



## Science Arts & Métiers (SAM)

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers ParisTech researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <http://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/6613>

### To cite this version :

Christophe LORRETTE, Jalal EL YAGOUBI, Aurélie COUPE, Olivier CATY, Cédric SAUDER, Jean-Christophe BATSALE - Estimation de la diffusivité thermique de composites C/SiC sous chargement mécanique - 2012

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [archiveouverte@ensam.eu](mailto:archiveouverte@ensam.eu)

# Estimation de la diffusivité thermique de composites C<sub>f</sub>/SiC sous chargement mécanique

Christophe LORRETTE<sup>1,2 (\*)</sup>, Jalal EL YAGOUBI<sup>2</sup>, Aurélie COUPE<sup>1</sup>, Olivier CATY<sup>2</sup>, Cédric SAUDER<sup>1</sup>, Jean-Christophe BATSALE<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives  
DEN – DANS/DMN/SRMA/LTMEx

Centre de Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette cedex

<sup>2</sup> Laboratoire des Composites Thermostructuraux

UMR 5801 CNRS/SAFRAN/CEA/UB1

Domaine universitaire, 3 allée de la Boétie, 33600 Pessac

<sup>3</sup> TREFLE, Arts et Métiers Paris Tech, CNRS

Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence Cedex

(\*) auteur correspondant : [christophe.lorrette@cea.fr](mailto:christophe.lorrette@cea.fr)

**Résumé** – L'accès aux propriétés thermiques des matériaux composites thermostructuraux destinés aux applications nucléaires est un enjeu important pour prévoir leur comportement en condition d'utilisation. Dans un objectif prévisionnel mais également de compréhension des transferts de chaleur, ce travail s'intéresse à l'évaluation des diffusivités thermiques transverses de composites C<sub>f</sub>/SiC soumis à un chargement mécanique de type traction. La démarche mise en place s'appuie sur l'utilisation de la méthode flash associée à une analyse du signal par thermographie IR permettant de générer des cartographies de propriétés.

## Nomenclature

$a$  diffusivité thermique,  $m^2.s^{-1}$   
 $c_p$  capacité thermique,  $J.kg^{-1}.K^{-1}$   
 $e$  épaisseur des éprouvettes,  $m$   
 $Q$  énergie d'excitation,  $W$   
 $t$  temps,  $s$

$T$  température,  $K$   
*Symboles grecs*  
 $\beta$  paramètre à estimer, *vecteur*  
 $\rho$  masse volumique,  $Kg.m^{-3}$   
*Indices et exposants*  
 $x,y,z$  coordonnées spatiales

## 1. Introduction

Le développement d'applications de hautes technologies dans les domaines tels que l'aéronautique, le spatial ou le nucléaire conduit à des spécifications toujours plus exigeantes pour les matériaux. Le cas des composites thermostructuraux, dont la vocation est d'assurer des fonctions mécaniques à haute température (> à 1000°C) illustre parfaitement ce constat. Conçus à l'origine pour la fabrication de cols de tuyères équipant les moteurs de fusée, ces matériaux réalisés à partir de fibres et de matrice en carbone ou céramique se sont imposés comme les matériaux souverains pour la protection thermique de corps de rentrée atmosphérique. L'optimisation de leurs propriétés tribologiques a su récemment en faire d'excellents candidats pour les disques de freins d'aéronefs. Actuellement, ces matériaux sont pressentis pour remplacer les alliages métalliques dans les futurs cœurs de réacteurs nucléaires (génération IV) qui devront fonctionner dans la durée sous des conditions sévères d'utilisation (haute température et flux neutronique).

Pour toutes ces applications, les propriétés thermiques jouent un rôle qui, s'il est souvent considéré comme secondaire vis-à-vis des propriétés mécaniques et chimiques, peut s'avérer extrêmement important. Dans le cas des réacteurs nucléaires, il est proposé de confiner le

combustible fissile dans un complexe céramique qui sera le siège du transfert de flux véhiculant l'énergie de la centrale. A ce titre, ces matériaux de gainage doivent être de bons conducteurs de la chaleur et conserver cette propriété dans la durée. Bien que les composites les plus récents satisfassent cette exigence, les sollicitations thermomécaniques imputables à la manutention des objets et aux conditions de service engendrent en leur sein de l'endommagement. Celui-ci se manifeste par une transformation microstructurale, en particulier par le développement de fissuration de la matrice et par des décohésions à l'interface matrice / renfort fibreux qui affaiblissent les propriétés de conduction thermique [1-3]. Dans une démarche prévisionnelle du comportement de ces matériaux, l'objectif de ce travail est d'évaluer la dégradation des propriétés thermiques au cours d'une sollicitation mécanique par la mise en œuvre d'une méthode d'estimation locale.

## 2. Méthodologie et moyens expérimentaux

### 2.1 Matériau étudié

Le composite étudié est un composite  $C_f/SiC$  élaboré par le CEA (DEN/DMN). Le renfort fibreux est constitué de fibres de carbone de type Toray T300, tissées selon une texture interlock 2,5D. La matrice de carbure de silicium est obtenue par voie gazeuse (procédé CVI), une interphase de pyrocarbone est présente en faible épaisseur entre le renfort et la matrice. En accord avec les observations micrographiques du composite, le taux de porosité total est estimé inférieur à 15%.

Pour cette étude, deux éprouvettes de géométrie rectangulaire sont prélevées à partir d'une plaque dans le sens chaîne ( $0^\circ$ ) selon les dimensions 20 x 118 mm (cf. figure 1). La première est réservée à l'obtention du comportement mécanique (Ep-A), la seconde est dédiée aux mesures de propriétés thermiques sous chargement (Ep-B). Les épaisseurs et les sections des deux éprouvettes ont été déterminées précisément par analyse d'images à partir de clichés micrographiques réalisés post-essai.

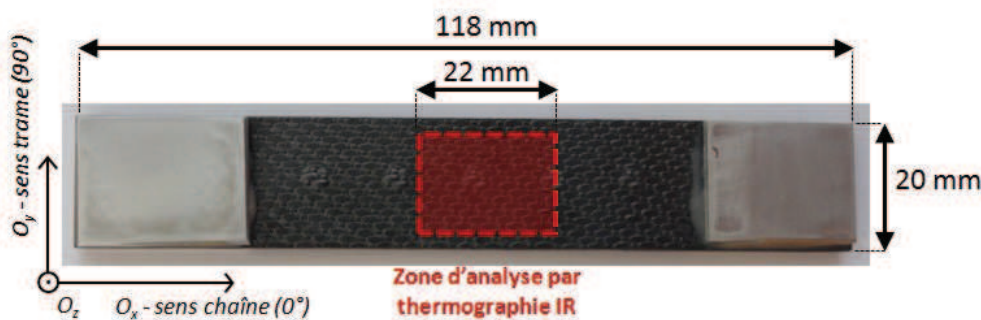


Figure 1 : Eprouvette  $C_f/SiC$  préparée pour être sollicitée en traction, localisation de la zone d'intérêt pour l'estimation de la diffusivité thermique transverse

### 2.2 Principe de la mesure et instrumentation

La démarche consiste en un suivi des propriétés thermiques du matériau soumis à un chargement mécanique endommageant de type traction cyclée. Pour cela, on s'intéresse aux diffusivités thermiques transverses qu'il s'agit ici d'évaluer en cours d'essai par thermographie infrarouge en réponse à une excitation photonique transitoire. Le lien entre dommages et affaïssement des propriétés thermiques est alors établi à partir d'observations structurales du matériau obtenues par tomographie X ou par microscopie optique in-situ.

Dans un premier temps, le comportement mécanique du composite est d'abord obtenu à partir d'une des deux éprouvettes, équipée de deux extensomètres placés en vis-à-vis sur la tranche au centre de cette dernière. La longueur de jauge est de 25 mm avec une précision de 4 % en pleine échelle. Puis, la seconde éprouvette est ensuite instrumentée sur la machine d'essai mécanique selon le dispositif expérimental illustré sur la figure 2.

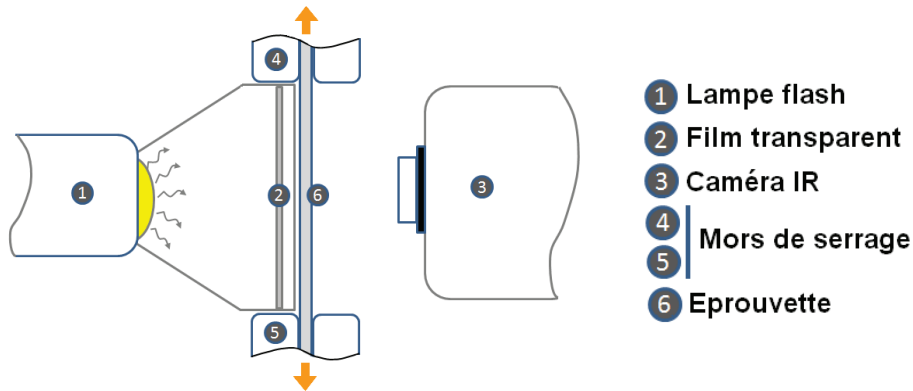


Figure 2 : Dispositif expérimental dédié à la mesure de diffusivité thermique d'une éprouvette sollicitée mécaniquement en traction

La perturbation est appliquée par une lampe flash générant une impulsion de puissance nominale de 800 W. L'acquisition de la température est réalisée en face arrière par une caméra IR Flir Titanium 520M à capteur matriciel InSb 320 x 255 pixels. Un film transparent, utilisé comme barrière au flux convectif, est disposé entre le flash et l'éprouvette. Les mesures de diffusivité ont été réalisées pour chaque palier de chargement et déchargement. Un temps de retour à l'équilibre thermique d'au moins 15 minutes a été respecté entre chaque mesure. La fréquence d'acquisition de la caméra est fixée à 200 Hz.

Enfin, notons que les essais ont été conduits sur une machine à asservissement électromagnétique instrumenté d'une cellule de force de 50 kN et piloté en déplacement traverse. La vitesse de sollicitation a été fixée à 0,05 mm/min.

### 3. Modèle de transfert thermique et estimation

En supposant le cas expérimental idéal où la durée de l'impulsion est infiniment petite, le flux d'excitation géométriquement uniforme et unidirectionnel dans l'épaisseur, les pertes thermiques négligeables, la réponse en température en face arrière de l'échantillon peut être décrite par l'équation suivante [4] :

$$T^{1D}(z = e, t) = \frac{Q}{\rho c_p e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 a_z t}{e^2}\right) \right] = T_{lim} \cdot f(a_z, t) \quad (1)$$

De manière globale, la diffusivité thermique peut alors être estimée par la méthode standard de Parker [4] à partir de l'égalité ci-dessous faisant intervenir le temps de demi-montée  $t_{1/2}$ .

$$\frac{a_z t_{1/2}}{e^2} = 0,139 \quad (2)$$

Souhaitant dans notre étude quantifier les variations locales de diffusivité thermique, il devient possible à ce stade de traiter la réponse thermique enregistrée en chaque pixel de cette

façon. Néanmoins et malgré l'existence de calculateur puissant, la mise en œuvre d'une telle approche nécessite des temps de traitement longs pour un résultat souvent influencé par le bruit de mesure.

Aussi, la préférence est donnée à la méthode développée par Mourand et al. [5] qui décrit le signal selon un développement asymptotique d'ordre 1 autour d'une valeur moyenne  $a_{z0}$  :

$$T(t) = T^{1D}(z = e, t, a_{z0}) + \Delta a_z \left. \frac{\partial T^{1D}}{\partial a_z} \right)_{a_{z0}} \quad (3)$$

où  $\Delta a_z = a_z - a_{z0}$

En définissant la fonction  $f(t)$ , l'équation (3) peut s'écrire sous la forme d'un système linéaire où X devient la matrice de sensibilité, Y étant l'observable.

$$f(t) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 a_{z0} t}{e^2}\right) \quad (4)$$

$$Y = X \cdot \beta \quad \text{soit} \quad T(t) = \left[ f(t) \left. \frac{\partial T^{1D}}{\partial a_z} \right)_{a_{z0}} \right] \begin{bmatrix} \frac{Q}{\rho c_p e} \\ \frac{Q}{\rho c_p e} \Delta a_z \end{bmatrix} \quad (5)$$

Le vecteur  $\beta$  contenant les variations de diffusivité recherchées peut alors être aisément obtenu en inversant le système par l'estimateur des moindres carrés selon l'équation (6).

$$\beta = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad (6)$$

Notons que dans le cas de matériaux minces faiblement hétérogène, il a été démontré dans [3] que l'approximation du transfert conductif unidirectionnel dans le sens de l'épaisseur est pertinente. La diffusivité transverse est estimée avec une erreur de l'ordre de 3 à 5%.

## 4. Résultats et discussions

### 4.1 Propriété thermique du matériau à l'état initial

En premier lieu, il convient de présenter la valeur de diffusivité thermique transverse moyenne du composite, mesurée à l'état initial par la méthode globale de Parker : celle-ci est estimée à  $a_{z,G} = 3,02 \cdot 10^{-6} \pm 0,25 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  (hors incertitude liée à l'épaisseur de la plaque déterminée à  $1,23 \pm 0,15 \text{ mm}$ ).

Si l'on considère à présent le champ de diffusivité local, la distribution statistique est déterminée bimodale consistant en un mélange de deux populations gaussiennes centrées sur les valeurs  $a_{z,L1} = 3,31 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  et  $a_{z,L2} = 2,92 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  (cf. fig.3b). En bon accord avec ces observations, la répartition spatiale illustrée figure 3a met en évidence deux hétérogénéités de taille centimétrique noyées dans une matrice de propriétés uniformes : les zones bleues correspondent à des zones où la diffusivité locale est plus faibles que dans les zones rouges.

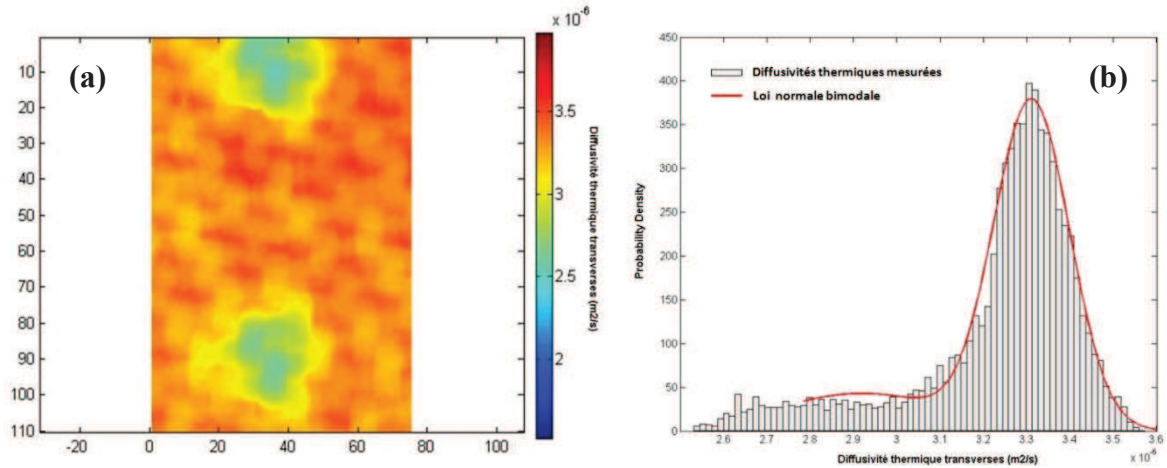


Figure 3 : Analyse du champ de diffusivité thermique transverse, (a) distribution spatiale, (b) distribution statistique

Cette disparité peut être attribuée à des zones présentant une microstructure différente mais plus raisonnablement à des zones de plus forte épaisseur localement liées au procédé d'élaboration. Ce résultat suggère la pertinence de la méthode pour identifier une diffusivité thermique représentative des propriétés intrinsèques du composite et non moyennées.

Les valeurs estimées sont en bon accord avec les mesures reportées dans la littérature sur un composite de nature similaire [6].

#### 4.2 Effet de l'endommagement sur les propriétés thermiques

L'endommagement étant supposé diffus dans le volume étant donné l'échelle d'observation (1 pixel représentant 150  $\mu\text{m}$ ), les approximations de premier ordre sont toujours justifiées pour l'étude du cas présent. Il est donc possible d'observer de façon qualitative l'évolution relative locale des diffusivités transverses lorsque le composite est sollicité mécaniquement par la méthode décrite.

Les diffusivités thermiques transverses moyennes mesurées, associées aux cartographies locales obtenues sont ici reportées sur la figure 4 pour chaque état de contrainte mécanique subi par l'éprouvette au cours de l'essai de traction cyclé.

Sur cette figure, l'endommagement mécanique indique une chute de la diffusivité thermique croissante jusqu'à perdre 35% de sa valeur pour un état de contrainte proche de la rupture ultime. En s'appuyant sur les cartographies de propriétés, il semble que l'évolution de la diffusivité soit représentative du comportement du matériau : l'apparition progressive de zones bleues caractéristiques de zones où la diffusivité a diminuée par rapport à l'état initial est attribuée à la présence de fissuration (les fissures jouant le rôle de frein à la conduction thermique). Ainsi, l'analyse suivante est proposée :

- (i) la diffusivité thermique n'évolue pas ou peu pour des déformations inférieures à 0.05 % correspondant à une valeur légèrement au dessus de la limite élastique linéaire du composite ( $\epsilon_{el} \approx 0,010\%$ ).
- (ii) une chute progressive de la diffusivité est ensuite observée jusqu'à des niveaux de déformations importants (supérieurs à 0,5%). Nous rapprochons cette décroissance à la phase de fissuration matricielle du composite qui intervient d'ordinaire sur cette plage de déformation et qui est repérable sur la courbe de comportement mécanique.



(iii) sur cette même plage de déformation, les diffusivités thermiques résiduelles correspondantes à un état de déchargement complet (retour à une contrainte nulle) sont estimées légèrement supérieures aux valeurs obtenues sous chargement, sans remonter toutefois à leur niveau initial. Ce résultat est cohérent avec le fait que les fissures créées dans le plan perpendiculaire à la sollicitation lors de l'essai ne se

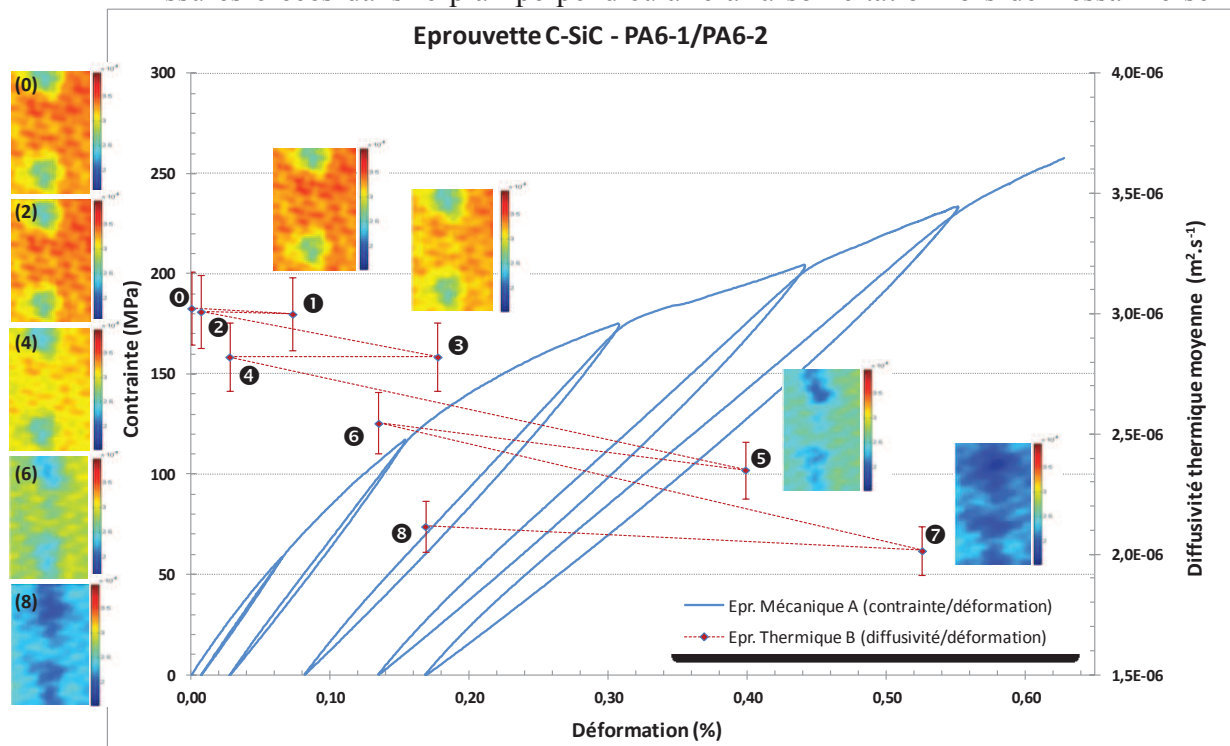


Figure 4 – Diffusivités thermiques transverses moyennes et distribution locale pour chaque état de contrainte mécanique lors de l'essai de traction cyclée.

Une coupe micrographique de la section du composite étudié, réalisée post-essai est présentée à la figure 5 et révèle la présence de fissuration matricielle et intra-fil transverse à la direction de sollicitation.

Enfin, on remarquera sur les cartographies que la dispersion des diffusivités au sein de la zone étudiée se réduit avec la propagation de l'endommagement signifiant que le matériau tend à s'homogénéiser.

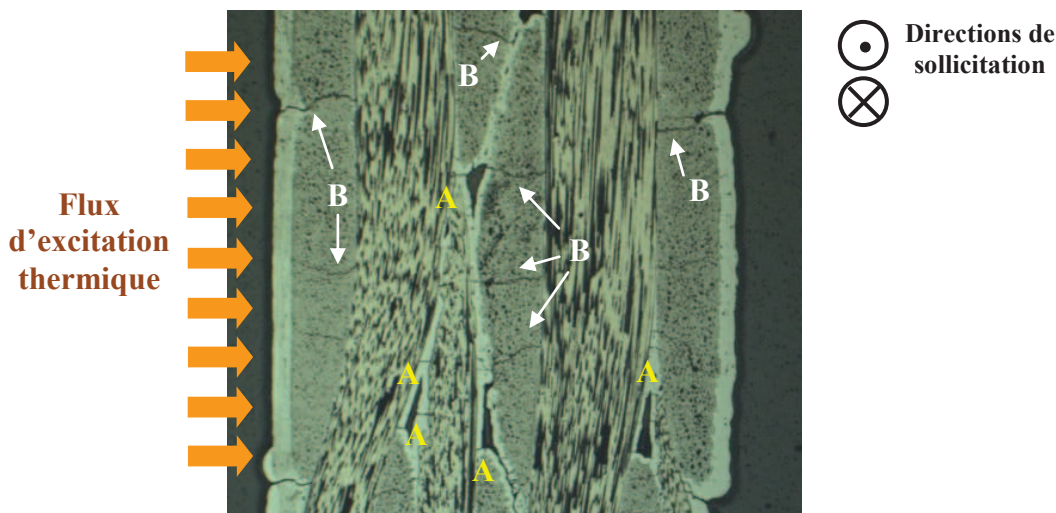


Figure 5 – Cliché micrographique du composite étudié post-essai Mise en évidence de la fissuration transverse (A) et matricielle (B)

## 5. Conclusion

Les résultats présentés dans ce travail confirment la nécessité de s'intéresser à la mise en place de méthodes de mesures locales pour caractériser précisément les propriétés thermiques des matériaux anisotropes mais également pour suivre les dommages mécaniques et leurs effets. La corrélation avec les courbes de comportement du composite étudié, associé aux descriptions microstructurales démontre bien l'intérêt d'une analyse quantitative de ces variations de propriétés pour établir le lien avec le scénario d'endommagement.

Ce travail est actuellement présent poursuivi en adaptant la démarche aux objets tubulaires multicouches représentatifs de l'application visée. La transposition du banc expérimental en environnement hostile (température élevée, flux convectif) doit également être étudiée.

### Références

- [1] J.K. Farooki, M. Sheikh, « Finite element modelling of thermal transport in ceramic matrix composites », Computational Materials Sciences, vol. 37, pp. 361-373, 2006.
- [2] M. Bamford, « Méthode flash et thermographie infrarouge pour la cartographie de propriétés thermophysiques : application à la caractérisation en thermographie », thèse de doctorat, 2007.
- [3] J. El Yagoubi « Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multiéchelle », thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, 2011.
- [4] W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butler, G.L. Abbott, « Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity », J. of Appl. Physics, vol. 32, n°9, pp. 1679-1684, 1961.
- [5] D. Mourand, J. Gounot, J.C. Batsale, « New sequential method to process noisy temperature response from flash experiment measured by infrared camera », Review of Scientific Instruments, vol. 69, pp. 1437-1440, 1998.
- [6] L. Cheng, Y. Xu, Q. Zhang, L. Zhang, « Thermal diffusivity of 3D C/SiC composites from room temperature to 1400°C », Carbon, vol. 41, pp. 707-711, 2003.