

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE BORDEAUX I

ECOLE DOCTORALE DE SCIENCES CHIMIQUES

Par **Wilfried GAUTHIER**

Ingénieur E.N.S.T.I.M.A.C.

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

Spécialité : PHYSICO-CHIMIE DE LA MATIERE CONDENSEE

Rupture différée en fatigue statique, aux températures
intermédiaires (<800°C), de fils et de fibres à base de
carbure de silicium

Soutenue le 22 décembre 2006

Après avis de :

M. A.R. BUNSELL
M. G. FANTOZZI

Rapporteurs

Devant la commission d'examen formée de :

M. P. LADEVEZE
Mme S. LOISON
M. A.R. BUNSELL
M. G. FANTOZZI
M. A. GUETTE
M. J. LAMON
M. R. PAILLER

Président
Rapporteur
Examineurs

REMERCIEMENTS

Je remercie tout d'abord Snecma Propulsion Solide et le CNRS pour leur soutien financier grâce auquel cette étude a pu être menée.

Je remercie ensuite M. Alain GUETTE, Professeur de l'Université Bordeaux I et Directeur du Laboratoire des Composites Thermostructuraux, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire.

Je souhaite également remercier mes Directeurs de thèse, M. Jacques LAMON, Directeur de Recherche au CNRS et M. René PAILLER, Ingénieur de Recherche au CNRS, pour leur écoute et leurs conseils avisés. Je les remercie notamment pour la liberté d'opinion qu'ils m'ont laissé au cours de cette étude, et pour leur soutien permanent.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à M. Anthony R. BUNSELL, Professeur de l'Ecole des Mines de Paris et M. Gilbert FANTOZZI, Professeur de l'INSA Lyon, pour m'avoir fait l'honneur de juger ce travail.

Je suis très reconnaissant à M. Alain GUETTE, Professeur de l'Université Bordeaux I, à M. Pierre LADEVEZE, Professeur de l'Ecole Normale supérieure de Cachan et à Mme Sylvie LOISON, Ingénieur de Recherche à Snecma Propulsion Solide, d'avoir examiné ce travail et d'avoir participé au jury.

Je remercie également M. Michel CATALDI, Melle Gaëlle FARIZY et Mme Sylvie LOISON, Ingénieurs de Recherche à Snecma Propulsion Solide, pour leur écoute et leurs conseils au cours des nombreuses discussions que nous avons eues afin de faire avancer ce projet de recherche.

Merci enfin à toutes les personnes du LCTS qui ont contribué à la réussite personnelle et professionnelle de ces trois années passées en Gironde. Merci à Christian, Josette et Florence pour leur disponibilité, merci à Thierry, Bruno et François pour leur aide précieuse et leur rapidité d'intervention.

Je remercie enfin toutes les personnes qui ont partagé mon quotidien pendant trois ans que ce soit dans le cadre des activités professionnelles ou extra-professionnelles, merci à Christophe Pradere, Christophe Lorrette (mon coloc, merci pour tes petits plats), Pierre, Greg, JMV, Thierry, François, Dom, Nico, Hervé, Jean, Yvan ... et tous ceux que j'oublie, permanents, thésards et stagiaires, anciens et actuels du LCTS, merci à tous.

Un dernier merci à Julie pour m'avoir attendu et pour avoir cru en nous.

A présent, bonne lecture !

SOMMAIRE

Introduction générale	7
------------------------------	---

PARTIE A : SYNTHÈSE

CHAPITRE 1. Synthèse bibliographique

1. Les composites à matrices céramiques	11
<i>1.1. Présentation succincte</i>	
<i>1.2. Les fibres à base de carbure de silicium</i>	
2. Les concepts de durée de vie et de fissuration lente	18
<i>2.1. Durée de vie et rupture différée d'un matériau</i>	
<i>2.2. Fissuration sous-critique des matériaux céramiques</i>	
3. Fissuration lente des CMCs et des fibres à base de carbure de silicium	24
<i>2.1. Fissuration lente des CMCs</i>	
<i>2.2. Fissuration lente des fibres à base de SiC</i>	

CHAPITRE 2. Etude de la durée de vie en fatigue statique, à haute température, sous air, de fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S

1. Procédures expérimentales et moyens d'essais	33
<i>1.1. Essais de traction monotone sur fils à température ambiante</i>	
<i>1.2. Essais de fatigue statique sur fils à haute température</i>	
2. Caractérisation mécanique à température ambiante	37
<i>2.1. Caractérisation des fils et des fibres Hi-Nicalon</i>	
<i>2.2. Caractérisation des fils et des fibres Hi-Nicalon S</i>	
3. Durée de vie de fils sous charge statique à haute température	42
<i>3.1. Diagrammes de durée de vie en fonction de la contrainte appliquée</i>	
<i>3.2. Evolution de la durée de vie en fonction de la température</i>	
<i>3.3. Prédiction de la durée de vie moyenne des fils</i>	

CHAPITRE 3. Etude de la durée de vie à l'échelle monofilamentaire et application d'un modèle de fissuration lente

1. Essais de fatigue statique à haute température sur monofilaments Hi-Nicalon	53
1.1. <i>Moyen d'essai et procédure expérimentale</i>	
1.2. <i>Résultats des essais réalisés à 500°C et 800°C</i>	
1.3. <i>Analyse des résultats : analogie durée de vie - contrainte à rupture</i>	
2. Application d'un modèle de fissuration lente aux monofilaments	60
2.1. <i>Développement du modèle et détermination des paramètres</i>	
2.2. <i>Validation du modèle</i>	
2.3. <i>Application du modèle : génération des diagrammes SPT</i>	
3. Application du modèle de fissuration lente à l'échelle du fil	66
3.1. <i>Changement d'échelle monofilament - fil</i>	
3.2. <i>Prévision de la durée de vie minimale d'un fil</i>	

CHAPITRE 4. Discussion des mécanismes responsables de la rupture différée

1. Mise en évidence d'un mécanisme d'oxydation	73
1.1. <i>Etude de la durée de vie en fatigue statique en fonction du pourcentage de dioxygène</i>	
1.2. <i>Observations en microscopie électronique à balayage après essais de fatigue statique</i>	
2. Etude de l'oxydation des fibres Hi-Nicalon en fatigue statique aux températures intermédiaires	75
2.1. <i>Détermination des cinétiques de croissance de la silice en fatigue statique</i>	
2.2. <i>Influence de l'oxydation des fibres Hi-Nicalon en fatigue statique sur le processus de fissuration sous-critique</i>	
3. Discussion des mécanismes d'oxydation responsables de la propagation des fissures	81
3.1. <i>Processus global de fissuration lente au sein d'une fibre Hi-Nicalon</i>	
3.2. <i>Définition de la condition de propagation d'une fissure et des mécanismes envisagés</i>	
3.3. <i>Mise en évidence des mécanismes proposés</i>	

Conclusion générale et perspectives 93

Références Bibliographiques 99

PARTIE B : PUBLICATIONS ET PROJETS DE PUBLICATIONS

Publication n°1 :

Fatigue statique de monofilaments et de fils SiC Hi-Nicalon à 500°C et 800°C

Revue des Composites et des Matériaux Avancés, Vol. 16, n°2, pp. 221-241, 2006

Publication n°2 :

Model of lifetime prediction at intermediate temperatures (500-800°C) in air for silicon carbide fibres

Presented at the 12th European Conference on Composite Materials (ECCM 12), Biarritz, 29th August – 1st September 2006

Publication n°3 :

Fatigue statique de monofilaments et de fils SiC Hi-Nicalon à 500°C et 800°C

Présenté à la 2^{ème} Conférence pluridisciplinaire sur les matériaux (Matériaux 2006), Dijon, 13-17 Novembre 2006

Projet de publication n°1 :

Static fatigue of silicon carbide multifilament tows at intermediate temperatures (500-800°C), in air : effect of temperature and fibre type

To submit to the Journal of the American Ceramic Society

Projet de publication n°2 :

Lifetime of SiC based fibres in static fatigue at intermediate temperatures (500°C-800°C): Determination of single filament - tow relationships and SPT (Strength-Probability-Time) diagrams

To submit to the Journal of the American Ceramic Society

Projet de publication n°3 :

Static fatigue of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S filaments and tows at intermediate temperatures

Abstract accepted for the 31st International Cocoa Beach Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites, Daytona Beach, Florida, UNITED-STATES, January 21-26, 2007

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les composites à matrice céramique (CMCs) sont constitués d'une matrice renforcée par des fibres céramiques continues (généralement à base de carbure de silicium ou de carbone). Ces matériaux sont caractérisés par un comportement mécanique non fragile, une faible densité et une réfractarité élevée. Ils permettent ainsi un gain de poids important tout en maintenant une très bonne résistance mécanique dans des conditions sévères de température, de pression et d'environnement.

Les CMCs sont des matériaux à haute valeur technologique dont les applications sont aujourd'hui principalement militaires et spatiales (tuyères, divergents, chambres de combustion...) [Christin2001]. L'introduction de ces matériaux dans le secteur aéronautique civil nécessite la garantie de durées de vie très élevées (supérieures au millier d'heures) dans un large domaine de températures. La maîtrise de la durée de vie des CMCs constitue donc un enjeu essentiel.

Les mécanismes responsables de la dégradation de ces matériaux sont principalement des mécanismes d'oxydation des divers constituants à haute température [Lamouroux2001]. La sollicitation du matériau composite à des contraintes supérieures à la contrainte de fissuration matricielle, entraîne notamment la pénétration d'espèces oxydantes et/ou corrosives au sein du matériau. De nombreux systèmes de protection anti-oxydation ont été expérimentés au cours des 10 dernières années, avec pour principal objectif la limitation de la pénétration de l'oxygène vers le renfort fibreux. Une matrice dite auto-cicatrisante a ainsi été développée. Cette matrice multicouche se compose d'une succession de dépôts CVI (Chemical Vapour Infiltration) contenant les éléments Si, B, C. Ces dépôts s'oxydent à différentes températures et protègent ainsi l'interphase et le renfort fibreux du matériau sur un large domaine de températures, par formation d'oxydes qui bouchent les pores et les fissures.

Cependant, au stade actuel de développement des CMCs, un mécanisme de rupture différée est constaté pour de faibles contraintes appliquées à des températures intermédiaires (600-700°C) [Bertrand2001], [Morscher1997].

Ce phénomène a également été observé sur des fils multifilamentaires à base de carbure de silicium [Lavaire1999], [Folio2000a].

En conséquence, les objectifs de ces travaux de thèse sont la compréhension et la modélisation des phénomènes entraînant la rupture différée, en fatigue statique, aux températures intermédiaires (500°C - 800°C), de fils constitués de fibres à base de carbure de silicium.

L'approche suivante a été développée :

- Des essais de fatigue statique ont été réalisés sur des fils et des monofilaments à différentes températures et à différents niveaux de contrainte appliquée. Des diagrammes reliant la durée de vie à la contrainte appliquée ont ainsi été établis.
- Des analyses physico-chimiques des fils et des monofilaments avant et après essais de fatigue statique ont permis d'étudier la dégradation des fibres et de comprendre l'influence de l'application d'une charge statique sur les phénomènes classiques d'oxydation.
- Enfin, un modèle de rupture différée en fatigue statique est proposé sur la base des résultats expérimentaux de fatigue statique d'une part (modèle empirique), et d'un mécanisme de croissance lente de fissures au sein des fibres d'autre part (modèle théorique).

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

Ce mémoire de thèse est scindé en deux parties : la première partie est une synthèse générale des travaux, et la seconde partie présente les publications et les projets de publications scientifiques issus de ce travail. La synthèse générale de cette étude est divisée en quatre chapitres :

- Le premier chapitre est une synthèse bibliographique qui présente les composites à matrice céramique (composition et comportement), les matériaux utilisés au cours de cette étude (fils et fibres à base de carbure de silicium), le concept de fissuration lente des matériaux céramiques et les précédents travaux traitant de la fissuration sous-critique au sein des CMCs et plus particulièrement des fibres à base de carbure de silicium.
- Le deuxième chapitre présente l'étude de la durée de vie en fatigue statique, aux températures intermédiaires, sous air, de fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S. Ces deux types de fibres sont tout d'abord caractérisés mécaniquement à l'échelle du monofilament et à l'échelle du fil, puis les résultats des essais de fatigue statique sont analysés et exploités afin d'établir des relations empiriques de prévision de la durée de vie.
- Le troisième chapitre présente l'étude de la durée de vie en fatigue statique, aux températures intermédiaires, sous air, de monofilaments Hi-Nicalon. De même, les résultats des essais de fatigue statique sont discutés et analysés. Le modèle théorique de fissuration lente proposé par P. Forio ^[Forio2004] est ensuite rappelé puis amélioré afin de générer des diagrammes SPT (Strength-Probability-Time). Le modèle sera finalement appliqué à l'échelle du fil après identification des relations monofilament-fil.
- Enfin, le quatrième et dernier chapitre de cette synthèse présente un ensemble de résultats cohérents permettant de déterminer les mécanismes physico-chimiques responsables de la fissuration sous-critique, aux températures intermédiaires, des fibres à base de SiC.

PARTIE A :

SYNTHESE

CHAPITRE 1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

1. Les composites à matrices céramiques	11
<i>1.1. Présentation succincte</i>	
<i>1.2. Les fibres à base de carbure de silicium</i>	
2. Les concepts de durée de vie et de fissuration lente	18
<i>2.1. Durée de vie et rupture différée d'un matériau</i>	
<i>2.2. Fissuration sous-critique des matériaux céramiques</i>	
3. Fissuration lente des CMCs et des fibres à base de carbure de silicium	24
<i>2.1. Fissuration lente des CMCs</i>	
<i>2.2. Fissuration lente des fibres à base de SiC</i>	

CHAPITRE 1

Ce premier chapitre présente les matériaux composites à matrice céramique (CMCs) ainsi que le renfort fibreux à base de carbure de silicium. Le concept de durée de vie, de rupture différée et de fissuration lente est ensuite abordé pour différents matériaux céramiques monolithiques dans un premier temps, puis dans un second temps, les premières études relatives à la fissuration sous-critique des CMCs et des fibres à base de SiC sont évoqués.

1. Les composites à matrices céramiques

1.1. Présentation succincte

Les CMCs ont été développés à partir des années 60 pour remédier à un des points faibles des céramiques monolithiques empêchant leur utilisation dans les structures à haute température : leur faible ténacité. Les CMCs sont constitués d'un renfort fibreux, d'une interphase et d'une matrice. Bien que ses constituants soient intrinsèquement fragiles, les CMCs sont des matériaux tenaces. Cette propriété a priori paradoxale s'explique par le rôle de déviateur de fissure de l'interphase [Naslain1998]. En effet, la déviation des fissures matricielles retarde la rupture du renfort fibreux et confère au matériau un comportement mécanique dit "endommageable".

Les CMCs peuvent être classés en trois catégories : les composites à matrice vitrocéramique, les composites oxydes et les composites non oxydes [Lamon2005]. Les premiers CMCs non oxydes élaborés furent des composites de type C/C (fibres et matrice de carbone). Ceux-ci présentent plusieurs propriétés intéressantes à haute température, mais il est apparu dès 1973 que leur emploi serait limité par leur sensibilité à l'oxydation dès 450°C [Choury1989]. Le remplacement de la matrice C par du SiC fut la première étape en 1977, puis le remplacement des fibres C par des fibres à base de SiC fut la seconde en 1980, conduisant aux composites SiC/SiC [Christin1977], [Héraud1981]. Finalement, des composites de dernière génération de type SiC/(Si-B-C) ont été conçus. Leur matrice qui intègre des composés borés s'oxyde dès 600°C protégeant les fibres en consommant de l'oxygène puis en ralentissant sa progression vers l'intérieur du matériau [Carrère1996] [Lamouroux 1999]. Snecma Propulsion Solide (SPS) est aujourd'hui à la pointe de la technologie de conception des composites à matrice SiC dont les diverses futures applications potentielles sont résumées sur les figures 1 et 2 [Christin2005].

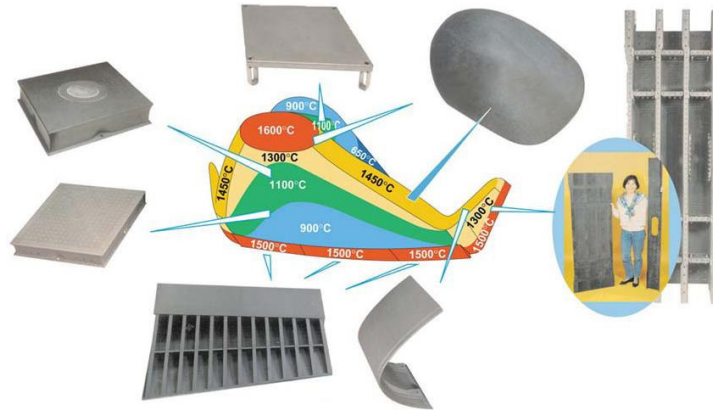


Figure 1 : Composites à matrice SiC pour la protection thermique de la navette Hermès (tuiles, bord d'attaque, ailerons) [Christin2005]

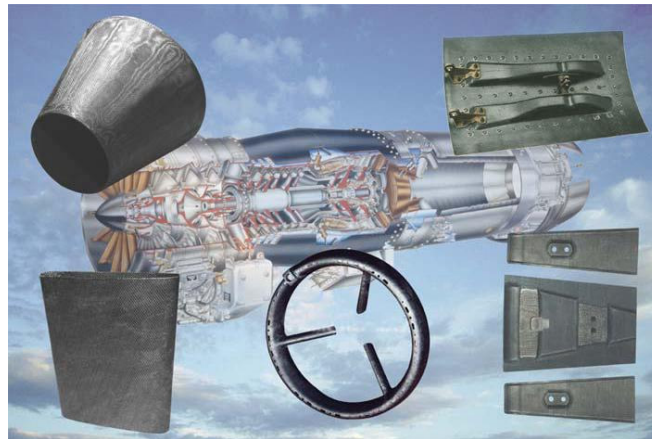


Figure 2 : Composites à matrice SiC pour moteur aéronautique (volets primaires et secondaires, accroche flamme, cône d'échappement) [Christin2005]

Le comportement mécanique des CMCs est déterminé par des modes d'endommagement et de rupture qui suivent un ordre bien établi, imposé par la structure du matériau [Lamon2005].

La figure 3 présente la courbe de comportement en traction d'un composite SiC/SiC à température ambiante [Pailler2004]. Nous observons sur cette figure un premier domaine linéaire, correspondant à la déformation élastique du composite, puis un domaine non-linéaire, correspondant à l'endommagement de la matrice, et enfin un dernier domaine à nouveau linéaire correspondant à la déformation élastique des fils. Les CMCs sont ainsi capables de s'endommager sans rompre.

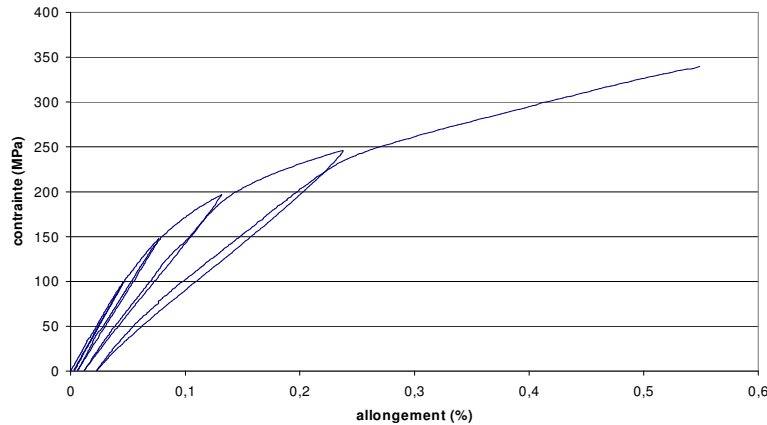


Figure 3 : *Comportement en traction d'un composite SiC/SiC à température ambiante* [Pailler2004]

Le domaine non linéaire de la courbe de comportement résulte de fissures transversales qui se forment dans la matrice au fur et à mesure que l'effort croît. Après saturation de ce processus de multifissuration matricielle, les déformations du composite sont imposées par les fibres orientées parallèlement à la direction de traction. En définitive, la rupture ultime du composite se produit une fois que les fils supportent la totalité des efforts [Lamon2001], [Lamon2005]. La rupture d'un fil se produit après rupture d'un nombre critique de monofilaments au sein du fil [Calard2004]. Pour les fils SiC Nicalon NL 202 considérés seul, cette valeur critique représente environ 17 % du nombre total de monofilaments [Lissart1994a].

Le comportement mécanique de type élastique - endommageable des CMCs justifie donc l'approche multi-échelle de ces travaux de thèse.

1.2. Les fibres à base de carbure de silicium

Les premières fibres SiC, fabriquées par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) sur un filament en carbone ou tungstène (Textron, SCS-X) constituaient principalement le renfort des composites à matrices métalliques. Cependant, leur diamètre conséquent ($> 50 \mu\text{m}$) entraîne des difficultés de tissage et limite encore aujourd'hui leur utilisation. L'apparition dans les années 70 de fibres en carbure de silicium de faible diamètre ($10\text{-}20 \mu\text{m}$) a constitué un des facteurs clés de l'essor des composites SiC/SiC, en offrant notamment une grande flexibilité pour le tissage [Lamicq1986].

Les premières fibres à base de SiC de faible diamètre (10-20 μm) furent développées par Yajima et al. dans les années 70 par pyrolyse d'un précurseur organosilicié [Yajima1976a-b]. Ces fibres furent commercialisées sous le nom de Nicalon par la société Nippon Carbon (Japon). Le procédé d'élaboration comporte trois étapes principales : le **filage** du polycarbosilane (PCS) fondu à 300°C sous atmosphère inerte conduisant à une fibre organométallique, la **réticulation** par oxydation ménagée en vue de la rendre fusible et la **pyrolyse** aux environs de 1100°C-1300°C en atmosphère inerte conduisant à la fibre céramique finale.

Cette fibre synthétisée à partir d'un polycarbosilane possède des grains SiC- β de faible taille (de 1 nm à 5 nm pour la fibre Nicalon NLM 202). Elle contient environ 12% en masse d'oxygène. Les atomes d'oxygène forment une phase amorphe d'oxycarbure de silicium SiO_{1.15}C_{0.85} et du carbone libre est observé sous la forme d'USB (Unité Structurale de Base) hydrogénées et noyées dans cet oxycarbure de silicium [Laffon1989], [Lecoustumer1993], [Chollon1995]. Le taux de carbone libre est élevé (environ 15% atomique). Cette fibre est instable thermodynamiquement, la phase amorphe Si-C-O se décompose en SiO(g) et CO(g) pour des températures supérieures à 1100°C-1200°C [Bouillon1991]. Afin d'améliorer la stabilité thermique de cette fibre, la fibre Hi-Nicalon a ensuite été développée (fibre de 2^{ème} génération).

Cette fibre contient un faible taux d'oxygène (0,7 à 1% atomique) mais une quantité importante de carbone libre (17,1% atomique) [Chollon1995]. La taille des cristallites est supérieure à celle de la fibre Nicalon (de 2 à 20 nm). Le carbone libre est de type turbostratique, constitué d'empilements de 5 à 8 couches aromatiques disposés à plat sur la surface des grains de SiC. L'analyse de la surface de la fibre montre qu'elle possède une fine couche d'environ 15 nm d'épaisseur enrichie en oxygène et en carbone. La procédure d'élaboration est semblable à celle de la fibre Nicalon si ce n'est la réticulation qui est réalisée par bombardement électronique sous atmosphère exempte d'oxygène. L'excès de carbone dans la fibre Hi-Nicalon la rend sensible à l'oxydation et au fluage.

Des fibres de troisième génération, Hi-Nicalon S, ont finalement été réalisées dans le but d'obtenir des fibres quasi stoechiométriques, résistant au fluage. La taille des cristallites est supérieure à celle de la fibre Hi-Nicalon (de 50 à 150 nm), et la quantité de carbone libre est très faible (environ 3% atomique).

De légères modifications du précurseur (par apport de titane, zirconium, aluminium ou bore) ont conduit aux fibres de première génération (Tyranno M, E, ... ZMI) de chez UBE Industries (Japon), puis à celle de deuxième (Tyranno ZE) et troisième génération (Tyranno SA1-3) et, en parallèle, à la Sylramic de chez Dow Corning (Etats-Unis) [Pailler2005].

Le schéma de la figure 4 résume les procédés d'élaboration de ces différentes fibres et le tableau 1 rassemble les caractéristiques des principales fibres à base de SiC.

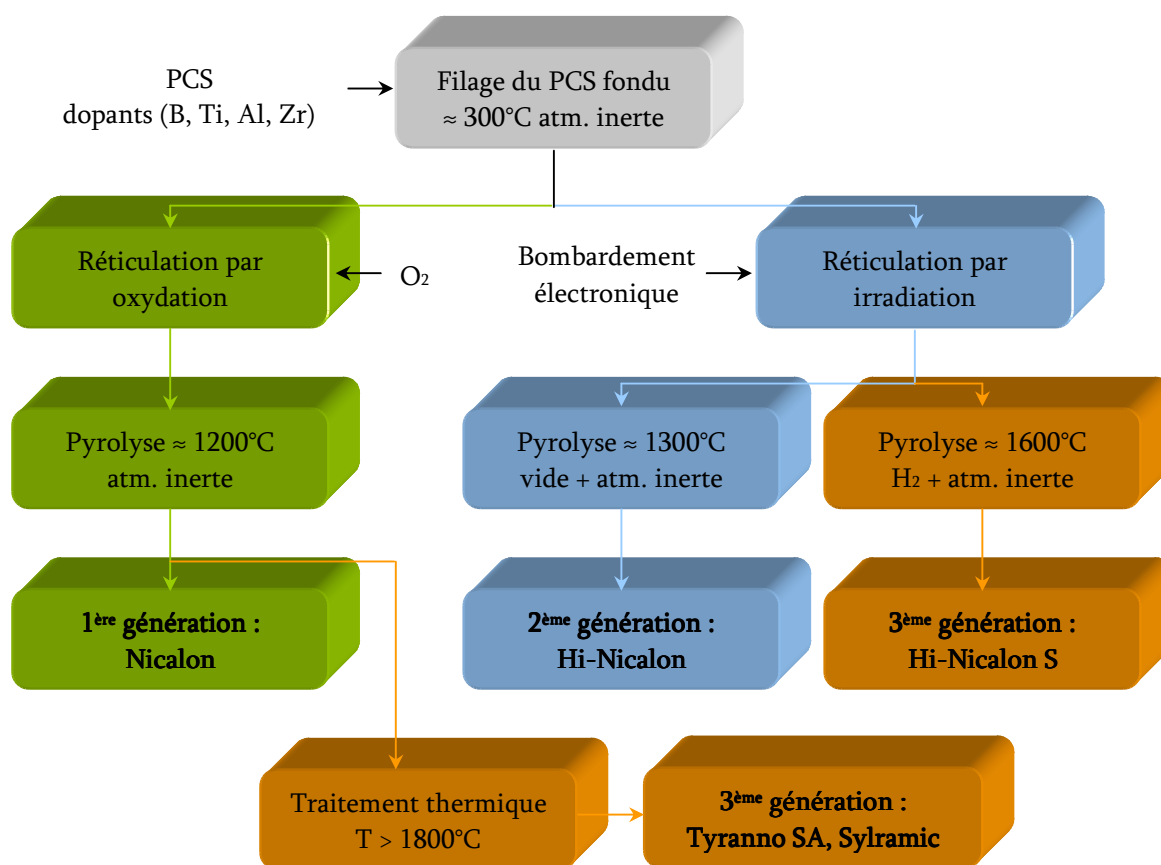


Figure 4 : Procédés d'élaboration des principales fibres à base de carbure de silicium

Pour de plus amples informations sur l'histoire et l'évolution des CMCs, les ouvrages suivants sont recommandés : [Naslain1985], [Handbook1995], [Handbook2005], [CMCs2005a], [CMCs2005b].

Enfin, pour terminer cette présentation des CMCs et des fibres à base de carbure de silicium, une image de la fibre Hi-Nicalon (fibre référence de cette étude) obtenue en microscopie électronique à transmission (MET) en haute résolution est présentée sur la figure 5. Les deux principales phases de cette fibre sont clairement discernables : les grains de SiC- β et le carbone libre.

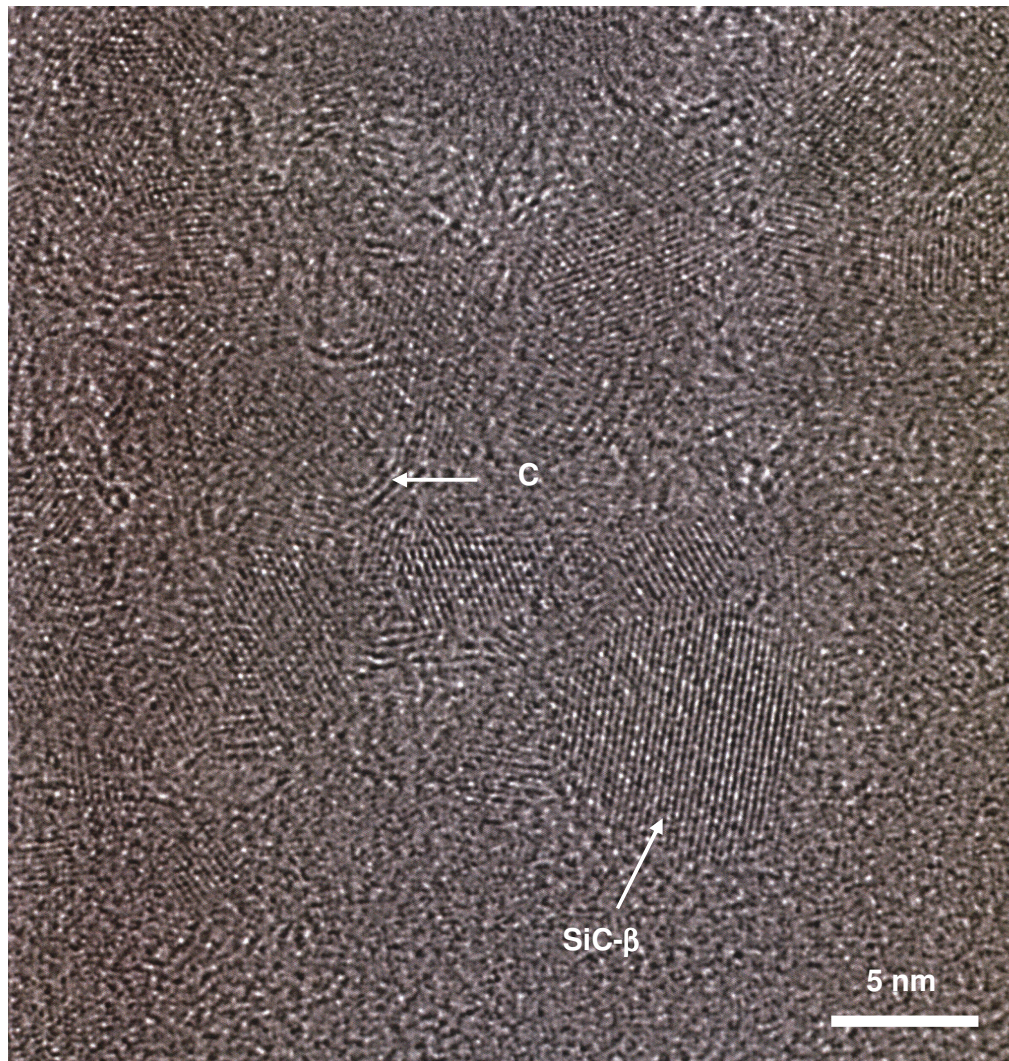


Figure 5 : Image MET en haute résolution d'une fibre de type Hi-Nicalon

	Nippon Carbon Co., Japon			Ube Industries Ltd, Japon		Dow Corning Co., E.U	Carborundum Co., E.U
	<i>Gg-Nicalon</i>	<i>Hi-Nicalon</i>	<i>Hi-Nicalon S</i>	<i>Tyranno SA</i>	<i>Sylramic</i>	<i>Carborundum</i>	
Diamètre (µm)	14 ^c 2,55 ^c	14 ^a 2,74 ^a	13 ^a 3,0 ^a	10 ^{a,g} 3,02 ^{a,g}	10,4 ^a 3,06 ^a	30 ^a 3,15 ⁱ	
Densité	2,8 ^c	2,8 ^a	2,5 ^a	2,84 ^a	2,9 ^a	1,25 ^a	
Contrainte à rupture (GPa)	220 ^c	270 ^a	408 ^a	303 ^a	372 ^a	420 ^j	
Module d'Young (GPa)				420 ^g , 390-420 ^j			
εr (%)	1,4 ^c	1,04 ^a	0,63 ^a	0,94 ^a , 0,7 ^g	0,78 ^a	0,4 ^j	
Résistivité (Ω.cm)	10 ³ -10 ⁴ ^g	1,4 ^g	0,1 ^g	0,15 ⁱ	1 ⁱ		
Dilatation thermique (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	3,2 ^g (25-500°C) 3,1-3,2 ⁱ (25°C)	3,5 ^g (25-500°C) 3,3-3,5 ⁱ (25°C)	700 ⁱ (à 25°C) 1150 ⁱ (à 500°C)		5,4 ^g (20-1320°C) 4,0-5,4 ⁱ (25°C)	4,5 ^j	
Capacité thermique (J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹)	710 ⁱ (à 25°C) 1170 ⁱ (à 500°C)	670 ⁱ (à 25°C) 1170 ⁱ (à 500°C)	1150 ⁱ (à 500°C)		613-753 ⁱ (à 50°C)		
Conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	2,97 ^g (25°C) 2,2 ^g (500°C)	7,77 ^g (25°C) 10,1 ^g (500°C)	18,4 ^g (25°C) 16,3 ^g (500°C)	64,6 ^g	40-46 ^f 40-45 ^g		
Taille des grains de SiC (nm)	2,0 ^{c,d} ~3 ^e	4,0 ^c 5,0 ^d , 5-10 ^h	> 100 ^e 50 ^h	~200 ^h	85 ^c 100-200 ^h	2000 ^m	
Composition chimique (%m / %at)							
Si	56,6 ^b	62,4/41,6 ^a 63,7 ^b	68,9/48,7 ^a 68,9 ^b	67,8/47,3-47,9 ^a	66,6/46,7 ^a 66,6 ^b		
C	31,7 ^b	37,1/57,8 ^a 35,8 ^b	30,9/51,0 ^a 30,9 ^b	31,3/50,9-51,7 ^a	28,5/46,7 ^a 28,5 ^b		
O	11,7 ^b	0,5/0,6 ^a 0,5 ^b	0,2/0,2 ^a 0,2 ^b	0,3/0,4 ^a	0,8/1,0 ^a 0,8 ^b		
Al		-	-	≤2,0/1,4 ^a	-		
Ti		-	-	-	2,1/0,9 ^a 2,1 ^b		
B		-	-	-	2,3/4,2 ^a 2,3 ^b	Trace ⁱ	
N		-	-	-	0,4/0,6 ^a 0,4 ^b		
C/Si (% atomique)	1,3 ^c	1,38 ^a	1,04 ^a	1,08 ^a (surface), 1,34 ^a (cœur)	1,05 ^a (surface), 1,14 ^a (cœur)	1,01 ^a , 1,0 ⁱ	

^a : [Dong2001]
^f : [Jones2000]
^k : [Ichikawa2000]

^b : [Osborne1998]
^g : [Hasegawa2000]
^l : [Sander2004]

^c : [Youngblood1998a]
^h : [Bunsel12000]
^m : [Morscher1995]

^d : [Henagert1998]
ⁱ : [Newsome1997]

^e : [Snead2000]
^j : [Nashin2003]

Tableau 1 : Caractéristiques des principales fibres à base de SiC

2. Les concepts de durée de vie et de fissuration lente

2.1. Durée de vie et rupture différée d'un matériau fragile

La durée de vie d'un système (mécanique, électrique...) est le temps d'utilisation jusqu'à ce que ce système ne remplisse plus sa fonction. La rupture correspond donc à une limite supérieure de la durée de vie. Dans le cadre de ces travaux de thèse portant sur les fibres à base de SiC, la durée de vie correspondra à la rupture complète.

Lorsqu'un matériau est soumis à des contraintes inférieures à sa contrainte à rupture, il subit un endommagement qui n'entraîne pas sa ruine. La rupture différée se produit si des mécanismes de propagation de fissures sont favorisés par des agents extérieurs (effet de l'environnement).

Par exemple, le point faible des composites à matrice SiC est la sensibilité à l'oxydation, notamment celle de l'interphase de carbone [Filipuzzi1994]. En effet lors de sollicitations thermomécaniques au dessus de la limite élastique, la matrice se fissure et les gaz oxydants présents dans l'atmosphère (essentiellement O₂ et H₂O) pénètrent à l'intérieur du matériau. Ces gaz s'attaquent tout d'abord à l'interphase. La disparition de celle-ci va entraîner un report de l'effort sur les fibres en causant leur surcharge, puis ces gaz pourront attaquer les fibres et causer finalement la ruine du matériau [Martin2003].

Un autre phénomène responsable de la dégradation et éventuellement de la ruine d'un matériau à haute température est le fluage. Cependant, ce phénomène n'est pas pris en compte dans ces travaux de thèse puisque le fluage des fibres à base de SiC ne se produit qu'à partir de 1200°C environ. De nombreuses études sur le fluage des CMCs et des fibres à base de SiC ont été réalisées mais ne seront pas rappelés dans ce mémoire [Bodet1995], [Hochet1997], [Rugg1999], [Narisawa2001], [Farizy2002].

2.2. Fissuration sous-critique des matériaux céramiques

Dès le début des années 60, de nombreuses équipes de recherche ont démontré que certains matériaux céramiques sont sensibles à un phénomène de croissance lente de fissure ou propagation sous-critique [Charles1962], [Wiederhorn1967], [Evans1974], [Lange1974], [Ritter1978], [Mendiratta1978].

Le terme sous-critique signifie que le facteur d'intensité de contrainte en fond de fissure, K_I , est inférieur à sa valeur critique K_{IC} , caractérisant la ténacité du matériau (ou sa capacité à résister à la propagation brutale de fissures). Cette croissance lente de fissure, précédant la rupture brutale, implique une dépendance temporelle de la résistance à la rupture des matériaux céramiques, et conduit généralement à la rupture différée du matériau. Une publication réalisée en 1996 par Wachtman récapitule les travaux relatifs à la propagation lente de fissure dans les matériaux céramiques [Wachtman1996].

Les premières études relatives à la croissance lente de fissure ont été réalisées à température ambiante sur divers matériaux céramiques (porcelaine, alumine, nitrure de silicium...) et plus particulièrement sur le verre [Wiederhorn1967]. Dans ce cas, le mécanisme responsable de la croissance sous-critique des fissures est la rupture des liaisons interatomiques en front de fissure sous l'action corrosive de molécules d'eau. Le phénomène fut alors baptisé "corrosion sous contrainte".

Les premiers résultats ont été obtenus à partir d'essais sur des éprouvettes classiques pour la mesure du facteur d'intensité de contrainte (éprouvette de flexion entaillée, traction entaillée, double cantilever, double torsion...). L'évolution de la vitesse de propagation d'une fissure V peut être ainsi déterminée en fonction du facteur d'intensité de contrainte K_I (cf. fig. 6a). La fissure progresse sous l'effet du chargement jusqu'à ce que sa taille atteigne sa valeur critique a_c , entraînant la rupture catastrophique du matériau. La longueur de la fissure est reliée au facteur d'intensité de contrainte selon la relation d'Irwin :

$$K_I = \sigma Y \sqrt{a} \quad (1)$$

avec σ la contrainte appliquée (mode I), a la longueur de fissure et Y un facteur géométrique dépendant de la géométrie de la fissure et des dimensions de l'échantillon.

Dans le cas particulier du verre et de l'alumine en atmosphère humide, la variation de la vitesse de fissuration V en fonction du facteur d'intensité de contrainte K_I est divisée en trois zones, schématisées sur le diagramme de la figure 6b :

- dans la région I, la vitesse de propagation de la fissure est une fonction exponentielle de K_I . Le couplage mécano-chimique (contrainte appliquée et réaction chimique) est décrit par la relation empirique :

$$V = \frac{da}{dt} = A_I K_I^n \quad (\text{loi de Paris}) \quad (2)$$

avec n et A_I des constantes dépendant du matériau et de l'environnement,

- dans la région II, la vitesse de propagation de fissure devient limitante, la consommation des réactifs étant plus rapide que leur approvisionnement,
- dans la région III, l'environnement n'influe plus et la fissure se propage brutalement.

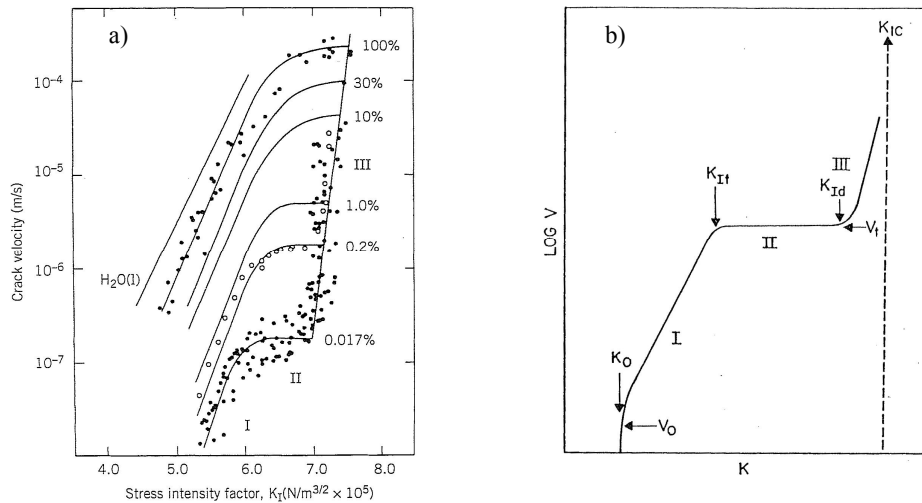


Figure 6 : Variation de la vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte sur un verre [Wiederhorn1967]

Pour les matériaux céramiques, les vitesses de propagation de fissure étant suffisamment élevées à partir de la région II, les calculs de prévision de la durée de vie des matériaux sont généralement basés sur la relation empirique de Paris. C'est de plus une hypothèse conservatrice. L'effet de la température a également été étudié sur le verre par la même équipe de recherche. Comme prévu par la théorie de Charles et Hillig [Charles1962], l'augmentation de la température augmente la vitesse de propagation de fissure (cf. fig. 7).

Cette théorie précise que la propagation de fissure étant contrôlée par la réaction chimique (thermiquement activée) de l'eau sur le verre, elle peut être directement reliée à une énergie d'activation.

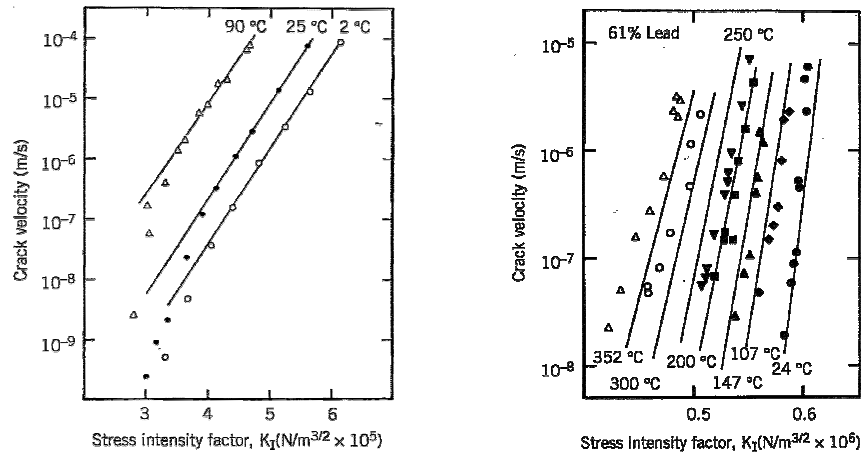


Figure 7 : Effet de la température sur la propagation de fissure de différents verres [Wiederhorn1970], [Wiederhorn1974]

La croissance lente de fissures a également été étudiée sur diverses céramiques monolithiques à différentes températures. Dès 1977, Mc Henry et Tressler [McHenry1977] ont démontré que le carbure de silicium est très sensible au phénomène de fissuration sous-critique aux températures intermédiaires (600°C - 850°C) sous différentes atmosphères (cf. fig. 8). Des mécanismes d'oxydation sont envisagés mais ne sont pas détaillés.

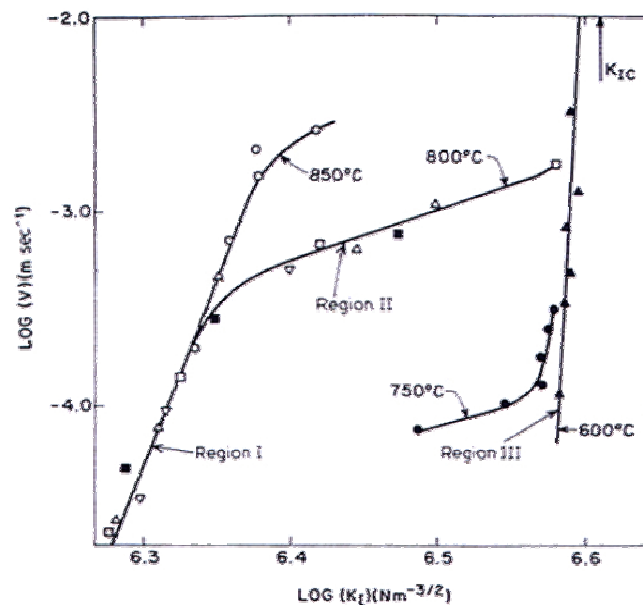


Figure 8 : Vitesse de propagation des fissures au sein du SiC à différentes températures [McHenry1977]

Enfin, la figure 9 présente un certain nombre de résultats obtenus sur différentes céramiques à haute température (1400°C). A cette température, les mécanismes de propagation de fissures sont des mécanismes de glissement aux joints de grains (mécanisme de fluage).

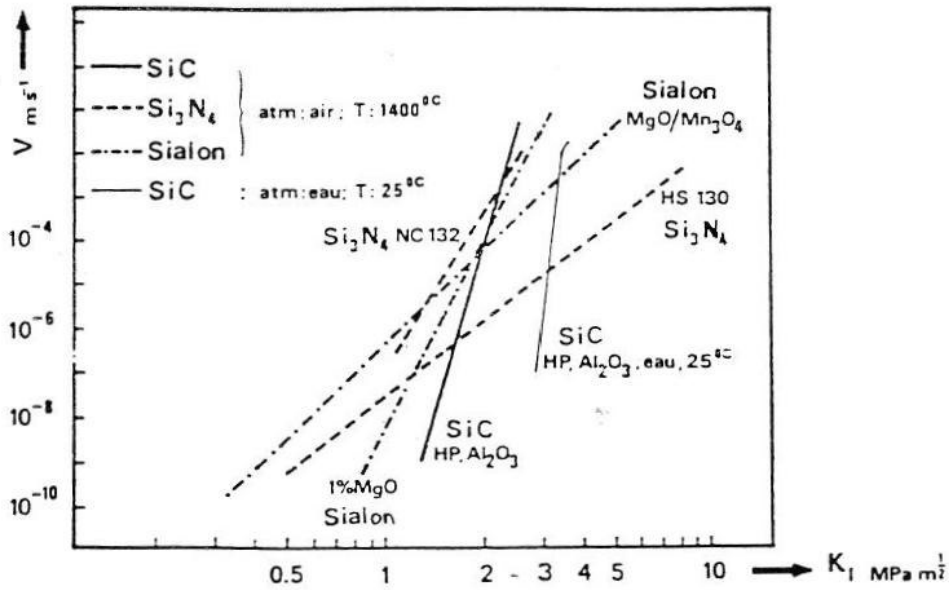


Figure 9: Vitesse de propagation des fissures au sein de différentes céramiques à 1400°C

Lorsque les méthodes directes de mesure de vitesse de propagation de fissure (éprouvettes entaillées) ne peuvent pas être utilisées, ce qui est le cas de notre étude sur matériau fibreux, des méthodes indirectes sont employées. C'est le début des essais de "fatigue statique" ou essais à charge constante. En effet, des diagrammes de durée de vie de matériaux reliant le temps à rupture d'un échantillon en fonction de la charge appliquée furent générés dès le début des années 70 (cf. fig. 10-11), puisque en combinant la loi de Paris (2) et la relation d'Irwin (1) on obtient l'expression du temps à rupture [Wiederhorn1974] :

$$t = 2 K_{Ii}^{2-n} / A_1 \sigma^2 Y^2 (n-2) \quad (3)$$

avec σ la contrainte appliquée et K_{Ii} le facteur d'intensité de contrainte initial qui peut être exprimé en fonction de la contrainte à rupture σ_r et de la ténacité K_{IC} :

$$K_{Ii} = (\sigma / \sigma_r) K_{IC} \quad (4)$$

Soit en définitive :

$$t = 2\sigma^{-n} (K_{IC}/\sigma_r)^{2-n} / A_1 Y^2 (n-2) \quad (5)$$

$$\text{ou encore } t\sigma^n = A \text{ avec } A = 2(K_{IC}/\sigma_r)^{2-n} / A_1 Y^2 (n-2) \quad (6)$$

Le paramètre n peut être ainsi déterminé à partir du tracé en coordonnées logarithmiques du temps à rupture en fonction de la contrainte appliquée (cf. fig. 10-11). C'est un indicateur de la sensibilité du matériau à la fissuration sous-critique. De nombreuses études ont ainsi permis de déterminer des valeurs de n généralement comprises entre 10 et 40 pour différents matériaux céramiques [Evans1974], [Jakus1978], [Ritter1979], [Fett1997].

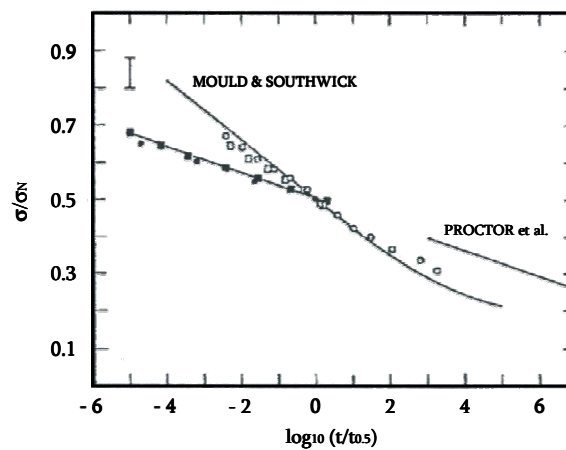


Figure 10 : Courbes de durée de vie après essais de fatigue statique sur différents verres silicatés [Wiederhorn1970]

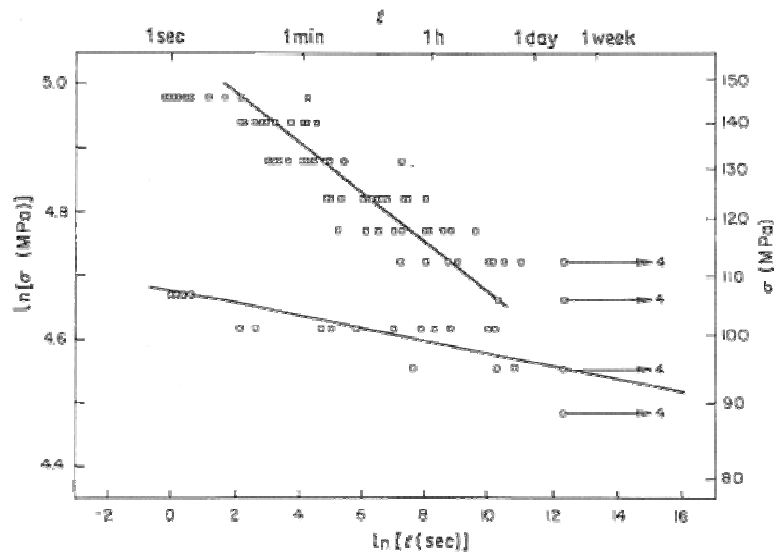


Figure 11 : Courbes de durée de vie après essais de fatigue statique sur différents verres [Baskaran1987]

La notion de ténacité et d'éprouvette entaillée n'ayant pas de sens pour un matériau composite, les premières études relatives à la fissuration lente des CMCs ont été principalement réalisées à partir d'essais de fatigue statique et dynamique. Ces résultats sont résumés dans la dernière partie de ce chapitre.

3. Fissuration lente des CMCs et des fibres à base de carbure de silicium

3.1. Fissuration lente des CMCs

De nombreuses équipes de recherches ont ensuite travaillé à partir des années 90 sur les différents mécanismes de propagation lente de fissure au sein des CMCs. Une équipe de recherche américaine du PNNL (Pacific Northwest National Laboratory) de Richland a réalisé de nombreuses publications concernant la propagation de fissures au sein des CMCs depuis une dizaine d'année [Jones1995], [Lewinsohn1996], [Henager2001a-b], pour finalement aboutir en 2005 [Jones2005] à une représentation graphique des mécanismes de propagation de défauts prédominants dans un composite SiC/SiC à interphase de pyrocarbone en fonction de la température et de la concentration d'O₂ (cf. fig. 12).

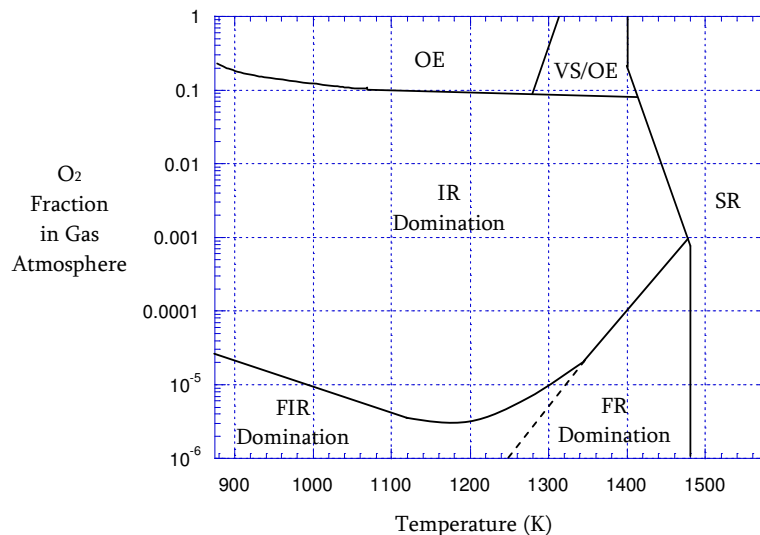


Figure 12 : Représentation des mécanismes de propagation de défauts prédominants dans un composite SiC/SiC en fonction de la température et de la concentration d'O₂ [Jones2005]

Ces études ont été réalisées pour des températures supérieures à 873°K (600°C). La prédominance d'un mécanisme par rapport à un autre est déterminée par comparaison de leurs énergies d'activation. Les mesures de propagation de fissure ont été effectuées in-situ, à haute température, sous différentes atmosphères. Les mécanismes représentés sur le graphe de la figure 12 sont :

- le fluage des fibres (FR, Fiber Relaxation)
- le fluage sous irradiation (flux de neutrons, FIR, Fiber Irradiation)
- l'oxydation du pyrocarbone (IR, interphase removal)
- l'oxydation des fibres et le glissement de la phase oxide (OE/VS, Oxidation Embrittlement/Viscous Sliding)
- l'oxydation des fibres à plus hautes températures entraînant leur rupture (SR, Stress Rupture)

Il est important de noter que seuls les mécanismes de fluage et d'oxydation classique des fibres ont été considérés dans cette approche macroscopique. Ainsi les mécanismes de propagation lente de fissure au sein des fibres ne sont pas évoqués dans ces travaux même s'ils sont comme nous le verrons prédominants dans la gamme de température et de concentration étudiée (20 % O₂, T = 500°C - 800°C)

3.2. Fissuration lente des fibres à base de SiC

La fissuration sous-critique au sein des fibres a tout d'abord été étudiée par Rugg et al. en 1994 ^[Rugg1994] sur des fibres de SiC- α frittées (Carborundum). Des essais de fatigue statique et dynamique réalisés à 1400°C ont permis de mettre en évidence le phénomène. Des valeurs de n comprises entre 12 et 16 ont été obtenues (cf. fig. 13). A cette température, la propagation des défauts est alors associée aux mécanismes de fluage des fibres.

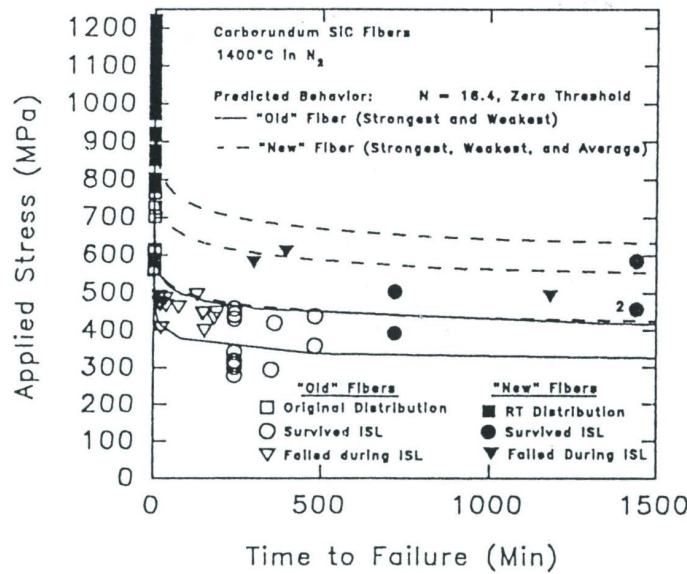


Figure 13 : Durée de vie en fatigue statique de fibre SiC- α Carborundum à 1400°C [Rugg1994]

C'est en 1996 que Yun et al. [Yun1996a] suggèrent à partir d'essais de fatigue statique réalisés de 900°C à 1400°C sur fibres Hi-Nicalon que des mécanismes différents du fluage, à plus basse température, entraînent la propagation lente de défauts préexistants. Des mécanismes d'oxydation (notamment du carbone libre) sont alors pressentis mais ne sont pas explorés [Yun1996b]. Ces résultats sont représentés sur la figure 14 par un diagramme d'activation thermique de la contrainte à rupture [DiCarlo1998] (ou diagramme de Larson-Miller [Larson1952]).

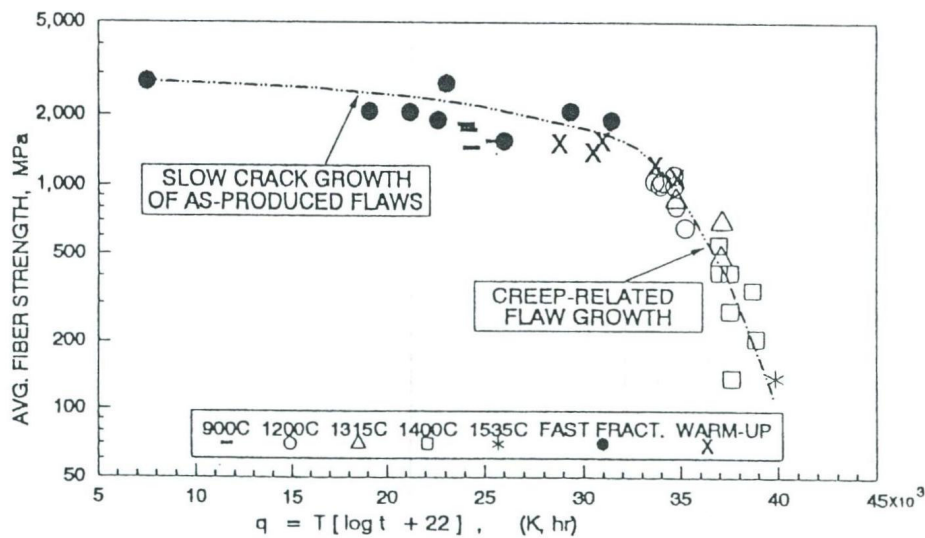


Figure 14 : Diagramme d'activation thermique de la contrainte à rupture des fibres Hi-Nicalon sous air [DiCarlo1998]

C'est ensuite à partir des années 2000 que la fissuration sous-critique des fibres Nicalon puis Hi-Nicalon a été étudiée en fatigue statique, sous air, à des températures inférieures à 900°C. Les premiers résultats ont été obtenus par S. Bertrand à partir d'essais de fatigue statique sur des fils de type Nicalon, Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S à 700°C [Bertrand1998]. Ces résultats sont résumés sur la figure 15.

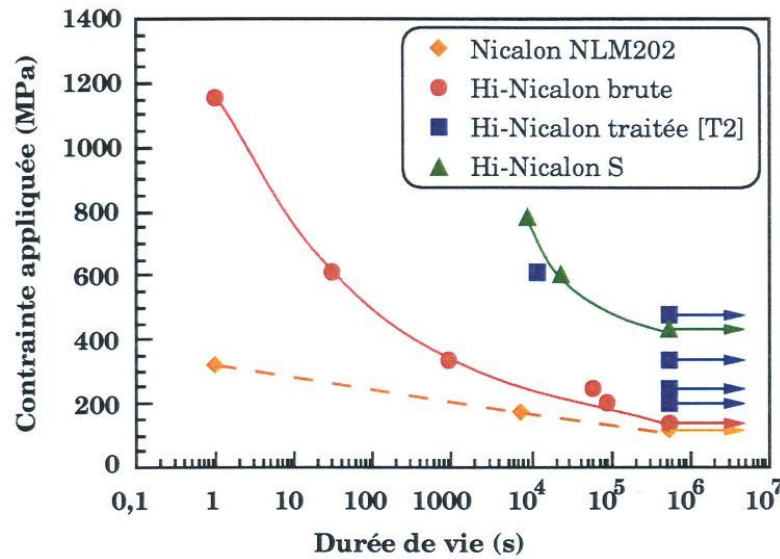


Figure 15 : Durée de vie de différents fils de fibres à base de SiC obtenue à partir d'essais de fatigue statique à 700°C [Bertrand1998]

Ces résultats indiquent bien que ces fibres sont sensibles à un phénomène de rupture différée puisque la rupture se produit à des niveaux de contrainte inférieurs à leur contrainte à rupture. De plus ils permettent de hiérarchiser ces trois types de fibres en terme de résistance à la fissuration lente : Hi-Nicalon S > Hi-Nicalon > Nicalon. Pour expliquer cette hiérarchisation, S. Bertrand suggère également que le mécanisme associé à la fissuration lente est un mécanisme d'oxydation du carbone libre présent au sein de ces fibres. Il est important de noter que ces essais ont été réalisés à l'échelle du fil qui est constitué de 500 fibres unitaires (ou monofilaments).

P. Forio et F. Lavaire ont également réalisé des essais de fatigue statique sur des fils de type Nicalon à 600°C et 700°C [Lavaire1999], [Forio2004]. Ces essais présentés sur la figure 16 sont en accord avec la loi de fissuration lente proposée par Wiederhorn (6) $t\sigma^n = A$. Les valeurs des paramètres A et n sont reportées dans le tableau 2.

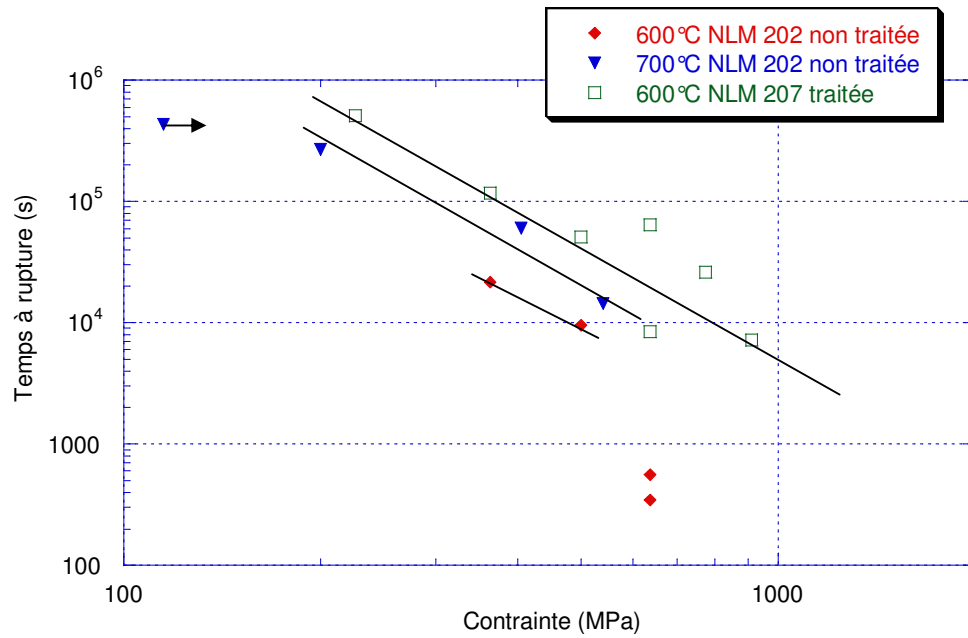


Figure 16 : Durée de vie de fils SiC Nicalon obtenue à partir d'essais de fatigue statique à 600°C et 700°C [Lavaire1999], [Forio2000a]

Il n'est pas possible de conclure sur l'influence de la température aux vues de ces résultats.

Fibres	Température (C°)	A (Pa ⁿ .s)	n
Nicalon NLM 207 traitées	600	$1,69 \cdot 10^{29}$	2,81
Nicalon NLM 202 non traitées	600	$2,1 \cdot 10^{26}$	2,56
Nicalon NLM 202 non traitées	700	$3,95 \cdot 10^{28}$	2,78

Tableau 2 : Paramètres de la loi $t\sigma^n = A$ de fils SiC Nicalon après essais de fatigue statique à 600°C et 700°C [Lavaire1999], [Forio2004]

Il est important de noter que les résultats de S. Bertrand et de F. Lavaire obtenus sur fils Nicalon NLM 202 à 700°C ne sont pas similaires (cf. fig. 17). La reproductibilité des essais de fatigue réalisés peut ainsi être mise en doute. Enfin, de manière générale, un seul essai a été réalisé pour un niveau de contrainte donné, la sensibilité du phénomène n'a donc pas été étudiée.

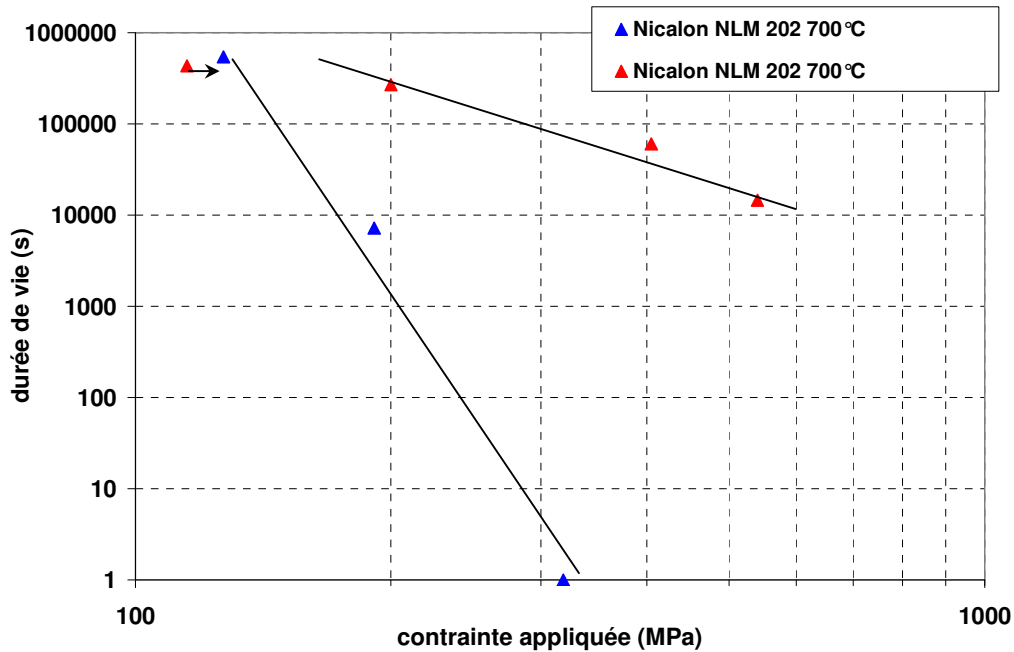


Figure 17 : Comparaison des résultats de fatigue statique sur fils Nicalon NLM 202 à 700°C
[Lavaire1999], [Bertrand1998]

Finalement, le phénomène de fissuration lente au sein des fils Nicalon est mis en évidence par l'observation en microscopie électronique à balayage des faciès de rupture [Lavaire1999] [Forio2004]. La présence de fronts successifs indique qu'une fissure a progressé lentement, le facteur d'intensité de contrainte en fond de fissure K_I s'amplifiant jusqu'à sa valeur critique K_{IC} entraînant alors la rupture de la fibre. La micrographie de la figure 18 présente l'évolution de la taille d'un défaut de surface d'une fibre Nicalon.

Enfin, les essais de fatigue statique sur fils SiC les plus récents ont été réalisés par F. Pailler en 2004 [Pailler2004] sur des fils Hi-Nicalon à 600°C. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 19, et comparés aux résultats de S. Bertrand à 700°C.

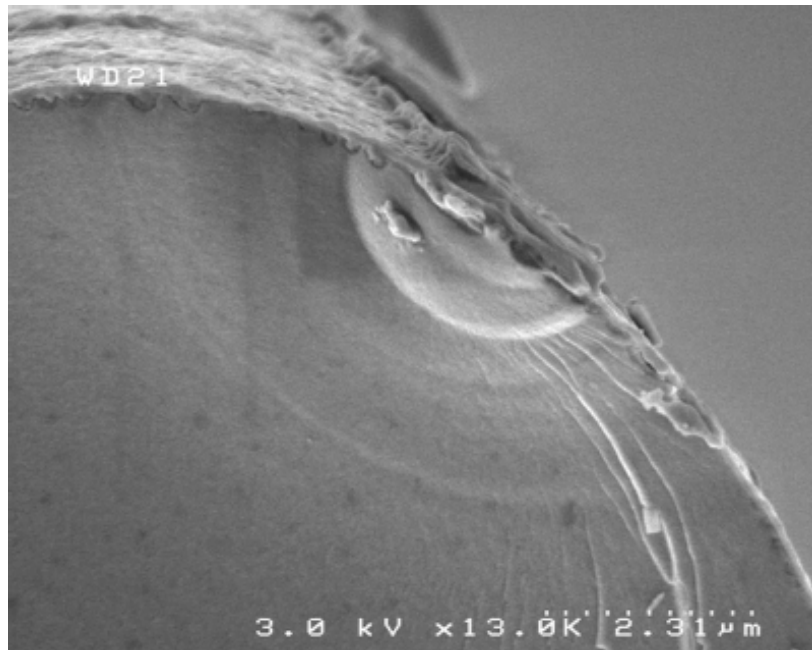


Figure 18 : Micrographie MEB d'une fibre Nicalon NLM 202 après essai de fatigue statique à 700°C. Mise en évidence de la propagation lente d'un défaut [Lavaire1999] [Forio2004]

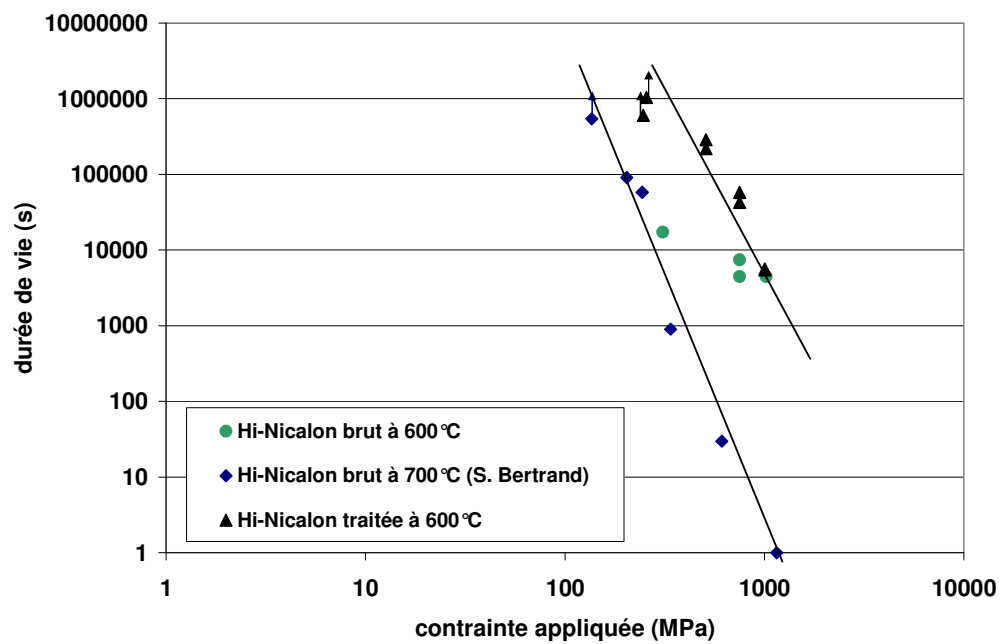


Figure 19 : Durée de vie de fils SiC Hi-Nicalon obtenue à partir d'essais de fatigue statique à 600°C et 700°C [Bertrand1998], [Pailler2004].

La durée de vie semble augmenter lorsque la température diminue. Les paramètres de la loi de fissuration lente (6) $t\sigma^n = A$ associés à ces résultats sont présentés dans le tableau 3.

Fibres	Température (C°)	A (Pa ⁿ .s)	n
Hi-Nicalon [Bertrand1998]	700	$2,78.10^{61}$	6,80
Hi-Nicalon [Pailler2004] traitées	600	$3,87.10^{53}$	5,52

Tableau 3 : Paramètres de la loi $t\sigma^n = A$ de fils SiC Hi-Nicalon après essais de fatigue statique à 600°C et 700°C [Bertrand1998], [Pailler2004]

Les conclusions que nous pouvons tirer de ces différents travaux sont les suivantes :

- La fissuration sous-critique a été mise en évidence sur différents types de fils à base de SiC. Les résultats de fatigue statique sont conformes à la loi de fissuration lente $t\sigma^n = A$ et le paramètre n est généralement < 10 démontrant la grande sensibilité des fils à la fissuration lente.
- Les essais de fatigue statique réalisés ne semblent pas reproductibles.
- La durée de vie semble diminuer lorsque la température augmente.
- La sensibilité des essais n'a pas été étudiée (un seul essai réalisé pour un niveau de contrainte, donc pas de dispersion).
- La fissuration sous-critique a été mise en évidence à l'échelle du fil, mais pas à l'échelle du monofilament. P. Forio a réalisé quelques essais de fatigue statique sur monofilaments à 600°C et il n'a pas observé de rupture différée [Forio2004]. Les interactions inter-fibres et les éventuels pontages par de la silice auraient alors un rôle prépondérant dans l'initiation du phénomène [Yun1996b].

Enfin, un modèle théorique de fissuration lente a été proposé par P. Forio afin de prévoir la durée de vie des fils [Forio2004]. Ce modèle est basé sur la loi phénoménologique de Paris (2). Il intègre également la probabilité de rupture (ou rang) d'un monofilament au sein du fil [Weibull1954], [Lissart1994a], [Lissart1997]. Ce modèle n'est pas présenté dans cette introduction puisqu'il sera détaillé, discuté et amélioré dans le cadre des travaux de thèse présentés dans ce mémoire.

CHAPITRE 2

ETUDE DE LA DURÉE DE VIE EN FATIGUE STATIQUE, A HAUTE TEMPÉRATURE, SOUS AIR, DE FILS SiC HI-NICALON ET HI-NICALONS

1. Procédures expérimentales et moyens d'essais	33
<i>1.1. Essais de traction monotone sur fils à température ambiante</i>	
<i>1.2. Essais de fatigue statique sur fils à haute température</i>	
2. Caractérisation mécanique à température ambiante	37
<i>2.1. Caractérisation des fils et des fibres Hi-Nicalon</i>	
<i>2.2. Caractérisation des fils et des fibres Hi-Nicalon S</i>	
3. Durée de vie de fils sous charge statique à haute température	42
<i>3.1. Diagrammes de durée de vie en fonction de la contrainte appliquée</i>	
<i>3.2. Evolution de la durée de vie en fonction de la température</i>	
<i>3.3. Prévision de la durée de vie moyenne des fils</i>	

CHAPITRE 2

Ce deuxième chapitre présente l'étude de la durée de vie en fatigue statique à l'échelle du fil. Des fils de type Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S sont étudiés. Les caractéristiques mécaniques et statistiques de ces fils sont dans un premier temps déterminées à température ambiante, puis leur durée de vie est évaluée à partir d'essais de fatigue statique. Des diagrammes de durée de vie en fonction de la contrainte appliquée sont ainsi générés. L'influence de la température est également étudiée afin de proposer un premier modèle empirique de prévision de la durée de vie des fils.

1. Procédures expérimentales et moyens d'essais

Les échantillons utilisés sont des fils constitués de 500 monofilaments. Les fils étudiés proviennent d'un seul et unique lot pour chaque type de fibres (Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S). Ces fils sont bruts d'élaboration et n'ont subi aucun traitement thermique ou thermochimique.

1.1. Essais de traction monotone sur fils à température ambiante

Les essais de traction ont été réalisés avec un maximum de précautions puisqu'ils ont pour objectif de déterminer d'une part, le comportement de référence du fil à température ambiante, et d'autre part, les caractéristiques mécaniques et statistiques des fibres.

Les mors utilisés lors de ces essais de traction sont cylindriques, en aluminium, et non évidés (cf. fig. 20), afin de minimiser la déformation liée au système de collage. Les fils sont collés dans ces mors à l'aide d'une colle structurale (3M, 9353 A/B), produit bicomposant thixotrope comprenant une résine époxyde et un durcisseur. Enfin, un gabarit de collage est utilisé afin de centrer les échantillons dans les mors (cf. fig. 20). Les fils sont également pré-tendus sur ce gabarit de collage, avant l'introduction de la colle, à l'aide d'adhésifs classiques et d'une colle à prise rapide de type Loctite.

L'étape de collage des fils dans les tubes non évidés est particulièrement délicate. La colle est en effet introduite par l'arrière des tubes à l'aide d'une seringue. Une procédure spécifique a donc été rédigée pour assurer la reproductibilité de ces essais (MD06-0779).

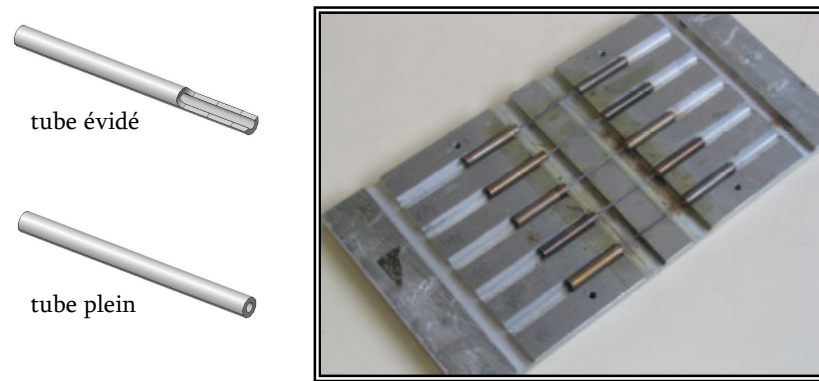


Figure 20 : Mors et gabarit de collage des fils pour les essais de traction

La machine de traction comprend un système de serrage, des mors cylindriques en forme de demi-coquilles (cf. fig. 21), un capteur de force d'une capacité de 500 N ($\pm 0,5$ N), deux capteurs de déplacement pouvant mesurer des déplacements allant jusqu'à 2 mm avec une précision du dixième de micron, et finalement un moteur pas à pas assurant le pilotage de la traverse inférieure mobile (déplacement à vitesse constante). La vitesse choisie pour les essais effectués dans le cadre de ce travail est de $50 \mu\text{m}$ par minute. Les capteurs utilisés pour la mesure de déformation sont des capteurs LVDT dont le principe repose sur la mesure de variation du flux magnétique produit par le déplacement d'un plongeur métallique dans un solénoïde.

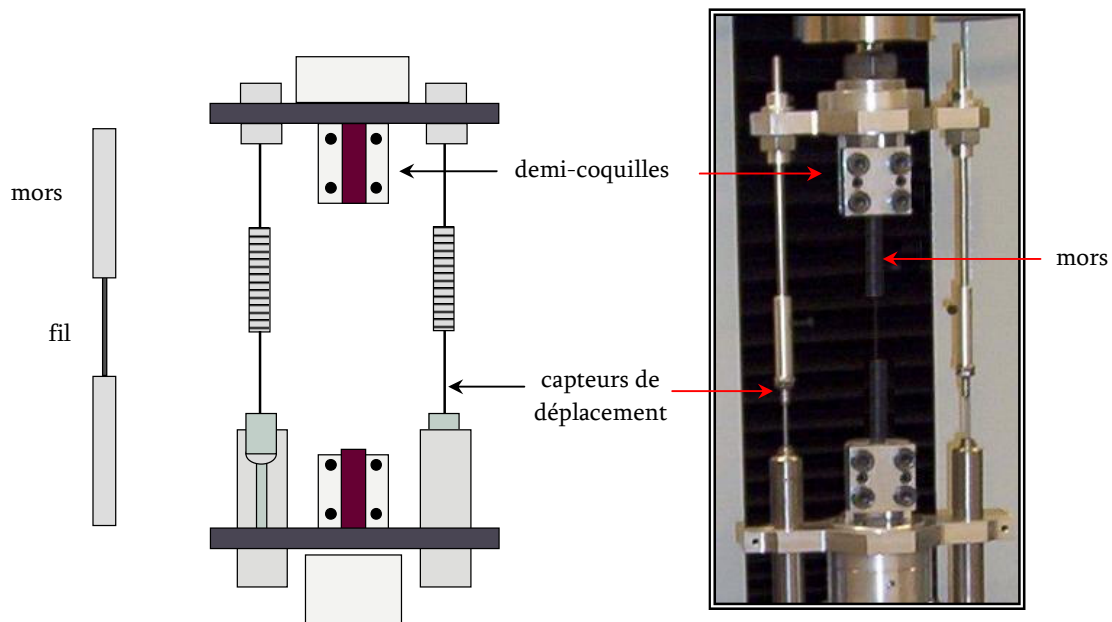


Figure 21 : Machine de traction utilisée pour les essais à température ambiante

La mesure du déplacement de la traverse donne une valeur globale de la déformation. Ainsi, les mesures de déformation tiennent compte non seulement des déformations de l'échantillon mais aussi des déformations de l'ensemble machine + système de collage. Il est donc nécessaire d'estimer cette déformation afin de calculer la déformation réelle de l'échantillon. Pour cela, des essais ont été réalisés à différentes longueurs de jauge (25, 50, 75 et 100 mm) afin d'estimer la complaisance machine selon la norme européenne [ENV 1007-5]. La valeur de la complaisance est de $0,0003 \text{ mm/N} \pm 0,0001$ (cf. fig. 22).

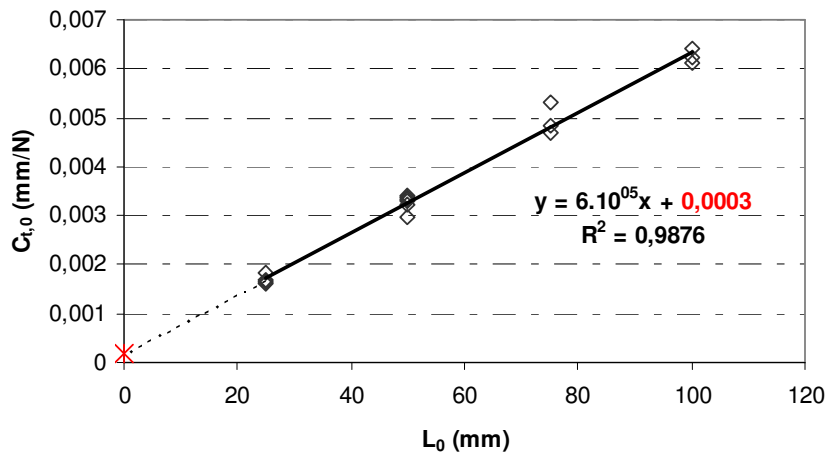


Figure 22 : Détermination de la complaisance machine

La complaisance machine est prise en compte dans l'exploitation des résultats de ces essais de traction selon la procédure décrite dans la norme européenne [ENV 1007-5].

1.2. Essais de fatigue statique sur fils à haute température

Le principe des essais de fatigue statique sur fils est d'appliquer une charge fixe à un fil dans le sens longitudinal. Le résultat de cet essai est la mesure du temps à rupture de l'échantillon ou durée de vie. Contrairement aux essais de fluage, la déformation n'est pas la donnée attendue. Elle n'est donc pas mesurée, ce qui simplifie considérablement la conception des bancs d'essais.

La préparation des éprouvettes d'essais est une opération délicate. Une procédure spécifique a été développée (MD06-0712). Les fils sont collés avec un ciment à base d'alumine (Ceramabond 503 de chez Polytec PI) dans des talons en alumine usinés spécifiquement (diamètre intérieur 3 mm, cf. fig. 23).

Un gabarit de collage est utilisé pour aligner les fils dans les talons en alumine et également pour transporter les échantillons dans le four de cuisson du ciment à base d'alumine (cf. fig. 23). Lors de la préparation des éprouvettes, un système de collage permet d'exercer une faible tension afin d'assurer l'alignement de tous les monofilaments à l'intérieur du fil. Enfin, avant d'appliquer la colle au niveau de l'évidement des talons en alumine, une résine fugitive (de type PMMA + solvant) est appliquée sur les fils au bord des talons afin d'empêcher la diffusion du ciment Ceramabond au sein de l'échantillon (diffusion par capillarité). Cette résine est éliminée au cours des traitements thermiques de cuisson du ciment.

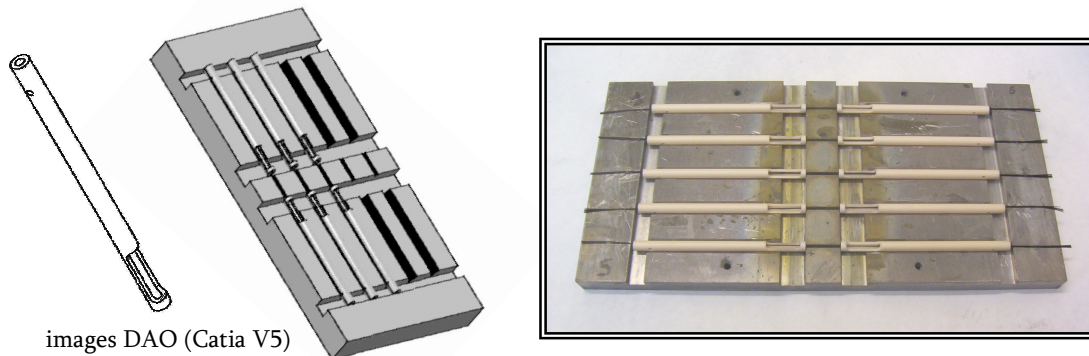


Figure 23 : Talon en alumine et gabarit de collage pour les essais de fatigue statique sur fils

Un banc d'essais comprenant plusieurs fours résistifs a été développé (cf. fig. 24). Les fours ont été dimensionnés afin de garantir une zone de température uniforme minimale de 25 mm, ce qui correspond à la longueur de jauge des échantillons. Des profils thermiques ont été réalisés sur chaque four (sous différentes atmosphères) pour valider leur dimensionnement. La température maximale d'utilisation est de 900°C. A l'intérieur de chaque four, un tube en silice protège les échantillons de la pollution des fours. Ces tubes permettent également de contrôler l'atmosphère (notamment la proportion de dioxygène) par introduction d'un flux gazeux continu (N_2 / O_2).

La chronologie de l'essai est la suivante :

- le fil à tester est introduit à l'intérieur du four,
- le talon supérieur est suspendu au bâti,
- la charge à appliquer est reliée au talon inférieur,
- le four est porté à la température souhaitée,
- la charge est enfin appliquée à l'aide d'un support élévateur.

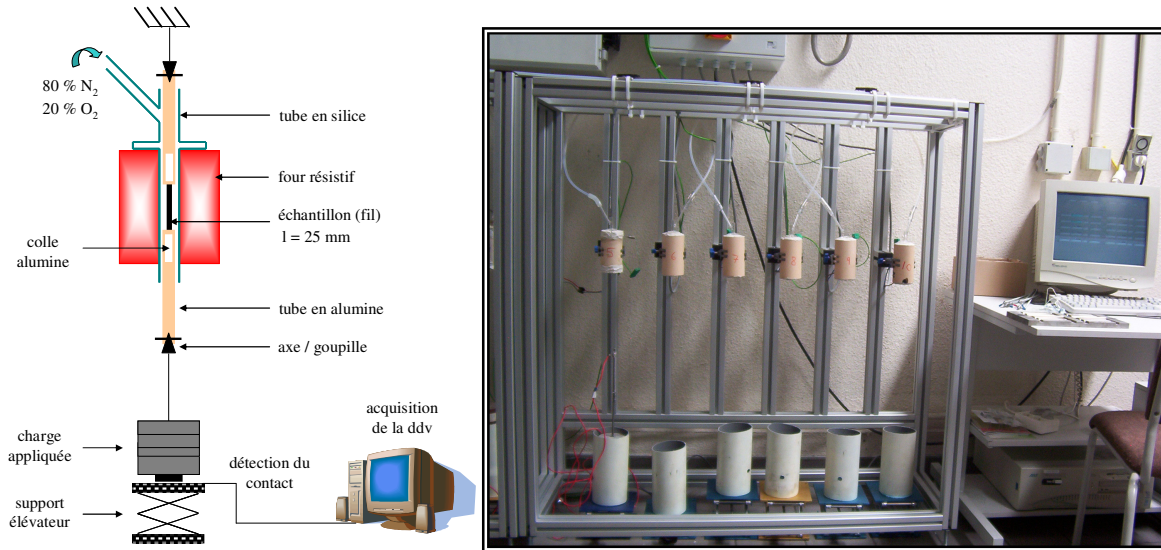


Figure 24 : Banc d'essais de fatigue statique sur fils à haute température

Un dispositif électronique déclenche un chronomètre lorsque la charge appliquée n'est plus en contact avec son support, ce chronomètre s'arrête lorsque le contact est rétabli (rupture de l'échantillon). La contrainte appliquée sur les fils lors des essais est estimée par la formule suivante, après avoir pesé et mesuré chaque échantillon :

$$\sigma = \frac{c g \rho l N_0}{m [N_0 - N(c)]} \quad (7)$$

avec c la charge appliquée, g l'accélération de la pesanteur, ρ la masse volumique des fibres (mesurée par pycnométrie hélium), l la longueur du fil et m sa masse. N_0 est le nombre initial de fibres non rompues, et $N(c)$ le nombre de fibres rompues lors de l'application de la charge c . Lorsque $c < 70\text{N}$, $N(c) = 0$.

2. Caractérisation mécanique à température ambiante

Les essais de traction sur fils à température ambiante permettent de déterminer les caractéristiques mécaniques des fils et surtout les paramètres statistiques des monofilaments selon la méthode présentée par N. Lissart ^[Lissart1994b] et détaillée dans la norme européenne ^[ENV 1007-5].

Les courbes de comportement obtenues (force - déplacement) doivent présenter une rupture dite "contrôlée" (ruptures successives des monofilaments au sein du fil) afin d'être analysées selon cette méthode (cf. fig. 25).

2.1. Caractérisation des fils et des fibres Hi-Nicalon

Le comportement non linéaire avec rupture contrôlée des fils par ruptures successives des monofilaments est présenté sur la courbe de comportement de la figure 25 pour une longueur de jauge de 75 mm. La rupture des fils est brutale pour tous les essais réalisés avec une longueur de jauge de 25 mm (cf. fig. 25). Les paramètres statistiques des monofilaments n'ont donc pas pu être déterminés pour cette longueur de jauge.

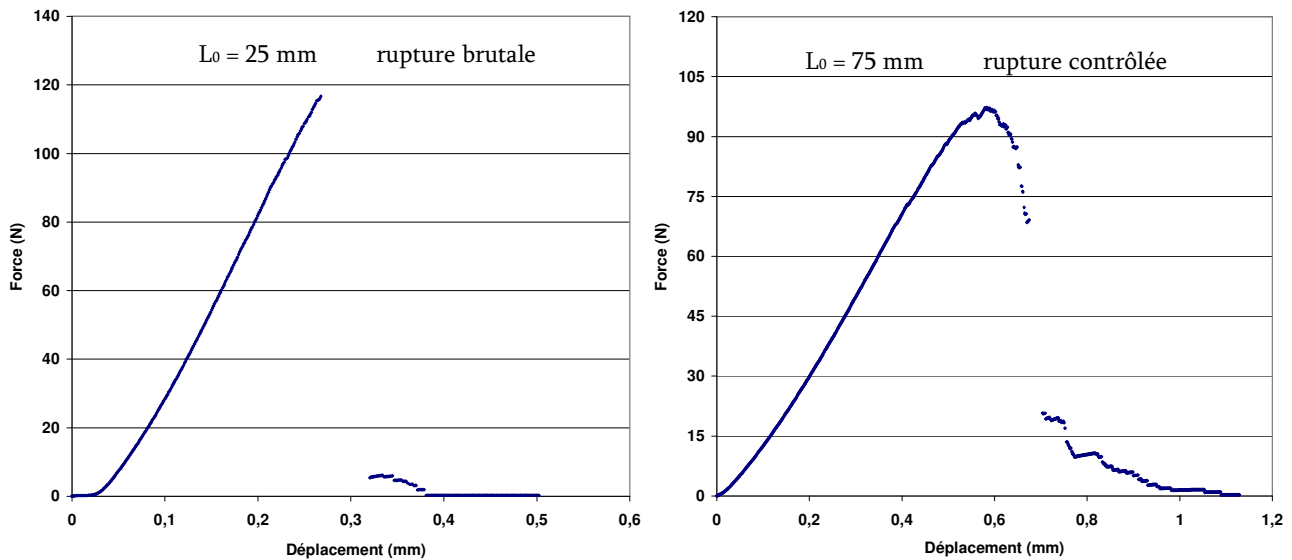


Figure 25 : Courbes de comportement en traction de fils Hi-Nicalon

Les résultats des essais de traction sur fils Hi-Nicalon sont résumés dans le tableau 4. Ces résultats sont la synthèse d'au moins trois essais réalisés pour chaque longueur de jauge.

L_0 (mm)	σ_r (MPa)	E_{fil} (GPa)	α_c	γ	m_f	σ_0 (GPa)
25	1984 ± 50	251 ± 10	$0,126 \pm 0,02$	$0,03 \pm 0,02$	-	-
50	1813 ± 50	220 ± 10	$0,127 \pm 0,02$	$0,14 \pm 0,02$	8,47	3,64
75	1724 ± 50	231 ± 10	$0,113 \pm 0,02$	$0,11 \pm 0,02$	8,62	3,61
100	1656 ± 50	237 ± 10	$0,131 \pm 0,02$	$0,10 \pm 0,02$	9,36	3,29

Tableau 4 : Caractéristiques mécaniques et statistiques des fils et des fibres Hi-Nicalon

La contrainte à rupture $\sigma_{rupture}$ décroît lorsque la longueur de jauge augmente. Ceci est cohérent avec l'augmentation des interactions entre fibres. V. Calard a en effet démontré que la contrainte à rupture d'un fil diminue lorsque les interactions entre fibres augmentent [Calard2004]. La valeur du module d'Young est légèrement inférieure à la valeur théorique mesurée sur monofilaments, $E_{th} = 261$ GPa. Ceci s'explique par le pourcentage γ de fibres rompues avant essai :

$$\gamma = 1 - \frac{E_{fil}}{E_{th}} \quad (8)$$

Les valeurs des paramètres statistiques obtenues sont indépendantes de la longueur de jauge. Les valeurs du module de Weibull obtenues sont en accord avec les valeurs de J. Hurst ($m_f = 7$ à 9 , [Hurst1996]). Des valeurs inférieures ($m_f = 5$ à 7) sont également recensées dans la littérature [Bertrand1998], [Youngblood2001].

Le pourcentage critique de fibres rompues (ou rang du monofilament critique) α_c est de l'ordre de 12-13 %. Il est légèrement inférieur à celui des fils de type Nicalon, de l'ordre de 17 %, selon N. Lissart [Lissart1994a].

Les paramètres statistiques des fibres m_f et σ_{of} permettent de calculer le comportement théorique du fil en traction. La force appliquée au fil F est déterminée en fonction de la distribution des contraintes à rupture des monofilaments selon la relation [Calard2004] :

$$F = (1 - \gamma) A_0 \sigma \exp \left[-L_0 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{of}} \right)^{m_f} \right] \quad (9)$$

avec σ la contrainte, A_0 la section du fil et L_0 la longueur de jauge. La déformation ε est reliée à la force appliquée F selon la relation [ENV 1007-5] :

$$\varepsilon = (\Delta - (F C_t)) / L_0$$

avec Δ le déplacement et C_t la complaisance totale déterminée précédemment.

L'accord entre le comportement théorique et expérimental (cf. fig. 26) permet de valider les paramètres statistiques obtenus.

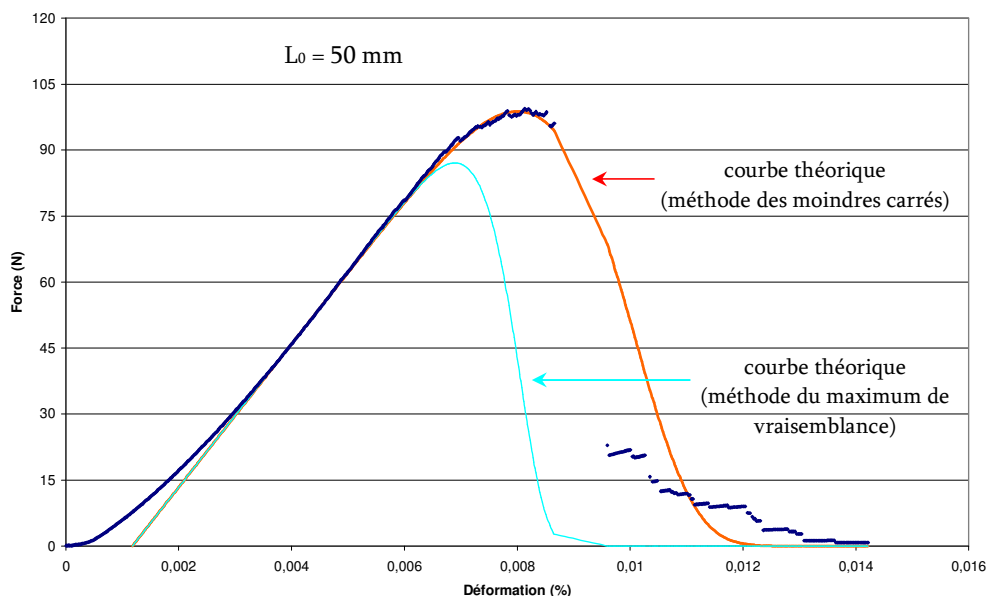


Figure 26 : Comportement en traction théorique et expérimental d'un fil Hi-Nicalon

Enfin, il est important de noter que seule la méthode d'estimation des paramètres statistiques par les moindres carrés est utilisable dans le cas d'essais réalisés sur fils. La méthode du maximum de vraisemblance n'est pas applicable et conduit à des paramètres statistiques erronés et incohérents avec les résultats expérimentaux (cf. fig. 26).

2.2. Caractérisation des fils et des fibres Hi-Nicalon S

Les mêmes analyses ont été réalisées à partir d'essais de traction sur des fils de type Hi-Nicalon S. Les résultats de ces essais sont résumés dans le tableau 5. Ces résultats sont la synthèse d'au moins trois essais réalisés pour chaque longueur de jauge.

L_0 (mm)	σ_r (MPa)	E_{fil} (GPa)	α_c	γ	m_f	σ_0 (GPa)
25	2820 ± 50	350 ± 10	$0,107 \pm 0,02$	$0,17 \pm 0,02$	-	-
50	2776 ± 50	327 ± 10	$0,123 \pm 0,02$	$0,22 \pm 0,02$	7,08	6,15
75	2486 ± 50	340 ± 10	$0,125 \pm 0,02$	$0,19 \pm 0,02$	7,04	6,24

Tableau 5 : Caractéristiques mécaniques et statistiques des fils et des fibres Hi-Nicalon S

Comme pour les fibres de type Hi-Nicalon, les paramètres statistiques des monofilaments n'ont pas pu être déterminés pour $L_0 = 25$ mm. En effet, la rupture des fils est brutale pour tous les essais réalisés avec une longueur de jauge de 25 mm (cf. fig. 27).

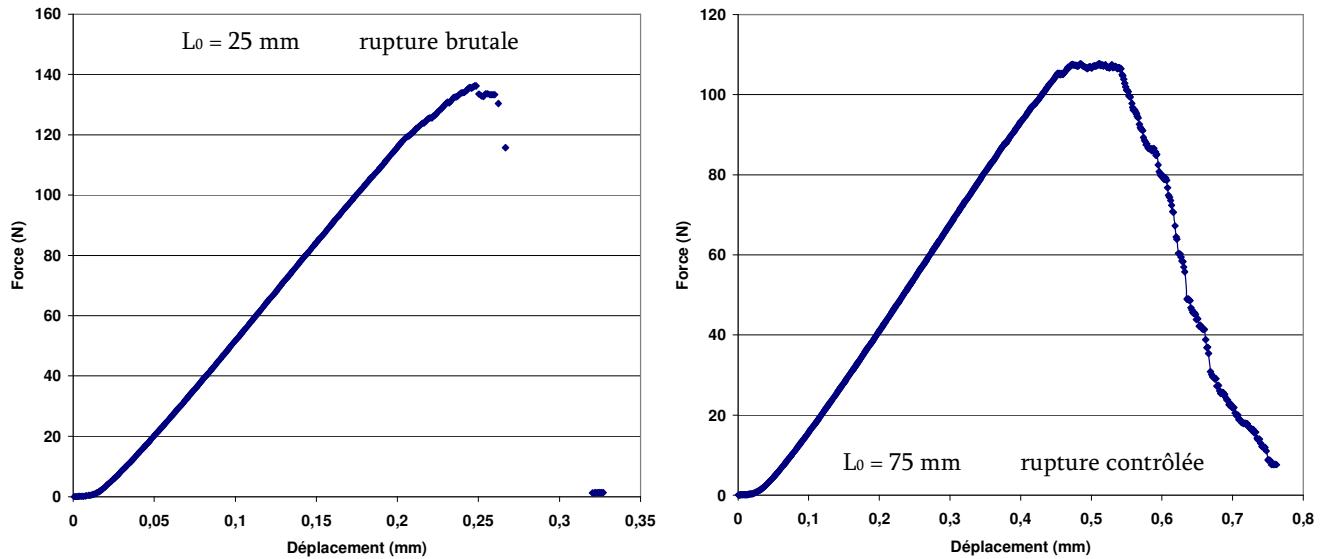


Figure 27 : Courbes de comportement en traction de fils Hi-Nicalon S

Le pourcentage critique de fibres rompues α_c est également de l'ordre de 12-13 %. Le module d'Young des fils est très inférieur à la valeur théorique mesurée sur monofilaments, $E_{th} = 420$ GPa, ce qui explique les fortes valeurs de γ . Enfin, l'accord entre le comportement expérimental et théorique, calculé à partir de l'équation (9), permet de valider les paramètres statistiques obtenus (cf. fig. 28).

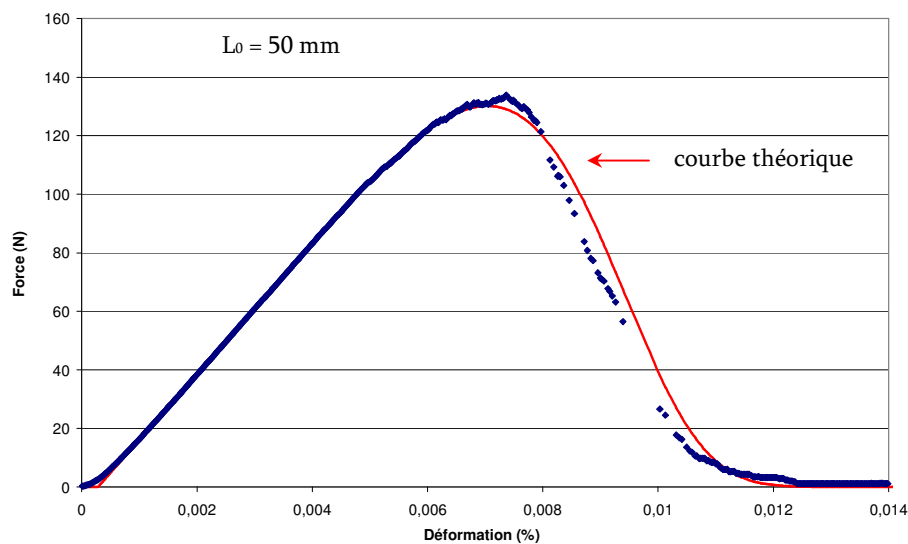


Figure 28 : Comportement en traction théorique et expérimental d'un fil Hi-Nicalon S

Les caractéristiques mécaniques et statistiques des monofilaments et des fils de type Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S à température ambiante sont à présent déterminées. L'étude de la durée de vie de ces fils à haute température en fatigue statique est présentée dans la partie suivante.

3. Durée de vie de fils sous charge statique à haute température

La procédure expérimentale est détaillée dans la partie 1.2. de ce chapitre. Tous les essais sont réalisés sous une atmosphère contrôlée, constituée de 20 % de dioxygène et 80 % de diazote. Dans un premier temps, les essais sont tous réalisés à la même température mais à différents niveaux de contraintes afin d'étudier l'évolution de la durée de vie pour une température donnée. D'après les précédents travaux de fatigue statique sur fils présentés dans le chapitre 1, des lois puissance caractéristiques de la fissuration lente ($t \sigma^n = A$) sont attendues.

3.1. Diagrammes de durée de vie en fonction de la contrainte appliquée

Des diagrammes de durée de vie sont établis pour les fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S à 500°C et 600°C respectivement. Au moins trois essais sont effectués pour chaque niveau de contrainte afin d'évaluer la dispersion des résultats.

Les différents niveaux de contrainte appliquée sont définis en fonction des résultats expérimentaux : la contrainte minimale correspond aux essais dont la durée de vie est supérieure à 1 mois, et la contrainte maximale est atteinte lorsque la durée de vie de tous les essais est nulle (rupture de l'échantillon lors de la mise sous charge).

Les résultats des essais sont regroupés sur les diagrammes de durée de vie des figures 29 et 23 pour les fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S respectivement. Dans les deux cas, le niveau de contrainte maximal correspondant à la rupture instantanée du fil est de 1800 MPa.

La rupture différée de ces deux types de fils est confirmée. Leur durée de vie diminue lorsque la contrainte appliquée augmente. De plus, ces résultats expérimentaux sont en accord avec les lois classiques de fissuration lente de type puissance. Les paramètres de ces lois sont alors déterminés par régression à partir des résultats présentés sur les figures 29 et 30. Ils sont reportés dans le tableau 6.

Les essais interrompus avant rupture (pour des durées de vie généralement supérieure à un mois) sont signalés par des flèches sur les diagrammes de durée de vie.

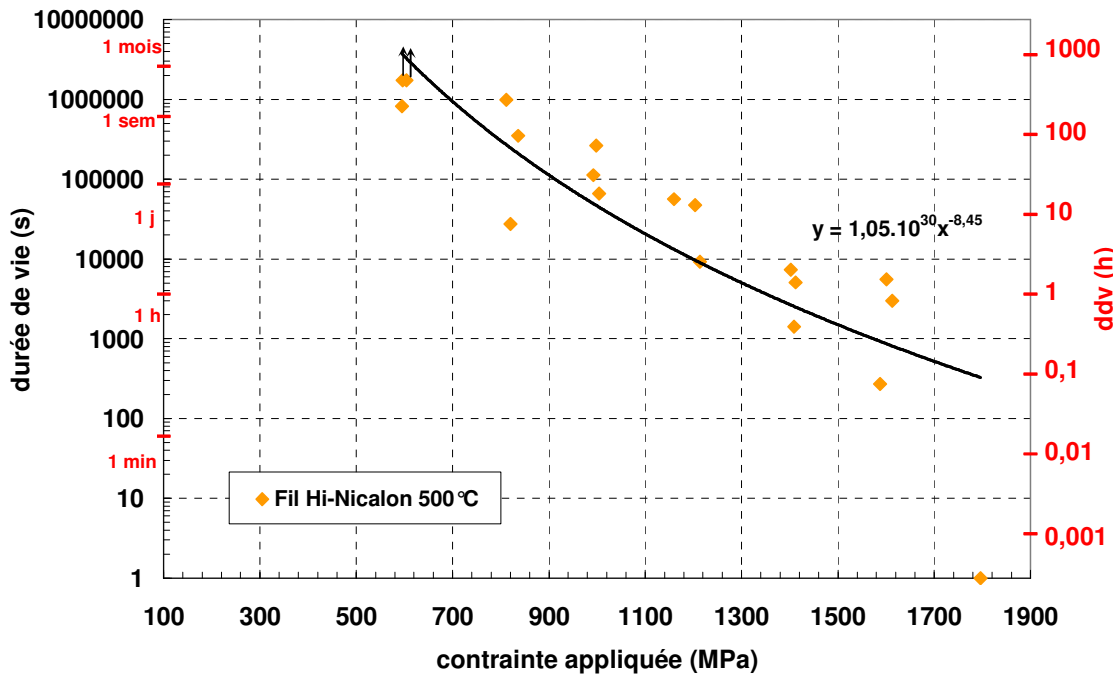


Figure 29 : Diagramme de durée de vie des fils Hi-Nicalon à 500°C

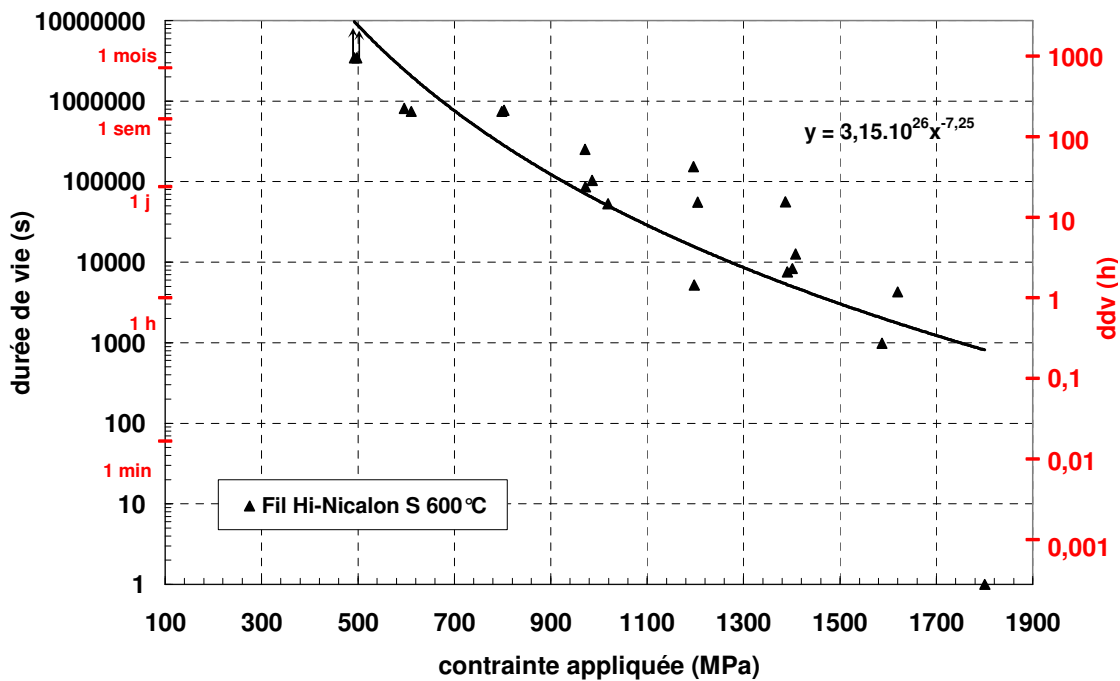


Figure 30 : Diagramme de durée de vie des fils Hi-Nicalon S à 600°C

Type de fils	Température (°C)	A (Pa ⁿ .s)	n
Hi-Nicalon	500	$1,05 \cdot 10^{30}$	8,45
Hi-Nicalon S	600	$3,15 \cdot 10^{26}$	7,25

Tableau 6 : Paramètres A et n de la loi de fissuration lente $t \sigma^n = A$ pour les fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S à 500°C et 600°C respectivement.

Les paramètres A et n présentés dans le tableau 6 sont du même ordre de grandeur que les paramètres déterminés au cours des précédentes études sur différents types de fils à base de SiC (cf. chap. 1). Ils sont cependant plus représentatifs puisqu'ils sont déterminés à partir d'un plus grand nombre de données expérimentales, et notamment trois essais par niveau de contrainte appliquée.

La dispersion observée est caractéristique des matériaux multifilamentaires. V. Calard [Calard1998] [Calard2004] a notamment étudié l'évolution de la densité de distribution des contraintes à rupture à différentes échelles, du monofilament au matériau composite (cf. fig. 31).

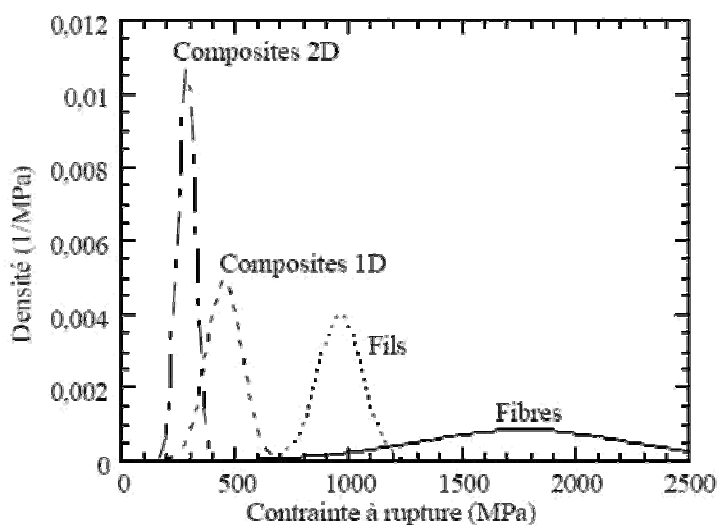


Figure 31 : Densité de distribution des contraintes de rupture de monofilaments, de fils de carbure de silicium (fibres Nicalon NLM 202), de composites SiC/SiC à renfort unidirectionnel (minicomposites) et à renfort tissé [Calard1998].

L'influence de la température sur la durée de vie des fils en fatigue statique est à présent étudiée. Des diagrammes de durée de vie sont générés à des températures supérieures.

3.2. Evolution de la durée de vie en fonction de la température

Des diagrammes de durée de vie sont établies pour les fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S à 800°C. Ils sont présentés sur les figures 32 et 33 et comparés aux résultats obtenus précédemment. L'influence de la température apparaît clairement sur ces schémas : la durée de vie des fils diminue lorsque la température augmente. Ce résultat est également confirmé par un essai réalisé à 350°C pour une contrainte appliquée de 1000 MPa. Cet essai a été interrompu avant rupture au bout de deux mois (cf. fig. 32).

Comme précédemment, la durée de vie diminue bien lorsque la contrainte appliquée augmente, et les résultats expérimentaux à 800°C sont en accord avec les lois classiques de fissuration lente de type puissance. Toutes les lois de fissuration lente obtenues sont regroupées dans le tableau 7.

T (°C)	Fils Hi-Nicalon	Fils Hi-Nicalon S
500	$t.\sigma^{8,45} = 1,05.10^{30}$	
600		$t.\sigma^{7,25} = 3,15.10^{26}$
800	$t.\sigma^{8,34} = 3,36.10^{26}$	$t.\sigma^{7,24} = 3,33.10^{24}$

Tableau 7 : Synthèse des lois de durée de vie expérimentale des fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S à différentes températures

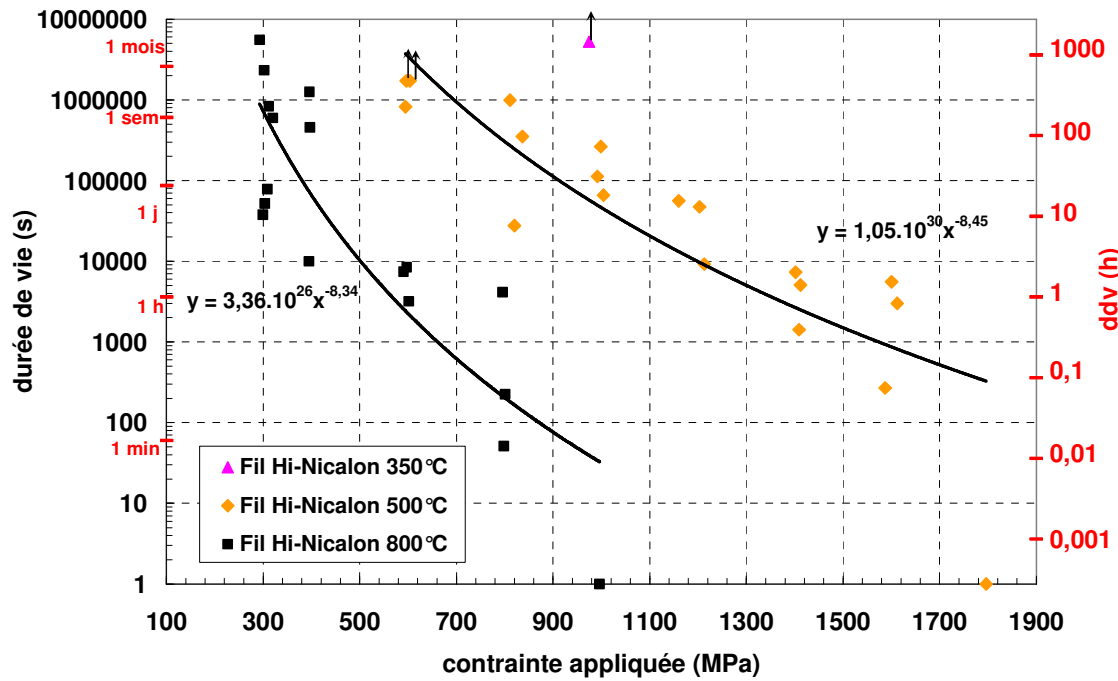


Figure 32 : Diagramme de durée de vie des fils Hi-Nicalon à 500°C et 800°C

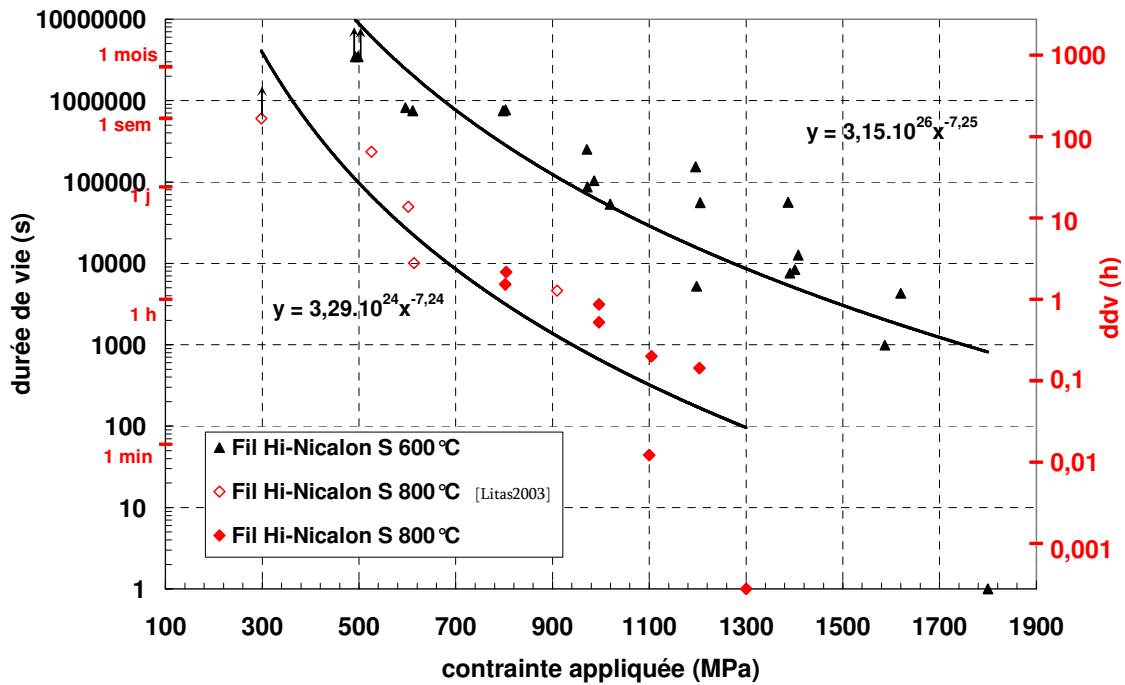


Figure 33 : Diagramme de durée de vie des fils Hi-Nicalon S à 600°C et 800°C

Les essais réalisés à 800°C sur les fils de type Hi-Nicalon S complètent les résultats obtenus précédemment par I. Litas [Litas2003] [Pailler2005] (lot identique, cf. fig. 33).

Les résultats du tableau 7 montrent que le coefficient de contrainte n de la loi de durée de vie dépend uniquement du matériau et que seul le paramètre A varie avec la température. Ce paramètre est légèrement supérieur pour les fils de type Hi-Nicalon, de l'ordre de 8,4, contre environ 7,2 pour les fils de type Hi-Nicalon S. Les fils Hi-Nicalon sont donc légèrement plus sensibles à l'augmentation de la contrainte appliquée.

Enfin, une dispersion des résultats plus importante est observée sur les essais réalisés à 800°C sur fils Hi-Nicalon. Cette dispersion peut s'expliquer par les difficultés expérimentales rencontrées à cette température, à savoir un taux de réussite des essais assez faible. Des interactions activées par la température, entre le ciment à base d'alumine et les fibres, sont probablement responsables de ce phénomène illustré par le graphique de la figure 34.

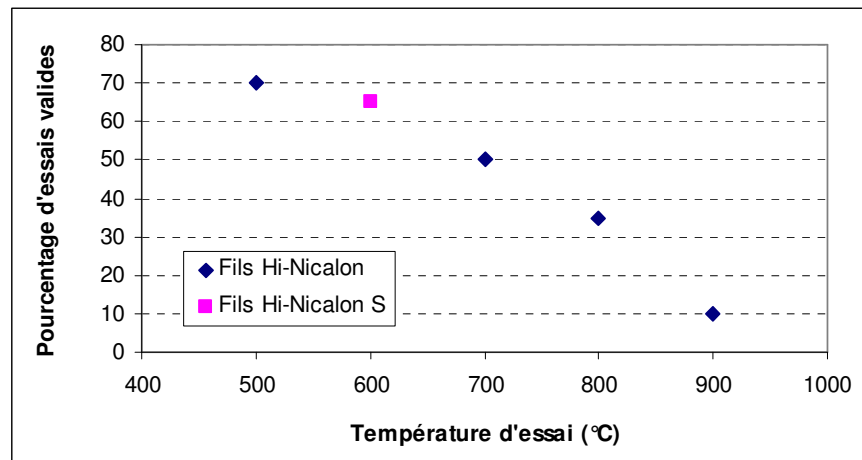


Figure 34 : Evolution du taux de réussite des essais de fatigue statique en fonction de la température d'essai

Ce graphe représente l'évolution du taux de réussite des essais de fatigue statique en fonction de la température. Un essai est considéré valide lorsqu'il n'y a pas de glissements de l'échantillon dans la colle et que l'éprouvette ne casse pas instantanément lors de la mise sous charge (sauf s'il s'agit d'un résultat répétable, correspondant au niveau de contrainte maximal). Ainsi la limite d'utilisation de ce ciment à base d'alumine semble atteinte à 800°C (des essais réalisés à 700°C et 900°C sur fils Hi-Nicalon apparaissent sur le graphe de la figure 34, il s'agit d'essais complémentaires présentés dans la partie 3.3. de ce chapitre).

En définitive, le nombre important d'essais réalisés permet, malgré la dispersion observée, de déterminer par régression la loi expérimentale de fissuration lente des fils Hi-Nicalon à 800°C (cf. tab. 6). Cette loi est cohérente avec les précédents résultats, notamment la valeur du coefficient de contrainte n , identique à celui déterminé à 500°C.

Un modèle empirique de prévision de la durée de vie moyenne, ou effective, des fils est à présent proposé à partir des résultats expérimentaux résumés dans le tableau 7.

3.3. Prévision de la durée de vie moyenne des fils

Un modèle empirique de prévision de la durée de vie moyenne des fils est proposé en représentant l'activation thermique du mécanisme par une loi d'Arrhénius. Le paramètre n de la loi $t \sigma^n = A$ dépendant uniquement du matériau, cette loi est appliquée au paramètre A selon la formule suivante :

$$t \sigma^n = A = A_0 \exp\left(\frac{Ea}{RT}\right) \quad (10)$$

Les lois de durée de vie expérimentale étant déterminées à deux températures différentes pour chaque type de fils, les paramètres Ea et A_0 peuvent alors être calculés. Ils sont présentés dans le tableau 8.

Paramètre	Fibre Hi-Nicalon	Fibre Hi-Nicalon S
n	8,4	7,25
Ea (kJ/mol)	181,6	177,2
A_0	$5,62 \cdot 10^{17}$	$7,88 \cdot 10^{15}$

Tableau 8 : Paramètres du modèle empiriques de prévision de la durée de vie moyenne pour chaque type de fils

Les énergies d'activation sont du même ordre de grandeur pour les deux types de fibres.

Ce modèle permet de tracer des courbes prévisionnelles de la durée de vie moyenne des fils pour des températures différentes des températures d'essais et surtout pour des durées de vie très importantes (supérieure au millier d'heure). Ces courbes sont présentées sur les figures 35 et 36.

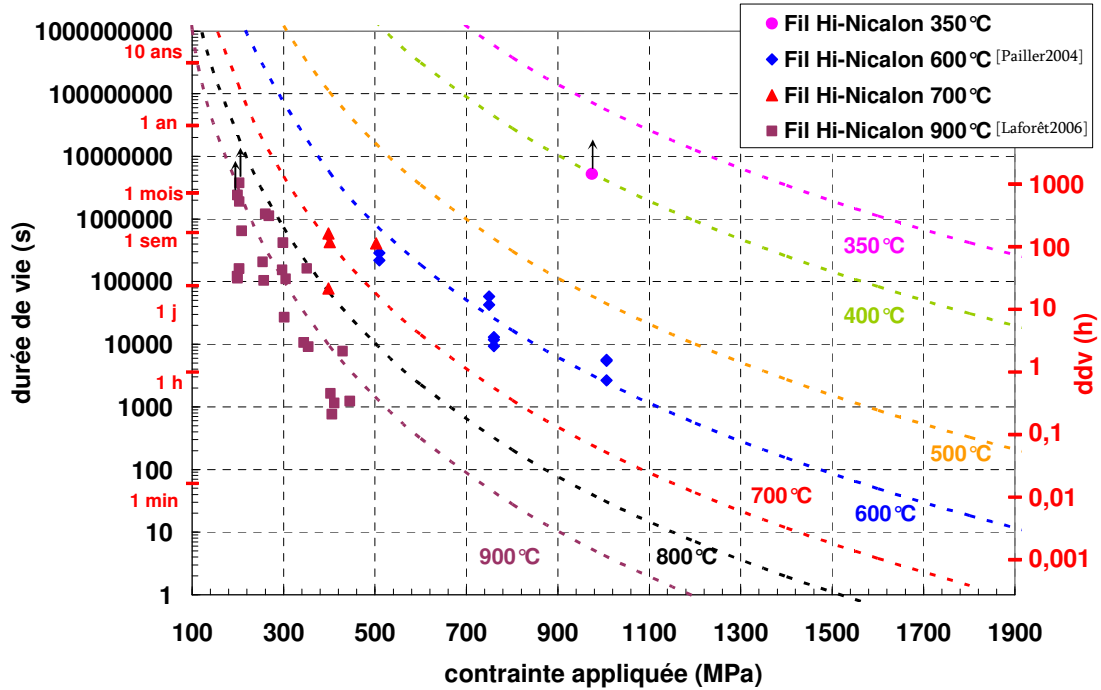


Figure 35 : *Modèle empirique de prévision de la durée de vie moyenne des fils Hi-Nicalon*

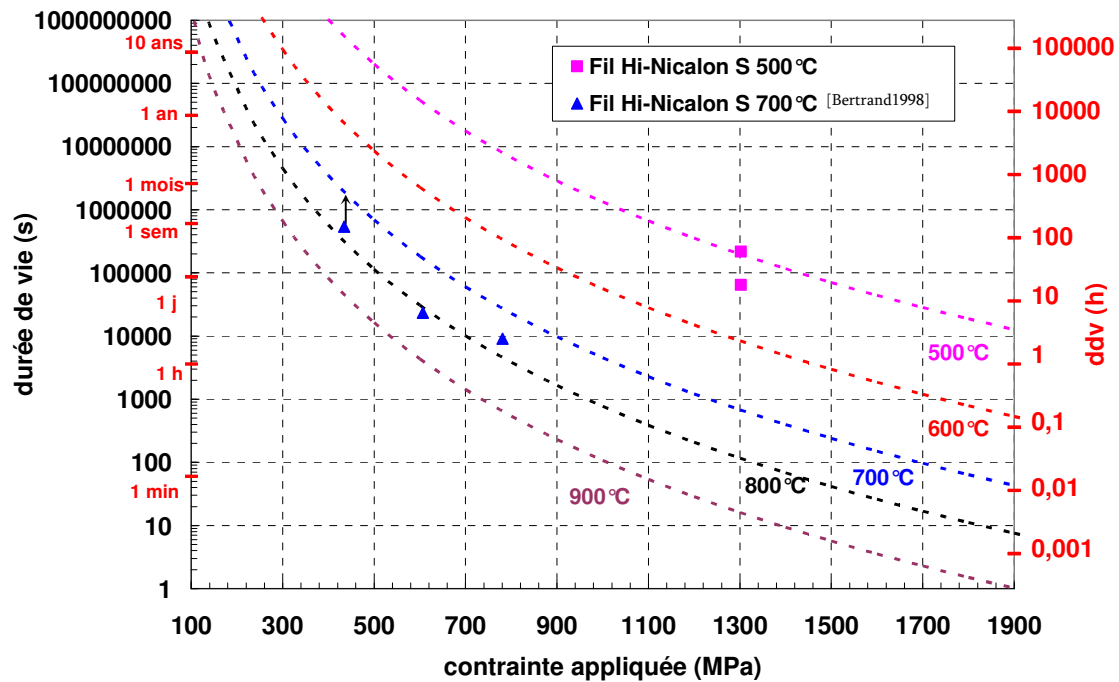


Figure 36 : *Modèle empirique de prévision de la durée de vie moyenne des fils Hi-Nicalon S*

Pour valider ces résultats prévisionnels, quelques essais supplémentaires ont été réalisés à différentes températures. Ils sont présentés, ainsi que certains anciens résultats, sur les figures 35 et 36. Ils sont en accord avec les prévisions du modèle. La durée de vie théorique de l'essai réalisé à 350°C sur fil Hi-Nicalon étant de plusieurs années, il est logique que l'échantillon ne se soit pas rompu au bout de deux mois.

Les essais sur fil Hi-Nicalon à 900°C présentés sur la figure 36 ont été effectués par Adrien Laforêt, doctorant au LCTS [Laforêt2006]. Un des objectifs de ses travaux de thèse est d'étudier la limite de validité du modèle vers les hautes températures. Ses premiers résultats obtenus à 900°C sont en parfait accord avec le modèle prévisionnel.

Enfin, un zoom des figures 35 et 36, au niveau des faibles contraintes appliquées et donc des fortes durées de vie, est présenté sur la figure 37. Il apparaît nettement sur ce graphe que la durée de vie en fatigue statique des fils de type Hi-Nicalon S est supérieure à celle des fils de type Hi-Nicalon.

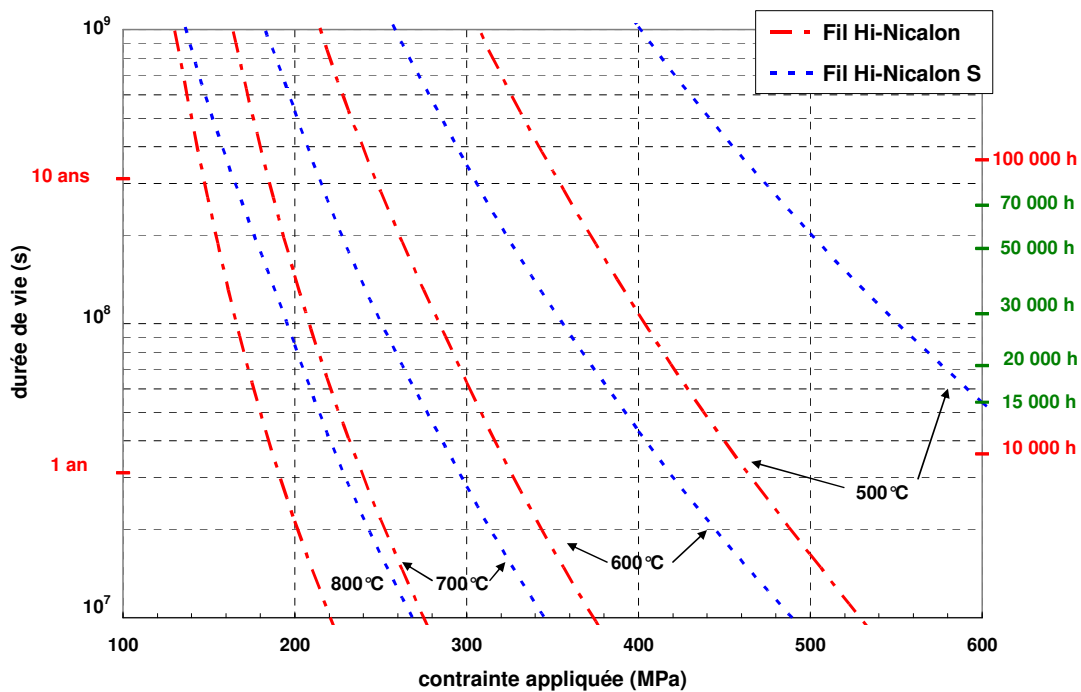


Figure 37 : Comparaison des durées de vie prévisionnelles des fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S, à différentes températures, pour de faibles contraintes appliquées

Il est à présent intéressant de comparer ce modèle empirique avec un modèle théorique de fissuration sous-critique. P. Forio a développé un modèle théorique à partir de la loi de Paris (2) [Forio2000a]. Ce modèle fait notamment intervenir la distribution statistique des contraintes à rupture des monofilaments et n'est donc applicable qu'à cette échelle. Il est ainsi présenté, optimisé, puis appliqué dans le chapitre suivant concernant l'étude de la durée de vie, en fatigue statique, des monofilaments à base de SiC.

SYNTHESE

Le comportement de référence en traction monotone à température ambiante a été établi pour les fils de type Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S. Les caractéristiques mécaniques et statistiques de ces deux types de fibres ont été déterminées. Ces données seront utilisées dans le modèle théorique de fissuration lente présenté dans le chapitre suivant.

Des essais de fatigue statique réalisés à différentes températures ont permis de proposer et de valider un modèle empirique de prévision de la durée de vie moyenne des fils. Ce modèle s'appuie sur un grand nombre de données expérimentales dont les principaux résultats sont :

- La durée de vie en fatigue statique, aux températures intermédiaires (500°C-800°C) des fils à base de SiC est décrite par des lois de fissuration lente du type $t \sigma^n = A$.
- L'exposant de contrainte n est un paramètre qui dépend uniquement du matériau.
- La durée de vie diminue lorsque la température augmente.

Le modèle théorique de fissuration sous-critique proposé par P. Forio au cours de ses travaux de thèse n'est pas directement applicable à l'échelle du fil. L'étude de la durée de vie en fatigue statique à l'échelle du monofilament est nécessaire à l'application de ce modèle. Cette étude est présentée dans le chapitre suivant.

Enfin, la durée de vie des fils Hi-Nicalon S est supérieure à celle des fils Hi-Nicalon. Ce résultat sera notamment exploité dans le chapitre 4 de ce mémoire afin de déterminer les mécanismes physico-chimiques responsables de la fissuration sous-critique.

CHAPITRE 3

ETUDE DE LA DURÉE DE VIE A L'ECHELLE MONOFILAMENTAIRE ET APPLICATION D'UN MODELE DE FISSURATION LENTE

1. Essais de fatigue statique à haute température sur monofilaments Hi-Nicalon	53
<i>1.1. Moyen d'essai et procédure expérimentale</i>	
<i>1.2. Résultats des essais réalisés à 500°C et 800°C</i>	
<i>1.3. Analyse des résultats : analogie durée de vie - contrainte à rupture</i>	
2. Application d'un modèle de fissuration lente aux monofilaments	60
<i>2.1. Développement du modèle et détermination des paramètres</i>	
<i>2.2. Application du modèle : génération des diagrammes SPT</i>	
3. Application du modèle de fissuration lente à l'échelle du fil	66
<i>3.1. Changement d'échelle monofilament - fil</i>	
<i>3.2. Prévision de la durée de vie minimale d'un fil</i>	

CHAPITRE 3

Ce troisième chapitre présente les résultats de l'étude de durée de vie, en fatigue statique, à l'échelle du monofilament. Les résultats de fatigue statique obtenus à différentes températures sont analysés, ils permettent d'appliquer un modèle théorique de fissuration sous-critique. Des diagrammes SPT (Strength-Probability-Time) sont alors générés. Enfin, après avoir comparé ce modèle avec le modèle développé au chapitre précédent, la relation monofilament – fil est identifiée afin d'appliquer ce modèle de fissuration lente à l'échelle du fil.

1. Essais de fatigue statique à haute température sur monofilaments Hi-Nicalon

Les échantillons utilisés au cours de cette étude sont des monofilaments extraits de manière aléatoire au sein d'un fil de type Hi-Nicalon.

1.1. Moyen d'essai et procédure expérimentale

Le principe des essais de fatigue statique réalisés sur monofilaments est identique aux essais réalisés sur fils. Cependant, de nouveaux mors sont utilisés pour coller les monofilaments et donc un nouvel appareillage et une nouvelle procédure d'essai ont été développés (MD06-0783).

Les échantillons sont collés à l'aide du même ciment à base d'alumine (Ceramabond 503 de chez Polytec PI) utilisé pour les fils, dans des tubes en alumine très fins (diamètre intérieur 1mm) usinés spécifiquement, cf. fig. 38. Un gabarit de collage est utilisé pour le transport des éprouvettes. Celles-ci sont maintenues à l'aide d'un adhésif classique sur ce gabarit, qui est placé, après cuisson du ciment à base d'alumine, à la verticale juste à côté du banc d'essais afin d'introduire avec un maximum de précautions les échantillons au sein du four. Les mouvements de flexion et de torsion sont particulièrement proscrits car ils entraînent la rupture immédiate du monofilament. La manipulation des échantillons est de ce fait extrêmement délicate.

La longueur de jauge est de 25 mm comme pour les essais réalisés sur fils. Enfin, il n'y a pas de problème de diffusion du ciment à base d'alumine pour ces essais réalisés sur monofilaments (diffusion par capillarité), il n'est donc pas nécessaire d'appliquer de la résine fugitive.

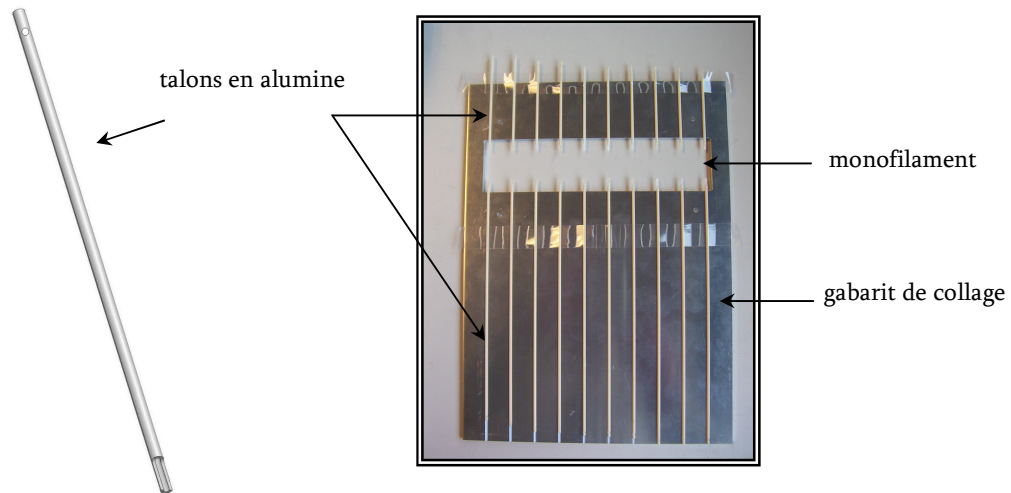


Figure 38 : *Talons en alumine et gabarit de collage pour les essais de fatigue statique sur monofilaments*

Une fenêtre est découpée dans le gabarit de collage au niveau des échantillons (cf. fig. 38) afin de mesurer le diamètre de chaque monofilament par diffractométrie laser selon le modèle de Fraunhofer :

$$d = \frac{2\lambda D}{i} \quad (11)$$

avec λ la longueur d'onde du laser, D la distance entre la fibre et l'écran et i la distance entre les deux premiers minima du spectre de diffraction. La section de chaque monofilament est ainsi déterminée afin de calculer la force à appliquer pour un niveau de contrainte donné. Les masses correspondantes à suspendre aux échantillons sont de l'ordre de quelques dizaines de grammes pour des contraintes comprises entre 1000 et 1500 MPa.

Le dispositif expérimental développé est présenté sur la figure 39. Il s'agit d'un four dont l'élément chauffant, un cylindre en acier réfractaire, est percé sur toute sa longueur afin de positionner les échantillons à l'intérieur du four. Dix essais peuvent ainsi être réalisés simultanément. Des tubes en silice protègent les échantillons de la pollution du four. Comme pour le banc d'essais de fatigue statique sur fil, un dispositif électronique déclenche un chronomètre lorsque la charge appliquée n'est plus en contact avec son support, ce chronomètre s'arrête lorsque le contact est rétabli (rupture de l'échantillon). Le contact est cette fois détecté à l'aide de micro-interrupteurs dont la sensibilité est d'environ 10 grammes.

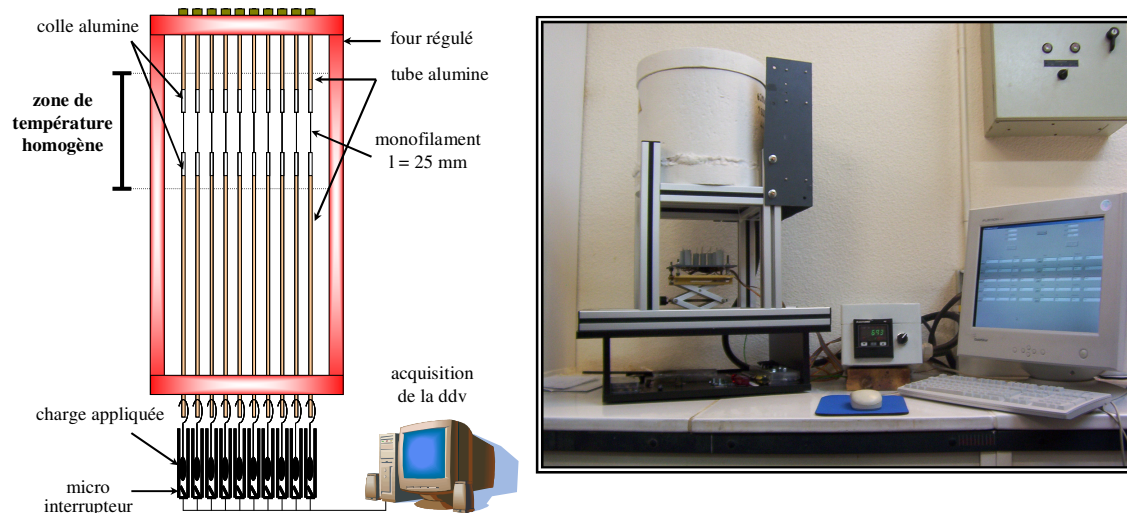


Figure 39 : Banc d'essais de fatigue statique sur monofilaments à haute température

La procédure globale de l'essai est la suivante :

- les monofilaments sont collés dans les talons en alumine avec le ciment à base d'alumine,
- le diamètre de chaque monofilament est mesuré par diffractométrie laser après cuisson du ciment,
- le gabarit de collage est placé à la verticale à côté du dispositif expérimental afin d'introduire délicatement les échantillons à l'intérieur du four,
- la charge à appliquer est reliée au talon inférieur à l'aide de crochets souples (opération très délicate),
- la mise sous charge des dix essais est réalisée simultanément à l'aide d'un unique support élévateur.

Les essais réalisés sur des monofilaments de type Hi-Nicalon selon cette procédure sont présentés dans la partie suivante.

1.2. Résultats des essais réalisés à 500°C et 800°C

Les essais de fatigue statique sur monofilaments Hi-Nicalon ont été réalisés dans un premier temps à 800°C, à différents niveaux de contrainte appliquée.

Les résultats de ces essais sont présentés sur le diagramme de la figure 40 et comparés aux résultats obtenus sur fils.

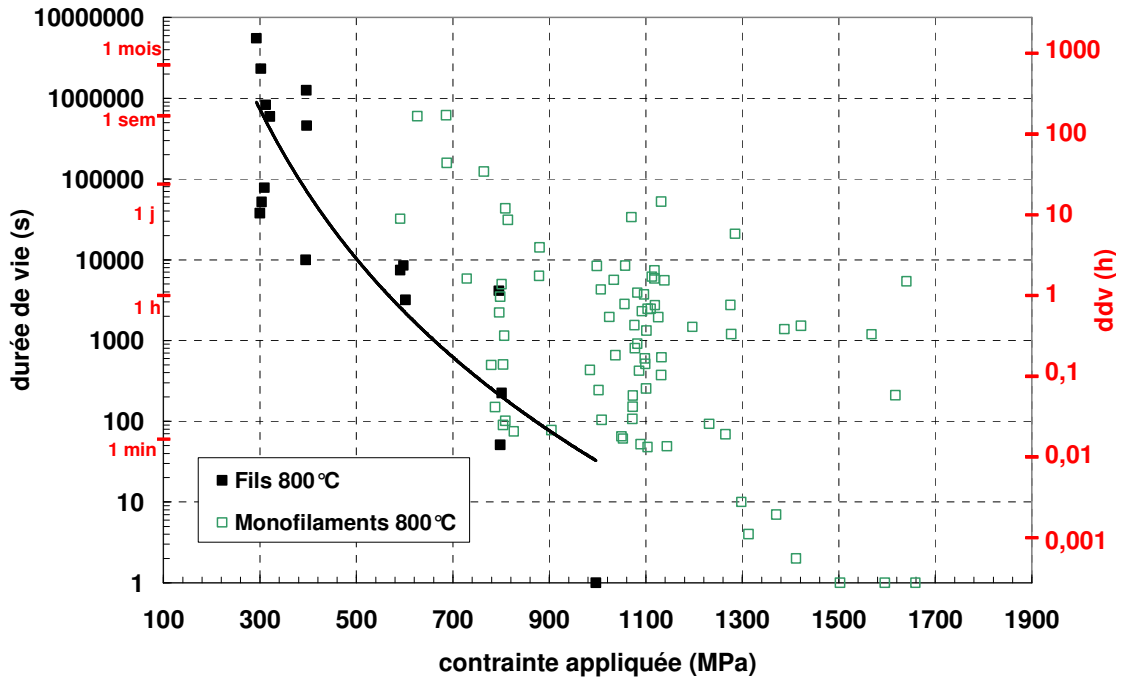


Figure 40 : Résultats des essais de fatigue statique sur monofilaments Hi-Nicalon à 800°C et comparaison avec les résultats obtenus sur fils

Ces résultats indiquent que les monofilaments sont également sensibles au phénomène de rupture différée observé sur fils puisqu'ils se rompent pour des contraintes appliquées inférieures à leur contrainte à rupture (de l'ordre de 2300 MPa et invariante jusqu'à 1200°C [Hurst1996]). La fissuration sous-critique n'est donc pas spécifique de la structure multifilamentaire comme cela était pressenti après les premiers résultats de fatigue statique présentés dans le premier chapitre de ce mémoire.

Ces résultats de durée de vie des monofilaments sont très dispersés, ils ne peuvent donc pas être exploités par la loi classique de durée de vie, $t \sigma^n = A$. Cette forte dispersion est notamment mise en évidence par les nombreux essais réalisés à des niveaux de contraintes appliquées identiques (800 MPa, 1100 MPa).

L'exploitation de ces résultats de durée de vie des monofilaments est à présent effectuée à l'aide d'outils d'analyse statistique.

1.3. Analyse des résultats : analogie durée de vie - contrainte à rupture

Une analyse statistique des distributions de durée de vie des monofilaments, pour un niveau de contrainte donné, est réalisée de manière équivalente aux analyses effectuées pour les distributions des contraintes à rupture. Les distributions expérimentales obtenues à 500°C et 800°C sont présentées sur le diagramme de la figure 41 (environ 30 essais par niveau de contrainte). Les niveaux de contraintes choisis sont : 1500 MPa à 500°C et 1100 MPa à 800°C.

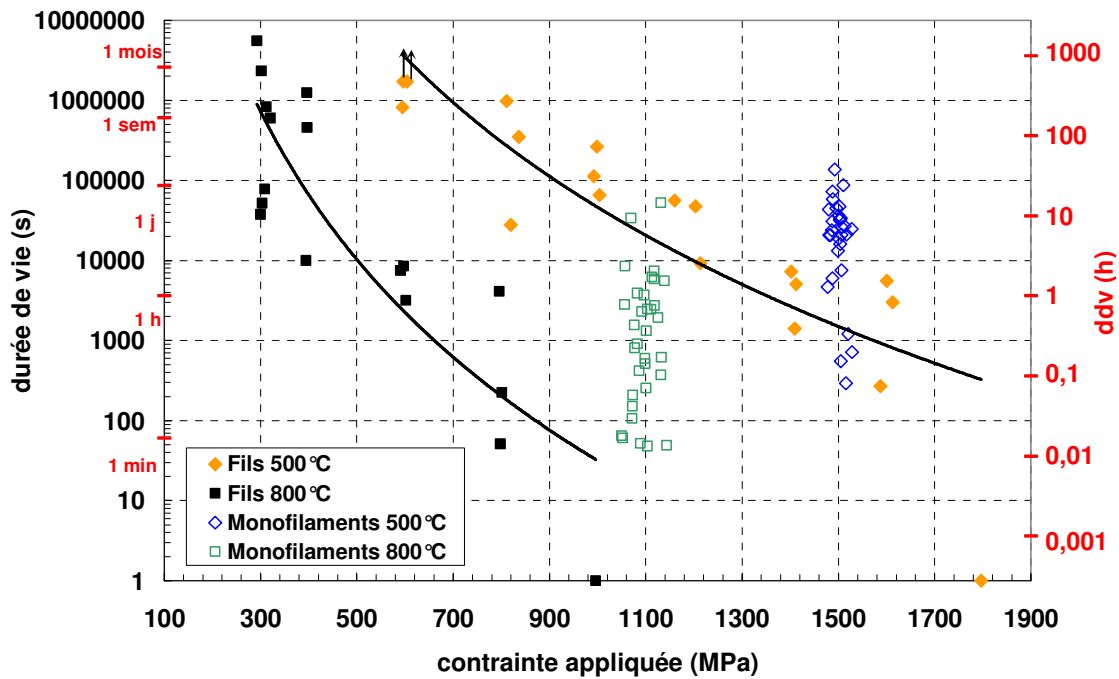


Figure 41 : Résultats des essais de fatigue statique sur monofilaments Hi-Nicalon à 500°C et 800°C

La figure 42 montre que ces distributions de durées de vie sont correctement décrites par une loi de Weibull de type :

$$P_{\sigma}(t) = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{t}{t_0} \right)^{m_t} \right] \quad (12)$$

avec V_0 le volume de référence ($V_0 = 1 \text{ mm}^3$), m_t et t_0 les facteurs de forme et d'échelle.

Pour cela, les valeurs de durée de vie correspondant à une contrainte appliquée donnée sont classées par ordre croissant, et il leur est affecté une probabilité selon l'estimateur $P_i = (i - 0,5)/n$, où i est le rang et n le nombre total de données.

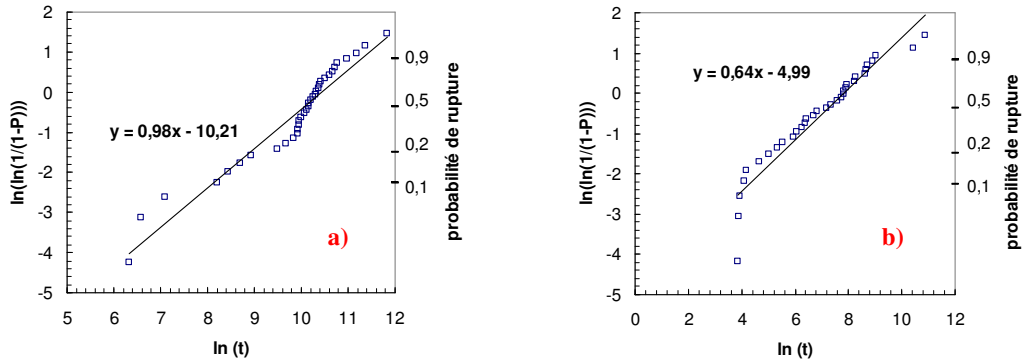


Figure 42 : Distribution de Weibull des durées de vie de monofilaments à 500°C et 1100 MPa (a) et à 800°C et 1500 MPa (b)

Les paramètres suivants sont obtenus par régression linéaire :

- 500°C : $m_t = 0,64$ et $t_0 = 3,78.10^5$
- 800°C : $m_t = 0,98$ et $t_0 = 8,94.10^5$

$P_\sigma(t)$ représente le rang de la fibre considérée dans la distribution des durées de vie. A partir de l'hypothèse initiale supposant une équivalence des densités de distribution des contraintes à rupture et des durées de vie des monofilaments, il est logique de supposer que ce rang des durées de vie coïncide avec le rang des contraintes à rupture, noté α . Donc, si $\alpha = P_\sigma(t)$, il vient :

$$P_\sigma(t) = \alpha = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0}\left(\frac{t}{t_0}\right)^{m_t}\right] \tag{13}$$

La combinaison de l'équation (13) avec la loi de fissuration lente classique $t \sigma^n = A$ permet de déterminer l'expression de la constante A , notée $A(\alpha)$, puisqu'elle dépend maintenant du monofilament considéré :

$$A(\alpha) = \sigma^n t_0 \left[\frac{V_0}{V} \ln\left(\frac{1}{1-\alpha}\right)\right]^{1/m_t} \tag{14}$$

La loi de fissuration lente $t \sigma^n = A$ s'écrit alors $t \sigma^n = A(\alpha)$ et dépend du rang du monofilament considéré. Ces lois sont présentées sur les diagrammes des figures 43 et 44 pour différentes valeurs de α .

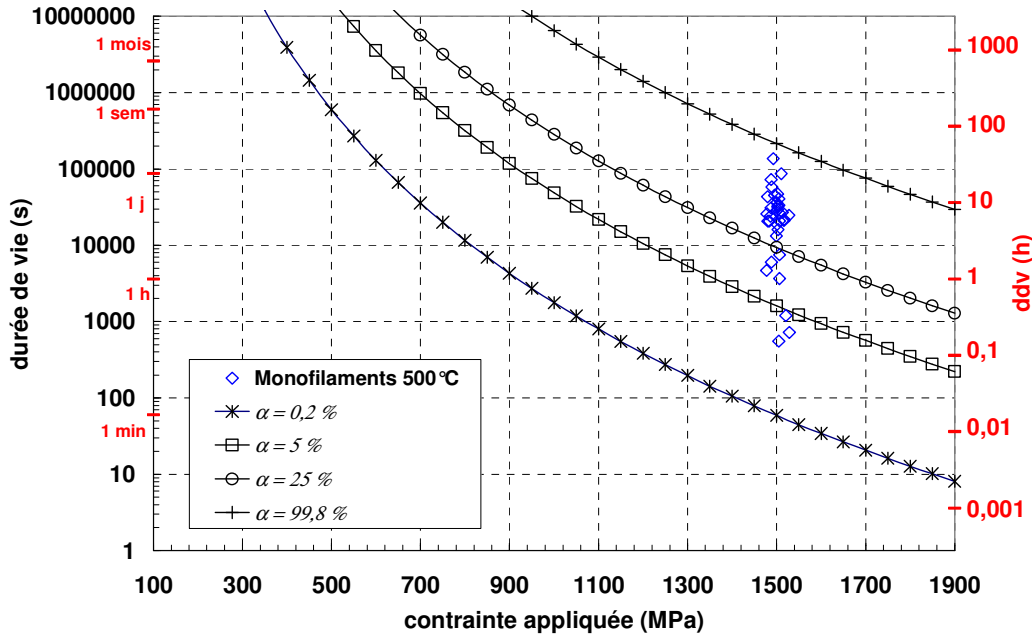


Figure 43 : Lois expérimentales de fissuration lente des monofilaments Hi-Nicalon à 500°C en fonction de leur probabilité de rupture α

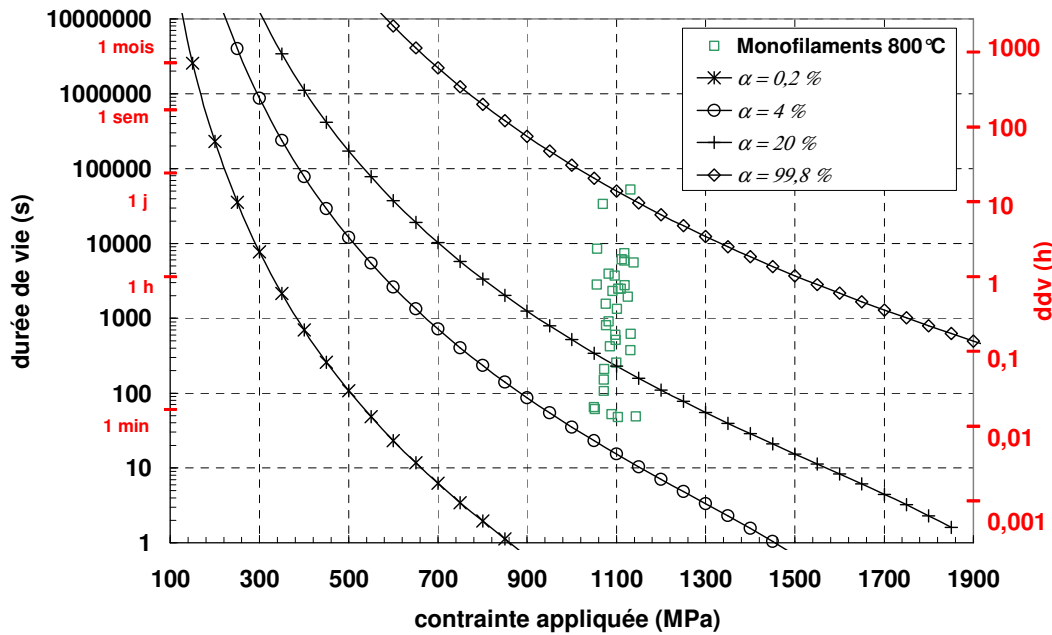


Figure 44 : Lois expérimentales de fissuration lente des monofilaments Hi-Nicalon à 800°C en fonction de leur probabilité de rupture α

Un modèle théorique de prévision de la durée de vie des monofilaments est à présent développé afin de valider ces lois expérimentales ainsi que l'hypothèse de départ selon laquelle $P_{\sigma}(t) = \alpha$.

2. Application d'un modèle de fissuration lente aux monofilaments

Un modèle de prévision de la durée de vie a été proposé par P. Forio [Forio2004]. Ce modèle est fondé sur la loi de Paris ($v = da/dt = A_1 K_I^n$), qui est employée pour décrire la croissance lente d'une fissure dans de nombreux matériaux, y compris les métaux et les céramiques.

2.1. Développement du modèle et détermination des paramètres

Sous une contrainte constante, la durée de vie est le temps nécessaire au défaut responsable de la rupture pour croître de la longueur initiale C_j à la longueur critique a_c . On obtient alors par intégration de la loi de Paris [Davidge1973] :

$$t = \int_{C_j}^{a_c} \frac{da}{v} = \frac{2}{\sigma^n A_1 (n-2)} \left[\frac{C_j^{2-n/2}}{Y^n} - \frac{K_{IC}^{2-n} \sigma^{n-2}}{Y^2} \right] \quad (15)$$

où K_{IC} est la valeur critique de K_I et $Y = 2/\sqrt{\pi}$ pour des défauts lenticulaires. La longueur critique de fissure a_c est exprimée grâce à la relation d'Irwin : $K_I = \sigma Y \sqrt{a}$. Le défaut initial C_j peut être caractérisé par la contrainte nécessaire pour obtenir la rupture de la fibre, σ_f , dans des conditions de rupture fragile où l'environnement n'a aucune influence (environnement inerte) :

$$C_j = \frac{K_{IC}^2}{\sigma_f^2 Y^2} \quad (16)$$

La distribution statistique des contraintes à rupture des fibres suit une loi de Weibull :

$$\alpha = 1 - \exp \left[-V \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad (17)$$

Finalement, en associant les équations (15), (16) et (17), la durée de vie d'un monofilament dont la probabilité de rupture en traction est α , est donnée par l'expression suivante :

$$t = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} - \sigma^{n-2} \right] \quad (18)$$

La constante A_1 est estimée à partir de la relation expérimentale $t \sigma^n = A$ lorsque $\sigma \rightarrow 0$:

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A(\alpha) (n-2)} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} \right] \quad (19)$$

En associant les équations (18) et (19), la durée de vie d'un monofilament peut alors s'exprimer de manière empirique en fonction des valeurs $A(\alpha)$ décrites par l'équation (14) :

$$t = \frac{A(\alpha)}{\sigma^n} \left[1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0f}} \right)^{n-2} \left(\frac{V}{\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right)} \right)^{\frac{n-2}{m_f}} \right] \quad (20)$$

En définitive, la prévision de la durée de vie des monofilaments nécessite les données suivantes :

- les paramètres statistiques m_f et σ_{0f}
- la constante n de la loi $t \sigma^n = A$
- le rang α de la fibre considérée
- la constante A_1 et la ténacité K_{IC} pour employer la relation théorique (18) ou les valeurs empiriques $A(\alpha)$ pour employer la relation (20).

2.2. Validation du modèle

Une première validation de ce modèle est obtenue si l'on compare les distributions théorique et expérimentale des durées de vie en fatigue statique : hypothèse $P_d(t) = \alpha$. La relation suivante entre la probabilité de rupture α d'un monofilament en traction et la durée de vie t en fatigue sous la contrainte σ est obtenue en réarrangeant l'équation (18) :

$$\alpha = 1 - \exp \left[- \frac{V}{\sigma_{0f}^{m_f}} \left(\frac{t \sigma^n Y^2 A_1 (n-2)}{2 K_{IC}^{2-n}} + \sigma^{n-2} \right)^{m_f/n-2} \right] \quad (21)$$

Cette distribution théorique est comparée à la distribution empirique $P_\sigma(t)$ (12) déterminée à 500°C pour une contrainte appliquée de 1500 MPa (cf. fig. 45).

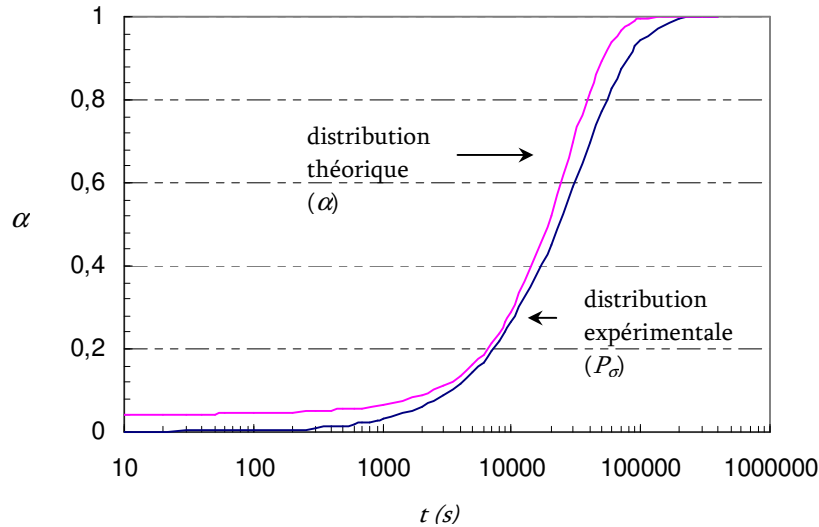


Figure 45. Comparaison des distributions expérimentale et théorique des durées de vie en fatigue statique de monofilaments Hi-Nicalon à 500°C et 1500 MPa

La bonne concordance observée sur la figure 45 montre la pertinence de l'analyse et valide l'hypothèse suivant laquelle $P_\sigma(t) = \alpha$. Le rang des monofilaments au sein de la distribution des durées de vie coïncide avec le rang des monofilaments au sein de la distribution des contraintes à rupture, ce qui suggère bien que la croissance du plus gros défaut contrôle la durée de vie.

Le modèle est à présent appliqué aux monofilaments Hi-Nicalon à 500°C et 800°C.

2.3. Application du modèle : génération des diagrammes SPT

Le modèle permet d'établir des diagrammes SPT (Strength - Probability - Time) à partir de l'équation (18). Ce type de diagramme proposé par Davidge ^[Davidge1973] est caractéristique des matériaux céramiques puisqu'il permet de déterminer la durée de vie d'un matériau pour une contrainte appliquée en fonction de sa probabilité de rupture.

Ces diagrammes sont présentés pour les monofilaments Hi-Nicalon à 500°C et 800°C sur les figures 46 et 47 respectivement (ils sont classiquement générés en échelle log-log).

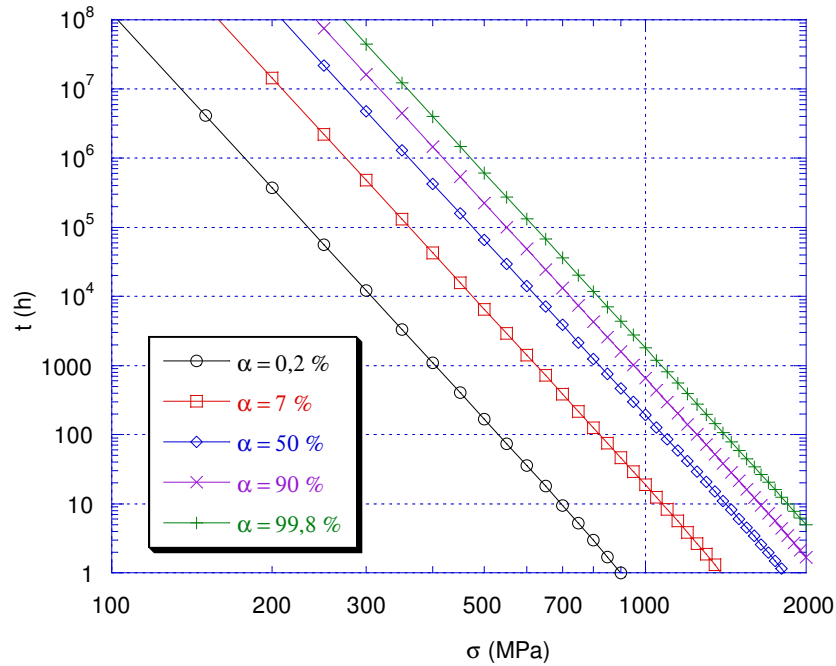


Figure 46. Diagramme SPT (Strength - Probability - Time) des monofilaments Hi-Nicalon à 500°C

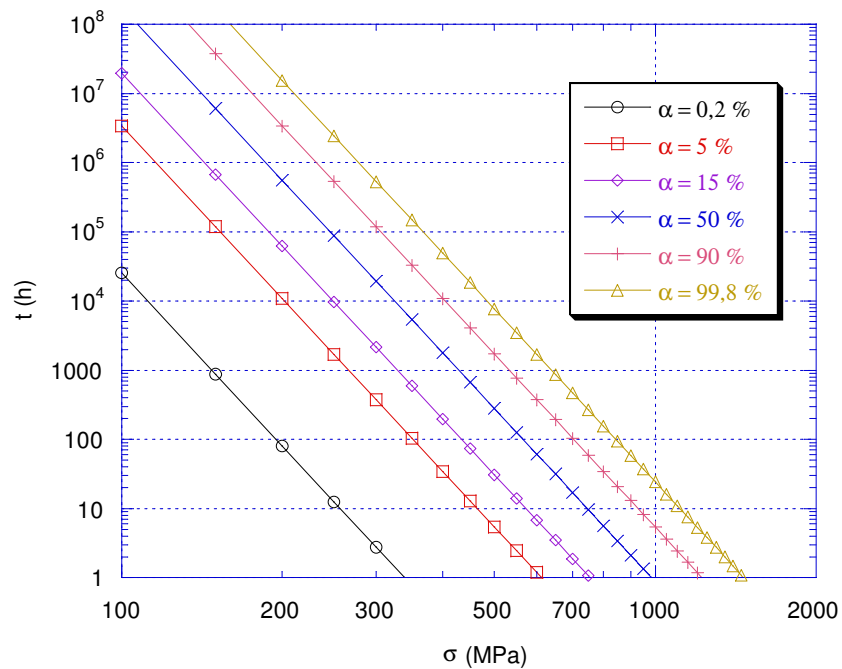


Figure 47. Diagramme SPT (Strength - Probability - Time) des monofilaments Hi-Nicalon à 800°C

Ces diagrammes SPT permettent de prévoir la durée de vie d'un monofilament Hi-Nicalon en fonction de la contrainte appliquée et d'y associer un coefficient de confiance exprimé par la probabilité de rupture.

Ces diagrammes sont générés pour des valeurs de α comprises entre 0,2 % et 99,8 %. Ces valeurs ont été choisies en considérant le nombre total de monofilaments au sein d'un fil de type Hi-Nicalon (500 monofilaments). Les diagrammes SPT des figures 46 et 47 permettent ainsi de distinguer trois zones à l'échelle du fil :

- une première zone où la rupture du fil ne se produira jamais en fatigue statique (rupture d'aucun monofilament) : en dessous de la courbe $\alpha = 0,2 \%$ (soit 1/500),
- une deuxième zone où la rupture du fil sera instantanée : au dessus de la courbe $\alpha = 99,8 \%$ (soit 499/500),
- et enfin une troisième zone entre les deux premières (entre les courbes $\alpha = 0,2 \%$ et $\alpha = 99,8 \%$) où la rupture du fil dépend de son rang critique α .

Enfin, le dernier avantage de ce modèle théorique, très proche du modèle expérimental, est la prise en compte de la chute de durée de vie pour les fortes contraintes appliquées, notamment observée à 500°C. Cet effet est remarquable en retraçant les diagrammes SPT des figures 46 et 47 en échelle semi-log, de manière identique au modèle expérimental présenté sur les figures 43 et 44.

Ces diagrammes sont présentés sur les figures 48 et 49. Les résultats des essais de durée de vie sur fils et monofilaments sont également présentés sur ces graphes.

Tous les résultats des essais de fatigue statique réalisés sur fils et sur monofilaments sont compris entre les courbes extrêmes : $\alpha = 0,2 \%$ et $\alpha = 99,8 \%$, à 500°C et à 800°C. Ces courbes correspondent respectivement à 1 monofilament rompu sur 500 ($1/500 = 0,2 \%$) et 499 monofilaments rompus sur 500 ($499/500 = 99,8 \%$). Les trois zones décrites ci-dessus sont donc cohérentes avec les résultats expérimentaux.

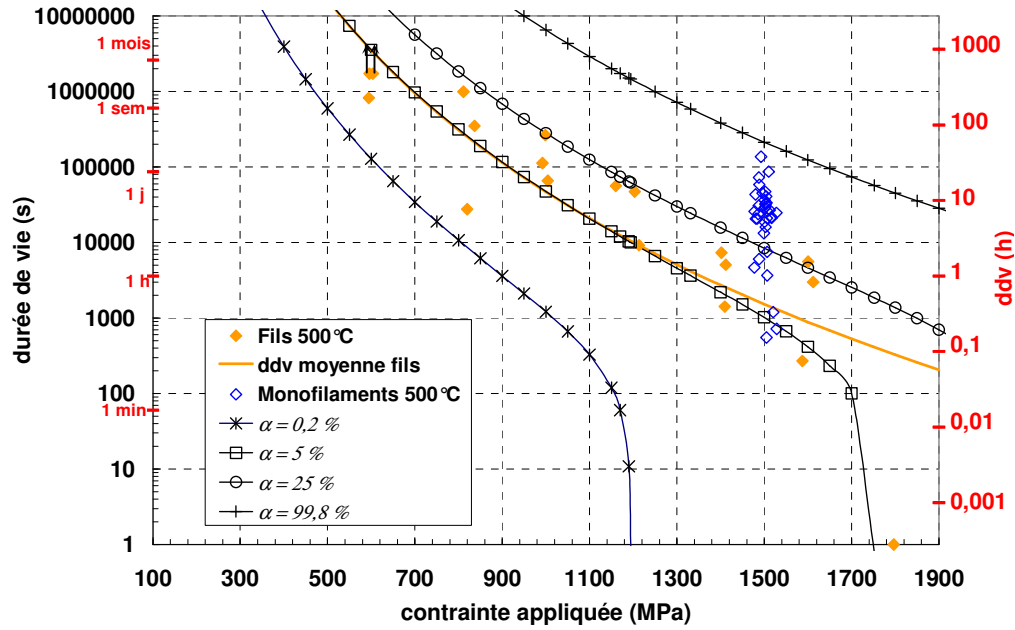


Figure 48. Comparaison du modèle théorique de prévision de la durée de vie des monofilaments et du modèle empirique de prévision de la durée de vie moyenne des fils à 500°C

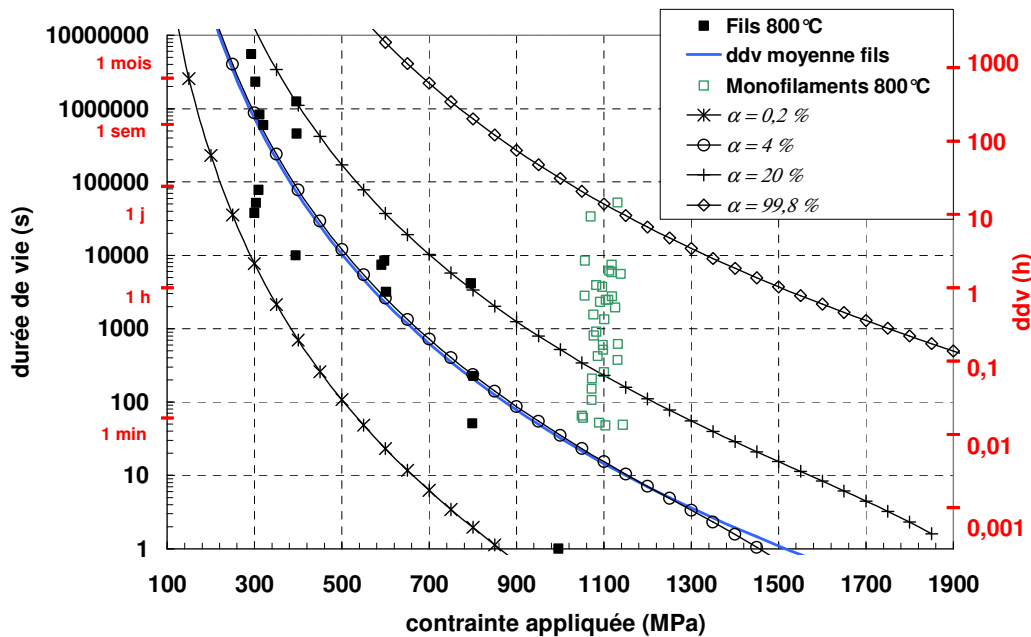


Figure 49. Comparaison du modèle théorique de prévision de la durée de vie des monofilaments et du modèle empirique de prévision de la durée de vie moyenne des fils à 800°C

Afin d'appliquer ce modèle théorique de fissuration lente à l'échelle du fil, la courbe de durée de vie moyenne des fils est également représentée sur les diagrammes des figures 48 et 49.

3. Application du modèle de fissuration lente à l'échelle du fil

Le changement d'échelle monofilament - fil est réalisé en comparant le modèle théorique de prévision de la durée de vie des monofilaments avec la courbe moyenne de durée de vie des fils (cf. fig. 48 - 49).

3.1. Changement d'échelle monofilament - fil

La comparaison de ces modèles montre que la durée de vie moyenne des fils correspond aux valeurs particulières α_c de α suivantes : $\alpha_c = 5\%$ à 500°C et $\alpha_c = 4\%$ à 800°C . Ces résultats sont en accord avec d'une part, le mode de rupture des fils, qui se produit lorsqu'un nombre critique de monofilaments est rompu, et d'autre part, les résultats précédents obtenus pour des fils Nicalon. L'enregistrement de l'émission acoustique avait permis de déterminer des valeurs de α_c comprises entre 1% et 8% lors des essais de fatigue statique à 600°C sur des fils de type Nicalon [Forio2004].

Ainsi le rang du monofilament critique au sein du fil α_c diminue lorsque la température augmente ($\alpha_c = 12-13\%$ à température ambiante, cf. chap. 2). Ce résultat s'explique par l'augmentation avec la température des interactions entre fibres au sein du fil par des pontages de silice. Ces pontages ont notamment été observés par microscopie électronique à balayage après essais de fatigue statique sur fils à 700°C et 800°C (cf. fig. 50).

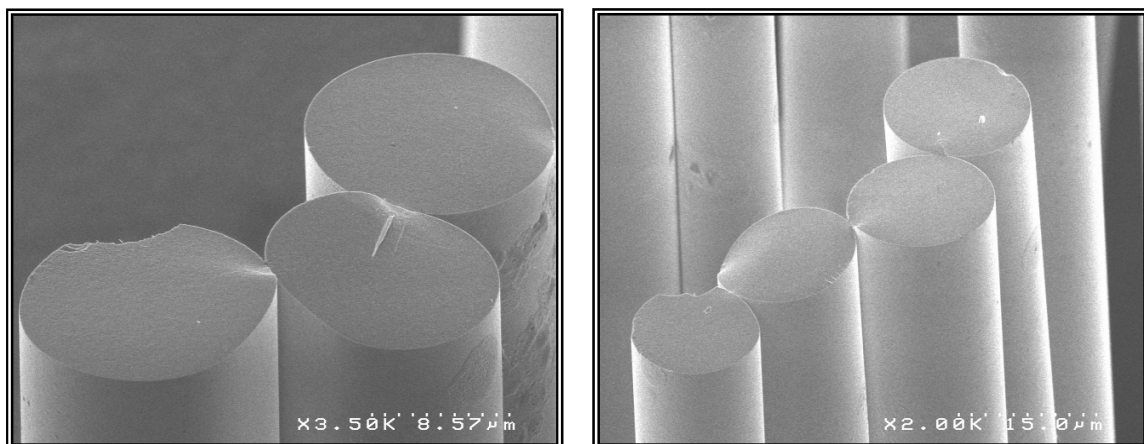


Figure 50 : Observation des interactions entre fibre par pontage de silice après essais de fatigue statique à 700°C et 800°C

Ainsi le modèle de fissuration lente développé est applicable à l'échelle du fil pour une valeur particulière α_c de α correspondant au rang du monofilament critique au sein du fil. La connaissance de cette valeur particulière qui diminue lorsque la température augmente est nécessaire à la prévision de la durée de vie moyenne des fils en fatigue statique.

Cette valeur n'étant pas connue a priori, il semble difficile de déterminer des courbes prévisionnelles de la durée de vie moyennes des fils en fonction de la température. Il est cependant possible de prévoir la durée de vie **minimale** d'un fil en utilisant le modèle développé pour des faibles valeurs de α .

3.2. Prévision de la durée de vie minimale d'un fil

L'estimation d'une borne inférieure du rang du monofilament critique au sein d'un fil, qui correspond au nombre minimum de monofilaments rompus entraînant la rupture du fil, permet de déterminer la durée de vie minimale de ce fil.

Penons par exemple le cas extrême, à savoir la rupture du premier monofilament qui entraîne la rupture instantanée du fil. Le rang du monofilament critique au sein du fil est alors : $\alpha_c = 1/500 = 0,2 \%$.

Les courbes théoriques de la durée de vie minimale d'un fil Hi-Nicalon à 500°C et 800°C sont ainsi présentées sur les figures 48 et 49 pour $\alpha = 0,2 \%$.

Ces courbes peuvent être également déterminées à des températures différentes en appliquant une loi d'Arrhénius au paramètre A_f du modèle. C'est en effet le paramètre issu de la loi de Paris (2) qui dépend des effets de l'environnement (cf. chap. 1) :

$$A_f = A_0 \exp\left(\frac{Ea}{RT}\right) \quad (22)$$

La relation (18) du modèle s'écrit alors :

$$t = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 (n-2) \sigma^n A_0 \exp\left(\frac{Ea}{RT}\right)} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln\left(\frac{1}{1-\alpha}\right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} - \sigma^{n-2} \right] \quad (23)$$

Les diagrammes suivant sont générés en appliquant la relation (23) pour $\alpha = 0,2 \%$:

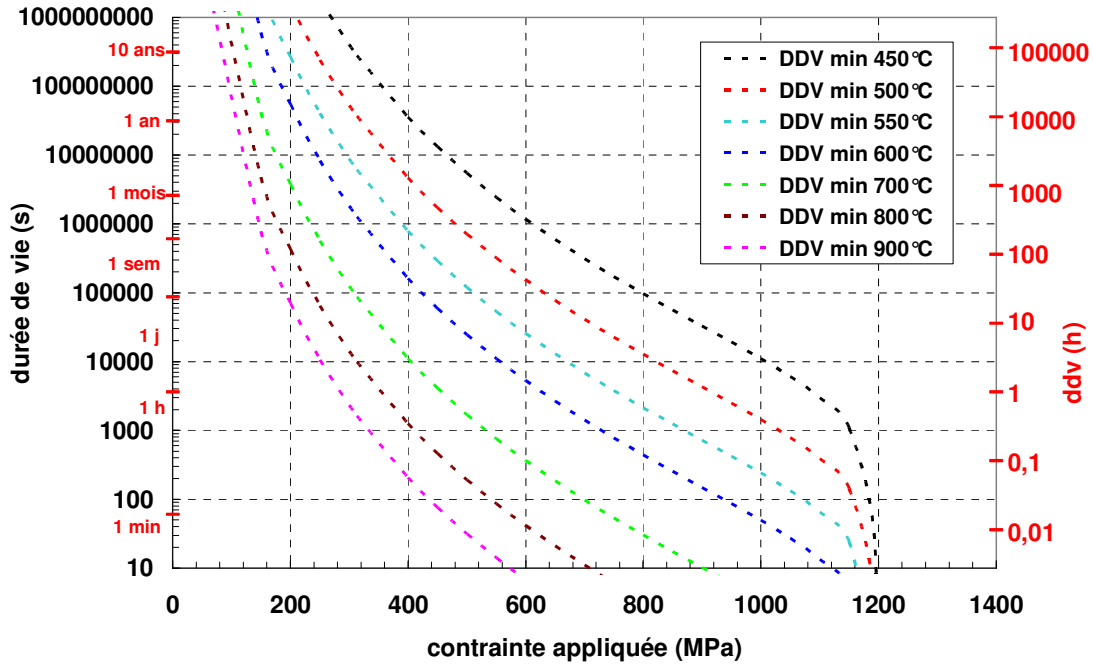


Figure 51 : Prévisions théoriques de la durée de vie minimale d'un fil Hi-Nicalon en fatigue statique en fonction de la température ($\alpha = 0,2 \%$)

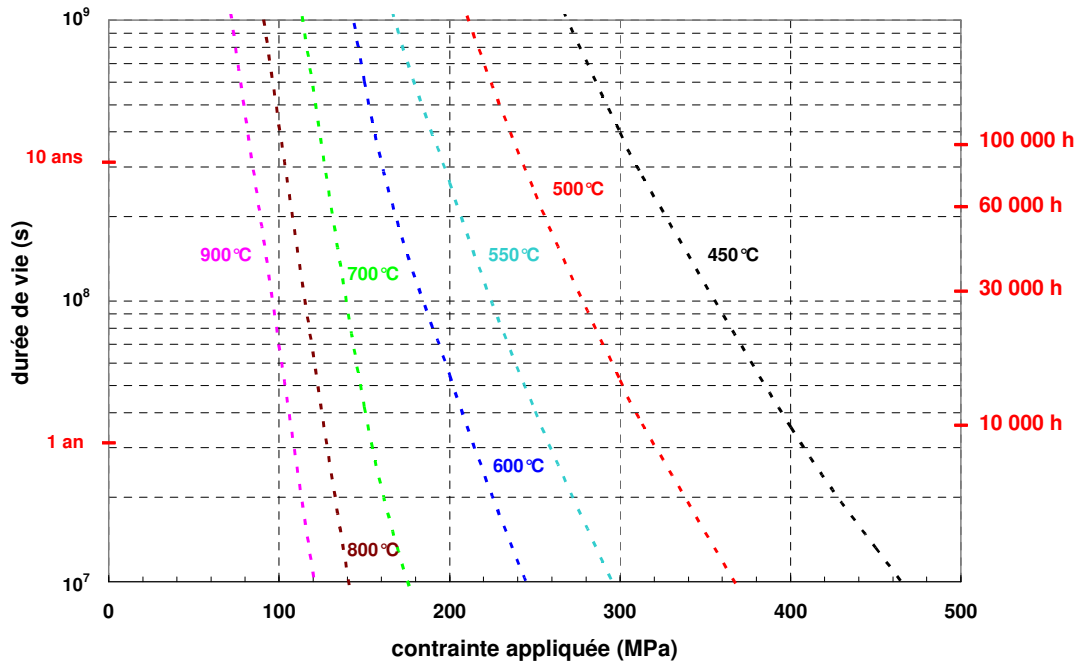


Figure 52 : Prévisions théoriques de la durée de vie minimale d'un fil Hi-Nicalon en fatigue statique en fonction de la température ($\alpha = 0,2 \%$) pour une contrainte appliquée inférieure à 500 MPa

Le diagramme de la figure 52 est un zoom du diagramme précédent pour de faibles contraintes appliquées et donc de fortes durées de vie de l'ordre de plusieurs dizaines de milliers d'heures.

Les paramètres utilisés dans la relation (23) pour les calculs de ces courbes prévisionnelles sont présentés dans le tableau suivant :

Variables	Caractéristiques des monofilaments			
	K_{IC}	1,25 MPa.m ^{1/2}	α	0,2 %
t (s)	n	8,4	m_f	8,47
σ (MPa)	Y	$2/\sqrt{\pi}$	$V = L_0$	25 mm
T (°C)	A_0	539	σ_{of}	3,64 GPa
	Ea	189 kJ.mol ⁻¹		
	R	8,314 J.K ⁻¹ .mol ⁻¹		

Tableau 9 : Variables et paramètres utilisés pour le calcul des durées de vie minimales d'un fil Hi-Nicalon

L'énergie d'activation Ea correspondant à la relation (22) est du même ordre de grandeur que les énergies d'activation déterminées à l'échelle du fil au chapitre précédent (≈ 180 kJ.mol⁻¹).

Les diagrammes des figures 51 et 52 peuvent également être générés pour un rang critique supérieur (rupture du fil après rupture de 2, 3, ..., X monofilaments).

La chute des durées de vie pour les fortes contraintes appliquées est observable sur le diagramme de la figure 51 pour les températures inférieures à 600°C. Toutes les courbes de durée de vie chutent aux alentours d'une contrainte appliquée de 1200 MPa. Cela correspond à la contrainte à rupture théorique d'un fil dont le rang critique est $\alpha_c = 0,2$ %.

Ce résultat est vérifiable sur le diagramme de la figure 53 représentant la distribution des contraintes à rupture des monofilaments Hi-Nicalon en fonction de leur probabilité de rupture (ou rang) α . Ce diagramme est issu des résultats des essais de traction monotone présentés dans le deuxième chapitre de ce mémoire (distribution de Weibull).

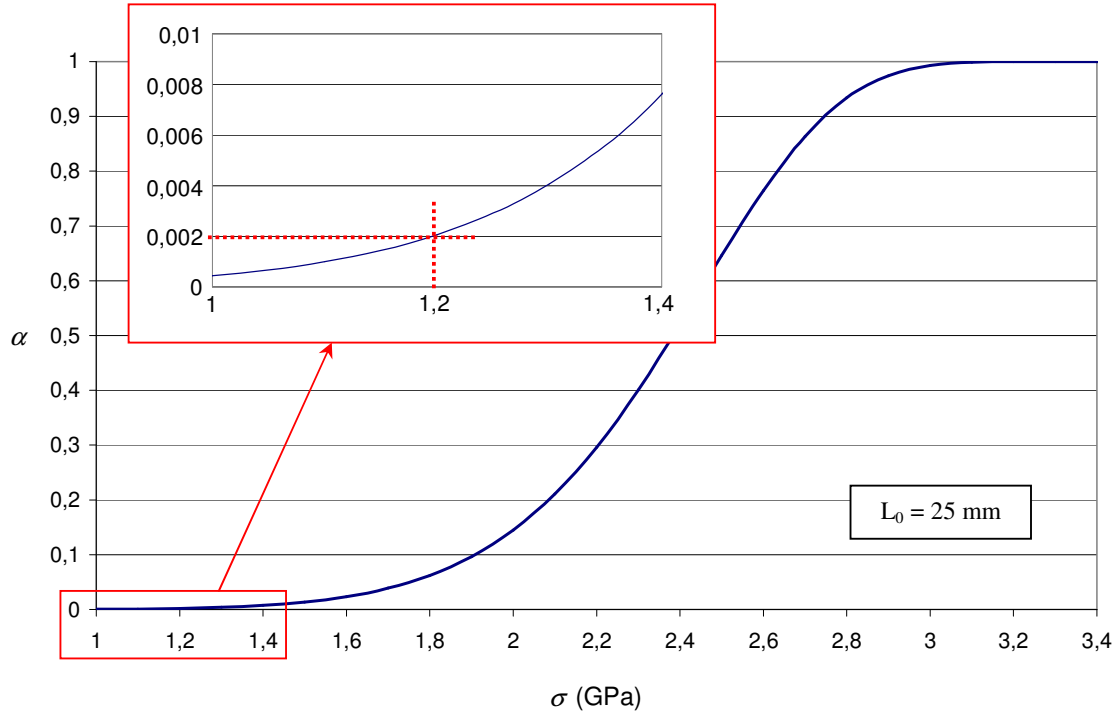


Figure 53 : *Distribution des contraintes à rupture des monofilaments Hi-Nicalon en fonction de leur probabilité de rupture (distribution de Weibull)*

Enfin, puisque les fils contrôlent la rupture au sein des composites SiC/SiC selon ^[Lamon2001], les courbes prévisionnelles des figures 51 et 52, ainsi que celles obtenues pour diverses valeurs de α , peuvent être finalement transposées à l'échelle du matériau composite en utilisant la formule suivante :

$$\sigma_{comp}(t) = V_f \sigma_{fil}(t) \quad (24)$$

avec, $\sigma_{comp}(t)$ la contrainte à rupture du composite au bout du temps t , V_f la fraction volumique de fibres et $\sigma_{fil}(t)$, la contrainte à rupture du fil au bout du temps t . La contrainte appliquée au fil peut ainsi être reliée à la contrainte appliquée au composite et la durée de vie d'un composite peut ainsi être estimée pour une contrainte appliquée $\sigma_{comp}(t)$ donnée par l'expression (24).

Cependant, il convient de prendre en compte la longueur de fibre exposée à l'effet de l'environnement. Celle-ci peut correspondre aux longueurs de décohésion.

Dans ce cas, il est donc important de prendre en compte l'effet d'échelle et de connaître son influence sur les prévisions de durée de vie.

L'effet d'échelle est bien pris en compte dans le modèle (relation (18)) et est représenté sur la figure 54 par la variation des courbes prévisionnelles de durée de vie en fonction de la longueur de jauge pour un fil de type Hi-Nicalon à 500°C ($\alpha = \alpha_c = 5\%$).

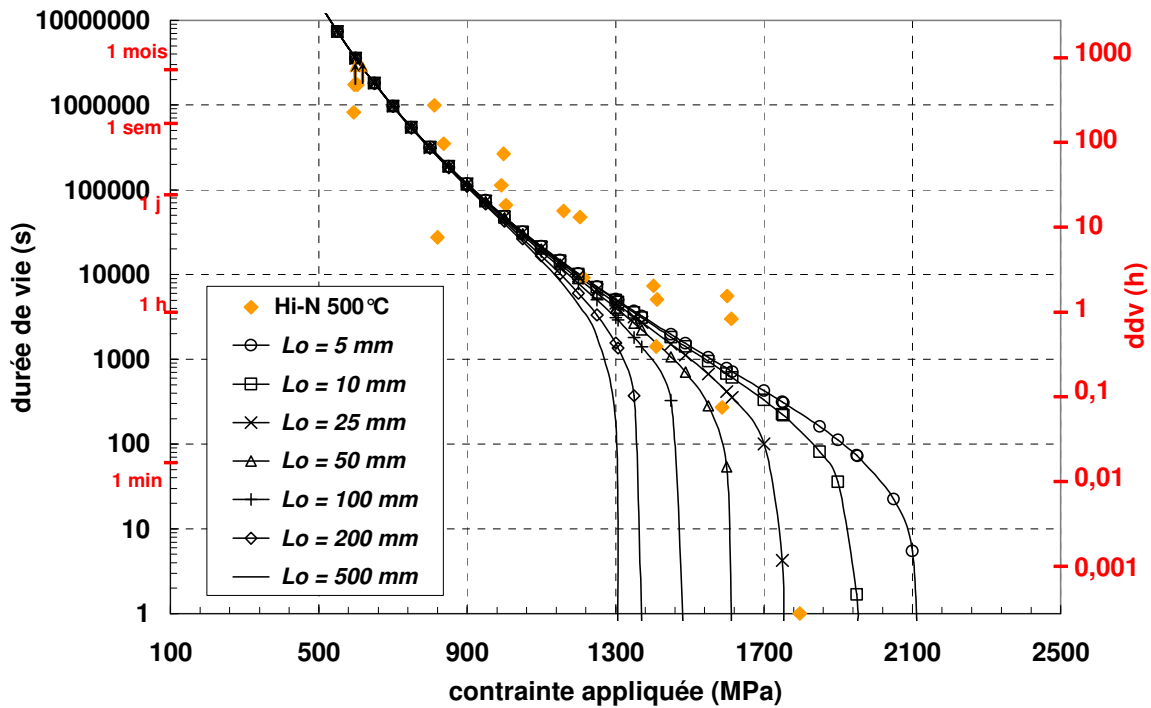


Figure 54 : Variation des courbes prévisionnelles de durée de vie d'un fil Hi-Nicalon à 500°C en fonction de la longueur de jauge ($\alpha = \alpha_c = 5\%$)

La figure 54 montre que la durée de vie des fils n'est pas sensible aux effets d'échelle aux basses contraintes ($\sigma_{fil} < 950$ MPa). La contrainte correspondante à appliquer au composite, dans la direction de sollicitation, est donnée par la relation (24), pour $V_f = 20\%$: $\sigma_{comp} < 190$ MPa.

SYNTHESE

Les essais de fatigue statique réalisés sur des monofilaments Hi-Nicalon à 500°C et 800°C ont permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- La rupture différée des fibres à base de SiC n'est pas un phénomène lié à la structure multifilamentaire puisqu'elle est également observée sur des filaments unitaires.
- La dispersion des résultats de durée de vie est comparable à la dispersion des contraintes à ruptures des monofilaments. Ces résultats sont ainsi exploités de manière identique à l'aide d'outils statistiques. La durée de vie dépend alors de la probabilité de rupture du monofilament considéré : $t \sigma^n = A(\alpha)$.

Un modèle théorique de fissuration sous-critique est ensuite développé puis appliqué aux monofilaments Hi-Nicalon. Il confirme les résultats expérimentaux et permet de générer des diagrammes SPT (Strength-Probability-Time). Ces diagrammes permettent de prévoir la durée de vie d'un monofilament en fonction de la contrainte appliquée et de sa probabilité de rupture.

Une validation de ce modèle repose sur la démonstration de l'équivalence des distributions des durées de vie et des contraintes à ruptures des monofilaments.

Enfin, le modèle de fissuration lente développé à l'échelle du monofilament est comparé aux données relatives aux fils, obtenues au chapitre précédent. La relation monofilament-fil est ainsi identifiée (rupture du fil pour une valeur particulière α_c de α , correspondant au nombre critique de monofilaments rompus entraînant la rupture instantanée du fil) et permet d'appliquer le modèle théorique à l'échelle du fil. Des prévisions de la durée de vie minimale d'un fil en fonction de la température sont obtenues, et les relations entre les fils et la rupture différée des composites sont finalement posées.

CHAPITRE 4

DISCUSSION DES MECANISMES PHYSICO- CHIMIQUES RESPONSABLES DE LA RUPTURE DIFFEREE

1. Mise en évidence d'un mécanisme d'oxydation 73
 - 1.1. Etude de la durée de vie en fatigue statique en fonction du pourcentage de dioxygène*
 - 1.2. Observations en microscopie électronique à balayage après essais de fatigue statique*
2. Etude de l'oxydation des fibres Hi-Nicalon en fatigue statique aux températures intermédiaires 75
 - 2.1. Détermination des cinétiques de croissance de la silice en fatigue statique*
 - 2.2. Influence de l'oxydation des fibres Hi-Nicalon en fatigue statique sur le processus de fissuration sous-critique*
3. Discussion des mécanismes d'oxydation responsables de la propagation des fissures 81
 - 3.1. Processus global de fissuration lente au sein d'une fibre Hi-Nicalon*
 - 3.2. Définition de la condition de propagation d'une fissure et des mécanismes envisagés*
 - 3.3. Mise en évidence des mécanismes proposés*

CHAPITRE 4

Ce quatrième et dernier chapitre présente les différentes analyses réalisées dans le but de déterminer les mécanismes physico-chimiques responsables de la propagation lente des fissures au sein des fibres à base de SiC. La dégradation des fibres Hi-Nicalon, en fatigue statique à haute température, est étudiée dans un premier temps, puis diverses analyses sont effectuées par la suite, afin de discuter les différents mécanismes de propagation de fissures envisagés.

1. Mise en évidence d'un mécanisme d'oxydation

1.1. Etude de la durée de vie en fatigue statique en fonction du pourcentage de dioxygène

Afin de valider l'influence du dioxygène sur la rupture différée des fibres à base de SiC, des essais de fatigue statique ont été réalisés à différentes concentrations de dioxygène (grâce au dispositif présenté sur la figure 24 du chapitre 2), sur des fils Hi-Nicalon, à 500°C, pour une contrainte appliquée de 1000 MPa. Ces résultats sont présentés sur la figure 55.

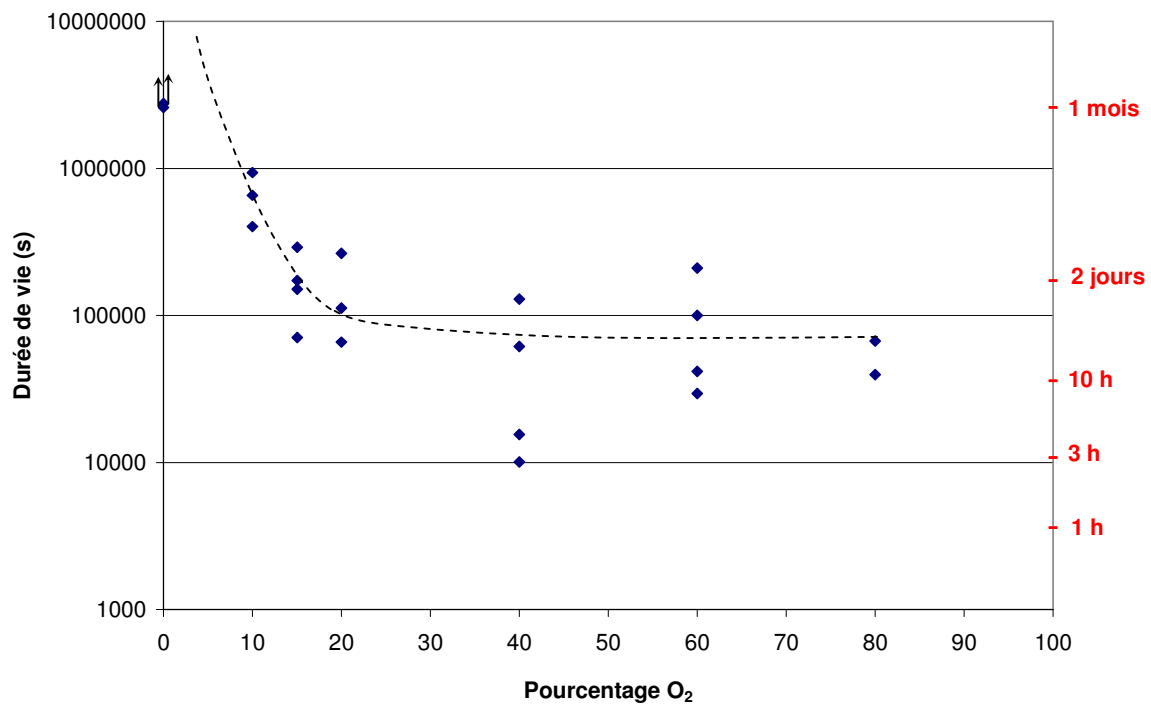


Figure 55 : Variation de la durée de vie en fatigue statique des fils Hi-Nicalon à 500°C, 1000 MPa, en fonction du pourcentage de dioxygène

La durée de vie des fils semble "infinie" lorsque que les essais sont réalisés sous atmosphère neutre (essais interrompus au bout d'un mois), puis elle diminue jusqu'à atteindre un seuil correspondant à la saturation (ou limite maximale de vitesse de diffusion) du dioxygène au sein du matériau. Ce seuil est situé aux alentours de 15 - 20 % de dioxygène. Ces résultats permettent d'affirmer que des phénomènes d'oxydation sont responsables de la propagation lente des fissures au sein des fibres à base de SiC.

1.2. Observation en microscopie électronique à balayage après essais de fatigue statique

Tous les fils de type Hi-Nicalon ont été systématiquement observés en microscopie électronique à balayage après les essais de fatigue statique réalisés. Deux types de faciès de rupture ont ainsi été observés : des faciès de rupture dit "miroirs" (cf. fig. 56a), caractéristiques d'une rupture brutale de la fibre après propagation lente d'une fissure, et des faciès de rupture lisses (cf. fig. 56b), caractéristiques d'une rupture instantanée de la fibre.

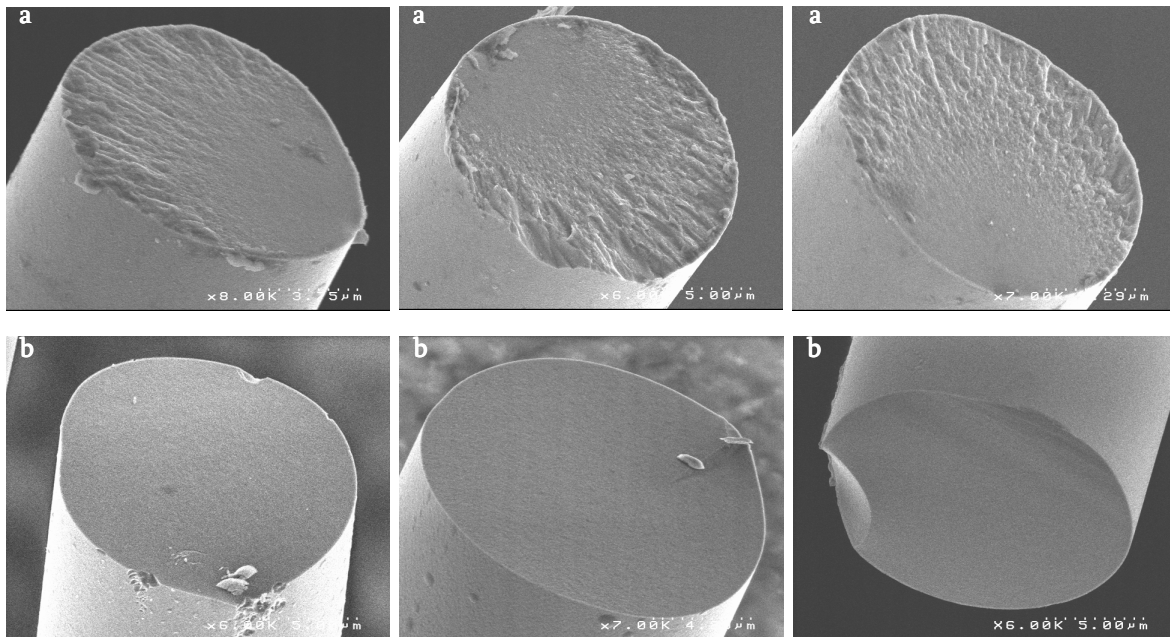


Figure 56 : Observations en microscopie électronique à balayage de faciès de rupture miroirs (a) et lisses (b) de fibres de type Hi-Nicalon après essais de fatigue statique

Outre ces observations des faciès de rupture des fibres, de fines couches d'oxyde, de différentes épaisseurs selon la durée et la température des essais, ont été également observées à la surface des fibres (cf. fig. 57).

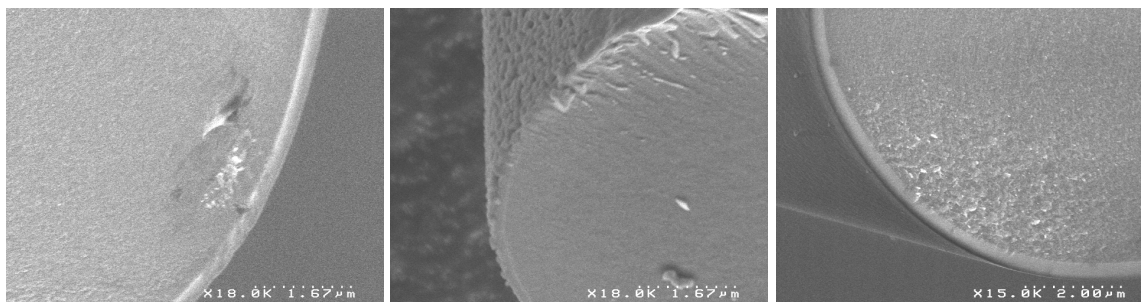


Figure 57 : Observation en microscopie électronique à balayage d'une fine couche d'oxyde à la périphérie des fibres après essais de fatigue statique sur fil Hi-Nicalon à 800°C

L'étude de l'oxydation des fibres au cours des essais de fatigue statique est présentée dans la partie suivante. Des mesures de l'épaisseur des couches de silice formées sont ainsi effectuées après différents essais de fatigue statique et les cinétiques de croissance de cette couche sont déterminées à différentes températures et à différents niveaux de contrainte appliquée. Pour une évaluation optimale de cette épaisseur d'oxyde, la technique d'analyse de surface par spectrométrie d'électrons Auger est utilisée, en collaboration avec le CeCaMa (Centre de Caractérisation des Matériaux Avancés, Pessac, 33).

2. Etude de l'oxydation des fibres Hi-Nicalon en fatigue statique aux températures intermédiaires

2.1. Détermination des cinétiques de croissance de la silice en fatigue statique

Des analyses en profondeur ont été réalisées à partir de la surface des fibres en spectrométrie d'électrons Auger par décapage ionique à l'aide d'un canon à argon (Ar^+). Le diamètre de la sonde utilisée est de 20 nm. Des profils sont ainsi obtenus sur des fibres choisies au hasard à l'intérieur d'un fil après essais de fatigue statique. Des profils sont également réalisés sur des monofilaments après essais de fatigue statique. Cependant dans ce cas, les monofilaments sont récupérés avant leur rupture. En effet, il est très difficile de récupérer des morceaux de fibres après rupture car le monofilament éclate en plusieurs très petits morceaux. Cette opération extrêmement délicate est cependant nécessaire pour valider les résultats obtenus sur des fibres choisies au hasard au sein d'un fil. Le type de profil obtenu est présenté sur la figure 58 (après essai de fatigue statique sur fil Hi-Nicalon à 800°C, 400 MPa, $\text{ddv} \approx 14$ jours).

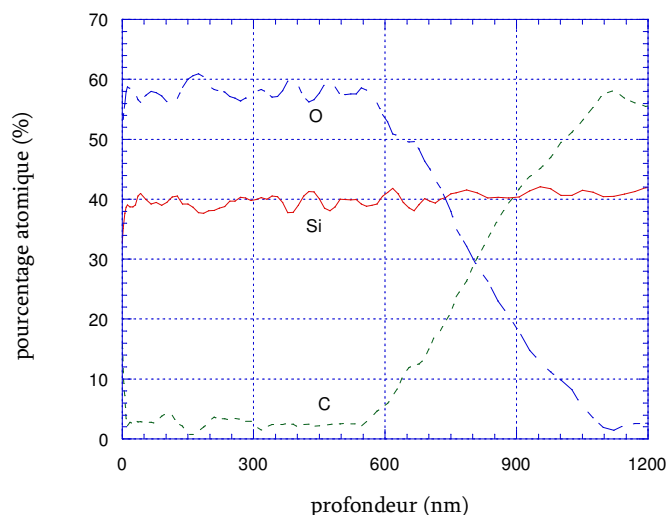


Figure 58 : *Microanalyse en profondeur d'une fibre Hi-Nicalon par spectrométrie d'électrons Auger après essai de fatigue statique sur fil (800°C, 400 MPa, $ddv \approx 14$ jours)*

La couche de silice formée à la surface de la fibre apparaît distinctement sur le profil de la figure 58. L'épaisseur d'oxyde est ici de l'ordre de 575 nm. La limite de la couche d'oxyde est déterminée par la décroissance du pourcentage atomique d'oxygène correspondant également avec l'augmentation du pourcentage atomique de carbone. La composition initiale de la fibre, Si-C, est ensuite retrouvée.

Dans un premier temps, l'effet de l'application d'une charge statique sur la cinétique de croissance de la silice est étudié. Pour cela, un profil Auger effectué sur une fibre Hi-Nicalon après essai de fatigue statique (800°C, 400 MPa, $ddv \approx 5j 7h$) est comparé avec un profil effectué sur une fibre Hi-Nicalon après exposition à la même température pendant la même durée mais sans charge appliquée. Le résultat de cette expérience est présenté sur la figure 59.

L'épaisseur de la couche de silice est beaucoup plus faible pour la fibre sans charge, de l'ordre de 125 nm, contre environ 350 nm pour la fibre avec charge. Ainsi **l'application d'une charge statique accélère la pénétration de l'oxygène vers le cœur de la fibre.**

Les cinétiques de croissance de la silice sont à présent déterminées pour différentes contraintes appliquées en effectuant de nombreuses mesures d'épaisseurs de silice par spectrométrie d'électrons Auger.

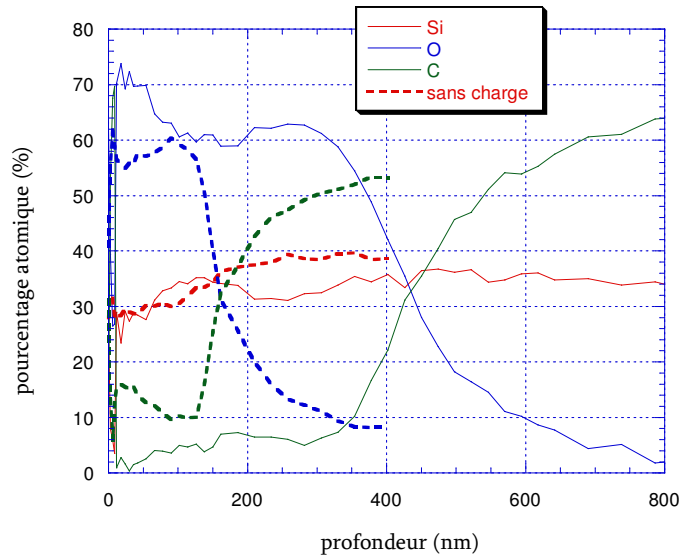


Figure 59 : Comparaison des profils Auger avec et sans charge appliquée, après essai de fatigue statique sur fil Hi-Nicalon (800°C, 400MPa, ddv ≈ 5j 7h)

Une relation paralinéaire, caractéristique de l'oxydation du carbure de silicium, est proposée :

$$X^2 = k_{app}t \quad (25)$$

avec X l'épaisseur d'oxyde formé, t le temps et k_{app} le coefficient de pénétration de l'oxygène (ou constante parabolique d'oxydation) dépendant de la contrainte appliquée.

Le tableau 10 résume les différentes épaisseurs de silice mesurées après différents essais de fatigue statique sur fils et monofilaments Hi-Nicalon à 800°C. Les graphiques de la figure 60 présentent ensuite pour chaque niveau de contrainte étudié le carré de l'épaisseur de silice mesurée en fonction du temps afin de vérifier la relation linéaire (25). Les différentes valeurs du coefficient de pénétration de l'oxygène k_{app} sont ainsi déduites de ces graphes pour chaque niveau de contrainte étudié. Elles sont reportées dans le tableau 11.

Finalement, le graphique de la figure 61 représente les différentes valeurs du coefficient k_{app} en fonction de la contrainte appliquée.

Echantillon	Contrainte appliquée (MPa)	Durée de vie (s)	Epaisseur d'oxyde (nm)
fil	300	596593	260
		829518	330
		40611	60
		1547250	510
		457104	325
	400	1254606	575
		7440	52
monofilament	800	1909	28
		2640	39
		3600	41
	1000	2754	42
		4500	54
	1300	3600	46
		1800	37

Tableau 10 : Mesures par spectrométrie d'électrons Auger des épaisseurs d'oxyde formé après essais de fatigue statique sur fils et monofilaments Hi-Nicalon à 800°C

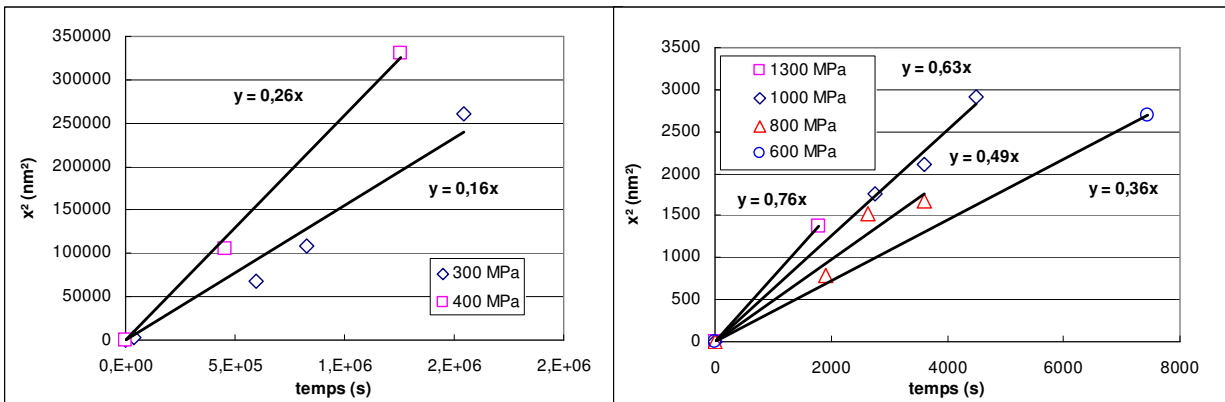


Figure 60 : Variation du carré de l'épaisseur de silice en fonction du temps.

Contrainte appliquée (MPa)	k_{app} (nm ² .s ⁻¹)
0	0,04
300	0,16
400	0,26
600	0,36
800	0,49
1000	0,63
1276	0,76

Tableau 11 : Constantes paraboliques d'oxydation en fonction de la contrainte appliquée

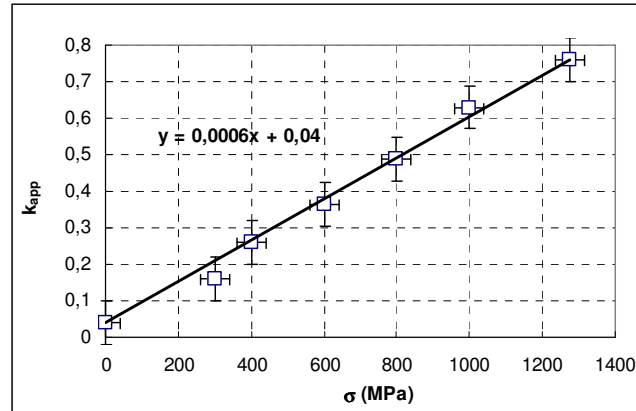


Figure 61 : Evolution du coefficient de pénétration de l'oxygène k_{app} avec la contrainte appliquée

Il apparaît nettement sur le graphique de la figure 61 que le coefficient de pénétration de l'oxygène k_{app} augmente de manière linéaire lorsque la contrainte appliquée augmente. Ces résultats confirment bien que **l'application d'une charge statique accélère l'oxydation en surface des fibres Hi-Nicalon**. Enfin, les couches de silice observées par microscopie électronique à balayage étant parfaitement homogènes (cf. fig. 57), ce phénomène d'oxydation observé sur des zones de 20 nm de diamètre (diamètre de la sonde Auger) est généralisé à l'ensemble de la surface de la fibre. C'est donc un phénomène global.

2.2. Influence de l'oxydation des fibres Hi-Nicalon en fatigue statique sur le processus de fissuration sous-critique

A présent, afin de relier ces résultats à la rupture différée d'une fibre par fissuration lente, il est nécessaire de comparer l'épaisseur d'oxyde formé lors de la rupture d'une fibre avec la longueur théorique de la fissure entraînant la rupture de cette même fibre. Cette longueur critique de fissure a_c est calculée à partir de la ténacité K_{IC} des fibres suivant la relation (mécanique linéaire de la rupture) :

$$K_{IC} = \sigma Y \sqrt{a_c} \quad (26)$$

avec σ la contrainte appliquée et Y un facteur géométrique dépendant de la géométrie de la fissure et des dimensions de l'échantillon.

Le graphe de la figure 62 compare, pour différents niveaux de contraintes, l'épaisseur d'oxyde formé à rupture, en fatigue statique, à 800°C, et la longueur critique de fissure pour une fibre de type Hi-Nicalon. La ténacité des fibres Hi-Nicalon est de $1,25 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ pour ce calcul [Bertrand1998], [Youngblood2001]. L'épaisseur d'oxyde formé à rupture est calculée à l'aide de la relation (25) et des résultats de durée de vie du chapitre 2.

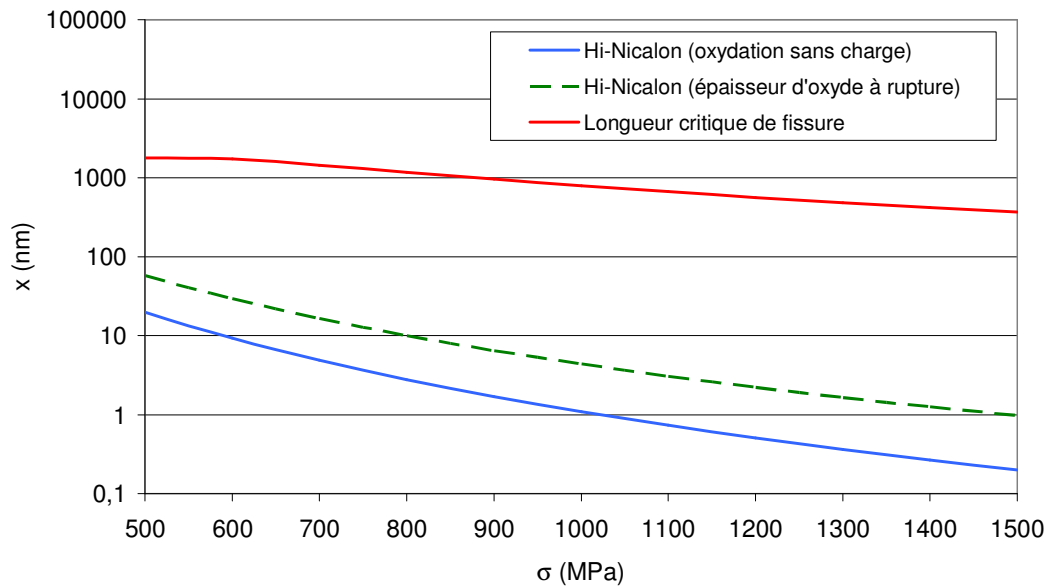


Figure 62 : Comparaison de l'épaisseur d'oxyde formé à rupture, en fatigue statique à 800°C, et de la longueur critique de fissure théorique en fonction de la contrainte appliquée

Il apparaît clairement sur le graphe de la figure 62 que la longueur critique de fissure est supérieure à l'épaisseur d'oxyde formé. Cela signifie donc que des fissures se sont propagées (de manière sous-critique) vers le cœur du matériau **au-delà** de la couche d'oxyde observée en surface. L'épaisseur d'oxyde formé pour une durée identique à la durée de vie du matériau, mais sans application de charge, est également représentée sur le graphe de la figure 62 (courbe bleue). Elle est bien inférieure à l'épaisseur d'oxyde formée sous charge.

En définitive, on ne peut pas conclure à une dégradation généralisée qui conduit à un affaiblissement de la fibre, ou à une modification de la microstructure de l'ensemble de la fibre. Le phénomène global d'oxydation sous charge statique des fibres Hi-Nicalon, n'est pas responsable de leur rupture différée.

Ce résultat est cohérent avec les résultats du chapitre précédent, indiquant que la rupture différée des fibres Hi-Nicalon est la conséquence de la propagation lente d'une fissure issue d'un défaut de surface. Il s'agit donc bien d'un phénomène local.

A partir de ces résultats, un schéma général du phénomène de fissuration lente, à l'échelle de la fibre, est proposé dans la partie suivante.

3. Discussion des mécanismes d'oxydation responsables de la propagation des fissures

3.1. Processus global de fissuration lente au sein d'une fibre Hi-Nicalon

La propagation sous-critique de fissures est illustrée sur le schéma de la figure 63 à partir d'un exemple concret. Ce schéma représente la propagation lente de fissures à partir de défauts préexistants, en fatigue statique, à 800°C, à la surface d'une fibre de type Hi-Nicalon. Le diamètre de la fibre considérée est de 10 μm et la contrainte appliquée est de 800 MPa. Des défauts de surface de différentes dimensions sont représentés. La taille initiale a_i du défaut critique (le plus sévère) est d'environ 300 nm. Cette valeur est calculée d'après la relation suivante (mécanique linéaire de la rupture) :

$$K_{IC} = \sigma_f Y \sqrt{a_i} \quad (27)$$

avec σ_f la contrainte à rupture de la fibre ($\sigma_f = 1700$ MPa pour ce calcul, soit $\alpha = 4$ %). La longueur critique de fissure est calculée d'après la relation (26), elle est égale à 1,5 μm et est représentée en pointillés sur la figure 63. Enfin, l'épaisseur d'oxyde formé à rupture est calculée à partir des résultats précédents. Cette épaisseur est égale à 10 nm, elle est représentée par le trait bleu à la surface de la fibre.

Des microfissures sont créées par concentration de contraintes au niveau des défauts les plus sévères. Ces fissures se propagent ensuite lentement par des mécanismes d'oxydation en front de fissure jusqu'à atteindre une longueur critique conduisant à la rupture brutale de la fibre. Ces mécanismes d'oxydation sont discutés dans la partie suivante.

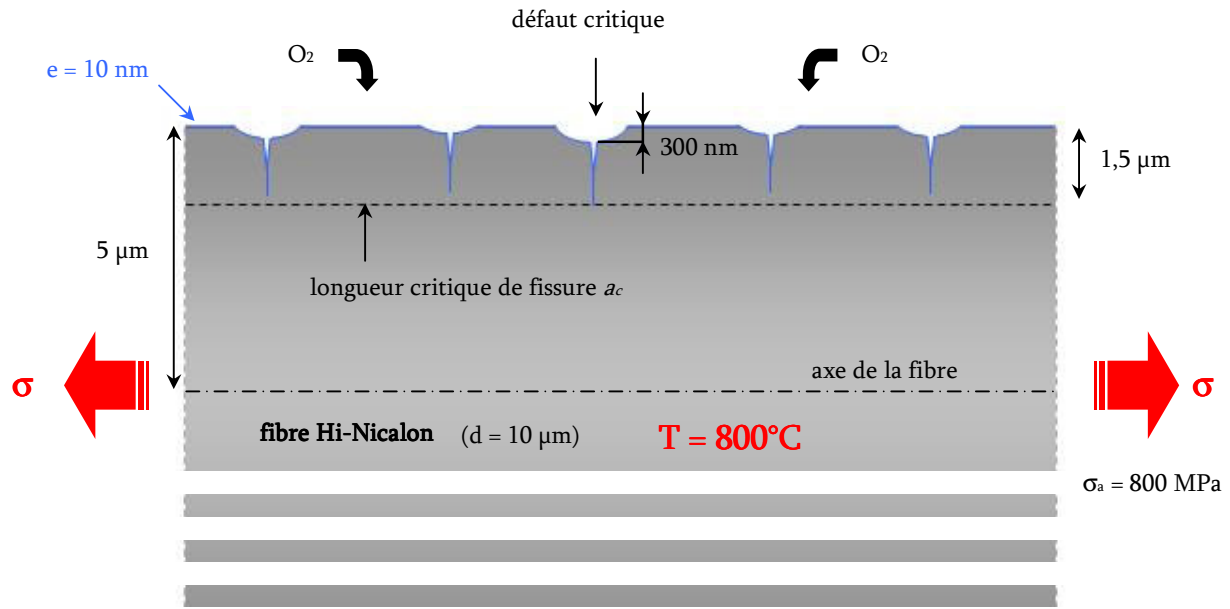


Figure 63 : Schéma de la fissuration sous-critique au sein d'une fibre Hi-Nicalon, en fatigue statique, soumise à une contrainte de 800 MPa, à 800°C

Le processus global est finalement en accord avec les observations des faciès de rupture des fibres Nicalon, après essai de fatigue statique à 700°C [Forio2004] (cf. chapitre 1).

3.2. Définition de la condition de propagation d'une fissure et des mécanismes envisagés

La condition de propagation d'une microfissure générée à partir d'un défaut de surface peut être définie de la manière suivante, sur la base d'un critère de contraintes :

$$\sigma_F = K_t(a) \sigma_a > \sigma_{local} \quad (28)$$

avec σ_F la contrainte en front de fissure, $K_t(a)$ le facteur de concentration de contrainte en front de fissure (dépendant de la longueur de fissure a), σ_a la contrainte appliquée et σ_{local} la contrainte de rupture locale en avant de la fissure.

Sans effet de l'environnement, pour une faible contrainte appliquée inférieure à la contrainte à rupture de la fibre, cette condition n'est pas remplie et le phénomène de fissuration sous-critique n'a pas lieu : $K_I(a) \sigma_a < \sigma_{local}$.

La contrainte appliquée σ_a étant constante, deux options sont envisageables afin de remplir la condition de propagation :

- Soit une surcontrainte locale $\Delta\sigma$ est générée en front de fissure telle que :

$$K_I(a) \sigma_a + \Delta\sigma > \sigma_{local}$$

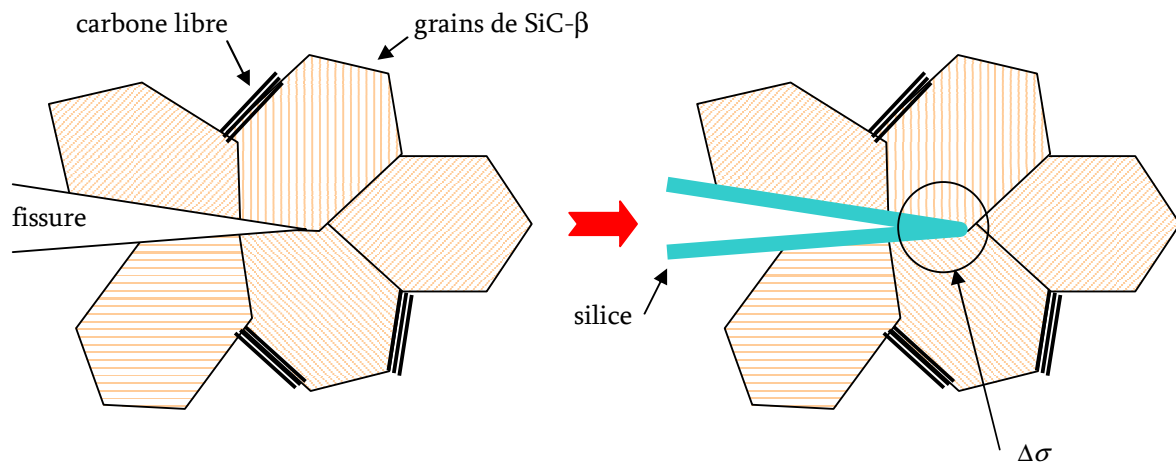
- Soit le facteur de concentration de contrainte $K_I(a)$ augmente (par croissance de la longueur de fissure a) de sorte que $K_I(a) \sigma_a > \sigma_{local}$

Ces deux hypothèses sont à présent traduites en terme de mécanisme d'oxydation, en fonction de la structure et de la composition des fibres étudiées (Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S).

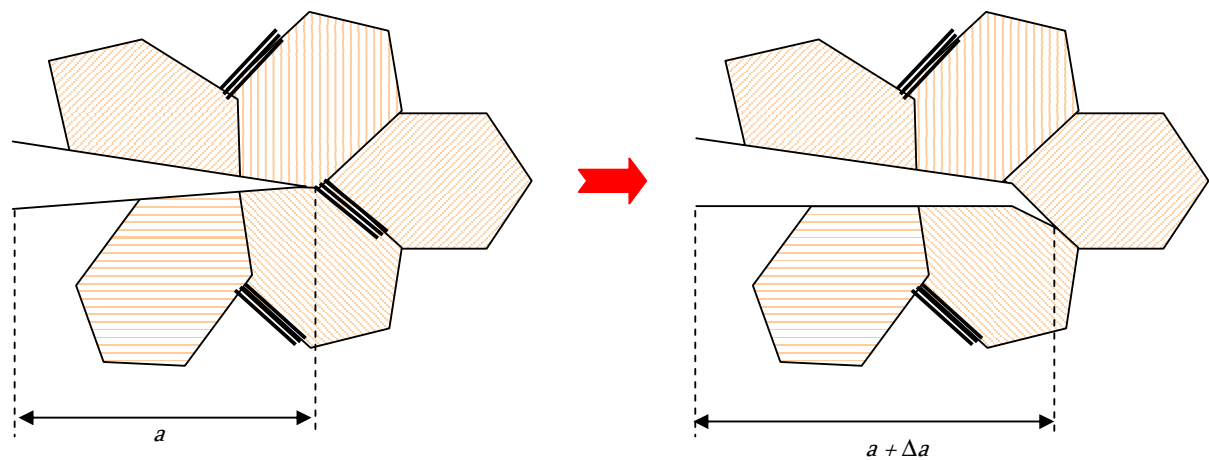
Les phases communes à ces deux générations de fibres sont le **SiC- β cristallisé** et le **carbone libre** (cf. chapitre 1). La troisième phase, de type Si-C mal cristallisé, présente au sein des fibres Hi-Nicalon n'apparaît pas dans la structure des fibres Hi-Nicalon S. En conséquence, les mécanismes d'oxydation en front de fissure envisagés sont :

- L'oxydation des grains de SiC- β : la formation de silice générant une augmentation locale de volume, des surcontraintes locales $\Delta\sigma$ sont ainsi générées en front de fissure (coefficient d'expansion volumique du SiC lors de son oxydation $Z \approx 2,1$).
- L'oxydation du carbone libre : le carbone libre présent en front de fissure est oxydé et augmente ainsi la longueur a de la fissure.

Ces deux mécanismes d'oxydation sont schématisés à l'échelle de la microstructure de la fibre sur la figure 64 (fibre de type Hi-Nicalon S). Ce schéma illustre également la relation entre les mécanismes proposés et la condition de propagation de fissure définie ci-dessus.



mécanisme d'oxydation des grains de SiC-β



mécanisme d'oxydation du carbone libre

Figure 64 : Schéma des mécanismes de propagation de fissures envisagés

Bien qu'ils soient présentés séparément sur la figure 64, les deux mécanismes de propagation de fissure envisagés peuvent se produire simultanément. Par exemple, le mécanisme d'oxydation du carbone libre ne serait pas suffisant pour expliquer la propagation d'une fissure au sein d'un matériau dont le réseau carboné ne serait pas interconnecté.

3.3. Mise en évidence des mécanismes proposés

Différentes analyses sont effectuées dans cette dernière partie afin de mettre en évidence les mécanismes d'oxydation proposés.

- Comparaison de la durée de vie de différents types de fibres à base de SiC

Les durées de vie de différents types de fils, à 800°C, sont comparées sur le graphe de la figure 65. La courbe de durée de vie du fil de type Nicalon a été obtenue par B. Mallet [Mallet2005] au cours d'un stage ingénieur réalisé au LCTS. Quelques essais complémentaires ont également été réalisés sur des fils de type Tyranno SA3 (cf. caractéristiques dans le tableau 1 du chapitre 1) à 1000 MPa. Ces essais ont été interrompus au bout de 2 mois (pas de rupture).

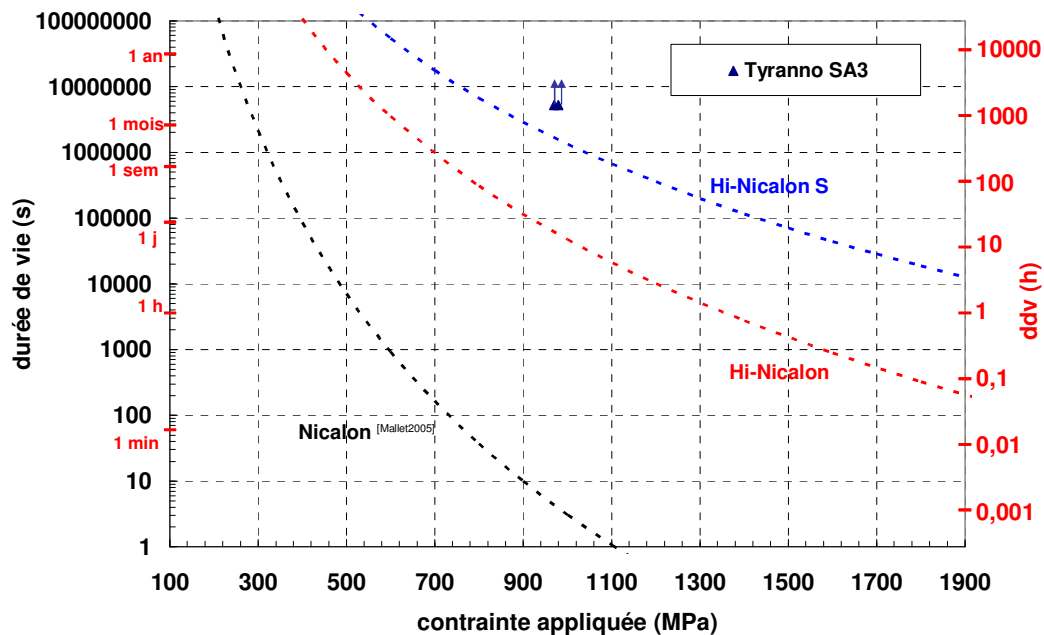


Figure 65 : Comparaison de la durée de vie de différents types de fils, en fatigue statique, à 800°C

Peu d'essais ont été réalisés sur les fils de type Tyranno SA3, mais les résultats obtenus permettent toutefois de hiérarchiser les différentes fibres testées en terme de durée de vie en fatigue statique :

Tyranno SA3 > Hi-Nicalon S > Hi-Nicalon > Nicalon

Le pourcentage atomique de carbone libre de ces différentes fibres a été déterminé par spectrométrie de rayons X (cf. fig. 66). Les résultats peuvent être hiérarchisés de la manière suivante :

Type de fibre :	Tyranno SA3	≈	Hi-Nicalon S	<	Hi-Nicalon	≈	Nicalon
% at. C _{libre} :	(~2 %)		(~3 %)		(~17 %)		(~15 %)

Il apparaît nettement sur les profils de la figure 66 que la fibre Tyranno SA3 n'est pas homogène en composition. Cependant, les défauts surfaciques étant à l'origine de la propagation lente des fissures, seul le pourcentage atomique de carbone libre en surface est retenu pour cette fibre, soit ~ 2 %.

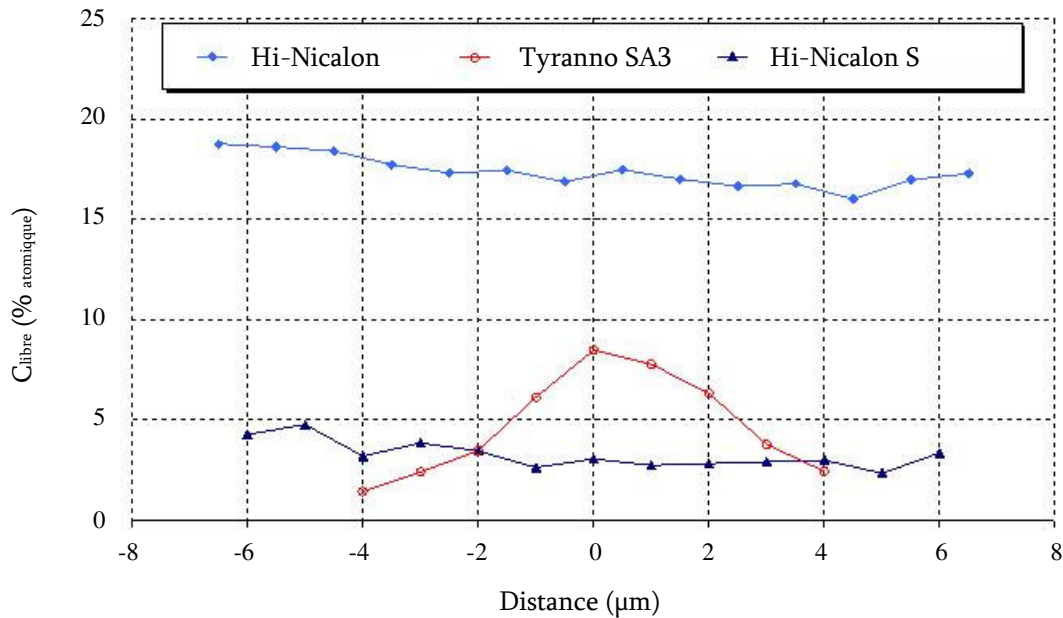


Figure 66 : Profils de concentration atomique du carbone libre en microsonde X pour différentes fibres à base de SiC [Sauder2004]

La durée de vie des fibres à base de SiC semble ainsi diminuer lorsque le pourcentage de carbone libre augmente. Ce premier résultat est en accord avec l'hypothèse d'un mécanisme d'oxydation du carbone libre en front de fissure. Toutefois, ce résultat n'est pas vérifié pour les fibres Nicalon.

Ceci s'explique par la structure et la composition des fibres Nicalon (fibres de type Si-C-O, cf. chapitre 1). L'organisation du carbone libre est différente au sein de ces fibres et la présence d'oxygène semble diminuer leur durée de vie par oxydation de la phase amorphe Si-C-O. Il est donc également logique de supposer que l'oxydation de la troisième phase de type Si-C mal cristallisé au sein des fibres Hi-Nicalon accélère la propagation des fissures et diminue ainsi leur durée de vie.

Enfin, malgré le peu d'essais réalisés sur fils Tyranno SA3, la durée de vie de ces fils semble supérieure à la durée de vie des fils Hi-Nicalon S pour un pourcentage de carbone libre en surface équivalent. La différence majeure entre ces deux types de fibres est la taille des grains de SiC- β , de l'ordre de 50-100 nm pour la fibre Hi-Nicalon S, et de l'ordre de 200 nm pour la fibre Tyranno SA3. De plus, une étude thermodynamique de la dégradation thermique des fibres à base de SiC par minimisation de l'énergie de Gibbs ^[Vahlas1995], a démontré que plus les grains de SiC- β sont petits, plus ils s'oxydent rapidement. Cette analyse met ainsi en évidence la seconde hypothèse d'un mécanisme d'oxydation des grains de SiC- β en front de fissure.

- Mesure de la conductivité électrique des fibres à base de SiC

Un autre résultat intéressant est le degré de connectivité du réseau carboné au sein de différentes fibres SiC, étudié par G. Chollon dans le cadre de mesure de propriétés électriques de ces fibres ^[Chollon1998]. En conclusion de cette étude, le degré de connectivité de la phase carbonée est directement lié à la conductivité électrique des fibres SiC. Ainsi, il est logique de penser que pour les fibres de type Si-C homogènes en composition, la durée de vie en fatigue statique est proportionnelle, selon l'hypothèse d'oxydation du carbone libre, au degré de connectivité du réseau carboné, et donc à la conductivité électrique. La conductivité électrique des fibres Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S a été mesurée par G. Chollon ^[Chollon1998] et M. Takeda ^[Takeda1996]. Ces valeurs sont reportées dans le tableau 12.

Type de fibre :	Hi-Nicalon	Hi-Nicalon S
Conductivité électrique (S/cm)	~1	~10 ⁻⁵

Tableau 12 : *Conductivité électrique des fibres Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S* ^{[Chollon1998], [Takeda1996]}

La conductivité électrique de la fibre Hi-Nicalon S est bien inférieure à celle de la fibre Hi-Nicalon, ce qui est en accord avec sa meilleure durée de vie en fatigue statique et confirme ainsi l'influence de l'oxydation du carbone libre en front de fissure entraînant la propagation lente des fissures au sein des fibres à base de SiC, en fatigue statique, aux températures intermédiaires. La conductivité électrique de la fibre Tyranno SA3 n'a pas été mesurée, mais elle ne peut pas être reliée à la durée de vie. En effet, cette fibre n'est pas homogène en composition et contient plus de 15 % de carbone libre à cœur. Sa conductivité électrique est donc certainement supérieure à celle de la fibre Hi-Nicalon S malgré les meilleurs résultats de durée de vie en fatigue statique.

- Normalisation des résultats de durée de vie par le module d'élasticité

Un nouvel argument étayant l'hypothèse d'un mécanisme d'oxydation du carbone libre en front de fissure est présenté sur le graphe de la figure 67. Ce graphe présente les résultats de durée de vie de fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S en fonction de la contrainte appliquée normalisée par le module d'Young : σ / E . Cette normalisation est effectuée car le module d'élasticité des fibres de type Si-C homogènes (fibres Nicalon et Tyranno SA exclues) est proportionnel au pourcentage de carbone libre au sein de ces fibres.

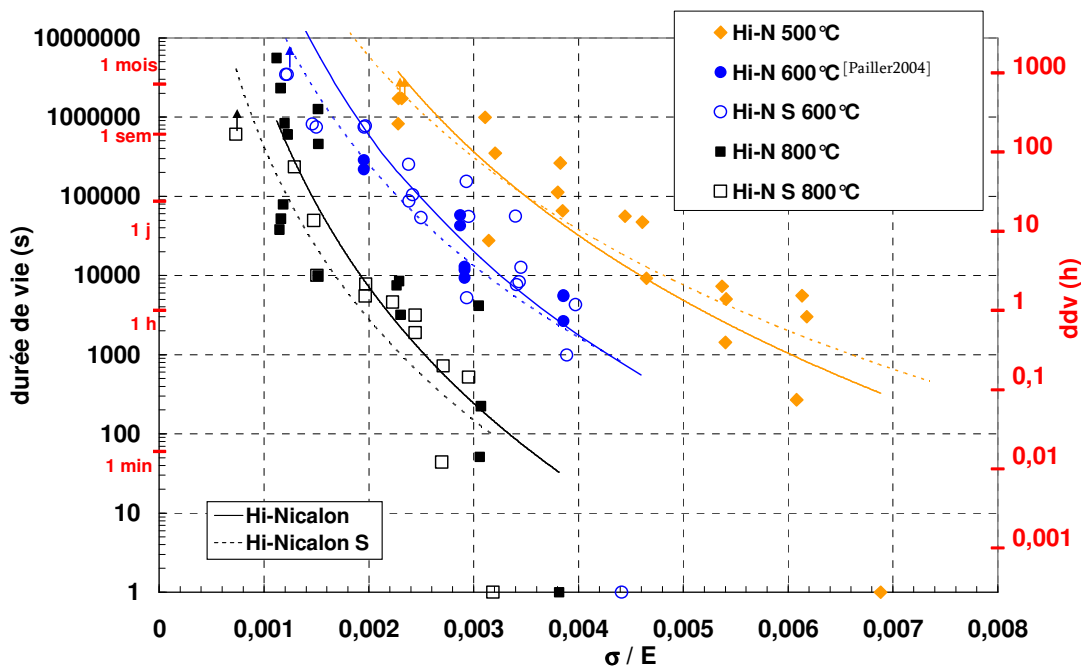


Figure 67 : *Durée de vie en fatigue statique de fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S en fonction de la contrainte appliquée normalisée par le module d'Young*

Tous les résultats expérimentaux obtenus à 500°C, 600°C et 800°C sont représentés sur le graphe de la figure 67. Les courbes de durée de vie moyenne des fils, déterminées à partir du modèle empirique développé au chapitre 2, sont également présentées sur ce graphe. Ces courbes de durée de vie des fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S coïncident parfaitement pour chaque température étudiée. La durée de vie des fibres de type Si-C homogènes est donc bien liée au pourcentage de carbone libre de ces fibres.

- Seuil de température du phénomène

Des essais de fatigue statique ont été réalisés sur des fils Hi-Nicalon afin de déterminer un éventuel seuil de température du phénomène de fissuration lente ($T < 500^\circ\text{C}$). D'après les études réalisées au LCTS sur les interphases de pyrocarbone (PyC, de structure également turbostratique) au sein des composites SiC/SiC [Filipuzzi1994], [Lamouroux1999], le carbone turbostratique ne s'oxyde qu'à partir de 400 - 450°C environ, alors que de très fines épaisseurs de silice sont observées à la surface de carbure de silicium à partir de la température ambiante. L'étude du seuil de température du phénomène devrait ainsi permettre de déterminer si l'oxydation des grains de SiC- β , à des températures inférieures à 400°C, est suffisante pour générer une surcontrainte locale en front de fissure.

Si la rupture différée des fils n'a plus lieu en dessous de 400°C, seule l'hypothèse d'un mécanisme d'oxydation du carbone libre en front de fissure sera retenue, et la seconde hypothèse pourra être abandonnée. Dans le cas contraire, le mécanisme d'oxydation des grains de SiC- β en front de fissure sera considéré comme mécanisme prépondérant.

Des essais de fatigue statique ont été réalisés à 400°C, sur des fils Hi-Nicalon, avec une contrainte appliquée de 1400 MPa. Les résultats de ces essais, ainsi que les prévisions théoriques de durée de vie, sont présentés sur le graphe de la figure 68. Les trois essais réalisés sont en accord avec les prévisions du modèle développé dans le chapitre 2. Ainsi, le phénomène de fissuration sous-critique est encore activé à 400°C.

Il est cependant nécessaire de réaliser des essais supplémentaires pour des températures inférieures à 400°C.

Ces essais n'ont pas pu être réalisés dans le cadre de cette étude car d'après le modèle prévisionnel de la figure 68, la durée de vie des fils Hi-Nicalon à 350°C pour une contrainte appliquée de 1400 MPa est de l'ordre de plusieurs mois. De plus, des essais à des contraintes supérieures à 1400 MPa sont très difficilement réalisables sur les moyens d'essais développés.

Il est donc possible d'envisager, dans le cadre de futures études, des essais longs de fatigue statique, à des températures inférieures à 400°C. La durée de vie théorique de ces essais étant conséquente (de l'ordre du millier d'heures) il est nécessaire de prévoir une durée totale des essais de l'ordre de la dizaine de millier d'heures (soit environ un an), pour éventuellement déterminer un seuil de température de la fissuration sous-critique.

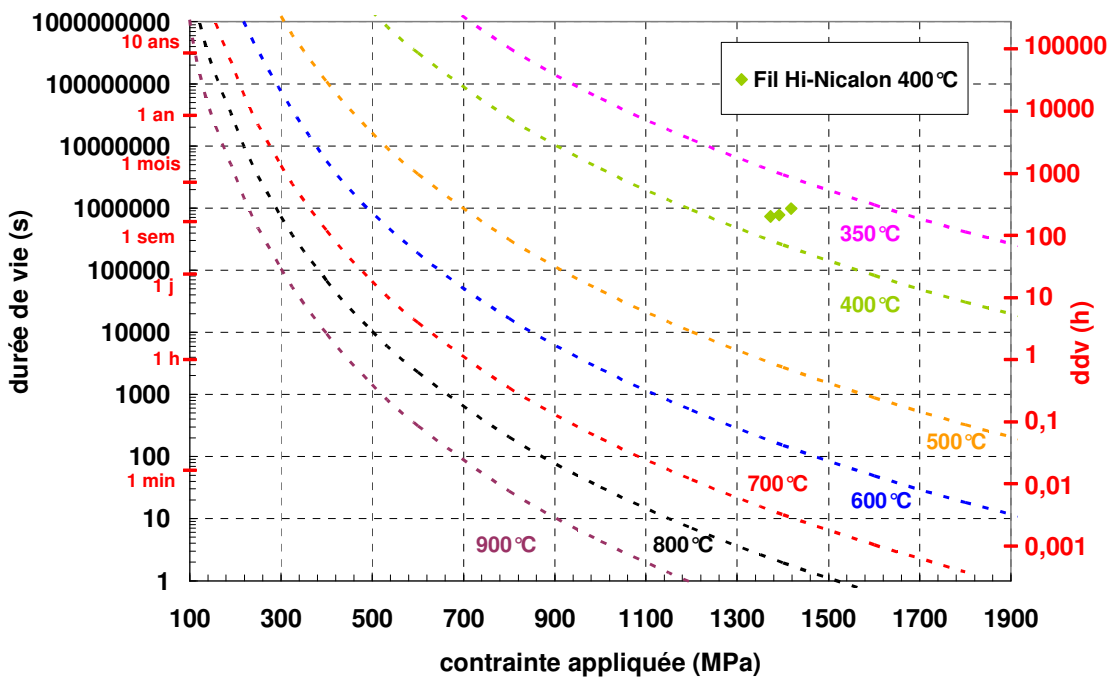


Figure 68 : Détermination du seuil de température inférieur du phénomène : essais de fatigue statique sur fils Hi-Nicalon à 400°C et comparaison avec les prévisions théoriques

Pour conclure, les deux mécanismes de propagation de fissure proposés sont confortés par les analyses effectuées, mais il n'est pas possible de déterminer la prédominance d'un mécanisme par rapport à l'autre.

Il est désormais possible d'affirmer que la **rupture différée, en fatigue statique, aux températures intermédiaires (500°C - 800°C), des fils et des monofilaments à base de SiC est la conséquence d'un phénomène de propagation sous-critique des défauts surfaciques de ces fibres par oxydation du carbone libre et des grains de SiC- β en front de fissure**. Des mécanismes d'oxydation supplémentaires peuvent également accélérer la propagation des fissures au sein de fibres comportant une troisième phase amorphe (Si-C-O ou Si-C pour les fibres Nicalon et Hi-Nicalon respectivement).

La rupture différée des fibres à base de SiC étant à présent expliquée, il est possible de synthétiser l'influence de leurs propriétés (mécaniques, chimiques, physiques...) sur la durée de vie en fatigue statique (cf. tab. 13). Ce tableau constitue une aide au choix des matériaux (fibres à base de SiC) en vue d'applications futures, à des températures intermédiaires (500°C-800°C), nécessitant d'importantes durées de vie.























		<i>paramètres</i>	<i>influence sur la durée de vie en fatigue statique</i>
<i>microstructure et composition</i>		% carbone libre 	 (oxydation en front de fissure)
		taille des grains de SiC- β 	 (oxydation en front de fissure)
		% oxygène 	 (oxydation d'une phase d'oxycarbure de silicium)
<i>mécanique et électrique</i>		ténacité : K_{IC} 	 (cf. relation (23), relation avec la taille des grains)
		module d'Young E 	 (relation avec le % carbone libre)
		contrainte à rupture σ_f 	 (relation avec le rang α)
		rang du monofilament α 	 (cf. relation (23))
		conductivité électrique σ 	 (relation avec la connectivité du réseau carboné)
<i>dimensions et structure</i>		module de Weibull m_f 	 (cf. relation (23))
		facteur d'échelle σ_0 	 (cf. relation (23))
		effet d'échelle V ou L_0 	 (cf. relation (23))

Tableau 13 : Synthèse des différentes propriétés des fibres à base de SiC influant sur leur durée de vie en fatigue statique, sous air, aux températures intermédiaires (500°C - 800°C)

SYNTHESE

La dégradation des fibres Hi-Nicalon, au cours des essais de fatigue statique à 800°C, sous air, a été étudiée à différents niveaux de contrainte appliquée. L'étude des cinétiques de formation de la silice démontre que l'application d'une charge statique accélère la pénétration de l'oxygène vers le cœur de la fibre.

Cependant, cette oxydation de surface n'est pas suffisante pour entraîner la rupture différée des fibres à base de SiC.

Différentes analyses ont finalement permis de démontrer que **la rupture différée, en fatigue statique, aux températures intermédiaires (500°C - 800°C), des fils et des monofilaments à base de SiC est la conséquence d'un phénomène de propagation sous-critique des défauts surfaciques de ces fibres par oxydation du carbone libre et des grains de SiC- β en front de fissure.**

La comparaison des résultats de durée de vie obtenus pour différents types de fibres à base de SiC, l'étude de leur structure et composition chimique et la normalisation des résultats des essais de fatigue statique confortent ce résultat.

Enfin, l'influence des différentes propriétés des fibres à base de SiC sur leur durée de vie en fatigue statique, sous air, aux températures intermédiaires (500°C - 800°C) est résumée dans le tableau 13. Ce tableau constitue une aide au choix des matériaux (fibres à base de SiC) en vue d'applications nécessitant des durées de vie importantes.

CONCLUSION GENERALE
ET
PERSPECTIVES

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Ces travaux de thèse réalisés au LCTS, s'inscrivent dans un contexte plus large de prévision de la durée de vie des CMCs et des approches multi-échelles de leur comportement thermomécanique. Les objectifs étaient la compréhension et la modélisation des phénomènes entraînant la rupture différée, aux températures intermédiaires (500°C- 800°C), de fils constitués de fibres à base de carbure de silicium.

A l'aide de moyens d'essais spécifiques développés au laboratoire, des essais de fatigue statique ont été réalisés à différentes températures sur des fils de type Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S. L'analyse des résultats de ces essais a permis de proposer et de valider un modèle empirique de prévision de la durée de vie moyenne des fils. Ce modèle s'appuie sur un grand nombre de données expérimentales dont les principaux résultats sont :

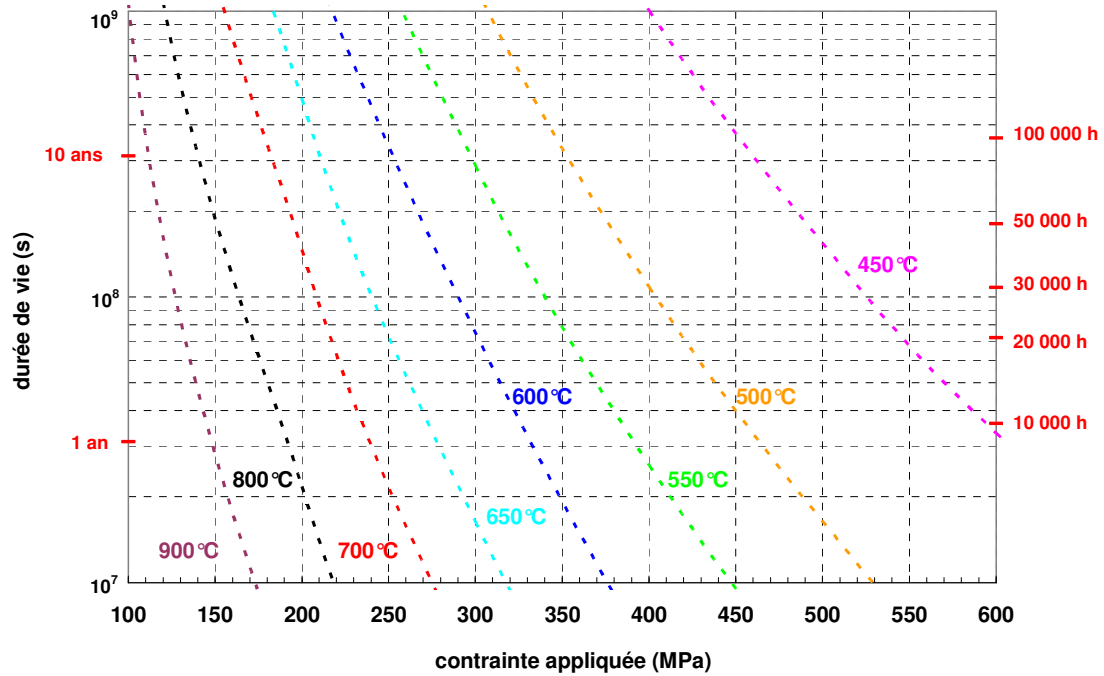
- La durée de vie en fatigue statique, aux températures intermédiaires (500°C-800°C) des fils à base de SiC est décrite par des lois de fissuration lente du type $t \sigma^n = A$.
- L'exposant de contrainte n est un paramètre qui dépend uniquement du matériau :
 - $n = 8,4$ pour les fibres Hi-Nicalon
 - $n = 7,2$ pour les fibres Hi-Nicalon S
- La durée de vie diminue lorsque la température augmente.

Le modèle développé pour les fils Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S exprime la durée de vie moyenne d'un fil t en fonction de la contrainte appliquée σ et de la température T :

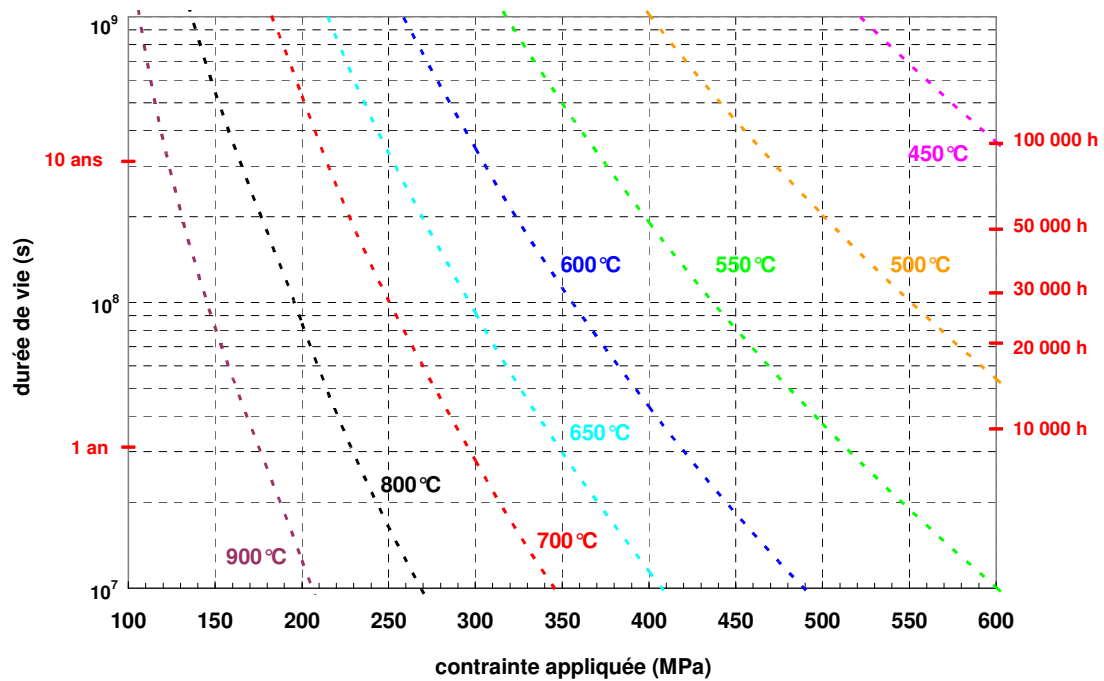
$$t \sigma^n = A = A_0 \exp\left(\frac{Ea}{RT}\right)$$

avec A_0 et Ea des paramètres expérimentaux et R la constante des gaz parfaits.

Les diagrammes suivants sont ainsi générés. Ils constituent à présent la référence en terme de durée de vie pour ces deux types de fils :



Durée de vie moyenne, ou effective, en fatigue statique, d'un fil Hi-Nicalon en fonction de la contrainte appliquée et de la température.



Durée de vie moyenne, ou effective, en fatigue statique, d'un fil Hi-Nicalon S en fonction de la contrainte appliquée et de la température.

Dans un second temps, des essais de fatigue statique similaires ont été réalisés à l'échelle monofilamentaire. Ces essais ont aboutis aux conclusions suivantes :

- La rupture différée des fibres à base de SiC n'est pas un phénomène liée à la structure multifilamentaire puisqu'elle est également observée sur des filaments unitaires.
- La dispersion des résultats de durée de vie est comparable à la dispersion des contraintes à ruptures des monofilaments. Ces résultats sont ainsi exploités de manière identique à l'aide d'outils statistiques. La durée de vie dépend alors de la probabilité de rupture du monofilament considéré : $t \sigma^n = A(\alpha)$.

Un modèle théorique de fissuration sous-critique basé sur la relation de Paris ($v = da/dt = A_1 K_I^n$) a ensuite été développé puis appliqué aux monofilaments Hi-Nicalon. Ce modèle est en accord avec les résultats expérimentaux obtenus et permet de générer des diagrammes SPT (Strength-Probability-Time). Ces diagrammes permettent de prévoir la durée de vie d'un monofilament en fonction de la contrainte appliquée et de sa probabilité de rupture :

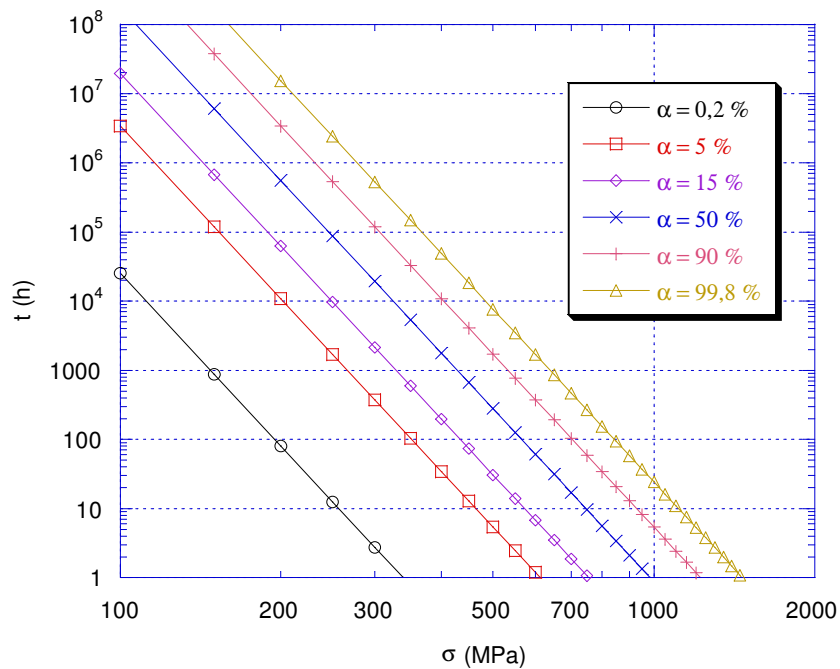
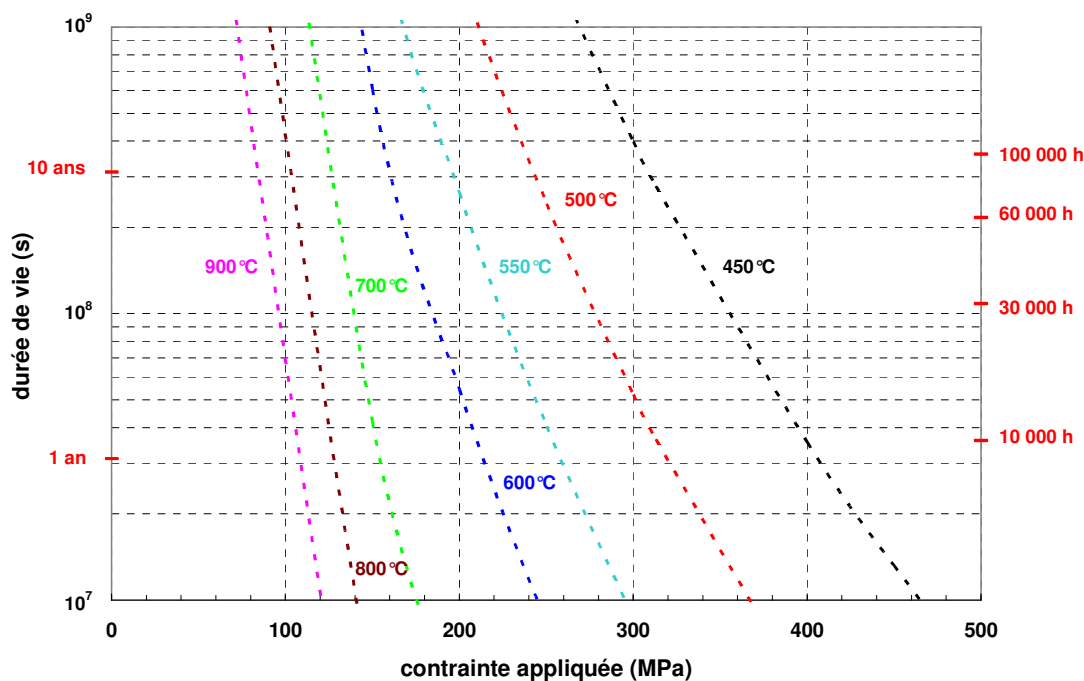


Diagramme SPT (Strength - Probability - Time) des monofilaments Hi-Nicalon à 800°C

La comparaison des résultats expérimentaux obtenus sur fils avec le modèle théorique a finalement permis d'identifier la relation monofilament - fil en fatigue statique : le fil se rompt pour une valeur particulière α_c de α , correspondant au nombre critique de monofilaments rompus entraînant la rupture instantanée du fil. Cette identification permet d'appliquer le modèle théorique à l'échelle du fil. Des prévisions de la durée de vie minimale d'un fil en fonction de la température sont ainsi obtenues (cf. fig. ci-dessous) et les relations fils - composites sont également établies.

























Prévisions théoriques de la durée de vie minimale d'un fil Hi-Nicalon, en fatigue statique, en fonction de la contrainte appliquée et de la température

Enfin, les mécanismes physico-chimiques intimes responsables de la fissuration sous-critique des fibres à base de SiC ont été déterminés et confortés par de nombreuses analyses :

La rupture différée, en fatigue statique, aux températures intermédiaires (500°C - 800°C), des fils et des monofilaments à base de SiC est la conséquence d'un phénomène de propagation sous-critique des défauts surfaciques de ces fibres par oxydation du carbone libre et des grains de SiC- β en front de fissure. Des mécanismes d'oxydation supplémentaires peuvent également accélérer la propagation des fissures au sein de fibres comportant une troisième phase amorphe (Si-C-O ou Si-C pour les fibres Nicalon et Hi-Nicalon respectivement).

Finalement, la rupture différée des fibres à base de SiC étant à présent explicitée, l'influence des différentes propriétés de ces fibres sur leur durée de vie en fatigue statique, sous air, aux températures intermédiaires (500°C - 800°C) est résumée dans le tableau suivant :

paramètres		influence sur la durée de vie en fatigue statique	
microstructure et composition	% carbone libre 		(oxydation en front de fissure)
	taille des grains de SiC- β 		(oxydation en front de fissure)
	% oxygène 		(oxydation d'une phase d'oxycarbure de silicium)
mécanique et électrique	ténacité : K_{IC} 		(cf. relation (23), relation avec la taille des grains)
	module d'Young E 		(relation avec le % carbone libre)
	contrainte à rupture σ_f 		(relation avec le rang α)
	rang du monofilament α 		(cf. relation (23))
	conductivité électrique σ 		(relation avec la connectivité du réseau carboné)
dimensions et structure	module de Weibull m_f 		(cf. relation (23))
	facteur d'échelle σ_0 		(cf. relation (23))
	effet d'échelle V ou L_0 		(cf. relation (23))

Synthèse des différentes propriétés des fibres à base de SiC influant sur leur durée de vie en fatigue statique, sous air, aux températures intermédiaires (500°C - 800°C)

Ce tableau constitue une aide au choix des matériaux (fibres à base de SiC) en vue d'applications nécessitant des durées de vie importantes.

Pour conclure, ce travail permet d'envisager un certain nombre de perspectives :

Des essais de fatigue statique devront être réalisés à des températures inférieures à 400°C, afin de déterminer l'influence de chaque mécanisme de propagation de fissure proposé sur le processus global de fissuration sous-critique.

La validité du mécanisme de fissuration lente devra également être étudiée vers les plus hautes températures, afin de déterminer le domaine de transition avec des mécanismes de fluage. Ces études sont en cours au LCTS dans le cadre des travaux de thèse d'Adrien LAFORET. Ces premiers résultats ont notamment permis de valider le mécanisme de fissuration lente présenté dans ce mémoire à une température de 900°C.

Des traitements de surface peuvent être envisagés sur différents types de fibres à base de SiC afin de les protéger de l'oxydation et ainsi améliorer leur durée de vie en fatigue statique. Des études sont actuellement en cours au LCTS dans le cadre des travaux de thèse d'Adrien DELCAMP. L'éventuel gain de durée de vie des fils de type Hi-Nicalon ou Hi-Nicalon S traités pourra être rapidement évalué par quelques essais de fatigue statique grâce aux diagrammes références établis dans le cadre de cette étude.

Enfin, des calculs prévisionnels de la durée de vie de matériaux composites pourront être réalisés à partir des résultats de cette étude à l'échelle monofilamentaire et multifilamentaire. Des essais devront alors être réalisés sur matériaux composites pour confirmer les prévisions théoriques. Des essais analogues seront prochainement réalisés en collaboration avec le CEAT dans le cadre du CPR "Modélisation-extrapolation-validation de la durée de vie des composites à matrice céramique autocicatrisante".

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[Baskaran1987] : S. Baskaran, H. L. Lee, D. P. H. Hasselman, "Role of crack size in the bi-modal static fatigue failure of a cordierite glass and glass-ceramic", J. Mat. Sci., 22, pp. 871-876, 1987.

[Bertrand1998] : S. Bertrand, "Amélioration de la durée de vie de composites SiC/SiC à interphase nanoséquencée (PyC/SiC)_n et (BN/SiC)_n", Thèse de Doctorat, n°1927, Université Bordeaux I, 1998.

[Bertrand2001] : S. Bertrand, R. Pailler, J. Lamon, "Influence of strong fibre/coating interfaces on the mechanical behaviour and lifetime of Hi-Nicalon/(PyC/SiC)_n/SiC minicomposites", J. Am. Ceram. Soc., vol. 84, n°4, pp. 787-794, 2001.

[Bodet1995] : R. Bodet, X. Bourrat, J. Lamon, and R. Naslain, "Tensile Creep Behavior of a Silicon Carbide-Based Fiber with a Low Oxygen Content", J. Mat. Sci., 30, pp. 661-677, 1995.

[Bouillon1991] : E. Bouillon, F. Langlais, R. Pailler, R. Naslain, F. Cruege, P.V. Huong, J.C. Sarthou, A. Delpuech, C. Laffon, P. Lagarde, M. Monthieux, A. Oberlin, "Conversion mechanisms of a polycarbosilane precursor into an SiC-based ceramic material", J. Mat. Sci., 26, pp. 1333-45, 1991.

[Bunsell2000] : A.R Bunsell, M.H. Berger, "Fine diameter ceramic fibres", J. Eur. Ceram. Soc., vol. 20, pp. 2249-2260, 2000.

[Calard1998] : V. Calard, " Approches statistiques-probabilistes du comportement mécanique des composites à matrice céramique ", Thèse de Doctorat, n°1948, Université Bordeaux I, 1998.

[Calard2004] : V. Calard, J. Lamon, "Failure of fiber bundles", Composites Sciences and Technology, vol. 64, pp. 701-710, 2004.

[Carrère1996] : P. Carrère, "Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC", Thèse de Doctorat, n°1592, Université Bordeaux I, 1996.

[Charles1962] : R.J. Charles, W.B. Hillig, "The kinetics of glass failure by stress corrosion", Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of Improving It, Florence, Italy, pp. 511-527, 1991. Union Scientifique Continentale du Verre, Charleroi, Belgium, 1962.

[Chollon1995] : G. Chollon, "Fibres céramiques à base de carbure de silicium et à faible taux d'oxygène", Thèse de Doctorat, n°1280, Université Bordeaux I, 1995.

[Chollon1998] : G. Chollon, R. Pailler, R. Canet, P. Delhaes, "Correlation between Microstructure and Electrical Properties of SiC-based Fibres Derived from Organosilicon Precursors", J. Eur. Ceram. Soc., vol. 18, pp. 725-733, 1998.

[Christin1977] : F. Christin, R. Naslain, P. Hagenmuller, J.J. Choury, "Pièce poreuse carbonée densifiée in-situ par dépôt chimique en phase vapeur de matériaux réfractaires autres que le carbone et procédé de fabrication", brevet français, 77/26979, septembre 1977.

[Christin2001] : F. Christin, "Design, Fabrication and Application of C/C, C/SiC and SiC/SiC composites", High Temperature Ceramic Matrix Composites, HT-CMC 4, Ed. W. Krenkel, R. Naslain, pp. 731-743, Munich, Germany, 2001.

[Christin2005] : F. Christin, "A Global Approach to Fiber nD Architectures and Self-Sealing Matrices : From Research to Production", Int. J. Appl. Ceram. Technol., 2, 2, pp. 97-104, 2005.

[CMCs2005a] : "Ceramic Matrix Composites", International Journal of Applied Ceramic Technology, published by Blackwell Publishing for the American Ceramic Society, vol. 2, n°2, 2005.

[CMCs2005b] : "Recent advances in... Ceramic-matrix Composites, Composites à matrice céramique", édité par J. Lamon, Lavoisier, Paris, Ann. Chim. Sci. Mat, vol. 30, n°6, 2005

[Davidge1973] : R.W. Davidge, J.R. McLaren, G. Tappin, "Strength-probability-time (SPT) relationships in ceramics", J. Mat. Sci., 8, pp. 1699-1705, 1973.

[DiCarlo1998] : J.A. DiCarlo, H.M. Yun, "Microstructural factors affecting creep-rupture failure of ceramic fibers and composites", *Ceram. Mat. Sys. Comp. Struc.*, *Ceramics Transactions* 99, pp. 119-134, 1998.

[Dong2001] : S. M. Dong, G. Chollon, C. Labrugère, M. Lahaye, A. Guette, J. L. Bruneel, M. Couzi, R. Naslain, D. L. Jiang, "Characterization of nearly stoichiometric SiC ceramic fibres", *J. Mat. Sci.*, 36, pp. 2371-81, 2001.

[ENV 1007-5] : European Prestandard, Advanced technical ceramics – Ceramic composites – Methods of test for reinforcements – Part 5 : Determination of distribution of tensile strength and of tensile strain to failure of filaments within a multifilament tow at ambient temperature, ENV 1007 - 5, 1998.

[Evans1974] : A.G Evans, S.M. Wiederhorn, "Proof testing of ceramics materials-analytical basis for failure prediction", *Int. Journ. of Fracture*, 10, pp. 379-392, 1974.

[Farizy2002] : G.Farizy, "Mécanisme de fluage sous air de composites SiC_r-SiBC à matrice autocicatrisante", Thèse de doctorat, Université de Caen/Basse-Normandie, 2002.

[Fett1997] : T. Fett, D. Munz, K. Keller, "Subcritical crack growth in silicon carbide", *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 16, n°4, pp. 324-327, 1997.

[Filipuzzi1994] : L. Filipuzzi, R. Naslain, "Oxidation mechanisms and kinetics of 1D-SiC/C/SiC", *composite materials: II, Modelling*, *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 77, pp. 467-480, 1994.

[Forio2000a] : P. Forio, " Comportement thermomécanique et durée de vie d'un composite SiC/SiC à matrice séquencée et autocicatrisante ", Thèse de Doctorat, n°2171, Université Bordeaux I, 2000.

[Forio2000b] : P. Forio, F. Lavaire, J. Lamon, "Durée de vie en fatigue statique à hautes températures de fibres SiC Nicalon", *Comptes rendus des 12^{ème} Journées Nationales sur les Composites (JNC 12)*, AMAC, vol. II, pp. 941-950, 2000.

[Forio2004] : P. Forio, F. Lavaire, J. Lamon, "Delayed failure at intermediate temperatures (600°-700°C) in air in silicon carbide multifilament tows", J. Am. Ceram. Soc., vol. 87, 5, pp. 888-893, 2004.

[Handbook1995] : "Handbook on Continuous Fiber-Reinforced Ceramic Matrix Composites", edited by R.L. Lehman, S.K. Rahaiby, J.B. Wachtman, Jr, Ceramics Information Analysis Centre and The American Ceramic Society, 1995.

[Handbook2005] : "Handbook of Ceramic Composites", edited by Narottam P. Bansal, Kluwer Academic Publishers, Boston, USA, 2005.

[Hasegawa2000] : A. Hasegawa, A. Kohyama, R.H Jones, L.L Snead, B. Riccardi, P. Fenici, "Critical issues and current status of SiC / SiC composites for fusion", Journal of Nuclear Materials, vol. 283-287, pp. 128-137, 2000.

[Henager1998] : C.H. Henager, G.E. Youngblood, D.J. Senior, G.A. Newsome, J.J. Woods, "Dimensional stability and tensile strength of irradiated Nicalon-CG and Hi-Nicalon fibers", Journal of Nuclear Materials, vol. 253, pp. 60-66, 1998.

[Henager2001a] : C. H. Henager Jr., C.A. Lewinsohn, R.H. Jones, "Subcritical crack growth in CVI SiC_f/SiC composites at elevated temperatures : effect of fiber creep rate", Acta. Mater., 49, pp. 3727-3738, 2001.

[Henager2001b] : C. H. Henager Jr., R.G. Hoagland, "Subcritical crack growth in CVI SiC_f/SiC composites at elevated temperatures : dynamic crack growth model", Acta. Mater., 49, pp. 3739-3735, 2001.

[Héraud1981] : L. Héraud, F. Christin, R. Naslain, P. Hagenmuller, "Properties and applications of oxidation resistant composite materials obtained by SiC-infiltration", Proc. 8th Int. Conf. CVD, J.M. Blocher et al., eds., The Electrochem. Soc., Pennington, p. 782, 1981.

[Hochet1995] : N. Hochet, M.H. Berger, A.R. Bunsell, "Property and microstructural characterisation of second generation small diameter ceramic fibers", Proceedings of the Tenth International Conference on Composite Materials, 6, pp. 323-330, 1995.

[Hochet1997] : N. Hochet, "Evolution en température des propriétés mécaniques et de la microstructure de fibres de dernière génération à base de carbure de silicium", Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1996.

[Hurst1996] : J. Hurst, H.M. Yun, "A comparison of the mechanical properties of three polymer-derived small diameter SiC fibers", Advances in Ceramic Matrix Composites III, Ceramic Transactions, 74, pp. 3-15, 1996.

[Ichikawa2000] : T. Ishikawa, S. Kajii, T. Hisayuki, "High heat-resistant SiC-Polycrystalline fiber and its fiber-bonded ceramic", Ceram. Eng. Sci. Proc., vol. 21, n°4, pp. 323-331, 2000.

[Jakus1978] : K. Jakus, D.C. Coyne, J.E. Ritter Jr, "Analysis of fatigue data for lifetime predictions for ceramic materials", J. Mat. Sci., 13, 2071-2080, 1978.

[Jones1995] : R.H. Jones, C.H. Henager, Jr., C.F. Windish, Jr., "High temperature corrosion crack growth of SiC-SiC at variable oxygen partial pressures", Materials Science and Engineering, A198, pp. 103-112, 1995.

[Jones2000] : R.E. Jones, D. Petrak, J. Rabe, A. Szweda, "SYLRAMIC SiC fibers for CMC reinforcement", Journal of Nuclear Materials, vol. 283-287, pp. 556-559, 2000.

[Laffon1989] : C. Laffon, A.M. Flank, P. Lagarde, "Study of Nicalon based ceramic fibres and powders by EXAFS spectrometry X-ray diffractometry and some additional methods", J. Mater. Sci., vol. 24, n°4, pp. 1503-1512, 1989.

[Laforêt2006] : A. Laforêt, "Durée de vie en fatigue des composites SiC/SiC à hautes températures 800°C - 1400°C", rapport interne au LCTS, RT06-0695, 2006.

[Lamicq1986] : P.J. Lamicq, G.A. Bernhart, M. Dauchier, J. Mace, "SiC/SiC composite ceramics", American Ceramic Society Bulletin, vol. 65, n°2, pp. 336-338, 1986.

[Lamon2001] : J. Lamon, "A micromechanics-based approach to the mechanical behaviour of brittle-matrix composites", Composites Sciences and Technology, vol. 61, pp. 2259-2272, 2001.

[Lamon2005] : J. Lamon, "Les Composites à Matrice Céramique", Ann. Chim. Sci. Mat., vol. 30, n°6, pp. 541-546, 2005.

[Lamouroux1999] : F. Lamouroux, S. Bertrand, R. Pailler, R. Naslain, M. Cataldi, "Oxidation-resistant carbon-fiber-reinforced ceramic matrix composites", Composites Sciences and Technology, vol. 59, pp. 1073-1085, 1999.

[Lamouroux2001] : F. Lamouroux, "An improved long life duration CMC for jet aircraft engine applications", HT-CMC 4, Ed. W. Krenkel, R. Naslain, pp. 783-788, Munich, Germany, 2001.

[Lange1974] : F.F. Lange, "High-Temperature Strength Behavior of Hot-Pressed Si₃N₄ : Evidence for Subcritical Crack Growth", J. Am. Ceram. Soc., vol. 57, n°2, pp. 84-87, 1974.

[Larson1952] : F.R. Larson, J. Miller, "Time-Temperature relationship for rupture and creep stresses", Trans. ASME, 74, pp. 765-774, 1952.

[Lavaire1999] : F.Lavaire, "Etude de la durée de vie de minicomposites SiC/PyC/SiC à haute température", rapport de stage de DEA, ISMRA Caen, LCTS, 1999.

[Lecoustumer1993] : P. Lecoustumer, M. Monthieux, A. Oberlin, "Understanding Nicalon Fibre", J. Eur. Ceram. Soc., vol. 11, pp. 95-103, 1993.

[Lepostollec2005] : A. Le Postollec, "Fils à base de carbure de silicium : étude du comportement en traction à vitesse variable", rapport interne au LCTS, STEC-050019, 2005.

[Lewinsohn1996] : C. A. Lewinsohn, C.H.Jr. Henager. and R.H. Jones, "Effect of fiber-type on slow crack growth in continuous-fiber composites at elevated temperatures", *Advances in Ceramic Matrix Composites III*, Ceramic Transactions, 74, pp. 423-433, 1996.

[Lissart1994a] : N. Lissart, "Probabilité de rupture et fiabilité des composites à matrice céramique", Thèse de Doctorat, n°1207, Université Bordeaux I, 1994.

[Lissart1994b] : N. Lissart, J. Lamon, "Evaluation des caractéristiques de rupture des monofilaments à partir d'un essai de traction sur mèches", *Comptes rendus des 9^{ème} Journées Nationales sur les Composites (JNC 9)*, AMAC, pp. 589-598, 1994.

[Lissart1997] : N. Lissart, J. Lamon, "Damage and failure in ceramic matrix minicomposites : experimental study and model", *Acta. Mater.*, vol. 45, n°3, pp. 1025-1044, 1997.

[Litas2003] : I. Litas, "Etude de la durée de vie de fils SiC quasi-stœchiométrique", rapport interne au LCTS, 03-01-IL, 2003.

[Mallet2005] : B. Mallet, "Amélioration de la tenue à l'oxydation sous charge de fibres de carbure de silicium", rapport de stage LCTS, STEC-050020, 2005.

[Martin2003] : X. Martin, "Oxydation/Corrosion de matériaux composites ($\text{SiC}_t/\text{SiBC}_m$) à matrice autocicatrisante", Thèse de Doctorat, n°2749, Université Bordeaux I, 2003.

[McHenry1977] : K.D. McHenry, R.E. Tressler, "Subcritical crack growth in silicon carbide", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 12, n°7-8, pp. 567-575, 1977.

[Mendiratta1978] : M.G. Mendiratta, J.J. Petrovic, "Slow crack growth from controlled surface flaws in hot-pressed Si_3N_4 ", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 61, 5-6, pp. 226-230, 1978.

[Morscher1995] : G.N. Morscher, H. M. Yun, J. C. Goldsby, "Bend stress relaxation and tensile primary creep of a polycrystalline α -SiC fiber", rapport NASA-TM-111683, 1995.

[Morscher1997] : G.N. Morscher, Tensile stress rupture of SiC_i/SiC_m minicomposites with carbon and boron nitride interphases at elevated temperatures in air, J. Am. Ceram. Soc., vol. 80, n°8, pp. 2029-2047, 1997.

[Narisawa2001] : M. Narisawa, "Temperature atmosphere dependence of creep behavior of advanced Sic-based fibers" Proceedings of the 7th Int. Conference on creep and fatigue at elevated temperatures, Japan society of mechanical Engineers, Tsukuba, Japan, pp. 281-285, 2001.

[Naslain1985] : R. Naslain, "Introduction aux matériaux composites", 2, Matrices métalliques et céramiques, Editions du CNRS et I.M.C, 1985.

[Naslain1998] : R. Naslain, "The design of the fibre-matrix interfacial zone in ceramic matrix composites", Composites Part A; 29A, pp. 1145-55, 1998.

[Naslain2003] : R. Naslain, "Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview", Composite Science and Technology, 2003.

[Newsome1997] : G.A. Newsome, "The effect of neutron irradiation on silicon carbide fibres", Ceram. Eng. Sci. Proc., vol. 18, n°3, 1997.

[Osborne1998] : M.C. Osborne, C.R. Hubbard, L.L. Snead, D. Steiner, "Neutron irradiation effects on the density, tensile properties and microstructural changes in Hi-Nicalon and Sylramic SiC fibers", Journal of Nuclear Materials, vol. 253, pp. 67-77, 1998.

[Pailler2004] : F. Pailler, "Prévision de la durée à haute température et sous air de composite SiC_i/Si-B-C_m", Thèse de Doctorat, n°2808, Université Bordeaux I, 2004.

[Pailler2005] : R. Pailler, J. Lamon, A. Guette, C. Sauder, I. Martin-Litas, "Les fibres céramiques non oxydes. Relations entre nanostructure ou composition et propriétés", Ann. Chim. Sci. Mat., vol. 30, n°6, pp. 565-578, 2005.

[Ritter1978] : J.E. Ritter Jr, "Engineering Design and Fatigue Failure of Brittle Materials", in Fracture Mechanics of Ceramics, Crack Growth and Microstructure, eds. R.G. Bradt, D.P.H. Hasselman, and F.F. Lange, Plenum Press, New-York, pp. 667-686, 1978.

[Ritter1979] : J.E. Ritter Jr, J.N. Humenik, "Static and dynamic fatigue of polycrystalline alumina", J. Mat. Sci., vol. 14, pp. 626-632, 1979.

[Rugg1994] : K.L. Rugg, L.A. Giannuzzi, R.E. Tressler, "The time dependent high temperature mechanical behavior of polycrystalline alpha-SiC fibers", Advances in Ceramic Matrix Composites II, Ceramic Transactions, 46, 29-41, 1994.

[Rugg1999] : K.L. Rugg, R.E. Tressler, C.E. Bakis, J. Lamon, "Creep of SiC-SiC Microcomposites", J. Eur. Ceram. Soc., vol. 19, p 2285-2296, 1999.

[Sauder2004] : C. Sauder, "Effet de l'irradiation sur le comportement des fibres de carbure de silicium", rapport interne au LCTS, SEMEC-050001, 2004.

[Snead2000] : L.L. Snead, Y. Katoh, A. Kohyama, J.L. Bailey, N.L. Vaughn, R.A. Lowden, "Evaluation of neutron irradiated near-stoichiometric silicon carbide fiber composites", Journal of Nuclear Materials, vol. 283-287, pp. 551-555, 2000.

[Takeda1996] : M. Takeda, J. Sakatamo, A. Saeki, H. Ichikawa, "Mechanical and structural analysis of silicon carbide fiber Hi-Nicalon type S", Ceram. Eng. Sci. Proc., vol. 17, n°4, pp. 35-42, 1996.

[Vahlas1995] : C. Vahlas, F. Laanani, "Thermodynamic study of the thermal degradation of SiC-based fibres : influence of SiC grain size", J. Mater. Sci. Lett., vol. 14, n°22, pp. 1558-1561, 1995.

[Wachtman1996] : J.B. Wachtman, "Subcritical crack propagation", Mechanical Properties of Ceramics, Editions John Wiley and Sons, 8, pp. 117-140, 1996.

[Weibull1951] : W. Weibull, "A statistical distribution of wide applicability", Journal of Applied Mechanics, pp. 293-297, 1951.

[Wiederhorn1967] : S.M. Wiederhorn, "Influence of Water Vapor on Crack Propagation in Soda-Lime Glass", J. Am. Ceram. Soc., vol. 50, pp. 407-414, 1967.

[Wiederhorn1970] : S.M. Wiederhorn, L.H. Boltz, "Stress Corrosion and Static Fatigue of Glass", J. Am. Ceram. Soc., vol. 53, pp. 543-548, 1970.

[Wiederhorn1974] : S.M. Wiederhorn, "Subcritical Crack Growth in Ceramics", Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 2, Edited by R.C. Bradt, D.P. Hasselman, F.F. Lange, Plenum Press, New York, 1974.

[Yajima1976a] : S. Yajima, J. Hayashi, M. Omori, K. Okamura, "Development of a silicon carbide fibre with high tensile strength", Nature, vol. 261, pp. 683-685, 1976.

[Yajima1976b] : S. Yajima, K. Okamura, J. Hayashi, M. Omori, "Synthesis of continuous SiC fibres with high tensile strength", J. Am. Ceram. Soc., vol. 59, 7-8, pp. 324-327, 1976.

[Youngblood1998] : G.E. Youngblood, R.H. Jones, A. Kohyama, L.L. Snead, "Radiation response of SiC-based fibers", Journal of Nuclear Materials, vol. 258-263, pp. 1551-1556, 1998.

[Youngblood2001] : G.E. Youngblood, C. Lewinsohn, R.H. Jones, A. Kohyama, Jones R.H. and Kohyama A., "Tensile Strength and fracture surface characterization of Hi-Nicalon SiC fibers", Journal of Nuclear Materials, vol. 289, pp. 1-9, 2001.

[Yun1996a] : H.M. Yun, J.A. DiCarlo, "Time/Temperature dependant tensile strength of SiC and Al₂O₃ – based fibers", Advances in Ceramic Matrix Composites III, Ceramic Transaction, 74, pp. 17-25, 1996.

[Yun1996b] : H.M. Yun, J.A. DiCarlo, "Thermomechanical behavior of advanced SiC fiber multifilament tows", Ceram. Eng. Sci. Proc., vol. 17, n°4, 61-67, 1996.

PARTIE B :

*PUBLICATIONS ET PROJETS DE
PUBLICATIONS*

PUBLICATION N°1

*Fatigue statique de monofilaments et de fils SiC Hi-Nicalon à
500°C et 800°C*

Revue des Composites et des Matériaux Avancés, Vol. 16, n°2, pp.
221-241, 2006

Fatigue statique de monofilaments et de fils SiC Hi-Nicalon à 500°C et 800°C

Wilfried Gauthier* — Jacques Lamon* — René Paillet*

** Laboratoire des Composites Thermostructuraux
UMR 5801 CNRS-Snecma-CEA-UBI
3 allée de la boétie 33600 Pessac
gauthier@lcts.u-bordeaux1.fr*

Les composites de la famille des SiC/SiC sont sensibles à un phénomène de fatigue, à faible contrainte et aux températures intermédiaires (600°C – 800°C). Des travaux antérieurs (Forio et al., 2000, 2004) ont mis en évidence la rupture lente des fils SiC Nicalon, lorsqu'ils sont soumis à une charge constante inférieure à leur résistance à la rupture, à des températures de 600°C et 700°C. Le processus présente toutes les caractéristiques de la fissuration sous-critique, et il semble activé par l'oxydation de la fibre. Il n'avait été observé que sur des fils et non sur des monofilaments.

Cet article étudie la fatigue statique des fils et des monofilaments SiC Hi-Nicalon, aux températures de 500°C et 800°C. Les fibres Hi-Nicalon présentent des différences de microstructure et de composition par rapport à leurs prédécesseurs, les fibres Nicalon.

Les relations entre la durée de vie des monofilaments et celle des fils sont établies. Des diagrammes SPT (Strength-Probability-Time) sont également construits. Il est montré que le modèle fondé sur la loi de propagation sous-critique d'une fissure permet de décrire de manière satisfaisante l'évolution de la contrainte à rupture des monofilaments, en fatigue statique à haute température. Le modèle permet d'anticiper l'influence des caractéristiques des monofilaments.

MOTS-CLÉS: fatigue statique, fibre SiC, durée de vie, fissuration sous-critique.

1. Introduction

Les matériaux Composites à Matrice Céramique (CMC) sont des matériaux à haute valeur technologique dont les applications sont aujourd'hui principalement militaires et spatiales. La maîtrise de la durée de vie de ces matériaux constitue un enjeu essentiel pour les industriels en vue de futures utilisations de ces matériaux dans des applications aéronautiques civiles. Les travaux présentés dans cet article s'inscrivent totalement dans cette perspective. Ils ont pour objectif de modéliser la tenue en fatigue statique des fibres Hi-Nicalon à des températures intermédiaires (500°C - 800°C).

Cette étude a pour point de départ la rupture inexplicée de composites SiC/SiC sous air, sous de faibles charges et à des températures de 500°C - 800°C (Bertrand *et al.*, 2001, Morscher, 1997). De récents travaux ont mis en évidence un phénomène de fissuration lente sur des fibres SiC de type Nicalon (Forio *et al.*, 2000, 2004).

Dès le début des années 60, de nombreuses équipes de recherche ont démontré que les matériaux réfractaires étaient sensibles à un phénomène de croissance lente de fissure ou propagation sous-critique "Slow (Subcritical) Crack Growth" (Charles *et al.*, 1962, Wiederhorn *et al.*, 1970, 1974). Le terme sous-critique signifie que le facteur d'intensité de contrainte en fond de fissure, K_I , est inférieur à sa valeur critique K_{IC} , caractérisant la ténacité du matériau (ou sa capacité à résister à la propagation brutale de fissures). Cette croissance lente de fissure, qui conduit à la rupture brutale, indique que la résistance à la rupture des matériaux céramiques dépend du temps.

Les premières études relatives à la croissance lente de fissures ont été réalisées à température ambiante sur divers matériaux céramiques (porcelaine, alumine, nitrure de silicium...) et plus particulièrement sur le verre. Le mécanisme associé à la croissance sous-critique des fissures fut alors baptisé "corrosion sous contrainte". C'est en effet l'influence de la vapeur d'eau associée à l'application d'une charge constante qui a principalement été analysée sur les verres par l'équipe de Wiederhorn (Wiederhorn, 1967).

Les premiers résultats ont été obtenus à partir d'essais sur des éprouvettes entaillées pour la mesure du facteur d'intensité de contrainte (éprouvette de flexion entaillée, traction entaillée, double cantilever, double torsion...). L'évolution de la vitesse de propagation d'une fissure V peut être ainsi déterminée en fonction du facteur d'intensité de contrainte K_I (figure 1a). La fissure progresse sous l'effet du chargement jusqu'à ce que sa taille atteigne sa valeur critique a_c , entraînant la rupture catastrophique du matériau. La longueur de la fissure est reliée au facteur d'intensité de contrainte selon la relation d'Irwin :

$$K_I = \sigma Y \sqrt{a} \quad [1]$$

avec σ la contrainte de traction appliquée (mode I), a la longueur de fissure et Y un facteur géométrique dépendant des dimensions de l'échantillon.

De manière plus générale, la variation de la vitesse de fissuration V en fonction du facteur d'intensité de contrainte K_I est divisée en trois zones, schématisées sur le diagramme de la figure 1b :

- dans la région I, la vitesse de propagation de la fissure est une fonction exponentielle de K_I . Le couplage mécano-chimique (contrainte appliquée et réaction chimique) est décrit par la relation empirique :

$$v = \frac{da}{dt} = A_1 K_I^n \quad (\text{loi de Paris}) \quad [2]$$

avec A_1 et n des constantes dépendant du matériau et de l'environnement,

- dans la région II, la vitesse de propagation de fissure devient limitante, la consommation des réactifs étant plus rapide que leur approvisionnement,

- dans la région III, l'environnement n'influe plus et la fissure se propage brutalement.

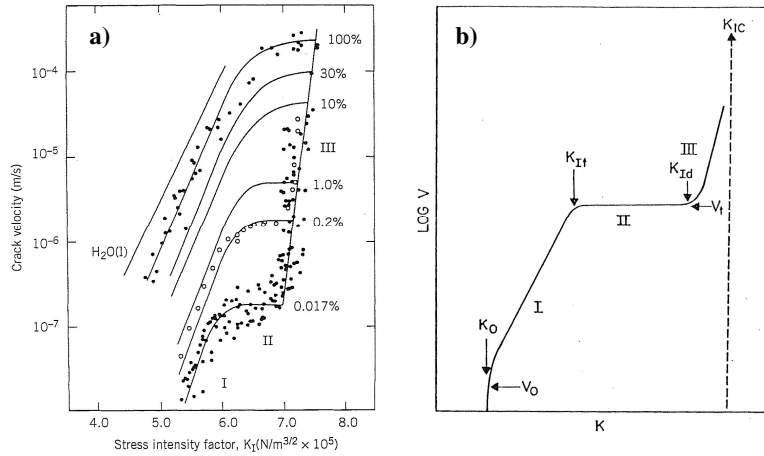


Figure 1. Variation de la vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte sur un verre en atmosphère humide (Wiederhorn, 1967) (a) et théorique (b)

Pour les matériaux céramiques, les vitesses de propagation de fissure étant suffisamment élevées à partir de la région II, les calculs de prévision de la durée de vie des matériaux sont généralement basés sur la relation empirique de Paris. C'est de plus une hypothèse conservatrice.

Dès 1977, Mc Henry et Tressler (Mc Henry *et al.*, 1977) ont démontré que le carbure de silicium est très sensible au phénomène de fissuration sous-critique à haute température (600°C – 850°C), puis dans les années 90, des équipes de recherche américaines ont établi que les fibres à base de SiC sont également sensibles à des phénomènes de croissance lente de fissures (Rugg *et al.*, 1994, Yun *et al.*, 1994, 1996). Les fibres de type Carborundum et Hi-Nicalon ont notamment été étudiées sous air, en fatigue statique à haute température (900°C – 1400°C).

2. Procédure expérimentale

Les échantillons utilisés sont soit des fils constitués de 500 monofilaments, soit des monofilaments de SiC Hi-Nicalon. Ces fibres sont brutes d'élaboration et n'ont subi aucun traitement thermique ou thermochimique.

2.1. Essais de traction à température ambiante

Les essais de traction sur fils à température ambiante ont permis de déterminer les caractéristiques mécaniques des fils et surtout les paramètres statistiques des monofilaments selon la méthode présentée par N. Lissart (Lissart *et al.*, 1994) et détaillée dans une norme européenne (ENV 1007-5, 1998).

Les essais de traction à température ambiante ont été réalisés uniquement sur fils, sur une machine spécifique, conçue au LCTS. Différentes longueurs de jauge (25, 50, 75 et 100 mm) ont été testées afin de déterminer la complaisance de l'installation. Cette dernière est de 0,0003 mm/N. Un soin particulier a été apporté à la préparation des éprouvettes, les fils sont ainsi collés dans des talons cylindriques afin de minimiser la déformation liée au système de collage (résine à base époxyde). Un gabarit de collage est également utilisé afin de centrer les échantillons dans les mors. Enfin la vitesse de la traverse imposant le déplacement est constante (50 $\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$).

2.2. Essais de fatigue statique à haute température

Les essais de fatigue statique à haute température ont été réalisés sur des fils et sur des monofilaments. Dans les deux cas, la longueur de jauge est de 25 mm. Un banc d'essais comprenant plusieurs fours résistifs permet de réaliser les essais sur fils (figure 2a). Les essais sur monofilaments sont effectués dans un four dont l'élément chauffant, un cylindre en acier réfractaire, est percé sur toute sa longueur afin de positionner les échantillons à l'intérieur du four (figure 2b).

Sur chaque installation, des tubes en silice protègent les échantillons de la pollution des fours. Pour les essais réalisés sur fils, ces tubes permettent également de contrôler l'atmosphère (notamment la proportion de dioxygène) par introduction d'un flux gazeux continu (N_2 / O_2).

Un dispositif électronique déclenche un chronomètre lorsque la charge appliquée n'est plus en contact avec son support, ce chronomètre s'arrête lorsque le contact est rétabli (rupture de l'échantillon).

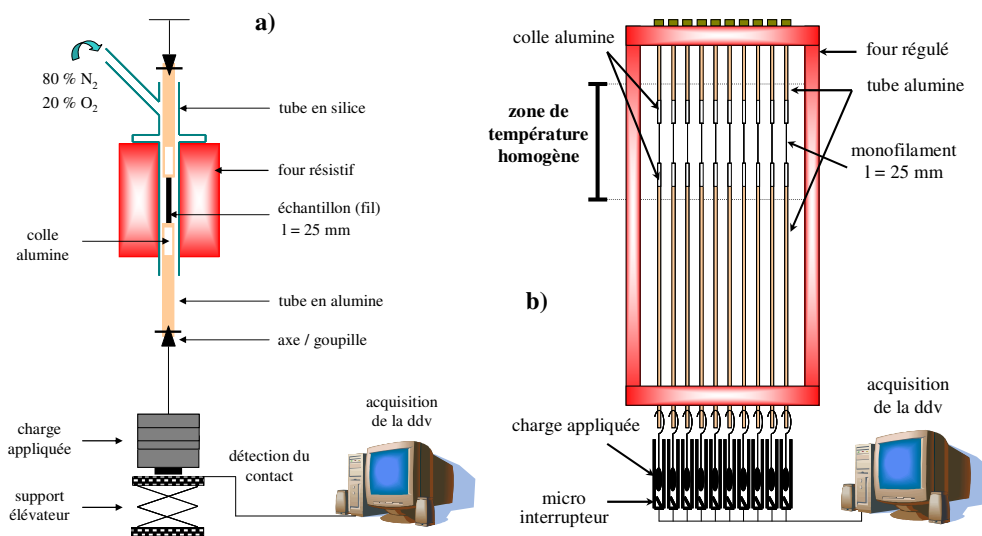


Figure 2. Banc d'essais de fatigue statique sur fils (a) et monofilaments (b)

Les extrémités des échantillons sont collées avec un ciment à base d'alumine dans des talons en alumine usinés spécifiquement (diamètre intérieur 3 mm pour les fils et 1 mm pour les monofilaments). La longueur de ces talons est calculée afin que les échantillons soient placés dans la zone de température uniforme des fours. Des gabarits de collage sont utilisés pour l'alignement des échantillons dans les talons et également pour transporter les échantillons dans le four de cuisson du ciment à base d'alumine.

Lors de la préparation des éprouvettes, un système de collage permet d'exercer une faible tension afin d'assurer l'alignement de tous les monofilaments à l'intérieur du fil. La contrainte appliquée sur les fils lors des essais de fatigue est estimée par la formule suivante, après avoir pesé et mesuré chaque échantillon :

$$\sigma = \frac{c g \rho l N_0}{m [N_0 - N(c)]} \quad [3]$$

avec c la charge appliquée, g l'accélération de la pesanteur, ρ la masse volumique des fibres, l la longueur du fil et m sa masse. N_0 est le nombre initial de fibres non rompues, et $N(c)$ le nombre de fibres rompues lors de l'application de la charge c . De plus $c < 70\text{N} \Rightarrow N(c) = 0$. Pour les essais sur monofilaments, le diamètre de chaque monofilament est mesuré par diffraction laser selon le modèle de Fraunhofer :

$$d = \frac{2 \lambda D}{i} \quad [4]$$

avec λ la longueur d'onde du laser, D la distance entre la fibre et l'écran et i la distance entre les deux premiers minima du spectre de diffraction.

3. Résultats

3.1. Comportement mécanique des fils Hi-Nicalon à température ambiante

Le comportement non linéaire avec rupture contrôlée des fils par ruptures successives des monofilaments est présenté sur la courbe de comportement de la figure 3. La rupture des fils est brutale pour tous les essais réalisés avec une longueur de jauge de 25 mm. Les paramètres statistiques des monofilaments n'ont pu être déterminés pour cette longueur de jauge.

Les valeurs du module de Weibull (tableau 1) obtenues sont en accord avec les valeurs de J. Hurst et H.M. Yun ($m_f = 7$ à 9, Hurst *et al.*, 1996). Des valeurs inférieures ($m_f = 5$ à 7) sont également recensées dans la littérature (Bertrand, 1998, Youngblood *et al.*, 2001). Le pourcentage critique de fibres rompues à la force maximale α_c est de l'ordre de 13 % (tableau 1).

Fil					Monofilaments	
L_0 (mm)	$\sigma_{rupture}$ (MPa)	E_{fil} (GPa)	α_c	A_0 (mm ²)	m_f	σ_{of} (GPa)
25	2068±50	251±10	0,126±0,02	0,072±0,002	-	-
50	1839±50	220±10	0,127±0,02	0,074±0,002	8,47	3,64
75	1743±50	231±10	0,113±0,02	0,072±0,002	8,62	3,61
100	1656±50	237±10	0,131±0,02	0,073±0,002	9,36	3,29

Tableau 1. Caractéristiques des fils et des monofilaments Hi-Nicalon

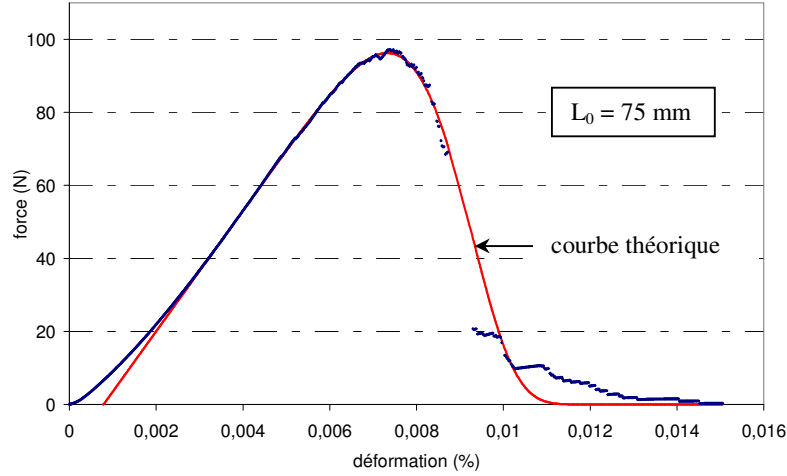


Figure 3. Comportement en traction théorique et expérimental d'un fil Hi-Nicalon

Enfin, les paramètres statistiques des fibres permettent de calculer le comportement théorique du fil en traction donné par l'équation suivante (ENV 1007-5, 1998) :

$$F = (1 - \gamma) A_0 \sigma \exp \left[-L_0 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0,f}} \right)^{m_f} \right] \quad [5]$$

avec F la force, σ la contrainte, γ le pourcentage de fibres rompues avant essai, A_0 la section du fil (tableau 1) et L_0 la longueur de jauge. L'accord entre le comportement théorique et expérimental (figure 3) permet de valider les paramètres statistiques obtenus. Ces paramètres sont utilisés dans le modèle de prévision de la durée de vie de monofilaments et des fils présenté plus loin.

3.2. Durée de vie des fils et des monofilaments en fatigue statique à haute température

Les résultats des essais de fatigue statique sur fils Hi-Nicalon sont présentés sur le diagramme de la figure 4. Chaque point représente le résultat d'un essai. Au moins trois essais ont été effectués pour chaque niveau de contrainte imposée.

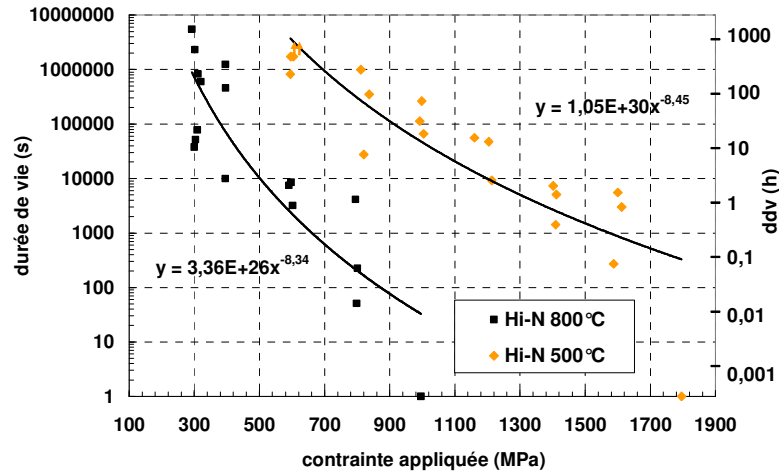


Figure 4. Durée de vie des fils Hi-Nicalon en fonction de la contrainte appliquée à 500 et 800°C

La durée de vie des fils diminue lorsque la température et/ou la contrainte appliquée augmentent. Ces résultats sont décrits par une loi en puissance de la forme :

$$t \sigma^n = A \quad [6]$$

où A et n sont des constantes dépendant du matériau et de l'environnement. Cette loi est souvent employée pour décrire de nombreux phénomènes non linéaires, et en particulier les mécanismes de fissuration lente ou "sous-critique" activés par l'environnement. Les valeurs des constantes sont estimées par régression à partir des données de la figure 4 :

- 500°C : $n = 8,45$ et $A = 1,05.10^{30}$
- 800°C : $n = 8,34$ et $A = 3,36.10^{26}$

Le coefficient n est bien une constante. Il semble dépendre uniquement du matériau. La constante A dépend de l'environnement (ici la température). L'exposant de contrainte n est ainsi estimé à $8,4 \pm 0,1$ pour les fils Hi-Nicalon.

La tendance observée pour les fils est comparable aux résultats antérieurs (Forio *et al.*, 2000, 2004). Cependant la valeur de l'exposant n et de la constante A est plus élevée que pour les fils Nicalon ($n \approx 2,6$ et $A \approx 1.10^{12}$).

Un très grand nombre d'essais de fatigue statique sur monofilaments ont été effectués pour chaque niveau de contrainte imposée (figure 5). La durée de vie présente une dispersion importante.

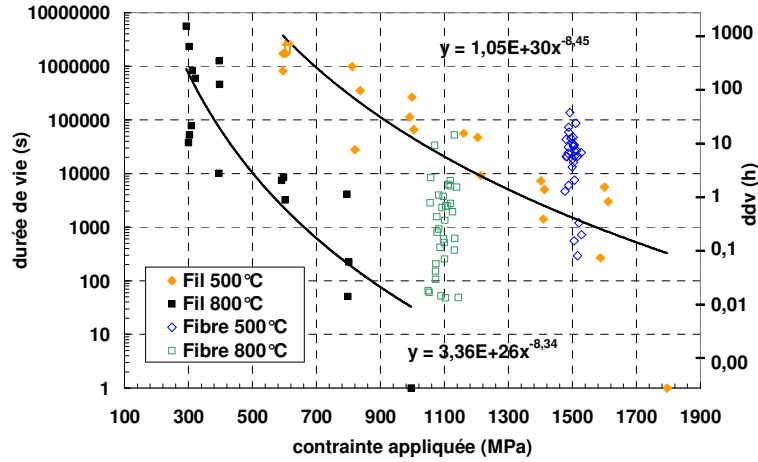


Figure 5. Durée de vie des fils et des monofilaments Hi-Nicalon à 500 et 800°C

Il a semblé logique de représenter la distribution des durées de vie obtenues pour les monofilaments sous une contrainte donnée dans un diagramme dit de Weibull (figure 6). A cet égard, les valeurs de la durée de vie correspondant à une contrainte appliquée donnée sont classées par ordre croissant, et il leur est affecté une probabilité selon l'estimateur $P_i = (i-0,5)/n$, où i est le rang et n le nombre total de données.

La figure 6 montre que la distribution des valeurs de la durée de vie à contrainte donnée peut être décrite de manière satisfaisante par une loi de Weibull :

$$P_{\sigma}(t) = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{t}{t_0} \right)^{m_t} \right] \quad [7]$$

avec V_0 le volume de référence ($V_0 = 1 \text{ mm}^3$), m_t et t_0 les facteurs de forme et d'échelle. On obtient les paramètres suivants par régression linéaire :

- 500°C : $m_t = 0,64$ et $t_0 = 3,78.10^5$
- 800°C : $m_t = 0,98$ et $t_0 = 8,94.10^5$

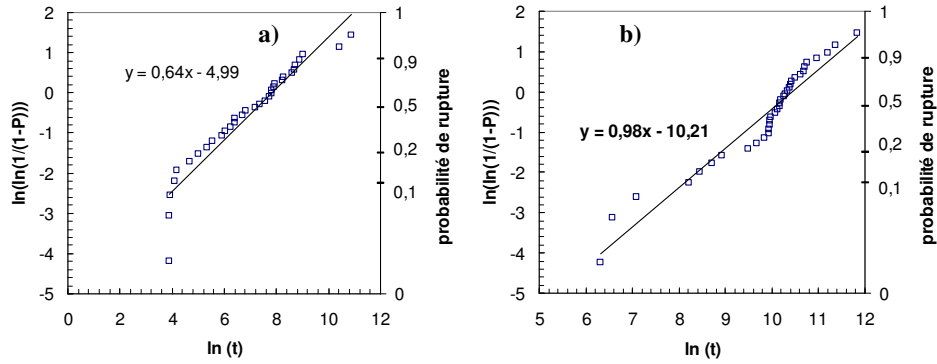


Figure 6. Distribution de Weibull des durées de vie de monofilaments à 500°C et 1100 MPa (a) et à 800°C et 1500 MPa (b)

$P_\sigma(t)$ représente donc le rang de la fibre considérée dans la distribution des durées de vie. Il est logique de supposer dans un premier temps que ce rang des durées de vie coïncide avec le rang des contraintes à rupture, noté α . Ce qui revient à considérer que la cinétique de croissance des défauts est identique d'une fibre à l'autre. Cette hypothèse est acceptable dans la mesure où les monofilaments sont soumis à des conditions identiques de températures, pression et contraintes. Donc, si $\alpha = P_\sigma(t)$, il vient :

$$P_\sigma(t) = \alpha = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0}\left(\frac{t}{t_0}\right)^{m_i}\right] \quad [8]$$

Si l'on suppose que le mécanisme de fatigue observé pour les fils est valide pour les fibres, la combinaison des équations [6] et [8] permet de déterminer l'expression de la constante A (notée $A(\alpha)$ puisqu'elle dépend du monofilament considéré) pour chaque fibre :

$$A(\alpha) = \sigma^n t_0 \left[\frac{V_0}{V} \ln\left(\frac{1}{1-\alpha}\right)\right]^{1/m_i} \quad [9]$$

Les figures 7 et 8 montrent les diagrammes de durée de vie obtenus à l'aide de l'équation [9] pour des monofilaments, en fonction de leur rang dans la distribution des contraintes de rupture.

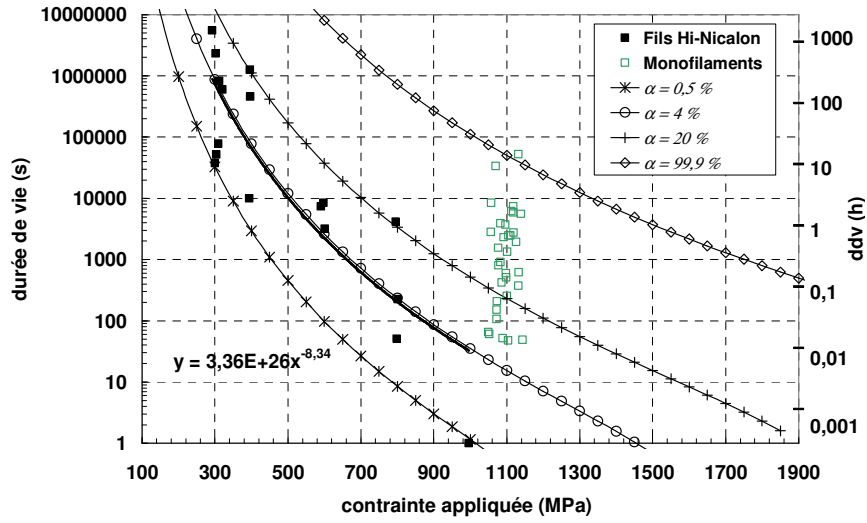


Figure 7. Durée de vie de monofilaments Hi-Nicalon à 800°C en fonction de leur probabilité de rupture α , dans le domaine où la rupture est dictée par les effets de l'environnement

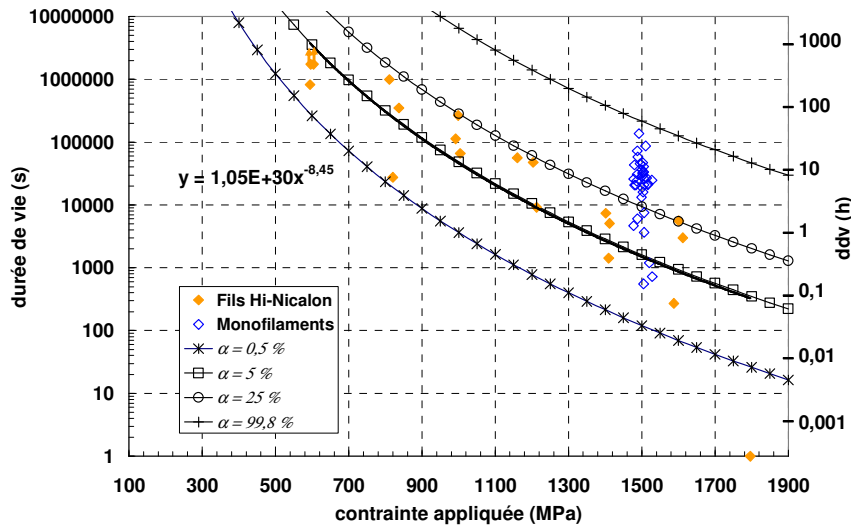


Figure 8. Durée de vie de monofilaments Hi-Nicalon à 500°C en fonction de leur probabilité de rupture α , dans le domaine où la rupture est dictée par les effets de l'environnement

Ces résultats sont en accord avec, d'une part le mode de rupture des fils, qui se produit lorsque un nombre critique de monofilaments est rompu, et d'autre part, les résultats précédents obtenus pour des fils Nicalon (Forio *et al.*, 2004). En particulier, on observe que la durée de vie des fils correspond aux valeurs particulières α_c de α suivantes : $\alpha_c = 5\%$ à 500°C et $\alpha_c = 4\%$ à 800°C. L'enregistrement de l'émission acoustique avait permis de déterminer des valeurs de α_c comprises entre 1 et 8 % lors des essais de fatigue statique à 600°C.

Les durées de vie des fils présentent une certaine dispersion autour de la courbe moyenne. Cette dispersion est à relier à la dispersion habituellement observée lors de la rupture des fils, qui a été étudiée particulièrement dans (Calard *et al.*, 2004).

3.3. Modèle de prévision de la durée de vie des monofilaments en fatigue statique

Un modèle de prévision de la durée de vie a été proposé dans (Forio *et al.*, 2004). On discutera ici les principales lignes d'un modèle pertinent pour les monofilaments, car leur connaissance est importante pour comprendre les tendances observées expérimentalement, et établir les relations entre fils et monofilaments.

Le modèle est fondé sur la loi de Paris [2], qui est employée pour décrire la croissance lente d'une fissure dans de nombreux matériaux, y compris les métaux et les céramiques.

Sous une contrainte constante, la durée de vie est le temps nécessaire au défaut responsable de la rupture pour croître de la longueur initiale C_j à la longueur critique a_c :

$$t = \int_{C_j}^{a_c} \frac{da}{V} = \frac{2}{\sigma^n A_1 (n-2)} \left[\frac{C_j^{2-n/2}}{Y^n} - \frac{K_{IC}^{2-n} \sigma^{n-2}}{Y^2} \right] \quad [10]$$

où K_{IC} est la valeur critique de K_I et $Y = 2/\sqrt{\pi}$ le facteur géométrique de l'équation [1].

Le défaut initial C_j peut être caractérisé par la contrainte nécessaire pour obtenir la rupture de la fibre, σ_f , dans des conditions de rupture fragile où l'environnement n'a aucune influence (environnement inerte) :

$$C_j = \frac{K_{IC}^2}{\sigma_f^2 Y^2} \quad [11]$$

La distribution statistique de la contrainte de rupture des fibres suit une loi de Weibull :

$$P(\sigma) = \alpha = 1 - \exp \left[-V \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad [12]$$

En associant les équations [10], [11] et [12], la durée de vie d'un monofilament dont la probabilité de rupture en traction est α , est donnée par l'expression suivante :

$$t = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} - \sigma^{n-2} \right] \quad [13]$$

Le paramètre A_1 est estimé à partir de la relation expérimentale $t\sigma^n = A$ lorsque $\sigma \rightarrow 0$:

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A(\alpha) (n-2)} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} \right] \quad [14]$$

En associant les équations [13] et [14], la durée de vie d'un monofilament peut également s'exprimer de manière empirique en fonction des valeurs $A(\alpha)$ décrites par l'équation [9]

$$t = \frac{A(\alpha)}{\sigma^n} \left[1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0f}} \right)^{n-2} \left(\frac{V}{\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right)} \right)^{\frac{n-2}{m_f}} \right] \quad [15]$$

Enfin, réarrangeant l'équation [13], on obtient la relation suivante entre la probabilité de rupture α d'un monofilament en traction et la durée de vie t en fatigue sous la contrainte σ :

$$\alpha = 1 - \exp \left[-\frac{V}{\sigma_{0f}^{m_f}} \left(\frac{t\sigma^n Y^2 A_1 (n-2)}{2 K_{IC}^{2-n}} + \sigma^{n-2} \right)^{\frac{m_f}{n-2}} \right] \quad [16]$$

3.4. Discussion

La prévision de la durée de vie des monofilaments nécessite les données suivantes :

- (i) les paramètres statistiques m_f et σ_0 (tableau 1),
- (ii) la constante n de la loi $t\sigma^n = A$ et
- (iii) la constante A_I et la ténacité K_{IC} pour employer la relation théorique [13] ou les valeurs empiriques de $A(\alpha)$ pour employer la relation [15]

Le tableau 2 présente les valeurs de A_I obtenues à partir de la relation [14] pour différentes valeurs de α , et pour $K_{IC} = 1,25 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (Bertrand, 1998, Youngblood *et al.*, 2001). On observe que le paramètre A_I est bien constant pour une température donnée. De plus ces valeurs de A_I sont comparables aux valeurs obtenues sur fibre Nicalon à 600°C (Forio *et al.*, 2004), $A_I = 2.10^{-10}$, et sur Si_3N_4 (Mendiratta *et al.*, 1978), à plus hautes températures, $A_I = 1,99.10^{-11}$ à 1100°C et $A_I = 2,95.10^{-9}$ à 1300°C.

$A(\alpha)$ (500°C)	$A(\alpha)$ (800°C)	α (%)	A_I (500°C)	A_I (800°C)
7,72E+29	8,30E+26	5	4,64E-11	4,32E-08
1,61E+30	2,56E+27	10	3,83E-11	2,41E-08
4,48E+30	1,23E+28	25	2,93E-11	1,07E-08
8,06E+30	3,03E+28	40	2,51E-11	6,68E-09
1,27E+31	6,09E+28	55	2,23E-11	4,65E-09
1,93E+31	1,16E+29	70	2,00E-11	3,33E-09
3,07E+31	2,36E+29	85	1,77E-11	2,30E-09
4,90E+31	4,82E+29	95	1,56E-11	1,59E-09
moyenne			2,68E-11	1,21E-08

Tableau 1. Détermination de la constante A_I à partir des valeurs de $A(\alpha)$

Les valeurs de A_I diminuent lorsque la température augmente. La légère dispersion observée doit être attribuée à l'incertitude associée à la détermination de $A(\alpha)$ qui repose sur des résultats expérimentaux.

En effet, la valeur de $A(\alpha)$ nécessaire au calcul de A_I dépend de la probabilité de rupture du monofilament considéré. Pour déterminer les valeurs de $A(\alpha)$, on a supposé dans un premier temps que la durée de vie pouvait être décrite par une loi de Weibull et que le rang d'un monofilament dans la distribution des durées de vie coïncide avec le rang dans la distribution des contraintes à rupture, soit $P_d(t) = \alpha$ [8].

La figure 9 compare la distribution expérimentale des durées de vie des monofilaments [7] et la distribution théorique [16] (calculée pour une valeur moyenne de A_I) pour une contrainte appliquée de 1500 MPa, à 500°C.

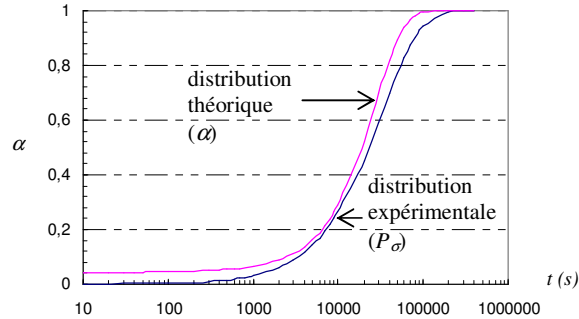


Figure 9. Comparaison des distributions expérimentale et théorique des durées de vie en fatigue statique de monofilaments Hi-Nicalon à 500°C et 1500 MPa

La corrélation observée montre la pertinence de l'analyse et valide l'hypothèse suivant laquelle $P_{\sigma}(t) = \alpha$.

Les résultats expérimentaux ont montré que la durée de vie des fils était obtenue pour des valeurs particulières α_c de α , qui représentent la probabilité de rupture du monofilament critique au sein du fil (celui dont la rupture conduit à la rupture instable du fil). α_c est aussi la fraction de fibres rompues de manière individuelle.

On peut donc facilement calculer la durée de vie d'un fil, à l'aide de l'équation [13], à condition de connaître la probabilité de rupture en traction α_c du monofilament critique.

En traction monotone à température ambiante, α_c est de l'ordre de 13 %. Les résultats expérimentaux ont montré que α_c dépend de la température. Ceci signifie que le rang de la fibre critique a été modifié. Cet effet peut avoir deux origines : (i) la population de défauts dont la croissance conduira à la rupture des monofilaments est différente lors des essais de fatigue à haute température, ou (ii) les interactions entre monofilaments sont plus nombreuses à haute température.

Cet effet est à mettre en parallèle avec les observations en microscopie électronique à balayage et en spectrométrie d'électrons Auger (figure 10), qui montrent la formation d'une couche de silice à la surface des fibres.

Ainsi, l'oxydation de la surface d'une fibre pourrait (i) cicatrifier une partie des défauts de surface, un des défauts de la population restante serait alors à l'origine de la fissure conduisant à terme à la rupture de la fibre, (ii) cicatrifier la totalité des défauts de surface, la nouvelle population de défauts serait alors constituée des défauts internes de la fibre (la progression de l'oxygène vers le cœur de la fibre serait assurée par l'ouverture de ces défauts du fait de la contrainte appliquée), ou (iii) augmenter les interactions entre fibres de sorte que la rupture du fil se produise après rupture d'un nombre plus faible de ruptures individuelles (Calard *et al.*, 2004).

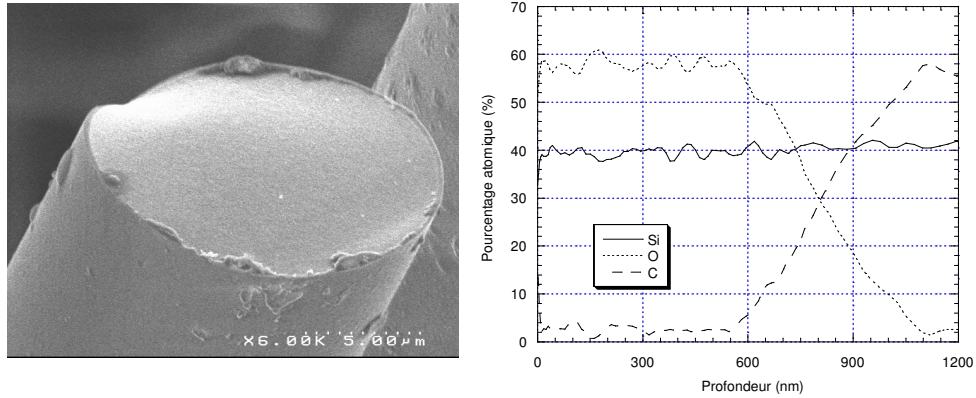


Figure 10. Observation en microscopie électronique à balayage et spectrométrie Auger d'une couche de silice à la surface des fibres après essai de fatigue statique à 800°C

Dans le cas où la population de défauts serait différente, l'équation de Coleman (Coleman, 1958) permet d'estimer les valeurs correspondantes du module de Weibull :

$$\alpha_c = 1 - \exp\left(-1/m_f\right) \quad [17]$$

La figure 11 montre que le module des monofilaments augmenterait avec la température. Les phénomènes physico-chimiques responsables de la fissuration sous-critique ne sont pas l'objet de cet article.

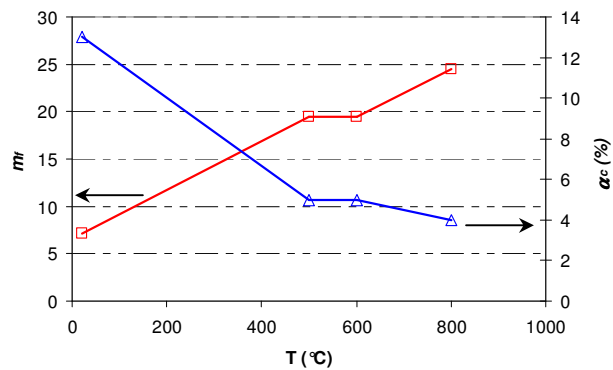


Figure 11. Evolution du module de Weibull m_f et du rang critique α_c des monofilaments Hi-Nicalon avec la température

Le modèle proposé permet d'examiner l'influence de divers paramètres sur la durée de vie des fils Hi-Nicalon, à savoir les paramètres statistiques et la longueur de jauge. La prise en compte de σ_{0f} et de l_0 se combine dans une seule variable, la contrainte moyenne $\bar{\sigma}_f$ des monofilaments :

$$\bar{\sigma}_f = \sigma_{0f} \Gamma\left(1 + \frac{1}{m_f}\right) V^{-1/m_f} \quad \text{où } \Gamma() \text{ est la fonction gamma} \quad [18]$$

Une augmentation de $\bar{\sigma}_f$ traduit donc l'augmentation de σ_{0f} ou la diminution de l_0 . L'influence de ces paramètres est présentée sur les figures 12 et 13. Ces courbes théoriques de durée de vie sont calculées à partir de la relation [13] pour $\alpha = 5\%$ à 500°C.

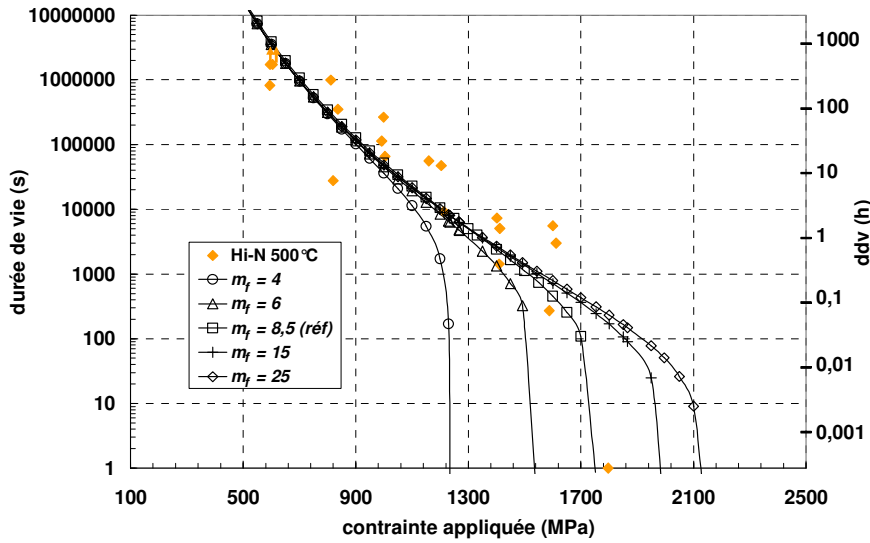


Figure 12. Influence du module de Weibull des fibres m_f sur la durée de vie des fils à 500°C

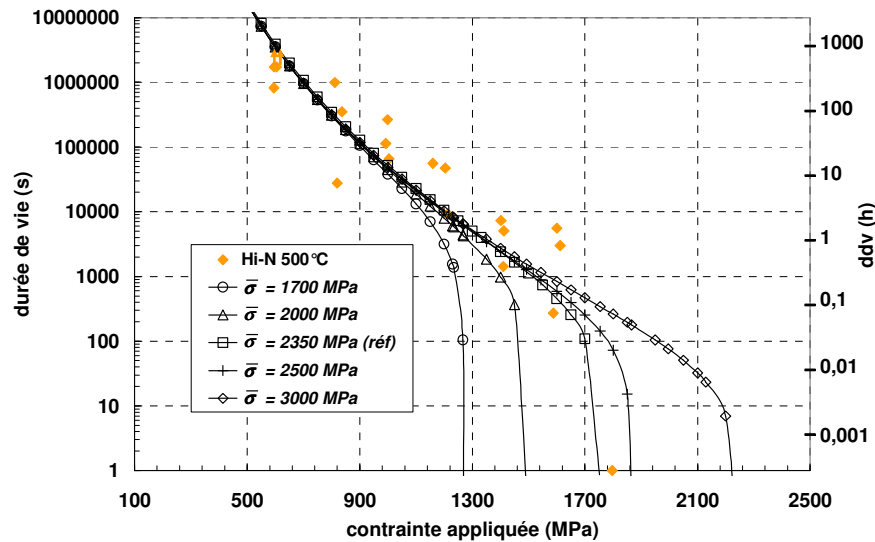


Figure 13. Influence de la contrainte à rupture moyenne des fibres sur la durée de vie des fils à 500°C

De manière générale, lorsque la valeur d'un de ces deux paramètres m_f ou $\bar{\sigma}_f$ est inférieure à sa valeur de référence, une chute de la durée de vie se produit pour des contraintes appliquées de plus en plus faibles. Inversement, lorsque la valeur de ces paramètres augmente, la chute de durée de vie est repoussée vers des contraintes supérieures.

Cependant on observe que la durée de vie sous des contraintes faibles n'est pas affectée. Cette tendance est obtenue parce que α_c est conservé constant pour les calculs. Si, ainsi que cela a été suggéré précédemment α_c diminue aussi quand m_f augmente, alors la durée de vie doit diminuer dans le domaine des basses contraintes (figure 12).

La tendance de la figure 13 indique que la durée de vie est sensible à un effet d'échelle. Quand la longueur de jauge diminue, la durée de vie augmente sous fortes contraintes. On observe que la durée de vie sous faibles contraintes n'est pas affectée. Cette tendance est à mettre en parallèle avec les résultats obtenus pour des minicomposites et des fils (Forio *et al.*, 2004) qui montrent qu'à contraintes comparables, la durée de vie est identique.

Enfin, on notera que la courbe de durée de vie théorique obtenue à partir des valeurs de référence de ces paramètres, ($m_f = 8,5$ et $\bar{\sigma}_f = 2350$ MPa), pour une probabilité de rupture $\alpha = 5\%$, représente parfaitement les résultats expérimentaux après essais de fatigue statique sur fils à 500°C (figures 12 et 13). En effet, la chute de la durée de vie théorique coïncide avec la rupture instantanée à la mise sous charge obtenue expérimentalement pour une contrainte appliquée de 1800 MPa (résultat répétable).

Le modèle permet finalement d'établir des diagrammes SPT (Strength - Probability - Time) à partir de l'équation [13]. Ce type de diagramme proposé par Davidge (Davidge *et al.*, 1973) est caractéristique des matériaux céramiques puisqu'il permet de déterminer la durée de vie d'un matériau pour une contrainte appliquée en fonction de sa probabilité de rupture. Ces diagrammes sont présentés pour les monofilaments Hi-Nicalon à 500°C et 800°C sur la figure 14.

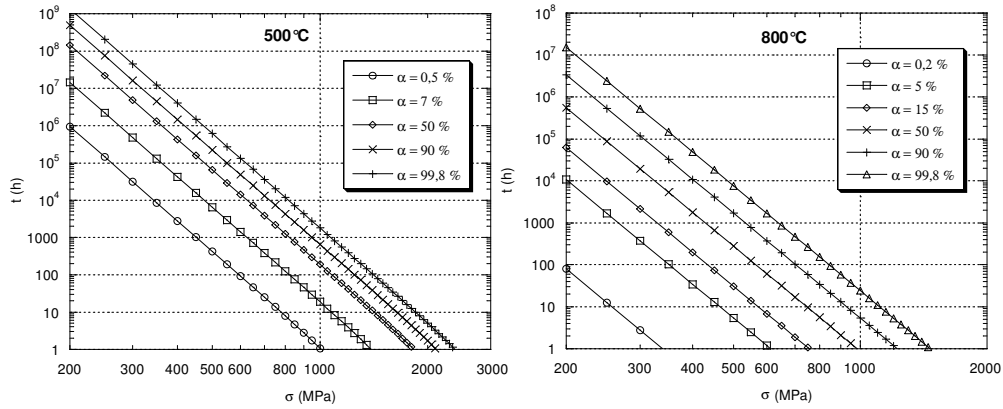


Figure 14. Diagrammes SPT (Strength - Probability - Time) des monofilaments Hi-Nicalon à 500 et 800°C

Ces diagrammes SPT permettent de prévoir la durée de vie d'un monofilament Hi-Nicalon en fonction de la contrainte appliquée et d'y associer un coefficient de confiance exprimé par la probabilité de rupture.

4. Conclusion

La rupture différée de monofilaments et de fils de SiC Hi-Nicalon a été observée en fatigue statique à 500°C et à 800°C. La durée de vie des monofilaments et des fils, dans le domaine de contraintes où la contribution de l'environnement est décisive, suit une loi du type : $t\sigma^n = A$, avec $n = 8,4 \pm 0,1$.

La constante A dépend de la température et de la probabilité de rupture en traction α du monofilament considéré. La durée de vie du fil correspond à la durée de vie du monofilament critique. Elle est obtenue pour une valeur particulière de α . Cette valeur semble dépendre de la température, elle peut cependant être affectée par des interactions entre fibres qui fragiliseraient le fil.

Un modèle de fissuration sous-critique est proposé à partir des résultats expérimentaux de fatigue statique. Il permet d'établir des diagrammes SPT pour les monofilaments et de prévoir la durée de vie des fils. Le mécanisme intime responsable de la propagation des défauts est en cours d'investigation. Il est lié à des phénomènes d'oxydation.

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du Contrat de Programme de Recherche (CPR) "Modélisation-Extrapolation-Validation de la durée de vie des composites à matrice céramique autocicatrisante" associant Snecma Propulsion Solide, la Délégation Générale pour l'Armement, le CNRS, le CEAT, l'INSA de Lyon, l'ENS Cachan, l'Université de Bordeaux et l'Université de Perpignan.

5. Bibliographie

- Bertrand S., Amélioration de la durée de vie de composite SiC/SiC à interphases nanoséquencées $(\text{PyC/SiC})_n$ et $(\text{BN/SiC})_n$, Thèse de Doctorat n°1927, Université de Bordeaux I, 1998.
- Bertrand S., Pailler R. and Lamon J., Influence of strong fibre/coating interfaces on the mechanical behaviour and lifetime of Hi-Nicalon/ $(\text{PyC/SiC})_n$ /SiC minicomposites, *J. Am. Ceram. Soc.*, 84, [4], 787-794, 2001.
- Calard V. and Lamon J., « Failure of fiber bundles », *Composites Sciences and Technology*, 64, 701-710, 2004.
- Charles R. J. and Hillig W. S., Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of Improving It, Florence, Italy, 1962. Union Scientifique Continentale du Verre, Charleroi, Belgium, 1962.
- Coleman B.D., « On the strength of classical fibers and fibers bundle », *J. Mech. Phys. Solid*, 7, 60-70, 1958.
- Davidge R.W., McLaren J.R. and Tappin G., « Strength-probability-time (SPT) relationships in ceramics », *Journal of Materials Science*, 8, 1699-1705, 1973.
- European Prestandard, Advanced technical ceramics – Ceramic composites – Methods of test for reinforcements – Part 5 : Determination of distribution of tensile strength and of tensile strain to failure of filaments within a multifilament tow at ambient temperature, ENV 1007 - 5, 1998.
- Forio Ph., Lavaire F. et Lamon J., « Delayed failure at intermediate temperatures (600°-700°C) in air in silicon carbide multifilament tows », *J. Am. Ceram. Soc.*, 87, 5, 888-893, 2004

- Forio Ph., Lavaire F. et Lamon J., « Durée de vie en fatigue statique à haute température de fibres SiC Nicalon », *Comptes-rendus des 12^{èmes} Journées Nationales sur les Composites (JNC12)*, AMAC, II, 941-950, 2000.
- Hurst J. and Yun H.M., « A comparison of the mechanical properties of three polymer-derived small diameter SiC fibers », *Advances in Ceramic Matrix Composites III*, 27-36, "1996.
- Lissart N. et Lamon J., « Evaluation des caractéristiques de rupture des monofilaments à partir d'un essai de traction sur mèches », *Comptes-rendus des 9^{èmes} Journées Nationales sur les Composites (JNC9)*, AMAC, 589-598, 1994.
- McHenry K.D., Tressler R.E., « Subcritical crack growth in silicon carbide », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 12, 7-8, 567-575, 1977.
- Mendiratta M. G. and Petrovic J. J., « Slow crack growth from controlled surface flaws in hot-pressed Si₃N₄ », *J. Am. Ceram. Soc.*, 61, 5-6, 226-230, 1978.
- Morscher G. N., Tensile stress rupture of SiC_p/SiC_m minicomposites with carbon and boron nitride interphases at elevated temperatures in air, *J. Am. Ceram. Soc.*, 80, [8], 2029-47, 1997.
- Rugg K.L., Giannuzzi L.A., and Tressler R.E., « The time dependent high temperature mechanical behavior of polycrystalline alpha-SiC fibers », *Advances in Ceramic Matrix Composites II*, Ceramic Transactions 46, 29-41, 1994.
- Wiederhorn S. M. and Bolz L. H., « Stress corrosion and static fatigue of glass », *J. Am. Ceram. Soc.*, 53, 543-548, 1970.
- Wiederhorn S. M., « Influence of water vapour on crack propagation in soda-lime glass », *J. Am. Ceram. Soc.*, 50, 407-414, 1967.
- Wiederhorn S. M., « Subcritical Crack Growth in Ceramics », *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol 2, 613-646, Edited by R. C. Bradt, D. P. Hasselman and F. F. Lange, Plenum Press, New York, 1974.
- Youngblood G.E., Lewinsohn C., Jones R.H. and Kohyama A., « Tensile Strength and fracture surface characterization of Hi-Nicalon SiC fibers », *Journal of Nuclear Materials*, 289,1-9, 2001.
- Yun H. M. and Dicarolo J. A., « Thermomechanical behavior of advanced SiC fiber multifilament tows », *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 17, 4, 61-67, 1996.
- Yun H.M. and DiCarlo J.A., « Time/Temperature dependant tensile strength of SiC and Al₂O₃ based fibers », *Advances in Ceramic Matrix Composites III*, Ceramic Transactions 74, 17-25, 1996.
- Yun H. M., Goldsby J. C. and Dicarolo J. A., « Tensile creep and stress-rupture behavior of polymer derived SiC fibers », *Advances in Ceramic Matrix Composites II*, Ceramic Transactions 46, 17-29, 1994.

PUBLICATION N°2

Model of lifetime prediction at intermediate temperatures (500-800°C) in air for silicon carbide fibres

Presented at the 12th European Conference on Composite Materials (ECCM 12), Biarritz, 29th August – 1st September 2006

Model of lifetime prediction at intermediate temperatures (500-800°C) in air for silicon carbide fibres

W. Gauthier and J. Lamon

Laboratoire des Composites Thermostructuraux
UMR 5801 (CNRS-SNECMA-CEA-University of Bordeaux 1)
3 Allée de la Boétie
33600 Pessac France
gauthier@lcts.u-bordeaux1.fr

ABSTRACT

It has been established by a number of investigators that slow crack growth in ceramic materials leads to a time dependence of strength. In the present paper, the lifetime of SiC Hi-Nicalon multifilament tows and single fibres is investigated in static fatigue in air at 500°C and 800°C. Experimental data show that lifetime of tows obeys the classical power law $t\sigma^n=A$ whereas individual fibres lifetime depends on fibre failure probability. A slow crack growth based model is proposed for lifetime prediction for single SiC fibres. The model involves the Paris law, statistical distribution of fibres strengths (Weibull model) and statistical distribution of fibres lifetimes at a given applied stress. It allowed SPT (Strength-Probability-Time) diagrams to be constructed.

1. INTRODUCTION

Ceramic matrix composites (CMC) are very attractive for high-temperature structural applications. These materials present a high technological value. Nowadays, CMC are principally used for space and defence applications. Lifetime control and prediction of CMC represent a crucial issue for future engine applications in civil aircrafts.

Unexpected failures of SiC/SiC composites and SiC Nicalon multifilament tows was observed under low stresses at intermediate temperatures (500-800°C) [1-2]. Failure of woven SiC/SiC composites is controlled by tow failure [3], and recent studies have shown the SiC Nicalon tows sensitivity on subcritical crack growth [2]. The main objective of this paper is to investigate lifetime in static fatigue, in air, of Hi-Nicalon SiC fibres at intermediate temperatures. Lifetime of multifilament tows and single filaments is first analyzed using an empirical model and then a subcritical crack growth based model is proposed.

A lot of work has demonstrated since the sixties the sensitivity of refractory materials to a slow (subcritical) crack growth mechanism [4-5]. The word ‘subcritical’ means that the stress intensity factor at crack tip, K_I , is lower than his critical value, K_{IC} , during crack extension. As a consequence, strength is time dependent. The crack length, a , is related to the stress intensity factor, K_I , by the following equation:

$$K_I = \sigma Y \sqrt{a} \quad (1)$$

where σ is the applied stress and $Y = 2/\pi^{1/2}$ for a penny-shaped crack.

In ceramics, crack velocity, v , is related to stress intensity factor, K_I , by the empirical Paris law:

$$v = \frac{da}{dt} = A_I K_I^n \quad (2)$$

where t is time and A_I and n constants depending on material and environment.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

Silicon carbide Hi-Nicalon fibres (Nippon Carbon, Tokyo, Japan) were investigated. As-received multifilament tows containing 500 filaments and single filaments (average diameter = 15 μm) were tested in static fatigue at high temperature. Two specific devices were used for static fatigue tests on tows (Fig. 1-a) and monofilaments (Fig. 1-b). The gauge length (25 mm) was exposed to uniform temperature in the furnace hot-zone. Silica tubes were used to protect samples from possible pollution and to allow a specific environment control through a constant gas flow (N_2 / O_2). The test specimens were heated up to the test temperature before loading (heating rate $\sim 20^\circ\text{C}/\text{min}$). Then, the dead-weight-load was hung progressively using the lifting system (this operation took < 10 s) and the lifetime was automatically captured by a computer when the specimen fell.

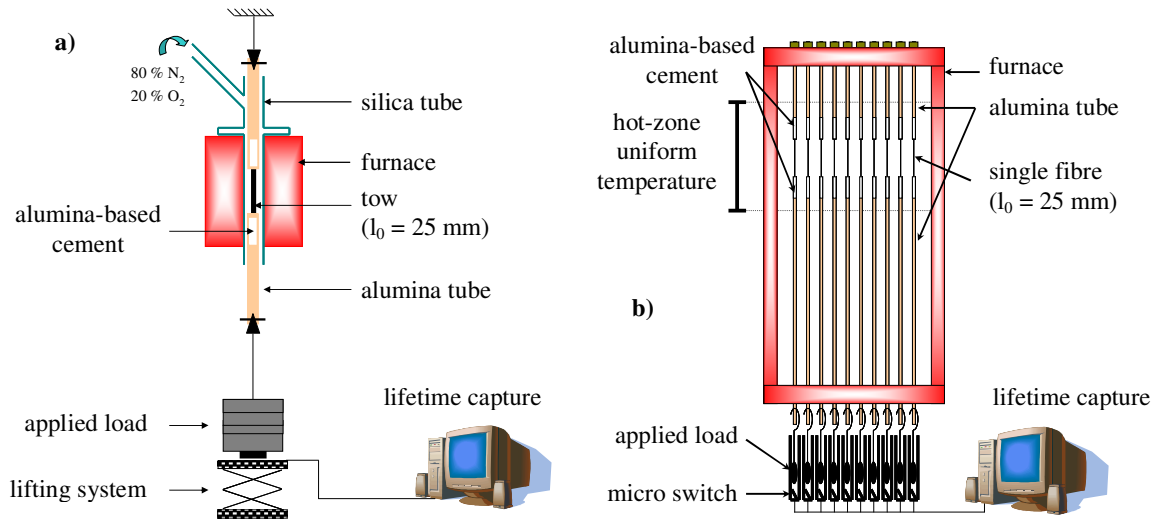


Figure 1. Devices for Static fatigue testing at high temperature for multifilament tows (a) and single filaments (b).

Sample ends were glued within alumina tubes using an alumina-based cement. Special care was taken during test specimen preparation. A specific tool was used to ensure alignment of tows within tubes. A small load was also applied on tows to ensure alignment of all the filaments within the tow. Stress on multifilament tows was determined using the following equation, taking into account the individual filament failures:

$$\sigma = \frac{c g \rho l N_0}{m [N_0 - N(c)]} \quad (3)$$

where c is the applied load, g the gravity constant, ρ the tow density, l the tow length and m the tow mass. N_0 is the initial number of unbroken fibres and $N(c)$ the number of broken fibres under the applied load c .

For determination of stress on single filaments, their diameter was estimated prior to fatigue tests from laser diffraction using the Fraunhofer model:

$$d = \frac{2 \lambda D}{i} \quad (4)$$

where λ is laser wave length, D the distance between the fibre and the screen and i the distance between the two first minima of the diffraction spectrum.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Static fatigue of Hi-Nicalon tows and single filaments

Static fatigue of multifilament tows and single filaments at 500°C and 800°C is shown on a stress-lifetime plot on figure 2. Each data point represents one test result. For multifilament tows, at least three tests carried out for each applied stress magnitude.

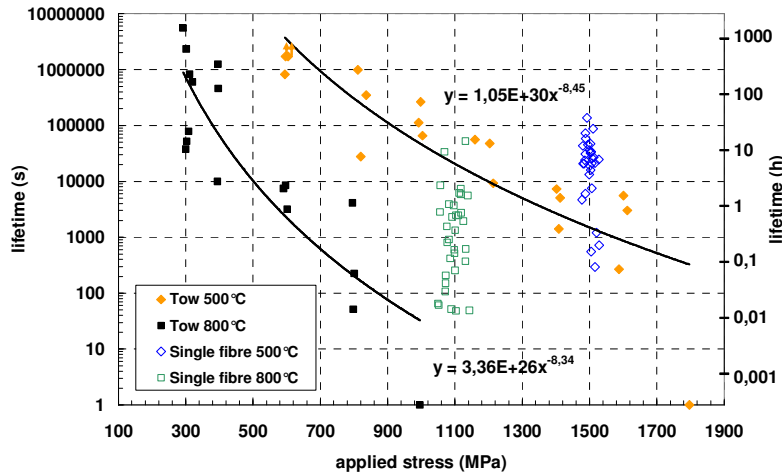


Figure 2. Static fatigue of Hi-Nicalon tows and single filaments at 500°C and 800°C

Lifetime of tows decreases when temperature or applied stress increase. It appears to obey the following power-type law:

$$t \sigma^n = A \quad (5)$$

where A and n are constants depending on material and environment. This power law is often used to describe slow crack growth induced by environment under low stresses in ceramics. A and n were estimated by regression:

$$\text{- 500°C:} \quad n = 8,45 \quad \text{and} \quad A = 1,05 \cdot 10^{30}$$

$$\text{- 800°C:} \quad n = 8,34 \quad \text{and} \quad A = 3,36 \cdot 10^{26}$$

Stress exponent n is temperature independent. It depends on material whereas constant A depends on environment (temperature). The stress exponent n is estimated at $8,4 \pm 0,1$ for Hi-Nicalon tows. The multifilament tow behaviour is similar to previous results on Nicalon fibre [2] but n and A are larger than for Nicalon tows ($n \approx 2,6$ and $A \approx 1 \cdot 10^{12}$). A large number of static fatigue tests were carried out on single filaments for each applied stress magnitude. Lifetime data exhibit a significant scatter (Fig. 2). An empirical model was then developed using a Weibull statistical lifetime distribution for single filaments.

Lifetime data at each applied stress magnitude were ordered and a lifetime failure probability $P_{(i)}$ is assigned using the following estimator:

$$P_{(i)} = (i-0,5)/N_t \quad (6)$$

where i is the rank and N_t the total number of data.

Lifetime distribution was described using the following equation:

$$P_\sigma(t) = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0}\left(\frac{t}{t_0}\right)^{m_t}\right] \quad (7)$$

where V_0 is the reference volume ($V_0 = 1 \text{ mm}^3$) and m_t and t_0 the statistical parameters. These parameters are determined by linear regression:

$$\text{- } 500^\circ\text{C} : m_t = 0,64 \quad \text{et} \quad t_0 = 3,78.10^5$$

$$\text{- } 800^\circ\text{C} : m_t = 0,98 \quad \text{et} \quad t_0 = 8,94.10^5$$

$P_\sigma(t)$ represents the rank of the considered filament in the lifetime distribution. The rank of a single filament in the failure strength statistical distribution in the absence of environment effect is called α . Considering that both ranks are equivalent, it comes:

$$P_\sigma(t) = \alpha = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0}\left(\frac{t}{t_0}\right)^{m_t}\right] \quad (8)$$

This equivalence means that the crack velocity is the same in all the filaments. This hypothesis can be accepted considering that all the filaments are subjected to identical conditions of temperature pressure and stress. Assuming that the fatigue mechanism observed on tows is valid for single filaments, equations (5) and (8) give the constant A (noted $A(\alpha)$, depending on the considered filament) for each filament:

$$A(\alpha) = \sigma^n t_0 \left[\frac{V_0}{V} \ln\left(\frac{1}{1-\alpha}\right) \right]^{1/m_t} \quad (9)$$

Figures 3 and 4 show plots of lifetime behaviour of Hi-Nicalon filaments according to equation (9).

These results are in good agreement with firstly, the failure behaviour of tows, which occurs when a critical number of filaments have failed, and secondly, previous results obtained in static fatigue on Nicalon tows. Indeed, lifetime behaviour of tows corresponds to a particular value of α : $\alpha = 5 \%$ at 500°C and $\alpha = 4 \%$ at 800°C . The analysis of acoustic emission data has shown that this value of α was about 1% to 8% at 600°C in static fatigue on Nicalon tows [2].

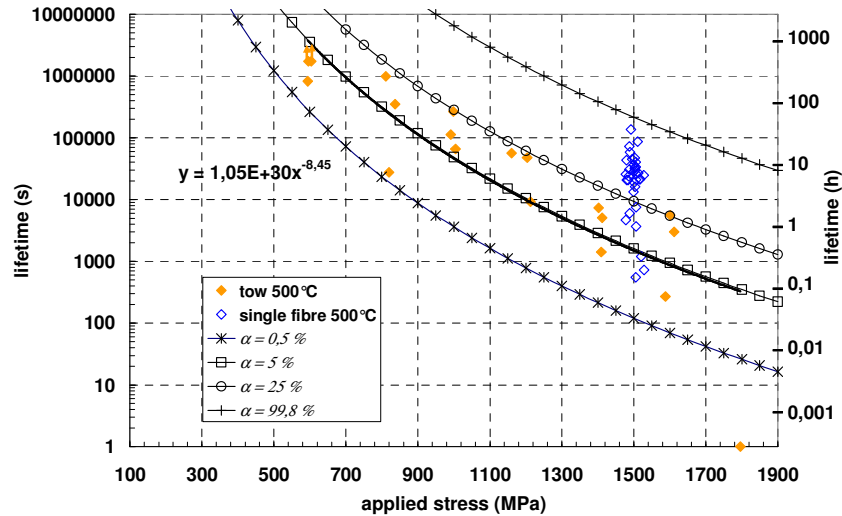


Figure 3. Lifetime for Hi-Nicalon filaments at 500°C with respect to the rank α in the failure strength distribution

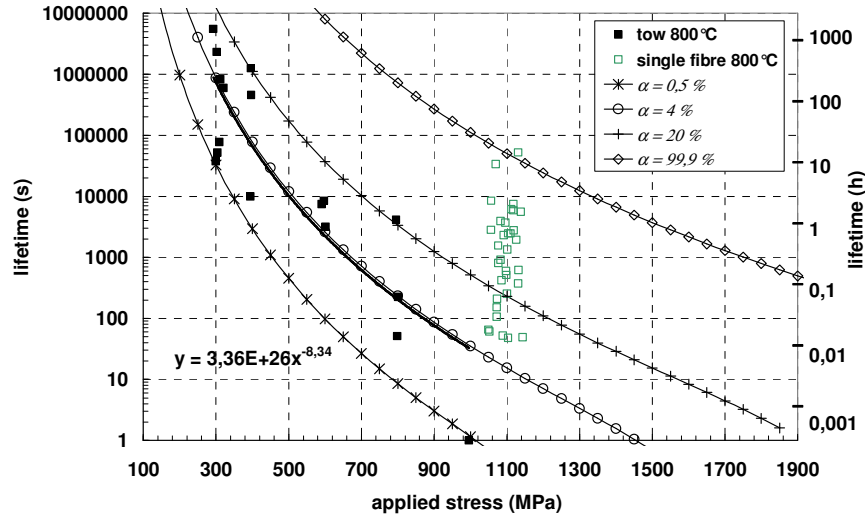


Figure 4. Lifetime for Hi-Nicalon filaments at 800°C with respect to the rank α in the failure strength distribution

Finally, the lifetime of the tow displays a narrow scatter. This scatter can be related to the scatter usually observed on tow tensile strength, as discussed in [6].

3.2. Subcritical crack growth based model

A subcritical crack growth model for lifetime prediction was proposed in [2]. In this paper, the pertinence of the model for single filaments and multifilament tows will be discussed. The relation between single filaments and tow lifetime behaviour is particularly investigated for a better understanding of experimental results.

The subcritical crack growth model is based on the Paris law (2), usually employed to describe the slow propagation of cracks in fatigue in ceramics or metallic materials.

Under a constant stress, the lifetime of a single filament is the time for the particular flaw leading to filament failure required to grow from the initial size C_j to the critical length a_c :

$$t = \int_{C_j}^{a_c} \frac{da}{V} = \frac{2}{\sigma^n A_1 (n-2)} \left[\frac{C_j^{2-n/2}}{Y^n} - \frac{K_{IC}^{2-n} \sigma^{n-2}}{Y^2} \right] \quad (10)$$

where K_{IC} is the critical value of K_I (fracture toughness) and $Y = 2/\pi^{1/2}$ the geometrical parameter of relation (1).

The initial flaw size C_j can be characterized by the strength of the fibre, σ_f , in absence of environmental effects:

$$C_j = \frac{K_{IC}^2}{\sigma_f^2 Y^2} \quad (11)$$

Moreover, the filament failure strength distribution is described by a Weibull model:

$$P(\sigma) = \alpha = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad (12)$$

where V_0 is the reference volume ($V_0 = 1 \text{ mm}^3$) and m_f and σ_{0f} the statistical parameters. Rearranging equations (11) and (12) into (10) give the following lifetime-stress relationship:

$$t = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{n-2} - \sigma^{n-2} \right] \quad (13)$$

Experimental static fatigue results show that $t \sigma^n = A$, where A is a constant. As a consequence, the constant A_1 that appears in the Paris law can be derived from equation (13) for $\sigma \rightarrow 0$:

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A(\alpha) (n-2)} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{n-2} \right] \quad (14)$$

Substitution of equation (14) into (13) gives this second lifetime-stress relationship:

$$t = \frac{A(\alpha)}{\sigma^n} \left[1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0f}} \right)^{n-2} \left(\frac{V}{\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right)} \right)^{n-2/m_f} \right] \quad (15)$$

And finally, equation (13) gives the theoretical statistical lifetime distribution for filaments with respect to filament rank α under a constant stress σ :

$$\alpha = 1 - \exp \left[- \frac{V}{\sigma_{0f}^{m_f}} \left(\frac{t \sigma^n Y^2 A_1 (n-2)}{2 K_{IC}^{2-n}} + \sigma^{n-2} \right)^{m_f/n-2} \right] \quad (16)$$

3.3. Discussion

For lifetime predictions using the proposed model, the following data are required:

- (i) statistical parameters m_f and σ_{0f} ,
- (ii) the stress exponent n ,
- (iii) - the constant A_1 and the fibre toughness K_{IC} (Eq. 13), or
- empirical $A(\alpha)$ values (Eq. 15).

A_1 constant is derived from constant A (Eq. 14) which depends on the filament rank α . A_1 constant is estimated using the experimental value of A determined using tow lifetime data. The corresponding α value was estimated using equation (9).

It's now possible to compare the experimental lifetime distribution (Eq. 7) with the α dependent theoretical one (Eq. 16). The good agreement of both distributions (figure 5) demonstrates the pertinence of the analysis and confirms the correspondence between lifetime and tensile strength ranks $P_\sigma(t) = \alpha$.

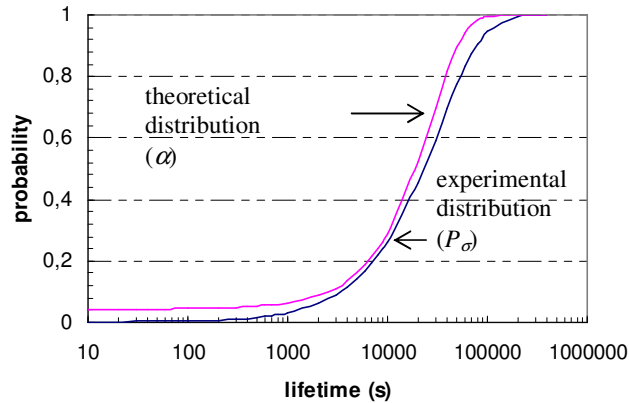


Figure 5. Theoretical and experimental lifetime distributions

Static fatigue experimental results have shown that the lifetime of tows coincides with filament lifetime for a particular value α_c of α (Fig. 3-4), corresponding to the failure probability of the critical filament that causes failure of the tow. At last, the multifilament tow average lifetime behaviour can be evaluated using equation (13) provided the failure probability of critical filament α_c is known.

The proposed model finally allows SPT (Strength - Probability - Time) diagrams to be constructed. These diagrams, proposed by Davidge [7], are very pertinent to ceramic materials because they provide relationships between the lifetime of a material for an applied stress with failure probability. These diagrams are presented for Hi-Nicalon filaments at 500°C and 800°C in figure 6.

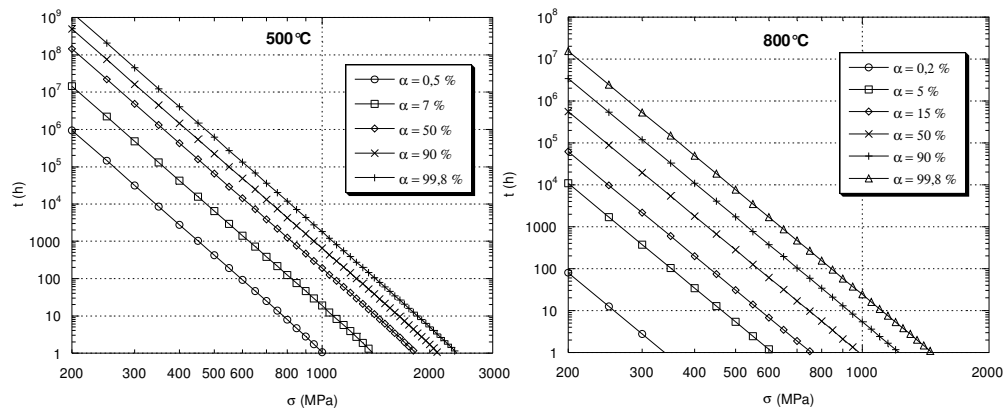


Figure 6. SPT diagrams (Strength - Probability - Time) for Hi-Nicalon filaments at 500°C and 800°C

4. CONCLUSIONS

The delayed failure of SiC Hi-Nicalon single filaments and multifilament tows was observed in static fatigue at 500°C and 800°C. Filaments and tows lifetime obey the power law $t\sigma^n = A$, with $n = 8,4 \pm 0,1$. The constant A depends on temperature and on the tensile failure probability α of the considered filament. Lifetime of the tow corresponds to the critical filament lifetime within the tow, which is identified from a particular value α_c of α . This critical value of α seems to depend on temperature and could also be affected by fibres interactions leading to a multifilament tow weakening. An empirical model describing the static fatigue behaviour of tows and filaments and a subcritical crack growth based model were proposed. This latter model leads to sound lifetime predictions for single filaments and multifilament tows. Finally SPT (Strength - Probability - Time) diagrams were established for Hi-Nicalon single fibres at 500°C and 800°C.

5. REFERENCES

- 1 **Bertrand S.**, Pailler R. and Lamon J., Influence of strong fibre/coating interfaces on the mechanical behaviour and lifetime of Hi-Nicalon/(PyC/SiC)_n/SiC minicomposites, *J. Am. Ceram. Soc.*, 84, [4], 787-794, 2001.
- 2 **Forio Ph.**, Lavaire F. and Lamon J., Delayed failure at intermediate temperatures (600°C-700°C) in air in silicon carbide multifilament tows, *J. Am. Ceram. Soc.*, 87, [5], 888-893, 2004
- 3 **Lamon J.**, A micromechanics-based approach to the mechanical behaviour of brittle-matrix composites, *Composites Sciences and Technology*, 61, 2259-2272, 2001.
- 4 **Charles R. J.** and Hillig W. S., Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of Improving It, Florence, Italy, 1962. Union Scientifique Continentale du Verre, Charleroi, Belgium, 1962.
- 5 **Wiederhorn S. M.**, Subcritical Crack Growth in Ceramics, *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol 2, 613-646, Edited by R. C. Bradt, D. P. Hasselman and F. F. Lange, Plenum Press, New York, 1974.
- 6 **Calard V.** and Lamon J., Failure of fibers bundles, *Composites Sciences and Technology*, 64, 701-710, 2004.
- 7 **Davidge R.W.**, McLaren J.R. and Tappin G., Strength-probability-time (SPT) relationships in ceramics, *Journal of Materials Science*, 8, 1699-1705, 1973.

PUBLICATION N°3

*Fatigue statique de monofilaments et de fils SiC Hi-Nicalon à
500°C et 800°C*

Présenté à la 2ème Conférence pluridisciplinaire sur les matériaux
(Matériaux 2006), Dijon, 13-17 Novembre 2006

Fatigue statique de monofilaments et de fils SiC Hi-Nicalon à 500 °C et 800 °C

Wilfried Gauthier ^a, Jacques Lamon ^a

^a Laboratoire des Composites Thermostructuraux
UMR 5801 CNRS-Snecma-CEA-UB1
3 allée de la boétie 33600 Pessac
gauthier@lcts.u-bordeaux1.fr

RESUME:

Les composites de la famille des SiC/SiC sont sensibles à un phénomène de fatigue, à faible contrainte et aux températures intermédiaires (500 °C – 800 °C). Des travaux antérieurs ont mis en évidence la rupture lente des fils SiC Nicalon, lorsqu'ils sont soumis à une charge constante inférieure à leur résistance à la rupture, à des températures de 600 °C et 700 °C. Le processus présente toutes les caractéristiques de la fissuration sous-critique, et il semble activé par l'oxydation de la fibre. Cet article étudie la fatigue statique des fils et des monofilaments SiC Hi-Nicalon, aux températures de 500 °C et 800 °C. Les relations entre la durée de vie des monofilaments et celle des fils sont établies. Des diagrammes SPT (Strength-Probability-Time) sont également construits. Il est montré que le modèle fondé sur la loi de propagation sous-critique d'une fissure permet de décrire de manière satisfaisante l'évolution de la contrainte à rupture des monofilaments, en fatigue statique à haute température. Le modèle permet d'anticiper l'influence des caractéristiques des monofilaments.

MOTS-CLES : fatigue statique, fibres SiC, durée de vie, fissuration sous-critique.

1. INTRODUCTION

Les matériaux Composites à Matrice Céramique (CMC) sont des matériaux à haute valeur technologique dont les applications sont aujourd'hui principalement militaires et spatiales. La maîtrise de la durée de vie de ces matériaux constitue un enjeu essentiel pour les industriels en vue de futures utilisations de ces matériaux dans des applications aéronautiques civiles. Les travaux présentés dans cet article s'inscrivent totalement dans cette perspective. Ils ont pour objectif de modéliser la tenue en fatigue statique des fibres Hi-Nicalon à des températures intermédiaires (500 °C - 800 °C). Cette étude a pour point de départ la rupture inexplicée de composites SiC/SiC sous air, sous de faibles charges et à des températures de 500°C - 800°C [1-2]. De plus, la rupture est contrôlée par les fils dans les SiC/SiC à renfort tissé [3] et de récents travaux ont mis en évidence un phénomène de fissuration lente sur des fibres SiC de type Nicalon [4-5]. Dès le début des années 60, de nombreuses équipes de recherche ont démontré que les matériaux réfractaires étaient sensibles à un phénomène de croissance lente de fissure ou propagation sous-critique [6-7-8]. Le terme sous-critique signifie que le facteur d'intensité de contrainte en fond de fissure, K_I , est inférieur à sa valeur critique K_{IC} , caractérisant la ténacité du matériau. Cette croissance lente de fissure, qui conduit à la rupture brutale, indique que la résistance à la rupture des matériaux céramiques dépend du temps. La longueur de la fissure est reliée au facteur d'intensité de contrainte selon la relation d'Irwin :

$$K_I = \sigma Y \sqrt{a} \quad (1)$$

avec σ la contrainte de traction appliquée (mode I), a la longueur de fissure et Y un facteur géométrique dépendant des dimensions de l'échantillon. De manière plus générale, la variation de la vitesse de fissuration v est reliée au facteur d'intensité de contrainte K_I par la relation empirique suivante similaire à la loi de Paris :

$$v = \frac{da}{dt} = A_1 K_1^n \quad (2)$$

avec A_1 et n des constantes dépendant du matériau et de l'environnement.

2. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Les échantillons utilisés sont soit des fils constitués de 500 monofilaments, soit des monofilaments de SiC Hi-Nicalon. Ces fibres sont brutes d'élaboration et n'ont subi aucun traitement thermique ou thermochimique.

Les essais de fatigue statique à haute température ont été réalisés sur des fils et sur des monofilaments. Dans les deux cas, la longueur de jauge est de 25 mm. Un banc d'essais comprenant plusieurs fours résistifs permet de réaliser les essais sur fils (figure 1a). Les essais sur monofilaments sont effectués dans un four dont l'élément chauffant, un cylindre en acier réfractaire, est percé sur toute sa longueur afin de positionner les échantillons à l'intérieur du four (figure 1b). Sur chaque installation, des tubes en silice protègent les échantillons de la pollution des fours. Pour les essais réalisés sur fils, ces tubes permettent également de contrôler l'atmosphère (notamment la proportion de dioxygène) par introduction d'un flux gazeux continu (N_2 / O_2). Un dispositif électronique déclenche un chronomètre lorsque la charge appliquée n'est plus en contact avec son support, ce chronomètre s'arrête lorsque le contact est rétabli (rupture de l'échantillon).

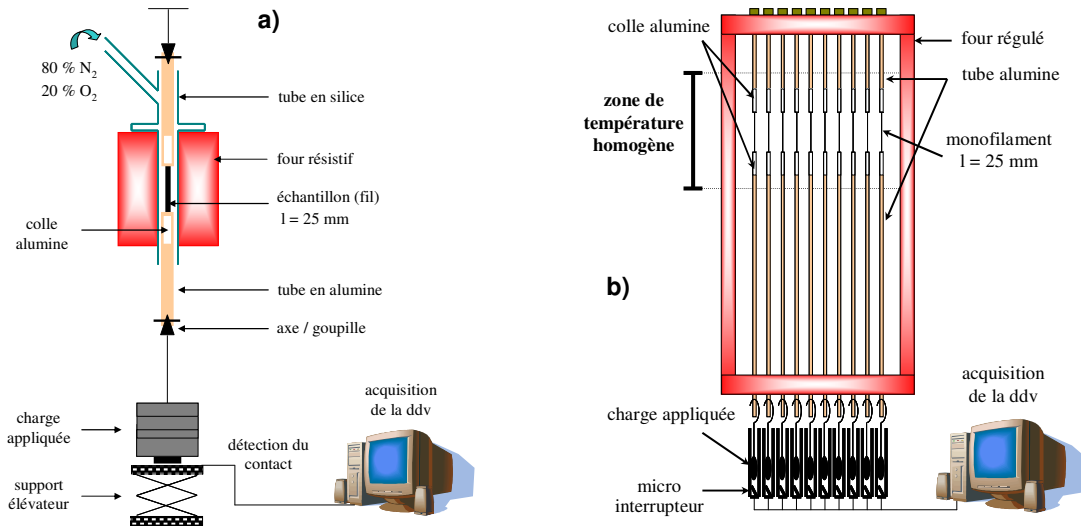


Figure 1. Banc d'essais de fatigue statique sur fils (a) et monofilaments (b)

Les extrémités des échantillons sont collées avec un ciment à base d'alumine dans des talons en alumine usinés spécifiquement (diamètre intérieur 3 mm pour les fils et 1 mm pour les monofilaments). La longueur de ces talons est telle que les échantillons soient placés dans la zone de température uniforme des fours.

Des gabarits de collage sont utilisés pour l'alignement des échantillons dans les talons et également pour transporter les échantillons dans le four de cuisson du ciment à base d'alumine. Lors de la préparation des éprouvettes, un système de collage permet d'exercer une faible tension afin d'assurer l'alignement de tous les monofilaments à l'intérieur du fil. La contrainte appliquée sur les fils lors des essais de fatigue est estimée par la formule suivante, après avoir pesé et mesuré chaque échantillon :

$$\sigma = \frac{c g \rho l N_0}{m [N_0 - N(c)]} \quad (3)$$

avec c la charge appliquée, g l'accélération de la pesanteur, ρ la masse volumique des fibres, l la longueur du fil et m sa masse. N_0 est le nombre initial de fibres non rompues, et $N(c)$ le nombre de fibres rompues lors de l'application de la charge c . De plus $c < 70N \Rightarrow N(c) = 0$. Pour les essais sur monofilaments, le diamètre de chaque monofilament est mesuré par diffraction laser selon le modèle de Fraunhofer :

$$d = \frac{2\lambda D}{i} \quad (4)$$

avec λ la longueur d'onde du laser, D la distance entre la fibre et l'écran et i la distance entre les deux premiers minima du spectre de diffraction.

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1. Durée de vie en fatigue statique de fils et monofilaments Hi-Nicalon

Les résultats des essais de fatigue statique sur fils et sur monofilaments Hi-Nicalon sont présentés sur le diagramme de la figure 2. Chaque point représente le résultat d'un essai. Au moins trois essais ont été effectués pour chaque niveau de contrainte imposée.

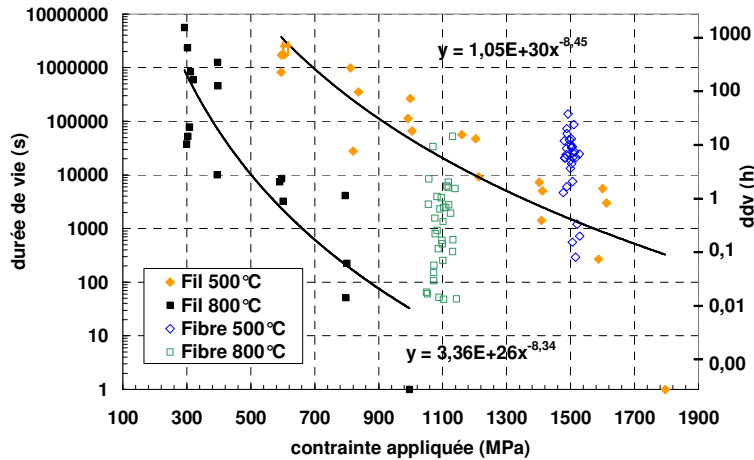


Figure 2. Durée de vie des fils et des monofilaments Hi-Nicalon à 500 et 800 °C

La durée de vie des fils diminue lorsque la température et/ou la contrainte appliquée augmentent. Ces résultats sont décrits par une loi en puissance de la forme :

$$t \sigma^n = A \quad (5)$$

où A et n sont des constantes dépendant du matériau et de l'environnement. Cette loi est souvent employée pour décrire de nombreux phénomènes non linéaires, et en particulier les mécanismes de fissuration lente ou "sous-critique" activés par l'environnement. Les valeurs des constantes sont estimées par régression à partir des données de la figure 2 :

- 500 °C :	$n = 8,45$	et	$A = 1,05.10^{30}$
- 800 °C :	$n = 8,34$	et	$A = 3,36.10^{26}$

Le coefficient n est bien une constante. Il semble dépendre uniquement du matériau. La constante A dépend de l'environnement (ici la température). L'exposant de contrainte n est ainsi estimé à $8,4 \pm 0,1$ pour les fils Hi-Nicalon. La tendance observée pour les fils est comparable aux résultats antérieurs [4-5]. Cependant la valeur de l'exposant n et de la constante A est plus élevée que pour les fils Nicalon ($n \approx 2,6$ et $A \approx 1.10^{12}$).

Un très grand nombre d'essais de fatigue statique sur monofilaments ont été effectués pour chaque niveau de contrainte imposée (figure 2). La durée de vie présente une dispersion importante. Il a semblé logique de représenter la distribution des durées de vie obtenues pour les monofilaments sous une contrainte donnée dans un diagramme dit de Weibull. A cet égard, les valeurs de la durée de vie correspondant à une contrainte appliquée donnée sont classées par ordre croissant, et il leur est affecté une probabilité selon l'estimateur $P_i = (i-0,5)/n$, où i est le rang et n le nombre total de données. La loi de Weibull utilisée est :

$$P_{\sigma}(t) = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{t}{t_0} \right)^{m_t} \right] \quad (6)$$

avec V_0 le volume de référence ($V_0 = 1 \text{ mm}^3$), m_t et t_0 les facteurs de forme et d'échelle. On obtient les paramètres suivants par régression linéaire :

- 500 °C : $m_t = 0,64$ et $t_0 = 3,78.10^5$
- 800 °C : $m_t = 0,98$ et $t_0 = 8,94.10^5$

$P_{\sigma}(t)$ représente donc le rang de la fibre considérée dans la distribution des durées de vie. Il est logique de supposer dans un premier temps que ce rang des durées de vie coïncide avec le rang des contraintes à rupture, noté α . Ce qui revient à considérer que la cinétique de croissance des défauts est identique d'une fibre à l'autre. Cette hypothèse est acceptable dans la mesure où les monofilaments sont soumis à des conditions identiques de températures, pression et contraintes. Donc, si $\alpha = P_{\sigma}(t)$, il vient :

$$P_{\sigma}(t) = \alpha = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{t}{t_0} \right)^{m_t} \right] \quad (7)$$

Si l'on suppose que le mécanisme de fatigue observé pour les fils est valide pour les fibres, la combinaison des équations (5) et (7) permet de déterminer l'expression de la constante A (notée $A(\alpha)$ puisqu'elle dépend du monofilament considéré) pour chaque fibre :

$$A(\alpha) = \sigma^n t_0 \left[\frac{V_0}{V} \ln \left(\frac{1}{1 - \alpha} \right) \right]^{1/m_t} \quad (8)$$

Les figures 3 et 4 montrent les diagrammes de durée de vie obtenus à l'aide de l'équation (8) pour des monofilaments, en fonction de leur rang dans la distribution des contraintes de rupture.

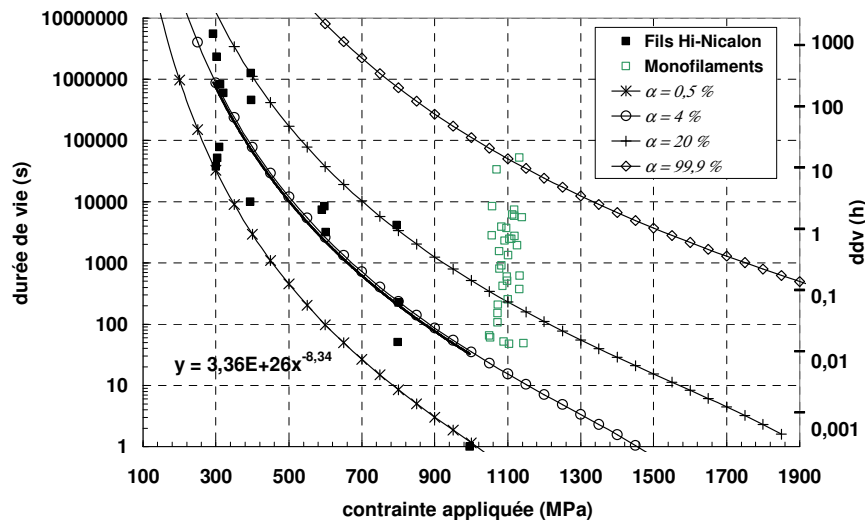


Figure 3. Durée de vie de monofilaments Hi-Nicalon à 800 °C en fonction de leur probabilité de rupture α , dans le domaine où la rupture est dictée par les effets de l'environnement

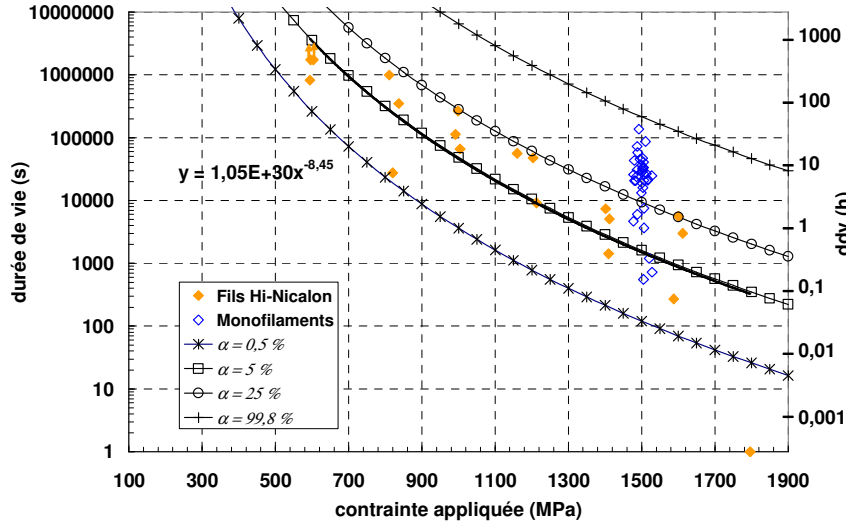


Figure 4. Durée de vie de monofilaments Hi-Nicalon à 500°C en fonction de leur probabilité de rupture α , dans le domaine où la rupture est dictée par les effets de l'environnement

Ces résultats sont en accord avec, d'une part le mode de rupture des fils, qui se produit lorsque un nombre critique de monofilaments est rompu, et d'autre part, les résultats précédents obtenus pour des fils Nicalon [5]. En particulier, on observe que la durée de vie des fils correspond aux valeurs particulières α_c de α suivantes : $\alpha_c = 5\%$ à 500°C et $\alpha_c = 4\%$ à 800°C. L'enregistrement de l'émission acoustique avait permis de déterminer des valeurs de α_c comprises entre 1 et 8% lors des essais de fatigue statique à 600°C.

Les durées de vie des fils présentent une certaine dispersion autour de la courbe moyenne. Cette dispersion est à relier à la dispersion habituellement observée lors de la rupture des fils, qui a été étudiée particulièrement dans [9].

3.2. Modèle de prévision de la durée de vie des monofilaments en fatigue statique

Un modèle de prévision de la durée de vie a été proposé dans [5]. On discutera ici les principales lignes d'un modèle pertinent pour les monofilaments, car leur connaissance est importante pour comprendre les tendances observées expérimentalement, et établir les relations entre fils et monofilaments.

Le modèle est fondé sur la loi de Paris (2), qui est employée pour décrire la croissance lente d'une fissure dans de nombreux matériaux, y compris les métaux et les céramiques. Sous une contrainte constante, la durée de vie est le temps nécessaire au défaut responsable de la rupture pour croître de la longueur initiale C_j à la longueur critique a_c :

$$t = \int_{C_j}^{a_c} \frac{da}{V} = \frac{2}{\sigma^n A_1 (n-2)} \left[\frac{C_j^{2-n/2}}{Y^n} - \frac{K_{IC}^{2-n} \sigma^{n-2}}{Y^2} \right] \quad (9)$$

où K_{IC} est la valeur critique de K_I et $Y = 2/\sqrt{\pi}$ le facteur géométrique de l'équation (1). Le défaut initial C_j peut être caractérisé par la contrainte nécessaire pour obtenir la rupture de la fibre, σ_f , dans des conditions de rupture fragile où l'environnement n'a aucune influence (environnement inerte) :

$$C_j = \frac{K_{IC}^2}{\sigma_f^2 Y^2} \quad (10)$$

La distribution statistique de la contrainte de rupture des fibres suit une loi de Weibull :

$$P(\sigma) = \alpha = 1 - \exp \left[-V \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad (11)$$

En associant les équations (9), (10) et (11), la durée de vie d'un monofilament dont la probabilité de rupture en traction est α , est donnée par l'expression suivante :

$$t = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} - \sigma^{n-2} \right] \quad (12)$$

Le paramètre A_1 est estimé à partir de la relation expérimentale $t\sigma^n = A$ lorsque $\sigma \rightarrow 0$:

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A(\alpha) (n-2)} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} \right] \quad (13)$$

En associant les équations (12) et (13), la durée de vie d'un monofilament peut également s'exprimer de manière empirique en fonction des valeurs $A(\alpha)$ décrites par l'équation (8) :

$$t = \frac{A(\alpha)}{\sigma^n} \left[1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0f}} \right)^{n-2} \left(\frac{V}{\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right)} \right)^{\frac{n-2}{m_f}} \right] \quad (14)$$

Enfin, réarrangeant l'équation (12), on obtient la relation suivante entre la probabilité de rupture α d'un monofilament en traction et la durée de vie t en fatigue sous la contrainte σ :

$$\alpha = 1 - \exp \left[-\frac{V}{\sigma_{0f}^{m_f}} \left(\frac{t\sigma^n Y^2 A_1 (n-2)}{2 K_{IC}^{2-n}} + \sigma^{n-2} \right)^{\frac{m_f}{n-2}} \right] \quad (15)$$

3.3. Discussion

La prévision de la durée de vie des monofilaments nécessite les données suivantes :

- (i) les paramètres statistiques m_f et σ_0 (tableau 1),
- (ii) la constante n de la loi $t\sigma^n = A$ et
- (iii) la constante A_1 et la ténacité K_{IC} pour employer la relation théorique (12) ou les valeurs empiriques de $A(\alpha)$ pour employer la relation (14)

La valeur de $A(\alpha)$ nécessaire au calcul de A_1 dépend de la probabilité de rupture du monofilament considéré. Pour déterminer les valeurs de $A(\alpha)$, on a supposé dans un premier temps que la durée de vie pouvait être décrite par une loi de Weibull et que le rang d'un monofilament dans la distribution des durées de vie coïncide avec le rang dans la distribution des contraintes à rupture, soit $P_\alpha(t) = \alpha$. La figure 5 compare la distribution expérimentale des durées de vie des monofilaments (6) et la distribution théorique (15) (calculée pour une valeur moyenne de A_1) pour une contrainte appliquée de 1500 MPa, à 500 °C.

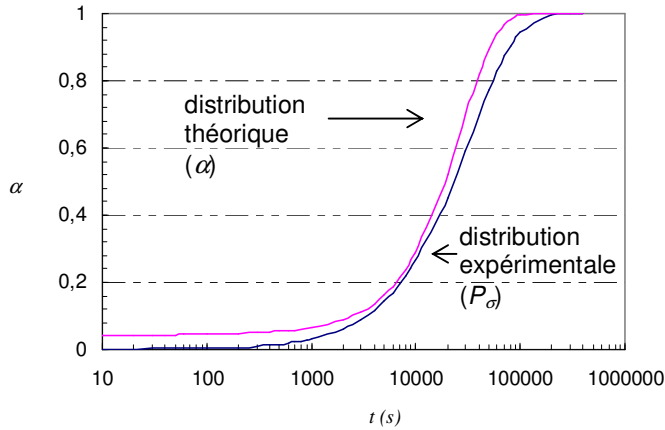


Figure 5. Comparaison des distributions expérimentale et théorique des durées de vie en fatigue statique de monofilaments Hi-Nicalon à 500 °C et 1500 MPa

La corrélation observée montre la pertinence de l'analyse et valide l'hypothèse suivant laquelle $P_{\sigma}(t) = \alpha$.

Les résultats expérimentaux ont montré que la durée de vie des fils était obtenue pour des valeurs particulières α_c de α , qui représentent la probabilité de rupture du monofilament critique au sein du fil (celui dont la rupture conduit à la rupture instable du fil). α_c est aussi la fraction de fibres rompues de manière individuelle. On peut donc facilement calculer la durée de vie d'un fil, à l'aide de l'équation (12), à condition de connaître la probabilité de rupture en traction α_c du monofilament critique.

Le modèle permet finalement d'établir des diagrammes SPT (Strength - Probability - Time) à partir de l'équation (12). Ce type de diagramme proposé par Davidge [10] est caractéristique des matériaux céramiques puisqu'il permet de déterminer la durée de vie d'un matériau pour une contrainte appliquée en fonction de sa probabilité de rupture. Ces diagrammes sont présentés pour les monofilaments Hi-Nicalon à 500°C et 800°C sur la figure 6.

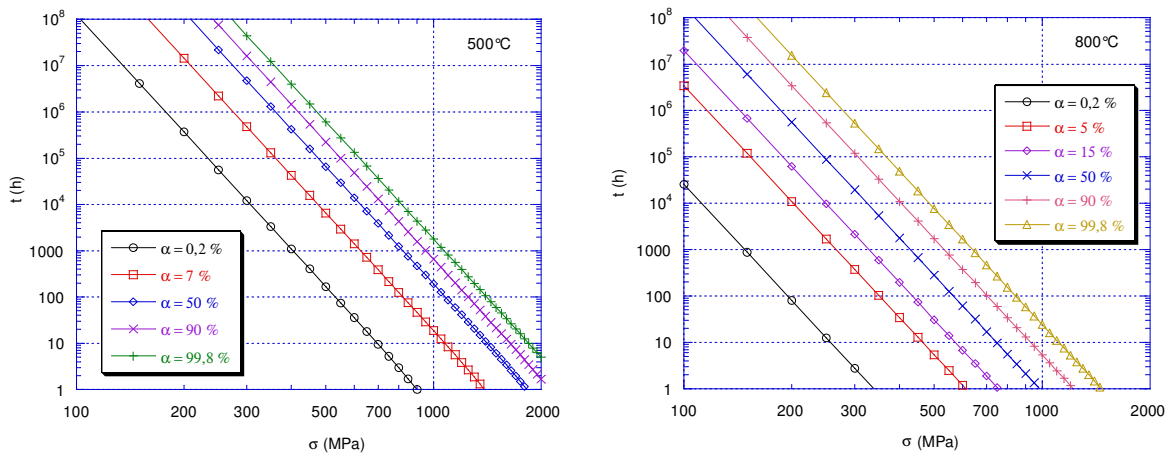


Figure 6. Diagrammes SPT (Strength - Probability - Time) des monofilaments Hi-Nicalon à 500 et 800 °C

Ces diagrammes SPT permettent de prévoir la durée de vie d'un monofilament Hi-Nicalon en fonction de la contrainte appliquée et d'y associer un coefficient de confiance exprimé par la probabilité de rupture.

4. CONCLUSION

La rupture différée de monofilaments et de fils de SiC Hi-Nicalon a été observée en fatigue statique à 500°C et à 800°C. La durée de vie des monofilaments et des fils, dans le domaine de contraintes où la contribution de l'environnement est décisive, suit une loi du type : $t \sigma^n = A$, avec $n = 8,4 \pm 0,1$. La constante A dépend de la température et de la probabilité de rupture en traction α du monofilament considéré. La durée de vie du fil correspond à la durée de vie du monofilament critique. Elle est obtenue pour une valeur particulière de α . Cette valeur semble dépendre de la température, elle peut cependant être affectée par des interactions entre fibres qui fragiliseraient le fil. Un modèle de fissuration sous-critique est proposé à partir des résultats expérimentaux de fatigue statique. Il permet d'établir des diagrammes SPT pour les monofilaments et de prévoir la durée de vie des fils. Le mécanisme intime responsable de la propagation des défauts est en cours d'investigation. Il est lié à des phénomènes d'oxydation

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du Contrat de Programme de Recherche (CPR) "Modélisation-Extrapolation-Validation de la durée de vie des composites à matrice céramique autocicatrisante" associant Snecma Propulsion Solide, la Délégation Générale pour l'Armement, le CNRS, le CEAT, l'INSA de Lyon, l'ENS Cachan, l'Université de Bordeaux et l'Université de Perpignan.

5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Bertrand S., Pailler R. and Lamon J., « Influence of strong fibre/coating interfaces on the mechanical behaviour and lifetime of Hi-Nicalon/(PyC/SiC)_n/SiC minicomposites », *J. Am. Ceram. Soc.*, 84, [4], 787-794, 2001.
- [2] Morscher G. N., « Tensile stress rupture of SiC_f/SiC_m minicomposites with carbon and boron nitride interphases at elevated temperatures in air », *J. Am. Ceram. Soc.*, 80, [8], 2029-47, 1997.
- [3] Lamon J., « A micromechanics-based approach to the mechanical behaviour of brittle-matrix composites », *Composites Sciences and Technology*, 61, 2259-2272, 2001.
- [4] Forio Ph., Lavaire F. et Lamon J., « Durée de vie en fatigue statique à haute température de fibres SiC Nicalon », *Comptes-rendus des 12^{èmes} Journées Nationales sur les Composites (JNC12)*, AMAC, II, 941-950, 2000.
- [5] Forio Ph., Lavaire F. et Lamon J., « Delayed failure at intermediate temperatures (600°-700°C) in air in silicon carbide multifilament tows », *J. Am. Ceram. Soc.*, 87, 5, 888-893, 2004
- [6] Charles R. J. and Hillig W. S., Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of Improving It, Florence, Italy, 1962. Union Scientifique Continentale du Verre, Charleroi, Belgium, 1962.
- [7] Wiederhorn S. M. and Bolz L. H., « Stress corrosion and static fatigue of glass », *J. Am. Ceram. Soc.*, 53, 543-548, 1970.
- [8] Wiederhorn S. M., « Subcritical Crack Growth in Ceramics », *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol 2, 613-646, Edited by R. C. Bradt, D. P. Hasselman and F. F. Lange, Plenum Press, New York, 1974.
- [9] Calard V. and Lamon J., « Failure of fiber bundles », *Composites Sciences and Technology*, 64, 701-710, 2004.
- [10] Davidge R.W., McLaren J.R. and Tappin G., « Strength-probability-time (SPT) relationships in ceramics », *Journal of Materials Science*, 8, 1699-1705, 1973.

PROJET DE PUBLICATION N°1

Static fatigue of silicon carbide multifilament tows at intermediate temperatures (500-800°C), in air : effect of temperature and fibre type

To submit to the Journal of the American Ceramic Society

Static fatigue of silicon carbide multifilament tows at intermediate temperatures (500-800°C), in air: Effect of temperature and fibre type

W. Gauthier and J. Lamon

Laboratoire des Composites Thermostructuraux
UMR 5801 (CNRS-SNECMA-CEA-University of Bordeaux 1)
3 Allée de la Boétie
33600 Pessac France
gauthier@lcts.u-bordeaux1.fr

ABSTRACT

It has been established by a number of investigators that slow crack growth in ceramic materials leads to a time dependence of strength. In the present paper, lifetime of SiC Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows is investigated in static fatigue, in air, at intermediate temperatures between 500°C and 800°C. Experimental data show that lifetime of tows decreases when temperature increases and obeys the classical power-type law $t\sigma^p=A$. A model for lifetime predictions of tows is finally proposed. It allows predictive stress-lifetime curves to be plotted at different temperatures and lifetime behaviour of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows to be compared.

1. INTRODUCTION

Ceramic matrix composites (CMC) are very attractive for high-temperature structural applications. Nowadays, CMC are principally used for space and defence applications. Lifetime control and prediction of CMC represent a crucial issue for future engine applications in civil aircrafts.

Unexpected failures of SiC/SiC composites and SiC Nicalon multifilament tows was observed under low stresses at intermediate temperatures (500-800°C) [1-2]. Failure of woven SiC/SiC composites is controlled by tow failure [3], and recent studies have shown the SiC Nicalon tows sensitivity on subcritical crack growth [2].

The main objective of this paper is to investigate lifetime in static fatigue, in air, of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows at intermediate temperatures. Therefore, static fatigue tests are performed and lifetime diagrams are constructed.

A lot of work has demonstrated since the sixties the sensitivity of refractory materials to a slow (subcritical) crack growth mechanism [4-5]. The word 'subcritical' means that the stress intensity factor at crack tip, K_I , is lower than his critical value, K_{IC} , during crack extension. As a consequence, strength is time dependent. The crack length, a , is related to the stress intensity factor, K_I , by the following equation:

$$K_I = \sigma Y \sqrt{a} \quad (1)$$

where σ is the applied stress and $Y = 2/\pi^{1/2}$ for a penny-shaped crack.

In ceramics, crack velocity, v , is related to stress intensity factor, K_I , by the empirical Paris law:

$$v = \frac{da}{dt} = A_1 K_I^n \quad (2)$$

where t is time and A_1 and n constants depending on material and environment.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

Materials

Silicon carbide Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows (Nippon Carbon, Tokyo, Japan) are investigated. Tows contain 500 filaments that have an average diameter of 15 μm each. Statistical and mechanical properties of these fibres are determined performing monotone tensile tests. The specific procedure described in [6] is employed. Statistical and mechanical properties are summarized in table I. Different gauge lengths are tested to determine the apparatus compliance. Fibres chemical composition is also presented in table I.

Fibres	Statistical and mechanical properties						Chemical composition			
	L_0 (mm)	σ_r (MPa)	E_{tow} (GPa)	α_c	m_f	σ_o (GPa)	Si	C	O	C/Si _(at)
Hi-Nicalon	25	2068 \pm 50	251 \pm 10	0,126 \pm 0,02	-	-				
	50	1839 \pm 50	220 \pm 10	0,127 \pm 0,02	8,47	3,64	62,4	37,1	0,5	1,38
	75	1743 \pm 50	231 \pm 10	0,113 \pm 0,02	8,62	3,61				
	100	1656 \pm 50	237 \pm 10	0,131 \pm 0,02	9,36	3,29				
Hi-Nicalon S	25	2820 \pm 50	350 \pm 10	0,107 \pm 0,02	-	-				
	50	2776 \pm 50	327 \pm 10	0,123 \pm 0,02	7,08	6,15	68,9	30,9	0,2	1,04
	75	2486 \pm 50	340 \pm 10	0,125 \pm 0,02	7,04	6,24				

Table I. Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S composition [7] and properties

Static fatigue tests

A specific device is used for static fatigue tests on tows (Fig. 1). The gauge length (25 mm) is exposed to uniform temperature in the furnace hot-zone. Silica tubes are used to protect samples from possible pollution and to allow a specific environment control through a constant gas flow (N_2 / O_2).

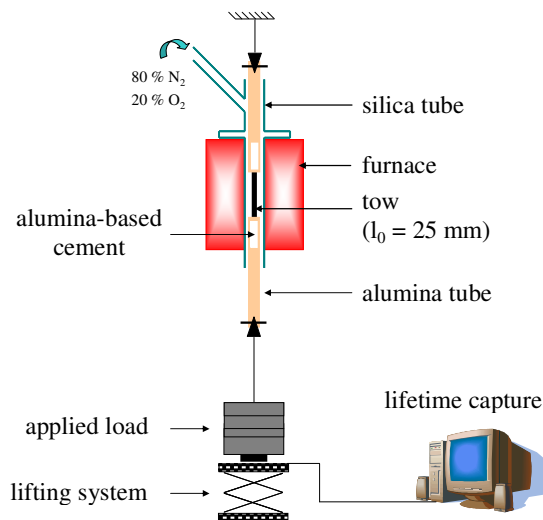


Figure 1. Device for static fatigue testing at high temperature for multifilament tows

The test specimens are heated up to the test temperature before loading (heating rate ~ 20°C/min). Then, the dead-weight-load is hung progressively using the lifting system (this operation took < 10 s) and the lifetime is automatically captured by a computer when the specimen fall.

Sample ends are glued within alumina tubes using an alumina-based cement. Special care is taken during test specimen preparation. A specific tool is used to ensure alignment of tows within tubes. A small load is also applied on tows to ensure alignment of all the filaments within the tow. Stress on multifilament tows is determined using the following equation, taking into account the individual filament failures:

$$\sigma = \frac{c g \rho l N_0}{m [N_0 - N(c)]} \quad (3)$$

where c is the applied load, g the gravity constant, ρ the tow density, l the tow length and m the tow mass. N_0 is the initial number of unbroken fibres and $N(c)$ the number of broken fibres under the applied load c .

3. RESULTS

At least three tests are carried out for each applied stress magnitude. Results of static fatigue test performed on Hi-Nicalon tows at 500°C and 800°C are plotted on a stress-lifetime diagram (Fig. 2). Each data point represents one test result. An arrow is placed on the data point when the test was interrupted before failure.

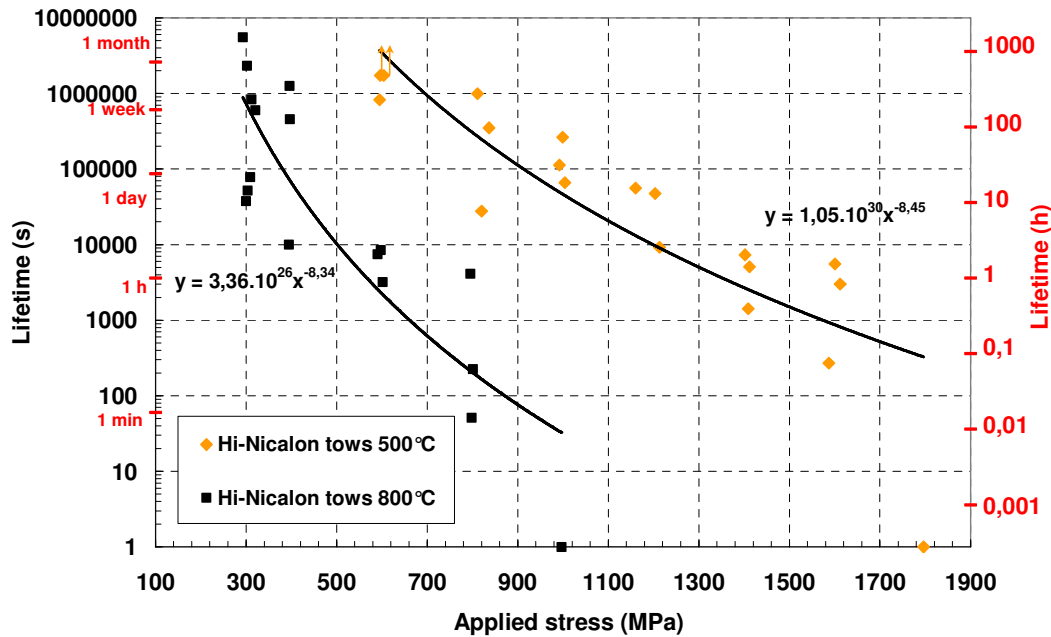


Figure 2. Stress-lifetime diagram for Hi-Nicalon tows at 500°C and 800°C

Results of static fatigue test performed on Hi-Nicalon S tows at 600°C and 800°C are plotted on a similar stress-lifetime diagram (Fig. 3).

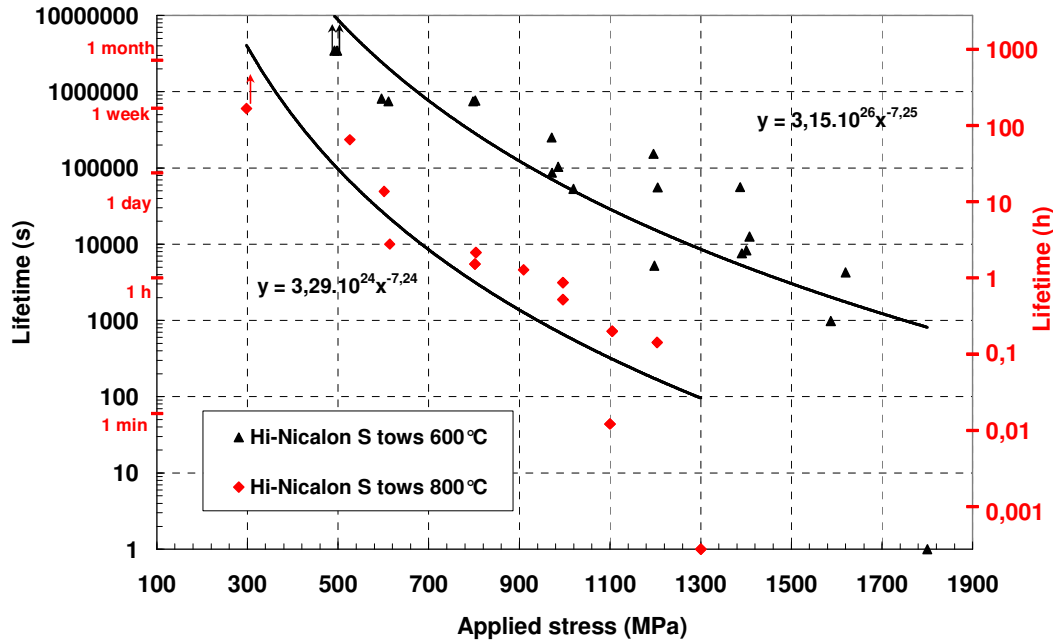


Figure 3. Stress-lifetime diagram for Hi-Nicalon S tows at 600°C and 800°C

Delayed failure is observed for both fibre types. Moreover, lifetime of tows decreases when temperature and/or applied stress increase. It appears to obey the expected power-type law proposed by [5], combining equations (1) and (2):

$$t \sigma^n = A \quad (5)$$

where t is the lifetime, σ is the applied stress and A and n are constants depending on material and environment. This power law is well known and often used to characterize slow crack growth induced by the environment under low stresses in ceramics. A and n values are estimated by regression. These values are summarised in table II:

T (°C)	Hi-Nicalon tows	Hi-Nicalon S tows
500	$t \cdot \sigma^{8,45} = 1,05 \cdot 10^{30}$	
600		$t \cdot \sigma^{7,25} = 3,15 \cdot 10^{26}$
800	$t \cdot \sigma^{8,34} = 3,36 \cdot 10^{26}$	$t \cdot \sigma^{7,24} = 3,33 \cdot 10^{24}$

Table II. Stress-lifetime power-type law for Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S tows at different temperatures

From table II results, the stress exponent n seems to be constant with temperature. It classically depends on material and the constant A depends on environment (temperature). The stress exponent n is estimated at $8,4 \pm 0,1$ for Hi-Nicalon tows and $7,25 \pm 0,05$ for Hi-Nicalon S tows.

Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows behaviour is similar to precedent results on Nicalon fibre [2] but the stress exponent n and the constant A values are greater than Nicalon tows ($n \approx 2,6$ and $A \approx 1.10^{12}$). However, these values were obtained with less experimental data and particularly with only one data point for each applied stress magnitude.

4. DISCUSSION

The temperature effect on SiC based tows lifetime in static fatigue is clearly illustrated by figures 2 and 3: lifetime of tows decreases when temperature increases. An empirical model for lifetime predictions of tows is now proposed thanks to these static fatigue results. The model is based on the classical power-type law (5). Since the stress exponent n is constant with temperature and the constant A depends on environment (temperature in this case), an Arrhénus law is applied on the constant A . So the proposed model is given by the following stress-lifetime relationship:

$$t\sigma^n = A = A_0 \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (6)$$

where T is the temperature, $R = 8,314 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$, A_0 is a pre-exponential factor and E_a the activation energy.

Since the experimental power-type laws was determined for both Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S tows at two different temperatures, A_0 and E_a parameters can be calculated. All the model parameters are summarised on table III:

Parameters	Hi-Nicalon tows	Hi-Nicalon S tows
n	8,4	7,25
E_a (kJ/mol)	181,6	177,2
A_0	$5,62.10^{17}$	$7,88.10^{15}$

Table III. *Stress-lifetime empirical model parameters for Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S tows*

The activation energies are very close. Thanks to this model, predictive stress-lifetime curves can be plotted at different temperatures and for longer lifetimes not accessible experimentally. Theses curves are plotted on figures 4 and 5 for Hi-Nicalon tows and Hi-Nicalon S tows respectively.

To validate the model, few static fatigue tests are realised at different temperatures and other static fatigue tests results made by different authors are plotted on figures 4 and 5. These results are in total agreement with the model.

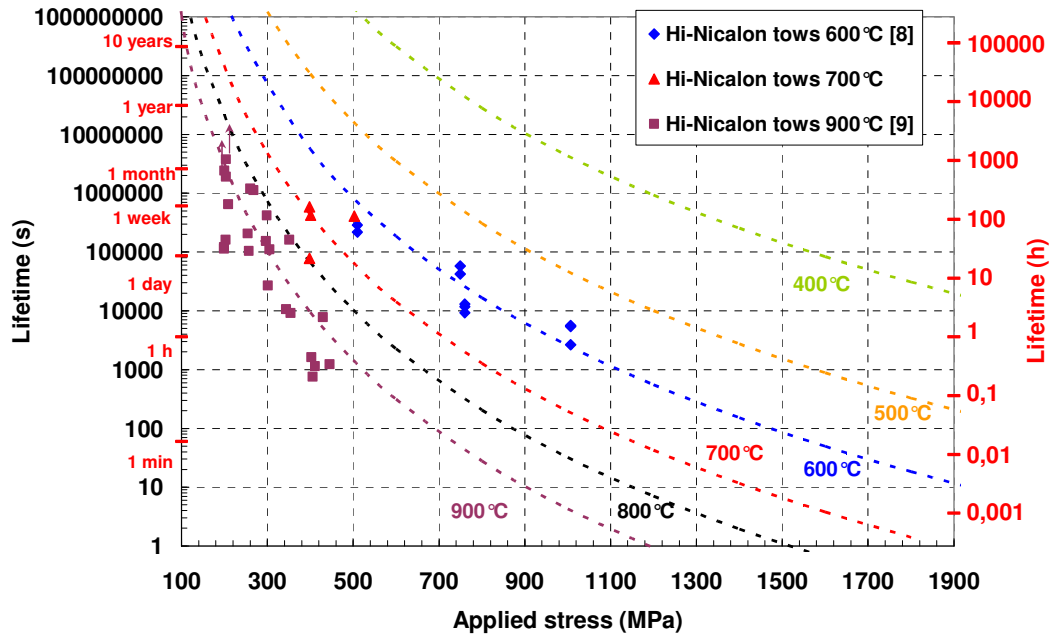


Figure 4. Model of lifetime predictions for Hi-Nicalon tows at different temperatures

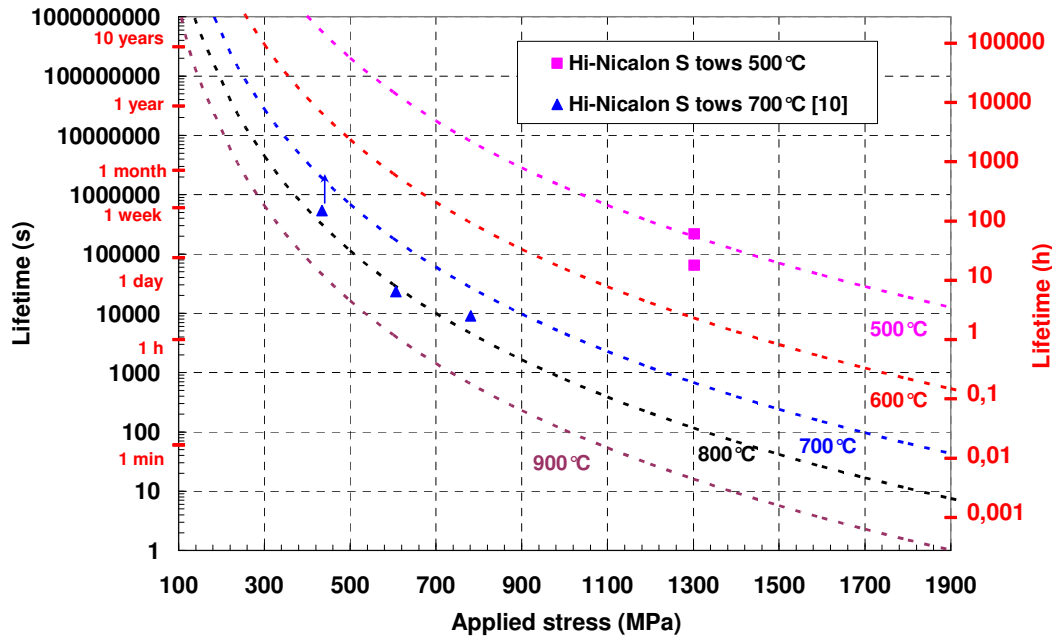


Figure 5. Model of lifetime predictions for Hi-Nicalon S tows at different temperatures

The proposed model allows Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S behaviour in static fatigue to be compared. Therefore, predictive curves are plotted on the same graph for both fibre types. It represents the average lifetime of tows at different temperatures between 500°C and 800°C. Consequently, the temperature and fibre type effect on lifetime behaviour is demonstrated on figure 6:

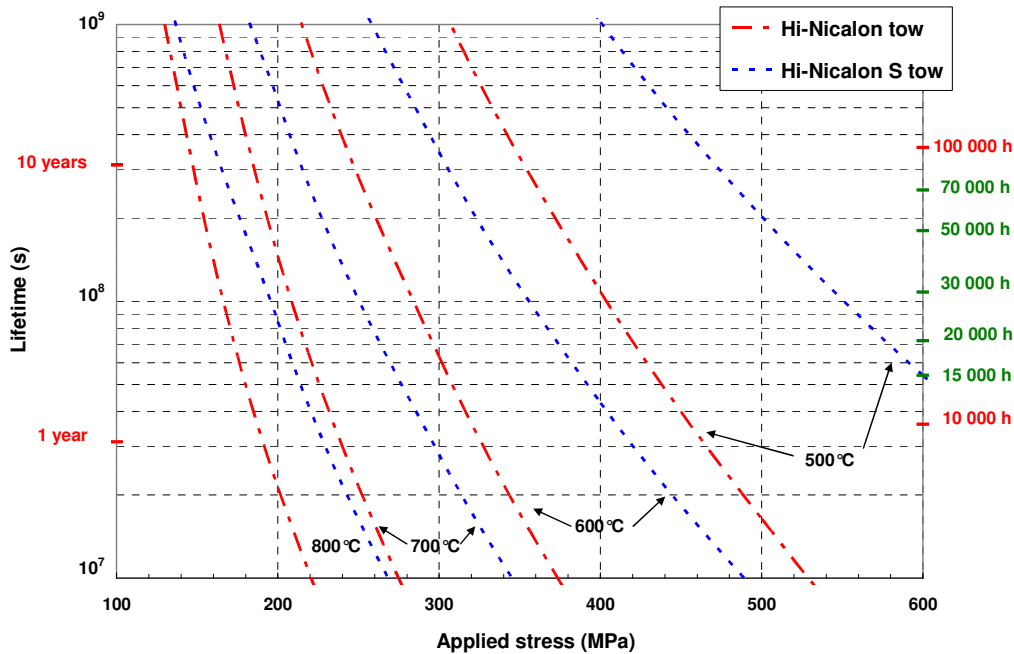


Figure 6. Comparison of lifetime behaviour of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S tows at different temperatures

Lifetime of Hi-Nicalon S tows appears to be greater than Hi-Nicalon tows. The main chemical composition difference between these two fibre types is the free carbon percentage [7]. It appears on table I in the C/Si ratio. Hi-Nicalon fibres contain about 17%_{at} of free carbon and Hi-Nicalon S about 3-4%_{at} [7].

Free carbon is very sensitive to oxidation and is the most oxidizable phase is SiC based fibres. As proposed by Forio in [2], oxidation of free carbon at the tip of surface cracks or flaws is responsible of the subcritical crack growth mechanism leading to delayed failure of tows. The greater lifetime of Hi-Nicalon S tows containing less free carbon confirms this hypothesis.

The thermal activation of the mechanism, integrated in the proposed model of lifetime predictions, is also in total agreement with an oxidation phenomenon. Other analyses and static fatigue results will be reported in forthcoming papers to definitively validate the subcritical crack growth mechanisms leading to delayed failure of SiC based fibres.

ACKNOWLEDGMENTS

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du Contrat de Programme de Recherche (CPR) « Modélisation-Extrapolation-Validation de la durée de vie des composites à matrice céramique autocicatrisante » associant Snecma Propulsion Solide, la Délégation Générale pour l'Armement, le CNRS, le CEAT, l'INSA de Lyon, l'ENS de Cachan, l'Université de Bordeaux et l'Université de Perpignan.

5. CONCLUSIONS

The delayed failure of SiC Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows is observed in static fatigue at intermediate temperatures between 500°C and 800°C. Their lifetime behaviour obeys the classical power-type law $t\sigma^n=A$ characteristic of slow crack growth. The stress exponent n depends on material and the constant A depends on environment. The stress exponent n is estimated at $8,4 \pm 0,1$ for Hi-Nicalon tows and $7,25 \pm 0,05$ for Hi-Nicalon S tows.

Lifetime of tows decreases when temperature increases. An empirical model for lifetime predictions of tows is proposed thanks to static fatigue results. It allows predictive stress-lifetime curves to be plotted at different temperatures.

Finally, after validation of the proposed model, lifetime behaviour of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows is compared. Lifetime of Hi-Nicalon S tows appears to be greater than Hi-Nicalon tows. It supports the hypothesis proposed by Forio in [2], considering the oxidation of free carbon at the tip of surface cracks or flaws responsible of the subcritical crack growth mechanism leading to delayed failure of tows.

6. REFERENCES

- 1 **Bertrand S.**, Pailler R. and Lamon J., Influence of strong fibre/coating interfaces on the mechanical behaviour and lifetime of Hi-Nicalon/(PyC/SiC)_n/SiC minicomposites, *J. Am. Ceram. Soc.*, 84, [4], 787-794, 2001.
- 2 **Forio Ph.**, Lavaire F. and Lamon J., Delayed failure at intermediate temperatures (600°C-700°C) in air in silicon carbide multifilament tows, *J. Am. Ceram. Soc.*, 87, [5], 888-893, 2004.
- 3 **Lamon J.**, A micromechanics-based approach to the mechanical behaviour of brittle-matrix composites, *Composites Sciences and Technology*, 61, 2259-2272, 2001.
- 4 **Charles R. J.** and Hillig W. S., Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of Improving It, Florence, Italy, 1962. Union Scientifique Continentale du Verre, Charleroi, Belgium, 1962.
- 5 **Wiederhorn S. M.**, Subcritical Crack Growth in Ceramics, *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol 2, 613-646, Edited by R. C. Bradt, D. P. Hasselman and F. F. Lange, Plenum Press, New York, 1974.
- 6 **Lissart N.** et Lamon J., Evaluation des caractéristiques de rupture des monofilaments à partir d'un essai de traction sur mèches, Comptes rendus des 9^{ème} Journées Nationales sur les Composites (JNC 9), AMAC, pp. 589-598, 1994.

- 7 **Dong S. M.**, Chollon G., Labrugère C., Lahaye M., Guette A., Bruneel J. L., Couzi M., Naslain R. and Jiang D. L., Characterization of nearly stoichiometric SiC ceramic fibres, *J. Mat. Sci.*, 36, pp. 2371-81, 2001.
- 8 **Paillet F.**, Prévion de la durée à haute température et sous air de composite SiC_f/Si-B-C_m, Thèse de Doctorat, n°2808, Université Bordeaux I, 2004.
- 9 **Laforêt A.**, Durée de vie en fatigue des composites SiC/SiC à hautes températures 800°C - 1400°C, rapport interne au LCTS, RT06-0695, 2006.
- 10 **Bertrand S.**, Amélioration de la durée de vie de composites SiC/SiC à interphase nanoséquencée (PyC/SiC)_n et (BN/SiC)_n, Thèse de Doctorat, n°1927, Université Bordeaux I, 1998.

PROJET DE PUBLICATION N°2

Lifetime of SiC based fibres in static fatigue at intermediate temperatures (500°C-800°C): Determination of single filament - tow relationships and SPT (Strength-Probability-Time) diagrams

To submit to the Journal of the American Ceramic Society

Lifetime of SiC based fibres in static fatigue at intermediate temperatures (500°C-800°C): Determination of single filament - tow relationships and SPT (Strength-Probability-Time) diagrams

W. Gauthier and J. Lamon

Laboratoire des Composites Thermostructuraux
UMR 5801 (CNRS-SNECMA-CEA-University of Bordeaux 1)
3 Allée de la Boétie
33600 Pessac France
gauthier@lcts.u-bordeaux1.fr

ABSTRACT

The main objective of this paper is to relate the lifetime data previously obtained on SiC multifilament tows (Hi-Nicalon), in static fatigue at intermediate temperatures, with single fibres lifetime results. Therefore, static fatigue tests were performed on Hi-Nicalon single fibres, in air, at 500°C and 800°C. A theoretical slow crack growth based model is proposed for lifetime prediction of single fibres. After discussion and validation of the model, lifetime of tow appears to coincide with lifetime of single fibre for a specific value of the failure probability $\alpha = \alpha_c$, corresponding to the critical rank of the fibre within the tow. Finally, the proposed model allows SPT (Strength-Probability-Time) diagrams to be constructed and at last, the complete procedure to generate SPT diagrams is summarised for future applications on different SiC fibres.

1. INTRODUCTION

Ceramic matrix composites (CMC) are considered potential candidates for many high temperature structural components in the aerospace industries due to its mechanical performance and thermal properties at elevated temperatures. Actually, lifetime control and prediction of CMC represent a crucial issue for future engine applications in civil aircrafts.

However, unexpected failures of SiC/SiC composites and SiC multifilament tows was observed under low stresses at intermediate temperatures (500°C - 800°C) [1-2]. Failure of woven SiC/SiC composites is controlled by tow failure [3], and a recent study has shown the SiC Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S tows sensitivity on subcritical crack growth [4].

On this previous work, delayed failure of SiC Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows was observed in static fatigue at intermediate temperatures between 500°C and 800°C. Their lifetime behaviour obeys the classical power-type law $t\sigma^n=A$ characteristic of slow crack growth. The stress exponent n only depends on material and the constant A depends on environment. The stress exponent n is estimated at $8,4 \pm 0,1$ for Hi-Nicalon tows and $7,25 \pm 0,05$ for Hi-Nicalon S tows. Finally, an empirical model for lifetime predictions of tows was proposed thanks to static fatigue results. It allows predictive stress-lifetime curves to be plotted at different temperatures [4].

Delayed failure of SiC single fibres is also logically expected and then, the main objective of this paper is to investigate lifetime in static fatigue, in air, of Hi-Nicalon single fibres at 500°C and 800°C. A specific apparatus was then developed, and static fatigue results are compared to previous data obtained on multifilament tows [4]. Finally, a subcritical crack growth based model proposed by Forio in [2] is improved and validated, allowing lifetime predictions of Hi-Nicalon single fibres.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

Silicon carbide Hi-Nicalon single fibres (Nippon Carbon, Tokyo, Japan) were investigated. Single filaments that had an average diameter about 15 μm were tested in static fatigue at 500°C and 800°C. A specific device was developed for static fatigue tests (Fig. 1). The gauge length (25 mm) was exposed to uniform temperature in the furnace hot-zone. Silica tubes were used to protect samples from possible pollution. The test specimens were heated up to the test temperature before loading (heating rate $\sim 20^\circ\text{C}/\text{min}$). Then, the dead-weight-load was hung progressively using the lifting system (this operation took < 10 s) and the lifetime was automatically captured by a computer when the specimen fell.

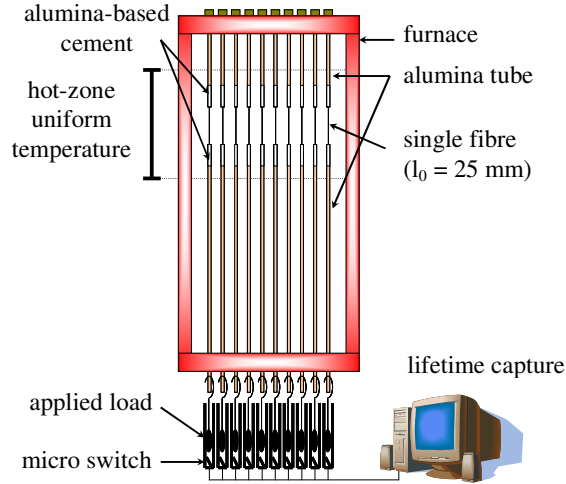


Figure 1. Apparatus for static fatigue tests at high temperature for single fibres

Sample ends were glued within alumina tubes using an alumina-based cement. Special care was taken during test specimen preparation. A specific tool was used to carry all samples and a specific procedure was developed to position as finely as possible the samples inside the furnace.

To calculate the load corresponding to the required applied stress, the diameter d of each single filament was estimated prior to fatigue tests from laser diffraction using the Fraunhofer model:

$$d = \frac{2\lambda D}{i} \quad (1)$$

where λ is laser wave length, D the distance between the fibre and the screen and i the distance between the two first minima of the diffraction spectrum.

3. THEORETICAL SLOW CRACK GROWTH BASED MODEL

A subcritical crack growth based model was proposed by Forio in [2] for lifetime prediction of multifilament tows. In this paper, the pertinence of the model is discussed for single filaments. The relation between single filaments and tow lifetime behaviour is particularly investigated for a better understanding of experimental results.

The subcritical crack growth model is based on the Paris law, usually employed to describe the slow propagation of cracks in fatigue in ceramics or metallic materials:

$$v = \frac{da}{dt} = A_1 K_I^n \quad (2)$$

where v is the crack velocity, a is the crack length, t is the time, K_I is the stress intensity factor, and A_1 and n are constants depending on material and environment. Under a constant stress σ , the lifetime of a single filament is the time for the particular flaw leading to filament failure required to grow from the initial size C_j to the critical length a_c :

$$t = \int_{C_j}^{a_c} \frac{da}{V} = \frac{2}{\sigma^n A_1 (n-2)} \left[\frac{C_j^{2-n/2}}{Y^n} - \frac{K_{IC}^{2-n} \sigma^{n-2}}{Y^2} \right] \quad (3)$$

where K_{IC} is the critical value of K_I (fracture toughness) and $Y = 2/\pi^{1/2}$ the geometrical parameter for a penny-shaped crack.

The initial flaw size C_j can be characterized by the strength of the fibre, σ_f , in absence of environmental effects:

$$C_j = \frac{K_{IC}^2}{\sigma_f^2 Y^2} \quad (4)$$

Moreover, the filament failure strength distribution is described by a Weibull model:

$$P(\sigma) = \alpha = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_{0f}} \right)^{m_f} \right] \quad (5)$$

where V_0 is the reference volume ($V_0 = 1 \text{ mm}^3$) and m_f and σ_{0f} the statistical parameters. Rearranging equations (4) and (5) into (3) give the following lifetime-stress relationship:

$$t = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A_1 (n-2) \sigma^n} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln \left(\frac{1}{1-\alpha} \right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} - \sigma^{n-2} \right] \quad (6)$$

Finally, this theoretical lifetime-stress relationship depends on the failure probability of the considered filament α , so firstly, it can only be used for lifetime predictions of single fibres. To sum up, the lifetime of a single filament is given by the following relation:

$$t = F(\sigma, \alpha) \quad (7)$$

where F is a function including:

- the fibre toughness K_{IC}
- fibre statistical parameters m_f and σ_{0f}
- Paris law parameters A_1 and n

4. RESULTS AND DISCUSSION

Static fatigue tests results

Several static fatigue tests were first realised at 800°C for different applied stress from 600 MPa to 1700 MPa. Results are plotted on figure 2.

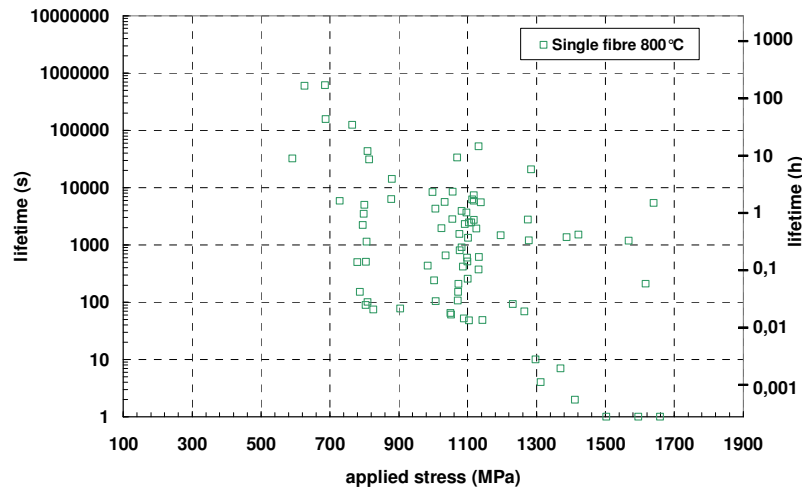


Figure 2. *Static fatigue results for Hi-Nicalon single fibres at 800°C*

Lifetime data exhibit a significant scatter. On the face of it, the power-type law $t \sigma^n = A$ cannot be used. The idea is to realise a large number of static fatigue tests for a given applied stress magnitude to obtain a lifetime statistical distribution. Therefore static fatigue tests were realised at 1100 MPa at 800°C and at 1500 MPa at 500°C.

Lifetime statistical distributions are presented on figure 3 and compared with multifilament tows results obtained in [4].

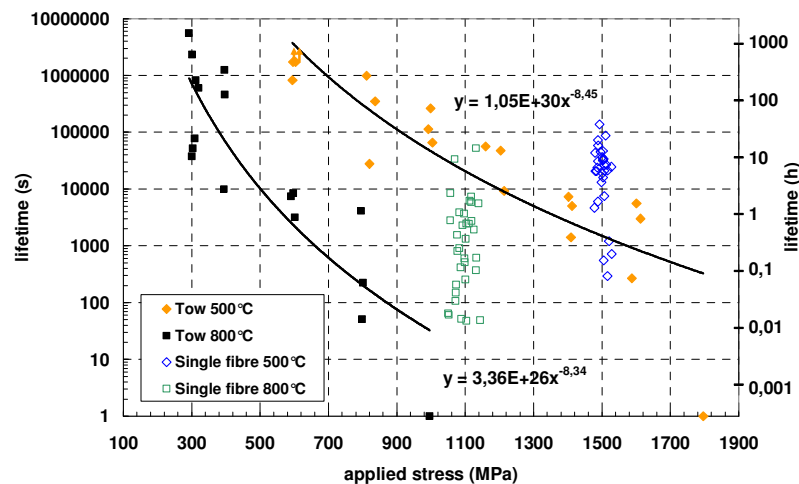


Figure 3. *Static fatigue of Hi-Nicalon tows and single fibres at 500°C and 800°C*

A classical statistical analysis was realised with a two parameters Weibull model. Therefore, lifetime data at each applied stress magnitude were ordered and a lifetime failure probability $P_{(i)}$ is assigned using the following estimator:

$$P_{(i)} = (i-0,5)/N_t \quad (8)$$

where i is the rank and N_t the total number of data.

Lifetime distribution was described using the following equation:

$$P_{\sigma}(t) = 1 - \exp \left[- \frac{V}{V_0} \left(\frac{t}{t_0} \right)^{m_t} \right] \quad (9)$$

where V_0 is the reference volume ($V_0 = 1 \text{ mm}^3$) and m_t and t_0 the statistical parameters. These parameters are determined by linear regression on Weibull diagrams presented on figure 4:

$$- 500^{\circ}\text{C} : m_t = 0,98 \quad \text{et} \quad t_0 = 8,94.10^5$$

$$- 800^{\circ}\text{C} : m_t = 0,64 \quad \text{et} \quad t_0 = 3,78.10^5$$

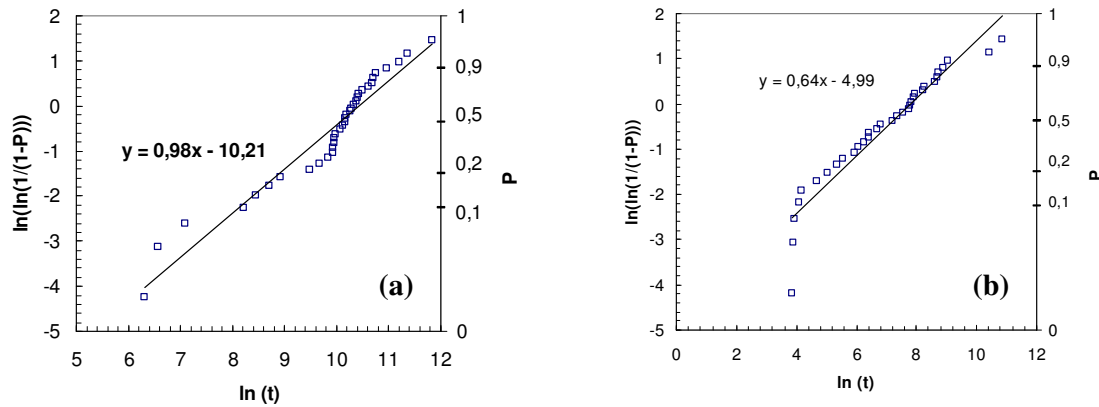


Figure 4. Weibull diagrams for single fibres lifetime distributions at 500°C - 1500 MPa (a) and 800°C - 1100 MPa (b)

$P_{\sigma}(t)$ represents the rank of the considered filament in the lifetime distribution.

According to this statistical analysis, the power-type law $t \sigma^n = A$ can now be used to describe experimental data, depending on the rank P_{σ} of the considered filament:

$$t \sigma^n = A(P_{\sigma}) \quad (10)$$

Empirical lifetime predictions for single fibres are plotted on figures 5 and 6 at 500°C and 800°C respectively, using relation (10).

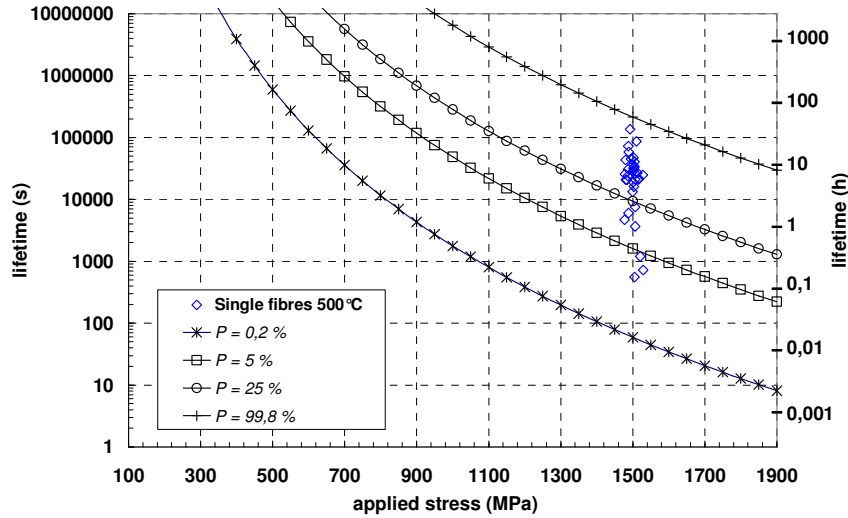


Figure 5. Empirical lifetime predictions for Hi-Nicalon single filaments at 500°C with respect to the rank P_σ in the lifetime distribution

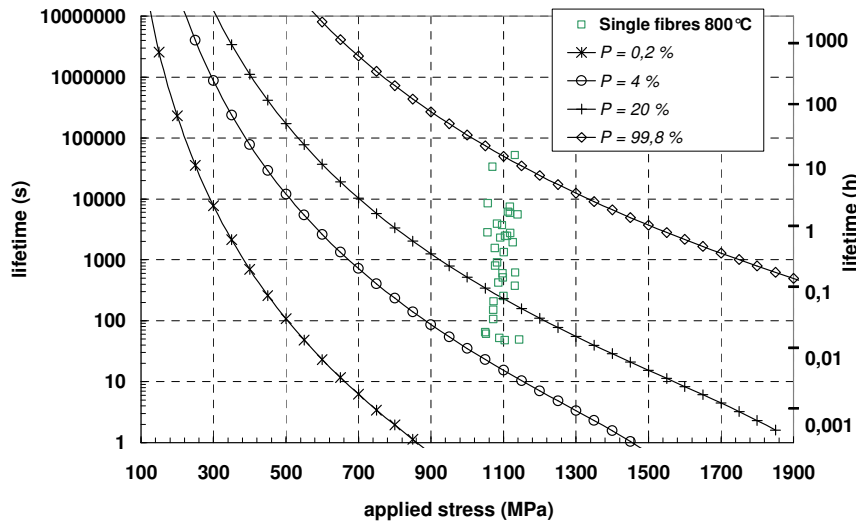


Figure 6. Empirical lifetime predictions for Hi-Nicalon single filaments at 800°C with respect to the rank P_σ in the lifetime distribution

Validation of the subcritical crack growth based model

The theoretical subcritical crack growth based model gives an expression of the lifetime of a single fibre depending on its rank α in the tensile strength distribution, $t = F(\sigma, \alpha)$, and the experimental data gives an expression of the lifetime of a single fibre depending on its rank P_σ in the lifetime distribution, $t = G(\sigma, P_\sigma)$.

The equivalence of these ranks: $\alpha = P_\sigma$ is now demonstrated to validate the theoretical model ($F = G$). Therefore, the experimental lifetime distribution P_σ given by relation (9) is compared to the theoretical one, derived from relation (6), and expressed with the rank α :

$$\alpha = 1 - \exp \left[- \frac{V}{\sigma_{0f}^{m_f}} \left(\frac{t \sigma^n Y^2 A_1 (n-2)}{2 K_{IC}^{2-n}} + \sigma^{n-2} \right)^{m_f/n-2} \right] \quad (11)$$

The comparison of these distributions is presented on figure 7 at 500°C and 1500 MPa.

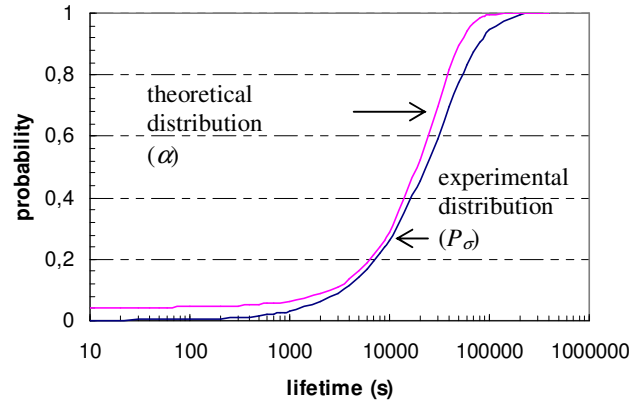


Figure 7. Comparison of theoretical and experimental lifetime distributions at 500°C

The good agreement of both distributions demonstrates the pertinence of the analysis and confirms the correspondence between lifetime and tensile strength ranks $\alpha = P_\sigma$.

Application of the subcritical crack growth based model

The following parameters are needed to apply the model:

- the fibre toughness K_{IC}
- statistical parameters m_f and σ_{0f}
- Paris law parameters A_1 and n

Hi-Nicalon fracture toughness K_{IC} is quite well informed in the literature [5-6]. For this study, $K_{IC} = 1,25 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

Weibull statistical parameters m_f and σ_{0f} are determined in agreement with the European Standard [7]. This method is particularly convenient; only one tensile test on a multifilament tow is needed. A multifilament tow is loaded in tension at a constant displacement rate up to rupture of all the filaments in the tow. The force and displacement are measured and recorded, and from the force-displacement curve, the two-parameters Weibull distribution of filament failure strength is obtained by sampling the non-linear parts of the curve at discrete intervals, which correspond to an increasing number of failed filaments in the tow.

Using this method, the statistical parameters calculated for Hi-Nicalon fibres are: $m_f = 8,47$ and $\sigma_{0f} = 3,64 \text{ GPa}$.

The n parameter of the Paris law was estimated for Hi-Nicalon fibres in the previous work presented in introduction [4]: $n = 8,4 \pm 0,1$. Experimental static fatigue results show that $t \sigma^n = A(\alpha)$, where A is a constant. As a consequence, the constant A_1 that appears in the Paris law can be derived from equation (6) for $\sigma \rightarrow 0$:

$$A_1 = \frac{2 K_{IC}^{2-n}}{Y^2 A(\alpha)(n-2)} \left[\frac{\sigma_{0f}^{n-2}}{V_{m_f}^{n-2}} \left[\ln\left(\frac{1}{1-\alpha}\right) \right]^{\frac{n-2}{m_f}} \right] \quad (12)$$

This parameter is estimated at 500°C and 800°C thanks to experimental data : $A_1 = 3.10^{-11}$ at 500°C and $A_1 = 3.10^{-8}$ at 800°C.

The subcritical crack growth based model is now applied to Hi-Nicalon single fibres at 500°C and 800°C using relation (6). SPT (Strength-Probability-Time) diagrams are constructed. These diagrams, proposed by Davidge [8], are very pertinent to ceramic materials because they provide relationships between the lifetime of a material for a given applied stress magnitude with a confidence coefficient given by its failure probability. These diagrams are presented for Hi-Nicalon filaments at 500°C and 800°C on figure 8.

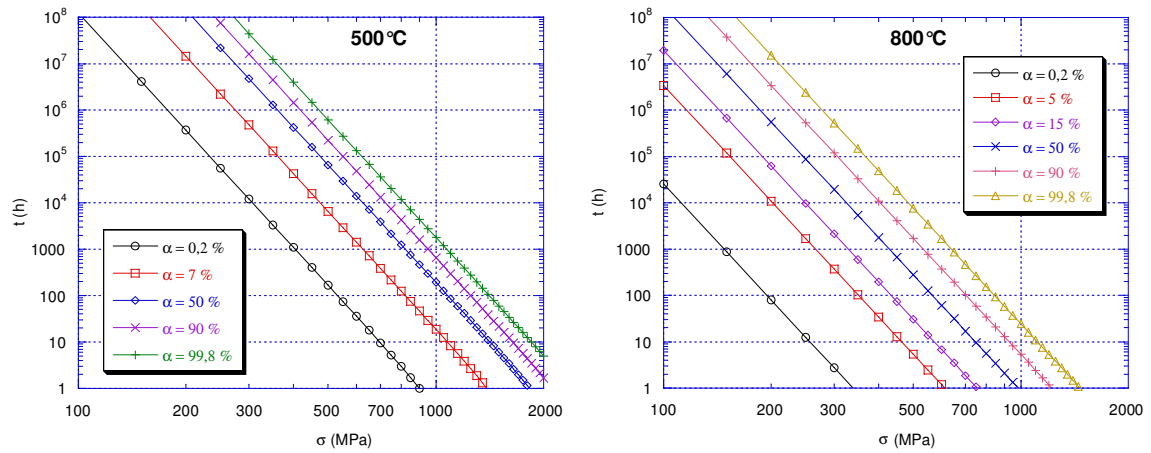


Figure 8. SPT diagrams (Strength - Probability - Time) for Hi-Nicalon single fibres at 500°C and 800°C

These diagrams can also be exploited at the scale of the multifilament tow. That's why there are constructed for α values between 0,2 % and 99,8 %, according to the number of filaments within a tow (500): 0,2% = 1/500 and 99,8% = 499/500. As a consequence, three zones appear on these diagrams:

- a first zone where the tow will never fail in static fatigue (there isn't any failure of single filaments): below the curve $\alpha = 0,2 \%$,
- a second zone where the tow will fail instantly: above the curve $\alpha = 99,8 \%$,
- and a third zone between the first two ones where the failure of the tow will depend on its critical rank α_c .

The critical rank α_c of a tow is the rank of the fibre within this tow which failure causes dramatic failure of the tow, in monotonic tension. It seems logical that this failure mode is the same in static fatigue.

The critical rank α_c of Hi-Nicalon tows, in static fatigue, at 500°C and 800°C, can be estimated comparing the theoretical model developed for single filaments with the empirical one presented in previous work for multifilament tows [4]. This comparison is presented on figures 9 and 10 at 500°C and 800°C respectively.

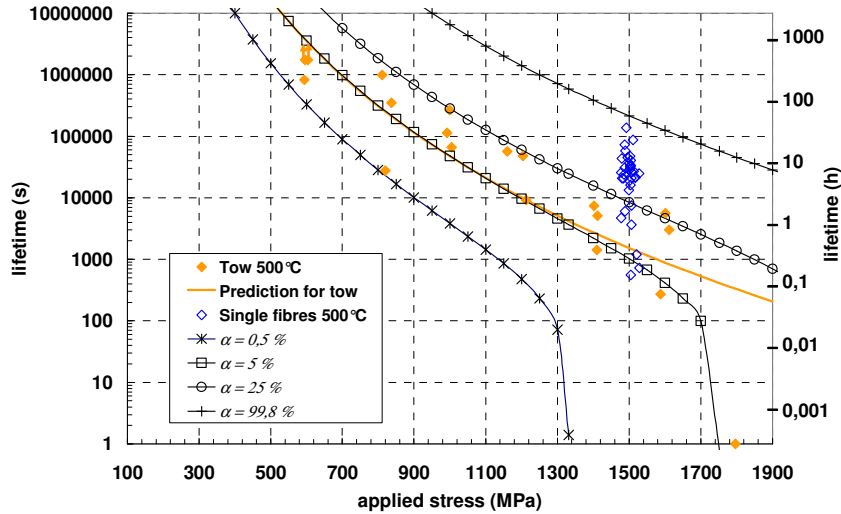


Figure 9. Comparison of theoretical lifetime predictions of single fibres with empirical lifetime prediction of multifilament tows at 500°C

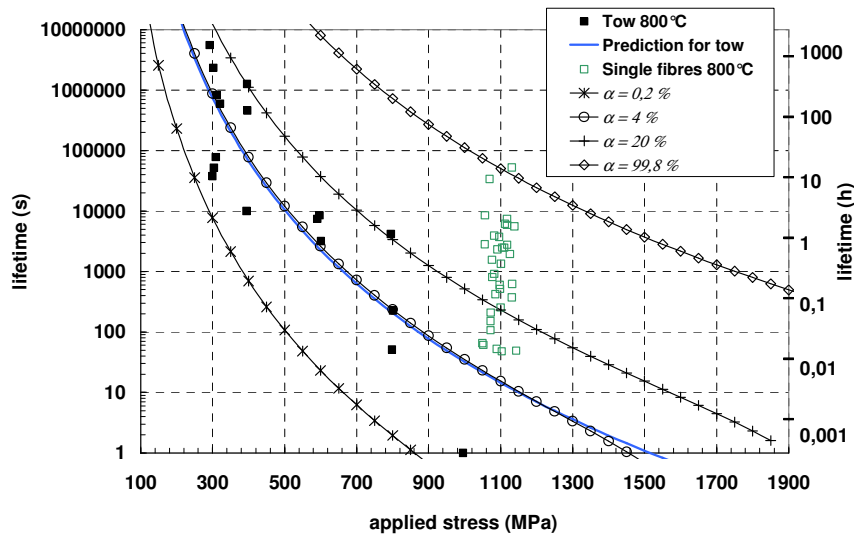


Figure 10. Comparison of theoretical lifetime predictions of single fibres with empirical lifetime prediction of multifilament tows at 800°C

The critical rank values are estimated from these graphs: $\alpha_c = 5\%$ at 500°C, and $\alpha_c = 4\%$ at 800°C. The critical rank was also estimated at room temperature after monotonic tensile tests on Hi-Nicalon tows: $\alpha_c = 12-13\%$. So it decreases when temperature increases. This result is coherent with the increase of fibres interactions by silica bridging when temperature increases. Silica bridging has been particularly observed at 700°C and 800°C (Fig. 11).

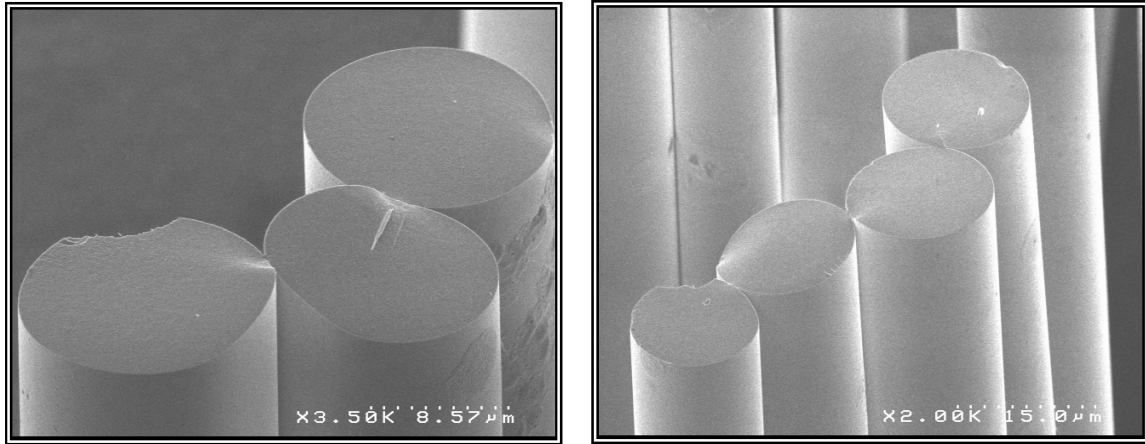


Figure 11. SEM observations of interactions between fibres by silica bridging at 700°C and 800°C

Finally, the proposed model can also be used for lifetime prediction of multifilament tows provided the failure probability of the critical filament α_c is known. And then, another important result is that the proposed model takes into account the decrease of failure strength when temperature increases. For example, at 500°C, the failure strength σ_{500} of Hi-Nicalon tows is given by the Weibull filament failure strength distribution for $\alpha = 5\%$: $\sigma_{500} = 1750$ MPa (Fig. 12). This effect clearly appears on figure 9: the theoretical lifetime prediction for $\alpha = 5\%$ decreases around 1750 MPa, which is in total agreement with experimental results on Hi-Nicalon tows (tows have failed instantly at 1800 MPa). This effect doesn't appear on the empirical model previously developed [4] for lifetime prediction of tows (Fig. 9).

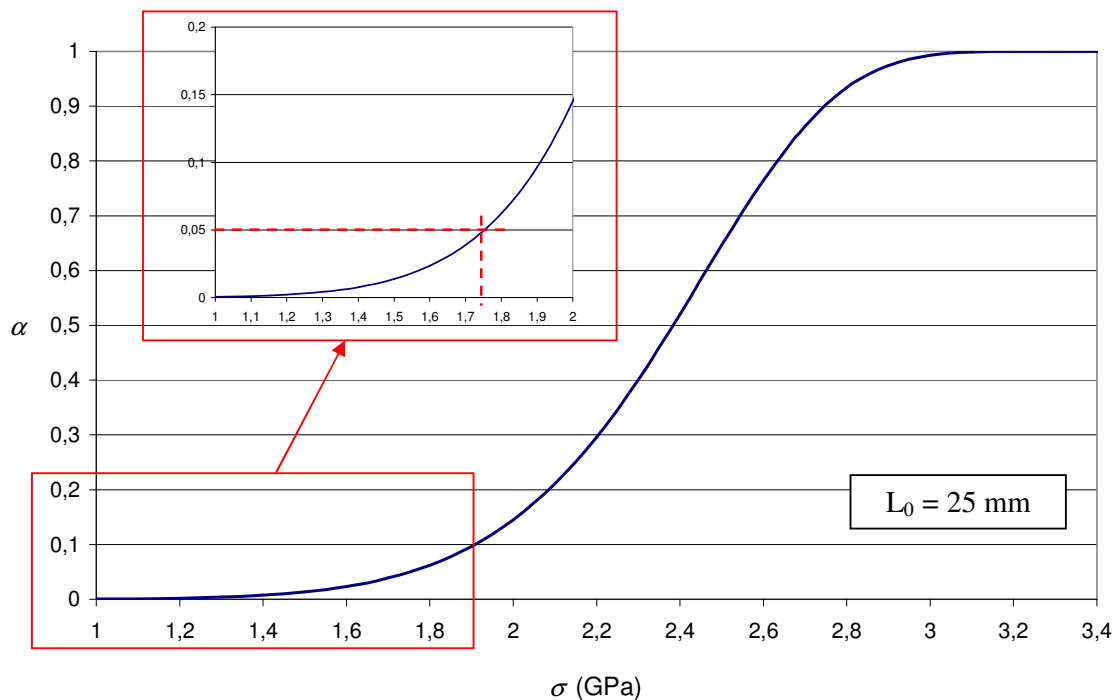


Figure 12. Failure strength statistical distribution of Hi-Nicalon single fibres for a gauge length of 25 mm

5. PROCEDURE TO PRODUCE SPT DIAGRAMS FOR SiC FIBRES

To conclude, the general procedure to produce SPT diagrams for SiC single fibres is summarised. SPT diagrams are constructed for a given temperature using the stress-lifetime relationship (6). The following parameters are needed to apply the model: statistical parameters m_f and σ_{0f} , fibre toughness K_{IC} and Paris law parameters A_I and n .

- Monotonic tensile tests at room temperature have to be realised on single fibres or on multifilament tows to estimate the filaments statistical parameters m_f and σ_{0f} . These two different methods are well informed in the literature and also in international or european standards.

- Fibre fracture toughness K_{IC} is classically evaluated by SEM fracture surface characterisations after tensile tests. This method is also well informed in the literature.

- The parameter n of the Paris law depends on the fibre type. It can be estimated by a power-type regression after static fatigue tests on multifilament tows, realised at a temperature where subcritical crack growth is activated (500°C - 800°C). Static fatigue tests have to be done at different applied stress magnitude to fit data using the power-type law $t\sigma^n=A$ [4].

- Finally, the constant A_I of the Paris law is calculated using relation (12). To use these relation, the parameter $A(\alpha)$ of the empirical power-type law $t\sigma^n=A(\alpha)$ must be known for the corresponding value of α . Therefore, there are two possible solutions: *i*) the critical rank α_c within the tow is estimated by a tensile test at the required temperature. This critical rank corresponds to the parameter A estimated on multifilament tow, or *ii*) the complete lifetime distribution of single filaments is estimated, for a given applied stress magnitude, at the required temperature. Therefore, static fatigue tests have to be done on single fibres as presented in this paper for Hi-Nicalon filaments. This method allows the parameter $A(\alpha)$ to be estimated for the total range of probabilities α .

Acknowledgments

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du Contrat de Programme de Recherche (CPR) « Modélisation-Extrapolation-Validation de la durée de vie des composites à matrice céramique autocicatrisante » associant Snecma Propulsion Solide, la Délégation Générale pour l'Armement, le CNRS, le CEAT, l'INSA de Lyon, l'ENS de Cachan, l'Université de Bordeaux et l'Université de Perpignan.

6. CONCLUSION

Delayed failure of SiC Hi-Nicalon single fibres is observed in static fatigue at 500°C and 800°C. Lifetime data exhibit a significant scatter and consequently, the expected power-type law $t\sigma^n=A$ cannot be used directly. Nevertheless, statistical analysis of lifetime distribution for a given applied stress allows this empirical law to be adapted at single fibres scale considering that the parameter A depends on the rank P_σ in the lifetime distribution. This empirical law is summarised by the following relation: $t = G(\sigma, P_\sigma)$.

A theoretical subcritical crack growth based model is proposed for lifetime prediction of single fibres. The model gives an expression of the lifetime of a single fibre depending on its rank α in the tensile strength distribution, $t = F(\sigma, \alpha)$. The equivalence of the ranks: $\alpha = P_\sigma$ is demonstrated to validate the theoretical model. It allows SPT (Strength-Probability-Time) diagrams to be constructed, and at last, single filament - tow relationships is established comparing this theoretical model with the empirical model previously developed [4] for multifilament tows: lifetime of tow coincide with lifetime of single fibre for a specific value of the failure probability $\alpha = \alpha_c$, corresponding to the critical rank of the fibre within the tow.

Finally, the complete procedure to generate SPT diagrams is summarised for future applications on different SiC fibres.

7. REFERENCES

- 1 **Bertrand S.**, Pailler R. and Lamon J., Influence of strong fibre/coating interfaces on the mechanical behaviour and lifetime of Hi-Nicalon/(PyC/SiC)_n/SiC minicomposites, *J. Am. Ceram. Soc.*, 84, [4], 787-794, 2001.
- 2 **Forio Ph.**, Lavaire F. and Lamon J., Delayed failure at intermediate temperatures (600°C-700°C) in air in silicon carbide multifilament tows, *J. Am. Ceram. Soc.*, 87, [5], 888-893, 2004.
- 3 **Lamon J.**, A micromechanics-based approach to the mechanical behaviour of brittle-matrix composites, *Composites Sciences and Technology*, 61, 2259-2272, 2001.
- 4 **Gauthier W.** and Lamon J., Static fatigue of silicon carbide multifilament tows at intermediate temperatures (500-800°C), in air: Effect of temperature and fibre type, *to be published*.
- 5 **Bertrand S.**, Amélioration de la durée de vie de composites SiC/SiC à interphase nanoséquencée (PyC/SiC)_n et (BN/SiC)_n, Thèse de Doctorat, n°1927, Université Bordeaux I, 1998.
- 6 **Youngblood G.E.**, Lewinsohn C., Jones R.H., Kohyama A., Tensile Strength and fracture surface characterization of Hi-Nicalon SiC fibers, *Journal of Nuclear Materials*, 289, 1-9, 2001.
- 7 **European Prestandard**, Advanced technical ceramics – Ceramic composites – Methods of test for reinforcements – Part 5 : Determination of distribution of tensile strength and of tensile strain to failure of filaments within a multifilament tow at ambient temperature, ENV 1007 - 5, 1998.
- 8 **Davidge R.W.**, McLaren J.R., Tappin G., Strength-probability-time (SPT) relationships in ceramics, *Journal of Materials Science*, 8, 1699-1705, 1973.

PROJET DE PUBLICATION N°3

*Static fatigue of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S filaments and tows
at intermediate temperatures*

Abstract accepted for the 31st International Cocoa Beach
Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites,
Daytona Beach, Florida, UNITED-STATES, January 21-26, 2007

Static fatigue of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S filaments and tows at intermediate temperatures

J. Lamon and W. Gauthier

Laboratoire des Composites Thermostructuraux
UMR 5801 (CNRS-SNECMA-CEA-University of Bordeaux 1)
3 Allée de la Boétie
33600 Pessac France
lamon@lcts.u-bordeaux1.fr

ABSTRACT

SiC fiber reinforced ceramic matrix composites are sensitive to delayed failure under low stresses at temperatures between 600°C - 800°C. In a previous work, this phenomenon was related to slow crack growth in Nicalon tows. Data were obtained on Nicalon tows only. The present paper investigates the static fatigue behavior of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S fibers. Tests were carried out on single filaments and on multifilament tows, at temperatures of 500°C and 800°C, in air.

Stress-rupture time diagrams were determined for single filaments and tows at these temperatures. The determination of these diagrams is quite straightforward for tows. A specific procedure needed to be developed for the single filaments. Relationships between lifetimes of single filaments and those of tows were established. A model based on slow crack growth in fibers taking into account temperature allowed sound predictions of lifetimes that were in excellent agreement with experimental results.

The model allowed the influence of various parameters including size effects to be anticipated. The strength-probability-time diagrams were established for the single filaments. These diagrams may be an aid to composite designers.