JNC 22 – Conférence Virtuelle – 28 - 30 juin 2021

Analyse du comportement mécanique de tubes composites CVI-SiC/SiC

Mechanical behavior investigation of CVI-SiC/SiC composite tubes

C. Morel[1,2], E. Baranger[2], C. Lorrette[1], J. Braun[1] et J. Lamon[2]

1 : Service de Recherches Métallurgiques Appliquées,
Université Paris-Saclay, CEA
F-91191 Gif-sur-Yvette
e-mail : claire.morel@cea.fr, christophe.lorrette@cea.fr, james.braun@cea.fr

2 : LMT - Laboratoire de Mécanique et Technologie
Université Paris-Saclay, ENS Paris-Saclay, CNRS
F-91190, Gif-sur-Yvette
e-mail : emmanuel.baranger@ens-paris-saclay.fr, jacques.lamon@ens-paris-saclay.fr

1. Introduction

Les composites SiC/SiC sont des candidats prometteurs pour le gainage du combustible nucléaire [1] du fait de leurs excellentes propriétés mécaniques à haute température (>1200°C). Ce papier se focalise sur la caractérisation du comportement en traction de tubes SiC/SiC. L'objectif est d'identifier les sources de variabilité dans le comportement mécanique.

2. Démarche

2.1. Matériau

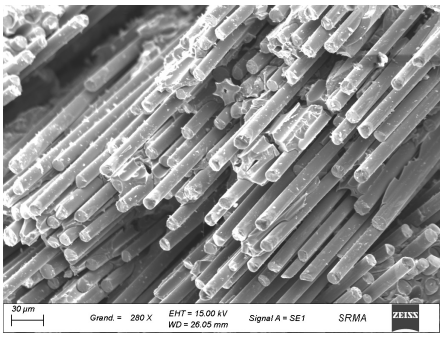
Le composite à matrice céramique étudié ici est constitué de trois composants : des fibres en carbure de silicium (SiC), la matrice en SiC et l'interphase en pyrocarbone (PyC). La préforme fibreuse est réalisée à partir de fibres H-Nicalon S de troisième génération. Deux couches de renfort sont mises en forme par enroulement filamentaire avec un angle de +/-45° à l'aide d'un outillage cylindrique qui permet d'assurer la géométrie tubulaire et un bon état de surface. Les surfaces interne et externe des composites étudiés n'ont pas subi de traitement de lissage particulier. La densification se fait par infiltration par voie gazeuse (*Chemical Vapor Infiltration, CVI*) [2]. Dans un premier temps, l'interphase en pyrocarbone est déposée (entre 50 et 100 nm). Elle permet d'optimiser le couplage fibres/matrice et de favoriser la déviation des fissures matricielles. Ensuite, une première couche de matrice est déposée afin de consolider la structure et permettre le retrait du mandrin par attaque chimique [3]. Enfin, deux cycles d'infiltration successifs finalisent la densification des tubes. Les diamètres interne et externe moyens des tubes mesurés sont respectivement de $8,23$ mm et de $9,74$ mm. La figure 1 présente un composite SiC/SiC tel qu'il est fabriqué et une image au microscope électronique à balayage (MEB) d'un faciès de rupture de ce même tube.

2.2. Protocole des essais de traction

Des essais de traction cyclée jusqu'à rupture sont réalisés sur des éprouvettes de longueur 65 mm sur une machine d'essai Instrom 2404, en imposant une vitesse constante de déplacement de la traverse de $0,05$ mm/min. Les tubes sont fixés aux mors de préhension avec de la colle epoxy (selon les préconisation de la norme ISO 20323 [4]). La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre. La longueur de jauge est 25 mm. La section de l'éprouvette est déterminée par



(a) Tube de composite SiC/SiC brut de fabrication



(b) Faciès de rupture au MEB du tube A

Fig. 1.*: Tubes de composite CVI-SiC/SiC*

analyse d'images post-essai, à partir des deux extrémités des éprouvettes. Elle prend en compte la porosité des échantillons.

3. Résultats

Deux essais représentatifs sont analysés pour caractériser le comportement mécanique des composites CVI-SiC/SiC : le tube A et le tube B (voir figure 2). Ils sont extraits du même lot de fabrication. Les propriétés mécaniques présentées ci-dessous sont caractéristiques de deux sous-lots, étudiés respectivement sur 3 et 6 éprouvettes.

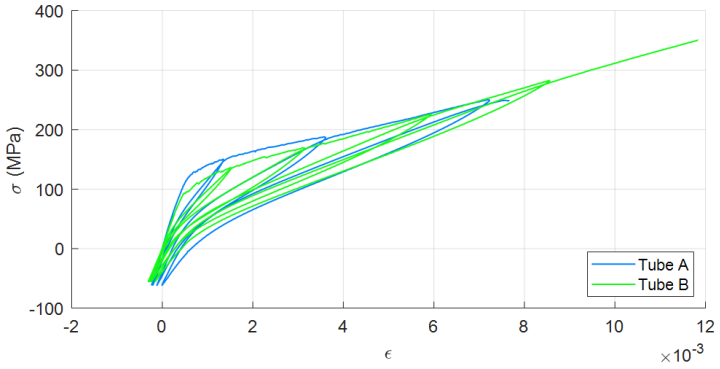


Fig. 2.*: Courbes contrainte-déformation des composites évalués obtenues par traction cyclée*

3.1. Enveloppe des courbes contrainte/déformation

Le module tangent à l'origine E représente le comportement élastique initial du composite. L'éprouvette A présente un module d'Young de 268 GPa alors que celui de l'éprouvette B est de 213 GPa. La différence de module peut avoir plusieurs origines, comme par exemple un endommagement initial différent entre les éprouvettes ou une variabilité dans la fraction volumique de matrice ou de porosité.
La seconde partie de la courbe, caractérisée par une droite de pente E_{mc}, correspond à la fissuration matricielle puis à la rupture des fibres. Sur les essais figure 2, aucune rupture de

pente, caractéristique de la saturation de la fissuration matricielle, n'est observée contrairement à la littérature [2]. Par contre, le module E_{mc} est différent entre les deux matériaux : 16, 9 GPa pour le tube A contre 20, 5 GPa pour le tube B.

3.2. Cycles de décharge-recharge

Contrairement aux essais monotones, les essais de traction cyclée donnent beaucoup plus d'informations sur le comportement mécanique des composites. Par exemple, le paramètre d'endommagement D, caractéristique de la longueur de décohésion et de la densité de fissuration [5], est défini comme suit à partir de l'étude des cycles de décharge-recharge :

$$D = 1 - \frac{E^*}{E} \qquad \text{(Eq. 1)}$$

avec E^* la pente en début de décharge. D peut aussi être calculé à partir de la pente de la courbe en fin de recharge E_p. En effet, d'après [5], E_p et E^* sont tous les deux représentatifs de la distance entre deux fissures. La figure 3 montre l'évolution de D en fonction de la contrainte obtenue pour les deux éprouvettes. L'évolution de l'endommagement D est très proche entre les deux tubes.

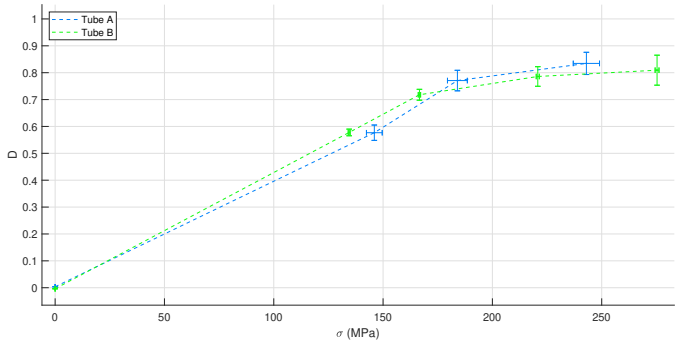


Fig. 3.*: Évolution du paramètre d'endommagement D en fonction de la contrainte*

La largeur de cycle à mi-hauteur $\delta\varepsilon_{max}$ est caractéristique de l'énergie dissipée durant les cycles de décharge-recharge. En effet, en supposant qu'aucune nouvelle fissure ne soit créée durant un cycle, l'énergie dissipée provient alors du glissement fibres/matrice [2, 6]. La largeur de cycle $\delta\varepsilon_{max}$ peut être mesurée directement sur la courbe de contrainte-déformation pour une contrainte $\sigma_p = \sigma/2$, ou être calculée à partir de l'équation Eq. 2 [6] :

$$\delta\varepsilon_{max} = \sigma_p \left(\frac{1}{E_p} - \frac{1}{E} \right). \qquad \text{(Eq. 2)}$$

Quelle que soit la méthode, $\delta\varepsilon_{max}$ évolue plus rapidement pour l'éprouvette A (figure 4) et traduit d'avantage de glissement. Par contre, les résultats sont très différents entre les deux méthodes. Le modèle utilisé dans [5, 6] permet de caractériser un composite unidirectionnel : seul le glissement entre la matrice et les fibres, au niveau des fissures matricielles, est pris en compte. Le matériau étudié est une structure tubulaire en enroulement filamentaire. Ainsi, les fibres ne sont pas parallèlement à la direction de chargement (ou à l'axe du tube) et des phénomènes additionnels peuvent donc apparaître (glissement entre les torons, cisaillement, etc.) expliquant les différences observées figure 4.

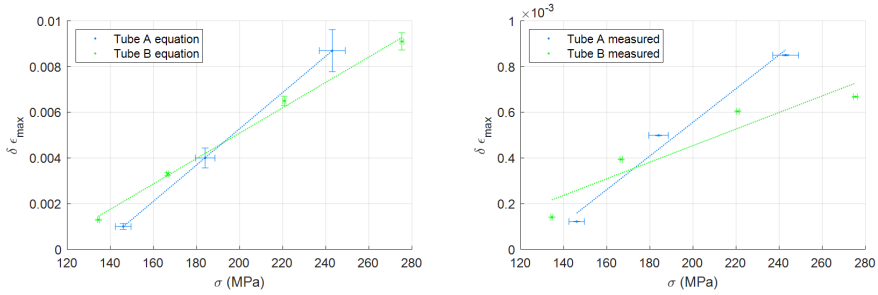


Fig. 4.*: Largeur de cycle en fonction de la contrainte*

4. Conclusion

Deux tubes, extraits de deux sous-lots distincts, ont été caractérisés en utilisant les données issues des essais de traction en s'appuyant sur un modèle de composite unidirectionnel. L'étude du comportement mécanique a mis en évidence un état de matériau différent à l'état initial et un glissement différent. De plus, les résultats montrent que les tubes se comportent comme une structure unidirectionnelle constituée de deux composants : la matrice localisée à l'extérieur des plis et la préforme fibreuse enrobée de la matrice intra-plis. Cependant, des investigations supplémentaires sont nécessaires afin de déterminer l'origine de la variabilité de la microstructure entraînant des comportements mécaniques différents et d'établir la relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques, tout en prenant en compte la variabilité du matériau.

Références

[1] K. A. Terrani « Accident tolerant fuel cladding development : Promise, status, and challenges », *Journal of Nuclear Materials* Vol. 501, pp. 13–30, 2018.

[2] J. Braun, C. Sauder, J. Lamon, F. Balbaud-Celerier « Influence of an original manufacturing process on the properties and microstructure of SiC/SiC tubular composites », *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* Vol. 123, pp. 170–179, 2019, ISSN 1359835X.

[3] C. Sauder, L. C. « Patent : Method for producing a composite including a ceramic matrix », 2012.

[4] « Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Mechanical properties of ceramic composites at ambient temperature in air atmospheric pressure – Determination of tensile properties of tubes »Standard, International Organization for Standardization, 2018.

[5] J.-M. Domergue, E. Vagaggini, A. G. Evans « Relationships between hysteresis measurements and the constituent properties of ceramic matrix composites : II, experimental studies on unidirectional materials », *Journal of the American Ceramic Society* Vol. 78 n° 10, pp. 2721–2731, 1995.

[6] E. Vagaggini, J.-M. Domergue, A. G. Evans « Relationships between hysteresis measurements and the constituent properties of ceramic matrix composites : I, theory », *Journal of the American Ceramic Society* Vol. 78 n° 10, pp. 2709–2720, 1995.