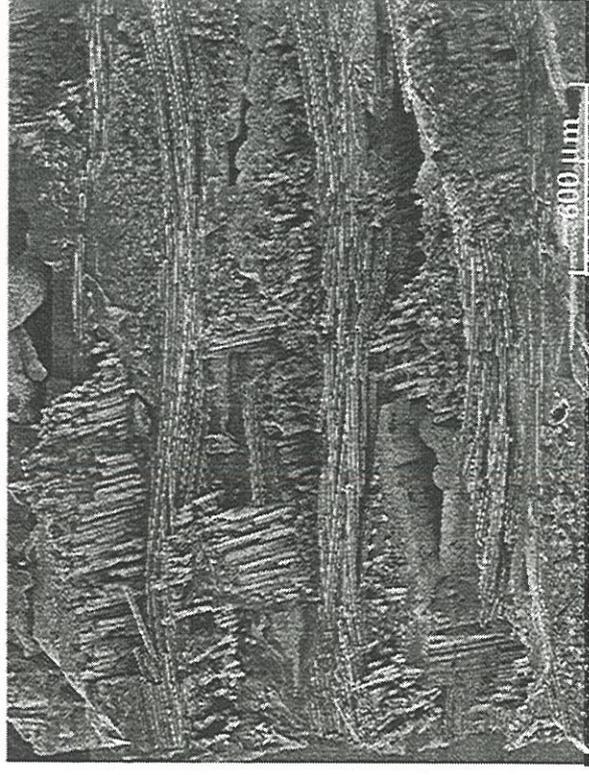
Les rayons de la zone miroir, sur les faciès des fibres longitudinales dans les matériaux L et R, sont beaucoup plus grands qu'à température ambiante (fig. 4,17). Ceci traduit une chute importante des contraintes locales à la rupture des fibres.

Le calcul de  $\sigma_{rf}$  en fonction de la température et de la contrainte de maintien en fatigue statique est présenté au **tableau C**. Le tableau D récapitule les valeurs moyennes obtenues.

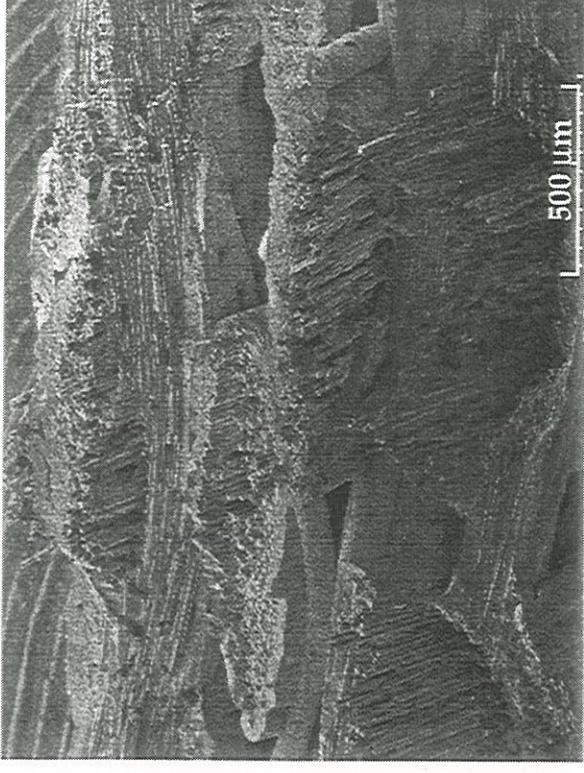
Pour le matériau de type R, les contraintes à la rupture de fibres sont comprises entre 940 MPa et 1280 MPa, ce qui correspond à une dégradation de 50% à 60 %. Pour le matériau de type L, les contraintes à la rupture moyennes sont comprises entre 1000 et 1700 MPa, dégradation de 45% à 70%. Au delà de 700°C, l'augmentation de la température n'accroît pas la détérioration de  $\sigma_{rf}$ .



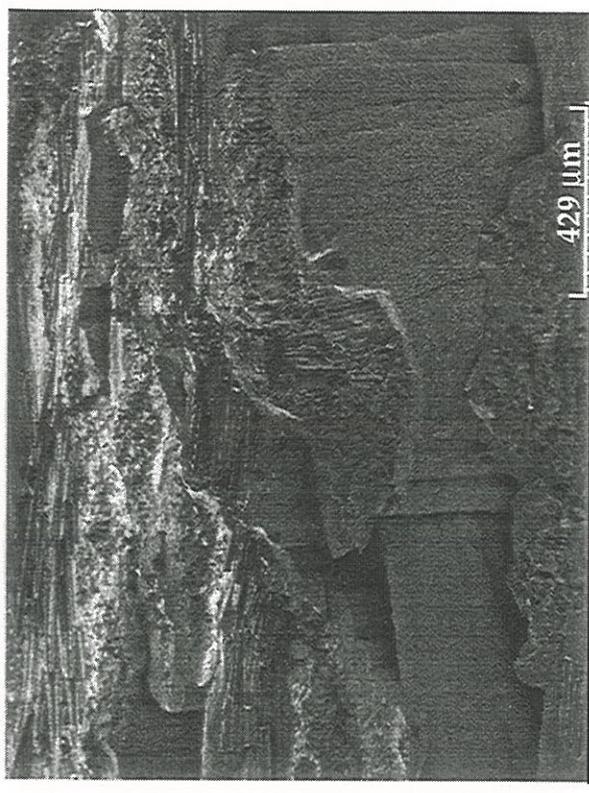
Sans exposition, traction à température ambiante



Fatigue statique à 1000°C et 100 MPa, durée de vie de 1 heure

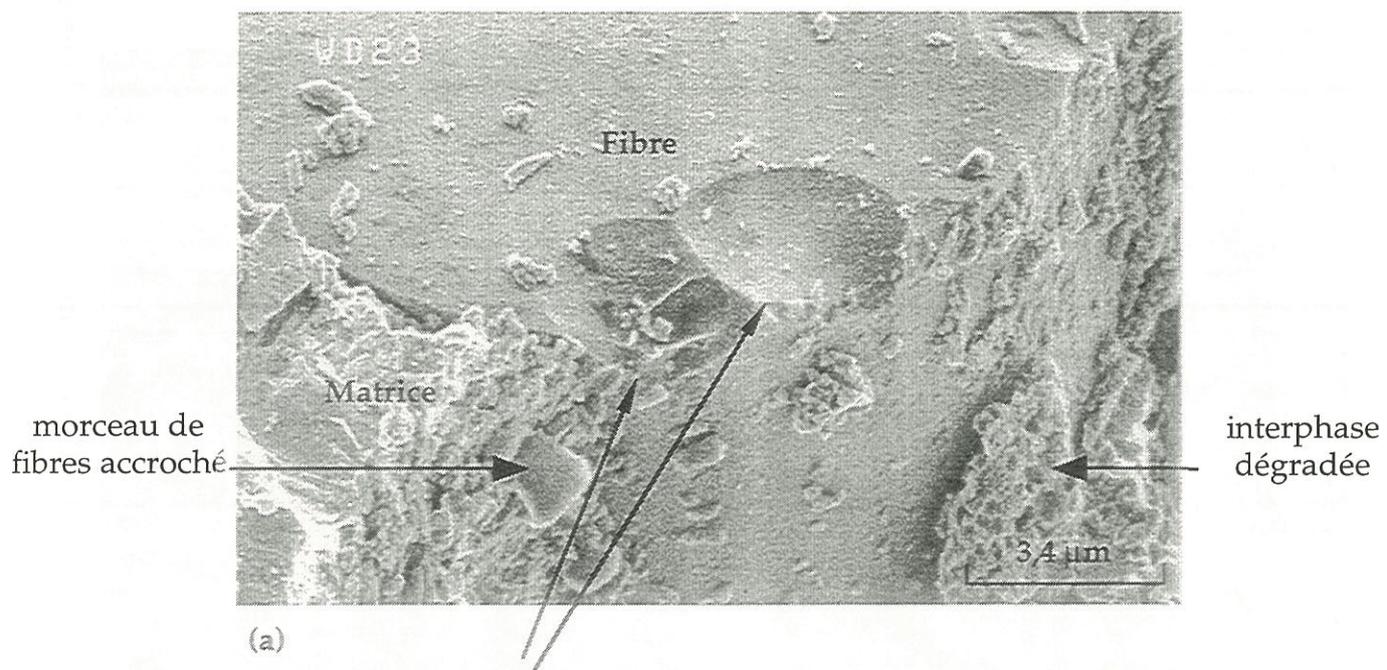


Fatigue statique à 1200°C et 100 MPa, durée de vie de 11 minutes



Fatigue statique à 850°C et 100 MPa, durée de vie de 48 heures

**Fig. 4,15 : Micrographie en MEB de l'extension de la zone de fibres non déchaussées avec la durée de l'exposition en fatigue statique à haute température sous air .**



éclats sur les fibres

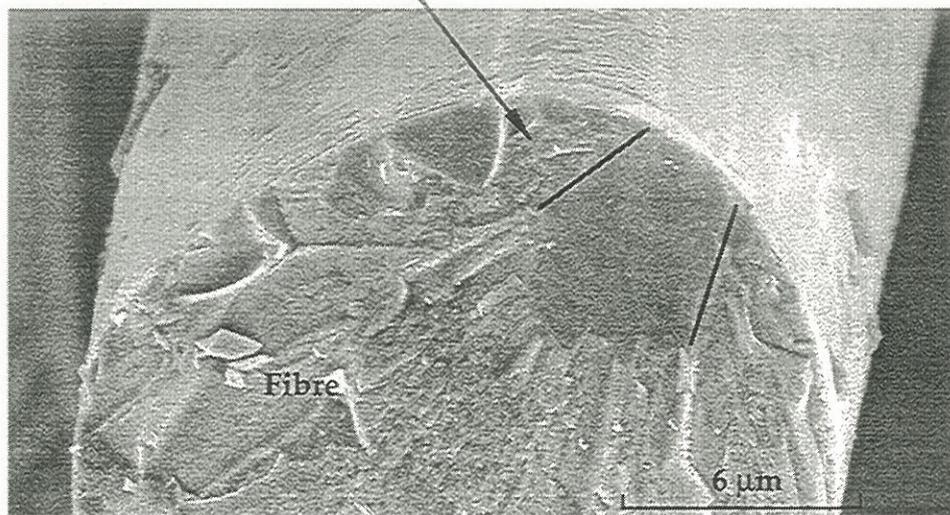
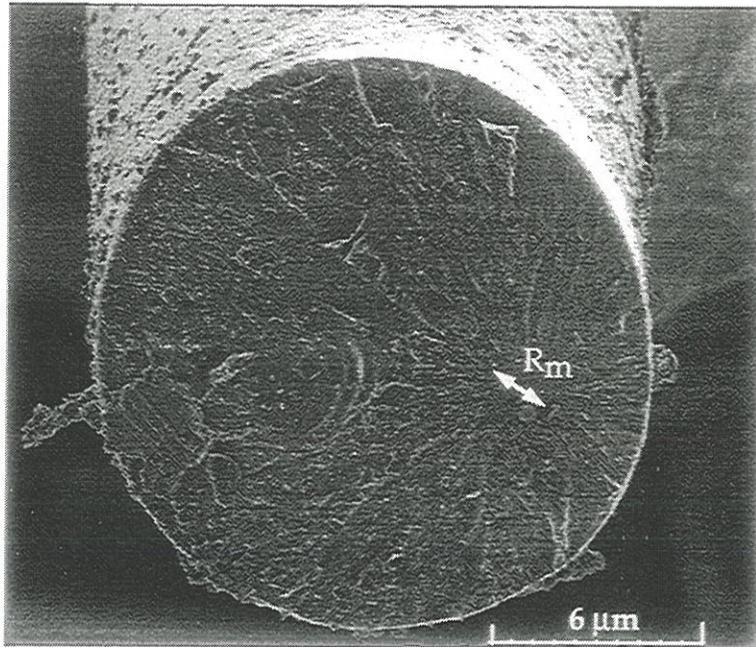


Fig. 4,16 : Micrographie en MEB du faciès de fibres rompues en fatigue statique sous air à 700°C et 120 MPa (a) et 850°C et 100 MPa (b) .



Rupture en traction à température ambiante.



Rupture en fatigue statique à  $850^\circ\text{C}$ , sous 120 MPa (durée de vie = 25 minutes).

**Fig 4,17 : Comparaison des rayons des miroirs de rupture obtenus en fatigue statique sous atmosphère oxydante (air) à ceux obtenus en traction à température ambiante.**

T (°C)	$\sigma_{rupture}$ (MPa)	$\sigma_{rf}$ (non déchaussées) (MPa)	$\sigma_{rf}$ (déchaussées) (MPa)
1200	60	1280 (15%)*	/
1200	80	-	948 (17%)
1200	100	1200 (17%)	1841 (17%)
1200	120	1052	1008 (15%)
1000	100	1204 (21%)	1253 (17%)
850	80	1346 (21%)	/
850	100	1648 (32%)	-
850	100	1329 (30%)	-
850	100	1088 (22%)	-
850	120	1293 (20%)	1192 (26%)
700	100	1296 (22%)	-
700	120	985 (21%)	1185 (19%)
700	140	1178 (32%)	1273 (22%)

T (°C)	$\sigma_{rupture}$ (MPa)	$\sigma_{rf}$ (non déchaussées) (MPa)	Écart type $\sigma_{n-1}$ (MPa)
1200	60	1281	309
850	60	896	114
850	40	1015	310
700	100	941	157

**Tableau C** : Résultats des mesures expérimentales des contraintes à la rupture des fibres Nicalon à partir des rayons de miroirs au sein des composites SiC<sub>f</sub>/SiC 2D de type L (en haut) et de type R (en bas) après essais de fatigue statique sous air à haute température.

\* Les chiffres entre parenthèses représentent l'écart type sur la moyenne

T (°C)	ambiante (non vieilli)	450 (non vieilli)	850 - 700	1200
R	2400 MPa	/	940-1015 MPa	1280 MPa
Chute de $\sigma_{rf}$ (%)	0	/	60 -58	46
L	3100 MPa	2370 MPa	1000-1700 MPa	1200 MPa
Chute de $\sigma_{rf}$ (%)	/	$23 \approx \sigma_{n-1}$	70-45	61

**Tableau D** : Contraintes moyennes à la rupture des fibres Nicalon en fonction de la température d'essai en fatigue statique sous air. Mesures expérimentales des contraintes à la rupture des fibres Nicalon au sein des composites 2D SiC/SiC (matériau L) à partir des rayons de miroir.

La contrainte à la rupture varie sensiblement avec la contrainte appliquée. Par contre, la **température d'oxydation a une grande influence sur la rupture des fibres** (chute d'environ 23 % à 450°C et 50 % à 70 % dès 700°C). D'après les travaux antérieurs, les caractéristiques mécaniques de la fibre SiC Nicalon\* sous air à 1200°C sont réduites. En effet, leur résistance à la rupture est de **960 MPa** au lieu de 1500 MPa à 24°C [Frey et Boussuge 1994], ou encore **660 MPa** (95,7 MPa) au lieu de 2110 MPa (306 MPa) après deux heures de traitement thermique sous atmosphère oxydante à 1200°C [Mah et al., 1984].

La littérature est très pauvre en résultats sur l'influence de la température sur la rupture des fibres entre 700°C et 850°C.

---

\* NLM202

Evolution des paramètres de Weibull

Les distributions des contraintes à la rupture en fatigue statique sous air à 700°C, 850°C et 1200°C pour les matériaux L et R sont présentées aux figures 4,18 à 4,21. Les ruptures ne suivent pas tout à fait une loi statistique de Weibull. Les points expérimentaux des contraintes les plus élevées s'écartent de la droite  $\Delta$  dans la représentation ln-ln.

Les tableaux E et F reportent les valeurs de  $m_{of}$  et de  $b$  des matériaux L et R pour différentes températures et contraintes de maintien en fatigue statique sous air.

La variation de la contrainte de maintien  $\sigma_m$  entre 60 MPa et 120 MPa ne modifie pas la position de  $\Delta$ . Dans la gamme étudiée, elle n'a donc pas d'influence sur les paramètres de Weibull ( $m_{of}$  et  $\sigma_{rf}$ ).

Les températures élevées (700°C, 850°C et 1200°C) changent peu  $m_{of}$  (fig. 4,22), mais elles ont une **grande influence** sur l'ordonnée à l'origine de la droite  $\Delta$  (fig. 4,23). La constante  $b$  varie de  $\approx -30$  à 700°C à  $\approx -70$  à 1200°C.

T (°C)	$\sigma_m$ (MPa)	$m_{of}$	$b$
1200	60	4,8	-35,1
850	60	9,3	-63,8
850	40	11,2	-79,2
700	100	3,5	-25,4

**Tableau E** : Paramètres statistiques de Weibull obtenus en fatigue statique sous air à haute température, **matériau de type R**.

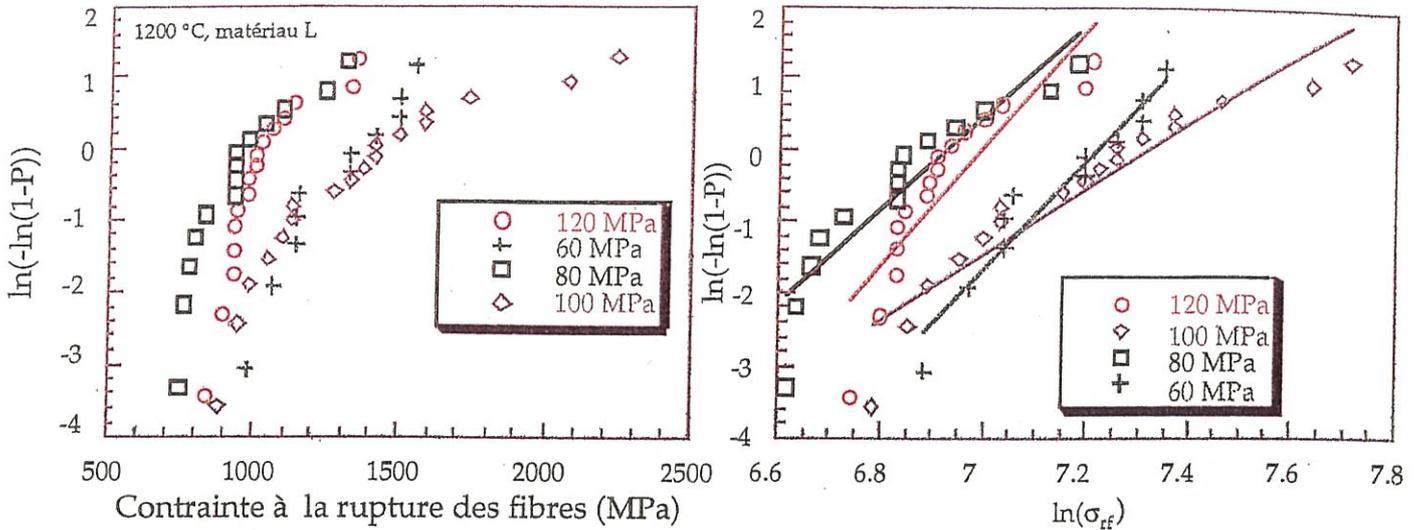


Fig. 4,18 : Distribution statistique des contraintes à la rupture des fibres longitudinales au sein du matériau de type L, en fatigue statique sous air à 1200°C, avec  $\sigma_m$  variable.

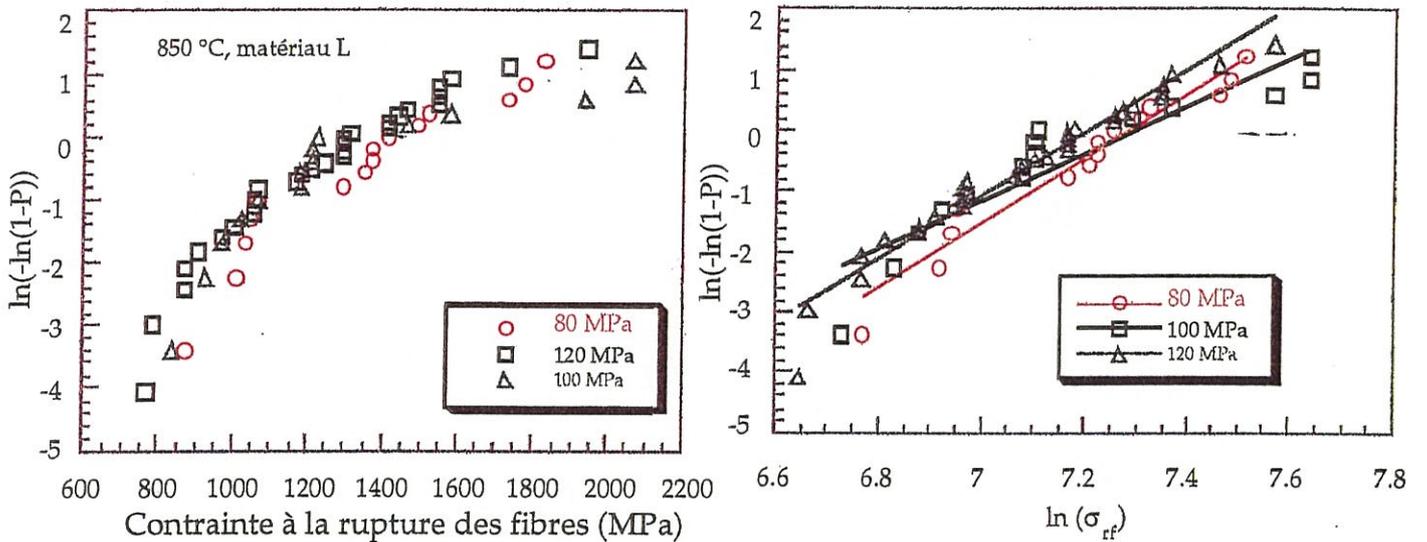


Fig. 4,19 : Distribution statistique des contraintes à la rupture des fibres longitudinales au sein du matériau de type L, en fatigue statique sous air à 850°C, avec  $\sigma_m$  variable.

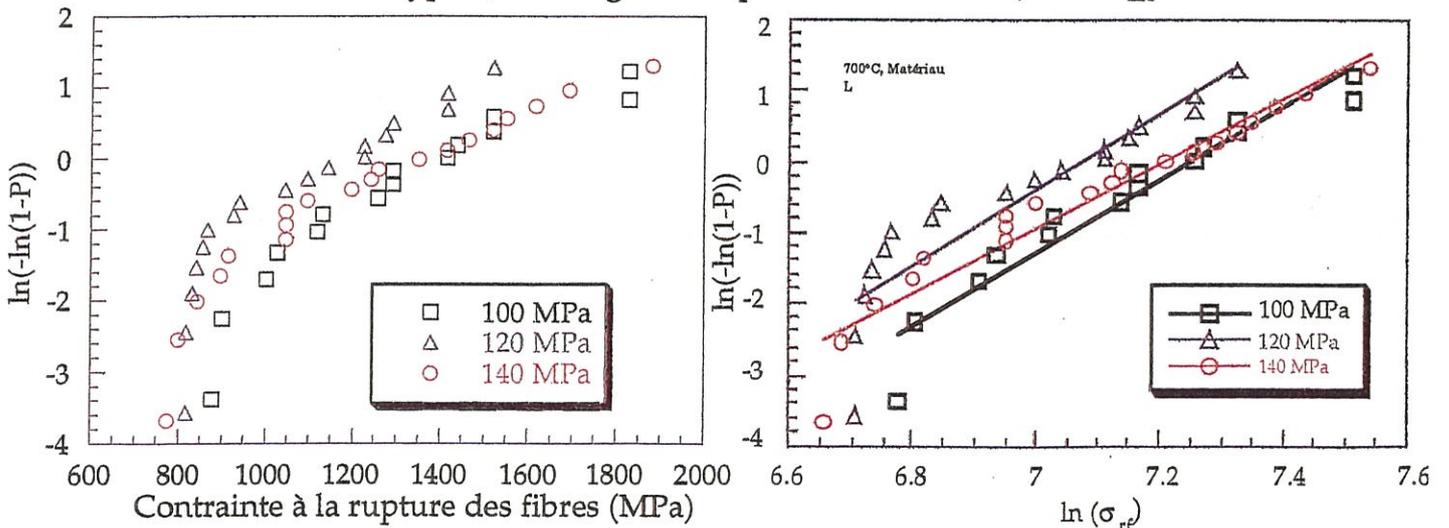
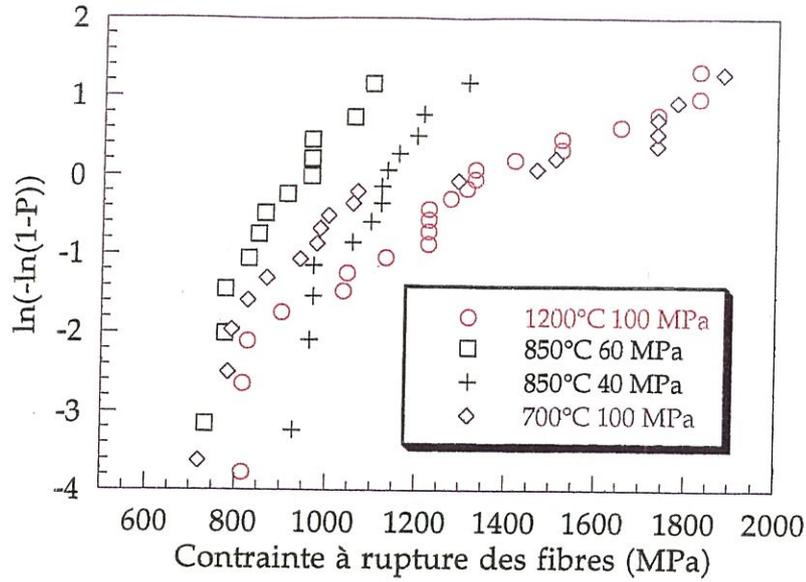
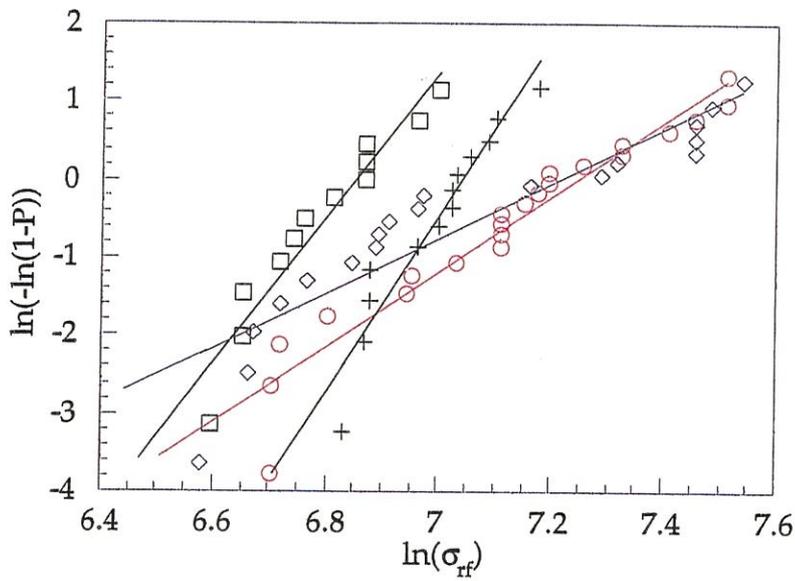


Fig. 4,20 : Distribution statistique des contraintes à la rupture des fibres longitudinales au sein du matériau de type L, en fatigue statique sous air à 700°C, avec  $\sigma_m$  variable.





(a)



(b)

Fig. 4,21 :

Distribution statistique des contraintes à la rupture des fibres longitudinales au sein du matériau de type R, testé en fatigue statique sous air à 1200°C, 850°C et 700°C, avec une contrainte de maintien  $\sigma_m = 40, 60$  et 100 MPa variable : représentation de  $\ln(-\ln(1-P))$  en fonction de la contrainte à la rupture locale des fibres, (a) et de  $\ln(\sigma_{rf})$ , (b).



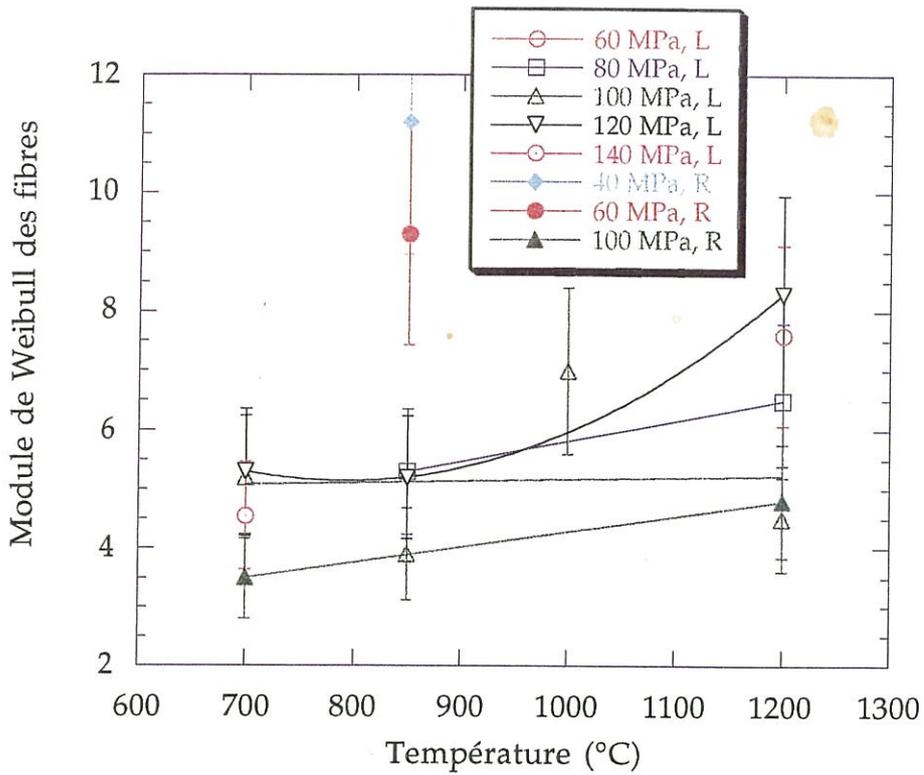


Fig. 4,22 : Influence de la température sur le module de Weibull  $m_{of}$ .

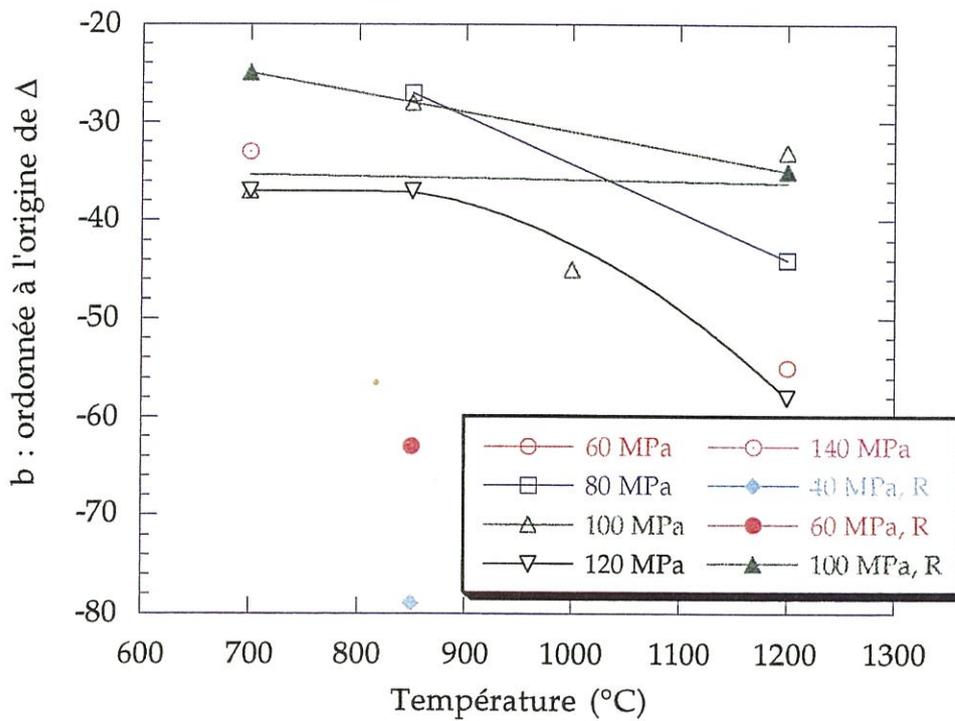


Fig. 4,23 : Influence de la température sur la valeur  $b$  de l'ordonnée à l'origine de la droite  $\Delta$ .



T (°C)	$\sigma_m$ (MPa)	$m_{of}$	b
1200	60	7,6	-55,2
	80	6,5	-44,8
	100	4,5	-33,2
	120	8,3	-58,3
1000	100	7	-45,1
850	80	5,3	-27,6
	100	3,9	-28,6
	120	5,2	-37,4
700	100	5,16	-37,4
	120	5,3	-37,3
	140	4,5	-32,8

**Tableau F** : Paramètres statistiques de Weibull obtenus en fatigue statique sous air à haute température, **matériau de type L**.

### II.3 - Rupture en traction monotone après fatigue statique

Afin de comprendre les effets du vieillissement en fatigue statique sur **les propriétés à la rupture du composite L ou R**, des essais de traction monotone à température ambiante ont été menés sur des éprouvettes **vieillies en fatigue statique sous atmosphère oxydante à 850°C**, à un niveau de contrainte bas (40 MPa, L et R) et à un niveau de contrainte haut (100 MPa) (L seulement). Ces éprouvettes étaient toutes pré-endommagées initialement à 0,06%. Leur évolution en fatigue est de type 2 (cf. Chapitre 3).

Les résultats de ces **essais de traction résiduelle** montrent que la **contrainte et la déformation à la rupture du composite chutent rapidement**

au cours de l'essai de fatigue, surtout dans la phase I. Pour le matériau L, vieilli à 100 MPa, on observe une dégradation de  $\sigma_R$  de 40% après 30 minutes, jusqu'à maximum 70% au bout d'une heure (tableau G).

Durée de FS (h)	0	30 mn	1 h	10 h	20 h
$\sigma_R$ (MPa)	366	215	105	115	120
$\epsilon_R$ (%)	1,055	0,44	0,37	0,25	0,17
$E_o$ (GPa)	-	121	42	60	80

**Tableau G** : Évolution des propriétés à la rupture du composite 2D SiC/SiC L avec le temps de vieillissement sous air à 850°C/100 MPa.

Cette évolution est une fonction quasi linéaire du temps de vieillissement (fig. 4,24). Il en est de même pour  $\epsilon_R$  qui passe de 1,05 % (nominal) à 0,37 % dès la première heure. Le matériau perd 58% de sa capacité d'allongement en trente minutes et 68% en 1 heure.

Au-delà de cette première heure, le vieillissement n'a plus d'influence sur la contrainte à la rupture qui reste constante ( $110 \pm 10$  MPa ). La diminution de  $\epsilon_R$  ralentit également ; elle vaut 0,25% après 10 heures de fatigue statique et 0,17% après 20 heures.

**Le matériau R est vieilli à 40 MPa.** Son évolution en fatigue est de type 3 (cf. Chapitre 3 § II.1). Les tractions résiduelles, jusqu'à la rupture, menées à température ambiante, après 1 heure, 20 heures et 63 heures de vieillissement, montrent **la dégradation des propriétés à la rupture de R**. La contrainte à la rupture chute de 300 MPa à 266 MPa en 1 heure, et elle atteint 96 MPa après 63 heures (tableau H). La déformation à la rupture varie de 0,95% à 0,7% (1 heure), puis à 0,22% en 63 heures. La figure 4,25 montre que **la variation de ( $\sigma_R, \epsilon_R$ ) ralentit dans la phase II (entre 20 heures et 63 heures)**.

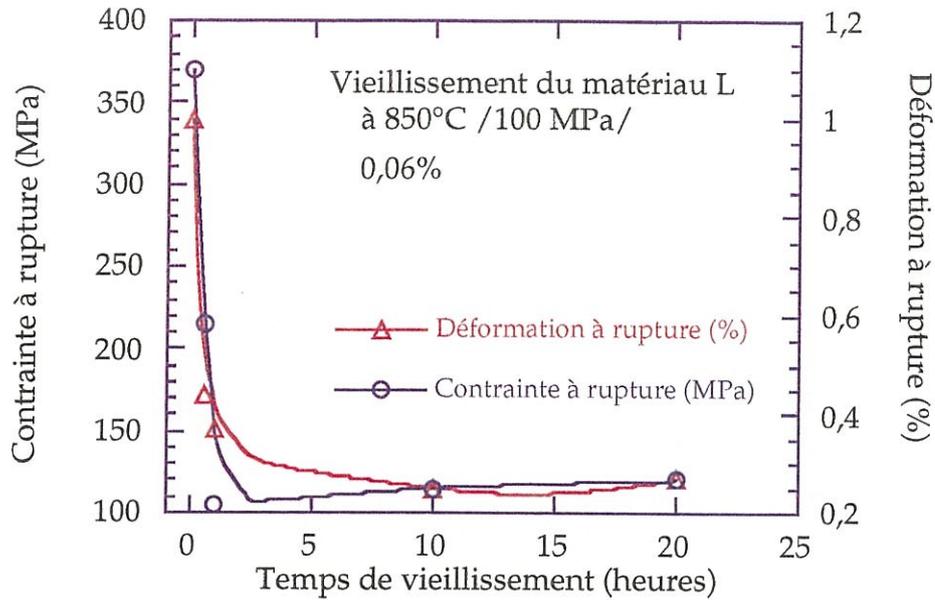


Fig. 4,24 : Évolution de la contrainte à la rupture résiduelle du matériau de type L après vieillissement en fatigue statique à 100 MPa et 850°C (matériau pré-endommagé à 0,06%).

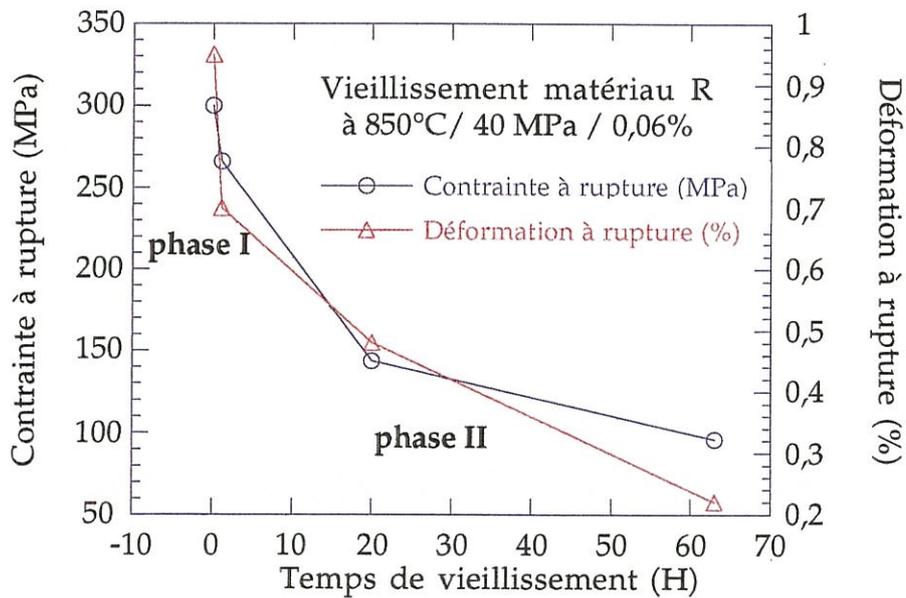


Fig. 4,25 : Évolution de la contrainte à la rupture résiduelle du matériau de type R après vieillissement en fatigue statique à 40 MPa et 850°C (matériau pré-endommagé à 0,06%).



Le matériau L vieilli dans les mêmes conditions (63 heures à 40 MPa) conserve des propriétés à la rupture supérieures à celles du matériau R. (tableau H). Ce résultat montre que dans ces conditions le matériau L est beaucoup moins sensible au vieillissement que R. **L'interphase séquencée semble donc ralentir la dégradation des caractéristiques à la rupture du composite.**

	$t_V$ (heures)	0	1	20	63
Matériau R	$\sigma_R$ (MPa)	300	266	144	96
	$\epsilon_R$ (%)	0,95	0,7	0,48	0,22
Matériau L	$\sigma_R$ (MPa)	366,2 *(20,5)	/	/	190
	$\epsilon_R$ (%)	1,05 (0,1)	/	/	0,47

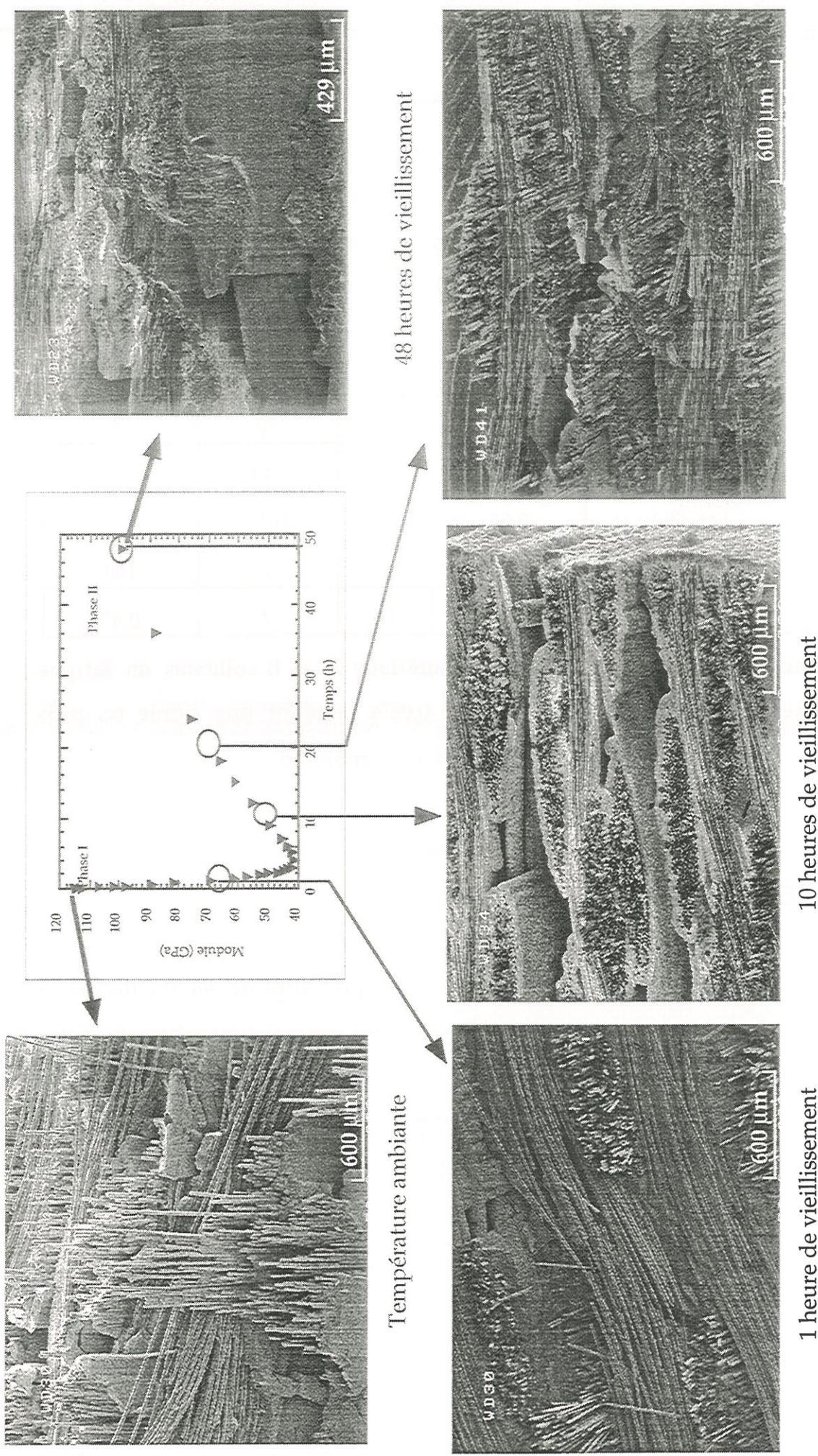
**Tableau H** : Niveau de rupture des matériaux R et L sollicités en fatigue statique à 850°C, sous 40 MPa,  $\epsilon_{\text{endo}} = 0,06\%$  pendant une durée  $t_V$ , puis rompus en traction résiduelle à température ambiante.

$t_V$  : temps de vieillissement

### Fractographie

Les faciès de rupture des éprouvettes après rupture en traction sont observés systématiquement pour les différentes températures d'essais (entre 700°C et 1200°C). Les torons longitudinaux des éprouvettes du matériau L, vieilles 30 minutes et 1 heure à 100 MPa, présentent un déchaussement comparable à celui du matériau non vieilli. Après 10 heures, les faciès sont de "mode mixte". Les longueurs de déchaussement sont beaucoup plus faibles, et des surfaces sans extraction de fibres apparaissent au bord des torons. Cette zone plate s'étend avec le temps d'exposition (fig. 4,26).

\* Valeur moyenne obtenue avec les 5 essais de traction sur le matériau L à température ambiante (écart type)



Température ambiante

48 heures de vieillissement

1 heure de vieillissement

10 heures de vieillissement

Fig. 4,26 : Essais interrompus après fatigue statique à 100 MPa et 850°C à l'air  
Analyse fractographique après rupture en traction, matériau L.

Le faciès de rupture du matériau R présente les mêmes caractéristiques, avec des extractions très faibles au bord du toron et plus importantes au coeur (fig. 4,27). Après 63 heures de vieillissement à 850°C et 40 MPa, un très grand nombre de fibres cassent dans le plan de la matrice. (fig. 4,28). On constate la présence d'une majorité de faciès miroir mais également de nombreuses fibres endommagées, sur lesquelles on observe de nombreux éclats (fig. 4,29).

### Contraintes locales à la rupture des fibres

Le calcul de  $\sigma_{rf}$  à partir des rayons des miroirs sur le matériau de type L à 850°C et 100 MPa montre que la contrainte à la rupture des fibres chute dès la première heure à **1647 MPa** (au lieu de 2670 MPa en moyenne sur le composite nominal). Par la suite,  $\sigma_{rf}$  se stabilise entre **1000 MPa et 1300 MPa**, ce qui correspond à la fourchette d'incertitude sur le calcul ( $\sigma_{n-1} \approx 240-438$  MPa) (**tableau I**).

Dans le matériau R, après 63 heures de vieillissement à 850°C, 40 MPa, la contrainte à la rupture moyenne des fibres longitudinales en traction est de **1015 MPa** au lieu de 2400 MPa dans un matériau non vieilli. Les propriétés des fibres en ont donc **diminué de plus de 50 %**. Après 63 heures à 40 MPa, la **contrainte locale à la rupture moyenne des fibres** longitudinales dans le matériau à **interphase simple de PyC (R) est plus faible que dans le matériau L à interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub>**.

### Évolution des paramètres de Weibull

L'analyse statistique de ces contraintes à la rupture met en évidence la **conservation du module de Weibull des fibres SiC** avec le vieillissement

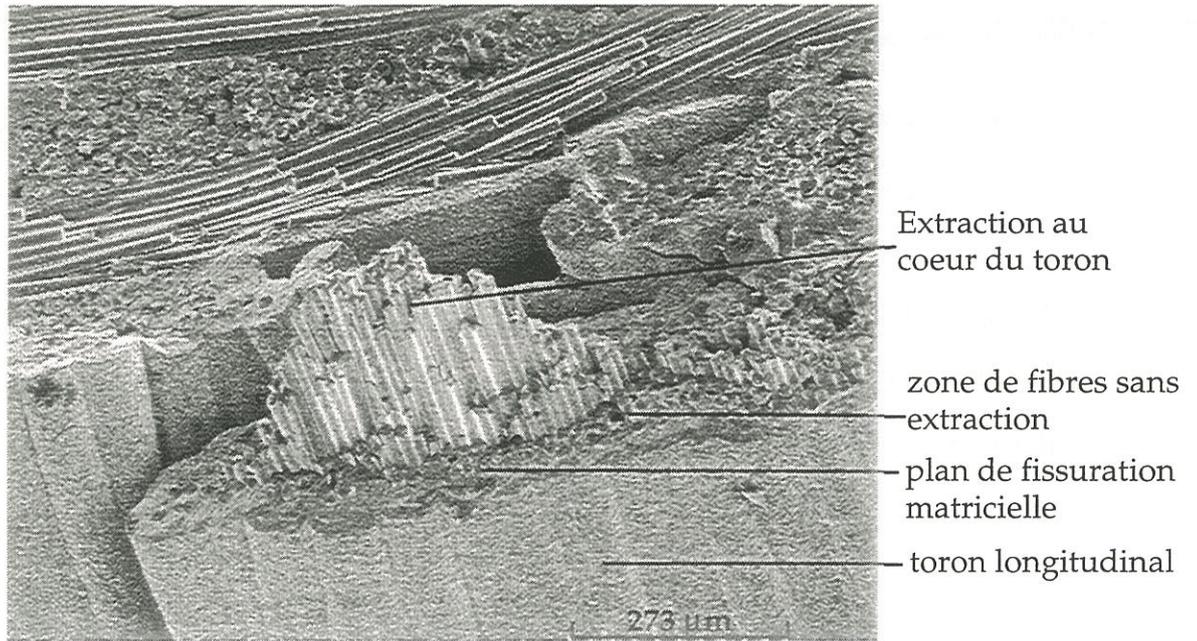


Fig. 4,27 : Micrographie MEB du faciès de rupture du matériau de type R vieilli à l'air pendant 63 heures à 850 °C et 40 MPa, puis rompu en traction à température ambiante.

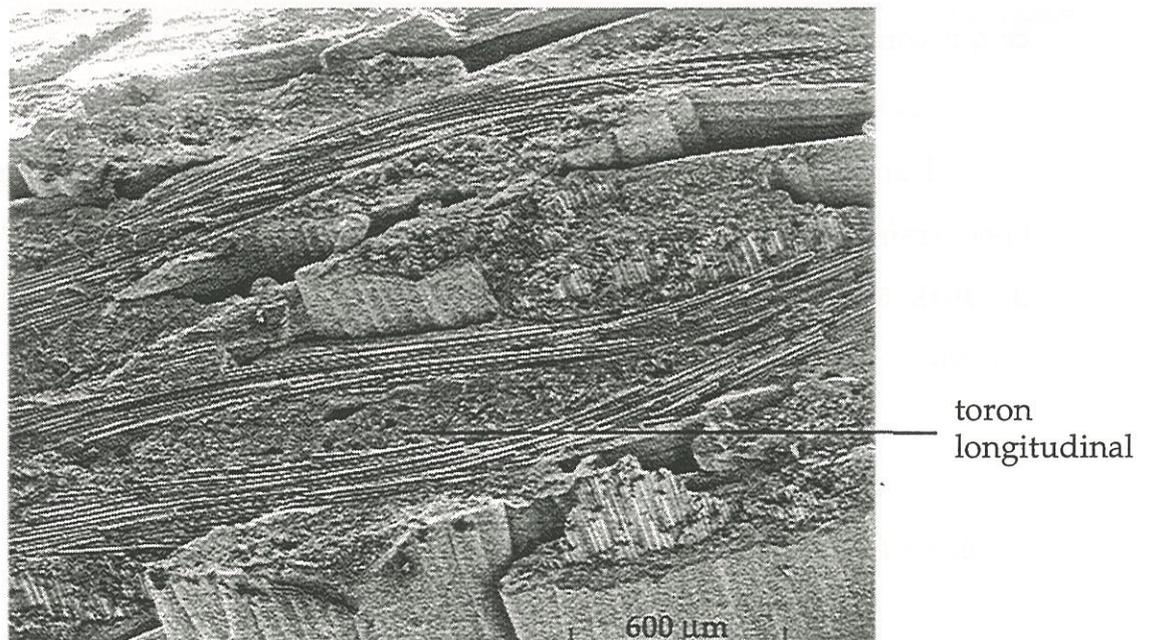
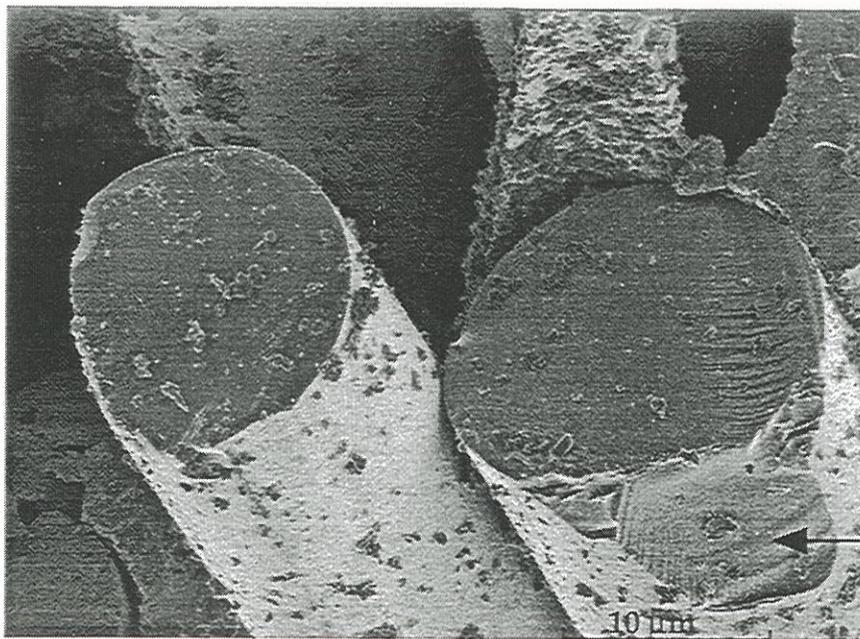


Fig. 4,28 : Micrographie MEB du faciès de rupture du matériau de type R vieilli à l'air pendant 63 heures à 850 °C et 40 MPa, puis rompu en traction à température ambiante : majorité de faciès de torons longitudinaux sans extraction.



biseau avec éclats

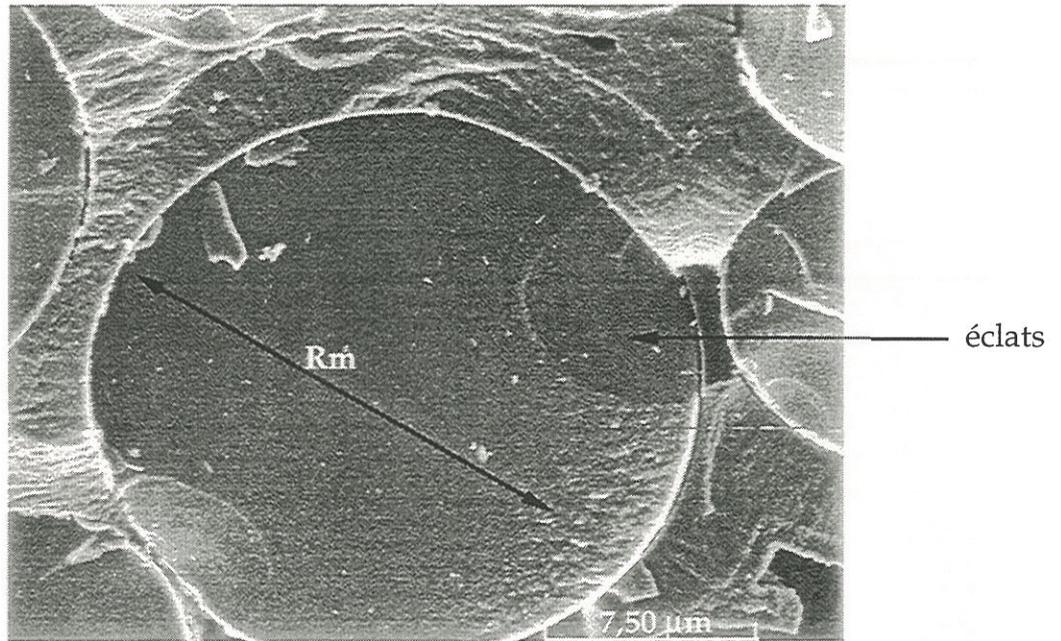
(a)



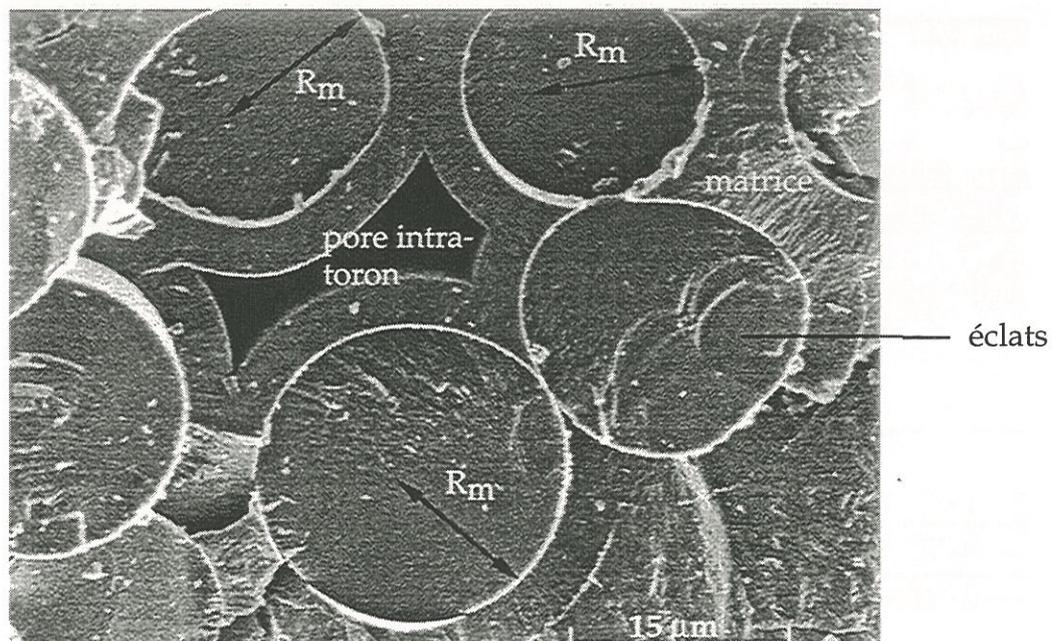
éclats

(b)

Fig. 4,29 : Micrographie MEB du faciès de rupture en traction du matériau de type L après vieillissement à l'air sous charge à 100 MPa, 850°C pendant 1 heure :  
 (a) éclat sur les bords des fibres en forme de biseau,  
 (b) éclat sur fibre en forme de cône.



(c)



(d)

**Fig. 4,29 : Micrographie MEB du faciès de rupture du matériau R : présence de nombreux éclats coniques. sur les faciès des fibres longitudinales après traction résiduelle à température ambiante sur le matériau vieilli 63 heures à 850°C sous air, à 40 MPa, et pré-endommagé à 0,06 % .**

sous charge en atmosphère oxydante. Pour le matériau de type L,  $m_{of}$  reste compris entre 3 et 6 (**tableau I**). Pour R, après 63 heures,  $m_{of}$  est 2 fois plus élevé ( $m_{of} = 11,2$ ) et la valeur de  $b$  est beaucoup plus basse que dans le matériau nominal (-80 au lieu de -20).

temps de vieillissement (heures)	$\sigma_{rf}$ (MPa)	Nbre d'observations	$m_{of}$	$b$
0	2670	3 éprouvettes	6,1	- 49
1	1647 (524)	20	3,67	- 27,6
10	1088 (242,9)	26	5,1	- 35,9
20	1338 (438)	26	3,7	- 26,8

**Tableau I** : Résultats des évolutions des propriétés à la rupture en traction des fibres longitudinales au cours de la fatigue statique à 850°C, 100 MPa, endommagement initial 0,06%, matériau de type L.

#### II.4 - Les durées de vie

Les durées de vie ( $d_v$ ) en fatigue statique du composite SiC/SiC à interphase séquencée ou à interphase simple varient beaucoup en fonction de la température et de la contrainte de maintien (**tableau J**). À 700°C, 850°C et 1200°C, la durée de vie est une **fonction décroissante de  $\sigma_m$**  dans le domaine [60 MPa, 140 MPa] (fig. 4,30). Lorsque  $\sigma_m$  est inférieure à  $\sigma_{élastique}$ , la durée de vie tend vers une limite infinie car le matériau non fissuré évolue très lentement. À 140 MPa, la durée de vie tend vers 0.

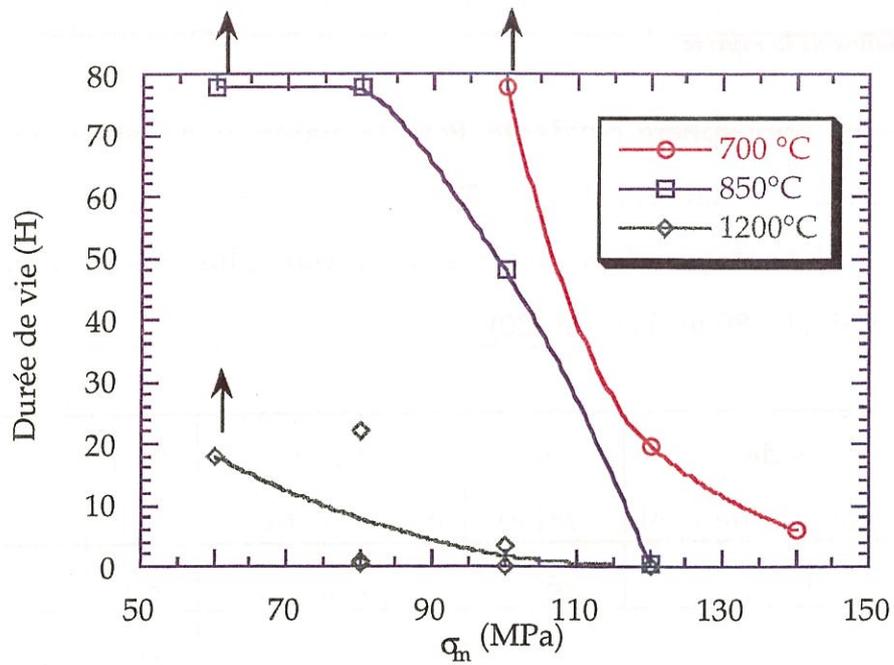


Fig . 4,30 : Évolution de la durée de vie en fatigue statique sous air avec la température et la contrainte, matériau de type L.

La flèche signifie que la rupture n'a pas eu lieu et que la durée de vie de l'éprouvette est supérieure à celle affichée

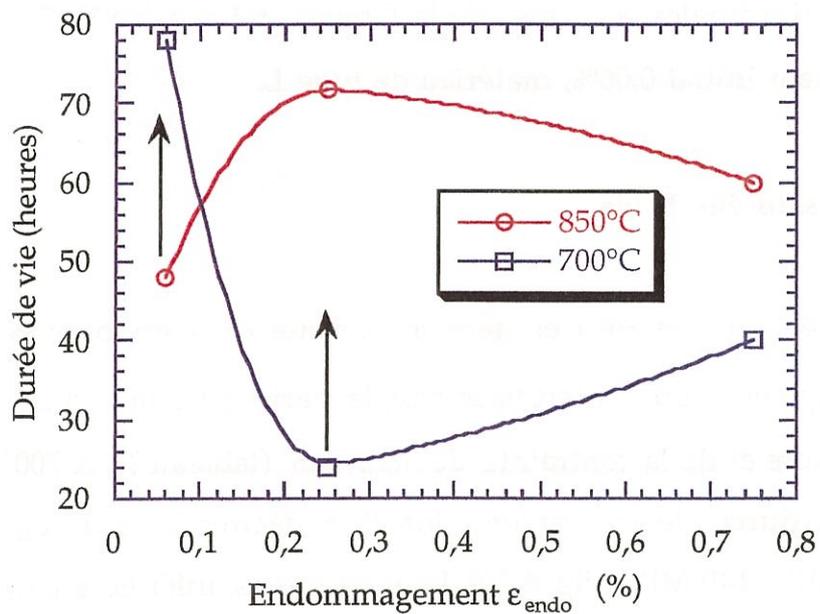


Fig . 4,31 : Évolution de la durée de vie sous air avec le taux d'endommagement  $\epsilon_{endo}$ , Essais de fatigue statique à 700°C / 100 MPa et à 850°C / 100 MPa sur le matériau de type L.

L'augmentation de la **température** fait chuter la durée de vie surtout au delà de 1000°C (**Tableaux J et K**).

$\sigma_m$ (MPa)	60	80	100	120	140
T (°C) / $\epsilon_{\text{endo}}$ (%)					
700 / 0,06	-	-	> 24	19,5	5,9
850 / 0,06	> 78	78	48	0,33/0,42	-
1000 / 0,06	26,2	2,5	1	-	-
1200 / 0,06	>18	1 / 0,6	0,18	0,06	-

**Tableau J** : Résultats des durées de vie expérimentales (en heures) des composites SiC/SiC à interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub> en fatigue statique sous atmosphère oxydante, (matériau L).

durée de vie (heures)	R			S		
	$\sigma_m$ (MPa)	40	60	100	40	100
T (°C)/ $\epsilon_{\text{endo}}$ (%)						
700 / 0,06	/	>60	11	/	/	
700 / 0,25	/	/	11	/	2	
850/ 0,06	> 63	18	1,81	> 48	1,5	
1200 / 0,06	/	4,3	0,06	/	/	

**Tableau K** : Résultats des durées de vie expérimentales des composites SiC/SiC à interphase simple de 50 nm et 200 nm de PyC en fatigue statique sous atmosphère oxydante.

En fatigue statique et durant les phases I et II, aucune différence d'évolution des éprouvettes avec la **variation d'endommagement** n'a été observée (cf. chapitre 3). Il semblerait donc logique que la durée de vie soit la même. En effet, l'augmentation du taux d'endommagement de l'éprouvette

du matériau de type R testée à 700°C et 100 MPa ne modifie pas le temps à la rupture. Par contre, ce n'est pas le cas du matériau de type L testé dans les mêmes conditions (Tableau L et fig. 4,31). On peut supposer que les variations observées sont comprises dans l'intervalle d'incertitude de la durée de vie, qui est une donnée très dispersée (cf courbes de Woehler). Il faudrait **accroître** considérablement le **nombre d'essais** pour pouvoir fournir une courbe de **distribution statistique des durées de vie** du 2D SiC/SiC en fatigue statique sous atmosphère oxydante.

déformation de pré-endommagement (%)	0,06 (mode 1 de fissuration)	0,25 (modes 1 et 2)	0,75 (modes 1. 2 et 3)
850°C 100 MPa	> 48 h	71,9	60
700°C 100 MPa	78	> 24	40

**Tableau L** : Résultat de l'influence de l'endommagement sur la durée de vie en fatigue statique à l'air, matériau L.

À 700°C, après un endommagement à 0,25%, sous une charge de 100 MPa, le matériau R (50 nm de PyC) rompt après **11 heures** de vieillissement sous air, le matériau J (200 nm de PyC) casse au bout de **2 heures**, alors que le matériau L (4 x 50 nm de PyC) n'a pas cassé après **24 heures** de vieillissement. L'emploi d'une **interphase séquencée (PyC/SiC)<sub>4</sub>** plutôt qu'une **interphase simple de PyC**, **accroît la durée de vie du 2D SiC/SiC** (Tableaux L et K), alors que l'**augmentation de l'épaisseur d'interphase de carbone semble la faire chuter**.

À **plus haute température**, l'usage de l'interphase séquencée permet encore d'**accroître la durée de vie**. Par exemple, à 850°C et 60 MPa après un

endommagement à 0,06%, la durée de vie du matériau L est plus de 4 fois supérieure à celle du matériau R. Par contre, la **variation d'épaisseur de la couche de PyC**, dans l'interphase simple **ne modifie pas la durée de vie** (Tableau L).

### III - Mécanismes de rupture, discussion

Les niveaux de rupture en traction sont beaucoup plus bas en environnement oxydant que sous atmosphère inerte. Ceci démontre l'existence de **mécanismes de rupture spécifiques, relatifs à l'oxydation**. Il faut distinguer deux cas :

- (i) **l'essai de traction** monotone, au cours duquel l'effort appliqué sur le composite augmente et provoque la **multifissuration de la matrice SiC**.
- (ii) **l'essai de fatigue statique**, au cours duquel la contrainte est constante, ce qui permet de **conserver le réseau de fissures matricielles** créées initialement (cf. chapitre 3).

#### III.1 - En traction monotone

À **température ambiante**, le changement d'interphase au sein du 2D SiC/SiC ne modifie pas la morphologie du faciès de rupture. Les longueurs d'extraction des fibres ou les répartitions des faciès de rupture de fibres par catégories sont identiques.

L'alignement des points expérimentaux sur la droite ( $\Delta$ ) (méthode de régression linéaire fig. 4,10) permet d'affirmer que la distribution des contraintes à la rupture des fibres au sein des torons longitudinaux du 2D **suit une loi statistique de Weibull** basée sur l'existence d'une ou plusieurs populations de **défauts intrinsèques**. Les paramètres statistiques des fibres au sein du matériau L sont supérieures à celles des fibres dans le matériau R. **Le**

**séquençage** de l'interphase **améliore donc le comportement à la rupture** des fibres à température ambiante.

**Sous atmosphère inerte à 1200°C**, la distribution statistique suit également une loi de Weibull (fig. 4,11), le coefficient de corrélation linéaire est très proche de 1. Les **fibres ne sont pas affectées par la température** car la durée de l'**exposition est très courte** au cours de l'essai de traction (5 minutes maximum). Ceci explique la conservation des propriétés en traction à la rupture du composite. Cependant, l'argon ne reste pas sans effets sur les fibres lorsque l'exposition est prolongée. En effet, Bodet a montré que la croissance, plus ou moins importante, de grains de SiC se manifeste dans les fibres Nicalon au dessus 1000°C. Elle s'accompagne d'un gradient de porosité de la surface vers l'intérieur de la fibre et elle est fonction de la durée et de la température du traitement thermique (cf. chapitre 2) [Bodet, 1993].

L'**oxydation** du pyrocarbone d'interphase modifie la résistance à rupture du composite 2D SiC/SiC de façon significative. En effet, lors des essais de traction **sous air**, la rupture se produit à **200 MPa à 1200°C et à 250 MPa à 850°C** pour les deux matériaux L et R (cf. chapitre 2). Yang et al. ont observé un comportement similaire [Yang et al., 1994].

À faibles températures (450°C), les fibres sont stables et résistantes à l'oxydation et leurs propriétés de rupture ( $\sigma_{rf}$ ,  $m_{of}$ ) restent constantes. Ceci explique pourquoi, le niveau de rupture est similaire à celui obtenu à température ambiante.

Par contre, à plus haute température, la rupture se produit bien avant la saturation de l'endommagement. Il y a combinaison de deux phénomènes. (i) La consommation de l'interphase de PyC détruit le transfert de charge ( $l_{dc} = l_{oc}$ ) et accroît la décohésion entre les fibres et la matrice ( $l_{dc} = l_{oc}$ ).

Ainsi,  $l_{dc}$  (=  $l_{oc}$ ) définit le volume de fibres  $\mathcal{V}_f$  supportant l'effort de traction. Lorsqu'il augmente, on accroît la probabilité de présence d'un défaut intrinsèque ou extrinsèque entraînant la rupture des fibres. La vitesse de consommation du PyC étant activée par la température [Filipuzzi, 1991].  $\mathcal{V}_f$  s'étend d'autant plus rapidement que la température est élevée. On comprend ainsi pourquoi la rupture du composite se produit plus tôt à 1200°C qu'à 850°C. La rupture prématurée du matériau est observée si le temps d'essai est suffisamment long (surtout à 700°C).

#### Modification des propriétés des fibres sous atmosphère oxydante?

Le niveau de rupture du composite en traction est dicté par celui des fibres déchaussées (phase de rupture instable) alors que les fibres non déchaussées correspondent à la phase de rupture stable des torons longitudinaux. La figure 4,12 à 1200°C pour les fibres déchaussées montre que  $m$  et  $\sigma_R$  diminuent ce qui explique la rupture prématurée observée en traction monotone sous atmosphère oxydante. Elles ne sont pas affectées, car le front d'oxydation progresse de l'extérieur du toron vers l'intérieur et la rupture se produit avant qu'il n'ait atteint les fibres du coeur, d'autant plus que l'essai est court.

Avec les fibres non déchaussées sur les bords de torons, on observe un décalage de la droite ( $\Delta$ ) vers les faibles contraintes (fig. 4,12).

$\mathcal{V}_f$  est maximal mais la rupture de la fibre se produit toujours dans le plan de fissuration matricielle indiquant que le défaut le plus pénalisant se trouve au droit de la fissure. En effet, cette zone est particulièrement exposée ce qui favorise l'oxydation de l'interphase et la formation de défauts extrinsèques (oxydation, contacts, ...).

D'autre part, à 850°C et 1200°C sous air, la distribution statistique des contraintes locales à la rupture des fibres s'éloigne de la loi unimodale de

Weibull, suggérant la **présence de 2 populations** de défauts qui se traduisent par une variation brusque de la pente  $m$  sur les figures 4.12 et 4.13. Cependant, ce phénomène est encore plus marqué en fatigue statique sous atmosphère oxydante. Les mécanismes, qui régissent la rupture du composite en traction, seront donc examinés à partir des résultats d'essais de fatigue statique.

### III.2 - En fatigue statique

Pour le matériau L, à 850°C, la diminution des propriétés à la rupture se produit lors de la première heure de vieillissement. Par la suite, elles restent plus ou moins stables. Ainsi, lors des essais interrompus, le niveau de rupture après 10 ou 20 heures de traitement reste le même qu'après 1 heure.

Ces deux phases coïncident avec celles observées en fatigue statique lors de l'évolution de type 2 (cf. chapitre 3 § II.1). Pour les mêmes durées de vie, la rupture du matériau R en fatigue statique se produit à des niveaux de contraintes encore plus faibles. **Le séquençage permet d'accroître la durée de vie. Il a un rôle essentiel dans les mécanismes de rupture sous atmosphère oxydante.** Son effet est surtout visible à des températures modérées de l'ordre de 850°C ou 700°C.

Les fibres conservent leurs modules  $m_{of}$ , mais les distributions sont constituées de deux domaines, et, les contraintes locales à la rupture des fibres sont beaucoup plus basses. Cette diminution de  $\sigma_{rf}$  peut-être due à :

- L'augmentation de la taille des défauts intrinsèques, ce qui se traduirait par une modification des propriétés des fibres,  
(et/ou)

- La formation de défauts extrinsèques tels que **contacts entre deux surfaces dures** SiC/SiC ou **ponts de silice** introduit des concentrations de contraintes et fragilise les fibres.

#### Modification des propriétés des fibres ?

L'augmentation des "rayons miroirs" à haute température sous air, pourrait être en relation avec celle de la taille des défauts intrinsèques. Cependant, il est difficile de localiser ces défauts en microscopie électronique et de définir leur taille. On observe quelques bulles au coeur de la fibre (fig. 4,33) et les rayons miroirs qui en résultent sont parfois plus grands que le rayon de la fibre (faciès plan, fig. 4,32). Ces défauts intrinsèques n'entraînent pas toujours la rupture, et ce sont alors d'autres défauts plus pénalisants, situés généralement en surface, qui la provoquent (fig. 4,33). Au droit des fissures, à 1200 °C, on constate la présence de défauts de surface des fibres qui n'apparaissent pas à 850°C (fig. 4,34). Ils pourraient correspondre à une modification chimique locale de la fibre. Mah et al. ont observé la formation de défauts similaires sur des fibres vieilles sous air à 1200°C [Mah et al., 1984]. La couche de silice qui se forme en surface de la fibre à cette température, n'est pas assez épaisse ou trop perméable pour stopper la diffusion d'oxygène et protéger la fibre qui se couvre de crevasses. Par contre, à 1300°C et 1400°C, les défauts en surface sont moins développés, car la cinétique de formation du SiO<sub>2</sub> est accrue.

Cette décomposition locale des fibres peut expliquer la diminution de leur résistance et les ruptures du composite en phase I obtenues lors des essais de fatigue statique à 1000°C et 1200°C.

Le fluage à 1200°C sous air des fibres SiC-Nicalon a été étudié par Bodet et al. et Di Carlo et al. [Bodet et al., 1993], [Di Carlo et al., 1995]. Ce dernier montre que le logarithme décimal de la durée de vie de ces fibres varie linéairement avec la contrainte appliquée. Une durée de vie **d'une**

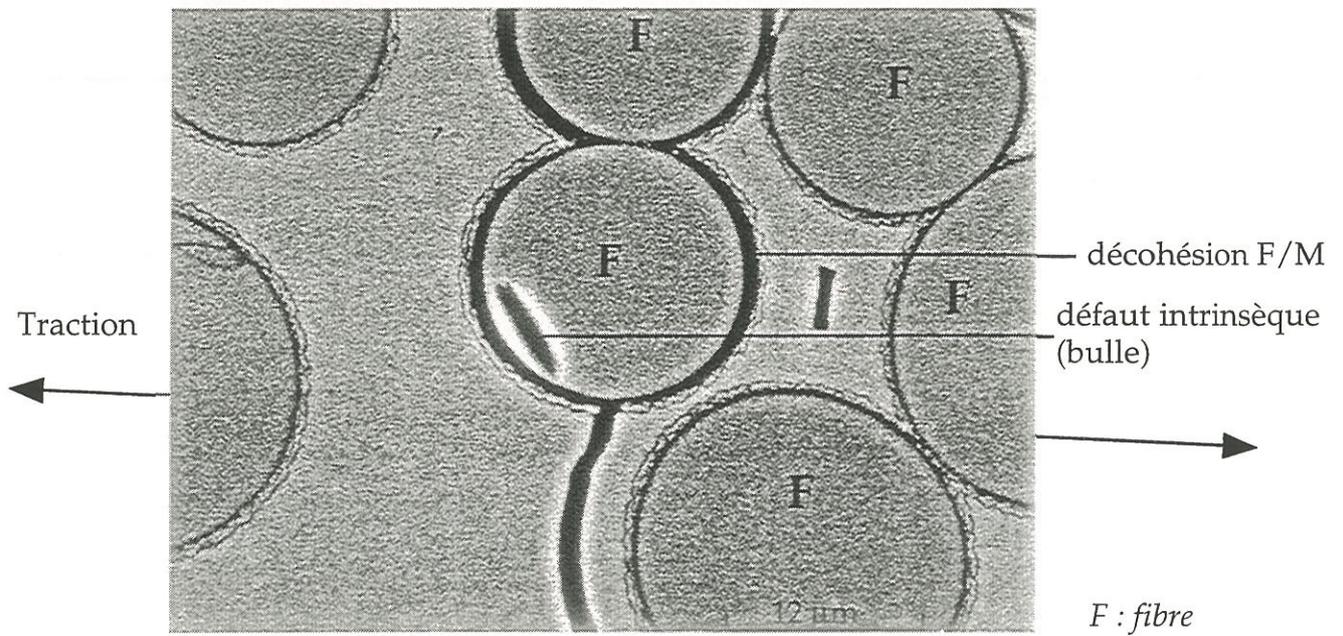


Fig. 4,32 : Micrographie MEB d'un toron transverse en section polie

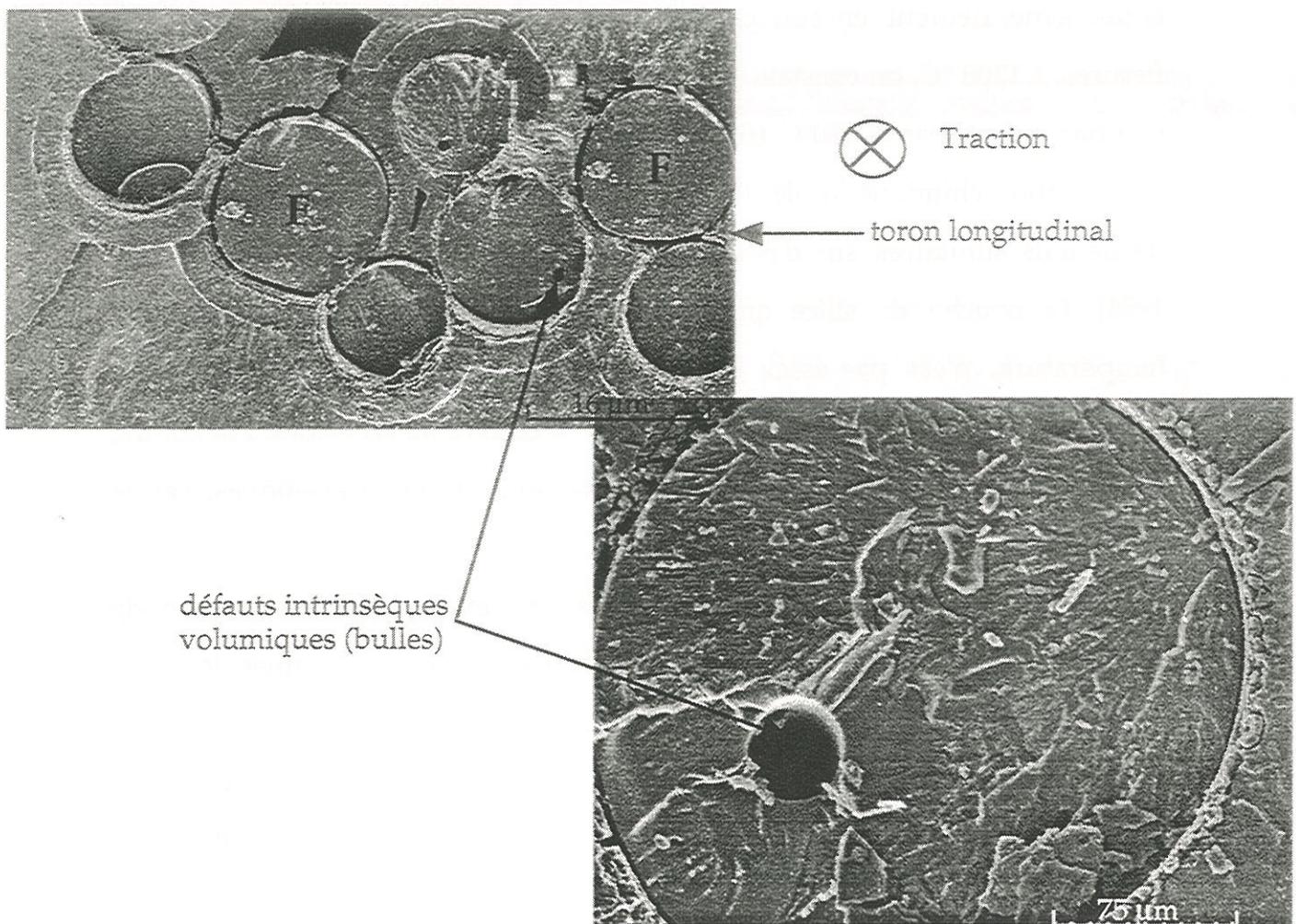
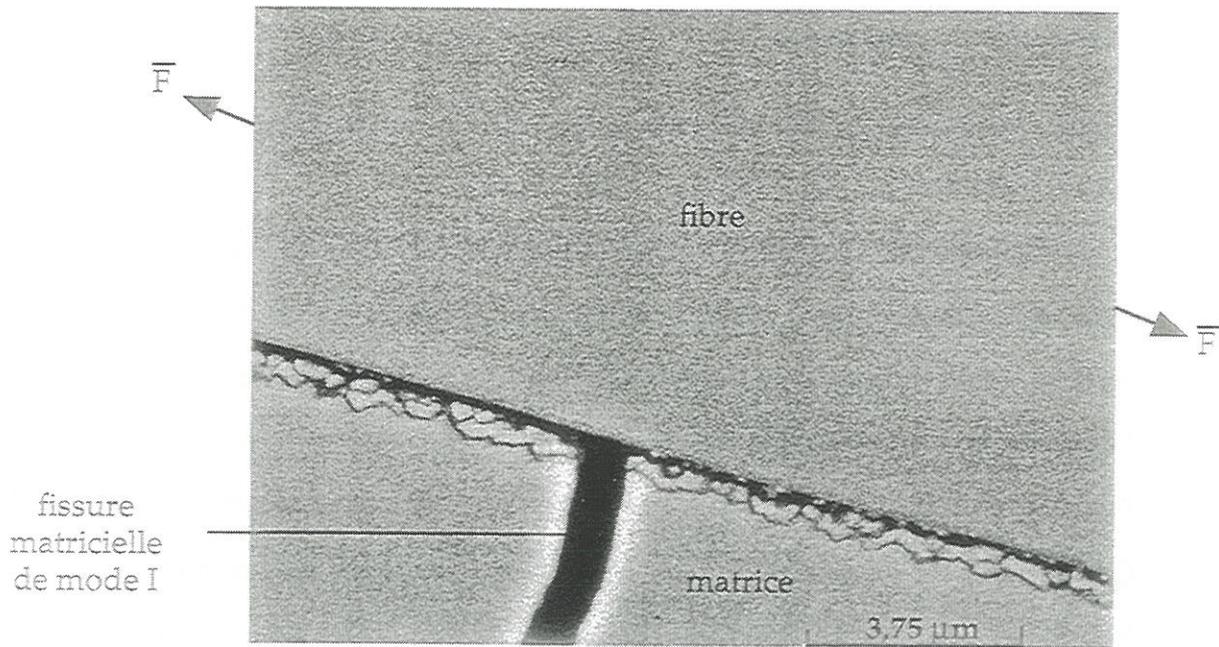
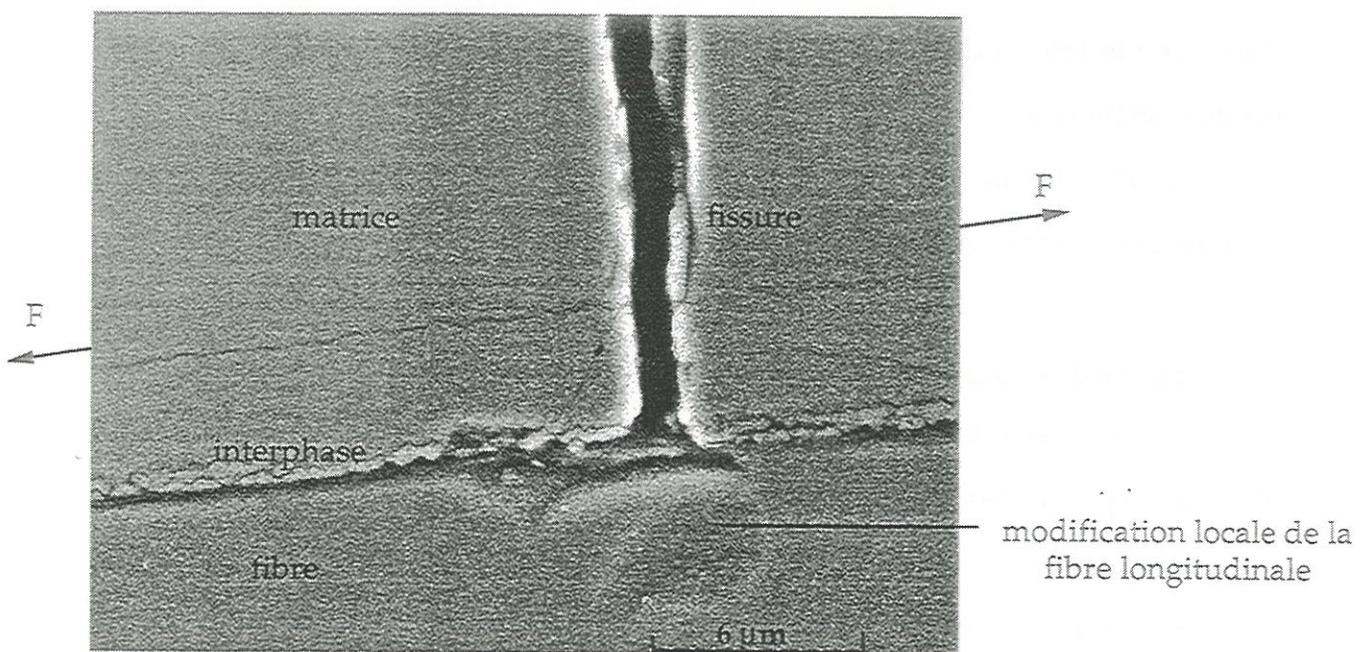


Fig. 4,33 : Micrographie MEB d'un toron longitudinal



(a) à 850 °C



(b) à 1200 °C

**Fig. 4,34 : Micrographie MEB de la modification locale de la fibre au droit des fissures après un traitement en fatigue statique sous air :**  
 (a) à 850 °C, pendant 1 heure,  
 (b) à 1200 °C, pendant 1 heure.

heure correspond à **600 MPa** alors que la durée de vie n'excède pas **quelques minutes** au delà de **700 MPa** (fig. 4,35).

Si l'on fait l'hypothèse d'une rupture de toute la section de matrice avec décohésion sans contact entre les fibres et la matrice (donc sans frottement) sur toute la longueur de jauge, lorsque le composite est soumis à 120 MPa et à 80 MPa, les fibres longitudinales supportent une contrainte respective de 600 MPa et 400 MPa (pour  $V_f = 0,4$ ). D'après les résultats de Di Carlo et al., les durées de vie de ces fibres sont alors respectivement d'une heure et supérieure à 100 heures. Cependant, les durées de vie expérimentales sont en général beaucoup plus faibles.

Par contre, le niveau de rupture locale des fibres, estimé à partir des "rayons miroirs", correspond à des durées de vie proches de celles du composite. Par exemple, après un essai à 1200°C et 120 MPa, les contraintes à la rupture des fibres sont de l'ordre de **700-900 MPa** ce qui correspond à une durée de vie très limitée de la fibre, et la durée de vie expérimentale du 2D est de 0,33 heures.

**À 1200°C, la rupture en fatigue du composite sous atmosphère oxydante est donc pilotée par la durée de vie des fibres de SiC.**

#### Formation de défauts extrinsèques ?

**À plus basse température** (850°C, 700°C), le phénomène de rupture n'est pas expliqué par une dégradation des fibres qui semblent intactes. Cette modification locale des fibres n'est plus nette. Elles sont stables et leurs propriétés intrinsèques restent inchangées. L'hypothèse d'accroissement des défauts intrinsèques est écartée. De même, lors des essais de traction sous air, les temps d'exposition des fibres sont très courts pour oxyder les fibres (14 secondes à 1200°C et 45 secondes à 850°C).

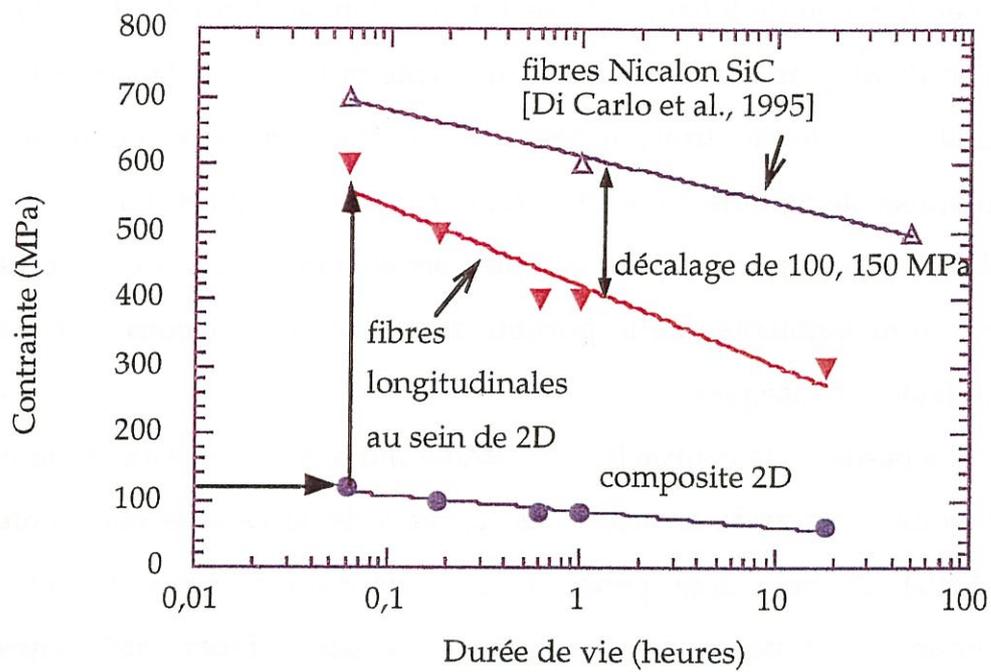


Fig. 4,35 : Comparaison des durées de vie des fibres Nicalon seules [Di Carlo et al., 1995] à celles des fibres Nicalon au sein du composite 2D à 1200°C sous air. (pour 40% de fibres SiC<sub>f</sub>)

En fatigue statique, la sollicitation appliquée à l'éprouvette est comprise entre 80 MPa et 120 MPa, ce qui correspond à une contrainte effective sur les fibres longitudinales de 460 MPa à 690 MPa. Pourtant, le niveau de rupture des fibres, mesuré à partir du miroir, est compris entre 1000 MPa et 1400 MPa. La rupture de la fibre est donc liée à des **surcontraintes locales**.

On remarque que la distribution statistique de ces contraintes ne suit pas tout à fait une loi statistique de Weibull, car la représentation de  $\ln(-\ln(1-P))$  en fonction de  $\ln(\sigma)$  n'est pas linéaire. Sur les figures 4.18, 4.19 et 4.20, on peut distinguer un changement de pente brutal entre  $\ln(\sigma_{rf}) = 6,7$  et  $6,8$ . Les deux portions de droite mises ainsi en évidence correspondent à deux populations de défauts à l'origine de la rupture des fibres. La portion de la courbe la moins pentue présente une pente comparable à celle obtenue à température ambiante. Cette portion de la distribution correspond donc à des défauts intrinsèques.

La partie de la courbe la plus pentue indiquant une valeur de module de Weibull très grande est liée à des ruptures de fibres sous **faible contrainte (800 MPa)**. On peut donc penser qu'il existe d'autres types de défauts qui provoquent la rupture des fibres, tels que **des défauts extrinsèques**. Ces défauts observés au Microscope à Balayage Électronique à effet de champs sur les fibres forment des éclats de 2 à 6  $\mu\text{m}$  qui sont dix fois plus grands que les défauts intrinsèques observés à température ambiante (50 nm à 1  $\mu\text{m}$ ) (fig. 4,36). La présence de ces défauts explique la chute de la contrainte à rupture locale de fibre .

En effet, dans le cas où le défaut ayant provoqué la rupture, peut-être assimilé à une demi-ellipse, le facteur d'intensité de contrainte critique est évalué à partir des équations (7) et (8) (fig. 4,36) :

$$K_{IC} = \frac{1,12\sigma\sqrt{\pi a}}{\varphi} \quad (7)$$

$$\varphi = \int_0^{\pi/2} \sqrt{1 - \frac{c^2 - a^2}{c^2} \sin^2 \theta} d\theta \quad (8)$$

$$\varphi \approx \frac{3\pi}{8} + \frac{\pi a^2}{8 c^2}$$

où  $a$  et  $c$  sont respectivement la demi-taille du petit axe et la demi-taille du grand axe de l'ellipse (fig. 4,36).

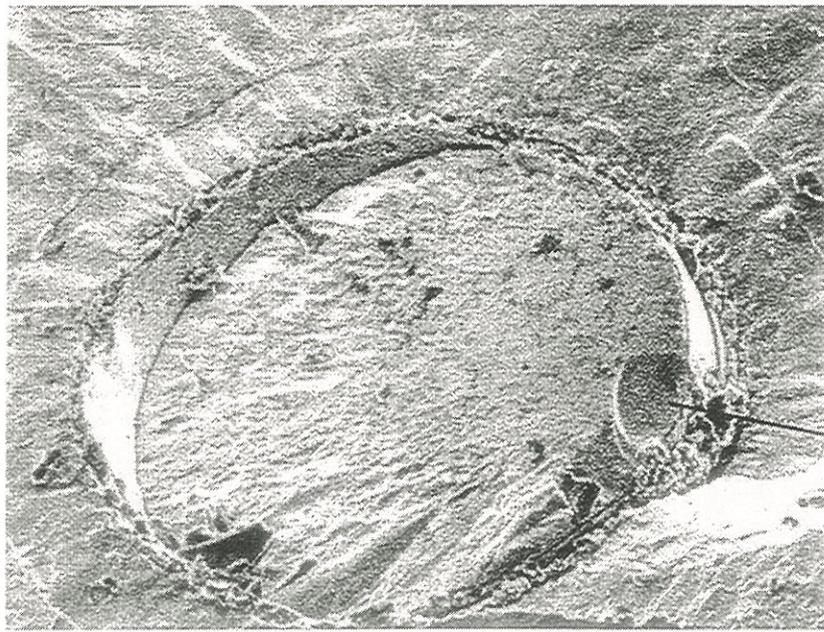
Par exemple, la croissance de  $a$  et  $c$  d'un facteur 10, ne modifie pas  $\varphi$ , mais divise  $\sigma$  par  $\sqrt{10}$ . Ainsi, la contrainte à rupture nominale des fibres (température ambiante) est divisée par 2 ou 3 en présence d'un défaut extrinsèque ou intrinsèque.

En outre, la dispersion des tailles de ces gros défauts devrait être plus faible, donc le module de Weibull correspondant plus grand ; ce qui est en accord avec les figures 4.13, 4.18 et 4.20.

De nombreux défauts observés sur les faciès des fibres longitudinales ont une **forme conique** (fig. 4,29 et 4.37). Ces cônes de rupture sont typiques de ceux créés par **contact**.

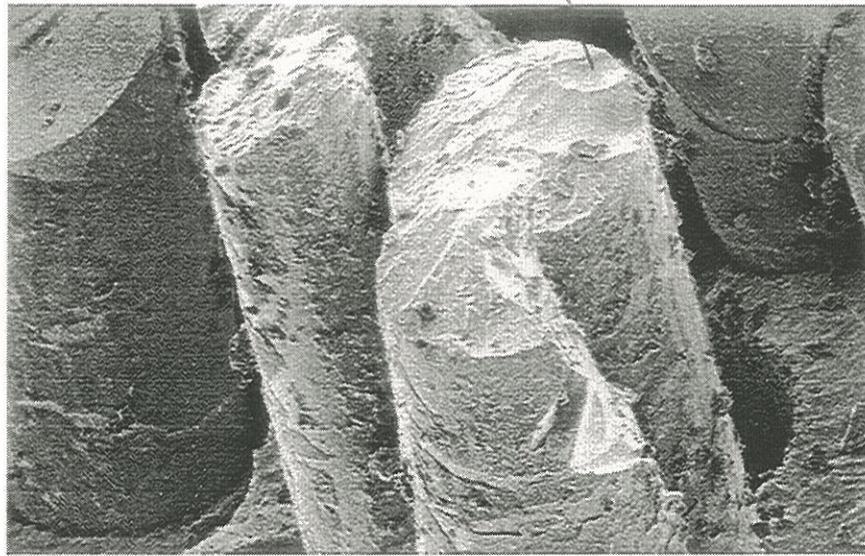
Par exemple, autour du contact hertzien, on note la présence de contraintes maximales de tension. Les fractures qui se développent en mode I suivent les lignes de tension maximales, ce qui conduit à des cônes de fracture [Franck et Lawn, 1967](fig. 4.38). La valeur de ces contraintes est égale à un dixième de la pression de contact  $P_0$ , qui s'exprime en fonction de la force normale de contact  $F$ , de la géométrie du contact (linéaire, circulaire, ponctuel ou elliptique) et des propriétés des matériaux en contact ( $E$  et  $\nu$ ).

Plus la rigidité  $E$  est grande, et plus les contraintes locales dans la zone sous pression sont élevées. On comprend ainsi pourquoi il est préférable

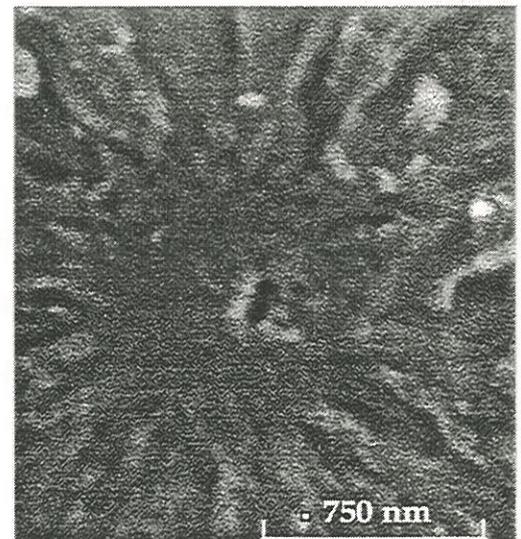
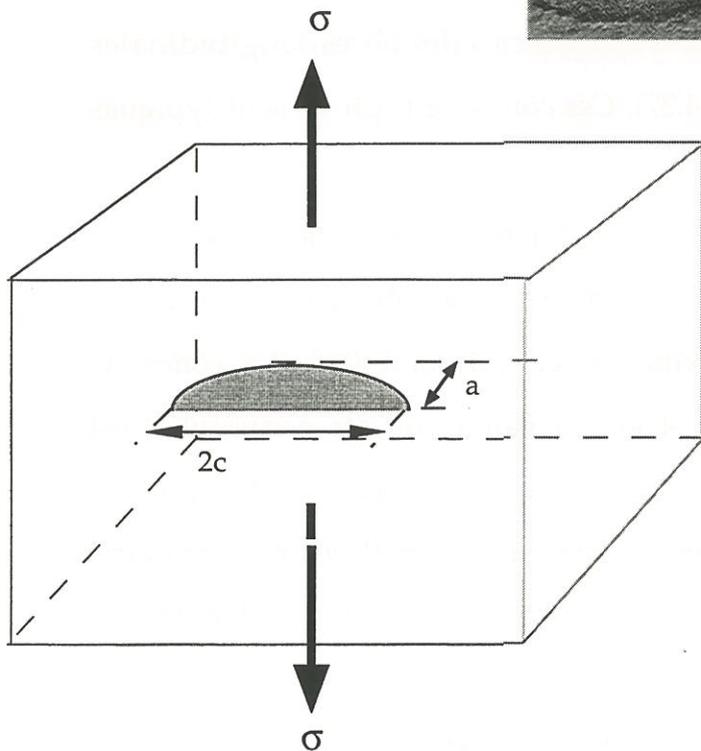


défauts observés après un essai sous atmosphère oxydante

6 μm



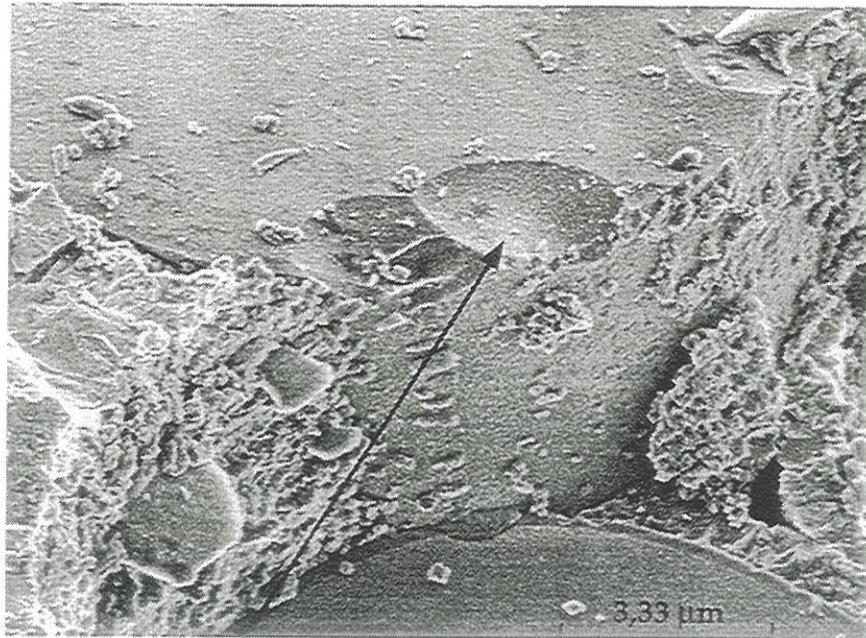
12 μm



750 nm

Défaut intrinsèque observé après un essai de traction à température ambiante

Fig. 4,36 : Comparaison de la taille des défauts intrinsèques et extrinsèques observés après les essais sur des fibres non vieilles à hautes températures sous air.



Défaut extrinsèque

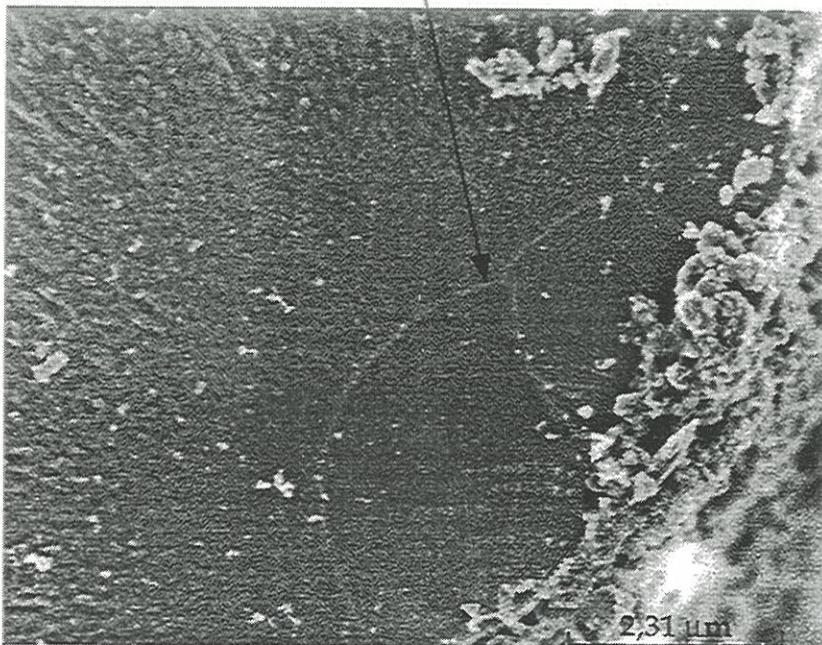


Fig. 4,37 : Micrographie en MEB de défauts côniques obtenus par pression locale de Hertz.

d'introduire un matériau souple comme le PyC ( $E_t \approx 10$  GPa [Lissart et al., 1993] ) entre deux matériaux céramiques extrêmement rigides tels que la fibre Si-C-O ( $E_f \approx 200$  GPa ) et de la matrice SiC ( $E_m \approx 400$  GPa).

L'apparition de zones de contact hertzien s'explique par un enchaînement de phénomènes physiques qui se produisent sous atmosphère oxydante.

Tout d'abord, la combustion de pyrocarbone d'interphase au contact immédiat de la fibre, que l'on observe dans les 1 à 3 premières heures d'essai (**phase I**), laisse un espace vide entre les fibres et la matrice. Les fibres tissées, qui ne sont pas tendues lors de l'infiltration du matériau par l'effet de texture (embuvage), sont alors libres de se déplacer dans leur gaine matricielle. Les fibres des torons longitudinaux qui supportent presque tout l'effort de traction se réalignent. Cette tension provoque des déplacements radiaux des fibres qui viennent en contact de la matrice ou le SiC d'interphase (fig. 4,34). Ainsi, au lieu d'être en contact avec le carbone qui est un matériau souple et lubrifiant, la **fibre frotte sur un matériau dur** de nature voisine (Si-C-O sur SiC). De plus la **surface interne de la gaine de matrice** après disparition du PyC présente une **rugosité** importante (fig. 4,39 et 4,40). À cela s'ajoute la **formation ponctuelle de ponts de silice**, observés en phase II. La combinaison de tous ces phénomènes est susceptible de provoquer des **pressions locales de type hertzien sur les fibres** et des **effets d'entaille, expliquant les ruptures**.

Les ruptures prématurées observées en traction monotone sous atmosphère oxydante à 1200°C et 850°C sont liées au même mécanisme. Les durées d'essai sous air sont très courtes (14 à 45 secondes). Par conséquent, la **cinétique d'oxydation du carbone pour créer  $l_{dc}$  sous contrainte est très rapide**.

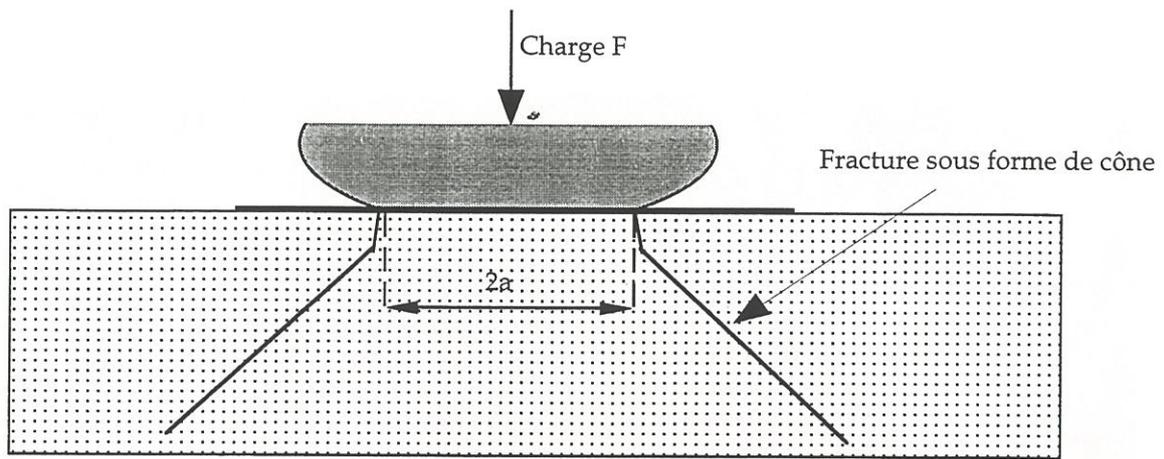


Fig. 4.38 : Fracture dans les contacts de Hertz.

Aspect rugueux de la matrice SiC au contact des fibres

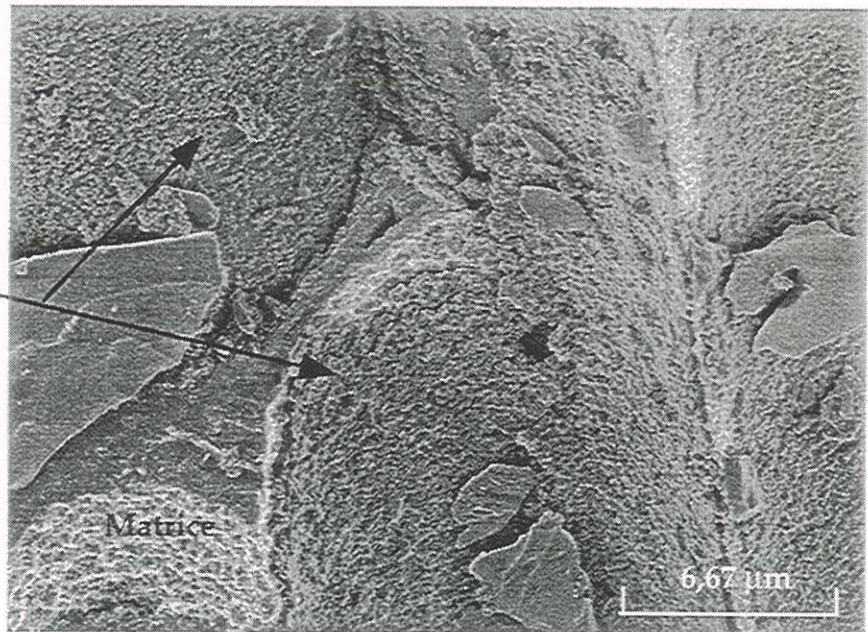


Fig. 4,39 :  
Surface interne de la gaine matricielle au coeur du 2D après oxydation de la phase carbonée.

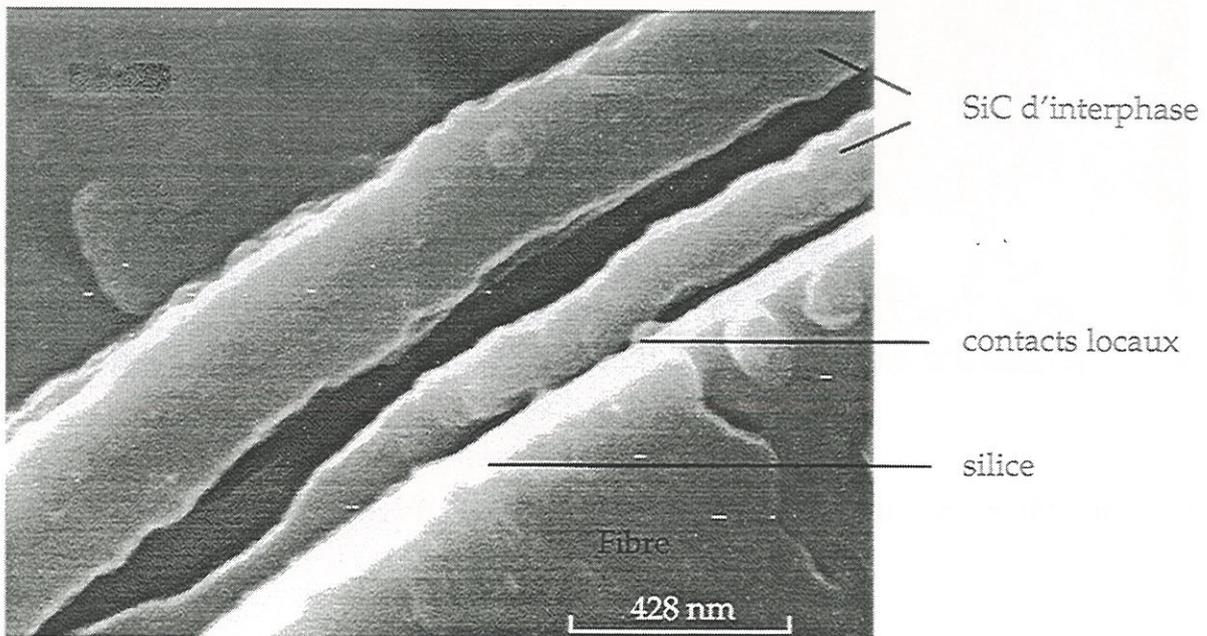


Fig. 4,40 : Formation de silice sur la fibre, formation de points de contact entre la fibre et la première couche de SiC.

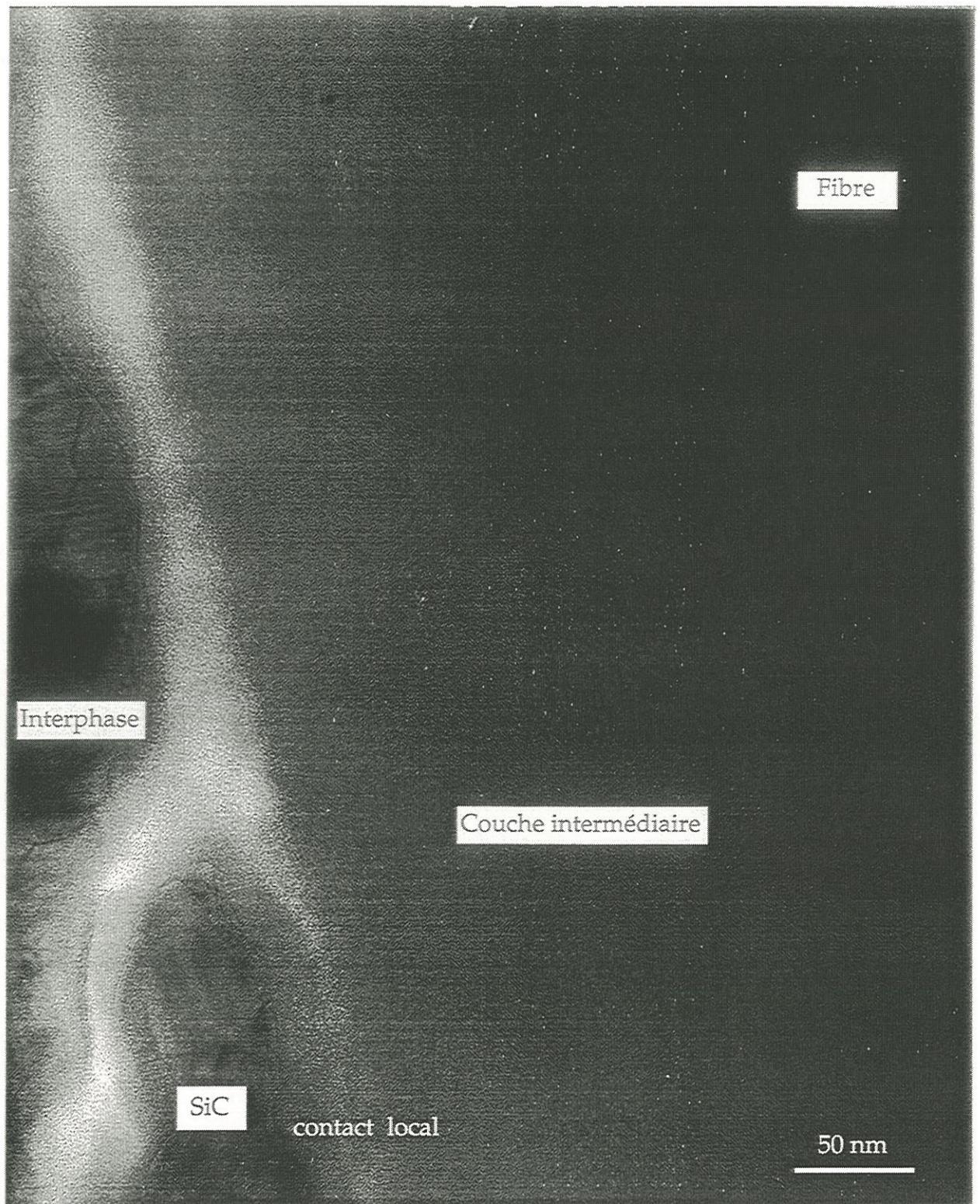


Fig 4,40 : Micrographie en MET de la zone interfaciale fibre interphase du matériau L.

Par ailleurs, la **formation de silice** observée entre la fibre et la matrice est susceptible d'engendrer elle aussi une **surcontrainte locale** sur la fibre qui fait chuter le niveau de contrainte à la rupture, localement. Gline et Cawley ont montré par un calcul par éléments finis, qu'une goutte de silice collant la fibre Nicalon à la matrice SiC (CVD), multiplie par 2,4 le champ de contrainte locale sur la fibre. La liaison de silice ainsi formée transforme le matériau composite en un bloc monolithe fragile dans lequel la fissure se propage sans dévier [Gline, Cawley, 1997].

Ce phénomène expliquerait les ruptures de fibres dans le plan de la fissure matricielle qui est la zone la plus favorable à la formation de silice sur la fibre et la matrice [Filipuzzi, 1991].

#### *Influence de la contrainte appliquée et de l'endommagement*

La contrainte à la rupture d'un SiC/SiC **non protégé** (0,1  $\mu\text{m}$  de PyC) et **non endommagé** après un vieillissement à 900 °C pendant 10 heures, n'a presque **pas chuté** [Pluvinage et al., 1991]. Il semblerait donc que l'endommagement initial et **la charge appliquée au matériau favorisent sa dégradation**. D'une part, le chargement permet d'une part, la création de fissures dans la matrice SiC permettant l'accès de l'oxygène dans les torons longitudinaux, même loin des bords usinés. D'autre part, il facilite les réactions d'oxydation en **maintenant l'ouverture des fissures**.

Enfin, l'augmentation de l'effort appliqué sur les fibres, qui a tendance à aligner le toron longitudinal avec l'axe de traction en limitant l'effet de texture, **augmente la pression** locale entre chaque fibre et la gaine de SiC qui l'entoure. Ceci accélère la rupture et modifie la durée de vie.

#### *Influence de la température*

La température joue également un rôle essentiel dès 600°C, car elle contrôle la disparition du PyC et la formation de silice. Il n'existe pas de

données objectives sur l'influence de la température sur les caractéristiques mécaniques des fibres en dessous de 1000°C.

Au delà de 1000°C, la température fragilise les fibres sur lesquelles on observe des décompositions locales favorisant la rupture en phase I et des dépôts de silice. C'est pourquoi, les températures élevées changent peu  $m_{of}$ , mais elles ont une grande influence sur  $b$ .

### *Rôle de l'interphase séquencée*

Le carbone joue un rôle protecteur vis à vis des fibres. L'oxydation des fibres, même localement, nécessite la disparition de la quasi totalité de la couche de carbone qui la masque. Assez paradoxalement, à 700°C, la durée de vie du matériau S dont l'interphase de carbone est plus épaisse, est 5 fois plus faible que celle de R. La combustion du carbone étant sans doute plus lente, dans le matériau R, la durée de vie, qui en dépend, augmente.

À 850°C, le régime d'oxydation du carbone de type diffusionnel mis en évidence (cf. chapitre 3) rend la durée de vie indépendante de l'épaisseur de carbone. Les volumes de fibres sollicités croissent à la même vitesse et la probabilité de rupture sous l'action d'un défaut extrinsèque ou intrinsèque évolue de la même manière au cours du temps.

Le séquençage de l'interphase permet de limiter les contacts directs entre les fibres et la matrice grâce à plusieurs couches intermédiaires de SiC oxydées. De plus, des résidus de PyC qui subsistent entre les couches de SiC les plus éloignées des fibres, **amortissent le contact entre la matrice et les fibres** et permettent de limiter les ruptures de fibres (cf. analyse AES).

## CONCLUSION

La rupture du matériau SiC<sub>f</sub>/SiC 2D à interphase PyC ou (PyC/SiC)<sub>n</sub> est un phénomène qui est très sensible à l'atmosphère ambiante. Sous

atmosphère neutre, à 1200°C, aucune dégradation des propriétés en traction à la rupture n'est observée. Par contre, sous atmosphère oxydante la rupture se produit beaucoup plus tôt. **La chute des caractéristiques est d'autant plus importante que la température est élevée.** À 850 °C, l'essai de traction résiduelle sur une éprouvette vieillie une heure en fatigue statique (fin de phase I) permet de constater la **rapidité de détérioration des caractéristiques** à la rupture du matériau. Après une heure, soit la contrainte à la rupture se stabilise, soit elle devient supérieure à la contrainte à la rupture des fibres et il y a rupture du matériau.

La rupture est contrôlée par les fibres qui supportent une part de plus en plus importante de l'effort de traction, lorsque l'oxydation du carbone progresse.

Les mécanismes de rupture prépondérants sont liés, d'une part à la **création de défauts extrinsèques de contact à la surface des fibres et, d'autre part à la formation de ponts de liaison de silice.** En effet, lors de la réaction d'oxydation du carbone en phase I de la fatigue statique, il se forme des **contacts locaux** entre fibres SiC et matrice/interphase SiC qui sont deux matériaux durs. Ce phénomène engendre des concentrations de contraintes qui conduisent à la rupture des fibres. Leurs faciès de rupture présentent des miroirs très larges et des éclats coniques typiques de la rupture par pression de contact. Par ailleurs, des **ponts de silice** qui apparaissent entre fibre et matrice (phase II de la fatigue statique) fragilisent les fibres et augmentent le champ de contrainte local. Les fibres rompent alors dans le plan de la fissuration matricielle.

L'hypothèse d'une **chute de la contrainte à rupture intrinsèque des fibres** due à la température et à l'**oxydation** n'est pas démontrée à des températures inférieures à 1000°C. Par contre, à haute température (1000°C et

plus), au mécanisme de rupture par pression locale, s'ajoute la **dégradation locale des fibres** et la **chute** de leurs propriétés intrinsèques à la rupture.

La durée de vie des composites SiC/X/SiC dépend la réactivité du carbone d'interphase. Elle résulte donc de la compétition entre la température, et la diffusion gazeuse le long des fissures et des décohésions. La contrainte  $\sigma_m$ , l'endommagement initial et la morphologie de l'interphase, régissent ainsi le régime d'oxydation et la vitesse de progression du volume de fibre soumis à la contrainte maximale.





## CONCLUSION GÉNÉRALE

La présente étude s'inscrit dans le cadre plus général des recherches conduites au Laboratoire des Composites Thermostructuraux sur la compréhension et l'optimisation du comportement thermo-mécanique des composites à matrice et fibres en carbure de silicium.

Dans un premier temps, les interphases ont été élaborées par infiltration chimique en phase vapeur selon des conditions optimisées. Les quatre matériaux fabriqués sont revêtus d'un "seal coat" protecteur en surface. Ils diffèrent par leur interphase. Les matériaux R et S sont des 2D SiC/SiC à **interphase simple** de PyC de 50 nm et 200 nm. Les matériaux D et L possèdent une **interphase séquencée** (PyC/SiC)<sub>3</sub> et (PyC/SiC)<sub>4</sub> de 500 nm, dont l'épaisseur de chaque couche de PyC mesure respectivement 100 nm et 50 nm.

Ces quatre matériaux ont ensuite été caractérisés en traction à température ambiante et à hautes températures en environnement inerte et oxydant.

À **température ambiante**, la variation de l'épaisseur totale de PyC dans l'interphase simple ou séquencée (entre 50 nm et 200 nm) **n'influence** pas le comportement macroscopique qui reste conforme à celui mis en évidence par Aubard, Guillaumat et Droillard.

En **atmosphère neutre** (argon), la température (1200°C) **modifie peu** les propriétés à la rupture du composite à interphase séquencée, mais elle accroît

### *Conclusion générale*

le nombre de fissures intra-torons à la saturation et la contrainte de cisaillement interfacial.

Par contre, lors de la **traction sous atmosphère oxydante**, dès 850°C, on constate une **chute des propriétés** à la rupture du matériau à interphase simple ou séquencée. Le **séquençage ne joue pas le rôle souhaité de protecteur contre l'oxydation** lors de l'essai de **traction** car les cinétiques de cicatrisation par la silice sont trop lentes pour combler l'interstice interfacial et les fissures intra torons ne sont pas déviées loin des fibres. L'oxygène accède au coeur du matériau par les fissures créées en mode I dans la matrice externe et interne, puis dégrade les couches de carbone les plus proches de la fibre. Cette décohésion fibre/matrice d'origine chimique se propage ainsi très rapidement.

Afin d'analyser les effets de l'environnement, des essais de fatigue statique isothermes ont été réalisés à 700°C, 850°C, 1000°C et 1200°C sous air avec les matériaux L, R et S. Le niveau de contrainte appliqué varie entre 40 MPa et 140 MPa.

Trois types d'évolutions ont été observés. Elles sont composées d'une seule phase (évolution de type 1) ou de deux (évolutions de type 2 et 3).

Lors de la **première phase**, la combustion du pyrocarbone interfacial des couches à proximité immédiate de la fibre entraîne la **dégradation de l'ensemble des propriétés mécaniques du matériau**. La rigidité et la contrainte de cisaillement interfacial  $\tau$  chutent, la vitesse de déformation est importante et la matrice se décharge localement. Dans l'évolution de type 1, la **phase I** (5,8 heures maximum à 700°C et 140 MPa) s'achève par la rupture complète du matériau. Dans l'évolution de type 2, lorsque la quasi totalité de l'effort de traction est supportée par les torons longitudinaux, la phase I (1 h à 3 heures) est suivie d'une **phase de restauration (phase II beaucoup plus**

### *Conclusion générale*

*longue*) du matériau qui ne se déforme plus. **Le composite se rigidifie par la formation d'une interphase oxyde proche de la silice qui vient combler les lacunes laissées par le carbone consommé. La matrice est ainsi localement rechargée.** La contrainte de cisaillement interfacial  $\tau$  **réaugmente**, mais elle n'atteint qu'une valeur modérée par rapport à sa valeur dans le matériau nominal. L'évolution de **type 3** est similaire à celle de type 2, car elle présente les 2 phases de dégradation et de restauration du matériau. Cependant, la transition entre ces deux étapes se produit bien **avant** que la **décohésion** le long des fibres longitudinales soit **totale**. L'évolution de type 3 souligne le comportement dual du 2D SiC/SiC en fatigue statique sous atmosphère oxydante, qui est **régi par la compétition** entre le phénomène d'oxydation du PyC d'interphase en phase I et la formation d'une couche d'oxyde vitreuse en phase II.

**L'influence de la température et de la contrainte appliquée** est importante. L'élévation de température entre 700°C et 1200°C et de la contrainte de maintien entre 40 MPa et 140 MPa accélère les phases I et II. Le passage de l'évolution de type 1 à courte durée de vie à une évolution de type 2 ou 3 dépend des conditions de **températures** et du **niveau de contrainte appliquée** au composite. Aux faibles contraintes (40 MPa à 120 MPa) et températures modérés (700°C, 850°C), le composite évolue en deux phases. Par contre, à 1000°C et 1200°C pour des contraintes supérieures à 80 MPa et 100 MPa respectivement, on observe une évolution de type 1. En réduisant l'ouverture des fissures, on tend vers un régime d'oxydation diffusionnel qui limite les disparitions du carbone dans l'interphase et accroît la durée de vie. En régime réactionnel, l'augmentation de l'épaisseur de la couche de carbone accélère la phase I et conduit rapidement à la rupture.

### *Conclusion générale*

La **tolérance à l'endommagement** du matériau est également un point important souligné par cette étude. En effet, le comportement en fatigue est insensible au niveau d'endommagement initial (entre  $\epsilon_{\text{endo}} = 0,06 \%$  et  $\epsilon_{\text{endo}} = 0,75 \%$ ).

Aux très faibles contraintes de maintien (40 MPa), lors de l'évolution de type 3, la **"restauration"** du matériau **n'est pas liée au séquençage** mais uniquement à la distance entre la fibre et la première couche de SiC. Par exemple, à 850°C et 40 MPa, après un pré-endommagement à 0,06 %, un matériau à interphase simple a le même comportement qu'un matériau à interphase séquencée dont la couche élémentaire de carbone a une épaisseur identique.

Ce travail prouve, expérimentalement, que dès que la contrainte appliquée en fatigue statique est supérieure à 80 MPa, le **séquençage de l'interphase (PyC/SiC)<sub>4</sub>** **accroît considérablement la durée de vie** du composite 2D SiC/X/SiC. Par exemple, à 850°C et 100 MPa, la durée de vie est multipliée par 26.

Les mécanismes de rupture en fatigue statique ou en traction monotone sous atmosphère oxydante ont été mis en évidence dans cette étude ; (i) La **combustion de la couche de carbone** pyrolytique lors de la phase I, engendre la **formation de contacts** entre les fibres SiC et le carbure de silicium de la matrice ou des couches d'interphase. Les surfaces de contacts de ces deux **matériaux de rigidité équivalente** sont le siège de surcontraintes locales entraînant la rupture des fibres. Les faciès de rupture présentent alors des défauts coniques de type hertzien ; (ii) La **couche d'oxyde** qui se forme en surface des fibres et de la matrice forme des points de "colle" qui accroissent le champ de contraintes local et provoque la rupture des fibres, le plus souvent dans le plan de fissuration matricielle. On explique ainsi les faciès

des éprouvettes plats que l'on observe lorsque les ruptures se produisent en phase II.

## PERSPECTIVES

Il ressort de cette étude que la mise en oeuvre de matériaux multicouches microséquencés comme matériaux compliant d'interphase se traduit par de **très nettes améliorations** de la résistance mécanique en **milieu oxydant** sur des éprouvettes de composites à architecture fibreuse tissée. Une nouvelle propriété du séquençage est mise à jour : il permet de multiplier par plus de 20 la durée de vie sous air et dans un domaine de températures modérées (700°C, 850°C). Ces améliorations ne sont cependant pas encore suffisantes, surtout en ce qui concerne les contraintes admissibles par le matériau (120 MPa maximum).

Les différentes hypothèses avancées afin d'expliquer les évolutions en atmosphère oxydante de ce matériau 2D et les mécanismes de rupture, serviront sans doute de base pour de nouveaux travaux, en vue d'optimiser **l'utilisation de structures multicouches** dans des environnements agressifs et de parfaire la compréhension des phénomènes mis en jeu. Une de ces voies pourrait être l'utilisation d'une interphase nanoséquencée, qui s'est révélée prometteuse. Ce nouveau concept doit être testé sur un composite à l'échelle macroscopique.



*RÉFÉRENCES  
BIBLIOGRAPHIQUES*



### *Références bibliographiques*

[F. Abbé, 1990], "Fluage en flexion d'un composite SiC-SiC 2D », Thèse de Doctorat de l'Université de Caen, (1990),

[F. Abbé, J. Vicens et J. L. Chermant, 1989], "Creep behaviour and microstructural characterization of a ceramic matrix composite", J. of Mat. Sci. Let., Vol 8, pp. 1026-1028, (1989),

[F. Abbé, M. Bourgeon, J.P. Richard, 1993], "Comportement des composites céramique/céramique : le SiC/SiC GS4G", Étude dans le cadre du Groupement Scientifique 4C, Revue des Composites et des Matériaux avancés, Vol 3, n° hors série, pp. 43-48, (1993),

[V. Arnault 1989], "Relation entre microstructure et comportement mécanique des composites SiC/SiC : analyse du rôle de l'interface dans le processus de fissuration matricielle dans les matériaux multifilamentaires", Thèse de Doctorat n° 89 ISAL 0098 de l' Université de Lyon, (1989),

[X. Aubard, 1992], "Modélisation et identification du comportement mécanique des matériaux composites 2D SiC-SiC", Thèse de Doctorat de l'Université de Paris VI - LCTS, (1992),

[G. Beall, S. Daves, K. Chyung, K. Gadkaree et S. Hoda, 1989], "Fiber reinforced composites comprising mica matrix for interlayer", Europ. Patent, EP 366234, August 22, (1989),

[J. L. Bobet, 1993], "Sur l'emploi de MoSi<sub>2</sub> comme interphase dans les matériaux composites à matrice SiC élaborés par CVD/CVI", Thèse de Doctorat n° 987 de l'Université Bordeaux 1, (1993),

*Références bibliographiques*

[R. Bodet, J. Lamon et R. E. Tressler, 1993], "Effects of chemical environments on the creep behavior of Si-C-O fibers", High Temperature Ceramic Matrix Composites, Proceedings of the International Conference HTCMC1, Bordeaux, 20-24 September 1993, Woodhead Publishing Ltd, pp. 75-83, (1993).

[M. L. Bouchetou, M. Huger et C. Gault, 1993], "Thermal fatigue of fibrous ceramic matrix composites", J. Phys., Vol. 3, pp. 1883-1888, (1993),

[E. Bouillon, 1989], "Pyrolyse de précurseurs organosiliciés en vue de l'élaboration de fibres céramiques base SiC", Thèse de Doctorat de l'Université de Bordeaux 1, (1989),

[P. Carrère, 1996], "Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC", Thèse de Doctorat n° 1592 de l'Université Bordeaux 1, (1996),

[C. Carter, R. Davis et J. Bentley, 1984], "Kinetics and mechanisms of high temperature creep in silicon carbide II. Chemically vapor deposited", J. of Amer. Soc., Vol. 67, (1984),

[J. L. Chermant, F. Abbé et D. Kervadec, 1992], "On the creep of long ceramic fibers reinforced ceramic matrix", Proceeding of the 5th International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures", Ed Wilshire and Evans, pp. 371-389, (1992),

[Ya-Cherng Chu, Anton I. Lavrentyev et Stanislav I. Rokhlin, 1995], "Ultrasonic evaluation of initiation and development of oxydation damage in CMC", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 78 [7], pp. 1809-17, (1995),

*Références bibliographiques*

[Z. Chi, Tsu-Wei, Tsu-Wei Chou et G. Shen, 1984], "Determination of single fibre strength distribution from fibre bundle testings", *J. Mat. Sci.*, Vol. 19, pp. 3319-3324, (1984),

[F. Christin, 1979], "Les composites carbone-carbone-carbure de silicium : une nouvelle famille de matériaux destinés à des applications à haute température", Thèse de Doctorat ès Sciences, n° 641 de l'Université Bordeaux 1, (1979),

[Y. C. Chu et S. I. Rokhlin, 1996], "Effective elastic moduli of fiber-matrix interphases in high-temperature composites", *Met. Trans.*, Vol. 27A, pp. 165-82, (janvier 1996),

[K. Chyung et S. B. Dawes, 1993], "Fluormica coated Nicalon fiber reinforced glass-ceramic composites", *Mater. Sci. Eng.*, Vol. A162, pp. 27-33, (1993),

[D. Cojean et M. Monthieux, 1992], "Unexpected behavior of interfacial carbon in SiC/SiC composites during oxidation", *Br. Ceram. Trans. J.*, Vol. 91, pp. 188-195, (1992),

[E. Courtright, 1991], "Engineering property limitations of structural ceramics and ceramic composites above 1600°C", *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, Vol. 12, pp. 1725-44, (1991),

[T. Cutard, 1993], "Caractérisation ultrasonore à haute température et sous contrainte de traction de composites céramique-céramique", thèse de Doctorat n° 11/1993 de l'Université de Limoges, (1993),

*Références bibliographiques*

[T. Cutard, M. Huger, D. Fargeot et C. Gault, 1993], "Ultrasonic characterization at high temperature of damage in ceramic composites subjected to tensile stresses", pp. 699-706, HT CMC 1, Ceramic Transaction, Vol 57, (1993),

[M. Dauchier, P. Lamicq et J. Mace ,1982], "Comportement thermomécanique des composites céramiques-céramiques", Revue Int. Hautes Temp. Refract., Vol. 19, pp. 285-99, (1982),

[J. A. Di Carlo, H. M. Yun et J. C. Goldsby, 1995], "Creep and rupture behavior of advanced SiC fibers", Proceeding of ICCM-10, Canada, pp. 315-21, (1995),

[C. Droillard, 1993], "Elaboration et caractérisation de composites à matrice SiC et à interphase séquencée C/SiC", Thèse de Doctorat n° 913 de l'Univ. Bordeaux 1, (1993),

[C. Droillard and J. Lamon, 1996], "Fracture Toughness of 2D woven SiC - SiC CVI-Composites with multilayered interphases", J. Am. Ceram. Society, Vol. 79 [4] pp.849-58, (1996),

[M. Elahi, K. Liao et K. Reifsnider, 1995], "Fully-reversed cyclic fatigue response of ceramic matrix composites at elevated temperature", Ceram. Eng. Proc., pp. 75-85,( Juillet-Aout 1995),

[A. G. Evans, F. W. Zok et R. M. McMeeking, 1995], "Fatigue of ceramic matrix composites", Acta metall. mater., Vol. 43, n° 3 ,pp. 859-875, (1995),

[T. Fett et D: Munz, 1993], "Difference between static and cyclic fatigue effects in alumina", J. Mat. Sci. Let., Vol. 12, pp. 352-354, (1993),

*Références bibliographiques*

[L. Filipuzzi et R. Naslain 1990], "Etude de l'oxydation de composites unidirectionnels SiC (Nicalon/SiC (CVI) à interphase de pyrocarbone", AMAC , pp. 289-301,(1990),

[L. Filipuzzi, 1991], "Oxidation of both the SiC/SiC composites and their components", Thèse de Doctorat n°593 de l' Univ. Bordeaux 1, (1991).

[P. Fourvel, 1989], "Etude du comportement mécanique, à l'ambiante et à haute température, d'un matériau composite céramique à fibres, SiC-SiC,non protégé", Thèse de Doctorat n° 85004 de l'Université de Caen,(1989),

[D. S. Fox, 1995], "Oxidation kinetics of coated silicon carbide fiber-reinforced silicon carbide (SiC/SiC)", Adv. Ceramic-Matrix Composites II, pp. 979-990, (1995),

[F. C. Frank, F. R. S. et B. R. Lawn, 1967], "On the theory of hertzian fracture", Proc. Roy. Soc. London, Serie A, Vol. 299, pp. 291-306, july (1967),

[D. François, A. Pineau et A. Zaoui, 1992], "Comportement mécanique des matériaux", Ed. Hermès, Chapitre 4 : Mécanique des contacts, pp. 400-451 (1992),

[N. Frety et M. Boussuge 1994], "Endommagement et rupture des composites céramiques", Rapport (convention DRET/ARMINES), (sept. 1994),

[N. Frety, R. Molins et M. Boussuge, 1992], "Oxidising ageing effects on SiC/SiC composites", J. Mater. Sci. Vol. 27, n°18, pp. 5084-89, (1992),

*Références bibliographiques*

[Gline et J. D. Cawley, 1997], "Stress concentration due to fibre matrix fusion in ceramic matrix composite", J. Am. Ceram. Soc. (soumis 1997),

[L. Guillaumat, 1994], "Microfissuration des CMC : relation avec la microstructure et le comportement mécanique", Thèse de Doctorat n°1056 de l'Université de Bordeaux 1, (1994),

[M. Gomina, P. Fourvel et M. Rouillon], "Oxidizing ageing effects on SiC/SiC composites", J. Mat. Sci., Vol. 27, pp. 5084-90, (1992),

[P. C. Hall et R. F. Cooper, 1990], "Phyllosilicate-oxide reactions : an approach to oxidation resistant ceramics", Ceram. Trans., Vol. 19, pp. 237-43, (1990),

[Y. Hasegawa et K. Okamura, 1983], "Synthesis of continuous silicon carbide fibre; Part 3 : Pyrolysis process of polycarbosilane and structure of the products", J. Mater. Sci., Vol. 18, pp. 3633-48, (1983),

[T. Helmer, 1989] - , "Essais de traction sur torons bruts et exploitation statistique", rapport de DEA, Université de Stuttgart, (1989) (en allemand),

[F. Heurtevent, 1996], "SiC/SiC microcomposite with nanoscale (PyC/SiC)<sub>n</sub> multilayer interphases : tensile behavior at room temperature", à paraître, (1996),

[F. Heurtevent/2, 1996], "Matériaux multicouches nanoséquencés (PyC/SiC)<sub>n</sub> : Application en tant qu'interphase dans des composites thermostructuraux", Thèse de Doctorat n° 1476 de l'Université de Bordeaux 1, (1996),

*Références bibliographiques*

[J. W. Holmes et J. L. Chermant, 1993], "Creep behavior of fiber-reinforced ceramic matrix composites", 6<sup>th</sup> HT-CMC 1993, pp. 633-647, (1993),

[M. Huger, 1992], "Oxydation et endommagement d'origine thermique, évalués par techniques ultrasonores à haute température, de composites SiC/C/SiC non protégés", Thèse de doctorat de l'Université de Limoges, (Janvier 1992),

[M. Huger, D. Fargeot et C. Gault, 1994], "Ultrasonic characterisation of oxidation mechanisms in Nicalon/C/SiC composites", J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 77, n° 110, pp. 2554-60, (1994),

[M. Huger, S. Souchard et C. Gault, 1993], "Oxidation of nicalon SiC fibres", J. Mat. Sc. Let., Vol. 12, pp. 414-416, (1993),

[S. Jacques, 1995], "Élaboration et caractérisation de matériaux C(B) - Application en tant qu'interphases dans les composites SiC/SiC", Thèse de Doctorat n°197 de l'Université de Bordeaux 1, (1995),

[M. H. Jaskowiak et J. A. Di Carlo, 1989], "Pressure effects on the thermal stability of silicon carbide fibers (Nicalon)", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 72, [2], pp. 192-197, (1989),

[N. Jia et al., 1993], "Effects of microstructural instability on the creep behavior of Si-C-O (Nicalon) fibers in Argon", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 76, [12], pp. 3051-3060, (1993),

[M. Jenkins; J. Piccola, M. Mello, E. Lara-Curzio et A. Wereszczac, 1994], "Mechanical behavior of a 3-D braided, continuous SiC fibre-reinforced/CVI

*Références bibliographiques*

SiC matrix composite at ambient and elevated temperatures", Proc. of 18 Ann. Conf. on Comp. and Adv. Mat., Cocoa Beach Florida, Am. Ceram. Soc., pp. 209-218, (1994),

[T. T. King et R. F. Cooper 1994], "Ambient temperature mechanical response of alumina-fluoromica laminates", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 77, [7], pp. 1699-1705, (1994),

[M. Labronici and H. Ishida, 1994], "Toughening composites by fiber coating : a review", Composite Interfaces, Vol. 2, n° 3, pp. 199-234, (1994),

[C. Labrugère, 1994], "Influence de l'évolution physico-chimique des fibres et de la zone interfaciale fibre/matrice sur le comportement mécanique des composites SiC/C/SiC et SiC/MAS-L après vieillissement thermique sous atmosphère contrôlée", Thèse de Doctorat n° 998 de l'Université de Bordeaux 1, (1994),

[P. J. Lamicq, G. A. Bernhart, M. M. Dauchier et J. G. Macé 1986], "SiC/SiC composites ceramics", Am. Ceram. Bull., Vol. 65, [2], pp. 336-338, (1986),

[J. Lamon, F. Rebillat et A. Evans, 1995], "Assessment of a microcomposite test procedure for evaluating constituent properties of ceramic matrix composites", J. Am. Ceram. Soc., 78 [2], pp. 401-405, (1995),

[F. Lamouroux, 1992], "Etude du comportement en environnement oxydant des matériaux composites 2D C/SiC", Thèse de Doctorat n°860 de l'Université Bordeaux 1, (1992).

*Références bibliographiques*

[G. Lebrun, 1996], "Etude thermomécanique et durée de vie de composites à matrice céramique : théorie et expérience", Thèse de Doctorat n°1606 de l'Université Bordeaux 1, (1996),

[P. Le Costumer, M. Montioux et A. Oberlin, 1990], "Mécanisme de dégradation d'une fibre Nicalon Série 200", Comptes Rendus des Journées AMAC-CODEMAC, Éditeurs R. Naslain, J. Lamalle et J. L. Zulian, Bordeaux, pp. 43-53, (1990),

[E. U. Lee, 1989], "Crack path morphology in silicon carbide whisker-reinforced aluminium composites", Met. Trans. A, Vol. 21 A, June 1990, pp. 1783-1785, (1989),

[J. Lemaitre, J. L. Chaboche, 1988], "Mécanique des matériaux solides", 2ième édition, Éditeurs Dunod, (1988),

[Lesniewski et A. R. Bunsell, 1990], "Effet matrice dans les matériaux réfractaires", Rapport final Armines, convention DRET/SEP, n°84/445, Paris (1990),

[N. Lissart, 1994], "Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique", Thèse de Doctorat n° 1207 de l' Université de Bordeaux 1, (1994),

[N. Lissart, C. Rechiniac, J. Lamon, D. H. Roach et J. M. Jouin, 1993], "Micromechanical and statistical approach to the behavior of CMC's", 17th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials, , Cocoa Beach, Ceram. Eng. Proc., (January 10-15 1993),

*Références bibliographiques*

[T. Liu, R. Matt et G. Grathwohl, 1993], "Static and cyclic fatigue of 2Y-TZP ceramics with natural flaws", *J. Eur. Ceram. Soc.*, Vol. 11, pp. 133-141, (1993),

[K. L. Luthra, 1988], "Oxydation of Carbon/Carbon Composites - A Theoretical analysis", *Carbon*, Vol. 26 [2], pp. 217-24, (1988),

[T. Mah, N. L. Hecht, D. E. McCullum, R. Hoenigman, H. M. Kim, A. P. Katz et H. A. Lipsitt, 1984], "Thermal stability of SiC fibres (Nicalon)", *J. Mat. Sci.*, Vol. 19, pp. 1191-1201, (1984)

[P. W. Manders et T. W. Chou, 1985] -"Variability of carbon and glass fibres and the strenght of aligned composites", *Journal of Reinforced Plastics and Comp.*, (1985), Vol. 2 p. 43-59, (1985)

[D. B. Marshall, A. G. Evans, 1985], "Failure mechanisms in ceramic-fiber/ceramic-matrix Composites", *J. Amer. Ceram. Soc.*, Vol. 68, n°5, (May 1985),

[M. Monthieux, E. Bouillon et A. Oberlin, 1990], "Relationship between microtexture and electrical properties during heat treatment of SiC fibre precursor", *Comp. Sci. Tech.* Vol. 37, pp 21, (1990),

[R. Naslain, J. Y. Rossignol, P. Hagenmuller, F. Christin, L. Héraud et J. J. Choury, 1981], "Synthesis and properties of new composite materials for high temperature applications based on carbon fibers and C/SiC or C/TiC hybrid matrices", *Revue de Chimie Minérale*, Vol. 18, pp. 544-564, (1981),

[R. Naslain et F. Langlais, 1986], ""CVD processing of ceramic-ceramic composite materials", in "Tailoring Multiphase and Composite Ceramics",

*Références bibliographiques*

(R. E. Tressler et al., eds.), Mater. Sci. Res., Plenum Press, New York, Vol. 20, pp. 145-164, (1986),

[R. Naslain, F. Langlais et R. Fedou, 1989], "The CVI-Processing of ceramic matrix composites", J. Phys., Vol. 50, C5-191-C5-207, (1989),

[R. Naslain et F. Langlais 1990], "Fundamental and practical aspects of chemical vapor infiltration of porous substrates", High Temperature Science, Vol. 27, pp. 221-235, (1990),

[R. Naslain, 1995], "The concept of layered interphases in SiC/SiC," High temperature ceramic-matrix composites II : Manufacturing and Materials Development (A.G. Evans and R. Naslain, eds.), Ceram. Transaction, Vol. 58, pp. 23-39, (1995),

[N. Okabe, I. Murakami , H. Hirata, Y. Yoshioka et H. Ichikawa, 1995], "Environmental deterioration and damage of ceramic matrix composites", Ceram. Eng. Proc., September-October 1995, Vol B, pp. 885-92, (1995),

[K. Okamura, M. Sato, T. Seguchi et S. Kawanishi, 1990], "Preparation of high temperature strength SiC fiber", Controlled Interphases in Composite Materials, (1990),

[S. Pasquier, 1994], "Étude du comportement mécanique de mèches et minicomposites en carbure de silicium", rapport de DEA, Ecole Centrale de Nantes-Laboratoire des Composites Thermostructuraux, (septembre 1994),

*Références bibliographiques*

[P. Pluvinage, L. Filipuzzi et G. Camus, 1991], "Mechanical behavior and oxydation resistance of a unidirectional SiC/SiC fibrous composites, Ceram. Trans., Vol. 19, pp. 937-944, (1991),

[P. Pluvinage, A. Parvizi-Majidi et T. Chou, 1993], "High temperature behavior of 2D-woven and 3D braided SiC/SiC composites", Proc. of HT-CMC1, Eds. Naslain R., Lamon J., Doumeingts, Publis. Woodhead, pp. 675-682, (1993),

[S. Raghuraman, M. K. Ferber, J. F. Stubbins et A. A. Wereszczak, 1995], "Stress-oxidation tests in SiC/SiC composites", Adv. Ceramic-Matrix Composite II, pp.1015-1026, (1995),

[F. Rebillat, 1996], "Caractérisation des interfaces et des matériaux d'interphases dans les CMCs", Thèse de Doctorat n° 1397 de l'Université Bordeaux 1, (1996),

[P. Reig, G. Demazeau et R. Naslain, 1993], "Phyllosilicates de synthèse et procédé pour leur préparation", Europ. Patent, 93403098.2, 20 Décembre, (1993),

[K. L. Rugg, 1997], "High temperature mechanical behavior of single fiber microcomposites", Thesis in Materials Science and Engineering, Pennsylvania State University, (May 1997),

[L. C. Sawyer et M. Yamieson, 1987], "Strength, structure and fracture properties of ceramic fibers produced from polymeric precursors : I, Base line studies", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 70 [11], pp. 798-810, (1987),

*Références bibliographiques*

[B. Schneider, 1995], "Sur l'oxydation active des céramiques à base de carbure de silicium", Thèse de Doctorat n°1208 de l' Université de Bordeaux 1, (1995),

[G. Simon et A. R. Bunsell, 1984], "Creep behavior and structural characterization at high temperatures of Nicalon SiC fibres", J. of Materials Sc., Vol. 19, pp. 3658-3670, (1984),

[D. Singh et J. P. Singh, 1992] - "Effect of processing on strength of Nicalon fibres in Nicalon fibre-SiC matrix composites", Ceram. Eng. Sci., Vol. 13 [7-8], pp. 257-266, (1992),

[M. D. Thouless, O. Sbaizero, L. S. Sigl et A. G. Evans, 1989], "Effect of interface mechanical properties on pull-out in a SiC-fibre reinforced lithium aluminium silicate glass ceramic", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 72, [4], pp. 525-32, (1989),

[R. E. Tressler et J. A. Di Carlo, 1995], "Creep and rupture of advanced ceramic fiber reinforcements", Proc. of HT CMC2, Eds. Evans A., R. Naslain, Publis. J. Am. Ceram. Soc., pp.141-155, (1995),

[W. L. Vaughn et H. G. Moahs, 1990], "Active-to-passive transition in the oxydation of Silicon Carbide and Silicon Nitride in air", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 73, [6], pp 1540-1543, (1990),

[J.F. Villeneuve, 1991], "Étude de la dilatation thermique et du comportement thermomécanique en traction et torsion de quelques fibres céramiques monofilamentaires", Thèse de doctorat n°661 de l'Université de Bordeaux 1, (1991),

*Références bibliographiques*

[C. F. Windisch Jr, C. H Henager Jr, G. D. Springer, Russel et H. Jones, 1997], "Oxidation of the carbon interface in Nicalon-Fiber-Reinforced Silicon Carbide Composite", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 80 [3], pp. 569-74, (1997),

[X. Wu et J. W Holmes, 1993], "Tensile Creep and creep strain recovery behavior of silicon carbide fiber / calcium aluminosilicate matrix ceramic composite", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 76 [10], pp. 2695-700, (1993),

[S. Yajima, Y. Hasegawa, J. Hayashi et M. Iimura, 1978], "Synthesis of continuous silicon carbide fibre with high tensile strength and high Young's modulus ; Part 1 : Synthesis of polycarbosilane as precursor", J. Mater. Sci., Vol. 13, pp. 2569-76, (1978),

[J.M. Yang, E. Ditmars and W. Lin, 1994], "Thermomechanical durability of CVI-processed two-dimensionally woven and three-dimensionally braided SiC fibre-reinforced SiC composites", J. Mat. Sci., Vol. 29, pp. 5491, (1994).



## Résumé

Cette thèse porte sur un nouveau concept d'interphase : les interphases séquencées constituées par l'alternance, à l'échelle de quelques dizaines de nanomètres, de couches minces de matériaux aux propriétés physiques et mécaniques différentes, (matériaux rigides et souples). Le matériau de cette étude est un composite 2D à fibre et matrice carbure de silicium (SiC) réalisé par infiltration chimique en phase vapeur (CVI), et contenant une interphase séquencée de carbone et de SiC (PyC/SiC)<sub>n</sub>.

L'adjonction de couches rigides de SiC au sein des couches souples de carbone n'altère ni la ténacité, ni les propriétés mécaniques du matériau testé en traction unidirectionnelle à température ambiante. Au contraire, le séquençage constitue un obstacle efficace à la propagation des fissures aux interfaces et loin de la fibre.

Lorsque ce composite est sollicité en traction à haute température (entre 700°C et 1200°C) et en atmosphère oxydant (air), ses propriétés se dégradent car les couches de PyC au sein de l'interphase s'oxydent rapidement. L'évolution physico-chimique et morphologique de l'interphase lors du vieillissement du composite sous charge (60-140 MPa) en atmosphère oxydante est analysée.

La durée de vie du composite à interphase multicouche est améliorée de façon significative par rapport à un composite à interphase simple de PyC.

## Mots clés

Composite 2D tissé SiC/SiC, interphase multicouche, comportement mécanique, fatigue statique, oxydation, durée de vie, propriétés interfaciales, atmosphère oxydante.

## Summary

The mechanical behaviour and the life time in static fatigue (60-140 MPa) at high temperature (700°C to 1200°C) in air were investigated on a 2D woven SiC/SiC composite with a multilayered interphase involving 3 or 4 PyC/SiC sequences ((PyC-SiC)<sub>4,3</sub>). The lifetime of the composite with the multilayered interphase was found to be significantly improved over that of the composites with a single PyC layered interphase.

The chemical and morphologic interphase evolution is analysed during the ageing tests.

## Key words

2D woven SiC/SiC composite, multilayered interphase, mechanical behaviour, static fatigue, oxidation, lifetime, interfacial properties, oxidising atmosphere.