

Accéder aux défauts critiques des fibres céramiques lors d'essais monofilamentaires

Access to the critical defects of ceramic fiber during a single fiber tensile test

Juliette Redonnet^{1,2}, Sébastien Joannès², Marie-Hélène Berger²

1 : Saint-Gobain Research Provence
550, avenue Alphonse Jauffret
CS 20224 – F 84306 Cavaillon Cedex France
e-mail : juliette.redonnet@saint-gobain.com

2 : Mines Paris, Université PSL,
Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633,
Evry Cedex, BP 87 91003, France
e-mail : juliette.redonnet@minesparis.psl.eu,
marie-helene.berger@minesparis.psl.eu,
sebastien.joannes@minesparis.psl.eu

Résumé

La présente étude fait partie d'une collaboration entre Saint-Gobain Recherche Provence, le DITF (Deutsche Institute für Textil- und Faserforschung) et le Centre des Matériaux de Mines Paris, Université PSL, dans le cadre d'une thèse portant sur le développement de fibres céramique oxydes à travers la compréhension des relations entre procédé, microstructure et propriétés mécaniques. La caractérisation mécanique de filaments unitaires céramiques est un réel défi en raison de leur taille et leur fragilité. Les variabilités intrinsèques des résistances mécaniques de fibres céramiques sont à distinguer des variabilités introduites par la préparation de l'échantillon, l'échantillonnage aléatoire et la mesure. De nombreuses étapes et difficultés sont à prendre en compte pour pouvoir estimer correctement les incertitudes. De plus, de nombreuses questions se posent sur le comportement d'un filament céramique au cours d'un test de traction. En effet, la multifragmentation de la fibre rend inaccessible les observations des faciès de rupture primaires et donc l'identification et la localisation du défaut critique initiant la rupture. Des tests de traction dans un milieu visqueux ont permis de surmonter certaines difficultés permettant ainsi d'accéder aux défauts critiques, indispensables pour l'amélioration des propriétés mécaniques.

Abstract

The study is part of a collaboration between Saint-Gobain Research Provence, the DITF (Deutsche Institute für Textil- und Faserforschung) and the Centre des Matériaux of Mines Paris, PSL University, within the framework of a PhD project. The goal is to develop continuous oxide ceramic fibers by studying the relationship between process, microstructure and thermo-mechanical properties. Mechanical characterization at the single fiber scale is challenging due to the very small size of a fiber and many difficulties arise from its brittleness. Intrinsic strength variability in a sample of ceramic fiber needs to be distinguished from variabilities introduced by sample preparation, sampling randomness and measures. Single fiber tensile test requires accurate evaluation of the uncertainties associated with the various steps from fiber extraction from the bundle to data storage. Many questions remain unanswered regarding the understanding of the monofilament behavior of a continuous ceramic fiber due to the fracturing of the fiber during a tensile test. Information such as failure location and failure surface observations are therefore inaccessible. Single fiber tensile tests in a viscous medium have overcome some of these difficulties.

Mots Clés : Fibres céramiques, caractérisation mécanique, incertitudes, microstructure, défauts

Keywords : Ceramic fibers, mechanical characterization, uncertainties, microstructure, defects

1. Introduction

Les matériaux CMC sont des candidats de premier plan pour le remplacement d'alliages métalliques travaillant dans des environnements extrêmes à haute température comme dans les structures aéronautiques, aérospatiales ou les turbines terrestres. En effet, le système composite confère au

matériau un comportement élastique endommageable tout en conservant les propriétés réfractaires et les basses densités des céramiques. L'utilisation de matériaux CMC dans des turbines terrestres ou aéronautiques permettrait d'augmenter les températures de fonctionnement afin d'améliorer leur efficacité et diminuer les émissions de gaz polluants.

Le test de traction mono-filamentaire est une technique utilisée pour développer et mieux appréhender le comportement de fibres unitaires et ainsi obtenir des informations pour le développement de modèle de résistance de matériaux CMC. L'accès à des propriétés mécaniques fiables et précises sur des échantillons mono-filamentaires fragiles et dix fois plus fins qu'un cheveu n'est pas simple. Bien que les tests de traction mono-filamentaire n'aient cessé d'être améliorés depuis plus d'un demi-siècle, leur réalisation reste un challenge. En effet, de nombreuses incertitudes sur les mesures mécaniques coexistent avec les variabilités intrinsèques de l'échantillon, rendant difficile l'interprétation des résultats. De plus, au cours d'un test de traction mono-filamentaire, une fibre céramique explose en plusieurs morceaux en raison de la dissipation de l'énergie emmagasinée au cours de la traction. Il est alors impossible de localiser la rupture et de récupérer les surfaces rompues, qui apportent des informations primordiales telles que les défauts responsables de la rupture.

Un premier article de conférence pour les JNC23 s'était concentré sur plusieurs difficultés de la caractérisation mécanique mono-filamentaire, notamment sur l'influence de la préparation de l'échantillon, les difficultés de la mesure de la section transversale des fibres, l'importance de la mesure et de la prise en compte de la complaisance de la machine d'essai et sur la gestion des données générées. Ce second article s'intéresse plus particulièrement à la détermination des contraintes à rupture obtenues lors d'un essai de traction mono-filamentaire. La première partie aborde les difficultés spécifiques et incertitudes liées aux mesures à rupture des mono-filaments de céramique. La seconde partie se concentre sur les différents essais expérimentaux qui ont permis de mieux comprendre les mécanismes intrinsèques et extrinsèques à l'œuvre lors de la rupture. Les travaux présentés permettent de porter un nouveau regard sur l'évaluation des contraintes à rupture des fibres céramiques en surmontant notamment le problème de la multi-fragmentation.

2. Les difficultés de la caractérisation mécanique de fibres céramiques

Les fibres continues textiles sont des échantillons complexes en raison de leur taille, de leur diamètre, des potentielles variations morphologiques dans leur longueur, de l'échantillonnage aléatoire, etc. Un protocole particulier doit être mis en place afin d'éviter des erreurs supplémentaires qui pourraient affecter la précision des mesures. Les différentes étapes à considérer ont été identifiées dans le schéma ci-dessous (Fig. 1). Un test de traction mono-filamentaire commence lors de l'extraction de la fibre et son montage sur les supports de traction (« tabs » en plastique ou cadre en papier). Cette première étape est délicate et dépend de l'opérateur. Les biais introduits par la préparation de l'échantillon ne sont que trop rarement pris en considération pour évaluer les propriétés à rupture et notamment l'effet de pré-sélection sur la distribution obtenue [1], [2].

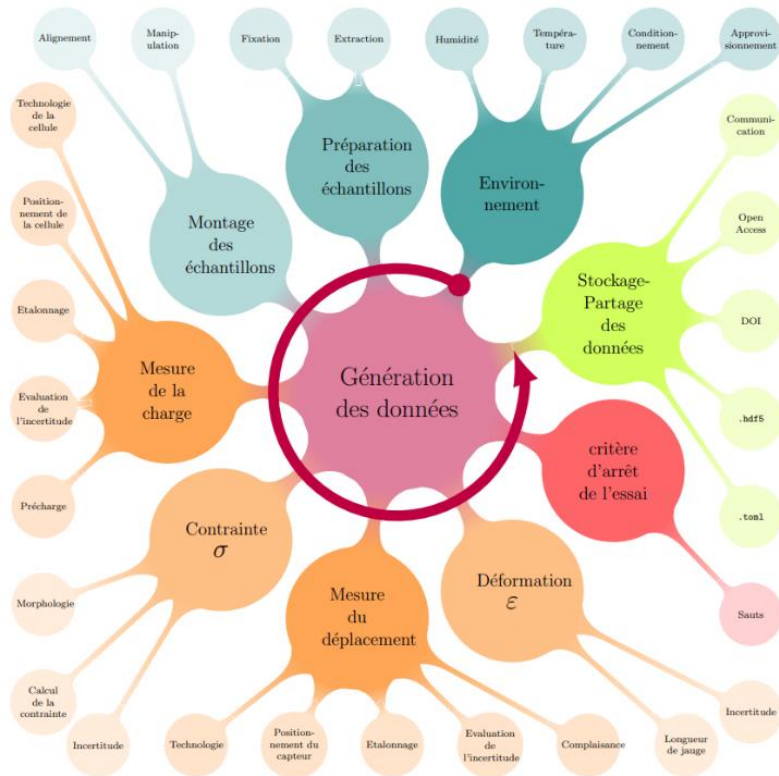


Fig. 1. Les nombreuses étapes d'un test de traction mono-filamentaire. Ce diagramme est le résultat d'un travail collaboratif au sein du GDR CNRS MecaFib

L'effet de pré-sélection conduit à une incertitude épistémique que l'on peut réduire par une meilleure connaissance et documentation du déroulement de l'essai. A cela s'ajoute une difficulté supplémentaire pour accéder aux propriétés à rupture des fibres céramiques. En effet, la variabilité des résistances intrinsèques au sein d'un échantillon de fibres peut être élevée dans le cas d'une large dispersion de la taille des défauts critiques. Il s'agit là d'une incertitude à caractère stochastique. La théorie de Weibull [3] est couramment utilisée pour décrire cette variabilité des résistances intrinsèques. On ne peut qu'espérer une meilleure description de l'incertitude stochastique mais il faut pour cela disposer de plus de mesures et donc avoir accès à un échantillonnage élevée. Il convient également de pouvoir accéder à la nature des mécanismes en jeu lors de la rupture.

3. Comment mieux appréhender la rupture d'un mono-filament céramique au cours d'un essai de traction ?

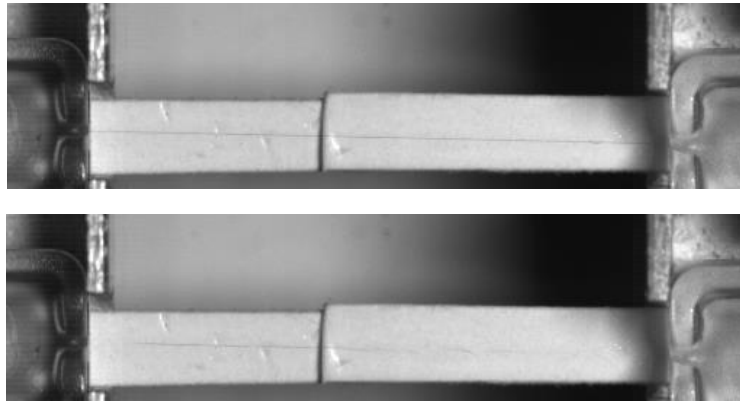
La rupture d'une fibre céramique étant initiée par la présence d'un défaut de taille et localisation aléatoire, les propriétés à rupture varient d'une fibre à une autre en raison de la distribution des défauts. Au cours d'un essai de traction mono-filamentaire, la fibre céramique subit une multi-fragmentation due à la libération de l'énergie emmagasinée lors de la rupture du défaut critique. Il est alors impossible de localiser cette première rupture et d'observer sur les faciès la nature du défaut responsable. En raison de cette multi-fragmentation, aucune information ne peut confirmer que les ruptures sont aléatoirement distribuées le long de la longueur de jauge et aucune information sur les défauts critiques n'est accessible. Quels sont réellement les mécanismes intrinsèques à l'œuvre lors de la rupture ? Les ruptures sont-elles initiées par des défauts similaires ou existe-t-il plusieurs populations de défauts ? Il est ainsi nécessaire d'éclaircir le comportement d'un mono-filament au cours d'un test de traction afin de vérifier que les données à rupture obtenues correspondent bien aux

mécanismes attendus. En outre, identifier et comprendre les défauts critiques permet d'agir sur le procédé de fabrication pour tenter de les réduire.

Une série de tests expérimentaux a été mise en place pour espérer répondre à ces questions. Tout d'abord, des essais de localisation de la rupture primaire par suivi acoustique puis caméra rapide ont été développés.

Les premiers essais de localisation par suivi acoustique n'ont pour l'instant pas été concluants à cause d'un montage complexe imposé par la géométrie de la machine de test. Les différences de propagation de l'onde entre le métal des mors de traction et la fibre céramique rendent par ailleurs l'analyse difficile. Ces essais, en cours de perfectionnement, visent essentiellement à connaître la distribution linéique des défauts critiques.

Les essais de suivi optique jusqu'à rupture par caméra rapide à une fréquence de 75000 fps ont permis d'y avoir plus clair sur la multi-fragmentation lors de la rupture. La libération de l'énergie emmagasinée pendant l'essai provoque des ruptures secondaires en flexion immédiatement après la rupture primaire au niveau du défaut critique.



*Fig. 2. Images caméra haute vitesse (75 000 images par seconde).
Au-dessus : Image juste avant la rupture ; En dessous : Image juste après la rupture primaire*

Malgré une vitesse d'acquisition très élevée, il n'est pas possible de localiser précisément la rupture liée au défaut critique avec cette méthode. Sur l'image juste après la rupture (Fig. 2 bas), plusieurs parties de la fibre ont déjà disparu. Soit la rupture a été initiée à cet endroit, soit l'onde de choc a déplacé ces parties hors du champ de l'image. La faible profondeur de champ est une limitation importante qu'il faudrait combler avec une acquisition encore plus rapide. D'autres problèmes sont alors à traiter comme l'éclairage et la résolution.

Au-delà de la capture de l'instant de rupture évoquée ci-dessus, le suivi optique permet d'éliminer certains biais dans les mesures de la contrainte à rupture. Il est par exemple possible d'évaluer le désalignement de la fibre dont les conséquences sont manifestes pour les plus petites longueurs de jauge [2]. Une caméra de type Dino-Lite est alors suffisante pour mesurer l'angle de désalignement de la fibre avec l'axe de traction en cours d'essai. Cette méthode a permis d'assurer le meilleur alignement possible pour l'ensemble des essais.

Afin de limiter la multi-fragmentation de la fibre, il existe dans la littérature des essais réalisés dans un substrat visqueux visant à amortir l'onde de choc. Certaines études évoquent l'utilisation de la glycérine [4], de la graisse [5] ou de la gelée [6] comme substrat visqueux. Pour la présente étude, la glycérine a été choisie comme substrat visqueux. La principale difficulté réside dans la manière de déposer ou d'utiliser la bonne quantité de glycérine. Un réservoir assez grand pour y immerger les

mors de traction et éviter toute transition de milieu (substrat/air) le long de la fibre pourrait sembler être une bonne solution. Toutefois, cela nécessiterait une grande quantité de glycérine et surtout rendrait la récupération de la fibre et le nettoyage compliqué. Déposer simplement de la glycérine sur la fibre n'est pas suffisant pour l'enrober totalement. Des gouttes de glycérine se forment alors sur la fibre. Un réservoir à glycérine a été spécialement fabriqué par impression 3D pour minimiser la quantité de substrat à utiliser tout en permettant d'immerger totalement la fibre. Ce réservoir, dont la longueur est identique à la longueur de jauge testée, est placé en dessous de la fibre tendue entre les mors de traction. Le réservoir est rempli délicatement à l'aide d'une pipette jusqu'à former un ménisque au-dessus de la fibre (Fig. 3). Lors de l'essai de traction, la fibre rompt à un seul endroit, ce qui permet de localiser la rupture primaire et de récupérer les deux faciès. Les deux parties de la fibre sont nettoyées dans un bain d'éthanol afin d'éliminer la glycérine restante, puis elles sont collées entre deux scotchs en cuivre afin d'être observées au microscope électronique à balayage (Fig. 4).

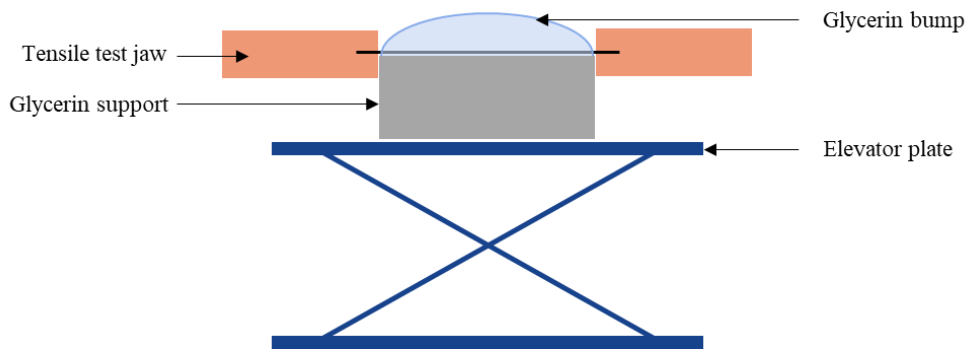


Fig. 3. Montage expérimental d'un essai de traction mono-filamentaire dans de la glycérine

Les faciès de rupture qui ont pu être observés ont révélé la présence et la nature des défauts critiques : des zones poreuses proche de la surface ou au cœur de la fibre avec des grains peu frittés entre eux, 2 à 3 fois plus larges que le reste de la microstructure. Une lame mince localisée sur un défaut a été produite au FIB afin de l'étudier au microscope électronique en transmission. Ces observations ont permis de comprendre l'origine de ces défauts et d'adapter le procédé de fabrication afin d'éviter leur formation.

Par ailleurs, les comparaisons avec des essais dans l'air (sans substrat) ont montré que la glycérine n'affecte pas la mesure des propriétés mécaniques.

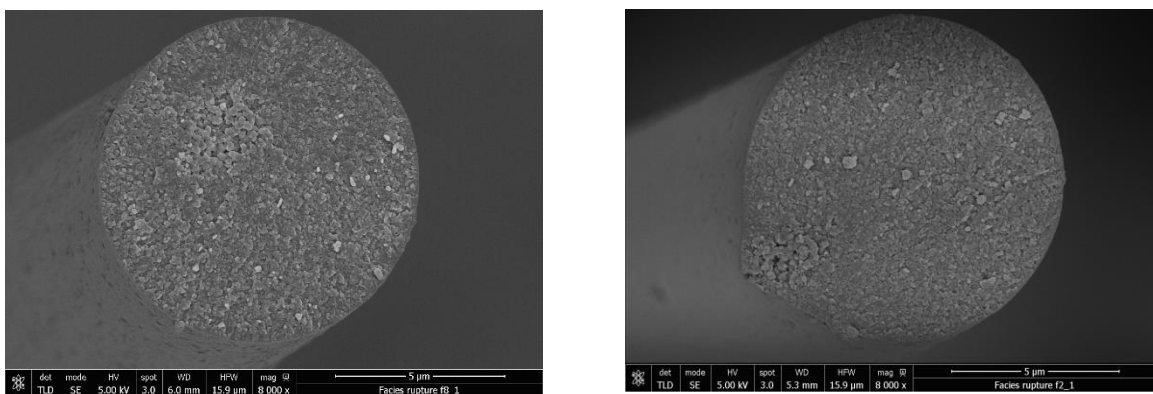


Fig. 4. Images MEB des faciès de rupture des fibres céramiques obtenus par test de traction dans la glycérine. Les faciès présentent des défauts poreux avec des grains 2 à 3 fois plus larges que dans le reste de la microstructure

4. Conclusion

Caractériser correctement les propriétés mécaniques de mono-filaments de fibres céramiques nécessite des moyens expérimentaux adaptés mais surtout une approche spécifique. En effet, de nombreuses incertitudes, de la préparation de l'échantillon au post-traitement des données, rendent difficile l'analyse des résultats obtenus. Parmi les nombreuses incertitudes, la présente étude s'est concentrée sur la bonne évaluation des contraintes à rupture. En effet, jusqu'à présent, à cause de la multi-fragmentation de la fibre, le calcul de la contrainte se faisait « à l'aveugle », en s'appuyant sur la valeur de la force mesurée et d'un diamètre moyen. Un suivi optique et le développement d'essais de traction dans un substrat visqueux ont permis de mieux appréhender les mécanismes intrinsèques et extrinsèques à l'œuvre lors de la rupture des fibres céramiques. L'observation des défauts critiques responsables de la rupture ont permis d'adapter le procédé de fabrication et d'améliorer leur microstructure.

Remerciements :

Ce projet a été financé par l'État dans le cadre de France 2030 et par l'Union européenne - Next Generation EU dans le cadre du plan France Relance.

Ce travail n'aurait pas été possible sans la collaboration instituée entre Saint-Gobain Research Provence, le DITF et l'École des Mines de Paris. Les auteurs souhaitent en particulier remercier les collègues de ces institutions impliqués dans le programme pour le soutien apporté.

Références

- [1] Berger, M. H. and Jeulin, D. Statistical analysis of the failure stresses of ceramic fibres: Dependence of the Weibull parameters on the gauge length, diameter variation and fluctuation of defect density. *Journal of materials science*, 38 : 2913-2913, 2003.
- [2] Islam, Joannès, Laiarinandrasana. Evaluation of Critical Parameters in Tensile Strength Measurement of Single Fibres, *Journal of Composites Science*, 3: 69, 2019.
- [3] Wolfenden, A. and van der Zwaag, S. The Concept of Filament Strength and the Weibull Modulus. *Journal of Testing and Evaluation*, 17(5):292, 1989.
- [4] Sawyer, L. C., Jamieson, M., Brikowski, D., Haider, M. I., and Chen, R. T. Strength, Structure, and Fracture Properties of Ceramic Fibers Produced from Polymeric Precursors: I, Base-Line Studies. *Journal of the American Ceramic Society*, 70(11):798–810; 1987.
- [5] Wilson, D. Continuous oxide fibers. *Handbook of Properties of Textile and Technical Fibres*. Elsevier, 903–927, 2018.
- [6] Cantonwine, P. E. Strength of thermally exposed alumina fibers. Part I Single filament behavior. *Journal of materials science*, 38: 461-470, 2003.