

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Le procédé sol-gel nous a permis d'élaborer des matériaux composites modèles unifilamentaires à fibres longues de type SiC enrobées d'une matrice de silice sol-gel. La méthode consiste à incorporer une fibre longue de SiC dans un sol (TMOS : Tétraméthylorthosilicate), puis à réaliser la gélification, le séchage du gel obtenu puis sa densification à haute température. Pendant les étapes de préparation, deux méthodes de séchage ont été utilisées pour l'obtention de composites modèles :

- séchage conventionnel qui donne un xérogel (composites modèles à matrice de silice **ex-xérogel**),
- le séchage supercritique qui donne un aérogel (composites modèles à matrice de silice **ex-aérogel**).

La détermination des propriétés interfaciales des échantillons obtenus (contraintes interfaciales de décohésion τ_d et de frottement τ_f) a impliqué des essais micromécaniques qui ont été effectués en utilisant deux techniques expérimentales ayant nécessité la mise au point de montages originaux :

- Un montage permettant de réaliser l'extraction (pull-out) de la fibre incorporée dans un échantillon cylindrique;
- Un montage de micro-indentation, piloté par ordinateur, permettant de réaliser l'enfoncement "push-out" et la poussée en sens inverse "push-back" de la fibre en travaillant sur des échantillons minces.

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

1) En ce qui concerne les composites modèles à matrice de silice **ex-xérogel**:

Bien qu'il puisse paraître paradoxal d'utiliser la méthode conventionnelle pour sécher un gel contenant une fibre longue, compte-tenu de la forte contraction du gel au cours de l'étape de séchage autour de la fibre (laquelle ne subit pas de déformation), cette voie a permis cependant d'obtenir des échantillons composites à matrice de silice **ex-xérogel** et fibres de SiC : XR-BP, XR-S2 et XR-S6. Les essais d'extraction "pull-out" et d'indentation "push-out et push-back" réalisés sur les différents composites élaborés ont permis de caractériser le comportement interfacial de ces composites.

L'endommagement à l'interface provoqué par le retrait important du gel durant la préparation de ces composites conduit à une dispersion des caractéristiques interfaciales. Cette dispersion relativement importante ne permet pas de distinguer le rôle du revêtement sur la fibre et de son épaisseur sur l'évolution des propriétés interfaciales. Malgré ce handicap, nous

avons pu mettre en évidence une certaine différence au niveau du comportement et des caractéristiques selon la technique de mesure mise en oeuvre.

Les résultats obtenus pour les trois types de composites élaborés sont comparables à ceux rapportées dans la littérature pour des composites à fibres SiC incorporées dans différentes matrices de verre borosilicaté et fabriqués par pressage à chaud. Par exemple pour le composite XR-S6 (fibre SCS-6), les contraintes interfaciale de la décohésion τ_d et du frottement τ_f sont de l'ordre de : en pull-out $\tau_d \sim 8$ MPa et $\tau_f \sim 5$ MPa ; en push-out $\tau_d \sim 11$ MPa et $\tau_f \sim 6$ MPa.

Par contre, il faut noter que les caractéristiques obtenues pour les composites à matrice de silice et fibre de SCS-6 fabriqués par pressage à chaud sont relativement faibles par rapport à celles que nous avons mesurées sur nos échantillons. Cette différence est en grande partie liée à la technique de fabrication qui joue un rôle très important pour déterminer le niveau de la contrainte radiale résiduelle exercée à l'interface.

2) En ce qui concerne les composites modèles à matrice de silice **ex-aérogel**:

L'élaboration des composites par cette technique, a permis d'obtenir des composites où aucune fissuration à l'interface n'a été observée. Cette amélioration est obtenue grâce au changement de la méthode de séchage (séchage supercritique) des gels après l'étape de gélification.

Dans les trois types de composites à matrice ex-aérogel : AR-BP, AR-S2 et AR-S6, nous avons aussi pu montrer l'effet de la température de densification T_d sur les propriétés interfaciales des composites modèles élaborés.

Les caractéristiques τ_d et τ_f sont plus élevées lors de densification à 1300 °C dans les trois types de composites élaborés. Par exemple pour le composite AR-S6 (fibre SCS-6), les contraintes interfaciales de la décohésion τ_d et du frottement τ_f sont de l'ordre de : en pull-out $\tau_d \sim 12$ MPa et $\tau_f \sim 10$ MPa ; en push-out $\tau_d \sim 15$ MPa et $\tau_f \sim 12$ MPa. A cette température le frottement de la fibre est plus important car on se situe au point de retrait maximum de l'aérogel et de part et d'autre de cette température, on a noté après refroidissement à 25 °C que le retrait était moins important. Par conséquent, la contrainte radiale résiduelle résultant du traitement à 1300 °C est plus élevée par rapport à celles obtenues aux autres températures de densification.

Avec l'interface non endommagée par des microfissures internes autour de la fibre, nous avons pu distinguer à l'aide des résultats obtenus sur les trois composites élaborés, les rôles respectifs du revêtement et de la rugosité des fibres sur les propriétés de l'interface. On constate aussi, comme dans les composites à matrice de verre ex-xérogel, l'intervention de l'effet de Poisson dans les propriétés interfaciales obtenues à partir des deux essais de caractérisation.

Si on compare les caractéristiques interfaciales obtenues pour les composites à matrice de silice **ex-aérogel**, on trouve que les caractéristiques du composite AR-S6.1300 sont du

même ordre de grandeur que celles des composites à matrice de borosilicate. Par contre, nos valeurs sont beaucoup plus élevées que celles de composites à matrice de silice et de fibre de SCS-6 fabriqués par pressage à chaud.

Par ailleurs, pour tous les types de composites élaborés et avec les deux techniques de caractérisation (extraction et micro-indentation) que nous avons utilisées, nous avons constaté la présence d'un effet d'usure pendant l'étape du glissement, phénomène qui a été plus précisément analysé dans le cas de l'essai d'extraction "pull-out". Le coefficient d'usure a pu être déterminé avec une assez bonne précision.

Pour suivre l'usure pendant les essais de micro-indentation, une autre méthode a été appliquée consistant à réaliser des cycles successifs de push-out et de push-back sur le même échantillon. Avec cette méthode, nous avons observé aussi la présence de l'usure pendant les premiers essais, mais à partir du troisième cycle ce phénomène n'apparaît plus.

Ce travail a mis en évidence l'importante primordiale du rôle de la méthode de fabrication d'un composite pour déterminer son comportement et en particulier le comportement interfacial fibre/matrice. L'utilisation du procédé sol-gel doit permettre en outre d'ajuster les propriétés interfaciales par le contrôle de la méthode de séchage et de la température de densification. Par ailleurs, cette méthode permet d'élaborer d'autres types de matrices pour lesquelles le coefficient de dilatation serait ajustable: des essais préliminaires sur des matrices du système Silice-Oxyde de Bore ont été très concluants. De même l'extension de la méthode d'élaboration et d'analyse micromécanique à des échantillons comportant plusieurs fibres parallèles et plus ou moins rapprochées pourrait permettre de faire le joint entre le comportement du composite unifilamentaire et les matériaux composites industriels multifibres. Là encore, des essais préliminaires non détaillés dans ce mémoire confirment cette possibilité.

Ce travail n'est donc qu'une première étape qu'il serait intéressant de poursuivre dans l'optique des deux derniers points cités.