

Caractérisation expérimentale de l'endommagement dans les minicomposites SiC/SiC

Camille Chateau, Lionel Gélébart, Michel Bornert, Jérôme Crépin, Daniel Caldemaison, Elodie Boller, Cédric Sauder, Max Langer, Wolfgang Ludwig

▶ **To cite this version:**

Camille Chateau, Lionel Gélébart, Michel Bornert, Jérôme Crépin, Daniel Caldemaison, et al.. Caractérisation expérimentale de l'endommagement dans les minicomposites SiC/SiC. Matériaux 2010, Oct 2010, Nantes, France. 10p. hal-00832244

HAL Id: hal-00832244
https://enpc.hal.science/hal-00832244

Submitted on 13 Jun 2013

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.

Caractérisation expérimentale de l'endommagement dans les minicomposites SiC/SiC

C. Chateau[a,b], L. Gélébart[a], M. Bornert[b,c], J. Crépin[d], D. Caldemaison[b], E. Boller[e], C. Sauder[a], M. Langer[e,f], W. Ludwig[g]

[a] *Commissariat à l'Energie Atomique Saclay, DEN/DANS/DMN/SRMA, 91191 Gif/Yvette Cedex, [camille.chateau - lionel.gelebart - cedric.sauder]@cea.fr*
[b] *Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole polytechnique, CNRS UMR 7649, 91128 Palaiseau Cedex, [chateau – bornert – caldema]@lms.polytechnique.fr*
[c] *Université Paris Est, Laboratoire Navier, Ecole des Ponts ParisTech, 77455 Marne-la-Vallée Cedex, michel.bornert@enpc.fr*
[d] *Centre des matériaux, Mines ParisTech, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003 Evry Cedex, jerome.crepin@mines-paristech.fr*
[e] *European Synchrotron Radiation Facility, 6 rue Jules Horowitz, 38043 Grenoble Cedex, [boller – max.langer]@esrf.fr*
[f] *CREATIS-LRMN, Université CB Lyon 1, INSA Lyon, CNRS UMR 5220, INSERM U630, 69621 Villeurbanne Cedex*
[g] *MATEIS, Université de Lyon, INSA Lyon, CNRS UMR 5510, 69621 Villeurbanne Cedex, wolfgang.ludwig@insa-lyon.fr*

RESUME:

Les composites SiC/SiC sont étudiés pour leur usage potentiel comme matériau de gainage dans les réacteurs nucléaires de génération future. Afin de valider un modèle multiéchelle d'endommagement à l'échelle microscopique, une caractérisation expérimentale de l'endommagement à l'échelle du toron est mise en œuvre. Des essais de traction in-situ sur minicomposite permettent d'obtenir des données statistiques sur la cinétique d'apparition des fissures matricielles et l'évolution de leur ouverture en fonction de la contrainte. Ces observations de surface sont complétées par des observations microtomographiques réalisées à l'ESRF sur un minicomposite en traction. L'analyse des images 3D permet alors d'étudier la propagation des fissures matricielles au sein du minicomposite. Les ruptures de fibres sont également observables grâce à cette technique d'observation.

MOTS-CLES : SiC/SiC, endommagement, minicomposite, MEB, tomographie

1. Introduction

Les matériaux composites SiC/SiC sont envisagés, dans le cadre du développement des réacteurs nucléaires de génération future, pour réaliser le gainage du combustible, notamment grâce à leur bon comportement à haute température et sous irradiation. Ces matériaux sont élaborés sur la base d'un tissage de torons composés de fibres de SiC sur lesquels sont déposées par infiltration chimique en phase vapeur (CVI) une fine interphase de pyrocarbone puis la matrice SiC. Ils peuvent donc être décrits à deux échelles distinctes : l'échelle du tissage et celle, plus fine, du toron. Une approche multiéchelle est en développement pour construire un modèle prédictif de leur comportement endommageable complexe en lien avec leur microstructure hétérogène [1,2]. L'étude présentée ici concerne le premier changement d'échelle et est donc centrée sur l'étude du toron par le biais d'essais réalisés sur minicomposites (composites 1D contenant environ 500 fibres), considérés comme matériaux modèles.

Le comportement non-linéaire du composite est dû à l'accumulation de phénomènes d'endommagement tels que la fissuration matricielle, les décohésions fibres/matrice résultantes et les ruptures de fibres. Les conséquences de cet endommagement sont relativement bien connus, mais les phénomènes en eux-mêmes ont été beaucoup moins étudiés, aussi bien en terme de répartition spatiale que de chronologie d'apparition. Le pas de fissuration est par exemple généralement mesuré post-mortem [3-7]. Ces caractérisations sont de plus limitées à des observations de surface. Il existe des modèles 1D utilisés pour rendre compte de l'endommagement [5, 8-10] qui sont généralement validés sur le comportement macroscopique du matériau. Cependant ils impliquent des grandeurs microscopiques et donnent des résultats concernant l'évolution des distributions de fissures ou leurs ouvertures. Il est donc nécessaire, afin

de valider un modèle d'endommagement multiéchelle à l'échelle microscopique, de caractériser expérimentalement les phénomènes d'endommagement.
Des essais de traction in-situ ont été mis en œuvre sur des minicomposites SiC/SiC en microscopie électronique à balayage (MEB) et tomographie X. Des observations au MEB ont été effectuées à différents niveaux de chargement pour lier les caractéristiques de la fissuration matricielle (initiation, position et ouverture des fissures) au comportement macroscopique du minicomposite. De plus, cet essai permet l'obtention de données statistiques sur la fissuration de minicomposite en fonction du chargement imposé. Il est toutefois limité à l'observation de la surface de l'échantillon, il a donc été complété par un essai de traction in-situ en microtomographie afin de pouvoir observer dans le volume quelques fissures à différents états de propagation. Des images 3D du minicomposite à différents niveaux de chargement ont été obtenues en utilisant la source synchrotron de rayons X de l'ESRF (Grenoble, ligne ID19). Les faibles dimensions de cet échantillon, et le faible contraste entre fibres et matrice, ont nécessité l'utilisation du mode holotomographique à haute résolution (0,28 µm). La caractérisation de la propagation des fissures dans la matrice ainsi que les ruptures de fibres est alors possible au sein du minicomposite.

2. Matériau étudié

Le matériau étudié est un minicomposite SiC/SiC, composite unidirectionnel modèle utilisé notamment pour étudier les propriétés mécaniques du composite tissé à l'échelle du toron et pour tester l'influence des caractéristiques interfaciales sur le comportement mécanique. Il a été élaboré [11] à partir d'un fil constitué d'environ 500 fibres Hi-Nicalon S, de diamètre moyen 13 µm, de façon semblable à un toron dans le composite tissé. La fine interphase de pyrocarbone (100 nm) et la matrice SiC ont ensuite été déposées par un procédé de dépôt chimique en phase vapeur (CVI). Ce procédé de fabrication ne permet pas de densifier complètement le matériau et est donc à l'origine d'une porosité résiduelle dans le minicomposite (voir figure 1). Une courbe de comportement en traction d'un minicomposite appartenant au lot étudié est présentée figure 4.

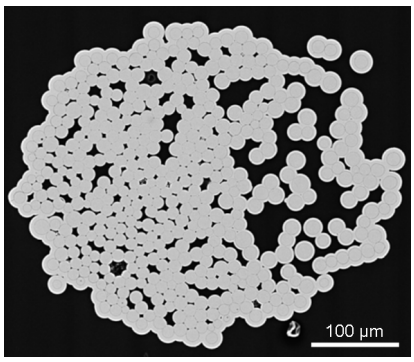


Figure 1 : Section de minicomposite (MEB-FEG)

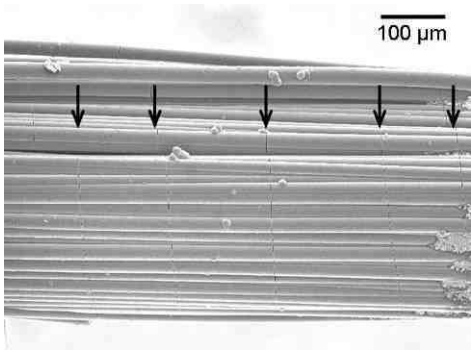


Figure 2 : Minicomposite fissuré en traction dans la direction des fibres (MEB-FEG)

Comme le composite tissé, le minicomposite présente un comportement élastique endommageable en quatre phases caractéristiques [4, 11] indiquées sur la courbe de traction présentée figure 4. Il n'y a pas d'endommagement pendant la première phase de montée en charge (phase élastique). La non-linéarité de la seconde phase est causée par l'apparition des fissures matricielles (voir figure 2) et des décohésions fibre/matrice qui leur sont associées. Après la saturation de la fissuration matricielle (≈0,3%), une seconde phase linéaire apparaît, conséquence du comportement élastique des fibres. Enfin, une petite zone non-linéaire due aux ruptures des fibres précède la rupture ultime du minicomposite (≈0,7%). Si cette description qualitative est généralement acceptée, l'objectif de cette étude est de quantifier l'évolution de ces mécanismes d'endommagement en fonction de l'état de contrainte du minicomposite.

De plus, le comportement des minicomposites peut être modélisé par des modèles statistiques d'endommagement 1D [5, 8-10]. Ces modèles s'appuient notamment sur une distribution statistique des contraintes à rupture de la matrice (loi de Weibull) et une redistribution (linéaire par exemple) des contraintes dans la matrice et dans les fibres autour de la fissure, supposée traverser toute la section de l'échantillon. Ces modèles permettent d'accéder à des grandeurs microscopiques comme la longueur des fragments de matrice (distance entre deux fissures) ou l'ouverture des fissures, mais ne sont validés expérimentalement qu'en comparant les réponses macroscopiques. Une caractérisation plus fine de l'endommagement est donc nécessaire pour valider, et éventuellement améliorer, de tels modèles à l'échelle microscopique.

3. Essai de traction in-situ sous MEB

a. Protocole expérimental

Des essais de traction dans la direction des fibres ont été menés en utilisant une machine spécifique de traction in-situ disponible au LMS, Ecole Polytechnique, conçue pour observer des éprouvettes sous charge dans un MEB-FEG (Microscope Electronique à Balayage à canon à émission de champs). Un montage spécifique, présenté figure 3, a été réalisé pour solliciter des minicomposites. Les extrémités du minicomposite sont collées dans des têtes en aluminium permettant ainsi de solliciter l'éprouvette par l'intermédiaire de deux goupilles. Les effets des efforts parasites sont également réduits par une pièce guidant le déplacement des têtes. Une observation d'un nombre significatif de fissures est possible grâce à la longueur de jauge des éprouvettes égale à 25 mm environ. Enfin, une cellule de force d'une capacité de 100 N mesure l'effort appliqué au minicomposite en continu.

Les essais de tractions ont été interrompus à différents niveaux de chargement jusqu'à la rupture ultime de l'éprouvette. Les interruptions sont plus fréquentes aux faibles niveaux de chargements afin de distinguer au mieux les niveaux d'apparition des fissures. Un système de détection des émissions acoustiques a également été utilisé pour détecter l'apparition de l'endommagement. A chaque étape, les déformations globales ont été mesurées grâce à l'analyse d'images MEB des extrémités de la longueur utile (mesure d'allongement du minicomposite seul, insensible aux déformations de la machine). Les positions de toutes les nouvelles fissures observées ont été relevées. La zone d'observation est alors limitée à une zone centrale d'environ 16 mm. Enfin, dans le but d'étudier l'évolution de l'ouverture de fissure, des observations à fort grossissement (figure 7) de plusieurs fissures matricielles, situées dans 3 zones d'environ 2 mm de long chacune, ont été réalisées. Une telle délimitation permet d'obtenir des données statistiques sur un nombre significatif de fissures, dont le voisinage est connu, tout en conservant un temps d'acquisition d'images raisonnable.

Les courbes macroscopiques des trois essais effectués sont reportées figure 4. Les déformations globales correspondent aux déformations mesurées à chaque palier d'observation et les contraintes sont calculées pour une section moyenne de 0,94 mm² (ne contient pas la surface de la porosité). Les courbes sont en bon accord avec la courbe de traction obtenue sur une machine de traction conventionnelle. On observe cependant l'apparition de ruptures prématurées [12]. Les essais 2 et 3 permettent de valider le dispositif expérimental, et donc les mesures d'efforts issues des trois essais. Le décalage de la courbe de l'essai 1 a pu être attribué à une géométrie particulière du minicomposite (existence de fibres périphériques presque détachées du minicomposite) entraînant par conséquent un biais sur la mesure de déformation.

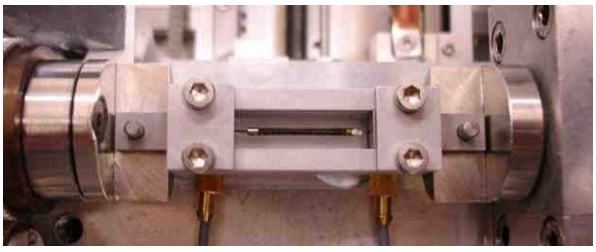


Figure 3 : Eprouvette montée dans la machine in-situ

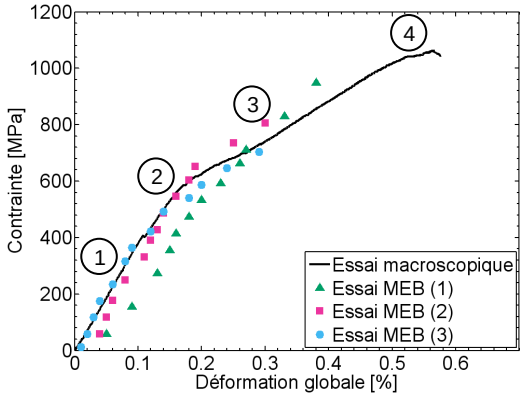


Figure 4 : Courbes de tractions. Comparaison entre essai conventionnel (dispositif expérimental décrit dans [11]) et in-situ sous MEB dans la direction des fibres

b. Résultats

Comme illustré figure 2, les fissures apparaissent généralement perpendiculairement à la direction de traction et sont facilement repérables. Les positions de chacune des fissures apparues dans la zone d'observation de l'éprouvette 1 sont représentées Figure 5 (seuls les résultats de l'essai 1 sont développés ici). Les niveaux de contrainte auxquels les fissures ont été observées pour la première fois sont également reportés. Cette figure montre que les fissures apparaissent par paquet, localisées de préférence dans les zones non-endommagées du minicomposite. La même observation peut être effectuée à partir de la figure 6,

présentant l'évolution des longueurs des fragments matriciels (ou pas de fissuration) en fonction de leur position et du niveau de contrainte relevé. La distance inter-fissure diminue régulièrement pour se stabiliser autour d'un pas de fissuration moyen de 300 µm. Ce pas de fissuration est légèrement supérieur au pas moyen mesuré post-mortem sur une éprouvette après essai de traction macroscopique (≈200 µm, mesure effectuée sur environ 1 cm de longueur utile, essai analogue à [11]). Cet écart peut être dû à la rupture prématurée des essais effectués sous MEB, la saturation n'a peut-être en effet pas été atteinte. Il faut cependant noter la forte dispersion des distances inter-fissures et donc une forte dépendance du pas moyen à la longueur totale utilisée pour le mesurer.
Le même type de remarques peut s'appliquer aux deux autres essais. Ces deux derniers, dont les contraintes à ruptures sont plus faibles, présentent des pas de fissuration moyens légèrement plus élevés (respectivement 480 µm et 380 µm).

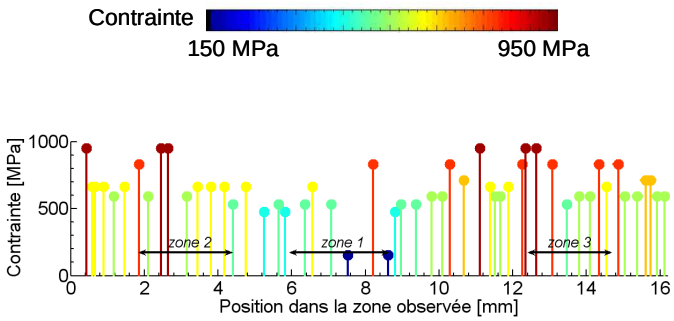


Figure 5 : Positions des fissures le long de la zone observée en fonction de la contrainte mesurée lors leur première observation (chaque trait correspond à une fissure)

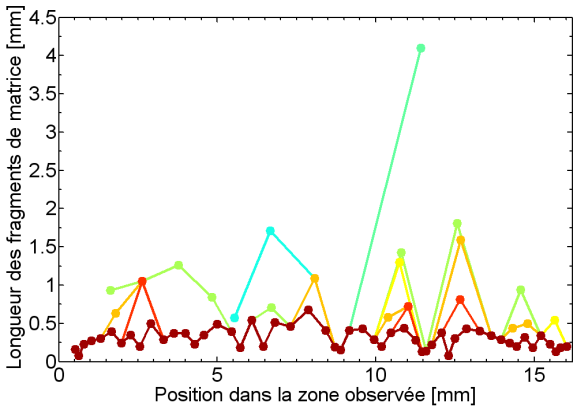


Figure 6 : Evolution des longueurs de fragments matriciels en fonction de leur position dans la zone observée et de la contrainte

Une procédure automatique a été mise en œuvre pour mesurer les ouvertures de fissures par traitement d'image comme celle présentée figure 7. La procédure détecte la largeur de la fissure sur chaque ligne de l'image par seuillage des niveaux de gris, le seuil étant automatiquement ajusté pour chaque largeur. L'ouverture de la fissure est alors définie comme la moyenne des plus grandes largeurs de l'image. Cette méthode permet d'obtenir des mesures cohérentes avec les mesures manuelles (moyenne de 10 largeurs uniformément réparties dans l'image), en tenant compte des incertitudes inhérentes aux deux méthodes. Quelques surestimations peuvent apparaître dans le cas d'artefacts sombres dans l'image (mauvais réglages de contraste) mais sont facilement détectables et modifiées manuellement. L'erreur maximum estimée, de l'ordre de 0,02 µm, est alors suffisamment faible par rapport aux ouvertures mesurées pour pouvoir suivre leur évolution en fonction du niveau de contrainte.

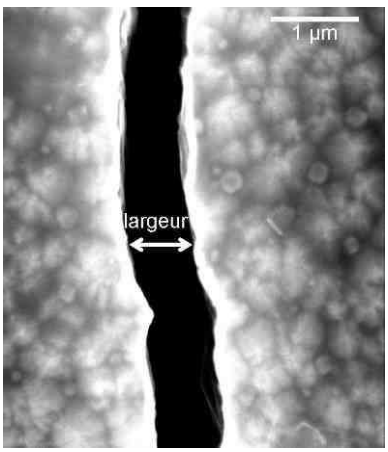


Figure 7 : Observation au MEB et sous charge d'une ouverture de fissure

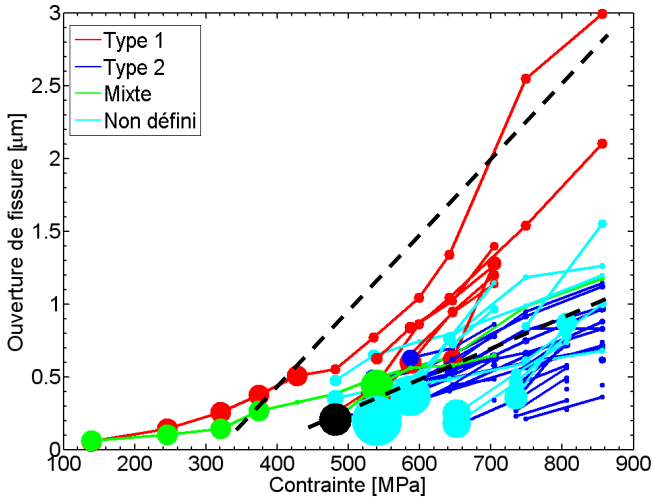


Figure 8 : Evolution des ouvertures de fissures en fonction de la contrainte (la taille des points est proportionnelle à la distance à la fissure voisine la plus proche, les points noirs correspondent aux fissures situées aux extrémités de la zone observée)

Les ouvertures des fissures situées dans trois parties de la zone d'observation des trois éprouvettes testées (voir figure 5 pour l'essai 1) ont été mesurées en utilisant la procédure précédemment présentée et sont reportées figure 8 en fonction de l'état de contrainte. Cette figure prend également en compte les distances à la fissure la plus proche à travers la taille des points qui leur est proportionnelle. Deux types d'évolution de l'ouverture en fonction de la contrainte semblent se démarquer :

- Si la distance à la plus proche voisine est grande (gros points, type 1, rouge), l'évolution est rapide avec une pente importante.
- Si la distance à la plus proche voisine est faible (petits points, type 2, bleu foncé), l'évolution est beaucoup plus lente et quasi-linéaire.

Les fissures dites mixtes (vert) mettent en évidence ce lien entre ouverture et distance inter-fissure puisqu'elles présentent un ralentissement de l'ouverture qui correspond à une forte diminution de la distance à la plus proche fissure voisine. Certaines fissures n'ont pour l'instant pas été classées dans l'attente de résultats de modélisation pour aider à la compréhension de leur évolution. Ces résultats sont la conséquence du phénomène d'écrantage (la contrainte dans la matrice est plus faible au voisinage d'une fissure). Des résultats de modélisation sont maintenant nécessaires pour mieux interpréter et approfondir l'analyse de ces ouvertures. Il faudra notamment introduire dans ce dépouillement les distances aux deux fissures voisines. Ces données statistiques donnent cependant déjà des éléments de comparaison à la modélisation en termes d'ordres de grandeur des ouvertures ainsi que de tendances globales d'évolution en fonction de la contrainte.

4. Traction in-situ sous microtomographe

a. Protocole expérimental



Figure 9 : Machine de traction in-situ utlisée sur la ligne ID19

Les essais in-situ MEB, limités à des observations surfaciques, ne sont pas suffisants pour caractériser complètement l'endommagement et en particulier la propagation des fissures matricielles à travers la section du minicomposite ainsi que l'apparition des ruptures de fibres. Un essai de traction en microtomographie a donc été effectué sur la ligne ID19 à l'ESRF pour étudier ces mécanismes.

La microtomographie consiste à enregistrer un ensemble de radiographies de l'échantillon prises à haute résolution et pour différentes positions angulaires dans un faisceau de rayons X [13]. Des algorithmes adéquats sont ensuite utilisés pour reconstruire une image 3D à partir de ces radiographies [14]. Le type de reconstruction classiquement utilisé (une acquisition avec le détecteur au plus près de l'échantillon) permet de rendre compte de la distribution spatiale du coefficient d'absorption dans l'échantillon. Le contraste de l'image finale est donc représentatif de la densité locale du matériau. Afin d'augmenter le contraste entre fibres et matrice, dont les densités sont identiques, le mode holotomographique a été utilisé. Ce dernier a également été utilisé pour essayer de mettre en évidence les décohésions interfaciales. Ce type de reconstruction, combinant les radiographies acquises à quatre distances différentes de l'échantillon, met en évidence le contraste de phase. Enfin, une haute résolution était nécessaire pour observer les fissures et la

microstructure du minicomposite. Le rayonnement synchrotron délivré par l'ESRF, qui conduit à un faisceau parallèle de haute intensité et monochromatique, a permis d'atteindre une résolution de 0,28 µm.

Une machine légère, spécifiquement conçue à l'INSA-Lyon pour ce genre d'utilisation, a été utilisée pour mettre en charge manuellement l'éprouvette (voir figure 9). Comme pour les essais MEB, le minicomposite était collé dans des têtes en aluminium, avec une longueur utile de 14 mm environ. Un essai de traction a été effectué en réalisant les observations microtomographiques à six paliers de chargement successifs : 50, 68, 74, 86 et 92 N. La longueur totale d'observation de la partie centrale de l'éprouvette est d'environ 1,65 mm de long, soit 3 images dans la hauteur (4 acquisitions nécessaires à 4 distances distinctes pour chaque image). Enfin, une série de radiographies de la longueur totale du minicomposite a été réalisée à 92 N.

b. Détection des fissures matricielles

Les images holotomographiques ont été reconstruites pour tous les chargements grâce à un algorithme spécifique développé à l'ESRF [15, 16]. Les images en contraste d'absorption ont également été reconstruites pour les deux premières distances d'acquisition. Au chargement le plus élevé, trois types de phénomènes d'endommagement sont visibles dans le volume étudié : des fissures matricielles atteignant la totalité de la section du minicomposite, quelques ruptures de fibres et des petites zones (en périphérie ou au cœur du minicomposite) de fissuration matricielle isolée ne conduisant pas à l'obtention d'une fissure principale traversante. Une première étude qualitative a permis d'étudier la chronologie et la localisation de ces phénomènes dans la zone observée en parcourant visuellement la totalité des coupes transverses. La figure 10 montre l'effet d'une fissure matricielle sur les reconstructions en contraste d'absorption et holotomographique. Les fissures sont facilement repérables sur les reconstructions en absorption, bien que leur localisation selon l'axe des fibres soit délicate. Les effets sur la reconstruction en holotomographie sont présents mais beaucoup moins marqués. Enfin, notons que le contraste entre fibres et matrice n'est pas meilleur sur la reconstruction holotomographique. L'énergie du faisceau n'a en effet pas pu être optimisée à cause du dispositif expérimental et la présence d'un tube de quartz autour de l'échantillon. Les images ne permettent pas non plus de distinguer les décohésions interfaciales.

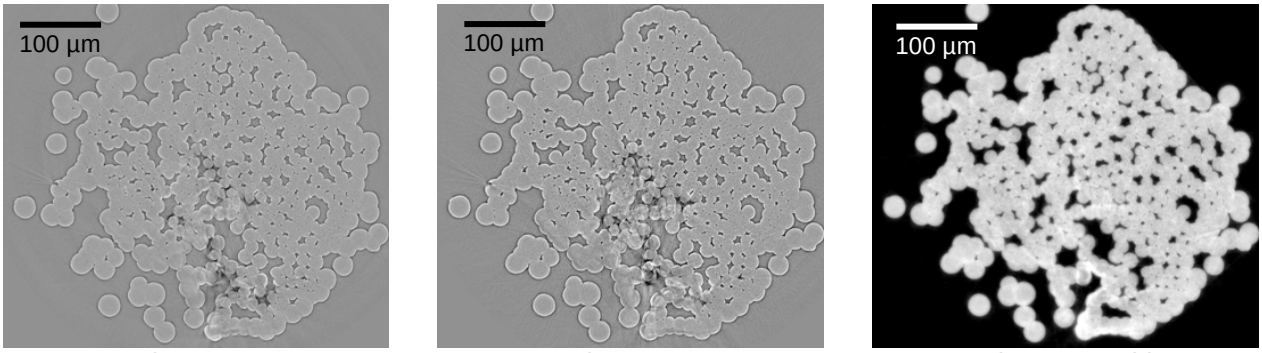


Figure 10 : Reconstructions d'une coupe transverse, au sein d'une fissure matricielle, en absorption (deux premières distances) et holotomographie

Si les effets des fissures sont facilement repérables en première observation sur les images, une analyse d'images spécifique a dû être élaborée pour extraire automatiquement les fissures des volumes. Des volumes de tailles restreintes ont été délimités autour de chaque fissure principale (six au total) pour mettre en œuvre cette détection.

La procédure de détection est fondée sur le traitement de l'évolution des niveaux de gris dans la direction des fibres (axe Z). Un exemple de cette évolution est donné figure 11 (pour un point (X,Y) situé dans une fissure à la hauteur Z_0). La fissure est à l'origine d'une importante variation des niveaux de gris sur une longueur relativement courte pour les trois reconstructions étudiées. L'objectif de la détection est d'extraire la hauteur Z_0 à laquelle apparaît ce pic, tout en réduisant la détection d'artefacts comme des évolutions de la microstructure (interface matrice/pore) dans la direction des fibres. Un filtre spécifique est appliqué, en tout point (X,Y) du plan transverse, aux niveaux de gris suivant Z. Ce filtre correspond au rapport entre la dérivée des niveaux de gris (en fonction de Z) par rapport à la dérivée moyenne sur un voisinage (voir figure 11). Un exemple de résultat du filtrage appliqué à la courbe de la figure 11 est donné figure 12. Une fissure est détectée si les 3 maxima des signaux filtrés (pour les 3 reconstructions) correspondent (à 10 pixels près). Sinon, le matériau est considéré comme intact en (X,Y) et ce pour tous les Z du volume étudié.

La combinaison du filtrage des trois reconstructions permet de réduire la détection d'artefacts. En effet, ceux-ci ne sont parfois pas apparents sur les trois types d'évolution de niveaux de gris (certains n'ont des effets visibles que sur les reconstructions en absorption, ou inversement). De plus, les détections parasites sont également réduites en retirant toutes celles présentes dans une zone poreuse (facilement extractible par seuillage d'une coupe reconstruite en holotomographie).

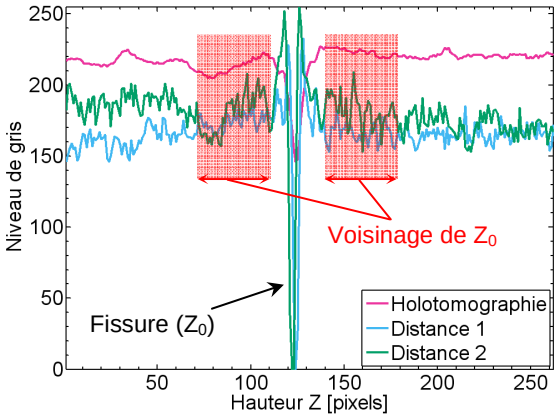


Figure 11 : Exemple d'évolution des niveaux de gris dans la direction Z, à travers une fissure matricielle

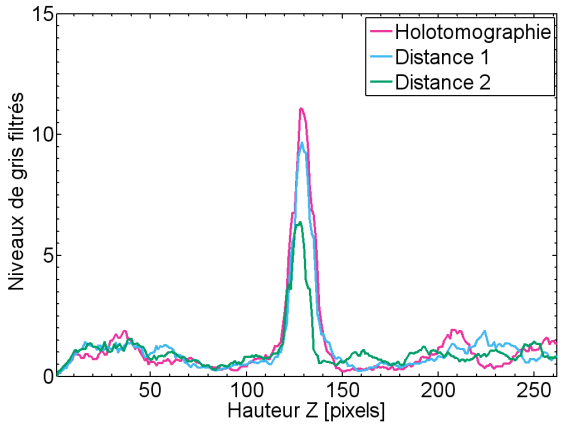


Figure 12 : Résultat du filtrage des niveaux de gris selon Z

La procédure de détection a été appliquée aux six fissures précédemment repérées et à tous les chargements. La figure 13 regroupe les projections sur le plan transverse des fissures à 92 N. La hauteur Z (en µm) des pixels fissurés dans les volumes délimitant chaque fissure est indiquée par l'échelle de couleur (il faut prendre garde au changement d'échelle en fonction de la fissure). Deux remarques préliminaires peuvent être effectuées sur les résultats de la détection. Premièrement, les projections des fissures 1 et 6 sont moins nettes que celles des quatre autres, les variations de contraste (comme celles présentées figure 10) étant beaucoup moins marquées pour ces deux fissures. Ceci révèle probablement que ces fissures étaient moins ouvertes. La détection s'avère effectivement peu efficace pour certaines zones fissurées (comme la plupart des petites zones fissurées isolées au sein du minicomposite) puisque la variation de contraste suivant l'axe Z, pourtant visible en parcourant les coupes transverses, est du même ordre de grandeur que le bruit de l'image.

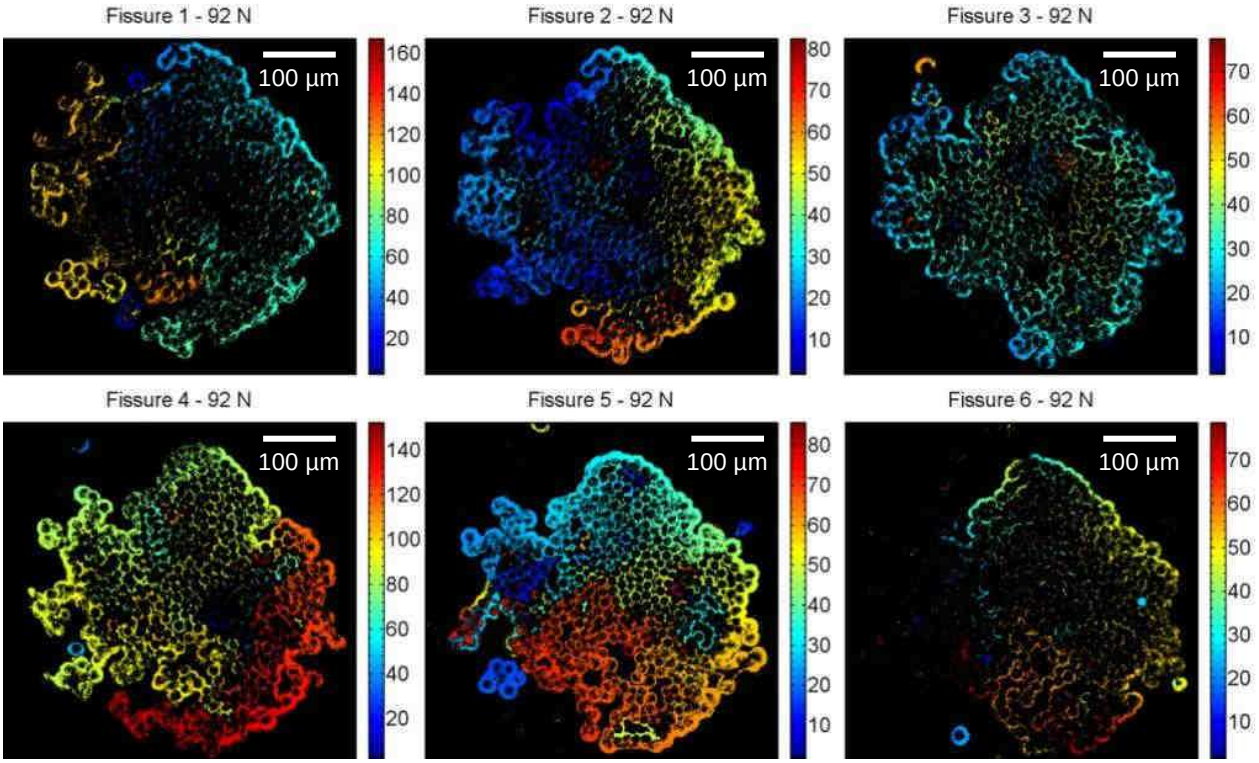


Figure 13 : Résultats des détections des 6 fissures présentes dans la zone observée (projection sur le plan transverse (l'échelle de couleur correspond pour chaque fissure à la position selon l'axe Z en µm)

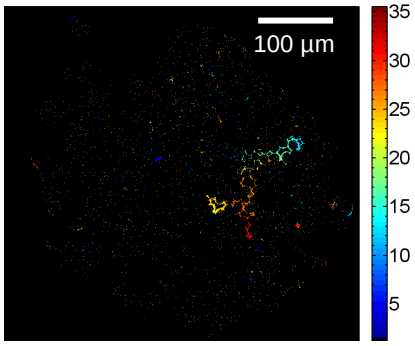


Figure 14 : Projection sur le plan transverse de la petite fissure dans le prolongement de la fissure 4

Deuxièmement, la fissure 4 doit être complétée par la petite fissure, présentée figure 14, qui se situe dans son prolongement dans le sens des Z croissants. Les deux zones fissurées étaient indépendantes aux chargements précédemment observés. L'assemblage des deux fissures est donc une zone fissurée d'environ 180 µm de long.

Les six fissures principales sont donc traversantes. Elles sont non planes et se présentent en forme d'hélice selon l'axe des fibres (sauf la fissure 3 qui présente une certaine symétrie de révolution). L'étalement des fissures est relativement important (par rapport à la distance moyenne entre fissures de 250 µm environ, mesurée grâce à la radiographie complète de l'échantillon), puisqu'il varie de 40 µm pour la fissure à plus de 100 µm pour les fissures 4 et 6.

Le résultat de la détection de la fissure 5 pour tous les chargements est présenté figure 15. Cette figure montre que la propagation de la fissure s'est déroulée en trois étapes :

- L'initiation de la fissure est observée à 50 N sur une petite zone périphérique du minicomposite.
- De 50 N à 68 N, la fissure se propage sur toute la périphérie du minicomposite en suivant la forme d'une spirale.
- Enfin, de 74 N à 80 N la fissure se propage au centre de la section.

De plus, il n'y a pas d'évolution de la fissure entre 68 N et 74 N, ce qui révèle une propagation discontinue. Trois états de propagation différents ont également été observés pour les fissures 1, 2 et 4, et deux pour les fissures 3 et 6. Ces résultats contredisent l'hypothèse de propagation instantanée de la fissure matricielle dans toute la section utilisée dans les modélisations 1D classiques.

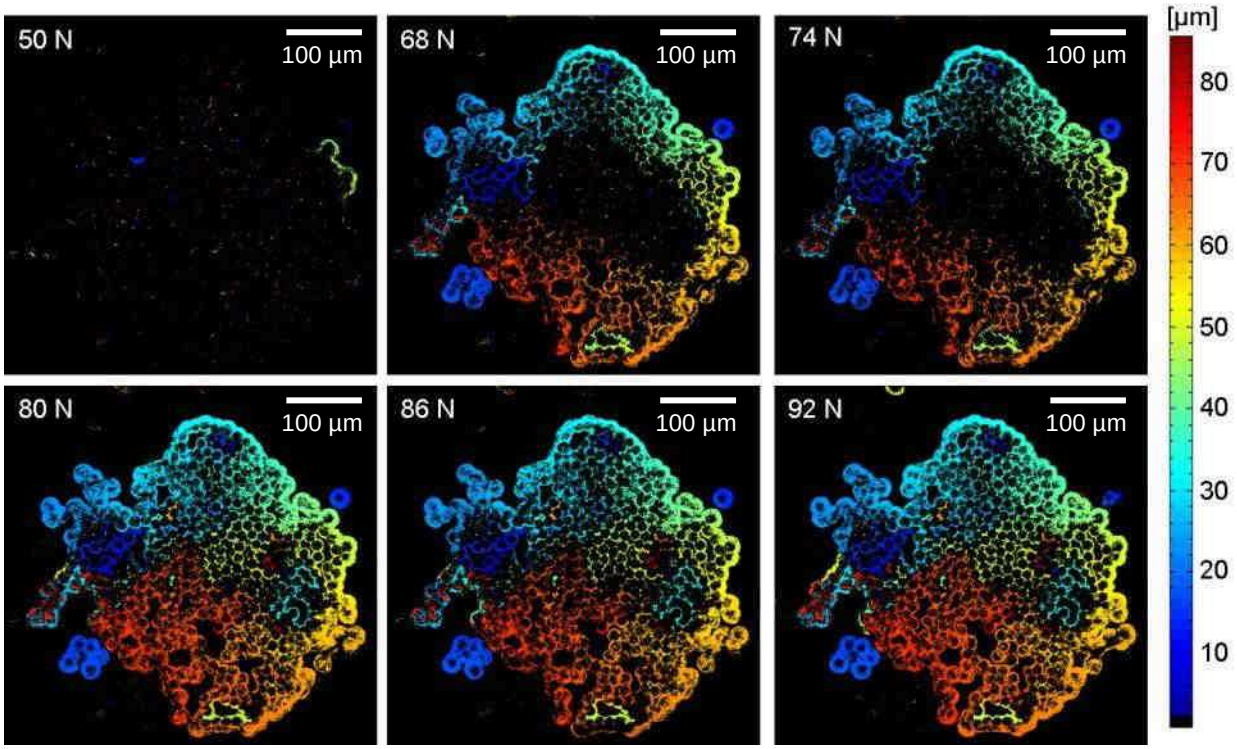


Figure 15 : Propagation de la fissure 5 en fonction des six chargements d'observation

c. Ruptures de fibres

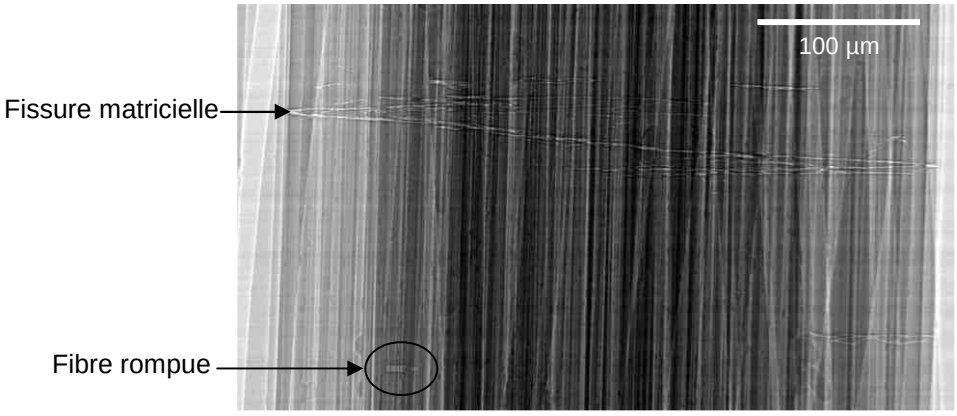


Figure 16 : Extrait d'une radiographie du minicomposite à 92 N

Les radiographies de l'échantillon effectuées à 92 N permettent non seulement de repérer les fissures matricielles, mais sont surtout utiles pour repérer les ruptures de fibres, comme le montre la figure 16. La totalité des fibres rompues a été recensée manuellement sur toute la longueur du minicomposite (soit 13,8 mm). On dénombre ainsi relativement peu de ruptures de fibres, environ 5 fibres rompues par mm, majoritairement situées près des fissures matricielles pour un niveau de chargement de 92 N.

5. Conclusion

Afin de valider un modèle d'endommagement multiéchelle des composites SiC/SiC à l'échelle du toron, les mécanismes d'endommagement doivent être caractérisés expérimentalement. En effet, les modèles classiques 1D d'endommagement des minicomposites ne sont généralement confrontés aux résultats expérimentaux qu'en comparant les comportements macroscopiques. Deux expériences sur minicomposites sont donc proposées pour caractériser les mécanismes d'endommagement et obtenir des éléments de comparaison des modèles à l'échelle microscopique.
Les essais de traction in-situ MEB permettent d'observer, en surface, l'évolution de la fissuration matricielle à différents niveaux de contrainte. Le suivi des positions des fissures montre qu'elles ont tendance à apparaître en groupes majoritairement dans les zones saines du minicomposite. Ces essais permettent également de caractériser les ouvertures de fissure grâce à une procédure de mesure automatique à partir d'images obtenues à fort grossissement. Les premiers résultats montrent une influence de la distance inter-fissure sur leur ouverture, conséquence du phénomène d'écrantage. Une fissure s'ouvre moins si elle a une proche voisine. Ces essais permettent donc d'obtenir des données statistiques sur la fissuration matricielle liées au comportement macroscopique du minicomposite (cinétique d'apparition des fissures et ouvertures). Ces données seront directement comparables aux résultats de modèles d'endommagement. Les ouvertures sont également des données intéressantes pour l'étude des phénomènes d'oxydation.
Des observations microtomographiques d'un minicomposite en traction ont été menées sous rayonnement X synchrotron à l'ESRF afin d'obtenir une caractérisation au sein du minicomposite. Des images d'une petite longueur du minicomposite ont été reconstruites en contraste d'absorption et contraste de phase (holotomographie). Un traitement automatique des images a été développé pour détecter les six fissures matricielles présentes dans le segment observé à différents niveaux de chargement. Les résultats de cette détection montrent des fissures principales généralement en forme d'hélice, relativement étendues dans la direction des fibres. Ainsi, contrairement à ce qui est usuellement supposé dans les modélisations 1D, les fissures se propagent lentement et de manière discontinue dans le minicomposite, en partant de la périphérie pour atteindre ensuite le centre de la section. On notera également l'existence de fissures secondaires ne se propageant pas dans l'ensemble de la section du minicomposite. Cette technique expérimentale permet également d'observer les ruptures de fibres qui sont peu nombreuses et principalement situées vers les zones de fissuration matricielle.

Remerciements
Les auteurs remercient le GDR Matinex pour le soutien apporté pour cette étude.

Références:

[1] Gélébart L., Colin C., Effects of porosity on the elastic behaviour of CVI SiC/SiC composites, Journal Of Nuclear Materials, vol. 386, 82-85, 2009.

[2] Gélébart L, Chateau C., Bornert M., Crépin J., Boller E., X-ray tomographic characterization of the macroscopic porosity of CVI SiC/SiC composites : effects on the elastic behaviour, International Journal of Applied Ceramics Technology, vol.7, N°3, 348-36 0, 2010.

[3] Guillaumat L., Lamon J., Probabilistic-statistical simulation of the non-linear mechanical behavior of a woven SiC/SiC composite, Composites Science And Technology, 56, n°7,803-808, 1996.

[4] Bertrand S., Forio P., Pailler R., Lamon J., Hi-Nicalon/SiC minicomposites with (pyrocarbon/SiC)(n) nanoscale multilayered interphases, Journal Of The American Ceramic Society, 82,n°9, 2465-2473, 1999.

[5] Lissart N., Lamon J., Damage and failure in ceramic matrix minicomposites: Experimental study and model, Acta Materialia, 45, n°3, 1025-1044, 1997.

[6] Morscher G.N., Tensile stress rupture of SiCf/SiCm minicomposites with carbon and boron nitride interphases at elevated temperatures in air, Journal Of The American Ceramic Society, 80, n° 8, 2029-2042, 1997.

[7] Martinez-Fernandez J., Morscher G.N., Room and elevated temperature tensile properties of single tow Hi-Nicalon, carbon interphase, CVISiC matrix minicomposites, Journal Of The European Ceramic Society, 20, n°14-15, 2627-2636, 2000.

[8] Hui C.Y., Phoenix S.L., Ibnabdeljalil M., Smith R.L., An Exact Closed-Form Solution For Fragmentation Of Weibull Fibers In A Single Filament Composite With Applications To Fiber-Reinforced Ceramics, Journal Of The Mechanics And Physics Of Solids, 43, n°10, 1551-1585, 1995

[9] Baxevanakis C., Jeulin D., Valentin D., Fracture Statistics Of Single-Fiber Composite Specimens, Composites Science And Technology, 48, n°1-4, 47-5 6, 1993

[10] Lamon J., Stochastic approach to multiple cracking in composite systems based on the extreme-values theory, Composites Science And Technology, 69, n°1 0, 1607-1614, 2009

[11] Sauder C., Brusson A., Lamon J., Influence of Interface Characteristics on the Mechanical Properties of Hi-Nicalon type-S or Tyranno-SA3 Fiber-Reinforced SiC/SiC Minicomposites, International Journal Of Applied Ceramic Technology, 7, n°3, 291-303, 2010.

[12] Michaux A., Amélioration de la durée de vie de composites à matrice céramique à renfort carbone, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, 2003.

[13] Salvo L., Cloetens P., Maire E., Zabler S., Blandin J.J., Buffiere J.Y., Ludwig W., Boller E., Bellet D., Josserond C., X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science, Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section B-Beam Interactions With Materials And Atoms, 200, 273-286, 2003.

[14] Herman GT., Image reconstruction from projections, Academic Press, New York, 1980.

[15] Langer M., Cloetens P., Guigay, J. P., Peyrin, F. Quantitative comparison of direct phase retrieval algorithms in in-line phase tomography, Medical Physics, 35, n°10, 4556-4566, 2008.

[16] Langer M., Cloetens P., Peyrin F., Regularization of Phase Retrieval with Phase-Attenuation Duality Prior for 3D Holotomography, IEEE Transactions on Image Processing, accepté pour publication.