

# **Influence de la nature des interfaces carbonées au sein des composites SiC/SiC à renfort Hi-Nicalon S et Tyranno SA3 sur leur comportement mécanique.**

## **Abstract**

Influence of Carbon interphases in SiC/SiC composites based on Hi-Nicalon S and Tyranno SA3 fibers

A new concept of SiC/SiC pin cladding patented by the CEA ("sandwich" concept) allows making this material a reference for GFR (Gas Fast Reactor). Optimization of mechanical behaviour of such composite is still a major concern from room temperature up to very high temperature. More, comprehension of phenomena governing fiber/matrix bonding is needed in SiC/SiC composite with Pyrocarbon interphase. A recent study demonstrated influences of fiber surface properties on composite mechanical behaviour. The aim of this work is to pursue this study with the objective of a better understanding of observed phenomena. Even if influence of fiber rugosities have been demonstrated, composition and microstructure influence of carbon phases present in this material is still a major concern. This work will be dedicated to a fine analysis of carbon interfaces to reach their origins and interactions. The final goal is to establish the mechanisms that control mechanical behaviour of SiC/SiC composites and thus to define the optimized materials for nuclear applications.

## **Situation du sujet :**

Le composite SiC/SiC est le matériau de référence pour le gainage du combustible dans les réacteurs GFR. En effet un nouveau concept de gainage composite SiC/SiC breveté par le CEA (concept de gaine dite « sandwich ») permet de garantir l'étanchéité de la gaine jusqu'à sa rupture ultime, ce qui repousse la limite d'utilisation de ces matériaux. Ces composites sont aussi envisagés pour la fabrication d'éléments de cœur des réacteurs à caloporteur sodium (SFR). Ces nouvelles solutions matériaux devront montrer une fiabilité mécanique jusqu'aux très hautes températures. L'optimisation de leur comportement mécanique requiert alors de savoir piloter les phénomènes de couplage fibre/matrice responsables de l'effet composite recherché.

## **Objectifs :**

Une étude récente a démontré le rôle primordial des caractéristiques de surface des fibres SiC dans le comportement mécanique des composites SiC/SiC à interphase pyrocarbone. Il a été démontré que la rugosité de surface des fibres est un paramètre primordial mais non suffisant pour décrire totalement le couplage fibre/matrice. Les influences de la composition et de la microstructure des interfaces carbonées sur le comportement mécanique du composite ont été appréhendées mais les mécanismes locaux d'interaction restent encore mal connus. Dans la continuité de cette étude, la thèse proposée consistera à analyser de manière systématique les phases carbonées en présence au sein de ces matériaux et de mieux comprendre leurs origines et leurs interactions. Par la suite il sera nécessaires de relier cette étude au comportement final des composites SiC/SiC. Cette étude devrait permettre à terme de mieux comprendre les mécanismes gouvernant le comportement mécanique des composites SiC/SiC et donc de définir des matériaux optimisés pour l'application nucléaire.

## **Description du projet et méthodologie**

### **1- Caractérisations de surface des renforts fibreux**

On se propose dans un premier temps de mener des caractérisations physico-chimiques exhaustives de la surface des renforts bruts ou traités par diverses techniques d'analyses de microstructure, texture et chimie de surface. La chimie et/ou microstructure de surface pourra également être modifiée de manière contrôlée par des traitements physiques et/ou chimiques. Cette étude permettra de posséder une parfaite connaissance de la nature de la surface des fibres et des modes de liaison attendus avec l'interphase. Ces connaissances permettront de mieux évaluer l'influence de ces caractéristiques de surface des fibres sur le couplage interfacial au sein de composites SiC/SiC à interphase pyrocarbone.

### **2- Caractérisations mécaniques**

Sur la base des caractérisations des renforts, des composites SiC/SiC à interphase pyrocarbone seront élaborés avec des fibres ayant subi des traitements de surface contrôlés. La nature et l'épaisseur de l'interphase seront également modifiées afin d'étudier et moduler les liaisons fibre/pyrocarbone/matrice et quantifier leur influence sur les propriétés mécaniques finales. Le couplage fibre-matrice sera étudié à l'aide de caractérisations mécaniques (essais de traction cyclée ou essais de push-out, push-back, par nanoindentation).

### 3- Relations entre caractéristiques physico-chimiques et mécaniques de l'interface

Il s'agira ici d'établir les corrélations entre les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques de l'interface en mettant plus particulièrement l'accent sur les corrélations entre les propriétés de surface (microstructure, chimie de surface, rugosité) et la nature de l'interphase d'une part, et les propriétés mécaniques finales du composite, d'autre part. Une attention particulière sera également portée sur la microstructure et texture de l'interphase pyrocarbone.

#### Conséquences attendues :

Avoir une meilleure compréhension de l'influence des paramètres : (i) structure du pyrocarbone d'interphase (ii) chimie/microstructure de surface des fibres et (iii) rugosité des fibres, sur le couplage fibre-matrice au sein des composites SiC/SiC (fibre SA3 et HiS) et sur les propriétés mécaniques résultantes du composite. Etablir des corrélations entre les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques.

Il s'agira aussi de proposer une interphase et/ou un traitement du renfort SA3 qui permettrait d'obtenir un comportement mécanique optimisé du composite (en limitant l'épaisseur d'interphase pour des raisons neutroniques).

#### Techniques utilisées

Caractérisations structurales : XRD, MEB, TEM, EELS, AFM, IR, Raman, IGA, GDMS

Caractérisations chimie de surface : XPS, Auger, ...

Caractérisations mécaniques : essais de traction, nanoindentation...

#### Directeur de thèse

Marie-Hélène Berger (Maitre de recherche à l'Ecole des Mines de Paris - Centre des Matériaux)

Encadrants CEA : Cédric Sauder (DMN/SRMA/LTMEX), Sylvie Poissonnet (DMN/SRMP)

Contact : C.Sauder 01 69 08 54 34 ou 06 09 26 19 54

M-H Berger 01 60 76 30 79