Méthodologie pour le durcissement et l'accélération d'essais sur composites à matrice céramique aéronautiques

Coraline Simon

▶ **To cite this version:**

Coraline Simon. Méthodologie pour le durcissement et l'accélération d'essais sur composites à matrice céramique aéronautiques. Autre. Université de Bordeaux, 2017. Français. NNT : 2017BORD0681 . tel-01627567

HAL Id: tel-01627567
https://theses.hal.science/tel-01627567

Submitted on 2 Nov 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Numéro d'ordre : 87828

université de BORDEAUX

THÈSE

Présentée à

L'UNIVERSITE DE BORDEAUX

Ecole Doctorale des Sciences Chimiques

Par

CORALINE SIMON

Ingénieur ISAE-SUPAERO

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité : Physico-chimie de la matière condensée

METHODOLOGIE POUR LE DURCISSEMENT ET L'ACCELERATION D'ESSAIS SUR COMPOSITES A MATRICE CERAMIQUE AERONAUTIQUES

Sous la direction de Francis Rebillat et Gérald Camus

Soutenue le 02/10/2017

Devant la Commission d'examen formée de :

Pr.	Christophe Bouvet	ISAE-SUPAERO, Toulouse	Président
Dr.	Nathalie Godin	INSA, Lyon	Rapporteur
Pr.	Zoheir Aboura	UT, Compiègne	Rapporteur
Pr.	Gregory Morscher	Université d'Akron, OH, USA	Examinateur
Dr.	Eric Bouillon	SAFRAN Ceramics	Examinateur
Pr.	Francis Rebillat	Université de Bordeaux, LCTS	Directeur de thèse
Dr.	Gérald Camus	CNRS, LCTS	Co-directeur de thèse

We especially need imagination in science.
It is not all mathematics, nor all logic,
but it is somewhat beauty and poetry.

Maria Mitchell (1818-1889), astronome

REMERCIEMENTS

Ces trois années de thèse ont été pour moi une expérience très enrichissante et épanouissante, autant scientifiquement qu'humainement. Bien que cet exercice nécessite une grande autonomie, j'ai perçu ce projet de thèse comme un réel travail d'équipe, et la qualité de ce manuscrit aurait certainement été bien moindre sans la contribution de toutes les personnes qui suivent, et probablement d'autres encore.

Cette thèse, en contrat CIFRE avec SAFRAN Ceramics, s'est déroulée au sein du Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (LCTS) à Pessac (33). Je remercie les directeurs successifs, **Francis Teyssandier** et **Gérard Vignoles**, ainsi que les administrateurs successifs, **François Trouillez** et **Roger Fischer**, pour leur accueil au sein du laboratoire et pour m'avoir permis de réaliser mes travaux dans les meilleures conditions.

Je tiens à remercier sincèrement les membres du Jury qui m'ont fait l'honneur d'évaluer mon travail. **Nathalie Godin** (INSA Lyon) et **Zoheir Aboura** (UT Compiègne) ont accepté d'examiner ce manuscrit de thèse. Je leur suis très reconnaissante du temps passé à analyser ce travail ainsi que pour toutes les questions très constructives qu'ils ont pu poser durant la soutenance, j'ai beaucoup apprécié nos échanges scientifiques. Je remercie également **Christophe Bouvet** (ISAE-SUPAERO) d'avoir présidé mon jury de thèse. Cela m'a fait particulièrement plaisir qu'il tienne ce rôle, trois années après avoir été mon professeur à SUPAERO.

I would like to sincerely thank **Gregory Morscher** for having welcomed me in his group during 4 months at the University of Akron, OH, USA. This was an incredible experience for me, both scientifically and personally. Thank you for taking the time to integrate me in your group, and for providing the equipment and time to make sure that my stay in Akron would be as productive as possible. You have taught me a lot about the methods you have developed in your long experience, and I have learnt so much at your sides during our frequent discussions. In addition to the high scientific enrichment of this collaboration, I am truly grateful to have met you for your human qualities, and having made me feel at home in the US, with this kayaking trip or evening at the campsite… Thank you for having crossed the ocean to come for my defense, it was an honor to have you in the committee. It was also a real pleasure to share with you in return the places I like best around Bordeaux.

Je remercie bien sûr **Francis Rebillat**, mon directeur de thèse, pour son implication et ses conseils avisés. En plus de m'avoir transmis les bases de la chimie de l'oxydation, il a surtout su me faire rapidement confiance, et me laisser une grande liberté pour mener mes travaux, tout en étant présent pour discuter des orientations à donner et des analyses à tirer. Je remercie de même **Gérald Camus**, mon co-directeur de thèse, d'avoir toujours été disponible pour échanger et en particulier affiner nos analyses mécaniques. Nous avons rapidement abouti à une manière de travailler ensemble efficace et

productive, de plus agréable et dans la bonne humeur. Je vous remercie de m'avoir accompagnée durant ces trois années, et de m'avoir fait progresser sur mon chemin d'apprenti chercheur.

Je remercie **SAFRAN Ceramics** (ex-Herakles) d'avoir financé ces travaux de thèse en contrat CIFRE. Je tiens à remercier **Eric Bouillon** (directeur scientifique à SAFRAN Ceramics) d'avoir fait partie de mon jury et de m'avoir accompagnée du côté industriel durant ces trois années, mais aussi pour le temps et l'énergie mis en œuvre pour me permettre de partir à l'Université d'Akron pour collaborer avec Gregory Morscher. C'est une opportunité incroyable que vous m'avez donnée, merci de m'avoir fait confiance, j'espère avoir été à la hauteur.

Les échanges que j'ai pu avoir avec mes ingénieurs de suivi SAFRAN ont toujours été constructifs et enrichissants, avec un point de vue complémentaire à celui du laboratoire. Je remercie à ce titre **Vincent Herb**, **Florent Bouillon** et **Jean-François Henne** pour leurs conseils avisés. Je remercie également **Fabien Larribau-Lavigne** et **Jean-Paul Dumazel** d'avoir pris le temps d'effectuer pour moi un essai de longue durée sur les installations SAFRAN.

Durant ces trois années, les échanges que j'ai pu avoir avec tous les membres du laboratoire m'ont beaucoup apporté. En particulier, je voudrais remercier sincèrement **Bruno Humez**, qui a réalisé une grande partie des essais mécaniques de cette thèse, pour son implication et son investissement. Tu t'es largement investi pour la mise en place des mesures de résistance, et tu as consacré beaucoup d'énergie et de temps pour aboutir à la meilleure qualité de mesure possible. Même au-delà de ton aide technique, les questions que tu te posais, ta curiosité et les nombreuses discussions que nous avons pu avoir m'ont largement aidée dans ma réflexion sur ces sujets. Il a été très agréable de travailler avec toi durant ces trois ans. Je remercie également **Guillaume Couégnat**, pour avoir été très présent dans l'encadrement de Guillaume Dugast, et pour les conseils qu'il a pu me donner. Merci à **Muriel Alrivie** pour m'avoir formée à la préparation des échantillons avec le sourire, à **Laurence Maillé** pour tes conseils et ton énergie, et à **Florence Croizer**, pour la partie administrative et surtout pour ton dynamisme et les cours de cardio-dance !

Merci à **Guillaume Dugast**, qui a effectué son stage de fin d'études avec moi en 2016, pour ton sérieux, ta motivation et ta bonne humeur. Ce fut un plaisir de travailler avec toi, et j'espère avoir pu te transmettre à mon niveau un petit goût pour la recherche… Je ne t'en ai apparemment pas détourné puisque tu as choisi de te lancer à ton tour dans l'aventure de la thèse, que je te souhaite tout aussi épanouissante qu'elle a été pour moi.

I would like to thank all the students in Dr. Morscher's group in Akron, **Mani, Yogesh, Soleshana, Ragav, Ryan, Zipeng, Mike** and **Kent**, for having quickly integrated me in their group, for their help and advice during my tests, the interesting discussions we had about ER and many others subjects, and all the nice moments we shared together, around a beer or a football game… A special thank to **Rabih** for your kindness and your help for both work and practical issues, and for the roadtrip in Florida among the alligators!
I want to thank as well all the amazing people from all over the world that I met in Akron outside work. **Lina**, **Adi**, thank you so much for coming to Bordeaux to visit me, it was a real pleasure to share these moments with you. **Lydia**, thanks for being such a supportive friend. **Eli, Cody, Noor, Mostak, Oriana, Naira, Joe, Nicole & Natalie**, thanks for teaching me so much about the US, Egypt or

Bangladesh, and for all the great moments we shared, either visiting Cleveland, going on a biking or camping trip in Ohio beautiful parks, making crêpes, dancing swing and salsa, and so much more…

Je voudrais remercier évidemment tous les thésards avec qui j'ai partagé ces quelques années, ceux qui étaient déjà bien lancés dans l'aventure et à présent docteurs, **Rémi, Adrien, Simon, Paul, Alex, Morgan, Charlotte, Guillaume, Simon**… Merci pour tout ce que vous m'avez apporté, tous vos conseils, et tous les moments mémorables passés ensemble, autour d'une partie de cartes, d'un verre ou d'un de ces fameux restos thésards !
Je remercie également tous les thésards qui ont débuté leur thèse il y a un an ou deux, **Amandine L., Amandine R., Nicolas, Vincent, Inès, Anthony, Benjamin, Manon, Laurine, Héloïse, Floriane**, gardez votre énergie et votre bonne humeur jusqu'au bout de la thèse !

Je remercie **Felana**, mon rayon de soleil sur ces derniers mois de thèse, ainsi qu'**Elodie**, pour tous les bons moments partagés, le soutien moral du bureau 60, et les discussions à tendance parfois canine, labrador or Yorkshire…

Trois années passées ensemble, à partager les meilleurs moments comme les plus difficiles, créent forcément des liens indéfectibles. D'autant plus quand on a la chance de partager cette aventure avec des personnes aussi généreuses et sincères… **Caroline**, **Solenne**, merci d'avoir toujours été présentes. Notre soutien mutuel a réellement été indispensable pour arriver au bout de l'aventure (entre autres parce que l'on pouvait mieux comprendre que nos proches notre caractère « susceptible » en troisième année !...) Je suis vraiment heureuse d'avoir pu construire de telles amitiés durant mon passage à Bordeaux, et je n'aurais pas pu rêver d'une meilleure personne avec qui partager mon bureau durant trois ans !

Je tiens enfin à remercier ma famille : mon frère, **Bertrand** (bientôt à ton tour de devenir Docteur !), et **mes parents**, pour avoir toujours été là pour moi, m'avoir soutenu dans mes choix, redonné confiance quand j'en avais besoin, et aussi fait relativiser quand je me mettais parfois trop de pression…
Enfin, je remercie **Darius**, pour m'avoir soutenue durant ces trois années et plus, et pour avoir accompagné patiemment mes hauts et mes bas durant cette aventure. Les allers-retours incessants entre Bordeaux et Toulouse arrivent enfin à présent à leur terme, et une nouvelle étape de notre vie commence…

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE ……1

CHAPITRE I – SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction **11**

1. Accélération d'essais **12**

1.1. Contexte et définition **12**

1.2. Différents types d'essais accélérés **12**

1.3. Principes et hypothèses de base **13**

1.4. Modèles de vie accélérée **14**

1.4.1. Modèles statistiques de vie accélérée: principes 14

1.4.2. Modèles d'accélération usuels (relation durée de vie - contrainte) 15

1.4.3. Modèle Step-Stress et loi de Miner 16

1.5. Limitations **17**

2. Propriétés des Composites à Matrice Céramique **19**

2.1. Constituants d'un composite SiC/[Si-B-C] et comportement sous conditions oxydantes **19**

2.1.1. Les fibres Nicalon NL207 19

2.1.2. L'interphase PyC 21

2.1.3. La matrice auto-cicatrisante basée sur le système [Si-B-C] 22

2.1.4. Bilan de l'oxydation des constituants du composite SiC/[Si-B-C] 26

2.2. Comportement thermomécanique d'un CMC à matrice auto-cicatrisante **27**

2.2.1. Comportement mécanique en traction à température ambiante 27

2.2.2. Comportement mécanique à haute température 30

2.3. Paramètres influençant les cinétiques d'endommagement sur CMC **33**

2.3.1. La pression partielle d'eau et le rapport $P(H_2O)/P(O_2)$ 34

2.3.2. La température (sous atmosphère oxydante) 35

2.3.3. Le type de chargement statique/cyclique 36

2.3.4. La fréquence de cyclage mécanique 36

3. Méthodes de suivi en temps réel de l'endommagement sur CMC 38

3.1. Résistivité électrique 38

3.1.1. Suivi d'endommagement par mesure de résistance électrique sur les composites à matrice organique (CMO) 39

3.1.2. Valeurs de résistivités des constituants de CMC 42

3.1.3. La résistance électrique : suivi d'endommagement à température ambiante 43

3.1.4. Mesure de résistance à haute température 45

3.1.5. Modélisation 46

3.2. Emission acoustique 48

3.2.1. Présentation du suivi d'endommagement par émission acoustique 48

3.2.2. Apports de l'émission acoustique modale 50

3.2.3. Emission acoustique et évaluation de l'endommagement 52

Bilan 55

CHAPITRE II - MATERIAU & METHODES

Introduction 59

1. Présentation du matériau Cerasep® A40C 60

2. Méthodes d'évaluation du comportement thermomécanique du matériau 62

2.1. Moyens d'essais mécaniques 62

2.1.1. Machine de traction électromécanique à température ambiante (Instron 4505) 62

2.1.2. Machine de traction hydraulique à haute température (Instron 8501) 63

2.1.3. Machine de traction électromécanique à haute température en atmosphère contrôlée (Instron 8861) 63

2.1.4. Machine de traction électromécanique à haute température sous vide ou gaz neutre (Instron 8562) 64

2.2. Analyse des résultats d'essais mécaniques 65

2.2.1. Caractérisation morphologique 65

2.2.2. Analyse du comportement mécanique 66

3. Instrumentations spécifiques pour un suivi en continu de l'endommagement 69

3.1. Emission acoustique 69

3.1.1. Système d'acquisition EA utilisé au LCTS 69

3.1.2. Système d'acquisition EA utilisé à Akron (EA modale) 73
3.2. Résistance électrique 74
3.2.1. Elaboration des contacts électriques 74
3.2.2. Montage électrique 75
3.2.3. Validation 75
4. Stratégie d'accélération d'essais basée sur le cycle avion 78
Bilan 83

CHAPITRE III - INFLUENCE DES CONDITIONS DE VIEILLISSEMENT MECANIQUES ET ENVIRONNEMENTALES SUR L'ENDOMMAGEMENT ET LA DUREE DE VIE DU MATERIAU

Introduction 87
1. Conditions d'essai sélectionnées avec une contrainte maximale de 100 MPa 88
1.1. Matrices d'essais 88
1.2. Etat de fissuration de l'A40C après chargement à 100 MPa 90
2. Influence de la pression partielle d'eau en fatigue statique 91
2.1. Analyse mécanique 91
2.2. Analyse acoustique 97
2.3. Analyse de la résistance électrique 98
3. Influence des conditions de sollicitation mécanique à contrainte maximale de 100 MPa 101
3.1. Influence du type de chargement (cyclique / statique) 101
3.1.1. Analyse mécanique 101
3.1.2. Analyse acoustique 104
3.1.3. Analyse de la résistance électrique 106
3.2. Influence de la fréquence de cyclage mécanique 108
4. Influence de la température 111
Bilan 115

CHAPITRE IV - MODELISATION DE L'AUTO-CICATRISATION ET DE L'INFLUENCE DE L'ENDOMMAGEMENT SUR LA RESISTANCE ELECTRIQUE

Introduction 119

1. Modélisation des phénomènes simultanés d'oxydation et de volatilisation dans un matériau multi-phasique auto-cicatrisant 120

1.1. Développement du modèle d'oxydation-volatilisation 120

1.1.1. Oxydation sous atmosphère sèche 120

1.1.2. Introduction des effets de l'humidité 121

1.2. Résultats et analyses 123

1.2.1. Application à un composite avec une matrice de 5 couches de SiC et de B_4C sous atmosphère humide 123

1.2.2. Application du modèle de matériau moyenné 124

2. Modélisation de l'effet de l'endommagement sur la résistance électrique du matériau 126

2.1. A température ambiante 126

2.1.1. Résultats expérimentaux 126

2.1.2. Développement du modèle électro-mécanique 127

2.1.3. Validation du modèle 129

2.2. Sous conditions oxydantes 131

2.2.1. Résultats expérimentaux 131

2.2.2. Développement du modèle d'évolution globale de résistance 132

2.2.3. Validation du modèle 134

3. Applications combinant oxydation, endommagement mécanique et résistance électrique ... 136

3.1. Efficacité de l'auto-cicatrisation en fatigue mécanique à différentes températures : Application du modèle d'oxydation à l'évolution de résistance électrique 136

3.2. Justification à l'aide du modèle d'oxydation de l'hypothèse de cinétique linéaire considérée dans le modèle d'évolution de résistance sous conditions oxydantes 141

Bilan 143

CHAPITRE V - VERS UNE METHODOLOGIE POUR L'ACCELERATION D'ESSAIS

Introduction **147**

1. Indicateurs d'endommagement basés sur les techniques de suivi non destructif **148**

1.1. Maximum local de module à la recharge **148**

1.2. Emission acoustique et sévérité **150**

1.3. Indicateurs liés a la résistance électrique **153**

1.3.1. Evolution globale de résistance électrique 153

1.3.2. Résistance électrique durant les cycles de décharge-recharge 157

2. Essais supplémentaires complétant la stratégie d'accélération d'essais **163**

2.1. Influence de la contrainte maximale des cycles mécaniques : Catégorie de contraintes intermédiaires 164

2.2. Catégorie de contraintes faibles 170

3. Synthèse vers une méthodologie pour l'accélération d'essais **173**

Bilan **179**

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES 183

Publications et communications **191**

Références bibliographiques **193**

ANNEXES

Annexe A - Evolution de la résistance lors des cycles de décharge / recharge interposés 207

Annexe B - Influence de différentes conditions de vieillissement sur le comportement mécanique en traction/cisaillement 209

Annexe C - Considération des problématiques liées à la dispersion 212

Annexe D - Location of damage and failure on a SiC/[Si-B-C] composite using multi-channel electrical resistivity monitoring 216

Annexe E - Modeling of the influence of sample geometry on the electrical resistance of ceramic matrix composites 229

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Face à la très forte croissance du trafic aérien avec des prévisions de doublement de la flotte mondiale d'aéronefs d'ici 15 à 20 ans, en particulier dans les pays émergents, la réduction de la consommation de carburant et des émissions d'agents polluants est actuellement l'un des défis cruciaux de l'industrie aéronautique. La diminution de la consommation de carburant peut être obtenue par l'allègement des pièces ainsi que par l'amélioration du rendement des moteurs, ce dernier point impliquant une augmentation de leur température de service. Les superalliages actuellement majoritairement utilisés présentent des températures d'utilisation maximales d'environ 1100°C [Naslain2004], limitées par leur caractère métallique. En outre, leur densité élevée (environ 8,2 g/cm^3 pour un Inconel) demeurera un inconvénient majeur impossible à améliorer. Une rupture technologique impliquant l'introduction de nouveaux types de matériaux est donc indispensable pour atteindre les objectifs ambitieux fixés par les autorités aéronautiques européennes de réduction de 90% des rejets de NOx et de 75% des émissions de CO_2 par kilomètre et par passager d'ici 2050, par rapport à l'année 2000.

C'est ainsi que SAFRAN Ceramics cherche à développer et mettre en place un type de matériau nouveau pour les moteurs aéronautiques : les composites à matrice céramique (CMC). Ces composites thermo-structuraux présentent une faible densité associée à de bonnes propriétés thermomécaniques, permettant des applications dans des zones à hautes températures, avec des objectifs atteignant 1300°C. Les températures d'utilisation ne sont plus limitées par le caractère métallique du matériau comme pour les superalliages. Cependant, leur mise en œuvre soulève des questions liées à la durabilité, la fiabilité, la production et au coût. L'un des enjeux majeurs des CMC est leur tenue à l'oxydation : les aubes de turbine par exemple sont en contact avec des gaz chauds chargés en dioxygène et en vapeur d'eau, ce qui constitue des conditions particulièrement oxydantes. Or, les premiers CMC développés au début des années 70 sont des composites C/C qui s'oxydent dès les faibles températures (400°C). Les compositions ont ensuite évolué vers des composites C_f/SiC_m, puis SiC_f/SiC_m, afin de réduire les différences de coefficients de dilatation thermique entre matrice et fibres, et de disposer de fibres dont la tenue à l'oxydation a été améliorée. Des composites aux propriétés auto-cicatrisantes ont ensuite été élaborés grâce à l'introduction de matrices multi-séquencées, contenant des couches qui réagissent avec l'oxygène en formant un oxyde fluide bouchant les fissures.

Les composites à matrice céramique demeurent par nature des composites dits inverses : la déformation à rupture de la matrice est bien plus faible que celle des fibres. Cela implique une micro-fissuration de la matrice lors d'une sollicitation mécanique. Cependant, cet inconvénient est devenu un atout essentiel des CMC en leur conférant un caractère non fragile de type élastique-endommageable malgré la fragilité intrinsèque de leurs constituants. Cette capacité à résister à la propagation des fissures est due à l'introduction ingénieuse d'un matériau interfacial entre la fibre et la matrice capable de contrôler la déviation des fissures ; cette interphase peut être par exemple constituée de pyrocarbone lamellaire. Or, lors de la fissuration naturelle de la matrice, des chemins d'accès pour l'oxygène et la vapeur d'eau peuvent être ouverts jusqu'aux fibres et à l'interphase :

cette interphase étant très sensible à l'oxydation, sa dégradation conduit à une mauvaise déviation des fissures du mode I au mode II et à une fragilisation drastique du matériau avec perte des propriétés mécaniques. Pour remédier à ce problème, des CMC à matrice auto-cicatrisante ont été élaborés [Vandenbulcke1996, Naslain1995] : les fissures peuvent être bouchées dans certaines conditions environnementales par la formation d'un oxyde liquide, bloquant l'accès de l'oxygène aux fibres.

Figure 1 - Arrière-corps en composite à matrice céramique de type A40C (programme ARCOCE) monté sur A320 [Safran2015]

Ces développements ont notamment mené à la conception du composite Cerasep A40C qui constitue le support de cette thèse. Les applications visées pour ce matériau sont les parties arrière du moteur dites tièdes, c'est-à-dire entre 500°C et 800°C environ. L'objectif de première certification aéronautique civile étant associé à ce matériau, il était en effet stratégique de commencer par une pièce beaucoup moins critique que celles présentes dans les zones chaudes du moteur. Comme les températures d'applications ne sont pas très élevées, les choix des constituants de ce composite ont intégré une contrainte économique de manière à être au maximum compétitif vis-à-vis des autres matériaux concurrents pour ce type d'application. Des fibres SiC à coût relativement bas (NL207) ont été sélectionnées, ainsi qu'une interphase pyrocarbone ; les faibles propriétés en tenue à l'oxydation de ces constituants ont été compensées par l'introduction d'une matrice auto-cicatrisante. Le projet ARCOCE (ARrière COrps en composites CEramiques) a abouti à la conception d'un cône d'éjection (aussi appelé plug) basé sur le composite A40C (Figure 1). Le 22 avril 2015, le démonstrateur du cône d'éjection a obtenu de l'EASA (European Aviation Safety Agency) la certification pour équiper des vols commerciaux, ce qui constitue un jalon historique dans la mise au point de la technologie CMC en vue d'applications aéronautiques civiles [Safran2015]. Ce démonstrateur a été monté sur l'un des deux moteurs CFM56 d'un A320 de la compagnie Air France, qui a effectué quelques milliers d'heures de vol sur des lignes commerciales en Europe. Si ceci constitue une vraie réussite et un grand pas vers la certification de pièces en CMC en série, le matériau A40C ne sera pas utilisé commercialement pour des raisons économiques ; les compétences développées durant sa conception et l'analyse de son comportement restent toutefois essentielles en vue du développement d'autres types de CMC.

Encore plus récemment, le moteur LEAP développé conjointement par General Electrics (GE) et SAFRAN intègre quelques pièces en CMC dans les parties chaudes (à la charge de GE). Les prochains

objectifs d'applications visés par SAFRAN concernent les anneaux de turbine et les distributeurs des turbines haute pression, ainsi que dans un second temps les aubes de turbine haute pression. Les températures visées atteignant 1300°C, les constituants des composites développés à ces fins sont très différents de l'A40C, avec notamment des fibres à la composition plus pure, une interphase BN plus résistante à l'oxydation et une matrice élaborée par infiltration de silicium liquide.

Les CMC sont utilisés depuis déjà quelques décennies dans les domaines spatial et militaire (première tuyère C/C lancée en 1972 [Christin2002]), mais leur introduction en aéronautique est beaucoup plus récente et soulève de nouvelles problématiques. Les températures d'utilisation sont certes beaucoup moins élevées, mais les exigences en termes de durabilité sont d'un tout autre ordre de grandeur. Certaines pièces pour application militaire ont des durées de fonctionnement de quelques minutes, mais il s'agit pour l'A40C d'une durée de vie idéalement égale à celle de l'appareil lui-même, soit 50000h à 80000h. En outre, les exigences de certification aéronautique constituent une contrainte à intégrer dès le début du projet. En effet, un coefficient de sécurité est pris en compte dans la démonstration de conformité : pour les pièces métalliques, on démontre classiquement trois fois la durée de vie souhaitée aux charges limites, ou bien on démontre la durée de vie souhaitée mais avec une charge supérieure (d'un facteur généralement autour de 1,4).

Même en réduisant les 4 heures de vol d'un moyen-courrier à une heure en conservant seulement les phases les plus endommageantes, avec 50000 cycles sol-air-sol à justifier, les durées atteintes sont totalement inaccessibles par l'expérience. En effet, les durées maximales d'essais concevables sont d'environ 4000 à 6000h industriellement et 400 à 500h au maximum pour des laboratoires publics tels que le LCTS (avec un parc de machines d'essais limités et des contraintes temporelles liées aux 3 ans de préparation d'une thèse).

C'est dans ce contexte que s'inscrivent les travaux présentés dans ce manuscrit. Cette thèse CIFRE financée par SAFRAN Ceramics et menée au Laboratoire des Composites Thermostructuraux a pour but de contribuer à la future certification de CMC pour des applications aéronautiques, en réduisant les temps d'essais nécessaires à la constitution du dossier de justification à travers la mise en place d'une méthodologie pour l'accélération d'essais sur ces matériaux.

L'objectif principal de cette thèse est d'établir une méthodologie pour le durcissement et l'accélération d'essais, basée sur le Cerasep A40C.

Il s'agit d'une problématique qui a été abordée sur de nombreux matériaux car elle permet d'établir les durées de vie de produits de manière fiable et en un temps réduit. Cependant, concernant les CMC, elle n'a jamais été traitée pour fournir une méthodologie fiable. Cet objectif comprend deux principaux enjeux :

- Définir des conditions de durcissement plus sévères que les conditions rencontrées pendant un cycle avion.
- Déterminer des conditions d'essais permettant d'augmenter les vitesses des mécanismes mis en jeu sans en modifier significativement la nature, ainsi que des indicateurs de suivi d'endommagement, afin de pouvoir en déduire des durées de vie en conditions standard.

Accélération et durcissement ne sont pas considérés ici en parallèle : l'objectif est d'accélérer des essais durcis. Il s'agit de définir une méthodologie : les coefficients précis permettant d'effectuer le lien entre les deux échelles de temps pour ce matériau A40C ne sont pas nécessairement attendus. En revanche, la méthodologie et les moyens nécessaires sont à déterminer. Il faudrait de plus que cette méthode soit transférable vers d'autres matériaux utilisés à SAFRAN Ceramics.

Il sera nécessaire de préciser ce qui peut être attendu de « l'accélération d'essais » : cette expression pourrait laisser entendre que l'objectif fixé est de mettre au point une méthode « magique » donnant exactement les mêmes informations qu'un essai standard mais après un temps d'essai 50 fois plus faible, en indiquant des équivalences précises entre telles conditions standard et telles conditions accélérées. Si cet objectif pourrait être approché dans le cas d'un produit très simple présentant un unique mécanisme d'endommagement obéissant par exemple à une loi d'Arrhenius, il apparaît très rapidement que, dans le cas des CMC à l'architecture et aux comportements thermo-mécaniques et thermo-chimiques complexes, celui-ci est irréaliste et serait probablement peu fiable.

Un axe important de ce travail de thèse sera ainsi de déterminer ce qui peut être attendu de l'accélération d'essais dans le cadre des CMC, et de mettre au point une méthodologie qui se rapproche pertinemment de cet objectif (dont la complétude est clairement irréaliste). Des paramètres influençant les cinétiques d'endommagement du matériau devront être sélectionnés, et cette influence sera quantifiée et analysée au travers d'essais thermo-mécaniques réalisés dans des conditions variées. L'importance du développement de méthodes de suivi d'endommagement adaptées apparaît clairement, notamment dans le but de mettre en place des estimations de durée de vie qui permettraient de réduire la durée nécessaire des essais.

Afin de répondre à ces objectifs, la démarche suivante articulée autour de cinq chapitres est proposée.

- ✓ **Chapitre I : Synthèse bibliographique**

Ce premier chapitre présente un état de l'art sur plusieurs thèmes qui constituent des briques élémentaires mais essentielles à l'établissement d'une méthodologie pour l'accélération d'essais sur CMC. Après quelques éléments concernant les méthodes générales d'accélération d'essai, les propriétés de CMC similaires à l'A40C sont présentées en termes de tenue à l'oxydation des constituants, de comportement thermo-mécanique et de facteurs influençant les cinétiques d'endommagement. Deux des méthodes de suivi d'endommagement utilisées font alors l'objet d'une synthèse bibliographique : l'émission acoustique et la résistivité électrique.

- ✓ **Chapitre II : Matériau et Méthodes**

Après une présentation du matériau Cerasep A40C, les méthodes d'évaluation de son comportement thermo-mécanique sont présentées, à travers la description des moyens d'essais mécaniques et des méthodes d'analyse des résultats d'essais. Les dispositifs expérimentaux de suivi mis en place durant ces essais concernant l'émission acoustique et la résistivité électrique sont alors décrits. Ce second chapitre se conclut sur la proposition d'une stratégie vers l'accélération d'essais basée sur le cycle avion, avec la mise en place de plusieurs catégories de contrainte à traiter différemment, et l'établissement des conditions durcies.

- ✓ **Chapitre III : Influence des conditions de vieillissement mécaniques et environnementales sur l'endommagement du matériau**

Le troisième chapitre présente des résultats d'essai effectués à 100 MPa maximum en faisant varier certains paramètres qui ont été sélectionnés à cause de leur influence sur les cinétiques d'endommagement (pression partielle d'eau, type de chargement statique/cyclique, fréquence de cyclage mécanique, température). Les informations obtenues via les méthodes de suivi sont analysées dans le but de dégager des schémas de comportement qui pourraient être utilisés dans le but d'estimations de durées de vie.

- ✓ **Chapitre IV : Modélisation de l'oxydation et de l'influence de l'endommagement sur la résistance électrique**

Dans ce chapitre, trois modèles différents sont présentés concernant (i) la compétition oxydation/volatilisation dans un matériau multi-phasique auto-cicatrisant, (ii) la résistivité électrique à température ambiante, et (iii) la résistivité électrique sous conditions oxydantes. S'ils peuvent sembler distincts les uns des autres, ils apportent tous une brique de compréhension vers le but de l'accélération d'essais. Il est en effet indispensable de comprendre en détail les mécanismes de dégradation du matériau concerné. De plus, la résistivité électrique n'ayant encore jamais été utilisée sur ce type de CMC, ainsi que sous conditions oxydantes, il a été nécessaire d'apporter beaucoup de compréhension à travers la modélisation afin de pouvoir exploiter ce nouvel indicateur d'endommagement. Cette approche a été mise en place en découplant les différents processus dans un premier temps, puis en intégrant des couplages à travers quelques exemples d'application du modèle d'oxydation dans le but de conforter des hypothèses avancées concernant les évolutions de résistance électrique.

- ✓ **Chapitre V : Vers une méthodologie pour l'accélération d'essais**

Le cinquième et dernier chapitre est dans un premier temps l'objet d'une synthèse des informations acquises via les différentes méthodes de suivi au cours de tous les essais effectués afin de dégager les indicateurs d'endommagement les plus pertinents pouvant permettre des estimations de durées de vie. Les résultats d'essais complémentaires à contrainte plus faible (en accord avec la stratégie d'accélération présentée au Chapitre II) sont alors présentés, et la validité des indicateurs précédemment décrits lors d'essais à contrainte plus faible est évaluée. Enfin, une synthèse de la démarche développée lors de cette thèse est proposée, avec la description étape par étape de la méthodologie pour l'accélération d'essais à laquelle ce travail de thèse a abouti, en précisant dans quelle partie du mémoire chaque étape est traitée.

CHAPITRE I

SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

SOMMAIRE

Introduction **11**

1. Accélération d'essais **12**

1.1. Contexte et définition **12**

1.2. Différents types d'essais accélérés **12**

1.3. Principes et hypothèses de base **13**

1.4. Modèles de vie accélérée **14**

1.4.1. Modèles statistiques de vie accélérée: principes 14

1.4.2. Modèles d'accélération usuels (relation durée de vie - contrainte) 15

1.4.3. Modèle Step-Stress et loi de Miner 17

1.5. Limitations **18**

2. Propriétés des Composites à Matrice Céramique **19**

2.1. Constituants d'un composite SiC/[Si-B-C] et comportement sous conditions oxydantes **19**

2.1.1. Les fibres Nicalon NL207 19

2.1.2. L'interphase PyC 21

2.1.3. La matrice auto-cicatrisante basée sur le système [Si-B-C] 22

2.1.4. Bilan de l'oxydation des constituants du composite SiC/[Si-B-C] 26

2.2. Comportement thermomécanique d'un CMC à matrice auto-cicatrisante **27**

2.2.1. Comportement mécanique en traction à température ambiante 27

2.2.2. Comportement mécanique à haute température 30

2.3. Paramètres influençant les cinétiques d'endommagement sur CMC **33**

2.3.1. La pression partielle d'eau et le rapport $P(H_2O)/P(O_2)$ 34

2.3.2. La température (sous atmosphère oxydante) 35

2.3.3. Le type de chargement statique/cyclique 36

2.3.4. La fréquence de cyclage mécanique 36

3. Méthodes de suivi en temps réel de l'endommagement sur CMC **38**

3.1. Résistivité électrique **38**

3.1.1. Suivi d'endommagement par mesure de résistance électrique sur les composites à matrice organique (CMO) 39

3.1.2. Valeurs de résistivités des constituants de CMC 42

3.1.3. La résistance électrique : suivi d'endommagement à température ambiante 43

3.1.4. Mesure de résistance à haute température 45
3.1.5. Modélisation 46
3.2. Emission acoustique 48
3.2.1. Présentation du suivi d'endommagement par émission acoustique 48
3.2.2. Apports de l'émission acoustique modale 50
3.2.3. Emission acoustique et évaluation de l'endommagement 52

Bilan 55

INTRODUCTION

Ce premier chapitre présente un état de l'art sur plusieurs thèmes essentiels à l'établissement d'une méthodologie pour l'accélération d'essais sur CMC. Après quelques éléments concernant les méthodes d'accélération d'essai générales (non appliquées à un matériau précis), les propriétés de CMC similaires à l'A40C sont présentées en termes de tenue à l'oxydation des constituants et de comportement mécanique à température ambiante ainsi qu'à haute température. Certains facteurs influençant les cinétiques d'endommagement, et potentiellement utiles dans le but d'accélération d'essais, sont mis en évidence et analysés.

Deux des méthodes de suivi d'endommagement mises en oeuvre font alors l'objet d'une synthèse bibliographique : l'émission acoustique et la résistivité électrique.

Enfin, un bilan synthétisera les principaux éléments à retenir pour construire la démarche vers une méthodologie pour l'accélération d'essais sur CMC.

1. ACCÉLÉRATION D'ESSAIS

1.1. CONTEXTE ET DÉFINITION

L'accélération d'essais est une problématique connue dans de nombreux domaines, notamment pour les études de fiabilité, car les méthodes d'essais traditionnelles sont très coûteuses et inefficaces pour déterminer les durées de vie de produits censés fonctionner de manière fiable pendant parfois plusieurs années [Collins2012]. Face à ces lourds enjeux industriels, de nombreuses études sur l'accélération d'essais ont été menées dans des domaines aussi variés que les matériaux (métaux et alliages métalliques, bétons, polymères [Maxwell2005]), composants électroniques (lampes, batteries, isolants [Nelson1980]), composants mécaniques, dans l'alimentaire, etc. [Nelson1990].

Les essais accélérés ont pour but d'obtenir des informations sur la distribution de durée de vie d'un produit (composant élémentaire ou système) dans des délais réduits. Des échantillons sont testés dans des conditions plus sévères (choisies avec soin) afin d'accélérer les dégradations provoquant la défaillance et ainsi de réduire la durée de vie de la pièce, donc celle des essais. La distribution de durée de vie en conditions standard doit ensuite être déduite des durées de vie accélérées.

1.2. DIFFÉRENTS TYPES D'ESSAIS ACCÉLÉRÉS

Les essais accélérés peuvent être classés en deux groupes d'importance et d'utilité comparables mais avec des buts sensiblement différents : les essais accélérés quantitatifs (QuanAT) et les essais accélérés qualitatifs (QualAT) [Escobar2006]. Les essais QuanAT visent à déterminer les distributions de durée de vie, le matériau et ses modes de dégradation et de rupture étant déjà connus au préalable. Les essais QualAT sont utilisés dans des phases plus amont de développement du produit : les conditions sont beaucoup plus sévères que pour les tests QuanAT dans la mesure où le but est d'identifier les faiblesses du produit et d'engager des actions correctives sur la conception du produit.

Les approches *Accelerated Life Testing* (ALT) et *Accelerated Degradation Testing* (ADT) ont été développées principalement pour estimer la fiabilité d'un produit et estimer sa durée de vie en service avant de prévoir son remplacement [Collins 2012]. Elles appartiennent donc à la catégorie QuanAT. Ces méthodes consistent à soumettre des pièces à des essais sous des conditions de température, charge, vibrations, voltage, etc. hors de la plage d'utilisation pour produire une dégradation voire une rupture en un temps plus court. Le but de l'ALT/ADT étant d'accélérer la dégradation qui se produirait en usage normal, Collins spécifie bien que les conditions d'accélération choisies ne doivent pas initier de nouveaux modes de dégradation (fonte d'une soudure par exemple) [Collins2012]. Il faut de plus évidemment modéliser la manière dont les sollicitations réduisent la durée de vie de la pièce.

D'autres méthodes *Highly Accelerated Life Testing* (HALT) [Collins2012] impliquent des niveaux de sollicitation encore plus sévères, mais dont le but est de trouver et corriger des défauts de conception durant le développement du produit (QualAT) ; le but s'éloigne donc ici de celui fixé pour

ce travail de thèse. C'est pourquoi par la suite, cette synthèse bibliographique se concentrera sur les méthodes quantitatives ALT.

1.3. PRINCIPES ET HYPOTHESES DE BASE

Quel que soit le domaine, les mêmes idées de base de l'accélération d'essais sont employées [Escobar2006] : augmenter le taux d'utilisation du produit, son taux de vieillissement, ainsi que le niveau de contrainte imposée (contrainte au sens large du terme). La méthodologie à suivre pour l'accélération d'essais peut être décomposée ainsi [Mensitieri2008] :

- Identification des conditions environnementales et des variables d'influence,
- Identification, compréhension et caractérisation des mécanismes de vieillissement critiques et de leurs interactions,
- Modélisation du comportement en vieillissement dans les conditions d'intérêt,
- Conception d'essais accélérés sur la base de la modélisation,
- Validation de la méthodologie d'accélération d'essais par une comparaison avec des essais en temps réel.

Selon les domaines d'application, les types de contraintes couramment mises en œuvre pour l'accélération d'essai (seules ou en combinaison) sont les suivantes :

- Contraintes mécaniques : traction, torsion, flexion, vibration, etc. selon les conditions d'utilisation du produit.
- Contraintes environnementales : température et cycles thermiques, humidité, brouillard salin, irradiations, etc.
- Contraintes électriques : tension et intensité du courant pour les composants électriques

Le terme « contrainte » est ainsi employé dans cette partie au sens large du terme en faisant référence à ces différentes familles. On retrouve l'appellation « stress » dans la littérature en français [Tebbi 2005] pour le différencier des contraintes mécaniques.

Plusieurs types de chargement sont possibles selon l'application de la contrainte dans le temps :

- Chargement indépendant du temps : un niveau de contrainte constant et supérieur au niveau standard est appliqué. Les principaux avantages sont la simplicité de réalisation de l'essai et les nombreux modèles disponibles pour analyser les résultats.
- Chargement dépendant du temps : échelonné (step-stress), progressif (croissance linéaire) ou cyclique. Les chargements échelonnés et progressifs sont souvent utilisés pour accélérer les essais car ils réduisent sensiblement les durées, cependant leur analyse est plus délicate que pour les essais cycliques à contrainte maximale fixe (qui se rapprochent du cas précédent).

Dans tous les cas et comme déjà mentionné, une hypothèse fondamentale consiste à ne pas modifier les mécanismes de dégradation lors des essais accélérés. Ainsi, les mécanismes de dégradation provoqués en conditions accélérées doivent être représentatifs de ceux mis en jeu lors des conditions standard d'utilisation (voir Figure I.1) [Daniel1999, Nelson1990, Tebbi2005].

Cette hypothèse de base implique que les contraintes augmentées doivent être celles qui mènent au type de défaillance principal observé lors de l'utilisation standard.

De plus, les éventuels phénomènes d'interaction doivent être pris en compte. Enfin, si des distributions de durées de vie en conditions accélérées sont déterminées en plus des durées de vie moyennes, elles devront suivre la même loi de fiabilité qu'en conditions standard, mais avec des paramètres d'échelle différents [Tebbi2005].

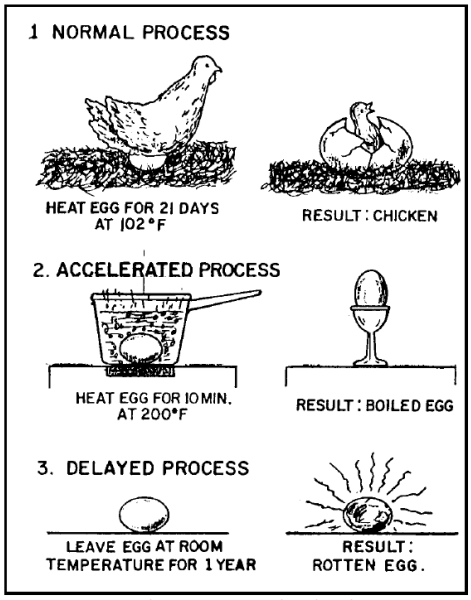

Figure I.1 – De l'importance de ne pas modifier les mécanismes d'endommagement lors d'essais accélérés [Daniel1999]

1.4. MODÈLES DE VIE ACCÉLÉRÉE

1.4.1. Modèles statistiques de vie accélérée: principes

Les modèles statistiques de vie accélérée, applicables à de nombreux domaines différents, sont généralement constitués de deux éléments [Nelson1990] :

- Un **modèle analytique** qui définit une relation entre durée de vie et contrainte, aussi appelé modèle d'accélération. Il représente la durée de vie « nominale » du produit soumis à différents niveaux de contraintes.
- Une **distribution statistique des durées de vie**. En effet, le modèle analytique seul ne peut pas décrire le comportement des durées de vie lors d'essais accélérés. A chaque niveau de contrainte correspond une distribution statistique des durées de vie de même forme (même loi de fiabilité) mais avec des paramètres d'échelle différents.
- Ainsi, la combinaison d'un modèle analytique et d'une distribution de durées de vie selon les niveaux de contraintes est nécessaire, comme illustré sur la Figure I.2. Un exemple assez courant en mécanique que peut rappeler cette figure est la courbe de Wöhler, pour laquelle la contrainte est mécanique. Ce principe peut ainsi être généralisé à d'autres types de contrainte.

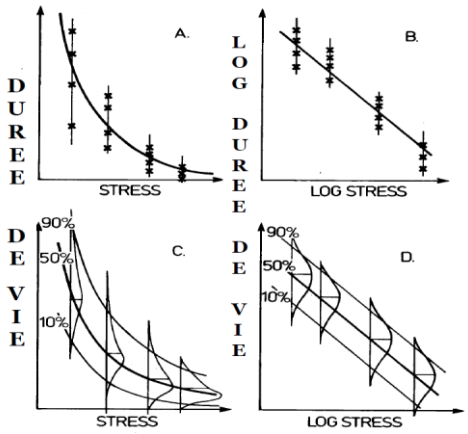

Figure I.2 – Représentations graphiques d'un modèle statistique de vie accéléré (d'après [Nelson1990])

1.4.2. Modèles d'accélération usuels (relation durée de vie - contrainte)

Certains modèles simples sont couramment utilisés pour des contraintes à profil constant [Nelson1990, Caruso1998, Tebbi2005, Escobar2006]. La durée de vie « nominale » est alors représentée de manière simplifiée par la durée de vie moyenne. On peut de ce fait définir un *Facteur d'Accélération (FA)* entre la durée de vie « nominale » τ_1 du produit sous les conditions standard et la durée de vie « nominale » τ_2 sous les conditions accélérées.

- ✓ **Le modèle d'Arrhenius** :

Il est couramment utilisé lorsque le mécanisme de dégradation est sensible à la température, en particulier pour des réactions chimiques simples. Le facteur d'accélération (FA) est alors de la forme :

$$FA = \frac{\tau_1}{\tau_2} = e^{\frac{E_a}{k}\left(\frac{1}{T_1}-\frac{1}{T_2}\right)} \quad \text{(I.1)}$$

où k est la constante de Bolzmann et T_1 et T_2 respectivement les températures (en Kelvin) en conditions standard et sévérisée. L'énergie d'activation E_a est différente pour chaque matériau et mécanisme de dégradation.

Le modèle d'Arrhenius est très communément utilisé dans de nombreuses applications, à tel point que parfois « si les données ne sont pas en adéquation avec la loi d'Arrhenius, les données sont plus suspectes que la loi ! » [Nelson1990]. Cependant, il n'est pas adapté à tous les problèmes d'accélération liés à la température et il n'est valable que dans une certaine gamme de températures. Par exemple, dans le cas de plusieurs réactions chimiques en parallèle avec des énergies d'activation différentes, le modèle d'Arrhenius ne peut plus être utilisé sous cette forme.

- ✓ **Modèle de puissance inverse :**

Le modèle de puissance inverse peut être utilisé lorsque le mécanisme de dégradation est sensible à une contrainte particulière V, qui est de plus de niveau constant. Il est particulièrement utilisé pour décrire l'effet de contraintes telles que la tension électrique et la pression.

$$\tau = \frac{A}{V^{\gamma}} \quad \text{(I.2)}$$

A et γ sont des constantes dépendant de la défaillance et des conditions d'essais. Le facteur d'accélération entre deux niveaux de contrainte V_1 et V_2 s'exprime alors ainsi :

$$FA = \frac{\tau_1}{\tau_2} = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^{\gamma} \quad \text{(I.3)}$$

Un cas particulier de ce modèle est le modèle de Coffin-Manson applicable à des pièces soumises à de la fatigue avec variation de température. La durée de vie des pièces est donnée par :

$$N(T) = \frac{A}{\Delta T^{\beta}} \quad \text{(I.4)}$$

β est une constante qui dépend du matériau et du mode de rupture.

Un exemple d'application du modèle de puissance inverse est présenté sur la Figure I.3 [Escobar2006]. L'objectif de cette campagne d'essais accélérés est de déterminer la distribution de durées de vie d'une structure isolante sous une tension de 50 kV/mm. Jusqu'à 250 kV/mm, la relation entre le logarithme de la durée de vie et celui de la contrainte semble bien linéaire, en accord avec le modèle de puissance inverse. Cependant, au niveau de contrainte le plus élevé, les défaillances apparaissent beaucoup plus tôt que ce qui peut être attendu par le modèle : il apparaît clairement qu'un nouveau mode de défaillance se manifeste à ce niveau de contrainte. Ainsi, les données obtenues à la contrainte la plus élevée ne sont pas à prendre en compte pour déterminer les paramètres de la loi de puissance inverse et estimer la distribution de durées de vie à plus basse contrainte, car les modes de défaillance sont différents. Cet exemple illustre bien l'importance de l'hypothèse fondamentale énoncée précédemment.

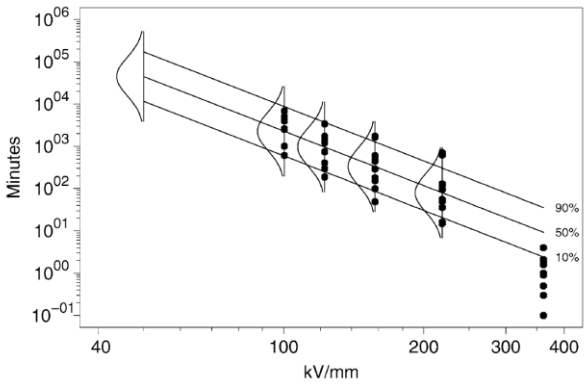

Figure I.3 - Modèle de puissance inverse appliqué à des durées de vie sur mylar-polyurethane [Escobar2006]

✓ Modèle d'Eyring généralisé

Ce modèle est utilisé lorsque le mécanisme de dégradation est sensible à la température et à une autre contrainte notée *V* [Caruso1998, Tebbi2005].

$$\tau = \left(\frac{A}{T}\right) e^{\left(\frac{B}{kT}\right)} e^{\left(V\left(C+\frac{D}{kT}\right)\right)} \quad \text{(I.5)}$$

A, B, C et D sont des constantes dépendant du matériau et du mode de rupture [Tebbi2005].

Un cas particulier est le modèle de Peck : la dégradation du système est sensible à la température et à l'humidité H.

$$\tau = A\, H^{-m}\, e^{\left(\frac{E_a}{kT}\right)} \quad \text{(I.6)}$$

Une hypothèse forte pour ce modèle consiste à considérer les effets de la température et de l'autre contrainte comme indépendants et non synergiques.

1.4.3. Modèle Step-Stress et loi de Miner

Un type d'essai accéléré à niveau de stress non constant est envisageable en se basant sur le principe selon lequel, pour des systèmes très fiables, la grande majorité des défaillances sous un stress de niveau s_0 aura lieu après l'application d'un nombre n_2 important de cycles (voir Figure I.4). Ainsi, pour réduire le temps d'essai, les échantillons seront dans un premier temps soumis à un stress $s_1 > s_0$, jusqu'à un nombre de cycles n_1 tel que la probabilité de rupture sous le stress s_1 après n_1 cycles soit égale à celle sous s_0 après n_2 cycles. Ainsi, le niveau de dégradation obtenu après n_1 cycles à s_1 est supposé équivalent à celui qui aurait été obtenu après n_2 cycles à s_0 (avec logiquement $n_1 < n_2$ donc un gain de temps). L'essai est ensuite poursuivi au stress nominal s_0.

Les pièces emmagasinent beaucoup d'endommagement sous le stress s_1, mais la majorité des ruptures aura bien lieu sous le stress nominal avec moins de risques d'influence sur les modes de rupture.

Cette méthode s'appuie sur l'hypothèse de Miner, qui suppose que le dommage est cumulatif de manière linéaire (cf. Figure I.4). L'hypothèse de Miner est largement utilisée industriellement pour une première approximation du dimensionnement en fatigue, mais elle présente des limites. En effet, elle est basée sur le fait que tous les incréments d'endommagement s'ajoutent indépendamment, en ne considérant aucun mécanisme de dommage synergique [Caruso1998]. De plus, l'ordre d'application des différents niveaux de contraintes appliqués n'est pas pris en compte, et l'évolution linéaire du dommage peut être remise en cause (lois de Marco-Starkey, de Lemaitre-Chaboche) [Lemaire2014].

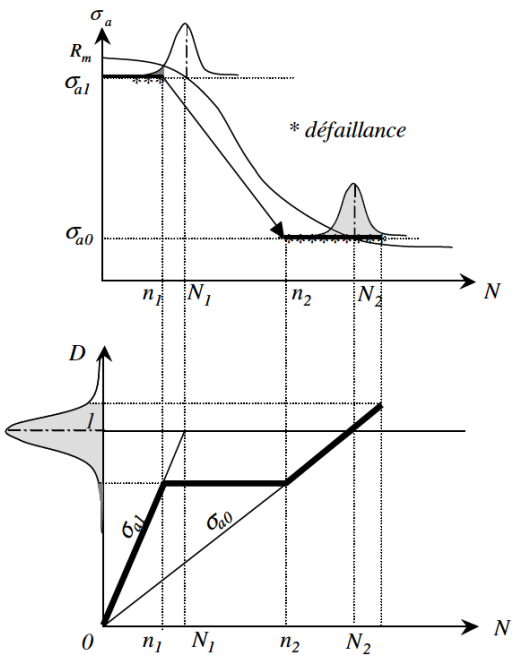

Figure I.4- Plan d'essai accéléré avec endommagement préalable (step-stress) [Tebbi2005]

1.5. LIMITATIONS

Que peut-on attendre des essais accélérés ?

La première question à laquelle on voudrait répondre en utilisant les essais accélérés est de savoir combien de cycles en conditions accélérées vont « valoir » une durée de vie de cycles réels d'utilisation du produit. Or il est important de comprendre ce que les résultats d'essais accélérés signifient, mais aussi ce qu'ils ne signifient pas. Il peut être tentant de considérer des modèles simples tel celui d'Arrhenius comme robustes, mais ils ne peuvent pas l'être. Par exemple, il n'existe pas de valeur exacte de températures et conditions environnementales « typiques » vue par le produit, de plus les constantes matériaux sont en réalité des moyennes, etc. [Caruso1998]. Il est donc indispensable de toujours garder à l'esprit que les résultats issus d'essais accélérés sont une estimation basée sur un grand nombre d'hypothèses, de moyennes et de valeurs estimées (Figure I.5). Les gains de temps espérés peuvent se transformer en efforts contre-productifs si les attentes ne correspondent pas aux informations que peuvent apporter les essais accélérés. Les points suivants doivent être considérés :

- Il n'y a pas de modèle analytique « magique » qui estimerait de manière simple, pratique et précise les durées de vie de produits complexes.
- Chaque méthode analytique décrit les mécanismes physiques associés à un matériau spécifique soumis à un chargement spécifique.
- Les différents mécanismes de dégradation en jeu peuvent être accélérés avec des facteurs différents.
- Ils peuvent être « accélérés » de manière non uniforme au sein du produit.
- Si les contraintes sont augmentées de manière exagérées, les modes de défaillance peuvent différer de ceux sous conditions standard, entraînant une sous-estimation des durées de vie.
- Une méthode d'accélération d'essais réussie repose autant sur des bonnes procédures de laboratoire que sur des attentes raisonnables de la part de toutes les parties concernant ce que cet outil peut et ne peut pas apporter [Caruso1998].

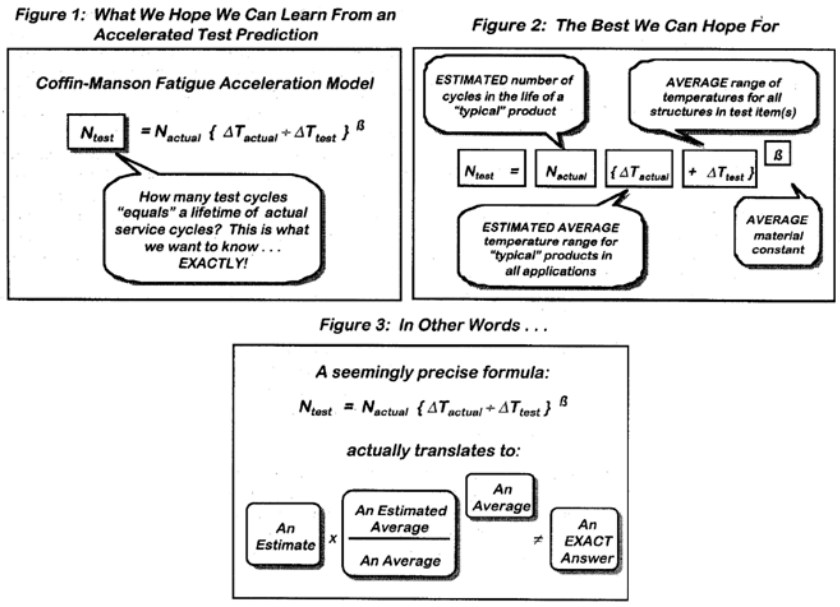

Figure I.5- Ce que l'on peut attendre des essais accélérés [Caruso1998]

2. PROPRIETES DES COMPOSITES A MATRICE CERAMIQUE

La bibliographie a établi dans la partie **I.1** que la base du développement d'une méthode d'accélération d'essais est la compréhension des mécanismes de vieillissement critiques et l'identification des variables influençant les cinétiques de vieillissement. Ainsi, cette partie s'attachera à décrire le comportement à l'oxydation de chacun des constituants du matériau étudié ainsi que le comportement thermomécanique de ce composite. Les paramètres impactant les cinétiques d'endommagement seront également examinés.

2.1. CONSTITUANTS D'UN COMPOSITE SiC/[Si-B-C] ET COMPORTEMENT SOUS CONDITIONS OXYDANTES

2.1.1. Les fibres Nicalon NL207

Le choix du renfort fibreux d'un composite thermostructural est déterminant vis-à-vis de ses propriétés thermomécaniques car ce sont principalement les fibres longitudinales qui supportent la charge jusqu'à la rupture. Les fibres de carbone présentent d'excellentes propriétés mécaniques et une faible densité, mais elles sont en revanche très sensibles à l'oxydation dès 450°C ; non adaptées aux dizaines de milliers d'heures de vol en aéronautique civile, elles seront donc réservées aux applications de plus courte durée de type spatial et militaire. Plusieurs générations de fibres en carbure de silicium ont ainsi été développées en vue d'applications de plus longue durée, avec de meilleures résistances à l'oxydation. Les propriétés de quelques types de fibres parmi ceux les plus utilisés sont présentées dans le Tableau I.1.

Les toutes premières fibres SiC, nommées Textron SCS-X, ont été synthétisées par CVD (Chemical Vapor Deposition) sur des filaments en carbone ou tungstène, et ont servi de renfort pour composites à matrice métallique. Elles ont cependant été vite abandonnées en raison de leur diamètre élevé (110 µm) qui engendrait des difficultés pour le tissage. De nouvelles fibres SiC de plus faible diamètre (10-20 µm) ont été mises au point dans les années 70 [Yajima1976] par pyrolyse d'un précurseur organique, le polycarbosilane pour les fibres Nicalon (Nippon Carbon, Japon), ou le polytitanocarbosilane pour les fibres Tyranno M (Ube Industries, Japon). Ces fibres de type Si-C-O sont constituées de nano-cristaux de carbure de silicium dont la taille varie de 1 à 3 nm. Elles présentent cependant un taux d'oxygène élevé (12% atomique) qui les rend très vulnérables à l'oxydation (instabilité des phases Si-C-O) et au fluage à haute température [Laffon1989, Chollon1995].

Pour améliorer la tenue en température, une seconde génération de fibres nommée Hi-Nicalon a été développée avec un taux d'oxygène réduit (moins de 1%) obtenu en effectuant le procédé de réticulation par bombardement électronique sous atmosphère inerte. Cette fibre plus stable contient encore beaucoup de carbone libre localisé aux joints de grains [Chollon1995], qui représentent des sites favorables à l'oxydation et donnent lieu à une baisse de la tenue au fluage dès 1200°C (ce qui est cependant une amélioration par rapport à la première génération).

La troisième génération de fibres (Hi-Nicalon S, Tyranno SA, Sylramic), de composition quasi-stoechiométrique, présente une taille de cristallite plus élevée et une teneur en carbone très

réduite, qui les rend beaucoup plus stables jusqu'à des températures de l'ordre de 1600°C [Takeda1998]. Ces fibres sont cependant les plus coûteuses, et ce paramètre doit nécessairement être pris en compte dans le cahier des charges du matériau à développer. C'est en effet la fibre Nicalon NL207 (dénommée par la suite simplement Nicalon) qui a été choisie pour le matériau Cerasep A40C étudié, car les applications visées pour ce matériau sont à des niveaux de température assez faibles (<800°C) pour lesquels la fibre Nicalon est adaptée. L'utilisation de fibres plus coûteuses rendrait le matériau complètement non compétitif face aux autres familles de matériaux potentiellement utilisables.

Tableau I.1- Propriétés générales des fibres Nicalon, Hi-Nicalon et Hi-Nicalon S (basé en partie sur [Moevus2007]) [a][Ichikawa1995], [b][Dong2001], [c][DiCarlo1995], [d][Farizy2002], [e][Youngblood2001], [f][Takeda1998], [g][Bunsell2000], [h][Kister2002], [i][Forio2000], [j][Papakonstantinou2001], [k][Hasegawa2000]

		Nicalon	Hi-Nicalon	Hi-Nicalon S
Composition chimique (% m) [a]	**Si**	56.6	62.4	68.9
	C	31.7	37.1	30.9
	O	11.7	0.5	0.2
C/Si (% at.) [a,b]		1.3	1.38	1.04
Diamètre (µm)		14 [e]	14 [b]	13 [b]
Densité (g/cm^3) [a,b,f,g,j]		2.55	2.74	3.0
Module d'Young (GPa)		190-220 [f,g,h,j]	260-270 [e,f,g,h,j]	375-420 [c,f,g,j]
Contrainte à rupture (GPa)		2.0-3.0 [f,g,h,j]	2.6-2.8 [e,f,g,h,j]	2.0-2.6 [c,f,g,j]
Déformation à rupture (%)		1.4 [f,h]	1.0 [e,f,g,h]	0.6 [c,f,g]
Résistivité (Ω.mm)		10^4-10^5 [k]	14 [k]	1 [k]

Le comportement thermo-mécanique des fibres Nicalon dépend de la température et de l'atmosphère. Aux hautes températures, les différentes phases de la fibre réagissent en provoquant un accroissement rapide de la taille des défauts de surface. Les tétraèdres SiO_xC_y qui limitent la croissance des cristaux de SiC β se décomposent et entraînent une augmentation de la taille de ces grains de SiC β [Cutard1993]. De plus, il a été montré que la variation de masse des fibres Nicalon sous air (températures de 700°C à 1100°C) est parabolique en fonction du temps [Huger1993].

Deal et Grove [Deal1975] ont ainsi proposé un modèle linéaire parabolique d'oxydation de silicium sous air sec ou humide, que Opila a appliqué pour décrire l'oxydation du SiC [Opila1999] :

$$x^2 + Ax = B(t + \tau) \qquad \text{(I.7)}$$

où x représente la quantité de SiO_2 formée (massique ou en épaisseur), t le temps d'oxydation, τ la constante liée à l'existence initiale d'une fine couche de SiO_2, A la constante linéaire d'oxydation et B la constante parabolique d'oxydation.

Pour des temps suffisamment longs, la diffusion de l'oxygène à travers la couche de silice gouverne le processus, et l'épaisseur de cette couche de silice peut alors être traduite par une loi simplifiée de type parabolique :

$$x^2 = Bt \qquad \text{(I.8)}$$

Il a été montré que les vitesses paraboliques d'oxydation/corrosion des fibres Nicalon sont proches de celles du SiC [Chollon2000], et leurs lois cinétiques d'oxydation ont été largement étudiées pour des températures supérieures à 700°C [Filipuzzi1991, Huger1993, Viricelle1997].

Pour des températures moins élevées, la couche de silice est très fine, et les défauts de surface des fibres deviennent ainsi des sites préférentiels d'oxydation entraînant une propagation lente des défauts. La taille des défauts augmente jusqu'à atteindre une taille critique qui provoque la rupture de la fibre. Cette fissuration sous-critique se produit dès 450°C, et se traduit par des faciès de rupture de type miroir [Gauthier2006].

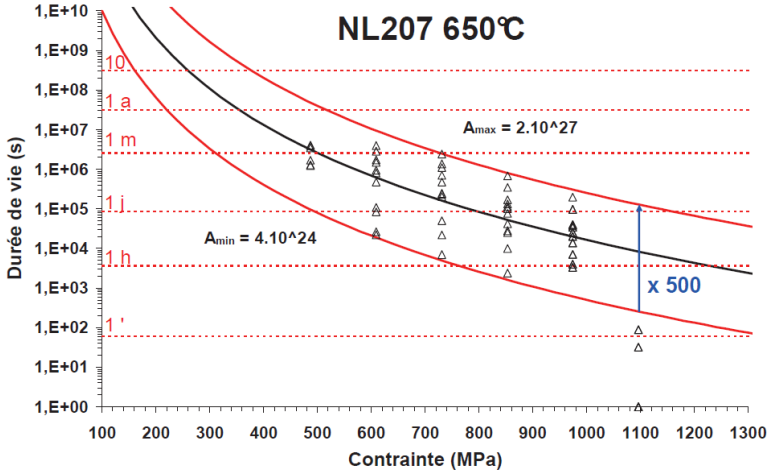

Figure I.6 - Courbe de Wöhler des fibres Nicalon NL207 à 650°C sous air sec [Mazerat2012]

La durée de vie des fibres Nicalon NL207 sous air sec à 650°C a été analysée pour différentes contraintes [Mazerat2012], et révèle une dispersion importante (Figure I.6), qui peut être expliquée par le caractère fortement aléatoire de la rupture liée à la présence de défauts initiaux. Il est à noter que ces durées de vie obtenues sous air sec sont fortement réduites en présence d'air humide [Douminge2013].

2.1.2. L'interphase PyC

L'interphase est une mince couche qui enrobe les fibres et réalise ainsi la liaison adéquate entre fibre et matrice. Son rôle est primordial et la qualité des propriétés mécaniques du composite final lui est très fortement reliée [Kerans1991, Evans1991, Rouby1993, Evans1994]. C'est notamment grâce à l'interphase qu'un composite constitué de composants fragiles peut présenter un comportement endommageable. Elle assure plusieurs fonctions essentielles :

- Le transfert de charge entre fibre et matrice s'effectue par l'intermédiaire de l'interphase. La qualité de liaison entre fibre et matrice doit être parfaitement maîtrisée. En effet, si cette liaison est trop faible, les décohésions fibre/matrice seront très importantes : la courbe contrainte-déplacement présente alors un plateau de contrainte, avec report de la quasi-totalité de la charge sur les fibres. Si la liaison est au contraire trop forte, les fissures risquent d'être moins bien déviées et d'atteindre les fibres, avec pour conséquence une rupture fragile. Une liaison bien adaptée est indispensable pour obtenir le caractère endommageable souhaité [Naslain1995].

- L'interphase joue le rôle de fusible mécanique : elle permet de limiter la propagation des fissures en les déviant du mode I au mode II, parallèlement aux fibres. La déviation de la fissure peut être localisée au sein de l'interphase (rupture cohésive) ou à l'interface I/F ou I/M (rupture adhésive) [Pasquier1997, Lamon2005].
- L'interphase doit atténuer les contraintes locales d'origine thermique apparues durant l'élaboration à haute température, liées à la différence de coefficients de dilatation entre fibre et matrice.
- Elle a également un rôle de protection des fibres face à l'oxydation.

L'interphase doit en outre posséder une bonne compatibilité chimique avec les fibres et la matrice. Le pyrocarbone est un matériau d'interphase qui répond efficacement aux rôles mécaniques décrits. Sa compatibilité chimique avec le SiC est excellente et sa structure en feuillets parallèles à la direction des fibres permet un bon transfert de charge ainsi que de déviations de fissures efficaces grâce à une faible résistance au cisaillement [Naslain1995] et des ruptures cohésives. Le pyrocarbone est déposé par infiltration chimique en phase vapeur (CVI) par décomposition de CH_4 à des températures d'environ 1000°C.

Cependant, le gros point faible du pyrocarbone est sa forte sensibilité à l'oxydation dès 400°C. En présence d'oxygène, les réactions d'oxydation du pyrocarbone sont similaires à celles du carbone [Filipuzzi1994]. Pour des températures inférieures à 700°C, le produit majoritaire de l'oxydation du carbone est CO_2, alors qu'il s'agit plutôt du monoxyde de carbone CO au-delà.

Il n'existe qu'un nombre restreint d'études sur les cinétiques d'oxydation du pyrocarbone. Pour une couche mince de pyrocarbone insérée entre deux plaques de nitrure de silicium, la longueur de carbone consommée est proportionnelle à la racine carrée du temps [Bernstein1988], principalement à cause de la diffusion de d'oxygène dans le conduit. Le comportement à l'oxydation d'un composite 1D SiC/PyC/SiC a également été étudié par Filipuzzi avec proposition d'une loi cinétique [Filipuzzi1991, Filipuzzi1994]. Il est à noter que la réactivité du carbone dépend de sa structure et des impuretés présentes [Vix-Gurterl1991].

Un autre matériau d'interphase est de plus en plus utilisé pour sa bien meilleure résistance à l'oxydation : le nitrure de bore (BN) [Morscher1997]. Malgré une moins bonne tenue mécanique et des ruptures adhésives moins dissipatives d'énergie, il s'oxyde très peu à des températures inférieures à 800°C, et forme lors de l'oxydation un oxyde cicatrisant B_2O_3 et non un produit gazeux menant à une oxydation active.

Le pyrocarbone peut cependant être utilisé efficacement pour des températures intermédiaires (celles visées pour l'A40C) en combinaison avec une matrice auto-cicatrisante pour assurer sa protection contre l'oxydation.

2.1.3. La matrice auto-cicatrisante basée sur le système [Si-B-C]

Afin de protéger l'interphase essentielle à la tenue mécanique du matériau, la matrice doit être conçue pour pouvoir empêcher les espèces oxydantes de l'atteindre, malgré sa fissuration intrinsèque. Les matrices en SiC monolithique possèdent déjà des propriétés auto-cicatrisantes au-delà de 1000°C : le SiC peut s'oxyder de manière passive et former un verre, la silice, avec une augmentation de volume molaire d'un facteur 2,2 qui permet de combler les fissures matricielles, et

ainsi ralentir la diffusion de l'oxygène (grâce à la faible perméabilité de l'oxygène dans la silice). Cependant, la formation de silice n'est assez rapide qu'au-delà de 1000°C [Filipuzzi1991], et la protection du composite n'est pas assurée aux températures intermédiaires.

Afin d'abaisser la température à partir de laquelle l'auto-cicatrisation est efficace, des composés borés ont été introduits dans la matrice sous diverses formes [Gee1991, Dietrich 1991, Goujard 1994], jusqu'à aboutir à une matrice multi-séquencée SiC/[Si-B-C]/SiC efficace sur une large gamme de température, grâce aux couches borées aux basses températures et au SiC pour des températures plus élevées [Vandelbulcke1996, Lamouroux1999].

A partir de 500°C, les phases borées [B-C] forment un oxyde liquide (B_2O_3) pouvant combler les fissures. Sous atmosphère sèche, la formation de silice à partir du SiC n'a lieu qu'au-delà de 1000°C, mais dans le système [Si-B-C], elle apparaît dès 600°C, ce qui conduit à la formation d'un verre borosilicaté de meilleure stabilité que l'oxyde de bore B_2O_3 formé par les phases [B-C]. Au-delà de 1200°C, seule la silice conserve un rôle auto-cicatrisant efficace.

Cette protection présente toutefois des limites, notamment en présence d'humidité dans l'environnement. En effet, selon les conditions de température et de pression d'eau, les oxydes formés peuvent se volatiliser par réaction avec $H_2O_{(g)}$. L'effet protecteur des oxydes est donc limité par leur volatilisation dans le temps. Ces phénomènes sont à prendre en compte avec attention car certaines conditions environnementales peuvent entraîner une récession des couches matricielles.

2.1.3.1. Le carbure de silicium SiC

Le carbure de silicium est déposé sur la préforme fibreuse revêtue d'interphase par infiltration chimique en phase vapeur (CVI) via la décomposition d'un précurseur de type Si-C-H-Cl à des températures proches de 1000°C. Il est composé de cristaux de type β de structure cubique.

Sous atmosphère sèche, l'oxydation du SiC est extrêmement lente et donc considérée comme négligeable en-dessous de 1000°C. Pour des températures supérieures à 1000°C, deux régimes d'oxydation sont possibles selon la pression partielle de dioxygène. Dans le cas de très faibles $P(O_2)$ [Singhal1976], l'oxydation est active et mène à la formation de CO gazeux, ce qui engendre une perte de masse du matériau.

$$SiC_{(s)} + O_{2(g)} \rightarrow SiO_{(g)} + CO_{(g)} \quad \text{(I.9)}$$

Dans le cas de pressions de dioxygène plus élevées, l'oxydation du carbure de silicium est passive, menant à la formation d'une couche de silice et à un gain de masse.

$$SiC_{(s)} + \frac{3}{2}O_{2(g)} \rightarrow SiO_{2(s)} + CO_{(g)} \quad \text{(I.10)}$$

$$SiC_{(s)} + 2O_{2(g)} \rightarrow SiO_{2(s)} + CO_{2(g)} \quad \text{(I.11)}$$

La silice apporte une protection efficace car c'est un oxyde dense et de volume molaire plus important (x 2,2) que celui du SiC, cette expansion volumique lui permettant alors de combler efficacement les fissures [Martin2003]. La croissance de la couche de silice est gouvernée par la diffusion de l'oxygène à travers cette même couche. L'épaisseur *x* (m) de la couche de silice suit

donc une évolution parabolique déterminée par une constante cinétique k_p ($m^2_{SiO2}.m^{-4}.s^{-1}$) et vaut après un temps t (s) d'oxydation :

$$x^2 = k_p t \quad \text{(I.12)}$$

En présence d'humidité, l'oxydation du SiC est beaucoup plus rapide [Opila1999] à cause de plusieurs facteurs. Premièrement, la formation de liaisons Si-OH diminue la viscosité et la densité de l'oxyde ce qui favorise la perméation de $O_{2(g)}$ et $H_2O_{(g)}$ en son sein. De plus, le carbure de silicium réagit directement avec H_2O, en plus de O_2, pour former de la silice, selon la réaction suivante pour T<1127°C, et avec formation de H_2 et CO sinon.

$$SiC_{(s)} + 2H_2O_{(g)} \rightarrow SiO_{2(s)} + CH_{4(g)} \quad \text{(I.13)}$$

Enfin, le phénomène le plus critique est la formation d'espèces hydroxydes gazeuses ($H_xSi_yO_z$) par réaction de la silice avec H_2O, ce qui entraîne une volatilisation de la couche de silice significative dès 1200°C. L'espèce volatile principalement formée est $Si(OH)_4$ avec une constante linéaire de volatilisation k_l qui augmente avec la pression partielle en eau, la température et la vitesse des gaz oxydants [Quemard2005].

$$SiO_{2_{(s)}} + 2H_2O_{(g)} \rightarrow Si(OH)_{4(g)} \quad \text{(I.14)}$$

Ainsi, sous atmosphère oxydante humide, la formation de l'oxyde d'évolution parabolique (limité par la diffusion) est en compétition avec la volatilisation de cet oxyde de cinétique linéaire (réaction de surface). L'épaisseur de la couche d'oxyde suit ainsi une loi de type paralinéaire (Figure I.7) [Opila1997] dépendant des constantes cinétiques k_p et k_l.

$$\frac{dx}{dt} = \frac{k_p}{2x} - k_l \quad \text{(I.15)}$$

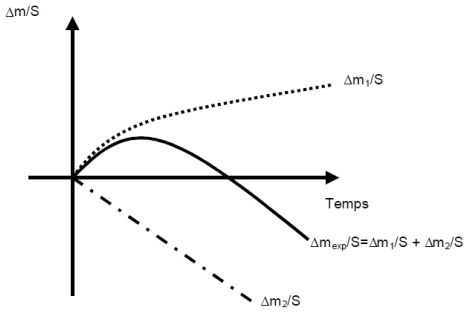

Figure I.7- Evolution de la masse d'un échantillon de SiC en conditions oxydantes selon le modèle paralinéaire de Tedmon [Tedmon1966] (Δm_1 est lié à la formation d'oxyde et Δm_2 à sa volatilisation)

La vitesse de formation est initialement supérieure à celle de volatilisation car l'oxygène ne doit diffuser qu'à travers une fine couche d'oxyde, ce qui engendre un gain de masse. Cependant, la vitesse de formation diminue avec l'épaisseur d'oxyde, jusqu'au temps t* pour lequel vitesses de formation et de volatilisation sont égales. L'épaisseur d'oxyde demeure alors constante, mais le matériau est consommé avec une perte de masse linéaire dans le temps : c'est le début de la phase de récession stable, catastrophique pour le matériau.

2.1.3.2. Le carbure de bore B_4C

L'oxydation du carbure de bore sous air sec est significative à partir de 500°C environ [Viricelle1996, Martin2003] et peut être décrite par la réaction suivante :

$$B_4C_{(s)} + 4O_{2(g)} \rightarrow 2B_2O_{3(s,l)} + CO_{2(g)} \quad \text{(I.16)}$$

Comme pour le SiC, l'oxydation de B_4C est caractérisée par une loi parabolique et une constante cinétique parabolique k_p dépendant de la température et de la pression d'O_2 [Garitte2007]. Le grand intérêt de l'oxydation du carbure de bore pour l'oxydation est son coefficient d'expansion volumique : B_2O_3 a un volume molaire 3,5 fois plus élevé que B_4C, ce qui permet un comblement des fissures efficace. Cependant, à partir de 900°C, B_2O_3 peut se volatiliser sous air sec et passer directement de l'état liquide à l'état gazeux. La pression partielle de dioxygène n'a pas d'influence sur la constante de volatilisation k_l du B_2O_3 sous air sec qui dépend directement de la température et de la vitesse des gaz [Martin2003]. Ainsi, sous air sec, l'oxydation du B_4C suit une loi parabolique pour des températures inférieures à 900°C, et une loi paralinéaire aux températures plus élevées.

Cependant, la faiblesse majeure de l'oxyde cicatrisant B_2O_3 est sa haute sensibilité à la vapeur d'eau : sous air humide, B_2O_3 peut se volatiliser dès la température ambiante, et de manière significative au dessus de 450°C. La volatilisation sous air humide est beaucoup plus importante et rapide que sous air sec, et peut être traduite selon 3 réactions différentes :

$$B_2O_{3(l)} + 3H_2O_{(g)} \rightarrow 2H_3BO_{3(g)} \quad \text{(I.17)}$$

$$3B_2O_{3(l)} + 3H_2O_{(g)} \rightarrow (HBO_2)_{3(g)} \quad \text{(I.18)}$$

$$B_2O_{3(l)} + H_2O_{(g)} \rightarrow HBO_{2(g)} \quad \text{(I.19)}$$

D'après des calculs thermodynamiques [Martin2003] à pression atmosphérique, $(HBO_2)_3$ et H_3BO_3 sont les espèces gazeuses prédominantes en-dessous de 1000°C, et HBO_2 devient majoritaire au-delà. Comme dans le cas de la silice, la volatilisation du B_2O_3 présente une vitesse de volatilisation linéaire k_l qui augmente avec la température, la vitesse des gaz oxydants et la pression partielle de vapeur d'eau.

Il est à noter que le domaine de températures inférieures à 600°C semble critique pour la cicatrisation car la vitesse de volatilisation de l'oxyde est élevée alors que sa vitesse de formation est lente. Une analyse des espèces gazeuses formées selon la température montre même que la volatilisation est plus rapide de 450°C à 600°C qu'à 800°C. La volatilisation du B_2O_3 peut être jusqu'à 10^5 fois plus importante que celle de la silice [Quemard2005].

2.1.3.3. Le ternaire [Si-B-C]

Les couches matricielles basées sur le ternaire [Si-B-C] sont déposées par CVI et décrites comme des cristaux de SiC β dans une phase amorphe de B_4C [Farizy2002]. Elles mènent à la formation d'un oxyde à partir de 600°C de manière significative [Martin2003], soit pour des températures beaucoup plus basses qu'un SiC monolithique, et plus élevées que le B_4C. L'oxydation du système [Si-B-C] donne lieu à un verre borosilicaté SiO_2-B_2O_3 selon un scénario décrit par Garitte [Garitte2007], présentant une surconcentration en silice à la surface de la couche d'oxyde.

Le mécanisme d'oxydation du Si-B-C sous air humide diffère peu de celui sous air sec. Cependant, la volatilisation du B_2O_3 donne lieu à un enrichissement du borosilicate en silice, ce qui rend l'oxyde plus protecteur en augmentant sa viscosité et en limitant la diffusion de l'oxygène. De plus, l'enrichissement en silice diminue la réactivité de B_2O_3 vis-à-vis de H_2O par la formation de liaisons Si-O-B, ce qui diminue progressivement la vitesse de volatilisation de B_2O_3.

Ainsi, les couches matricielles [Si-B-C] permettent une protection plus efficace du matériau entre 600°C et 1000°C en particulier sous atmosphère humide, où le B_4C seul est peu protecteur à cause de la volatilisation importante de l'oxyde boré.

2.1.4. Bilan de l'oxydation des constituants du composite SiC/[Si-B-C]

Les différents mécanismes décrits précédemment sont présentés sur la Figure I.8 en fonction de leur activation sur une échelle de température. Il est intéressant de noter que l'interphase PyC peut être consommée dès 400°C par oxydation et que les fibres Nicalon sont également sensibles à l'oxydation dès 450°C, donnant lieu au phénomène de fissuration sous-critique. A ces températures, la formation du B_2O_3 est très lente voire inexistante. Il s'agit donc d'un niveau de température critique pour le matériau pour lequel les durées de vie du matériau seront les plus faibles. Ainsi, en vue de l'accélération d'essais, la température de 450°C présente un fort intérêt et sera sélectionnée comme condition sévérisée pour effectuer des essais de durée de vie réduite.

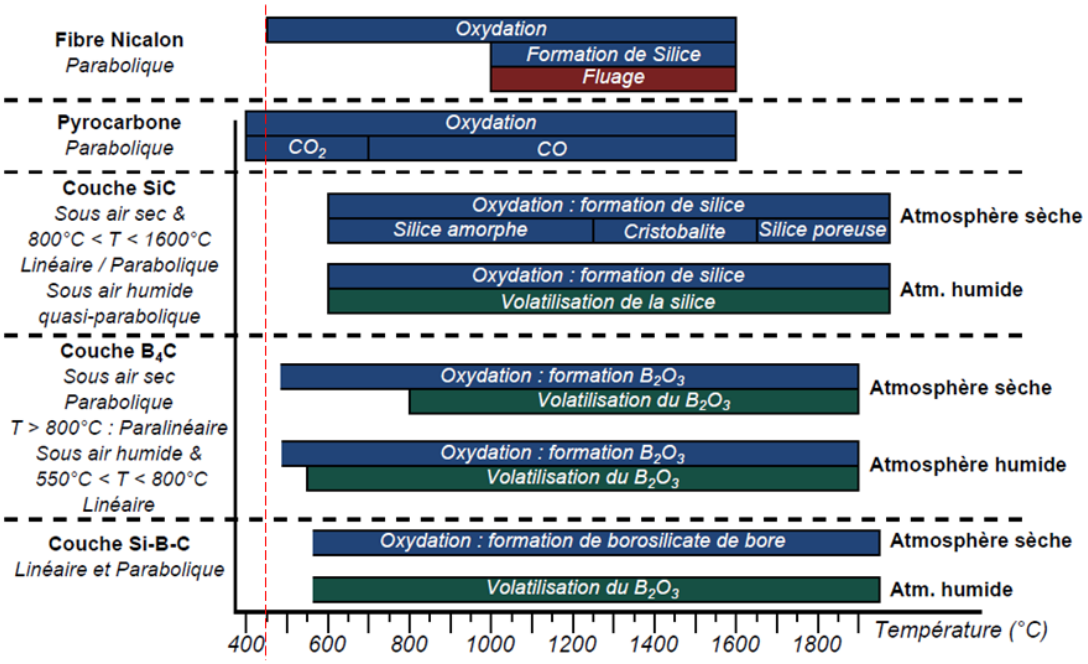

Figure I.8- Mécanismes d'oxydation des différents constituants d'un composite SiC/[Si-B-C] en fonction de la température sous oxygène [Hemon2013]

2.2. COMPORTEMENT THERMOMECANIQUE D'UN CMC A MATRICE AUTO-CICATRISANTE

Les conditions d'applications visées pour les composites SiC/SiC comprennent des niveaux de contrainte élevés sous conditions hautement oxydantes, ce qui entraîne des processus thermomécaniques et thermochimiques variés dans un matériau à l'architecture et au comportement mécanique déjà complexes. Il est indispensable de connaître les bases du comportement mécanique de ces composites à température ambiante avant d'appréhender leur vieillissement aux températures élevées.

2.2.1. Comportement mécanique en traction à température ambiante

Les matériaux SiC/SiC sont composés de constituants fragiles assemblés de manière à former un composite non fragile capable de s'endommager en absorbant de l'énergie, notamment grâce aux propriétés de l'interphase. Ils présentent ainsi un comportement non-linéaire élastique endommageable.

Un composite SiC/[Si-B-C] soumis à un essai de traction uniaxiale dans le sens des fibres présente trois domaines d'endommagement successifs (Figure I.9). Dans le premier domaine élastique linéaire, le matériau ne s'endommage pas, et revient à une déformation nulle une fois déchargé. Le module du composite peut être estimé à partir du module de la matrice E_m et celui des fibres E_f par une simple loi des mélanges ($E_m > E_f$ pour ces composites).

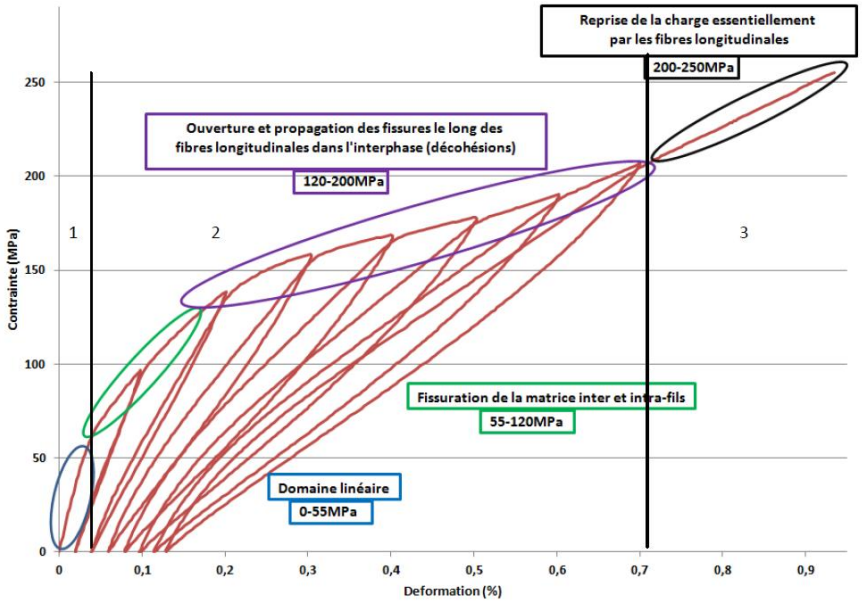

Figure I.9- Comportement mécanique contrainte/déformation d'un composite SiC/[Si-B-C] en traction selon un des axes du renfort fibreux(Cerasep A40C) [Bertrand2016]

Le second domaine débute avec la fissuration matricielle, qui s'amorce souvent aux zones anguleuses des macro-porosités présentes dans le composite, sources de concentration de contrainte (Figure I.10). Le comportement devient alors non-linéaire à cause de la multi-fissuration de la matrice qui dissipe de l'énergie. Des scénarios d'endommagement en plusieurs séquences ont été proposés [Guillaumat1994, Carrère1996, Forio2000, Lamon2001]. La fissuration se développe dans un premier temps au sein de la matrice inter-fils et de la matrice intra-fils des torons transverses. Des micro-

fissures apparaissent ensuite dans la matrice intra-fils des torons longitudinaux. Ces fissures dans les torons longitudinaux ne se propagent pas au reste du composite : la matrice de ces torons se fragmente avec une diminution du pas de fissuration jusqu'à saturation de la fissuration matricielle. Les premières familles de fissures sont déviées à la périphérie des torons longitudinaux alors que la dernière est déviée par l'interphase entre fibre et matrice.

Enfin, le dernier domaine apparaît lorsque la fissuration matricielle est saturée : la charge est alors entièrement reprise par les fibres longitudinales, ce qui se vérifie par les valeurs très proches entre le module du composite et celui des fibres multiplié par la fraction volumique des fibres longitudinales. La contribution de la matrice est alors négligeable et le comportement mécanique contrôlé par les fibres longitudinales. La rupture ultime est ainsi dictée par les fibres, avec une première phase de rupture stable, puis une seconde phase instable [Lamon2001]. Avec l'augmentation de la charge, certaines fibres (présentant probablement des défauts) rompent individuellement, entraînant un report de la charge vers les fibres survivantes. La rupture finale intervient lorsqu'un nombre critique de fibres a rompu, et que les fibres survivantes ne peuvent pas supporter l'incrément de charge généré par la rupture d'une fibre supplémentaire. Pour des fibres Nicalon considérées seules et sans interaction, cette fraction critique de fibres est d'environ 17% [Lissart1994], mais elle est plus faible dans le composite à cause des interactions inter-fibres qui favorisent leur rupture (13% environ).

Il est à noter que le troisième domaine n'est pas présent pour tous les CMC, et n'est pas observé lors d'essais de traction hors-axes ou de cisaillement puisqu'il est lié aux fibres longitudinales.

Des cycles de décharge/recharge interposés durant un essai de traction forment des boucles d'hystérésis en contrainte-déformation qui donnent accès entre autres à l'évolution du module, aux déformations résiduelles et à l'énergie dissipée durant ces cycles. En effet, les cycles sont très fermés pour les faibles déformations (peu d'énergie dissipée) et s'ouvrent de plus en plus avec l'endommagement du matériau. Cette dissipation d'énergie plus importante est liée aux phénomènes de glissement et frottement aux différentes interfaces frottantes du matériau, notamment entre fibres longitudinales et matrice.

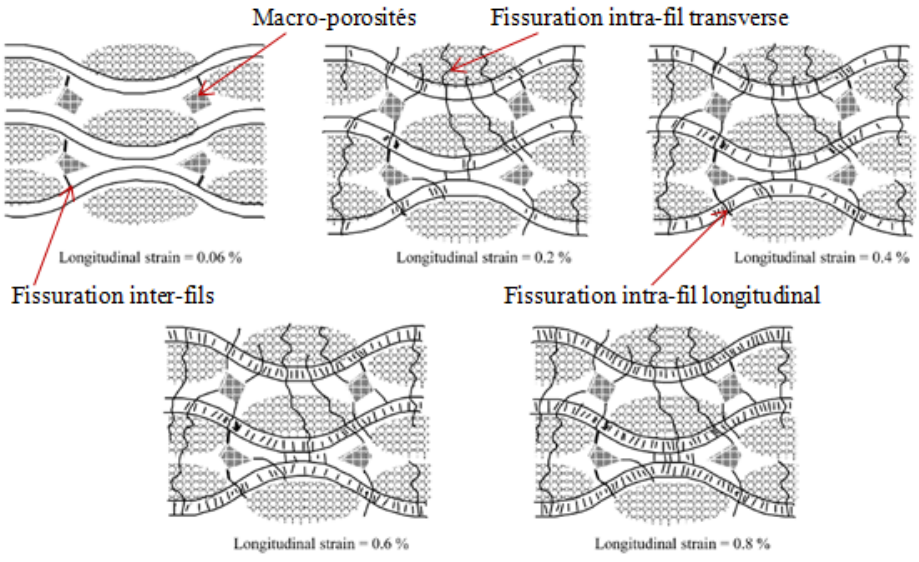

Figure I.10 - Scénario d'endommagement d'un composite SiC/SiC 2D sous traction dans l'axe [Lamon2001] (les niveaux de déformations donnés dépendent du matériau)

Pour que la déviation de fissure s'effectue efficacement dans l'interphase, il faut que l'énergie de rupture des liaisons fibre-matrice soit environ quatre fois plus faible que l'énergie de rupture d'une fibre [Budianski1986]. Sinon, la fissure se propage dans le matériau entraînant une rupture fragile catastrophique. Les interphases BN et PyC usuellement sélectionnées remplissent efficacement cette condition grâce à leur structure en feuillets.

La déviation d'une fissure transverse par l'interphase engendre une décohésion entre fibre et matrice sur une longueur l_d. Ainsi, au voisinage de la fissure, la matrice est localement déchargée, provoquant un glissement interfacial gouverné par la contrainte de cisaillement interfacial τ, alors que la fibre devient surchargée. Lors des décharges et recharges, la fibre s'allonge en réaction à la contrainte alors que la matrice déchargée se déforme beaucoup moins, ce qui engendre des glissements avec frottements et usure, à cause de la rugosité aux interfaces (Figure I.11) [Evans1991, Evans1994].

Le transfert de charge aux interfaces fibre/matrice est contrôlé par la contrainte de cisaillement interfacial τ :

$$\frac{d\sigma_f}{dx} = \frac{2\tau}{R} \qquad \text{(I.20)}$$

où σ_f est la contrainte à laquelle la fibre est localement soumise, x l'abscisse le long de la fibre et R le rayon de la fibre. Dans le cas d'une interface où des déplacements relatifs entre fibre et matrice sont possibles, τ peut être considéré constant [Arnault1989], ce qui conduit à des profils de charge linéaires (Figure I.12). Plus l'interface est faible, plus la longueur sur laquelle la fibre est surchargée augmente, et plus la probabilité de trouver un défaut de taille critique augmente.

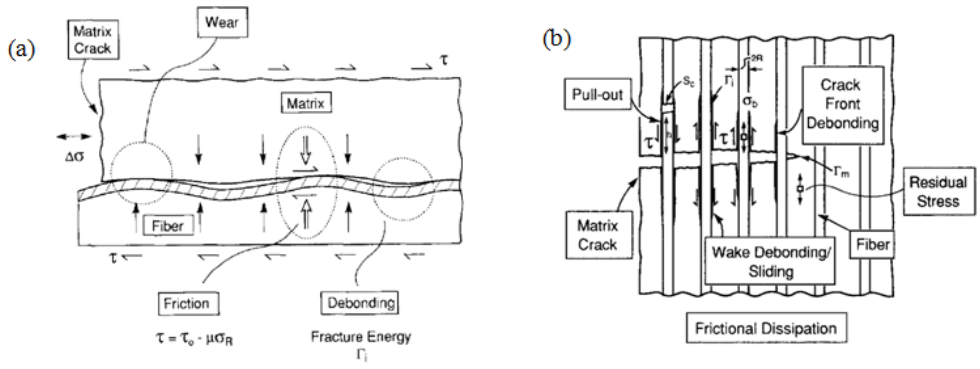

Figure I.11- Représentations (a) d'une interface en cours de décohésion et (b) d'une fissure matricielle en propagation et des mécanismes mis en jeu [Evans1994]

La contrainte de cisaillement interfacial τ a également une forte influence sur le pas de fissuration. Avec un τ faible, la matrice sera déchargée sur une plus grande longueur et ne se fissurera plus dans cette zone, ce qui entraînera une distance plus grande entre les fissures. Selon le pas de fissuration, deux cas de profil de contrainte sont envisageables (Figure I.12) [Rouby1993, Curtin1991]:

- Si le pas de fissuration d est supérieur à une distance critique, les zones de glissement n'interagissent pas et la zone surcontrainte est entourée de sections à contrainte constante.
- Si ce pas est trop faible et les fissures trop denses, les zones de glissement se superposent et ne sont plus indépendantes. L'instabilité liée à la rupture de la fibre n'est plus locale et doit être étudiée sur toute la longueur du spécimen.

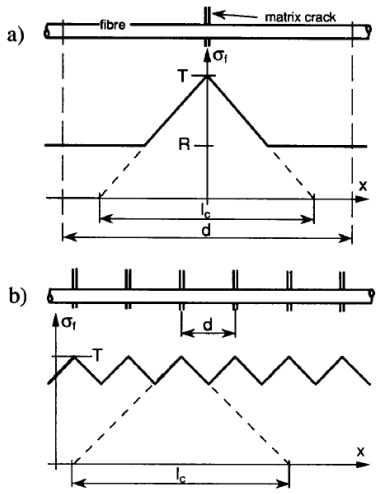

Figure I.12 - Profils de contrainte sur une fibre pour différents pas de fissuration [Rouby1993]

Plusieurs modèles théoriques d'endommagement ont été développés pour relier les paramètres microstructuraux comme τ et la densité de fissuration aux propriétés mécaniques du matériau [Aveston1971, Marshall1985, Rouby1990, Hutchinson1990]. Les modèles d'interfaces les plus simples couramment utilisés sont ceux de type shear-lag dont ACK (Aveston-Cooper-Kelly) sont les précurseurs.

Le comportement mécanique du matériau est présenté ici seulement en traction dans les axes du renfort, ce qui n'est pas tout à fait représentatif des conditions d'utilisation. Ainsi, quelques travaux se sont attachés à caractériser les propriétés de CMC en cisaillement hors plan et dans le plan [Tableau2014].

2.2.2. Comportement mécanique à haute température

Lorsque le composite est soumis à un chargement mécanique au-delà de sa limite élastique (i.e. avec fissures matricielles) sous des températures supérieures à celles pour lesquelles les premiers mécanismes d'oxydation entrent en jeu (vers 400°C), les espèces oxydantes peuvent pénétrer dans les fissures et dégrader fibres et interphase. Les propriétés mécaniques du matériau sont donc largement affectées, et il est indispensable de prendre en compte les effets liés à la température dans ce cas. Les phénomènes thermomécaniques et physico-chimiques en jeu dépendent fortement de la température considérée, ainsi nous limiterons-nous ici à considérer les températures intermédiaires (400°C à 900°C).

2.2.2.1. Propagation sous-critique de fissures

L'un des mécanismes prépondérants menant à la rupture du composite sous charge en atmosphère oxydante est la propagation sous-critique de fissures, ou « Slow Crack Growth ».

Les céramiques, matériaux fragiles, ont une ténacité K_{IC} très faible. Elles rompent lorsque le facteur d'intensité en fond de fissure $K_I = Y\sigma\sqrt{2\pi a}$ (Y : paramètre dépendant de la forme du défaut) atteint la valeur critique de la ténacité K_{IC}. K_I augmente avec la contrainte imposée σ ainsi qu'avec la taille de

défaut ou longueur de fissure *a*. Ainsi, la contrainte de rupture du matériau est abaissée avec l'augmentation de la taille des défauts.

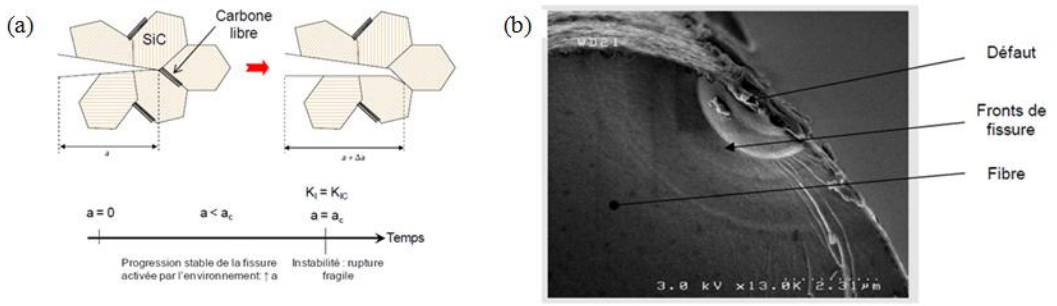

Figure I.13- (a) Croissance de défauts par fissuration sous-critique par oxydation du carbone libre aux joints de grains de SiC en pointe de fissure [Gauthier2006], (b) Micrographie d'une fibre NLM202 après un essai de fatigue statique à 700°C [Forio2004]

Ce phénomène peut également faire intervenir des réactions avec l'environnement en fond de fissure, notamment dans le cas des fibres SiC. Plusieurs travaux menés au LCTS [Bertrand1998, Forio2004] ont montré que la propagation sous-critique des fibres Nicalon et Hi-Nicalon à 600°C et 700°C était liée à l'oxydation du carbone libre présent aux joints de grains (Figure I.13a). Des fronts de fissures successifs observés sur des faciès de rupture de fibres mettent en évidence une propagation lente de fissures (Figure I.13b) [Forio2004]. Lorsque la fissure atteint une taille critique, le facteur K_I dépasse la ténacité et la fibre rompt brutalement.

Des essais de fatigue statique à 700°C sur paquets de 500 fibres ont été menés sur plusieurs types de fibres [Bertrand1998] et ont permis de les classer selon leur résistance à la propagation sous-critique : les Hi-Nicalon S sont plus résistantes que les Hi-Nicalon, elles-mêmes plus performantes que les Nicalon.

Dans un composite, plusieurs autres mécanismes peuvent mener à une propagation lente des fissures [Jones2000, Jones2005]. Pour les températures considérées ici (400°C à 900°C), il s'agit principalement d'ouverture de la fissure à cause de la dégradation du pyrocarbone provoquant des transferts de charge (fibres pontantes plus chargées et donc plus déformées), ainsi que la fragilisation par oxydation. L'oxydation de certains constituants du matériau entraîne une liaison locale par collage entre les fibres et la matrice [Glime1995, Evans1996]. La rupture s'amorce à cette position à cause de fortes concentrations locales de contraintes [Glime1998] et d'une dégradation locale de la résistance de la fibre [Takeda1998]. Les faciès de rupture résultant de ce phénomène comportent des zones typiques d'une rupture fragile, c'est-à-dire un faciès quasiment lisse avec très peu d'extraction de fibres.

2.2.2.2. En fatigue statique

La fatigue statique consiste à appliquer une charge constante à une éprouvette, généralement en température, avec l'interposition de cycles de décharge/recharge permettant de caractériser l'évolution des propriétés mécaniques. Elle est parfois également appelée « fluage » bien que les mécanismes en jeu soient très différents de ceux du fluage des métaux (mais dans tous les cas, un accroissement des déformations répond à l'imposition d'une contrainte). L'« oxydation sous contrainte » peut également être évoquée dans le cas où une atmosphère oxydante est impliquée.

Dans des conditions de contrainte et d'atmosphère similaires, la durée de vie des fibres seules en fatigue statique est plus courte que celle du composite complet, car les fibres y sont protégées des attaques des espèces oxydantes par la matrice. La durée de vie en fatigue statique du composite est plus élevée à 750°C qu'à 450°C grâce aux propriétés auto-cicatrisantes de la matrice [Moevus2007].

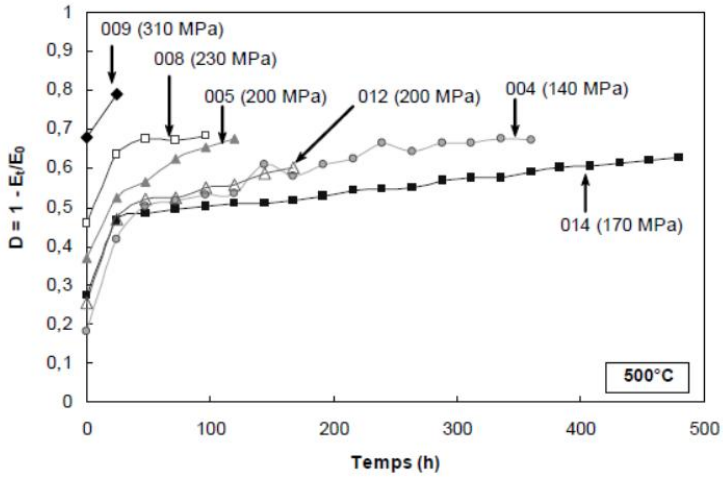

Figure I.14- Evolution du paramètre d'endommagement D lors d'essais de fatigue statique sur un composite SiC/[Si-B-C] à 500°C pour différentes contraintes de maintien [Moevus2007]

Plusieurs études menées sur la fatigue statique des composites SiC/[Si-B-C] ([Farizy2002, Moevus2007, Laforêt2009, Loseille2010]) ont montré que la densité de fissuration dans la matrice augmente avec le niveau de contrainte imposée, et que celle-ci prend place principalement durant la mise en charge initiale. Ainsi, le module élastique diminue fortement dans les premiers instants de l'essai et beaucoup moins par la suite (Figure I.14). En effet, la diminution du module n'est alors plus liée à l'augmentation de la densité de fissuration qui reste quasiment constante, mais à la propagation de décohésions, accrue par la consommation de l'oxydation de l'interphase de pyrocarbone.

La rupture finale du composite est alors pilotée par les mécanismes de fissuration sous-critique précédemment décrits.

2.2.2.3. En fatigue cyclique

La fatigue cyclique consiste à appliquer un chargement cyclique variant généralement sinusoïdalement avec le temps. Elle est caractérisée par la contrainte maximale appliquée, le rapport *R* de charge minimale sur charge maximale et par la fréquence de chargement (ainsi bien sûr que par l'atmosphère considérée). Les frottements aux interfaces répétés durant la fatigue cyclique entraînent une évolution des paramètres microstructuraux et notamment une évolution de la contrainte de cisaillement interfacial τ [Evans1995, Reynaud1996].

Des essais de fatigue à température ambiante menés à 1 Hz et $R = 0$ ont montré qu'avec une contrainte maximale inférieure à la limite élastique du matériau, le module ne diminue pas et le matériau ne s'endommage donc pas [Reynaud1996]. Pour des contraintes maximales plus élevées, la propagation du réseau de fissuration et l'usure aux interfaces entraînent une diminution du module, une augmentation des déformations résiduelles et du frottement (lié à la largeur des boucles d'hystérésis) ainsi qu'une baisse de la contrainte de cisaillement interfacial τ (Figure I.15a et b)

[Rouby1993, Evans1995, Reynaud1996]. Les glissements et frottements répétés le long des zones de décohésion entre fibre et matrice entraînent un émoussement des aspérités et la formation de micro-débris. La diminution de τ a une influence sur les profils de contrainte dans les fibres au voisinage des fissures, différents au déchargement et rechargement (Figure I.15c et d) [Rouby1993]. Elle engendre une augmentation de la longueur nécessaire au transfert de charge de la matrice vers la fibre, pouvant potentiellement mener à une rupture prématurée des fibres. Les effets décrits s'accentuent avec la valeur de la contrainte maximale appliquée.

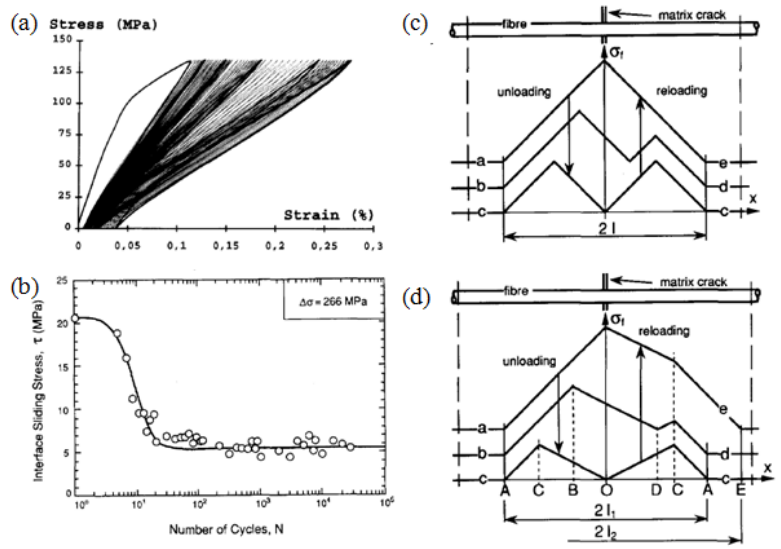

Figure I.15 –(a) Evolution typique des boucles contrainte/déformation durant un essai de fatigue cyclique sur CMC [Reynaud1996]. (b) Effet d'un chargement cyclique sur la contrainte de cisaillement interfacial [Evans1995]. Evolutions des profils de contrainte dans la fibre durant la décharge et la recharge avec l'hypothèse (c) d'un τ uniforme et (d) d'une diminution de τ sur la longueur de glissement [Rouby1993].

Lors de fatigue à haute température sous atmosphère oxydante, l'interphase peut être dégradée par oxydation en plus de l'usure mécanique, engendrant ainsi une diminution plus importante de τ. En effet, un modèle basé sur les cinétiques d'oxydation du pyrocarbone montre qu'à 450°C, donc sans formation de verre auto-cicatrisant, l'interphase est très significativement dégradée après un nombre de cycles inférieur à la durée de vie du composite [Hemon2013]. Ceci accentue la décohésion fibre/matrice et contribue à la diminution de τ.

Selon les niveaux de contrainte maximale, le mode de dégradation prédominant peut évoluer. Par exemple, pour un composite Syl-iBN/SiC à environ 1200°C, le mécanisme d'endommagement dominant en fatigue est la propagation de fissures non pontées par oxydation pour $\sigma_{max} > 179$ MPa alors que la dégradation des fibres est dominante lorsque $\sigma_{max} < 165$ MPa [Morscher2008].

2.3. PARAMETRES INFLUENÇANT LES CINETIQUES D'ENDOMMAGEMENT SUR CMC

Dans cette partie sont examinés les différents paramètres expérimentaux qui pourraient permettre d'augmenter les cinétiques d'endommagement du matériau. L'endommagement est ici considéré au sens large : il ne comprend pas seulement la fissuration (origine mécanique) mais tout ce qui contribue à la baisse de module. Le niveau de contrainte mécanique, qui pourrait être cité en premier lieu, a toutefois été éliminé. En effet, étant directement lié à la fissuration matricielle, une

contrainte mécanique plus élevée génèrerait de la fissuration dans des sites (torons longitudinaux, etc.) où elle n'est pas présente à la contrainte initiale : les mécanismes d'endommagement seraient donc modifiés, et il ne serait pas possible d'effectuer un lien entre le comportement en conditions accélérées et celui en conditions standard.

2.3.1. La pression partielle d'eau et le rapport $P(H_2O)/P(O_2)$

L'augmentation du rapport pression partielle d'eau sur pression partielle d'oxygène conduit clairement à une diminution des durées de vie. Pour des composites SiC/[Si-B-C] testés à 600°C, la perte de masse après 1000h est 4 fois plus élevée pour un mélange Air/H_2O 50/50 ($P(H_2O)/P(O_2)$ = 5) que pour un mélange Air/H_2O 90/10 ($P(H_2O)/P(O_2)$ = 0.56) [Quemard2005](Figure I.16) .

Des chutes significatives de la contrainte à rupture lors d'une traction résiduelle sont également observées pour des rapports $P(H_2O)/P(O_2)$ plus élevés. En effet, l'augmentation de la pression d'eau augmente sensiblement la vitesse de volatilisation de l'oxyde, alors que son effet oxydant sur les espèces borées est négligeable comparé à celui de l'oxygène aux températures inférieures à 800°C. Ainsi, le rapport $P(H_2O)/P(O_2)$ traduit une compétition entre la volatilisation de l'oxyde, pilotée principalement par $P(H_2O)$, et la formation de cet oxyde, liée à $P(O_2)$. La loi paralinéaire de Tedmon [Tedmon1966] permet de quantifier cet effet (Figure I.7) en décrivant ainsi la variation d'épaisseur d'oxyde x :

$$\frac{dx}{dt} = \frac{k_p}{2x} - k_l \qquad \text{(I.21)}$$

$$\frac{dx}{dt} = 0 \rightarrow x_{max} = \frac{k_p}{2k_l} \qquad \text{(I.22)}$$

Ainsi, l'épaisseur maximale de la couche d'oxyde, et donc l'épaisseur maximale qui peut être comblée, dépendent du rapport k_p/k_l, lui-même lié au rapport $P(H_2O)/P(O_2)$. A rapport $P(H_2O)/P(O_2)$ fixé, l'épaisseur maximale qui peut être comblée avant que la phase de récession ne s'installe est identique. Si k_l est très faible, sous air sec par exemple, l'épaisseur maximale est très grande car le système suit une loi quasiment parabolique. Si k_l est élevé comparé à k_p, l'épaisseur maximale est très faible car l'oxyde formé est immédiatement volatilisé.

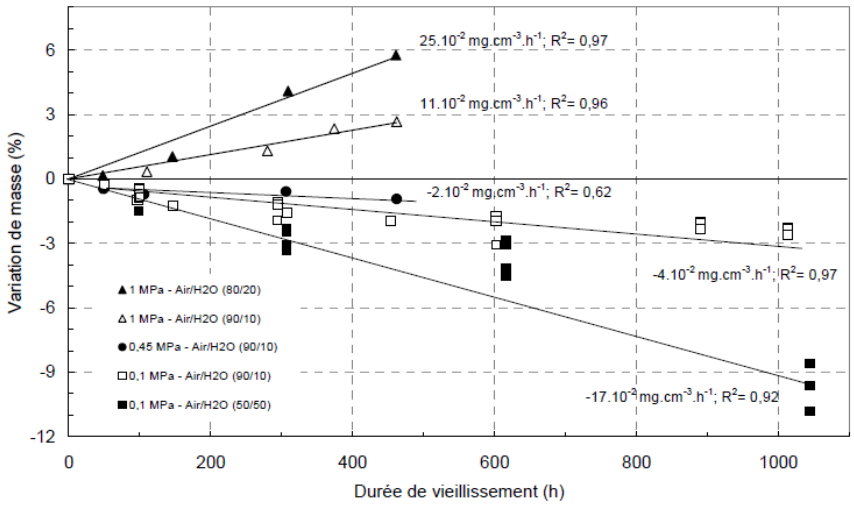

Figure I.16- Variations massiques d'éprouvettes en SiC/[Si-B-C] vieillies à 600°C sous différents mélanges air/H_2O et pressions totales [Quemard2005].

2.3.2. La température (sous atmosphère oxydante)

Le comportement thermo-chimique des composites SiC/[Si-B-C] est très complexe à cause des multiples mécanismes d'oxydation des divers constituants décrits précédemment. Ainsi, les durées de vie de tels matériaux sont étonnamment plus longues à des températures proches de 800°C qu'à des températures autour de 450°C, pourtant plus faibles, car l'auto-cicatrisation y est moins efficace et l'interphase est sujette à l'oxydation. Il est apparu que l'oxydation de l'interphase carbonée débute dès 400°C, alors que l'oxydation du carbure de bore formant le verre cicatrisant n'est activée significativement qu'à partir de 500°C environ. De plus une étude thermodynamique des pressions partielles théoriques à l'équilibre avec $B_2O_{3(l)}$ en fonction de la température montre que les espèces prédominantes en dessous de 850°C ($H_3B_3O_6$ et H_3BO_3) présentent une concentration diminuant avec la température alors que celle de l'espèce HBO_2 augmente avec la température (Figure I.17a) [Martin2003]. Ces effets combinés engendrent une pression partielle totale d'espèces $H_xB_yO_z$ gazeuses plus élevée à 600°C qu'à 900°C, et donc une volatilisation plus importante à 600°C qu'à 900°C (Figure I.17b). Cet effet peut être étendu par conservation des ordres de réaction et ainsi la vitesse de volatilisation k_l est beaucoup plus élevée à 450°C qu'à 900°C. De ce fait, non seulement les quantités de verre formés sont faibles autour de 450-500°C, mais en plus elles se volatilisent très rapidement. Ce domaine de température pour lequel l'oxydation du pyrocarbone de l'interphase est déjà bien active est donc critique pour le matériau, et conduira aux durées de vie les plus faibles.

Trois domaines de températures peuvent être distingués selon l'effet de l'oxydation sur le comportement mécanique [Farizy2002, Loseille2010] :

- $400°C \leq T \leq 600°C$

L'oxydation de l'interphase carbonée entraîne un report de charge de la matrice vers les fibres. Les espèces oxydantes atteignent facilement les fibres et la propagation de fissures sous contrainte est activée. En effet, de nombreux faciès de fibre de type miroir peuvent être observés, caractérisant une propagation lente de fissure. La cicatrisation est inefficace dans ce domaine malgré la présence de verre observée à 500°C [Moevus2007] mais en quantité insuffisante pour boucher les fissures. En présence d'humidité, la volatilisation du $B_2O_{3(l)}$ est très rapide dans ce domaine de température et condamne toute possibilité d'auto-cicatrisation.

- $600°C \leq T \leq 900°C$

Dans ce domaine de température, l'auto-cicatrisation est efficace sous air sec et protège bien les fibres des espèces oxydantes, avec formation d'une quantité de verre généralement suffisante pour combler les fissures (le temps nécessaire pour la former dépend entre autres de l'ouverture des fissures et donc de la contrainte appliquée). Avant cicatrisation complète de la fissure, la consommation de l'oxygène par les phases borées de la matrice le long du profil de fissure diminue déjà sensiblement la quantité d'oxygène atteignant les fibres, paramètre critique pour la durée de vie du matériau. Après cicatrisation complète, les fibres sont efficacement protégées jusqu'à ce que l'oxygène finisse par diffuser à travers le bouchon d'oxyde et attaquer les fibres de nouveau, à une vitesse toutefois nettement réduite. En présence d'humidité, le temps nécessaire pour cicatriser les fissures est plus long à cause de la volatilisation d'une partie de l'oxyde formé. Si la pression partielle d'eau est trop importante, la cicatrisation peut ne pas être atteinte et une phase de récession stable de la matrice prend alors place.

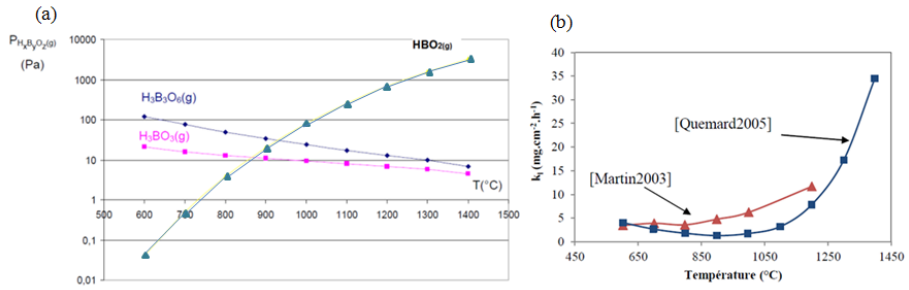

Figure I.17- (a) Pressions partielles théoriques des espèces HxByOz à l'équilibre au-dessus de B_2O_3(l) à différentes températures [Martin2003] et (b) évolution de la vitesse linéaire de volatilisation k_l du B_2O_3 pour P(H_2O) = 10 kPa et v=0.2cm/s [Nualas2013]

- T ≥ 900°C

Aux températures élevées, la volatilisation de l'oxyde devient beaucoup plus importante (Figure I.17), amoindrissant l'efficacité de la cicatrisation. De plus, le verre cicatrisant peut réagir avec la couche de silice à la surface des fibres, conduisant ainsi à une dégradation progressive des fibres.

2.3.3. Le type de chargement statique/cyclique

Pour des essais de fatigue à contrainte maximale constante (non incrémentaux), la création de fissures matricielles a lieu principalement dans les premiers instants de l'essai, lors du chargement initial en fatigue statique et lors des premiers cycles en fatigue cyclique. La densité de fissuration est liée à la contrainte maximale imposée. Cependant, l'observation d'éprouvettes soumises à des essais de fatigue cyclique et statique à même température et même niveau de contrainte maximale montre un état de fissuration différent. Il a été observé sur des composites C_f/[Si-B-C] que la largeur des fissures mesurée une fois le matériau déchargé était de 2 à 4 fois plus importante après fatigue cyclique que statique [Momon2008]. De ce fait, les fissures se referment beaucoup moins bien à la décharge après la fatigue cyclique qui engendre une usure des interfaces et de la création de débris. De plus, bien que de nouvelles fissures n'apparaissent pas ou peu durant la fatigue cyclique, les fissures existantes peuvent se propager au cours des cycles. Un lien a pu être établi entre l'augmentation de la longueur des fissures et la diminution du module lors des cycles de décharge/recharge [Miyashita2002].

Sous chargement statique, les fissures observées à contrainte maximale sont plus ouvertes qu'en fatigue cyclique et deviennent ainsi des chemins d'accès plus faciles vers le cœur du matériau pour les espèces oxydantes. L'usure mécanique aux interfaces est par contre évidemment beaucoup plus faible que pour la fatigue cyclique. Concernant les matériaux SiC/[Si-B-C], aucune n'étude n'a encore montré quel phénomène était prépondérant (pour une même contrainte maximale) et si les durées de vie était plus courtes en fatigue statique ou en fatigue cyclique (à fréquence modérée < 5 Hz).

2.3.4. La fréquence de cyclage mécanique

Lors de tests de fatigue cyclique sur matériaux métalliques par exemple, il est très courant de considérer le nombre de cycles de fatigue plutôt que le temps d'essai pour tracer les courbes de Wöhler entre autres, car les mécanismes de propagation de fissure sont directement liés au nombre de cycles de sollicitation. Dans ces conditions, il est intéressant de travailler à fréquence mécanique élevée afin de réduire le temps d'essai permettant d'obtenir un résultat similaire à celui à fréquence

plus faible. Cependant, durant un essai de fatigue à haute température sous atmosphère oxydante sur CMC, deux catégories de mécanismes d'endommagement entrent en jeu :

- Les mécanismes dépendant de la fréquence comme ceux liés directement à la fatigue mécanique (glissement alterné entre fibre et matrice)
- Les mécanismes dépendant du temps, qui sont principalement ceux liés à l'oxydation (propagation sous contrainte, oxydation de l'interphase, de la matrice et des fibres).

Ainsi, une augmentation de fréquence mécanique amplifie les mécanismes liés à la fatigue mécanique mais aurait a priori peu d'influence sur les mécanismes liés à l'oxydation (à part un potentiel effet de succion des espèces oxydantes).

Pour des fréquences de cyclage assez faibles sur composite SiC / [Si-B-C], le passage de 0,25 Hz à 1 Hz puis 2,5 Hz n'a pas d'influence significative sur l'évolution du module et des déformations résiduelles. En revanche, une forte augmentation du frottement intérieur au cours des cycles est observée avec l'augmentation de fréquence [Penas2002].

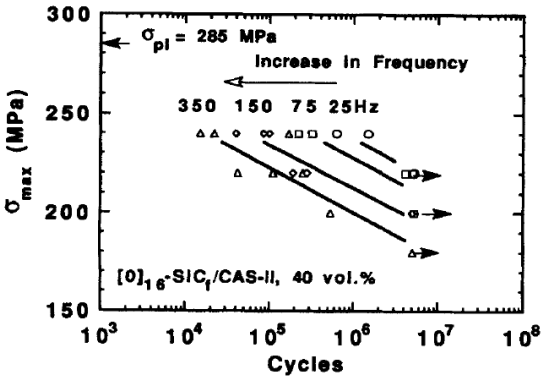

Figure I.18 - Influence de la fréquence et de la contrainte maximale de fatigue lors d'essais à température ambiante sur SiC/CAS [Holmes1994]

Il a été montré que des hautes fréquences (150 Hz et 350 Hz) de cyclage mécanique réduisaient sensiblement la durée de vie d'un composite SiC/CAS (calcium aluminosilicate, Figure I.18). A une contrainte maximale de 220 MPa (bien inférieure à la limite élastique 285 MPa), la durée de vie était réduite d'un facteur 100 entre 25 Hz et 350 Hz [Holmes1994]. Les augmentations de température mesurées approchaient des 140°C à 350 Hz, et cet important auto-échauffement amplifiait la dégradation du matériau.

Tableau I.2- Mesures des élévations de température après stabilisation en fonction de l'effort et de la fréquence sur Cerasep A40C (rapport interne SAFRAN)

	0.1 Hz	1 Hz	10 Hz	30 Hz	60 Hz
52 MPa	x	<0,05°C	<0,05°C	<0,05°C	x
104 MPa	x	<0,05°C	<1°C	<1°C	x
156 MPa	x	<1°C	<10°C	<10°C	>10°C
208 MPa	<1°C	<10°C	>10°C	>10°C	x

L'auto-échauffement de l'éprouvette dépend fortement de la fréquence de cyclage mécanique, mais aussi de la contrainte maximale. Les élévations de température induites par différentes conditions de

contrainte et de fréquence de fatigue ont été mesurées lors d'essais à température ambiante menés sur composite SiC/[Si-B-C] (Cerasep A40C) [rapport interne SAFRAN]. A 30 Hz et 104 MPa, qui seront les conditions les plus contraignantes utilisées dans ce projet de thèse, l'élévation de température est inférieure à 1°C (cf. Tableau I.2) et ses effets sur l'endommagement du matériau seront donc considérés comme négligeables.

D'autres paramètres influençant les cinétiques de vieillissement pourraient également être cités, comme la pression totale. Cependant, l'une des contraintes du cahier des charges industriel est l'applicabilité de la méthode d'accélération aux essais de structure. L'utilisation de la pression totale par exemple impliquerait l'utilisation d'étuves résistantes aux hautes pressions et de contenance suffisante, qui ne sont pas envisageables. Ainsi, les paramètres précédemment analysés, satisfaisant cette condition, sont les principaux leviers à partir desquels il est possible de bâtir une méthodologie d'accélération d'essais.

3. METHODES DE SUIVI EN TEMPS REEL DE L'ENDOMMAGEMENT SUR CMC

Le composite étudié présentant un comportement thermochimique et des mécanismes d'endommagement très complexes (partie I.2), les modèles d'accélération analytiques usuels ne pourront évidemment pas être appliqués directement. Afin de pouvoir comparer les niveaux d'endommagement sous différentes conditions d'essais, standard ou « accélérées » (partie I.1), il est indispensable de développer des méthodes efficaces de suivi en temps réel de l'endommagement. Plusieurs techniques peuvent être envisagées : émission acoustique (EA), thermographie, résistance électrique (RE), ultrasons, etc. Cependant, le suivi considéré ne doit pas concerner seulement des éprouvettes de laboratoire, mais aussi des éprouvettes technologiques plus grosses et des pièces industrielles. Ce dernier cas est rédhibitoire pour l'utilisation exclusive d'indicateurs mécaniques (obtenus e.g. par cyclage), car il faudrait « truffer » ces éprouvettes technologiques de mesures de champ.

Deux méthodes satisfaisant ce critère ont été sélectionnées pour ces travaux pour leur applicabilité en continu lors d'essais de fatigue de longue durée à haute température : la mesure de résistivité électrique et l'analyse de l'émission acoustique.

3.1. RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE

La mesure de résistance électrique est une technique de suivi d'endommagement peu coûteuse et relativement simple à mettre en œuvre qui a été développée principalement sur les composites à matrice organique. Ses atouts ont encouragé le transfert de cette technique à d'autres types de matériaux, et notamment les CMC pour lesquels les applications sont prometteuses, mais également plus récemment dans le génie civil sur certains types de béton [Ranade2014, Vesely2015].

3.1.1. Suivi d'endommagement par mesure de résistance électrique sur les composites à matrice organique (CMO)

Il est tout d'abord indispensable de s'intéresser aux travaux effectués sur la résistance électrique des composites à matrice organique, sur lesquels s'appuient grandement les recherches qui ont suivi concernant cette technique appliquée aux CMC. Dès le début des années 90, de nombreux auteurs se sont intéressés aux potentialités de la mesure de résistance électrique en tant que moyen d'évaluation non destructive, pour l'aéronautique par exemple, avec même des possibilités de suivi en temps réel. Ils ont appliqué cette technique sur des CMO à renforts fibreux, mais également à renforts particulaires [Ruschau1992].

L'idée principale qui a conduit au développement de cette technique est d'obtenir un moyen direct de suivi du taux de fibres rompues [Schulte1989]. En effet, la matrice polymère étant isolante (résistivité de la matrice époxy : $10^{13}\,\Omega$.m) et les fibres de carbone conductrices, la conductivité du composite n'est pas isotrope et dépend principalement de celle des fibres non rompues, et bien orientées, présentes dans le matériau. Les effets de température ne sont pas à négliger, car la résistance électrique des fibres de carbone décroît avec la température. Or durant un essai de fatigue, une augmentation de température peut être observée suivant la fréquence et le chargement. Il faut donc mesurer précisément cette variation de température et la corréler aux changements de résistivité. Dès 1989, Schulte et al. [Schulte1989] ont ainsi suivi l'évolution de la résistance électrique de CFRP (Carbon-Fiber Reinforced Polymer) durant des essais de fatigue, en montrant que la résistance augmentait avec l'endommagement du matériau, mais avec des variations de résistance maximales de l'ordre de 2%. Schulte a même envisagé des applications en vol pour cette nouvelle méthode de CND.

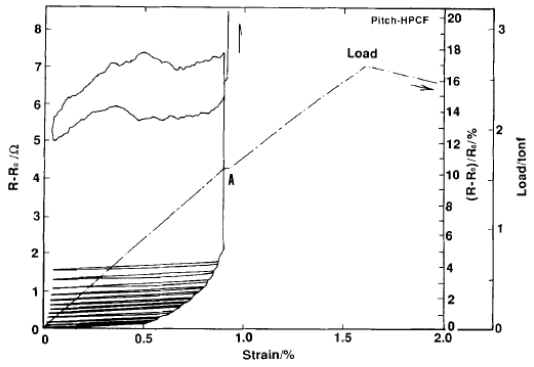

Figure I .19 - Variation de résistance électrique en fonction de la déformation pour un GFCFRP [Muto1993]

Ces premiers essais étaient effectués avec une méthode de mesure deux points (même contact pour l'introduction du courant et la mesure de tension) en négligeant les résistances de contact. Muto et al. [Muto1993] ont suivi le même principe pour analyser l'évolution de la résistance d'une éprouvette GFCFRP (Glass-Fiber-Carbon-Fiber Reinforced Polymer) lors d'une traction cyclée (Figure I .19).

Plusieurs observations peuvent alors être effectuées : la résistance augmente de manière linéaire avec la déformation durant la recharge, puis non-linéairement lorsque la déformation maximale précédente est dépassée. L'effet Kaiser est ainsi bien visible à travers la mesure de résistance, avec un effet mémoire de la déformation maximale appliquée. De plus, des résistances résiduelles permanentes sont mesurées, qui augmentent de manière « parabolique » [Muto1993] avec la

déformation maximale appliquée. Il est également possible de noter que les boucles se referment quasiment à la déformation maximale.

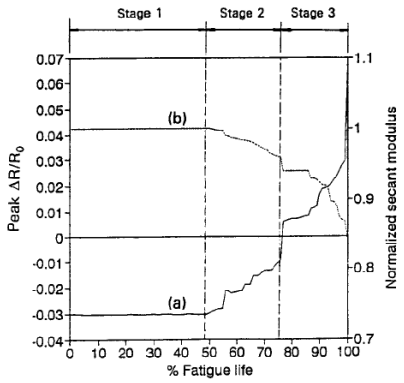

Figure I.20 - (a) $\Delta R/R_0$ et (b) modulé sécant normalisé selon le pourcentage de durée de vie en fatigue cyclique (traction) sur un CFRP [Wang1999b]

Pour des CFRP unidirectionnels, il a été observé quelques fois une diminution a priori étonnante de la résistivité lors des premiers cycles de fatigue, suivie d'une augmentation à plus grand nombre de cycles [Wang1999b]. Cette diminution initiale a été attribuée à une amélioration du degré d'alignement des fibres lors des premières mises sous charge, avec une atténuation de l'ondulation des fibres, et donc une meilleure conductivité.

Des essais de fatigue cyclique ont été menés sur des CFRP avec acquisition en continu de la résistance [Wang1999b]. Il est apparu qu'à partir de 50% de la durée de vie en fatigue, la valeur de résistance mesurée commence à augmenter nettement (Figure I.20). Cette augmentation s'effectue en parallèle d'une chute assez brutale de module à partir du même moment. Ces évolutions sont à relier au pourcentage de fibres rompues : il n'y en a quasiment aucune dans la première phase où le module reste constant, elles commencent à se produire à la 2^e phase et s'amplifient à la 3^e. Ainsi, la mesure de résistance permet de suivre en temps réel le taux de fibres rompues. Il est possible d'aller un peu plus loin dans l'analyse de ces essais en s'intéressant aux évolutions de R à l'échelle des cycles [Wang1999a] : de 55% à 89% de la durée de vie, la résistance n'augmente pas à chaque cycle, mais de manière discontinue par sauts , ce qui est attribué à des dommages mineurs sous la forme de ruptures de fibres qui ne se produisent pas à chaque cycle. A partir de 89% de la durée de vie, R augmente de manière continue, avec donc des ruptures de fibres à chaque cycle. Enfin, après 99.9%, R augmente rapidement à la fois par sauts (pas à tous les cycles) et continûment (à tous les cycles), ce qui est attribué à des ruptures de fibres à chaque cycle ainsi que des ruptures par groupes de fibre, lors de la période précédant la rupture. Ainsi, la mesure de résistance permet d'effectuer un suivi en temps réel du degré d'endommagement du matériau.

Pour des essais en chargement statique, le même auteur [Wang1999b] a mesuré une augmentation de résistance significative à partir de 50% de la déformation à rupture, ce qui est associé au début de la rupture des fibres.

Un avantage supplémentaire de la mesure de résistance électrique en tant que contrôle non destructif est la possibilité de détecter des surcharges [Xia2008] : après une surcharge, la résistance augmente brutalement, et d'autant plus que la surcharge est forte (Figure I.21). Ceci présente un grand intérêt pour des contrôles de santé matière, en maintenance aéronautique par exemple.

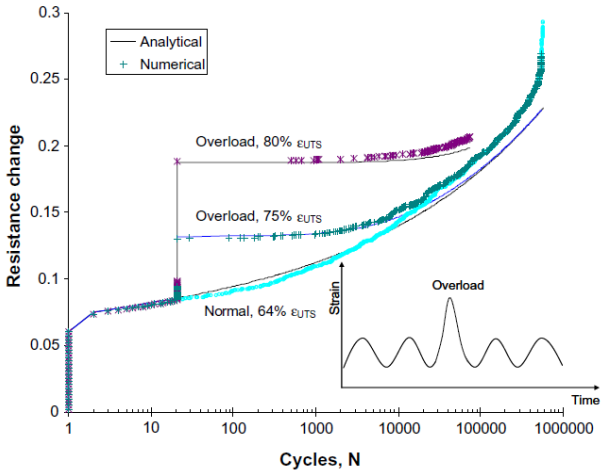

Figure I.21 – Variation de résistance en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de surcharge relatifs à ε_{UTS} (Ultimate tensile strain) [Xia2008]

La mesure de résistance dans le sens des fibres supportant la charge est ainsi pour les CFRP un bon indicateur du taux de fibres rompues ; l'endommagement sous forme de délaminage peut également être détecté par mesure de résistance électrique, dans le sens de l'épaisseur de la pièce cette fois-ci [Wang2001].

Plusieurs propositions de modélisation de la dépendance de la résistance à l'endommagement dans les CMO ont été publiées. Celle de Xia *et al.* [Xia2003] notamment vise à coupler un modèle électrique (réseau de résistances) à un modèle mécanique de type shear-lag. Ce dernier informe le modèle électrique de la localisation des fibres rompues et des contraintes sur les parties de fibres non-rompues. Le nombre de fibres rompues est fourni par une loi de Weibull. Le modèle électrique prend en compte à la fois la conductivité des fibres longitudinales et les contacts occasionnels entre fibres. C'est ainsi la rupture des fibres qui est à l'origine de l'augmentation de résistance dans ce modèle. Une expression de la forme suivante est obtenue :

$$\frac{\Delta R}{R_0} = (1+\alpha\varepsilon)exp\left(\frac{\delta_{ce}}{\delta_c}\left(\frac{E_f\varepsilon}{\sigma_c}\right)^m\right) - 1 \qquad \text{(I.23)}$$

E_f est le module des fibres, α est un coefficient propre au matériau, m un paramètre de Weibull, δ_c est la longueur mécanique ineffective (sur laquelle une fibre rompue perd ses capacités de support de charge), et par analogie δ_{ce} est la longueur électrique ineffective.

L'allure des courbes obtenues correspond à ce qui est observé expérimentalement, mais il est difficile d'estimer des valeurs de δ_{ce}. Les résultats obtenus en mesurant directement la résistance entre 2 points (les mêmes contacts sont utilisés pour envoyer un courant et mesurer la différence de potentiel résultante) sont dépendants du type de contact électrique utilisé, surfacique ou aux extrémités de l'éprouvette [Xia2003]. En effet, avec des contacts surfaciques, les électrodes sont en contact avec un seul côté de l'éprouvette, elles seront donc plus sensibles à l'endommagement proche de cette surface, alors que pour des contacts aux extrémités, la réponse en résistance est assez continue. Des sauts suivis de plateaux apparaissent ainsi pour des contacts surfaciques : chaque saut correspond à des ruptures de fibres proches de la surface équipée, et les plateaux à des

instants ou l'endommagement a lieu plus loin de cette surface. La résistance mesurée par contacts de surface est une combinaison complexe du degré et de la localisation de l'endommagement.

Dans les composites à matrice organique, les variations de résistance mesurées sont majoritairement dues à l'endommagement des fibres, seules conductrices de courant dans un matériau à matrice isolante. En ce qui concerne les CMC, la matrice est également conductrice (qu'elle soit carbone ou SiC), ainsi que l'interphase. Cela implique que la résistance électrique du matériau est sensible non seulement à l'endommagement des fibres, mais aussi à ceux de la matrice et de l'interphase. L'importance de la fissuration matricielle dans les mécanismes d'endommagement des CMC étant avérée, la mesure de résistance électrique est donc une méthode de suivi d'endommagement à fort potentiel pour ces matériaux.

3.1.2. Valeurs de résistivités des constituants de CMC

Il semble judicieux de commencer par s'intéresser aux valeurs de résistivité des constituants du matériau qui fait l'objet de ce travail. La conductivité électrique de différentes fibres de carbure de silicium a été étudiée pour des applications nucléaires où des matériaux de faible conductivité électrique étaient recherchés afin d'éviter les effets magnétohydrodynamiques [Scholz2002]. Pour plusieurs fibres SiC différentes, contrairement aux métaux, la conductivité électrique augmente avec la température. Les fibres Nicalon NL207 utilisées dans le matériau Cerasep A40C présentent une résistivité de 10 Ω.m à température ambiante [Snead2004].

Concernant l'interphase, si elle est constituée de pyrocarbone comme dans le cas de l'A40C, des résistivités très faibles sont attendues car ce matériau est un excellent conducteur. Il est cependant difficile d'obtenir une valeur de référence de résistivité électrique du pyrocarbone car elle dépend de la manière dont il a été élaboré. Il a été montré très tôt [Noyes1924] que la résistivité du carbone diminue avec la température (et donc sa conductivité augmente, tout comme les fibres SiC.) Pour les interphases en nitrure de bore (BN), les résistivités associées sont beaucoup plus élevées que pour le PyC (Tableau I.3).

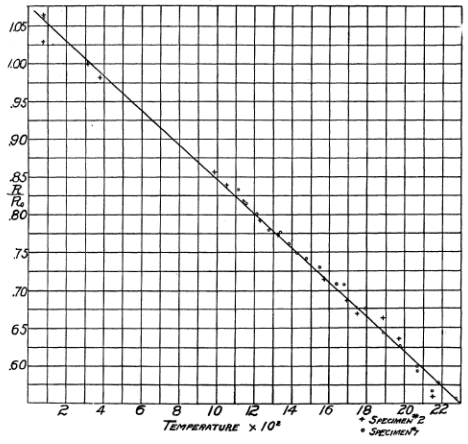

Figure I.22- Résistance d'un filament de carbone non traité en fonction de la température [Noyes1924]

Concernant la matrice, sa résistance varie de manière très importante selon la manière dont elle a été élaborée. Pour des composites à matrice SiC-CVI, renforcés par des fibres Nicalon avec interphase de carbone, une conductivité de 400 $(\Omega.m)^{-1}$ a été mesurée [Scholz2002] avec peu de différence entre des textures 2D et 3D. Pour un matériau avec les mêmes fibres mais une matrice

élaborée par PIP et sans interphase, la conductivité chute à environ $10(\Omega.m)^{-1}$. La suppression de l'interphase a probablement une grande contribution dans cette chute de conductivité.

Tableau I.3 - Conductivités électriques des matériaux d'interphase

Type d'interphase	Conductivité à 20°C $(\Omega.m)^{-1}$	Résistivité à 20°C (Ω.m)	Source
PyC	2.2×10^{4}	4.5×10^{-5}	[Graham2010]
	3×10^{4}	3.3×10^{-5}	[Katoh2006]
BN	0.3	3	[Tang2004]

Une valeur de conductivité du SiC seul déposé par CVI est proposée par Katoh et al. [Katoh2006] à $10(\Omega.m)^{-1}$, ce qui est faible comparé à la conductivité des fibres SiC de première génération. Snead [Snead2004] propose une valeur plus élevée de $162(\Omega.m)^{-1}$ dans le cas du SiC CVD.

Un récapitulatif des valeurs de résistivités électriques relevées dans la littérature pour les différents constituants de l'A40C est présenté dans le Tableau I.4.

Tableau I.4 - Résistivités électriques des constituants de l'A40C

Constituant	Résistivité à 20°C (Ω.m)	Source
Fibre Nicalon	10	[Scholz2002]
Interphase PyC	$3.3\text{-}4.5 \times 10^{-5}$	[Graham2010], [Katoh2006]
Matrice SiC	0.1 -0.006	[Katoh2006], [Snead2004]

Afin d'avoir une estimation des contributions de chaque constituant, il peut être intéressant de rapporter ces valeurs de conductivités aux surfaces typiques de chaque constituant du matériau, ce qui est présenté dans le Tableau I.5.

Tableau I.5 - Estimations des résistivités de constituants rapportées à leur surface relative dans le composite

Constituant	Dimensions	Comparaison R/R(PyC) (ordre de grandeur)
Fibre Nicalon	Diamètre 14 µm	10^{4}
Interphase PyC	Epaisseur ≈ 100-200 nm	1
Matrice SiC	Vf = 40%, porosité = 12%	10^{3}

L'interphase conduit donc nettement plus le courant que les fibres au sein du matériau A40C, bien que la surface de l'interphase soit beaucoup plus faible que celle des fibres. La matrice SiC a des conductivités assez variables dans la littérature. Cependant dans l'A40C, la partie de la matrice élaborée par PIP est moins conductrice que celle issue de la CVI, et les couches de B_4C et Si-B-C sont assez isolantes, la résistivité de la matrice doit donc se rapprocher de la limite haute, elle est ainsi bien moins conductrice que l'interphase.

3.1.3. La résistance électrique : suivi d'endommagement à température ambiante

Certains auteurs ayant travaillé sur la mesure de résistance électrique sur CMO se sont intéressés à l'application de cette méthode sur des CMC, car la conductivité de la matrice laissait présager une

sensibilité de la résistance à l'endommagement beaucoup plus élevée. Les premiers essais ont porté sur des composites C/C, sélectionnés pour leur haute conductivité électrique. Des essais de fatigue cyclique ont permis d'observer une augmentation de résistance résiduelle très élevée dès le premier cycle de chargement, alors que le module d'Young et les déformations résiduelles n'avaient quasiment pas évolué [Wang1999a]. Ceci prouve bien la sensibilité très forte de la résistance vis-à-vis de l'endommagement pour les composites C/C. En revanche, lors de la suite de l'essai de fatigue, la résistance n'a augmenté que légèrement, et de manière régulière, sans rien qui laisse présager la rupture.

Pour les composites SiC/SiC, la fibre et la matrice ont généralement des conductivités du même ordre de grandeur, ce qui peut potentiellement permettre une détection de la fissuration matricielle. C'est entre autres ce qui a incité l'équipe de G.N. Morscher [Smith2008] à utiliser cette technique pour suivre des tractions cyclées sur composites à matrice SiC-CVI. Une méthode de mesure quatre points a été utilisée afin de minimiser les effets de résistance de surface (Figure I.23a), les contacts étant effectués avec de la laque d'argent. Des talons verre/époxy ont été utilisés afin d'isoler l'éprouvette de la machine de traction.

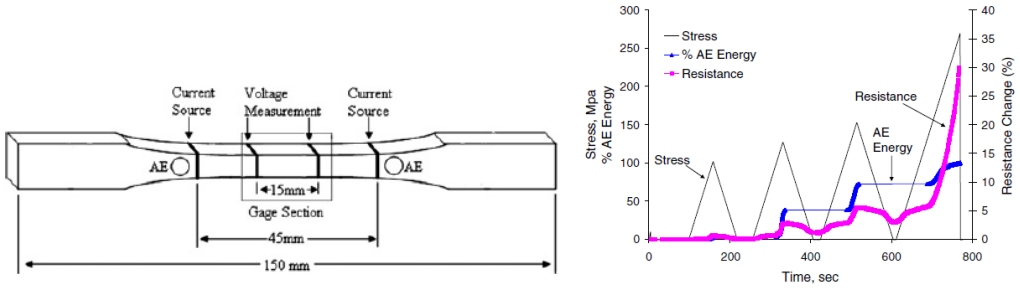

Figure I.23 – (a) Schéma d'une éprouvette équipée d'électrodes et de capteurs acoustiques, (b) évolution de la contrainte, de l'énergie acoustique et de la résistance électrique lors d'une traction cyclée sur composite Hi-Ni/CVI [Smith2008]

La résistance électrique augmente lors de la charge et diminue à la décharge, avec des augmentations corrélées à celles de l'énergie acoustique (Figure I.23b), puis beaucoup plus rapidement aux hautes déformations. La résistance est donc sensible à des phénomènes non émissifs acoustiquement comme l'ouverture des fissures.

Morscher *et al.* notent qu'après un cycle, la résistance à la contrainte maximale précédemment atteinte est égale au maximum précédent, puis elle augmente plus rapidement lorsque l'émission acoustique reprend. L'existence de résistances résiduelles (à charge nulle) plus élevées que la résistance initiale, et qui augmentent avec la contrainte maximale appliquée, a bien été notée avec un intérêt majeur pour des contrôles non destructifs sur pièces déchargées [Smith2008, Morscher2014a et b].

Le même type d'essai à température ambiante a été mené sur des matrices élaborées par Melt Infiltration (MI) avec fibres Syl-iBN et interphase BN [Smith2011b]. Les résistivités associées sont plus faibles avec ce type de matrice : 0,25 Ω.mm environ alors que pour un matériau avec les mêmes fibres et interphase, et une matrice CVI, la résistivité est évaluée à 104 Ω.mm [Smith2008]. Ceci est dû à la présence de silicium libre très conducteur dans la matrice MI [Morscher2014b]. Les augmentations de résistance à rupture sont beaucoup plus importantes pour les CMC-MI, avec jusqu'à +500% voire +1000% d'augmentation à rupture [Smith2011b, Morscher2014b], contre +50%

pour le matériau à matrice CVI [Smith2008]. Pour ces matériaux MI, contrairement à ce qui est observé en CVI, lors des cycles, la résistance atteint sa valeur maximale (à la contrainte pic précédente) à une contrainte beaucoup plus faible que la contrainte maximale précédente. Cela se traduit par des boucles contrainte-résistance qui se referment très tôt (Figure I.24a). Autrement dit, il doit y avoir une altération de l'interface fibre/matrice durant la décharge et la recharge à cause de l'usure associée au frottement, ce qui fait augmenter la résistance [Morscher2014a].

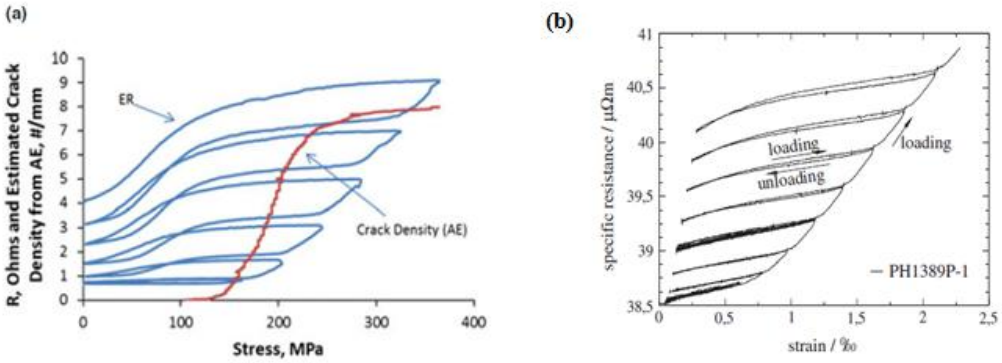

Figure I.24 – (a) Résistance et densité de fissuration estimée à partir de l'énergie acoustique en fonction de la contrainte pour un composite iBN –MI [Morscher2014a], (b) Résistivité sous une déformation imposée en traction pour un composite C(f)/SiC(m) [Böhrk2013]

D'autres types de CMC comme les C(f)/SiC(m) ont fait l'objet de mesures de résistance électrique durant une traction cyclée [Böhrk2013]. La résistivité semble ici quasiment réversible lors des boucles de décharge-recharge (Figure I.24b). L'augmentation des résistances résiduelles est très nette pour ce matériau.

La technique de suivi par mesure de résistance peut être envisagée pour de nombreuses applications en imaginant des dispositifs expérimentaux adaptés. Il est par exemple possible de suivre la propagation d'une fissure interlaminaire en utilisant le dispositif présenté sur la Figure I.25, le système (a) permettant d'obtenir une meilleure précision [Mansour2015].

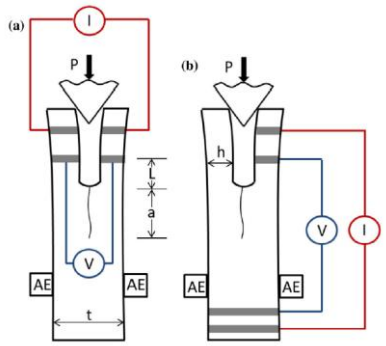

Figure I.25 – Dispositifs expérimentaux permettant de suivre la propagation d'une fissure par mesure de résistance électrique [Mansour2015]

3.1.4. Mesure de résistance à haute température

Tous les essais discutés précédemment ont été effectués à température ambiante, mais il est tout à fait possible d'effectuer un suivi d'essai par mesure de résistivité à haute température. Smith *et al.* [Smith2011a] ont en effet mené des essais de fluage à 1315°C durant presque 200 h avec mesure en

continu de la résistance. Le matériau de l'étude est composé de fibres Syl-iBN, interphase BN et matrice SiC-CVI. L'instrumentation de l'éprouvette a été adaptée en plaçant les contacts électriques en dehors de la zone chaude. Les contacts externes sont effectués sur les extrémités de l'éprouvette en usinant une rainure puis en soudant le fil électrique. Les fils internes sont soudés sur la surface de l'éprouvette.

La résistance décroît asymptotiquement à la mise en température (Figure I.26a). Des essais de fluage ont été menés sur plusieurs échantillons. L'un des échantillons n'a pas rompu après 184 h à 110 MPa et a montré très peu de variation de résistance durant ces 184 heures après l'augmentation initiale. Par contre, une éprouvette du même lot a rompu après 37 heures en présentant une augmentation de résistance significative et régulière (Figure I.26b-c). Les variations de résistance ont été corrélées linéairement à la densité de fissures matricielles mesurée sur les éprouvettes [Smith2011a].

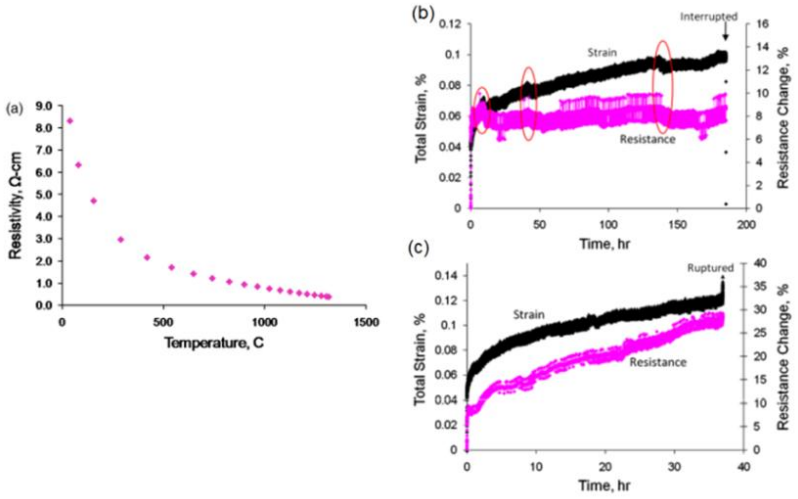

Figure I.26 – (a) Réponse électrique à la montée en température d'un composite Syl-iBN/BN/SiC-CVI [Smith2011a]. Déformation et résistance in situ durant un essai de fluage à 110 MPa et 1315°C pour deux échantillons (b) S1 et (c) S2 [Smith2011a]

3.1.5. Modélisation

Un modèle a été proposé par Sujidkul *et al.* [Sujidkul2014] en considérant un réseau de résistances représentatif d'un état de fissuration matricielle. Les ruptures de fibres sont considérées comme l'endommagement responsable de l'augmentation de résistance et sont intégrées comme des ruptures dans le réseau de résistances (Figure I.27). Ces ruptures de fibres sont régies par une loi de Weibull selon la contrainte appliquée. Une expression de la variation de résistance en fonction de la déformation appliquée est ainsi obtenue.

$$\frac{\Delta R}{R_0} = (1+\alpha\varepsilon)exp\left(\frac{\delta k_0}{L_0}\left(\frac{E_f\varepsilon}{\sigma_0}\right)^{m+1}\right) - 1 \qquad \text{(I.24)}$$

Cela donne une variation exponentielle de résistance qui est bien corrélée avec les données expérimentales pour de faibles déformations. Ce modèle est très proche de celui développé par Xia *et al.* [Xia2003] pour les CMO.

Un autre modèle électrique adapté aux matériaux MI a été développé [Morscher2014a] en considérant un circuit composé de segments matrice/fibre et de zones fibres seules (au droit des fissures). Le segment matrice/fibre est traité comme un circuit parallèle composé des fibres et du

conducteur dominant, le silicium libre dans la matrice, ainsi que d'une résistance *Rr* associée au passage entre les fibres et la matrice (Figure I.28). Au droit des fissures, le courant ne peut plus circuler dans le silicium libre, il doit passer par les fibres, et ce passage est modélisé par la résistance *Rr*. De plus, la résistance de la région d'interface est supposée augmenter avec la contrainte à cause de la longueur de décohésion. Il y a ainsi un découplage électrique pour les zones de la fibre qui dépassent une valeur de contrainte critique. Ce modèle correspond assez bien aux valeurs expérimentales pour de faibles déformations, mais il s'en écarte en sous-estimant la résistance dès que la saturation de la fissuration matricielle est atteinte. Ceci est attribué aux ruptures de fibres, à l'écartement non uniforme des fissures et à l'altération de l'interface durant les décharges et recharges.

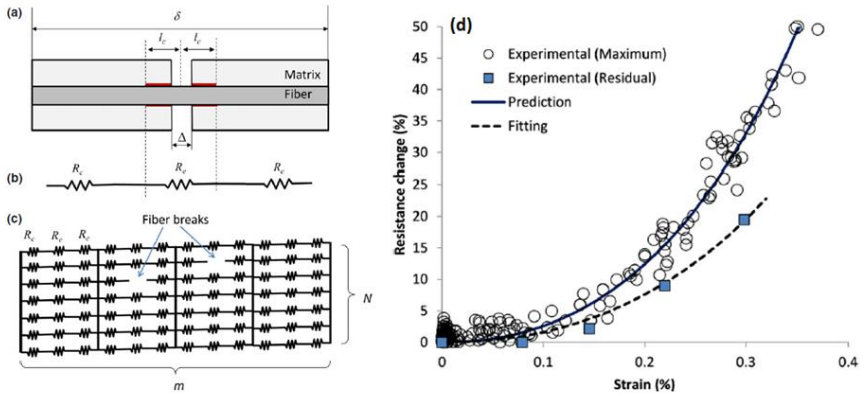

Figure I.27 – (a,b,c) Schéma de principe du réseau de résistances affecté par des ruptures de fibres et (d) comparaison des résultats du modèle avec les données expérimentales en résistance-déformation [Sujidkul2014]

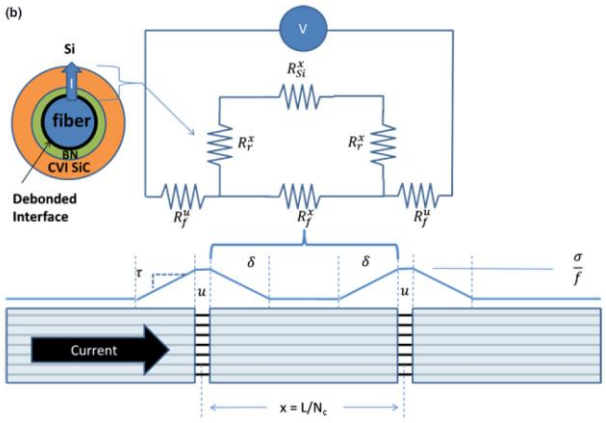

Figure I.28 – Représentation schématique du circuit considéré par [Morscher2014a]

La recherche est actuellement très active sur le thème du suivi d'endommagement de CMC par résistance électrique, et s'oriente entre autres vers la localisation de l'endommagement grâce à de multiples chaînes de mesure de résistance entre des contacts soigneusement placés. Les dérivées temporelles de la résistance électrique permettent de mettre en évidence des événements liés à l'endommagement détectés par certaines chaînes. La corrélation entre les données issues de la résistance électrique et celles provenant de l'analyse de l'émission acoustique est également une voie très prometteuse grâce à la complémentarité de ces méthodes [Singh2017].

3.2. EMISSION ACOUSTIQUE

L'émission acoustique (EA) permet la détection en temps réel de l'endommagement de matériaux sollicités mécaniquement. La potentielle localisation et caractérisation des sources d'endommagement ainsi que la mesure des cinétiques des mécanismes de dégradation en font une technique pertinente quant à la détermination d'indicateurs de suivi d'endommagement.

3.2.1. Présentation du suivi d'endommagement par émission acoustique

L'EA est selon l'AFNOR "un phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de micro-déplacements locaux internes à un matériau" (NF EN 1330-9). Lorsqu'un matériau est déformé, de brusques variations locales du champ de contrainte engendrent une dissipation d'énergie mécanique, dont une fraction mène à la création d'ondes élastiques. Les ondes libérées, de natures et fréquences variées, se propagent dans le matériau jusqu'à en atteindre la surface, où elles pourront éventuellement être détectées par un capteur piézo-électrique. Ce type de capteur transforme une vibration de surface en signal électrique, qui est ensuite amplifié et numérisé par le système d'acquisition (Figure I.29) [Moevus 2007]. Cette technique est donc pertinente pour détecter les défauts actifs, et non les défauts passifs déjà présents (si bien sûr ils ne deviennent pas actifs).

Les sources d'émission acoustique peuvent avoir des origines physiques très diverses : déformation plastique et mouvement des dislocations, transformation de phases (martensitiques), impact mécanique, fissuration du béton et mortier [Rouchier2013], ou encore endommagement des matériaux composites (microfissurations de la matrice, délaminage, rupture de fibres, décohésions aux interfaces et glissement engendré). Contrairement à d'autres techniques de contrôle non-destructif comme les ultrasons (C-scan) ou la radiographie aux rayons X, l'émission acoustique est sensible à toutes les familles d'endommagement des CMC précédemment citées.

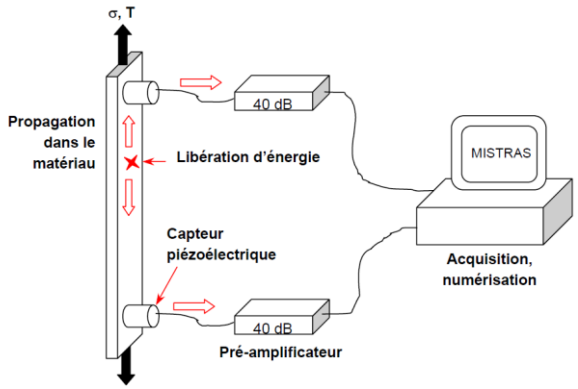

Figure I.29 - Dispositif d'acquisition de l'émission acoustique [Moevus2007]

Deux catégories de capteurs piézo-électriques peuvent être utilisées : les capteurs résonnants et les capteurs large-bande. Les capteurs large-bande ne modifient pas la forme du signal sur une large gamme de fréquence, ce qui permet des analyses fines du contenu fréquentiel des salves et des modes de propagation [Morscher1999]. Les capteurs résonnants ont une bande passante moins large autour d'une fréquence de résonance, ce qui modifie l'allure des signaux en atténuant les fréquences hors de la bande passante, mais confère toutefois une grande sensibilité à des sources d'émission acoustique variées. Dans ce deuxième cas, l'analyse du contenu fréquentiel des signaux

n'est plus pertinente, mais d'autres descripteurs (durée du signal, énergie, etc.) peuvent être étudiés. Les systèmes large-bande étant plus coûteux et complexes à mettre en œuvre, les capteurs résonnants sont souvent utilisés. L'émission acoustique modale présente cependant de nombreux atouts, décrits dans le paragraphe suivant.

Au cours de ce projet, des capteurs résonnants pour les essais effectués en France au LCTS et des capteurs large-bande pour les essais effectués aux USA à l'Université d'Akron ont été utilisés (Annexe D).

Avec les capteurs résonnants, une analyse des paramètres descriptifs des salves peut être menée à bien. Lors de la numérisation du signal, le logiciel d'acquisition peut enregistrer les principaux paramètres exploitables présentés sur la Figure I.30. Le seuil de détection choisi par l'expérimentateur est primordial car il définit la salve, qui est comprise entre la première alternance et la dernière alternance dépassant ce seuil.

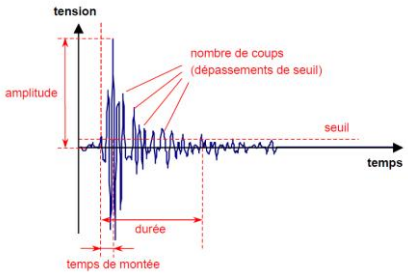

Figure I.30 - Principaux paramètres mesurés sur une salve d'émission acoustique [Moevus2007]

Les principaux descripteurs sont les suivants [Moevus2007]:

- L'amplitude maximale en dB, sur la plage 0-100 dB, $A(dB) = 20 \log(V_s/V_{ref})$ avec V_{ref} = 1 µV et Vs la tension maximale de la salve atteignant le système d'acquisition.
- L'énergie absolue du signal (intégration du signal au carré)
- La durée : temps entre le premier et le dernier dépassement de seuil
- Le nombre de coups : nombre de franchissements de seuil
- Le temps de montée : temps entre le premier dépassement et l'amplitude crête du signal
- La fréquence moyenne : nombre de coups divisé par la durée de la salve.

L'EA permet de détecter en temps réel des défauts évolutifs. En revanche, les signaux générés sont représentatifs d'un phénomène irréversible. Si le matériau est de nouveau sollicité, il n'y aura aucune émission jusqu'à atteindre la contrainte maximale à laquelle il a été précédemment soumis : c'est l'effet Kaiser. En effet, les frottements aux interfaces fibre/matrice générant peu d'ondes détectables, ce sont les nouvelles fissures qui sont principalement à l'origine de signaux EA. En pratique, des signaux commencent à être détectés légèrement en-dessous de ce niveau de contrainte maximal précédemment atteint : c'est l'effet Felicity.

En plaçant plusieurs capteurs sur une structure, la mesure des temps d'arrivées des salves détectées pour un même événement permet la localisation de la source d'EA par un calcul de triangulation. Avec 2 capteurs, une localisation linéaire peut être assez simplement effectuée, en considérant un événement se produisant entre 2 capteurs espacés d'une distance L. Si le décalage entre les temps de détection de cet événement par les 2 capteurs est Δt, un calcul simple montre que la position de

l'événement par rapport au centre vaut la moitié de Δt multiplié par la vitesse de propagation V du signal dans le matériau (vitesse à déterminer au préalable, par exemple avec une source de Hsu-Nielsen, soit un cassé de mines). Or, l'endommagement du matériau peut diminuer sa rigidité et ainsi diminuer la vitesse de propagation du son dans le matériau. Cet effet est à prendre en compte dans le calcul de localisation lors d'essais de traction cyclée menés jusqu'à rupture par exemple où le module diminue fortement. Pour des essais de fatigue à contrainte relativement basse, la chute de module est bien moins importante. De plus, le module à prendre en compte n'est pas ici le module sécant mais celui tangent à la descente, qui diminue beaucoup moins. Il faut également savoir que la vitesse du son varie non pas avec la rigidité mais avec sa racine carrée, ce qui atténue encore les variations de vitesse lorsque le module décroît légèrement. En effet, la vitesse du son V_{son} est liée au module E du matériau et à sa masse volumique ρ par la relation $V_{son} = cste\sqrt{E/\rho}$. Ainsi, il est même possible que, pour des essais de fatigue à contrainte peu élevée, la prise en compte de la chute du module dans la localisation apporte plus d'erreur qu'elle n'en corrige !

3.2.2. Apports de l'émission acoustique modale

L'analyse des paramètres discrétisés rendant compte de la forme des ondes acoustiques peut être très riche mais il faut toutefois être conscient de ses limites. En effet, les capteurs résonnants sont sensibles à une gamme de fréquence assez étroite et ne détectent pas une grande partie de la forme d'onde produite par un événement lié à un endommagement. Ils seraient parfaitement adaptés dans le cas où les signaux EA seraient des sinusoïdes amorties se déplaçant à vitesse constante, ce qui n'est pas le cas. Les paramètres descripteurs dépendent fortement de la bande passante du capteur. De plus, les capteurs résonnants sont peu adaptés à une détection aisée des différents modes de propagation des ondes dans l'échantillon et à la prise en compte de leur dispersion. Pour tenter de dépasser ces limitations, plusieurs auteurs ont développé l'émission acoustique dite modale [Gorman1991, Prosser1995, Morscher1999].

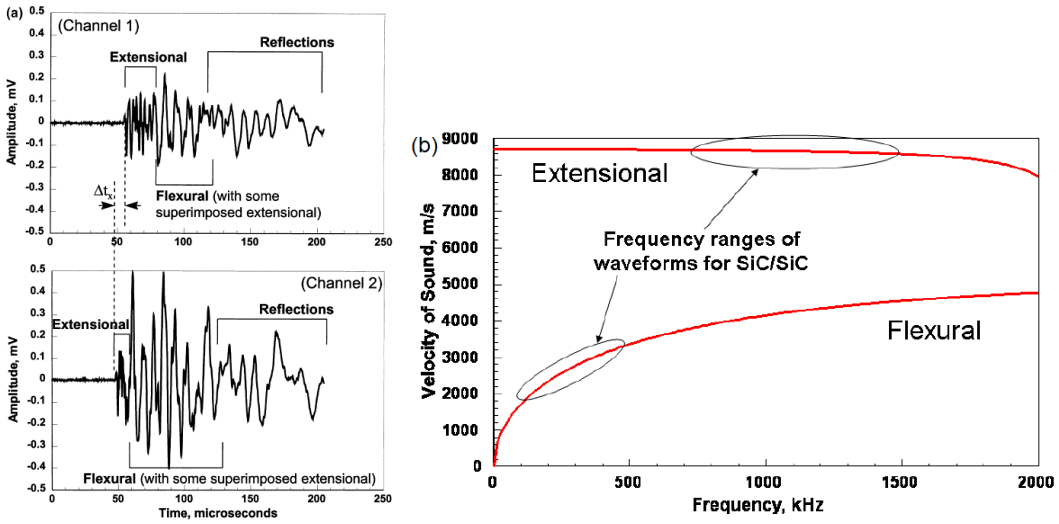

Figure I.31 – (a) Forme d'onde produite par une mine de crayon cassée à proximité du capteur 2 et détectée par les deux capteurs large-bande placés sur une éprouvette de type haltère, (b) dispersion de la vitesse de propagation pour les deux modes de propagation (calculé pour E = 200 GPa et υ = 0.15) [Morscher1999]

L'utilisation de capteurs large-bande permet de numériser et d'analyser la forme d'onde « réelle » plutôt que des descripteurs, et de distinguer les modes de propagation extensionnel et de flexion (respectivement les modes de Lamb symétrique et antisymétrique de plus bas ordre). Le mode

extensionnel est caractérisé par une fréquence et une vélocité plus élevées, ainsi qu'une faible dispersion, alors que le mode de flexion présente une fréquence plus faible et une vitesse de propagation plus lente, qui dépend fortement de la fréquence (mode très dispersif, cf. Figure I.31b). Ainsi, comme présenté sur la Figure I.31a, un signal EA de qualité débute par le mode extensionnel à haute fréquence, suivi du mode de flexion à plus faible fréquence. Plus le capteur est éloigné de la source, plus l'écart sera grand entre les temps d'arrivée des deux modes, à cause des différences de vitesse.

La précision de la localisation des événements EA est directement liée à la détermination des temps d'arrivée. Il est donc indispensable de bien détecter le temps d'arrivée de l'onde extensionnelle, peu dispersive. Pour cela, un critère de seuil peut être utilisé, mais il existe des méthodes beaucoup plus précises, comme le critère AIC (Akaike Information Criterion) [Maillet2015a] : la ressemblance entre le signal avant et après un temps donné présente un minimum au début de l'onde extensionnelle. De plus, contrairement à l'émission acoustique traditionnelle, les capteurs sont synchronisés : cela a peu d'influence lorsque les capteurs sont très éloignés, mais le déclenchement simultané de tous les capteurs devient très important lorsque les capteurs sont proches et quand l'activité acoustique est importante. Lorsque c'est possible, l'utilisation de trois capteurs alignés permet de s'affranchir du bruit dans les mors en ne conservant que les signaux atteignant le capteur central en premier, d'améliorer la précision de la localisation et de capter les hautes fréquences qui s'atténuent très rapidement avec la distance. Quand la configuration de l'essai ne le permet pas (haute température, géométrie particulière), une analyse du rapport de l'énergie reçue par chaque capteur en fonction du coefficient d'atténuation peut permettre de s'assurer qu'un signal provient bien de la zone utile [Maillet2015a].

Avec une précision toutefois moindre, il est intéressant de noter qu'il est théoriquement possible de localiser des signaux acoustiques avec un unique capteur en exploitant les propriétés modales des formes d'onde. En effet, si les vitesses de propagation des modes extensionnel et de flexion sont connues, la différence entre leurs temps d'arrivée permet de déterminer la distance entre la source et le capteur [Surgeon1999].

L'analyse fréquentielle des signaux obtenus par capteur large bande est très riche. Lors d'une traction cyclée sur composite tissé SiC-CVI (fibres Hi-Nicalon), les signaux à basse fréquence obtenus à des déformations proches de la rupture ont été associés aux ruptures de fibres, de plus faible module que la matrice, alors que les signaux haute fréquence obtenus à plus faible déformation ont été reliés à la fissuration de la matrice de module élevé, par analogie avec la théorie des ressorts [Morscher1999]. Une analyse fréquentielle encore plus fine montre que le contenu fréquentiel des signaux ne dépend pas seulement du mécanisme source mais également de la position dans l'épaisseur de la source. En effet, un événement proche de la surface produira une onde dominée par le mode de flexion et les basses fréquences, alors qu'un événement de nature similaire au cœur de l'échantillon engendrera un signal plutôt haute fréquence dominé par le mode extensionnel [Baker2015]. Ainsi, deux signaux de contenus fréquentiels différents pourraient être associés à des mécanismes différents, alors qu'ils proviennent d'une source de même nature mais localisée en surface ou à cœur de l'échantillon : chaque critère nécessite la détermination de limites d'application précises [Maillet 2015b].

Une des difficultés de l'analyse modale réside en la description du contenu fréquentiel des signaux : la fréquence-pic (« peak frequency »), pour laquelle l'amplitude maximum est atteinte dans la transformée de Fourier du signal (FFT), ne décrit pas correctement un signal si deux pics d'amplitude similaires à des fréquences distinctes sont présents. Le « frequency centroid », moyenne pondérée du contenu fréquentiel, peut lui être préféré, bien qu'il soit très sensible au contenu haute fréquence et qu'il ne représente pas une fréquence forcément présente dans la FFT du signal (dans le cas de deux pics distincts) [Maillet2015b].

Il a été montré que la distance entre la source et le capteur a une influence sur la valeur du « frequency centroid ». En effet, la fréquence moyenne décroît de manière reproductible avec la distance qui sépare le capteur de la source (Figure I.32). Les composantes haute fréquence sont d'autant plus affectées par ce phénomène d'atténuation [Maillet2015b]. La détermination de différents modes d'endommagements sera donc plus aisée avec des capteurs situés près de la zone utile, car les effets d'atténuation moins prononcés permettront de mieux distinguer les groupes fréquentiels.

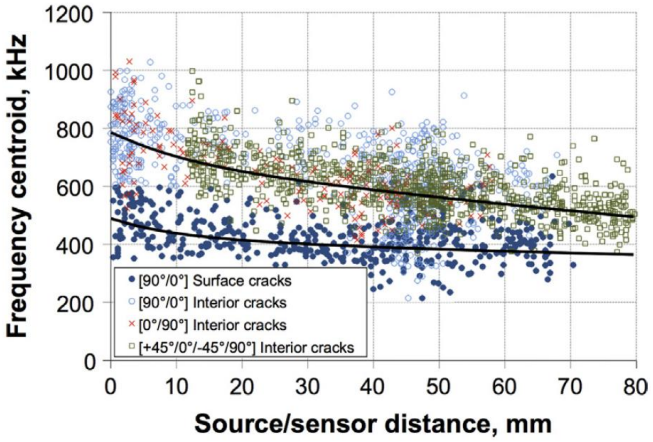

Figure I.32- "Frequency centroid" en fonction de la distance au capteur lors d'essais de traction sur CFRP [Maillet2015b]

Ainsi, l'analyse modale des signaux EA est très riche d'informations mais elle doit être menée avec attention, car le contenu fréquentiel des signaux dépend du mécanisme d'endommagement à leur source, mais aussi de la position de l'événement dans l'épaisseur et de la distance entre la source et le capteur.

3.2.3. Emission acoustique et évaluation de l'endommagement

3.2.3.1. Analyse de l'activité acoustique globale

L'émission acoustique a beaucoup été étudiée pour quantifier l'endommagement dans les CMC, car la libération d'énergie acoustique est liée à l'intensité des mécanismes qui en sont à la source. Il a été montré que l'énergie acoustique libérée par un composite SiC/SiC en traction est principalement liée à la fissuration matricielle [Morscher2004].

Ainsi, la détermination de la déformation ε_{onset} (Figure I.33) à partir de laquelle l'énergie acoustique est significative est liée au début de cette fissuration matricielle. L'énergie acoustique se stabilise

avec la saturation de la fissuration matricielle, puis une reprise de l'activité juste avant la rupture peut être observée [Maillet2012, Moevus2007], liée cette fois-ci aux ruptures de fibres.

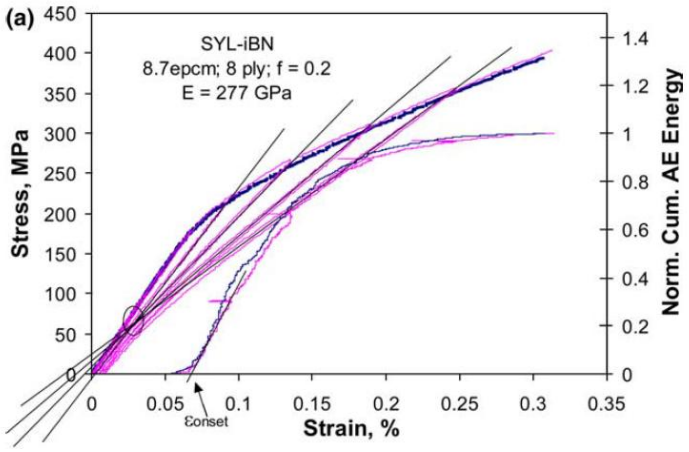

Figure I.33 - Comportement mécanique en tractions monotone et cyclée d'un composite Syl-iBN/MI (melt infiltrated) et énergie acoustique associée [Morscher2004]

3.2.3.2. Analyse monoparamètre

Plusieurs études se sont attachées à différencier les mécanismes sources d'émission acoustique à partir d'un unique paramètre descripteur, comme l'amplitude ou l'énergie, ce qui présenterait l'avantage d'une grande simplicité d'analyse. Différents domaines d'amplitude correspondant chacun à un mécanisme d'endommagement ont été mis en avant pour des composites à matrice polymère [Barré1994], et cette idée a été reprise pour les CMC [Shiwa1995] : les signaux autour de 45 dB sont attribués à la fissuration matricielle, 55 dB à la décohésion, et ceux supérieurs à 70 dB à la rupture des fibres. En revanche, la partition indiscutable des données selon un unique paramètre est loin d'être évidente, et les inévitables zones de recouvrement rendent incertaines l'attribution d'une grande partie des données à une catégorie particulière.

Un signal émanant d'une fissure matricielle et un autre provenant de décohésions peuvent avoir des amplitudes proches (zones de recouvrement) qui ne permettent pas de les différencier, mais des énergies par exemple très différentes : c'est l'idée de l'analyse simultanée de plusieurs paramètres, qui s'appuie sur des outils de classification statistique.

3.2.3.3. Classification par analyse statistique multi-variables

La classification des données d'EA consiste à analyser la ressemblance entre des lots de signaux en comparant simultanément plusieurs paramètres décrivant ces signaux. L'obtention de données pertinentes et exploitables nécessite la mise en place de protocoles de préparation et de classification précis des données d'EA [Huguet2002, Moevus2007, Momon2008, Maillet2012, Racle2015]. Deux types de classification sont envisageables : la classification supervisée qui permet de déterminer si un élément appartient à une classe connue (avec une définition de bibliothèques préalablement nécessaire) que l'on peut relier à un mécanisme d'endommagement, ou bien l'analyse non-supervisée en déterminant si un ensemble peut être partitionné en différentes classes présentant des similitudes (sans signification physique *a priori*).

Ces analyses requièrent des outils statistiques et un savoir-faire spécifiques pour aboutir à un résultat exploitable. Une analyse pas assez approfondie peut être orientée de différentes manières sans réelle objectivité. Ainsi, la classification de données EA n'étant pas au cœur de cette thèse, il a été choisi de ne pas poursuivre dans cette voie malgré les informations pertinentes qu'elle pourrait apporter si suffisamment d'efforts lui étaient consacrés, pour se concentrer sur des indicateurs d'endommagement déjà très riches.

3.2.3.4. Indicateurs d'endommagement et prévision de durée de vie

De récents travaux menés notamment au MATEIS de Lyon mettent en avant des paramètres obtenus par EA qui donnent des indications sur l'état d'endommagement de CMC SiC/[Si-B-C]. Il faut citer notamment le **coefficient d'activité R_{AE}** défini ci-dessous comme l'incrément d'énergie ΔE enregistré pendant un incrément de temps Δt, divisé par l'énergie totale émise durant le chargement initial de l'échantillon $E_{loading}$ [Momon2010, Maillet2012, Racle2015].

$$R_{AE}(t) = \frac{1}{E_{loading}} \frac{\Delta E}{\Delta t} \quad \text{(I.25)}$$

Ce paramètre est globalement lié à une dérivée temporelle de l'énergie totale enregistrée. Lorsque ce paramètre est calculé sur toute la durée de vie d'une éprouvette soumise à de la fatigue statique jusqu'à rupture, il apparait un minimum du R_{AE} à un temps correspondant à 55 à 60% du temps à rupture, avec une déviation standard relativement faible [Momon2010, Maillet2012]. Pour des essais en fatigue cyclique, un changement de pente est observé à environ 15% du temps à rupture [Racle2015] (Figure I.34). Ce paramètre est ainsi très prometteur pour constituer un suivi d'endommagement fiable en temps réel.

Un autre indicateur d'endommagement potentiel est la **sévérité** [Fowler1979], qui représente l'énergie moyenne par événement enregistré depuis le début de l'essai. Elle peut être exprimée pour le $J^{ème}$ signal apparu en fonction de l'énergie E_i de chaque signal enregistré depuis le début de l'essai jusqu'au temps de l'apparition du signal:

$$S = \frac{1}{J} \sum_{i=1}^{J} E_i \quad \text{(I.26)}$$

La sévérité a pu permettre de déterminer plusieurs domaines d'endommagement successifs lors d'essais de fatigue cyclique à contrainte maximale constante sur composites SiC/[Si-B-C] [Racle2015] (Figure I.34). Dans la première phase, l'énergie moyenne des signaux est élevée, car elle est principalement liée à la fissuration matricielle. La diminution de sévérité dans une seconde phase est associée à de nombreux signaux de faible énergie, probablement les frottements aux interfaces. Enfin, la sévérité croît jusqu'à rupture : outre les ruptures de fibres, des décohésions matricielles de plus en plus énergétiques pourraient, selon l'auteur, en être à l'origine.

Une approche complémentaire consiste à relier l'énergie acoustique U_a à l'énergie mécanique U_m au travers de la « **Sentry function** » définie ainsi [Minak2009] pour le déplacement x:

$$Sentry(x) = ln\big(U_m(x)/U_a(x)\big) \quad \text{(I.27)}$$

Cette fonction s'est révélée efficace pour déterminer différentes phases d'endommagement lors d'essais de traction et d'indentation sur CMO [Minak2009].

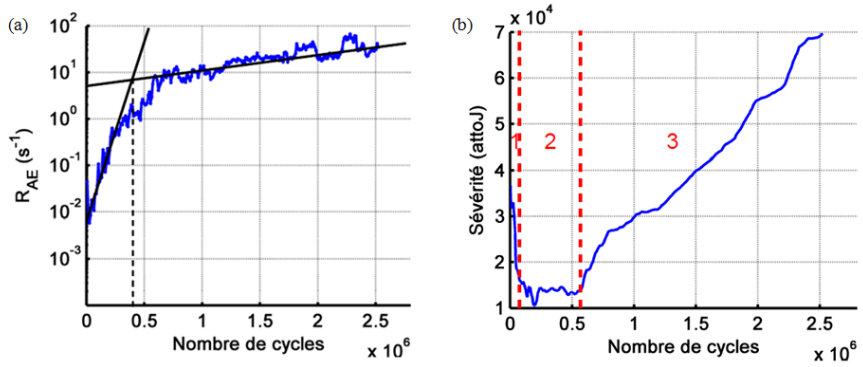

Figure I.34- (a) R_{AE} et (b) sévérité des signaux d'EA lors d'un essai de fatigue cyclique à contrainte maximale constante [Racle2015]

Elie Racle [Racle2015] montre que pour les CMC, il est préférable d'utiliser la « Sentry function » pour une sollicitation de type incrémental, alors que le R_{AE} et la sévérité sont plus adaptés pour une sollicitation à contrainte maximale constante. D'autres paramètres peuvent être cités comme le coefficient d'atténuation en énergie *B* [Maillet2014a] qui atteint un plateau à 50% environ du temps à rupture dans le cas de la fatigue statique.

La technique d'émission acoustique peut éventuellement être couplée à d'autres techniques expérimentales comme le suivi par ultrasons [Maillet2014b] ou la corrélation d'image numérique, pour des essais à température ambiante [Rouchier2013].

BILAN

La densité de cette synthèse bibliographique met bien en évidence les multiples domaines à prendre en compte et à maîtriser dans le but de construire une méthodologie d'accélération d'essais. Il est d'abord nécessaire de bien intégrer les démarches à mettre en œuvre pour les essais accélérés, leurs hypothèses de bases (ne pas modifier les mécanismes d'endommagement par exemple), les modèles usuellement utilisés, et les limites de cette démarche. Il faut avoir conscience qu'avec un matériau aussi complexe que celui étudié dans la présente thèse, il ne sera pas possible d'obtenir un modèle « magique » donnant des équivalences précises entre conditions standard et accélérées, mais l'influence de plusieurs paramètres expérimentaux sur les cinétiques d'endommagement pourra être quantifiée grâce à différentes méthodes de suivi d'endommagement. Une stratégie d'accélération d'essais basée sur cette synthèse bibliographique et établie à partir d'un cycle avion « typique » est présentée au **Chapitre II**. En outre, la dispersion étant essentielle dans la mise en place d'essais accélérés (modèle analytique + distribution statistique de durée de vie), bien que difficile à évaluer pour des essais longs dans le cadre d'une thèse, quelques éléments de prise en compte de la dispersion figurent en **Annexe C**.

La base de la mise en place d'essais accélérés étant la compréhension des mécanismes d'endommagement, le comportement à l'oxydation de chaque constituant du matériau et le comportement thermomécanique du composite ont été examinés. L'interphase en pyrocarbone, essentielle aux propriétés mécaniques du composite, peut être consommée par oxydation dès 400°C, alors que la cicatrisation des fissures par formation d'un verre à partir des phases borées de la matrice n'est effective qu'à partir de 500°C. Ainsi, la température de 450°C est critique pour le composite et conduira aux durées de vie les plus faibles (dans le domaine d'application visé du matériau, soit en-dessous de 800°C). Elle sera ainsi sélectionnée comme condition sévérisée pour effectuer des essais de durée de vie réduite. Les principaux mécanismes d'endommagement menant à la ruine du composite sont la fissuration matricielle, la consommation de l'interphase et les décohésions fibre/matrice (diminution de la contrainte de cisaillement interfacial τ), la propagation sous-critique de fissures, et finalement la rupture de fibres. Les paramètres expérimentaux influençant les cinétiques d'endommagement et pouvant être utilisés comme leviers lors des essais accélérés ont été identifiés : la température (toujours en restant dans le domaine d'application visé du matériau), le rapport entre pression partielle d'eau et pression partielle d'oxygène, le type de sollicitation mécanique statique ou cyclique ainsi que la fréquence de cyclage mécanique. Leurs influences respectives sur chacun des principaux modes d'endommagement sont représentées sur la Figure I.35. La rupture de fibres n'est pas représentée car elle est considérée consécutive à la dégradation de l'interphase et à la propagation sous-critique. Aucun des paramètres sélectionnés n'influence la création de fissures matricielles (comme le ferait le niveau de contrainte mécanique) car un changement des lieux de fissuration (fils longitudinaux, etc.) engendrerait une modification des mécanismes d'endommagement à éviter absolument en vue d'accélération d'essais.

Afin de comparer et quantifier le niveau d'endommagement sous différentes conditions expérimentales, il est nécessaire d'avoir recours à des méthodes efficaces de suivi d'endommagement. Deux techniques complémentaires sont proposées : la mesure de résistivité électrique et l'émission acoustique. L'EA est une méthode passive sensible à un défaut évolutif alors que la RE mesure un état. L'EA peut être plus difficile à implémenter à haute température, ce qui n'est pas le cas de la RE. L'EA n'est sensible qu'aux endommagements libérant de l'énergie acoustique, alors que la RE n'est sensible qu'aux endommagements qui modifient le trajet du courant. Ainsi, la combinaison de ces deux méthodes complémentaires donnera accès à des informations plus détaillées sur l'état d'endommagement du matériau.

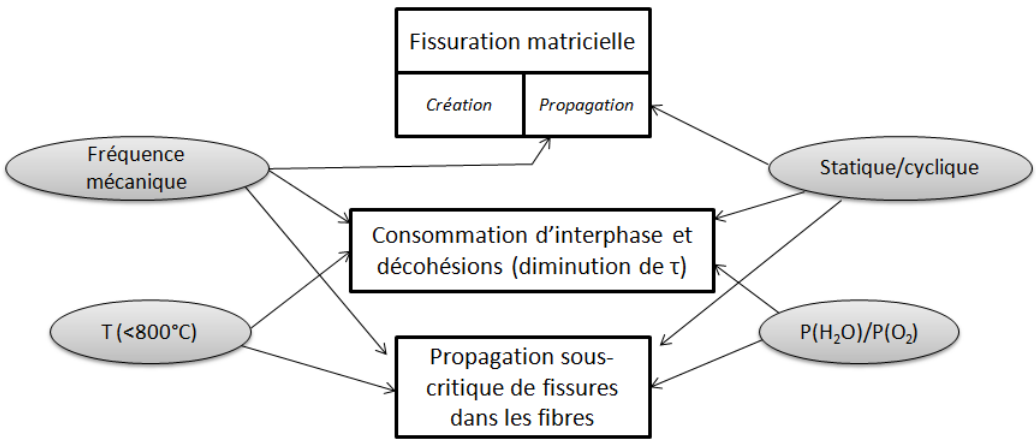

Figure I.35 – Représentation des paramètres expérimentaux sélectionnés et des modes d'endommagement dont ils influencent les cinétiques

CHAPITRE II

MATERIAU & METHODES

SOMMAIRE

Introduction **59**

1. Présentation du matériau Cerasep® A40C **60**

2. Méthodes d'évaluation du comportement thermomécanique du matériau **62**

2.1. **Moyens d'essais mécaniques** 62

2.1.1. Machine de traction électromécanique à température ambiante (Instron 4505) 62

2.1.2. Machine de traction hydraulique à haute température (Instron 8501) 63

2.1.3. Machine de traction électromécanique à haute température en atmosphère contrôlée (Instron 8861) 63

2.1.4. Machine de traction électromécanique à haute température sous vide ou gaz neutre (Instron 8562) 64

2.2. **Analyse des résultats d'essais mécaniques** 65

2.2.1. Caractérisation morphologique 65

2.2.2. Analyse du comportement mécanique 66

3. Instrumentations spécifiques pour un suivi en continu de l'endommagement **69**

3.1. **Emission acoustique** 69

3.1.1. Système d'acquisition EA utilisé au LCTS 69

3.1.2. Système d'acquisition EA utilisé à Akron (EA modale) 73

3.2. **Résistance électrique** 74

3.2.1. Elaboration des contacts électriques 74

3.2.2. Montage électrique 75

3.2.3. Validation 75

4. Stratégie d'accélération d'essais basée sur le cycle avion **78**

Bilan **83**

INTRODUCTION

Après une présentation du composite Cerasep A40C, les méthodes d'évaluation de son comportement thermo-mécanique sont présentées, à travers la description des moyens d'essais mécaniques et des méthodes d'analyse des résultats d'essais réalisés à l'aide de ces moyens.

Les dispositifs expérimentaux de suivi mis en place durant ces essais concernant l'émission acoustique et la résistivité électrique sont alors décrits.

Ce second chapitre se conclut sur la proposition d'une stratégie vers l'accélération d'essais basée sur le cycle avion, avec la mise en place de plusieurs catégories de contrainte à traiter différemment, et l'établissement des conditions durcies.

1. PRESENTATION DU MATERIAU CERASEP® A40C

Le matériau support de ces travaux est un composite à matrice céramique de type SiC/PyC/[Si-B-C] conçu et produit par SAFRAN Ceramics (anciennement Herakles groupe SAFRAN) et dénommé Cerasep®A40C. Développé dans le but d'applications sur les aubes de turbine basse pression (BP) et les arrière-corps des futurs moteurs aéronautiques civils développés par le groupe SAFRAN, il concentre plusieurs technologies élaborées au cours des dernières années, notamment sa matrice auto-cicatrisante basée sur le système [Si-B-C]. Les températures d'applications visées (zone de turbine BP) sont inférieures à 900°C. Plusieurs thèses ont porté sur ce matériau ou des nuances proches [Nualas2013, Tableau2014, Racle2015, Herbreteau2016, Bertrand2016].

Le renfort fibreux du Cerasep®A40C est constitué de fibres SiC de type Nicalon NL207 (de diamètre environ 14 µm) regroupées en fils de 500 fibres, tissés selon une architecture interliée (traduction libre de l'anglais *interlock*). Ainsi, chaque pli est relié à ses voisins inférieurs et supérieurs, ce qui confère au matériau une bonne résistance au délaminage. La préforme fibreuse obtenue est constituée de 10 à 11 plis avec des fils dans deux directions perpendiculaires dénommées chaîne et trame présentant un rapport chaîne/trame de 52/48. La fraction volumique de fibres dans ce matériau est d'environ 38%.

L'interphase de pyrocarbone (PyC) est déposée sur cette préforme fibreuse par infiltration chimique en phase vapeur (CVI). Elle est composée de deux couches distinctes pour une épaisseur totale d'une centaine de nanomètres.

La matrice est réalisée par deux procédés différents : CVI et PIP (Polymer Impregnation Pyrolysis). Le procédé PIP consiste à infiltrer une résine spécifique au sein de la préforme puis à la pyrolyser pour obtenir un résidu céramique (étape dite de céramisation). Ainsi, un comblement significatif des porosités est obtenu pour un coût et un temps réduits par rapport à la CVI. Cependant, les blocs de matrice ex-résine se rétractent et se fragmentent durant la pyrolyse, et une étape de CVI complémentaire est indispensable pour obtenir une porosité acceptable et de bonnes propriétés mécaniques.

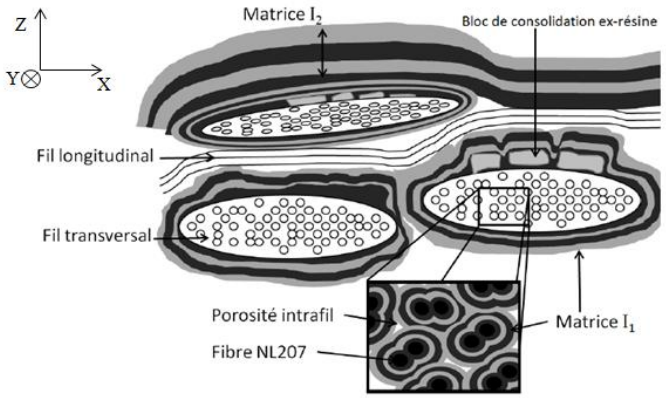

Figure II.1- Schéma représentatif de l'architecture du matériau Cerasep® A40C [Bertrand2016] dans le plan (X,Z) orthogonal aux fils transversaux

La matrice multi-séquencée est ensuite déposée par CVI, en réalisant différentes couches constituées respectivement de SiC, [B-C] et [Si-B-C]. Les couches borées sont intercalées entre des couches de SiC

afin d'optimiser les propriétés auto-cicatrisantes : la séquence de la forme [B-C]/SiC/[Si-B-C]/SiC constitue la matrice dite I1. Après l'usinage des éprouvettes, une étape de densification finale consiste à déposer une seconde séquence de matrice (dite I2) de constitution similaire mais avec des épaisseurs plus importantes. Ce « seal-coat » auto-cicatrisant permet de protéger de l'environnement les bords usinés, afin de ne pas laisser de pyrocarbone et de fibres en contact direct avec l'extérieur.

L'architecture finale du Cerasep®A40C est schématisée sur la Figure II.1. La porosité du matériau, de l'ordre de 12%, a une grande influence sur ses propriétés mécaniques finales. Deux types de porosités peuvent être distingués : les macro-porosités inter-fils, et les micro-porosités intrafil, visibles sur la Figure II.2. Les coefficients de dilatation thermique des différents constituants étant très proches, très peu de fissures sont présentes dans le matériau brut après élaboration.

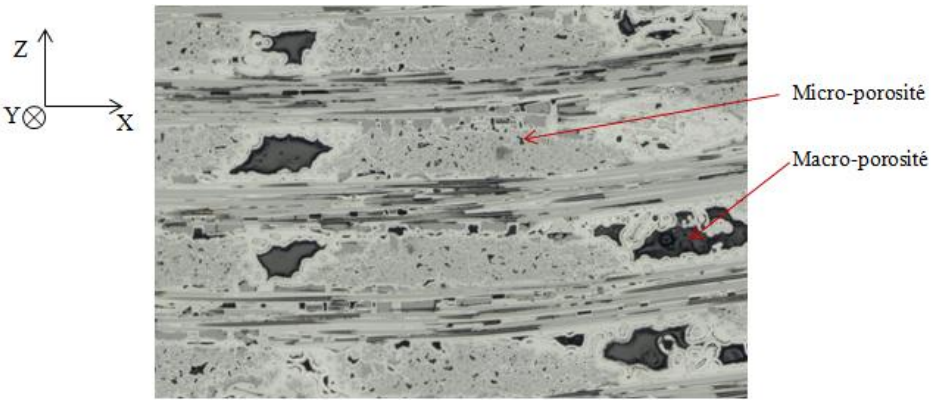

Figure II.2- Cliché au microscope optique d'une coupe polie du matériau Cerasep® A40C dans le plan (X,Z)

Pour les essais mécaniques en traction, les éprouvettes de type haltère fournies par SAFRAN Ceramics sont toutes de mêmes dimensions et issues du même lot de fabrication. D'une longueur totale de 200 mm, la zone utile d'une longueur de 30 mm est à section constante avec une largeur de 16 mm et une épaisseur nominale de 4,6 mm. La rugosité de l'éprouvette étant importante à cause du tissage interlock, une mesure de l'épaisseur au pied à coulisse la surestime largement (de 10% environ). Ainsi, l'épaisseur de chaque éprouvette est mesurée à l'aide d'un profilomètre selon une méthode mise au point lors d'une précédente thèse au LCTS [Dupin2013], en effectuant une moyenne sur 500 points de mesure d'épaisseur dans la zone utile. Les épaisseurs moyennes ainsi obtenues, avec une précision de l'ordre de 10 µm, sont comprises entre 4,5 et 4,6 mm. L'écart-type étant assez faible, les mêmes valeurs de force seront appliquées dans le but d'effectuer deux essais à même contrainte. En effet, il est considéré qu'une source de dispersion supplémentaire sera introduite dans les résultats en répercutant les légères variations d'épaisseur mesurées sur le niveau de force appliqué à chaque éprouvette. L'épaisseur de chaque éprouvette étant toutefois mesurée avec précision, elle pourra être utilisée dans le post-traitement des essais.

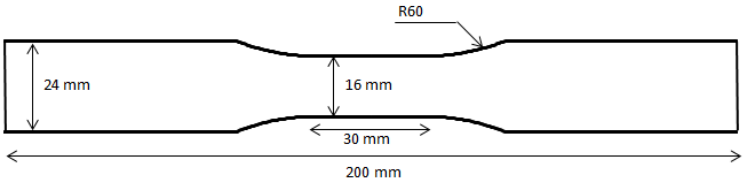

Figure II.3- Dimensions d'une éprouvette standard

2. METHODES D'EVALUATION DU COMPORTEMENT THERMOMECANIQUE DU MATERIAU

2.1. MOYENS D'ESSAIS MECANIQUES

Les éprouvettes sont systématiquement équipées de talons collés sur leurs extrémités avant tout essai mécanique, afin de répartir la pression exercée par les mors et d'éviter un endommagement excessif de l'éprouvette lié au serrage, pouvant entraîner une rupture dans les mors. Les talons, d'une longueur de 30 mm, étaient en aluminium pour les premiers essais de cette thèse, puis en composite époxy renforcé par des fibres de verre pour les essais avec mesure de résistance électrique, afin d'isoler électriquement l'éprouvette des mors. Les essais en traction sur ce type d'éprouvette ont été réalisés sur l'une des quatre machines de traction suivantes, en fonction des paramètres d'essais souhaités : nature du milieu gazeux, température et fréquence mécanique.

2.1.1. Machine de traction électromécanique à température ambiante (Instron 4505)

Le bâti électromécanique Instron 4505 permet notamment d'effectuer des essais de traction à température ambiante à vitesse de déplacement contrôlée. La vitesse de déplacement de traverse sélectionnée est très faible (0,1 mm/min sauf mention contraire), ce qui permet de s'approcher de conditions assimilables à une succession d'états statiques, et d'obtenir une sollicitation de type « quasi-statique » dans le but d'éviter tout phénomène dépendant du temps.

Comme pour les autres machines de traction utilisées, les mors sont hydrauliques et serrés avec une pression assez élevée pour éviter tout glissement mais sans toutefois risquer d'endommager l'éprouvette ou d'engendrer une rupture en bord des mors. Les mors de type hydraulique permettent d'obtenir un meilleur alignement que des mors auto-serrants.

Les déformations sont mesurées à l'aide de deux extensomètres de marque INSTRON placés sur les tranches opposées de l'éprouvette, avec des couteaux en acier espacés de 25 mm (Figure II.4). La comparaison des déformations mesurées sur chaque tranche permet de vérifier la symétrie correcte de l'essai de traction, et la moyenne des deux déformations (lorsque celle-ci a un sens, i.e. l'écart reste « acceptable ») est beaucoup plus représentative de la déformation globale de l'éprouvette.

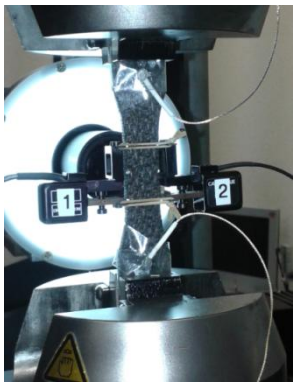

Figure II.4 - Dispositif de traction à température ambiante sur Instron 4505

2.1.2. Machine de traction hydraulique à haute température (Instron 8501)

Le bâti hydraulique 8501 permet d'effectuer des essais de traction en fatigue statique (maintien à charge constante) ou fatigue cyclique, avec une fréquence de cyclage mécanique pouvant atteindre 30 Hz. L'asservissement se fait en contrainte (et non en déformation). Un four résistif à résistance de platine peut chauffer la zone utile de l'éprouvette à des températures très élevées, jusqu'à 1400°C. Les déformations sont mesurées par un extensomètre à couteaux en alumine espacés de 25 mm de marque MTS résistant aux fréquences de cyclage mécanique élevées (Figure II.5).

Ce dispositif permet d'effectuer des essais à haute température et haute fréquence, avec toutefois aucun moyen de contrôle d'atmosphère. L'air ambiant contient de l'humidité (environ 1 kPa de H_2O) qui peut contribuer à la volatilisation de l'oxyde ou à l'oxydation des interphases. Le renouvellement du milieu oxydant n'est donc lié qu'à la convection à travers le four due aux effets thermiques.

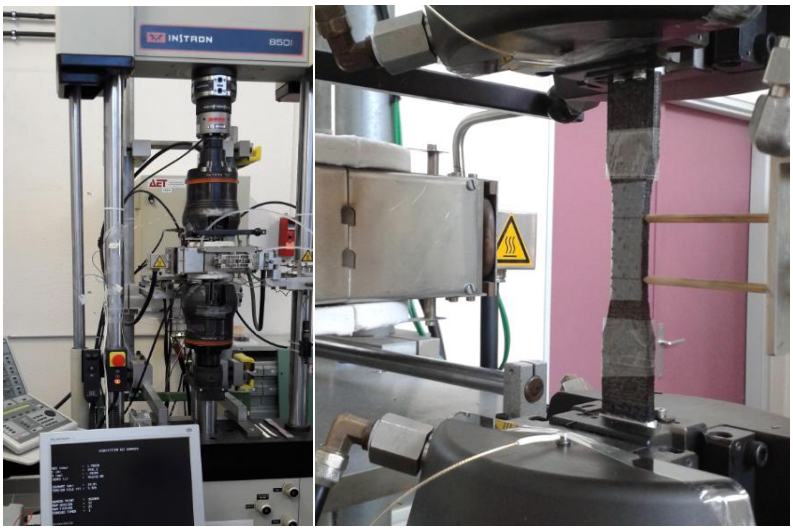

Figure II.5 - Dispositif de traction à haute température sur Instron 8501

2.1.3. Machine de traction électromécanique à haute température en atmosphère contrôlée (Instron 8861)

Ce dispositif d'essais mis au point récemment au LCTS est assez peu courant et présente pourtant un fort intérêt car il permet d'effectuer des essais de traction sous atmosphère contrôlée. Un couplage est effectué entre le bâti Instron 8861, un four à lampe, et un système de contrôle des gaz qui permet d'envoyer le mélange gazeux choisi (Ar, O_2, N_2) à travers un tube en quartz (de 28 mm de diamètre intérieur) dans lequel est placée l'éprouvette au sein du four (Figure II.6). Ce système offre également la possibilité d'effectuer un balayage d'air humide, en envoyant une partie du flux gazeux dans un réservoir d'eau chauffée. En fixant en consigne un point de rosée associé à la pression partielle d'eau désirée en sortie, un système d'électrovannes régule automatiquement la proportion de gaz sec et humide à envoyer.

Le four, de marque Research Inc., est constitué de 8 lampes d'une puissance de 1000 W chacune. La régulation en température est effectuée avec un thermocouple de type K collé sur la tranche de l'éprouvette et protégé par une gaine en alumine peu sensible au rayonnement du four. La longueur chauffée à la température de consigne à 5°C près est de 60 mm, ce qui couvre largement la zone utile

de l'éprouvette. Les déformations sont mesurées à l'aide d'un extensomètre INSTRON à couteaux en carbure de silicium espacés de 25 mm.

Ce dispositif permet d'atteindre des températures de 1200°C ainsi qu'une fréquence de cyclage mécanique de 1 Hz maximum, avec un asservissement en contrainte.

Figure II.6 - Dispositif de traction Instron 8861, équipé pour des essais en traction à haute température et atmosphère contrôlée avec moyens de suivi

Le système d'envoi d'air humide a été validé en envoyant le conduit des gaz directement dans une série de récipients contenant de l'eau (bulleurs) connectés les uns aux autres en série, et placés dans des bains thermostatés d'eau à 6°C afin de recondenser un maximum de la vapeur d'eau envoyée dans le conduit des gaz. La masse d'eau recueillie est obtenue en pesant précisément les différents éléments (3 flacons et tuyaux de connexion) avant et après une vingtaine d'heures de fonctionnement. Elle est comparée à la masse d'eau théoriquement obtenue à partir des débits de gaz envoyés, de la température de rosée choisie (associée à la pression partielle d'eau), et au pourcentage d'eau recondensée à 6°C. Les tests ont portés sur plusieurs conditions de débit (110 NL/h, 220NL/h, 440 NL/h, en normolitres (NL) : volume en conditions normales de température et de pression) et de température de rosée (46°C / 10 kPa d'eau, 33,2°C / 5 kPa d'eau, avec une régulation de la température de rosée à ± 0,1°C) avec des masses d'eau recueillies toujours à moins de 5 à 10 % de celles estimées théoriquement. Le débit total des gaz pour tous les essais effectués sera (sauf mention contraire) de 110 NL/h, ce qui permet d'effectuer sans problème d'approvisionnement des essais de plusieurs centaines d'heures, tout en balayant efficacement l'éprouvette (vitesse des gaz en zone froide d'environ 5 cm/s).

2.1.4. Machine de traction électromécanique à haute température sous vide ou gaz neutre (Instron 8562)

Le bâti électromécanique Instron 8562 a été associé à une enceinte permettant d'effectuer des essais sous vide primaire ou sous gaz neutre, à haute température. Le four installé dans l'enceinte, de type inductif, permet d'atteindre des températures jusqu'à 2000°C. Pour les températures plus modérées considérées dans cette thèse, un extensomètre à couteaux de marque INSTRON en alumine est utilisé (des couteaux C/C sont nécessaires pour les températures extrêmes). La cellule de force permet d'atteindre 100 000 N, et les mors sont froids.

Un seul essai a été effectué sur ce dispositif au cours de cette thèse, sous balayage d'argon à 400 mbar (10 NL/h). Dans les conditions actuelles, des essais de type maintien sous charge constante

peuvent être effectués (asservissement en contrainte), et une adaptation en cours rendra possible à l'avenir des essais de fatigue cyclique à faible fréquence (1 Hz maximum).

Figure II.7 – Dispositif de traction à haute température sous vide ou gaz neutre (Instron 8562)

2.2. ANALYSE DES RESULTATS D'ESSAIS MECANIQUES

2.2.1. Caractérisation morphologique

Après avoir été sollicitées thermo-mécaniquement, certaines éprouvettes sont découpées selon différents plans orthogonaux aux directions des fibres (Figure II.8) pour permettre une observation de l'évolution micro-structurale du matériau. Le faciès de rupture permet d'estimer les longueurs de déchaussement des fibres, liées à la qualité de l'interface entre fibre et matrice, i.e. à la valeur de contrainte de cisaillement interfacial τ. Les types de faciès de fibres peuvent donner des informations sur le type de rupture : un faciès miroir avec une zone d'amorçage et une zone plus lisse provient par exemple d'une propagation lente de fissure.

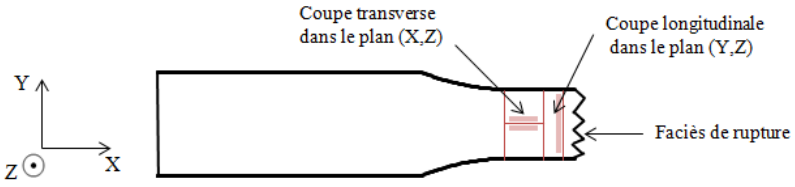

Figure II.8 – Plan de découpe d'une éprouvette rompue, avec mise en évidence des faces observées

Les coupes dans le plan (X,Z) dites transverses permettent d'observer entre autres les fils transverses, dans lesquels la fissuration se produit relativement facilement (cf. I.2.2), alors que les coupes dans le plan (Y,Z) dites longitudinales donnent accès à l'observation de décohésions dans les fils longitudinaux. Ces coupes polies renseignent sur l'état de fissuration du matériau, la présence de décohésions, et la consommation préférentielle de certaines couches matricielles par l'oxygène à haute température.

Les échantillons sont enrobés à froid dans de la résine époxy et polis avec 6 disques successifs jusqu'à obtenir un état de surface de rugosité inférieure à 1 µm. Ils sont ensuite observés au microscope optique puis, si nécessaire, au microscope électronique à balayage (MEB). Un microscope optique numérique Keyence a été utilisé ; il permet entre autres de reconstruire automatiquement un panorama à partir d'images juxtaposées et d'effectuer des reconstructions 3D grâce à plusieurs

clichés pris dans des plans focaux différents. La fissuration matricielle peut être bien distinguée avec cet outil, ainsi que la consommation des couches matricielles. En revanche, la profondeur de champ étant très faible, il n'est pas adapté à l'observation de faciès de rupture (l'option 3D a été essayée sans succès).

Le MEB offre des grossissements bien plus élevés ainsi que des longueurs de champ plus importantes qui permettent une observation plus aisée des faciès de rupture. Il permet d'estimer la largeur des fissures et la présence de décohésions entre fibres et matrice. De plus, le système EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) permet une mesure qualitative de la composition chimique de zones très précises.

2.2.2. Analyse du comportement mécanique

L'interposition régulière de cycles de décharge/recharge donne accès à plusieurs paramètres mécaniques décrivant l'état d'endommagement du matériau, aussi bien pour des essais de traction simple que pour des essais de fatigue statique ou cyclique. Afin de bien comprendre quelles informations peuvent être obtenues de ces cycles, l'analyse des cycles dits « idéaux » déterminés par la théorie mécanique des CMC est indispensable [Pryce1993, Evans1995]. Ils mettent en évidence une hystérésis liée aux divers frottements accompagnant la fissuration.

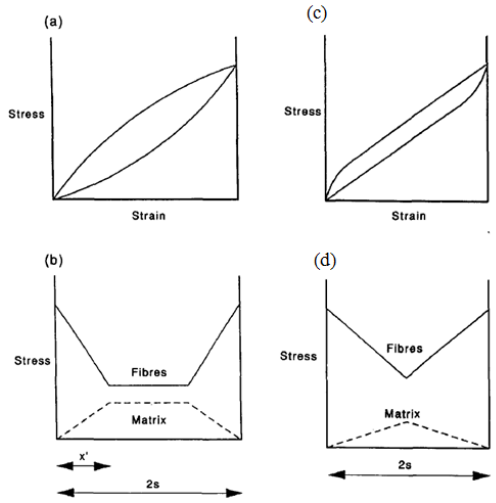

Figure II.9 (a) Comportement contrainte/déformation et (b) profils de contrainte d'un spécimen ayant subi de la fatigue cyclique à une contrainte maximale telle que la longueur de décohésion x' soit inférieure au demi-pas de fissuration s. (c) Comportement contrainte/déformation et (d) profils de contrainte d'un spécimen ayant subi de la fatigue cyclique à une contrainte maximale telle que x' > s [Pryce1993].

Pour un composite unidirectionnel, la forme des cycles idéaux dépend des valeurs relatives des longueurs de transfert de charge *x'* (ou longueur de décohésion) et de la distance moyenne entre deux fissures voisines *2s* (ou pas de fissuration) [Pryce1993]. Dans le cas où *x' < s*, le glissement entre fibre et matrice n'a lieu que partiellement entre deux fissures (Figure II.9b) et le comportement résultant en contrainte/déformation est non-linéaire (Figure II.9a). Lorsque *x' > s*, la réponse initiale en début de décharge ou recharge est un glissement qui s'instaure progressivement le long de l'interface déliée (Figure II.9c). La raideur diminue avec l'allongement de la zone de glissement, jusqu'à ce que le glissement ait lieu dans toute la matrice entre les deux fissures (Figure II.9d). Le comportement mécanique est alors linéaire et régi principalement par les fibres.

Le cas le plus couramment obtenu avec le matériau de l'étude dans les conditions d'essai sélectionnées est le second, à cause des grandes longueurs de décohésion typiques de cette famille de composites. Le comportement est parabolique en début de décharge/recharge, puis linéaire lors que le glissement est installé le long de toute l'interface. Une représentation d'un tel cycle idéal et des paramètres le caractérisant est donnée sur la Figure II.10.

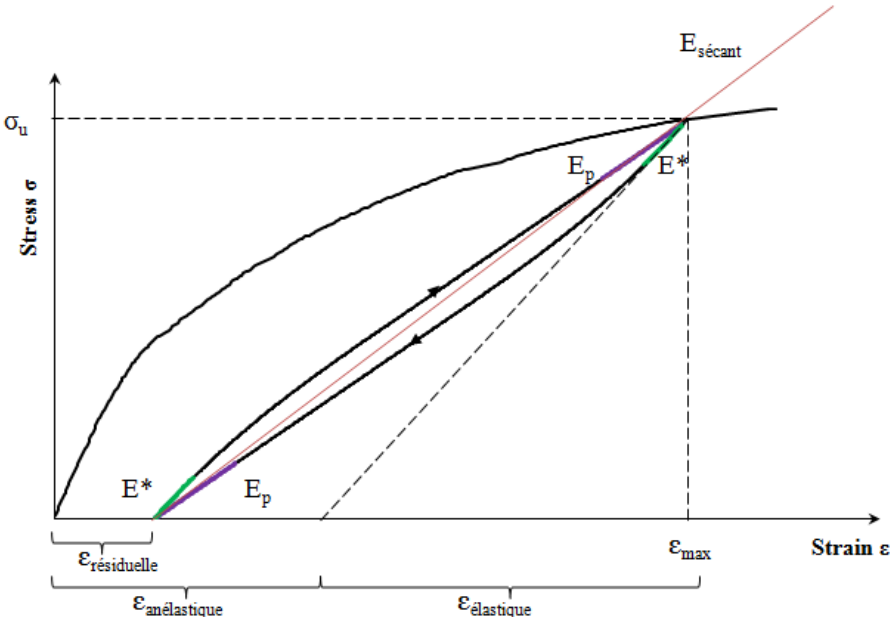

Figure II.10 – Représentation schématique en contrainte/déformation d'un cycle idéal et de ses principaux paramètres caractéristiques.

Le module en début de décharge et celui en début de recharge sont en théorie identiques, et notés *E**. Dans l'hypothèse où il n'y a aucun glissement en début de décharge/recharge, *E** est alors lié à la fissuration pure du matériau. Le module en fin de décharge/recharge, noté E_p, dépend fortement des propriétés des fibres. Ces deux modules, avec un troisième paramètre *L* lié à la largeur de la boucle, décrivent entièrement la forme de ce cycle idéal, sa position étant donnée par ε_{max} et σ_u. Le jeu de paramètres (E^*, E_p, L) peut être associé de manière bijective aux paramètres densité de fissuration, densité de décohésion et contrainte de cisaillement interfacial (ρ_c, L_d, τ) à travers les équations d'Hutchinson [Hutchinson1990, Simon2017_Acta1].

Le module sécant, également présenté sur la Figure II.10, est une valeur moyenne de l'évolution du module au cours du cycle sans signification physique directe, mais utile pour construire des modèles de comportement macroscopiques pour lesquels les hystérèses sont négligées.

Lors des essais effectués sur le CMC considéré, comme pour la plupart des composites tissés, les cycles obtenus s'écartent légèrement du cycle idéal et ont une allure plus proche de celle présentée sur la Figure II.11. Les deux principales différences sont :

- Une non-refermeture du cycle à une contrainte identique à celle à laquelle il a été initialisé. Ceci est lié à un effet du temps et aux glissements qui continuent à prendre place en cours de cyclage.
- Un raidissement en fin de décharge et début de recharge, consécutif d'un changement de courbure. Le module en début de recharge E^r (pour reloading) ne correspond plus à celui obtenu en début de décharge, à présent noté E^u (pour unloading). Ce comportement peut

s'expliquer par des glissements/frottements rendus plus difficiles, voire bloqués à cause de la rugosité aux interfaces. Le contact décalé des lèvres de fissures ainsi que la refermeture prématurée de certaines fissures dont la matrice demeure en compression résiduelle pourraient également être impliqués.

Le module E^u représente le module élastique du matériau fissuré : il est en effet, de même que pour des unidirectionnels, proche des valeurs de module obtenues par ultrasons, technique beaucoup plus sensible à la présence de discontinuités dans la matière qu'à leur ouverture (par décohésion et glissement). Le module E^r, quant à lui, dépend de l'état de fissuration du matériau mais également des rugosités interfaciales.

Les **modules E^u et E^r** seront donc analysés comme paramètres descriptifs de l'endommagement.

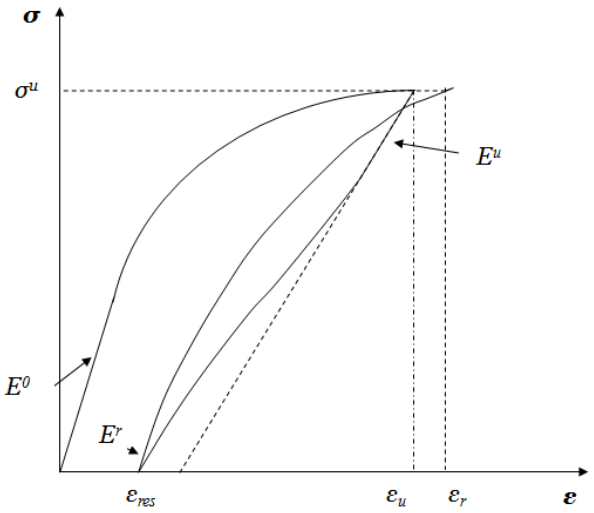

Figure II.11 – Représentation schématique en contrainte/déformation d'un cycle réel et des modules évalués

Les différentes déformations présentées sur la Figure II.10 apportent des informations complémentaires à celles données par les modules. La déformation totale ε_{max} (également notée ε_u dans le cas réel) est la somme de déformations élastiques et anélastiques : $\varepsilon_{max} = \varepsilon^a + \varepsilon^e$.

Les déformations élastiques ε^e sont données par la valeur du module à la décharge E^u (E^* dans le cas réel) et la contrainte maximale σ^u selon $\varepsilon^e = \sigma^u / E^u$. Ce sont les déformations réversibles du matériau endommagé.

Les déformations anélastiques ε^a sont la somme des déformations résiduelles ε_{res} , permanentes et observées en fin de décharge, et des déformations réversibles ε^g, non permanentes mais dissipatives d'énergie. Les déformations permanentes ε_{res} sont dues à une refermeture incomplète des fissures liée à (i) l'énergie irrécupérable dissipée par endommagement et (ii) la relaxation des contraintes résiduelles d'origine thermique induites par l'élaboration. Les déformations anélastiques réversibles ε^g sont liées aux décohésions accompagnant la fissuration qui génèrent des glissements avec frottements, causes de dissipation.

La déformation totale est ainsi la somme de déformations d'origine diverses :

$$\varepsilon_{max} = \varepsilon_{res} + \varepsilon^g + \varepsilon^e$$

La déformation ε_{res} est obtenue directement à charge nulle, la déformation ε^e est déduite directement du module E^u et de la contrainte σ^u, et la déformation ε^g est extraite des différences entre les paramètres précédents :

$$\varepsilon^g = \varepsilon_{max} - \varepsilon_{res} - \sigma^u / E^u$$

Ainsi, les paramètres caractéristiques de l'endommagement mécanique déduits de ces cycles qui seront principalement analysés sont :

- Les modules E^u et E^r
- Les déformations ε_{max}
- Les déformations ε_{res} et ε^g liées respectivement aux refermetures incomplètes de fissures et aux glissements avec frottement (ε^e est omise, étant directement liée à E^u).

La diminution progressive d'une contrainte apparente de cisaillement interfacial τ (pour un matériau 2D, les interfaces ne concernent pas que la liaison fibre/matrice mais également fils/fils et fils/matrice) peut également être suivie, particulièrement en fatigue cyclique où les frottements alternés répétés provoquent un émoussement des rugosités des zones interfaciales, et donc une baisse plus marquée de τ. Dans ce dernier cas, le calcul de l'aire des boucles et du frottement intérieur $\Delta W/W_e$ (ΔW étant l'aire de la boucle et W_e l'énergie élastique maximale stockée durant le cycle de fatigue, soit l'aire du triangle de base $\varepsilon_{élastique}$ sur la Figure II.10) apportent des informations complémentaires sur l'état d'endommagement des interfaces.

3. INSTRUMENTATIONS SPECIFIQUES POUR UN SUIVI EN CONTINU DE L'ENDOMMAGEMENT

3.1. EMISSION ACOUSTIQUE

Les dispositifs d'acquisition de l'émission acoustique sont différents pour les essais effectués au LCTS (EA dite traditionnelle) et ceux effectués durant les 4 mois passés à Akron (EA modale).

3.1.1. Système d'acquisition EA utilisé au LCTS

Les capteurs utilisés sont des capteurs PICO de type résonnant, présentant une bonne sensibilité entre 250 et 750 kHz, avec une fréquence de résonance proche de 450 kHz. Le couplage entre le capteur et la surface de l'éprouvette ou des mors est effectué avec de la graisse à vide. Ces capteurs sont connectés à des pré-amplificateurs de 40 dB, eux-mêmes reliés à une chaîne d'acquisition MISTRAS (Physical Acoustics). Le logiciel d'acquisition (MISTRAS également) calcule et enregistre en temps réel les paramètres descripteurs de la forme du signal.

Trois paramètres de réglages doivent être définis : « Peak Definition Time » (PDT), « Hit Definition Time » (HDT), et « Hit Lockout Time » (HLT). Ils influencent le calcul des descripteurs des signaux, et doivent être adaptés au matériau. Des valeurs adaptées à l'A40C ont été fixées et utilisées pour tous les essais afin de pouvoir les comparer correctement.

Le seuil de détection de signaux à définir dans le logiciel MISTRAS doit être choisi soigneusement, car tous les signaux ne dépassant pas ce seuil ne seront pas enregistrés. Il ne doit pas être trop faible non plus au risque d'enregistrer du bruit sans intérêt qui noierait les signaux recherchés. Sauf mention contraire, le seuil de détection est fixé pour tous les essais à 48 dB. Le niveau de saturation a été vérifié en abaissant progressivement le seuil dans les conditions d'essais les plus critiques (haute température, fatigue cyclique) jusqu'à obtenir une émission continue : le seuil de détection menant à saturation est alors de 32 dB. Le seuil de détection sélectionné est ainsi largement supérieur à celui de saturation, et permet de filtrer les signaux d'amplitude inférieure à 48 dB sans grand intérêt physique.

- **Placement des capteurs**

Pour les essais effectués à température ambiante, les capteurs sont positionnés directement sur l'éprouvette. Pour les essais à haute température, cela n'était plus possible, la température de l'éprouvette étant trop élevée pour ces capteurs, et la taille des fours étant telle que l'espace libre entre mors et fours n'était pas suffisant. Plusieurs solutions étaient alors envisageables :

- Placer les capteurs à l'intérieur des mordaches en contact direct avec l'éprouvette, avec un logement pour le capteur usiné à l'intérieur des mordaches ainsi qu'une encoche pour le câble.
  + : contact direct avec l'éprouvette et donc très bonne qualité du signal reçu
  - : adaptation du montage longue et complexe (système de ressort nécessaire pour maintenir le capteur en pression) pour un bénéfice pas forcément pertinent. Plusieurs machines de traction utilisées avec des mordaches différentes nécessiteraient plusieurs adaptations.

- Utiliser un guide d'onde tel qu'une baguette en alumine en contact avec l'éprouvette et placer le capteur à l'extrémité de la baguette en zone froide.
  + : relativement simple à mettre en œuvre, bonne qualité du signal reçu
  - : inenvisageable pour des essais de fatigue cyclique à fréquence de 1 Hz et au-delà

- Placer les capteurs de manière symétrique sur les mors de la machine près des mordaches.
  + : simple à mettre en œuvre, adapté aux essais de fatigue cyclique à toute fréquence
  - : qualité du signal reçu à vérifier.

Cette dernière solution est préférable sous réserve que le signal reçu soit bien exploitable. Pour vérifier cela, un essai a été effectué avec 2 chaînes d'acquisition : l'une liée à 2 capteurs placés sur l'éprouvette (chaîne A), et l'autre à 2 capteurs placés sur les mors (chaîne B).

Pour vérifier si les deux chaînes localisent les événements de manière similaire, l'idéal est de connaître le lieu des premières fissures. Pour cela, une concentration de contraintes dans une zone précise a été générée (de manière à conserver un champ de contrainte de traction relativement uniforme au centre de l'éprouvette, voir Figure II.12a) par le biais d'une réduction de section créée par l'usinage de deux entailles symétriques, effectuées à 15 mm du centre de l'éprouvette.

Lorsqu'un effort de traction est imposé à l'éprouvette, l'évolution du nombre d'événements et de l'énergie cumulée est d'allure similaire sur les chaînes, avec environ 2 fois moins d'événements détectés par la chaîne B (avec un seuil de détection en amplitude identique), ce qui peut être attendu

à cause de l'atténuation du signal sur la distance à parcourir plus longue, comprenant des interfaces (éprouvette/mordache). La localisation des événements acoustiques est, dans les deux cas, très proche de la position réelle de l'entaille (Figure II.12b). De plus, un même événement acquis par les 4 capteurs utilisés (Figure II.12c) est traduit par des formes d'onde d'allure globalement similaire sur les 2 capteurs hauts A & B ainsi que sur les deux capteurs bas. Pour la majorité des signaux, l'atténuation en amplitude est de 10 à 15 dB entre capteurs sur l'éprouvette et sur les mors. Le contenu fréquentiel est toutefois modifié par la traversée de l'interface éprouvette/mordache.

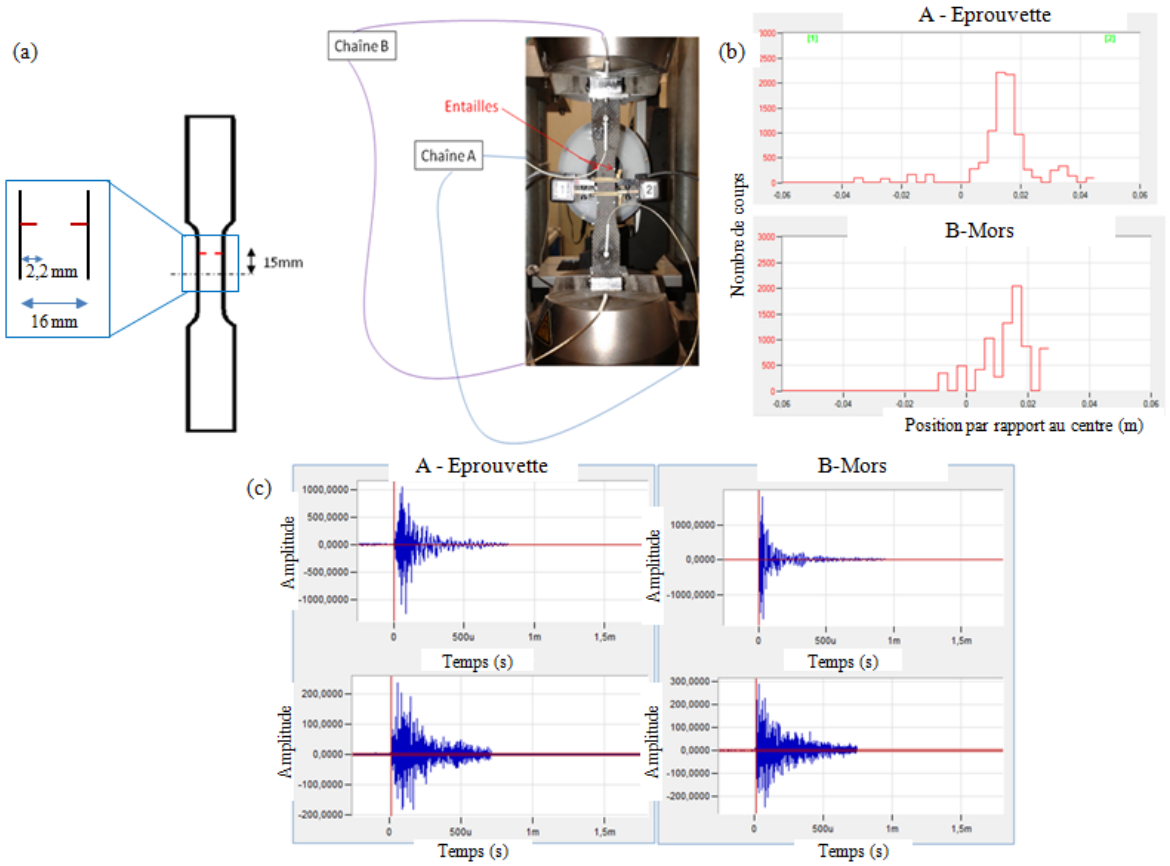

Figure II.12 - (a) Montage avec deux chaînes d'acquisition acoustique sur éprouvette et mors. (b) Comparaison des localisations d'événements dans l'axe de l'éprouvette issues des deux chaînes. (c) Comparaison d'un même événement acquis par chacun des quatre capteurs (haut : capteurs du haut, bas : capteurs du bas)

Ainsi, cet essai avec deux chaînes d'acquisition montre que les données enregistrées par les capteurs placés sur les mors sont tout à fait exploitables, et permettent une localisation quasiment aussi précise que sur l'éprouvette. L'évolution du nombre d'événements, celle de l'énergie cumulée ainsi que la localisation pourront être similairement analysées. En revanche, il faudra être très prudent sur l'exploitation de descripteurs pouvant être affectés par la traversée des interfaces, comme le contenu fréquentiel. La technique du placement des capteurs sur les mors sera donc utilisée pour tous les essais à haute température (Figure II.13).

- **Etalonnage du dispositif acoustique**

Avant chaque essai, un étalonnage du dispositif acoustique est effectué pour vérifier le bon couplage des capteurs et la localisation des signaux. Pour les essais à température ambiante, la fonction « Automated Sensor Testing » est utilisée : un capteur émet une impulsion qui est détectée par le

second capteur, ce qui permet de vérifier la symétrie du montage en échangeant le rôle de chaque capteur. Cependant, lorsque les capteurs doivent être placés sur les mors, l'AST ne fonctionne pas car, le signal devant franchir deux interfaces éprouvette/mors, il devient de ce fait trop atténué. Le couplage et la symétrie du montage sont alors vérifiés en effectuant une rupture de mine de crayon (dite source de Hsu-Nielsen) au centre de l'éprouvette, et en comparant les amplitudes et temps d'arrivée sur chaque capteur.

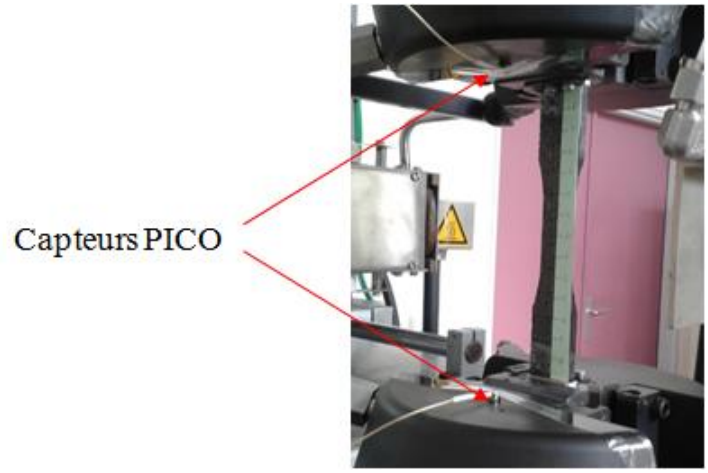

Figure II.13 - Placement des capteurs PICO pour un essai à haute température, et réglette d'étalonnage positionnée sur l'éprouvette

Pour calibrer la localisation des événements, la vitesse de propagation des ondes sonores dans le matériau est habituellement déterminée par source de Hsu-Nielsen. Cependant, avec les capteurs sur les mors, cette vitesse n'est pas homogène le long du chemin de propagation. Pour remédier à cela, l'étalonnage est effectué en cassant des mines de crayon à des positions connues sur l'éprouvette (par exemple -3 cm, 0 cm, +3 cm, voir Figure II.13), puis en ajustant légèrement la vitesse de propagation et la position des capteurs (centrage) dans le logiciel afin que les événements soient correctement localisés.

- **Traitement des données**

Après l'essai, les événements localisés hors de la zone utile sont écartés, et les données suivantes sont principalement analysées :

- Evolution du nombre d'événements cumulés et de l'énergie cumulée en fonction du temps (énergie dite « absolue » calculée par intégration du signal, plus représentative que l'énergie de base calculée par le logiciel MISTRAS)
- Calcul de la sévérité des signaux à partir de ces données
- Evénements cumulés et énergie cumulée en fonction de la charge pour les essais cyclés, charge à laquelle sont enregistrés les événements
- Localisation des événements

Les données enregistrées lors de chaque essai sont en fait bien plus nombreuses. Cependant, nombre de descripteurs sont certainement beaucoup plus affectés par la position des capteurs sur les mors que les paramètres cités ci-dessus. Ainsi, l'analyse des données acoustiques se limitera ici volontairement aux événements et énergies enregistrées en fonction du temps ou de la charge, ce qui est déjà très riche d'informations.

3.1.2. Système d'acquisition EA utilisé à Akron (EA modale)

Lors des essais effectués à l'Université d'Akron, des capteurs large-bande B1025 (Digital Wave Corporation, voir I.3.2.2) sensibles de 50 kHz à 2,0 MHz ont été placés sur l'éprouvette, le couplage étant effectué avec de la graisse à vide. Pour les essais à haute température, des capteurs S9215 spécialement conçus pour les hautes températures (mais avec une sensibilité légèrement réduite) ont été également placés sur l'éprouvette, le four de taille moins importante (38 mm) laissant une place suffisante. Les formes d'onde ont été enregistrées par un système d'acquisition multi-chaînes de la marque Fracture Wave Detector. L'étalonnage a été effectué en vérifiant que des ruptures de mines génèrent des formes d'onde correctement détectées : un début de signal net associé à l'onde extensionnelle, suivi par l'onde de flexion de plus basse fréquence.

Le post-traitement est effectué à l'aide du logiciel Wave Explorer (fourni par Digital Wave) ainsi que d'un outil interne de traitement des données acoustiques, permettant de trier les événements et de ne conserver pour analyse que ceux qui sont significatifs. Les événements présentant, juste avant le début de l'onde détectée, une énergie supérieure à un seuil donné sont éliminés car associés au bruit. Si un capteur central est utilisé, seuls les événements l'atteignant en premier sont conservés car les autres se trouvent hors de la zone utile. Enfin, la localisation des événements est calculée, grâce à la vitesse de propagation préalablement déterminée (par source de Hsu Nielsen) et en prenant possiblement en compte la décroissance du module. Seuls les événements localisés dans la zone utile sont conservés. De plus, la précision de la localisation étant directement liée à la qualité de la détermination des temps d'arrivée, il est préférable de recalculer ces temps d'arrivée avec le critère AIC (voir I.3.2.2), bien plus précis qu'un simple critère de seuil.

L'analyse des évolutions globales d'événements et d'énergie peut alors être menée, ainsi que celle des événements individuels et en particulier de leur contenu fréquentiel.

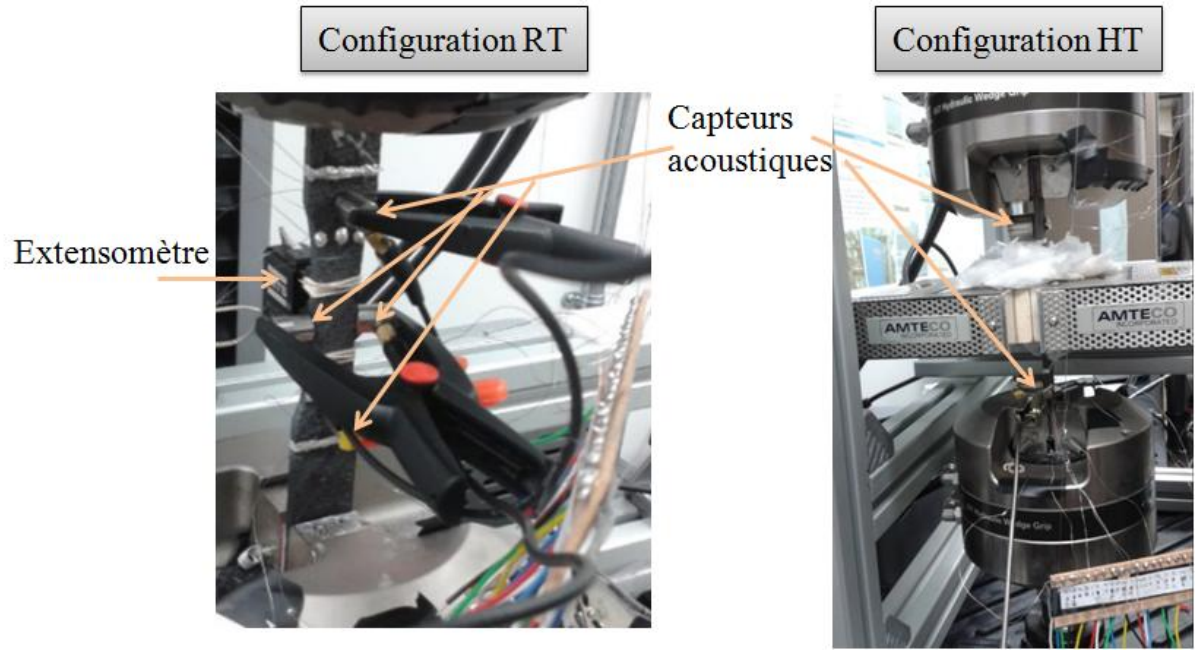

Figure II.14 – (a) Configuration à température ambiante avec 4 capteurs B1025, (b) configuration haute température avec 2 capteurs spécifiques S9215 (Akron)

3.2. RESISTANCE ELECTRIQUE

La résistance électrique des éprouvettes est mesurée en continu lors des essais à température ambiante ou à haute température par une méthode 4 points. Quasiment aucune expérience basée sur cette technique n'étant disponible au LCTS ou à SAFRAN, elle a été développée au cours de cette thèse à partir des publications de l'équipe de G.N. Morscher dans un premier temps, puis améliorée lors de la collaboration avec cette équipe à l'Université d'Akron. Plusieurs techniques de mise en place des contacts électriques ont été successivement testées ; celle qui est présentée ici est la technique optimisée au cours de cette thèse qui a permis d'obtenir les meilleurs résultats.

3.2.1. Elaboration des contacts électriques

La méthode 4 points est indispensable car elle permet de s'affranchir des résistances de contact qui contribuent largement à la valeur de résistance obtenue en utilisant simplement deux points. Un courant continu est envoyé le long de l'éprouvette à travers les contacts externes et la différence de potentiel résultante est mesurée entre les contacts internes. Les contacts externes sont élaborés sur les tranches aux extrémités de l'éprouvette (voir Figure II.15), en usinant une encoche de 1 mm de profondeur, puis en y plaçant un fil conducteur bien dénudé et recouvert de colle conductrice. L'encoche permet de mettre correctement en contact le fil avec le cœur du matériau (notamment les fibres et interphases) afin de bien faire circuler le courant dans l'éprouvette. Deux colles conductrices ont été utilisées : les premiers essais ont été effectués avec l'époxy conducteur CW2400 (CircuitWorks) à base de particules d'argent utilisable jusqu'à 100°C, qui nécessite 10 min de polymérisation à 100°C, alors que ceux effectués durant et après le stage à Akron ont mis en jeu l'époxy à base d'argent EPO-TEK H20E (Epoxy Technology) à la conductivité électrique supérieure et pouvant opérer jusqu'à 200°C, avec toutefois un coût plus élevé, et une durée de 2h de polymérisation nécessaire à 100°C. Ce dernier produit permet entre autres d'effectuer des contacts plus précis grâce à sa texture (points de 1 mm si nécessaire) et de placer les contacts plus près de la zone à haute température.

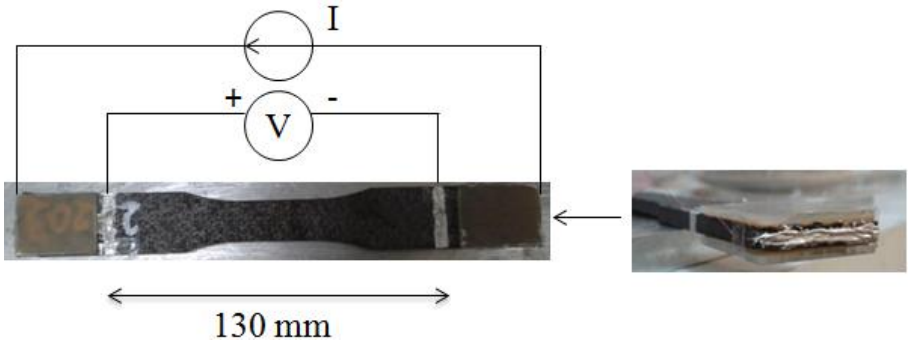

Figure II.15 - Représentation de la méthode 4 points de mesure de résistance électrique d'une éprouvette, et photographie d'un contact externe

Pour les contacts internes, il n'était évidemment pas envisageable d'usiner une encoche, mais une préparation de surface très soigneuse s'est révélée être indispensable (polissage à la lime diamantée et nettoyage à l'éthanol). La colle conductrice choisie est ensuite appliquée sur le pourtour de l'éprouvette de manière à former un anneau et à avoir une mesure représentative de toute l'éprouvette. L'espace de 130 mm entre les contacts internes est suffisant pour laisser 10 mm environ de part et d'autre du four.

3.2.2. Montage électrique

Un courant continu de 10 mA est envoyé entre les contacts externes de l'éprouvette à l'aide d'une pile chimique 6V (Radiospares 4R25-2). L'intensité de 10 mA a été sélectionnée car elle permettait d'obtenir la meilleure stabilité après plusieurs tests réalisés avec diverses intensités ([0,5 – 60 mA]). L'utilisation d'une pile chimique permet de limiter le bruit et de s'affranchir des variations de courant fourni par le réseau électrique général qui peuvent être très influentes pour des essais de plusieurs centaines d'heures. Le montage utilisé (Figure II.16) met en jeu une résistance de référence (boîte à décade VISHAY de très grande stabilité) qui permet d'améliorer grandement la précision des mesures lors d'essais de longue durée. La valeur de résistance de référence R_{ref} sélectionnée détermine l'intensité qui traverse l'éprouvette : elle est ajustée à 600 Ω environ (selon la tension réelle délivrée par la batterie) pour obtenir une intensité de 10 mA dans l'éprouvette. La tension aux bornes de la résistance de référence est mesurée en continu en plus de celle entre les contacts internes de l'éprouvette. Ainsi, la résistance de l'éprouvette est obtenue par comparaison avec une résistance de très grande stabilité, ce qui permet de s'affranchir de l'influence de possibles variations du courant délivré lors d'essais de longue durée.

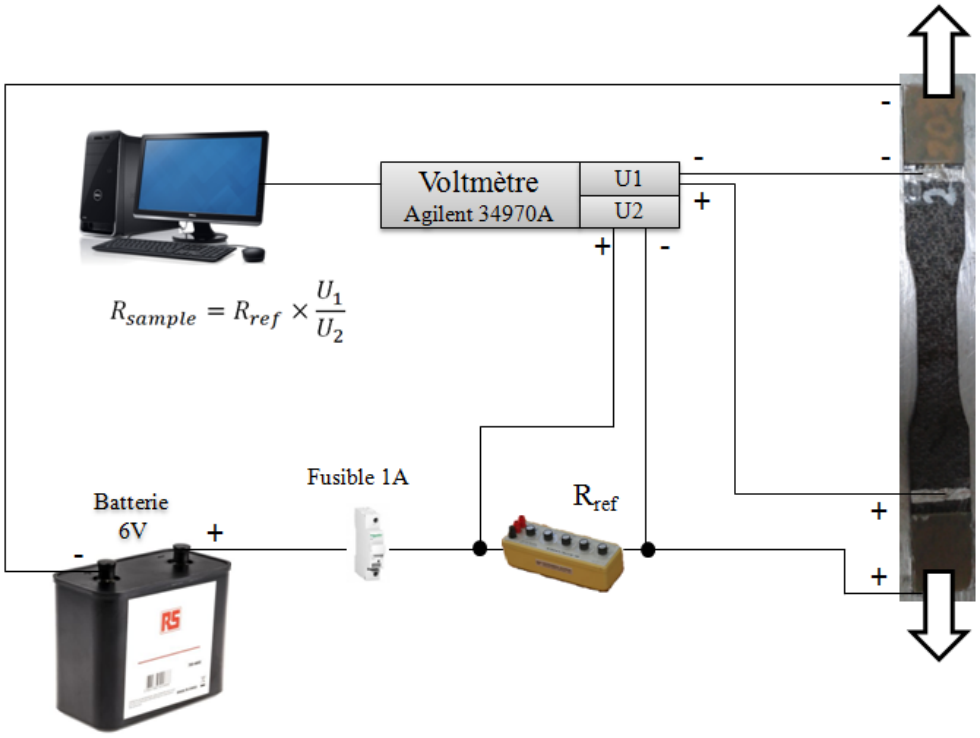

Figure II.16 – Représentation du montage électrique mis en place pour la mesure de la résistance électrique des éprouvettes

A chaque point de résistance mesuré (toutes les 2,3 secondes), les valeurs de contraintes et déformations de l'éprouvette sont également enregistrées au même instant, à l'aide d'un programme interne (en Quickbasic).

3.2.3. Validation

L'incertitude de mesure associée au système d'acquisition ainsi défini a été évaluée en remplaçant l'éprouvette par une résistance étalon dans la chaîne d'acquisition. L'enregistrement de la résistance

sur une durée équivalente à celle d'un essai mécanique a montré que l'incertitude est de ± 0,4 mΩ sur l'ensemble des mesures.

Dans la mesure où il faut s'assurer que les variations de résistance liées à l'environnement sont négligeables par rapport à celles liées à l'endommagement, la stabilité des mesures sous conditions variées a été soigneusement vérifiée avant d'effectuer des essais de longue durée avec mesure de résistance. La résistance d'une éprouvette a ainsi été mesurée pendant quelques dizaines d'heures sous air ambiant, sous air confiné, sous vide, sous hélium, en température, etc. Il est apparu que sous air ambiant, la résistance du matériau est sensible à l'humidité ambiante, avec des variations de ± 2% de résistance sur 60h correspondant aux variations de taux d'humidité enregistrées. En revanche, à haute température, après une phase de stabilisation de 2h à 15h (probablement dépendant de l'état initial d'humidité de l'éprouvette), la résistance s'est révélée être extrêmement stable durant 60h (test à 450°C), avec une précision de ± 0,5 mΩ, soit ± 0,05%. Ainsi, pour tous les essais à haute température, la stabilité de la mesure ne posera pas de problème. La température atteinte au niveau des contacts internes (anneaux) est relativement faible (de l'ordre de 80-100°C pour une zone chaude à 450°C) car ils sont placés le plus loin possible du four.

Pour les essais à température ambiante, s'ils sont courts (< 1-2h) comme les tractions cyclées, l'humidité variera relativement peu et donc la stabilité sera également de bonne qualité. En revanche, pour des essais de longue durée de type fatigue à température ambiante, l'humidité pourra perturber les mesures. Ainsi, s'il est nécessaire d'effectuer des essais de fatigue sans oxydation, on se placera à une température intermédiaire (150°C par exemple, devant limiter l'adsorption d'eau en surface du CMC) qui permettra de s'affranchir de l'influence de l'humidité sans engendrer d'oxydation.

Ce dispositif de suivi par mesure de résistance électrique a ensuite été validé lors de tractions cyclées à température ambiante sur deux matériaux différents, celui utilisé dans cette étude et un composite similaire mais avec un tissage différent de type multi-satin. Les résultats obtenus ont été d'excellente qualité (précision < 0,5 mΩ) et ont montré que la résistance était très sensible à l'état d'endommagement du matériau (Figure II.17). Elle apporte des informations complémentaires à celles fournies par le comportement mécanique : si ces deux composites présentent des évolutions de contrainte en fonction de la déformation similaire, leur comportement en contrainte en fonction de la résistance est sensiblement différent. Des effets liés au tissage sont ainsi mis en évidence, avec notamment une diminution de résistance au début de l'essai sur matériau multi-satin liée au ré-alignement des fibres, non observée dans le cas du composite interlock. Ces observations ont fait l'objet d'une présentation en congrès [Simon2016_GFC], et les essais de traction cyclée sur le matériau de l'étude ont servi de base au développement d'un modèle électro-mécanique reliant la résistance électrique à la densité de fissuration, aux longueurs de décohésions moyennes et à la déformation imposée [Simon2017_Acta1].

Lors des essais menés à Akron, la méthode de mesure 4 points a été adaptée dans un but de localisation de l'endommagement. Le courant continu est toujours envoyé entre les extrémités de l'éprouvette, mais la tension est mesurée entre dix différents couples de points placés autour de l'éprouvette. Ainsi, la comparaison des évolutions de résistance entre chacune de ces chaînes permet de déterminer quels segments sont affectés par un événement d'endommagement, et donc de le localiser [Simon2017_CompA1] (**Annexe D**).

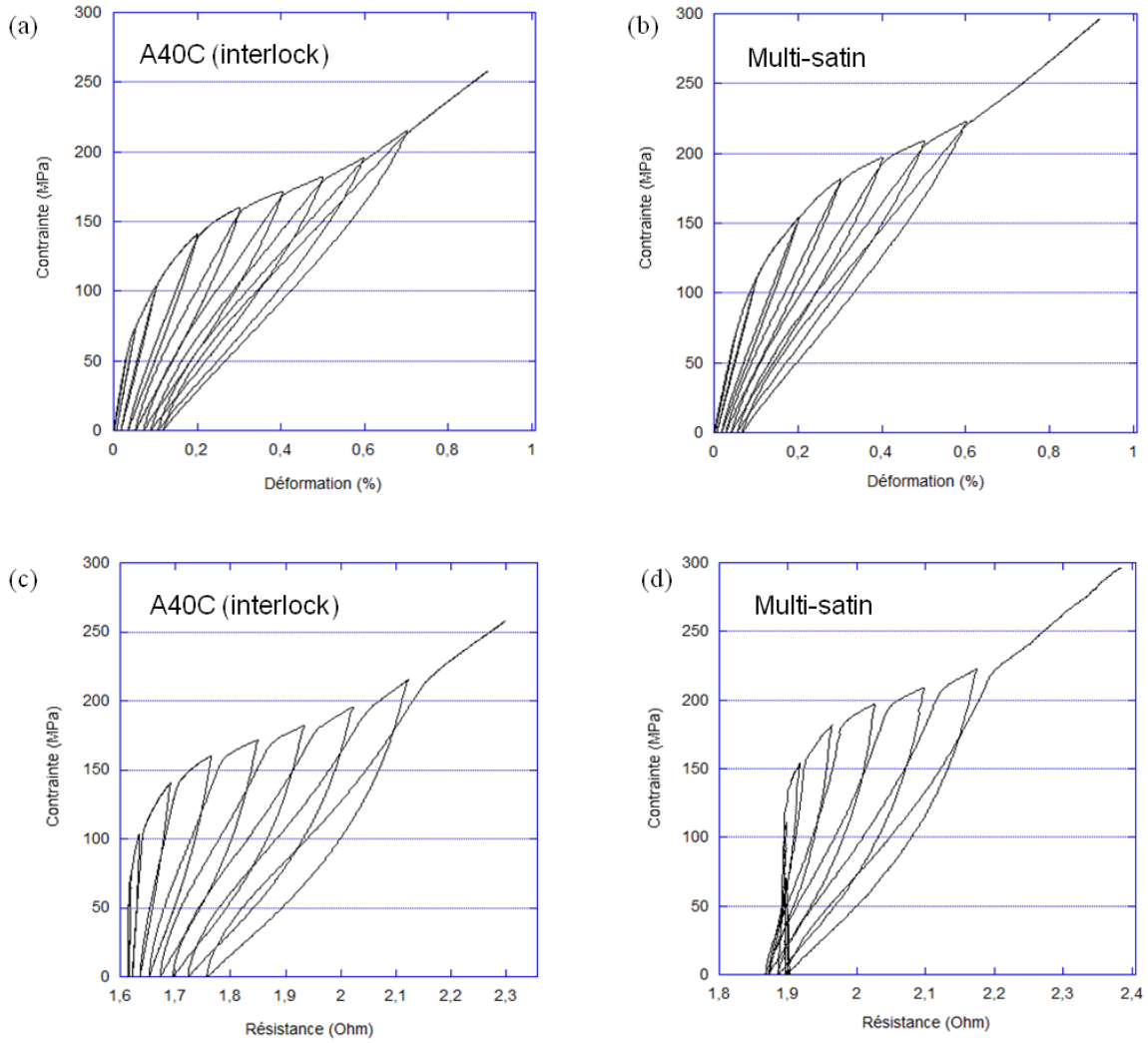

Figure II.17 – Comportement mécanique en traction cyclée à température ambiante (a) du matériau de l'étude et (b) d'un composite similaire multi-satin. Comportement contrainte-résistance lors des deux mêmes essais (c) du matériau de l'étude et (d) d'un composite similaire multi-satin

La technique de suivi d'endommagement par mesure de résistance électrique ayant ainsi été validée à température ambiante, elle a été ensuite appliquée lors des essais de vieillissement sous des conditions définies par la stratégie d'accélération d'essais présentée par la suite.

4. STRATEGIE D'ACCELERATION D'ESSAIS BASEE SUR LE CYCLE AVION

Afin de déterminer une méthodologie d'accélération d'essais adaptée aux applications visées, il est indispensable de s'intéresser aux contraintes subies lors des différentes phases de vol d'un cycle avion. Cette partie sera ainsi dédiée à la définition d'une stratégie à adopter pour construire un plan d'essais adapté des conditions réelles. Une distinction claire sera effectuée entre (i) le durcissement et (ii) l'accélération qui seront appliqués successivement aux conditions réelles. Le durcissement consiste à sévériser les conditions réelles pour être conservatif, sans but de quantifier les différences de cinétiques sous conditions réelles et durcies, alors que l'accélération consiste à augmenter les vitesses des mécanismes en jeu, sans toutefois les modifier (cf. I.1). Il est alors nécessaire de déterminer un facteur d'accélération entre conditions accélérées et conditions durcies.

Lors d'un cycle avion court-courrier, une contrainte maximale de 100 MPa est appliquée dans la zone d'intérêt de l'arrière-corps du moteur uniquement lors de la phase décollage, c'est-à-dire durant 84 secondes sur les 3900 secondes du cycle avion de référence. Lors du vol de croisière, les contraintes en jeu sont beaucoup plus basses, de l'ordre de 45 MPa (Figure II.19).

En ce qui concerne les conditions environnementales typiques rencontrées par l'arrière-corps, la pression totale varie entre 1,6 bar au décollage et 0,6 bar en croisière. La pression partielle d'eau varie quant à elle entre 15 kPa au décollage et 3 kPa en croisière, pour une pression partielle d'oxygène entre 16 kPa au décollage et 7 kPa en croisière. A cause des gradients thermiques, certaines zones de l'arrière-corps sont soumises à une température de 450°C durant la majeure partie du cycle avion.

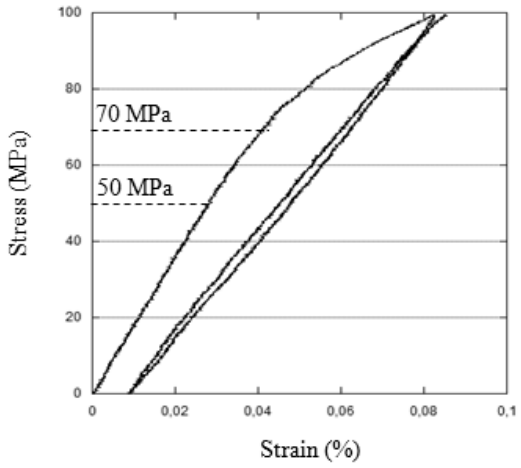

Figure II.18 - Caractérisation initiale de l'A40C à 450°C en traction

Si l'on considère une contrainte enveloppe unique à la contrainte maximale (100 MPa), le conservatisme sera évidemment assuré, mais le durcissement sera tellement important que les durées de vie pourront être largement sous-estimées, ce qui mènerait à un surdimensionnement beaucoup trop coûteux. Il semble donc nécessaire de proposer une stratégie de durcissement des contraintes qui diffère selon les phases du cycle avion. Il peut être envisagé de partitionner les contraintes typiques rencontrées en vol, i.e. de 0 à 100 MPa, en trois catégories, qui seront traitées différemment :

- Les contraintes inférieures à 50 MPa
- Les contraintes supérieures à 70 MPa
- Les contraintes comprises entre 50 et 70 MPa

La borne de 50 MPa a été choisie car c'est une contrainte en-dessous de laquelle le matériau de cette thèse est clairement dans sa phase linéaire élastique (voir Figure II.18, la valeur de 50 MPa pourra éventuellement être légèrement modifiée comme expliqué par la suite). Au delà de 70 MPa, le matériau se situe nettement dans la phase coudée de la courbe de comportement, la fissuration matricielle se mettant en place. De plus, lors du cycle avion, les contraintes supérieures à 70 MPa sont subies par la pièce durant un laps de temps assez court (cf. Figure II.19), ce qui réduit les durées de vies à justifier pour ces contraintes élevées dans un but de certification.

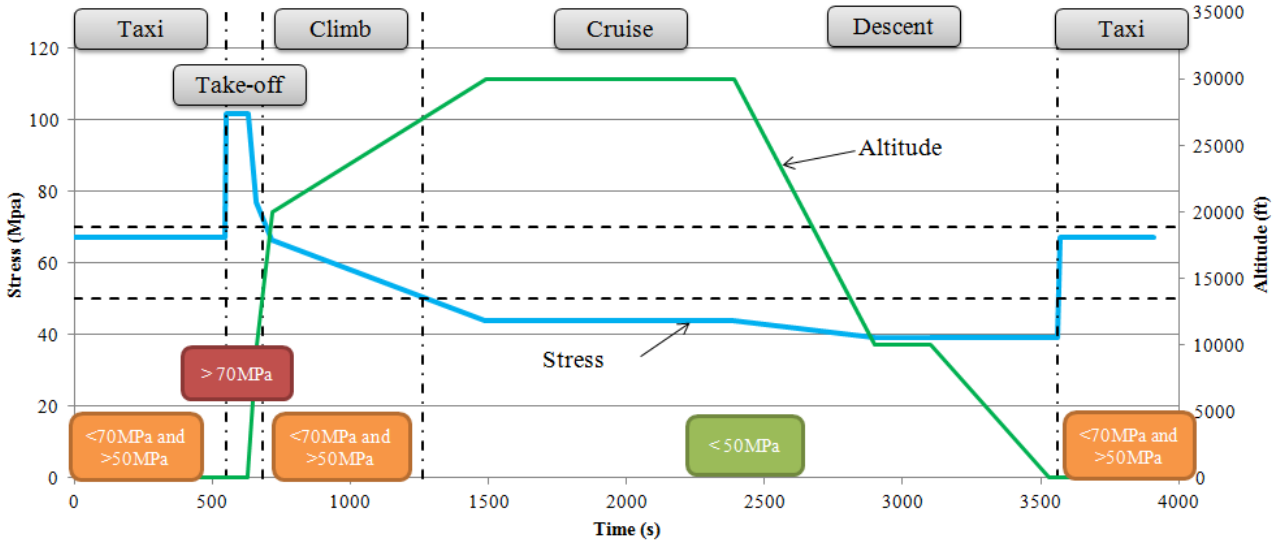

Figure II.19 – Evolution typique des contraintes et altitudes lors des différentes phases de vol d'un vol court-courrier (données fournies par SAFRAN)

Tableau II.1 - Partition en 3 catégories des contraintes rencontrées en vol et temps associés

Catégorie de contrainte	Temps associé durant 1 cycle avion	
σ < 50 MPa	38,3 min	58,8%
50MPa < σ < 70 MPa	24,7 min	37,9%
σ > 70 MPa	2,2 min	3,3%

Chaque catégorie de contraintes sera ensuite traitée différemment pour effectuer un durcissement des conditions.

- **Contraintes supérieures à 70 MPa**

La zone de l'arrière-corps considérée sera soumise à des contraintes supérieures à 70 MPa durant 3,3% du cycle avion (2,2 min par cycle), soit aussi 3,3% de la vie fonctionnelle de la pièce. La phase de la courbe de comportement comprise entre 70 MPa et 100 MPa est assez complexe car beaucoup de mécanismes ont lieu simultanément à ces contraintes, et l'endommagement est déjà assez prononcé. Pour s'assurer d'un bon conservatisme tout en ne surestimant pas excessivement le durcissement car les durées associées sont assez réduites, le meilleur compromis pour cette

catégorie semble de considérer qu'une contrainte de 100 MPa est appliquée durant toutes les phases supérieures à 70 MPa.

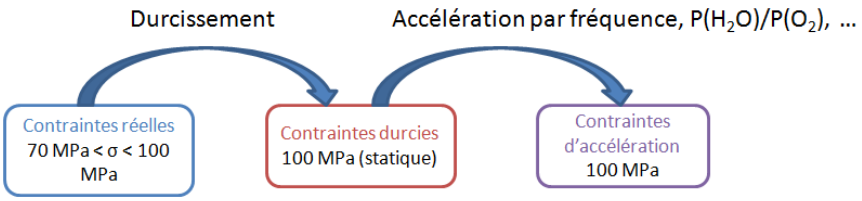

Figure II.20 - Schéma de principe d'évolution des contraintes lors du durcissement et de l'accélération pour la catégorie de contrainte haute.

Le durcissement consiste donc à passer à 100 MPa, puis l'accélération est effectuée en modifiant certaines conditions d'essais influentes ($P(H_2O)/P(O_2)$, fréquence de cyclage mécanique, etc.) sans toutefois dépasser la contrainte de 100 MPa (Figure II.20). En effet, cela modifierait le lieu de fissuration et donc les mécanismes d'endommagement en jeu, rendant impossible l'établissement d'un lien quantitatif (lié au facteur d'accélération) entre conditions d'accélération et conditions durcies.

Cette catégorie de contraintes d'utilisation élevées constituera la référence de cette étude pour déterminer les facteurs agissant sur les cinétiques d'endommagement et quantifier leur influence. Ainsi, la plupart des essais menés seront effectués pour une contrainte maximale de 100 MPa. Cette contrainte maximale du cycle avion permettra également d'obtenir des durées de vies plus courtes compatibles avec les contraintes temporelles d'un projet de thèse. Quelques essais ponctuels traiteront les catégories de contraintes suivantes.

- **Contraintes inférieures à 50 MPa**

Les contraintes inférieures à 50 MPa, qui sont nettement dans la partie linéaire du matériau, représentent quasiment 60% de la durée de vie de la pièce. Ces faibles contraintes qui ont a priori un impact très limité sur l'endommagement du matériau représentent un pourcentage conséquent du temps d'utilisation : il serait donc préjudiciable d'augmenter par durcissement ces contraintes au-delà de 50 MPa, en les incluant dans une autre catégorie (cf. Figure II.21).

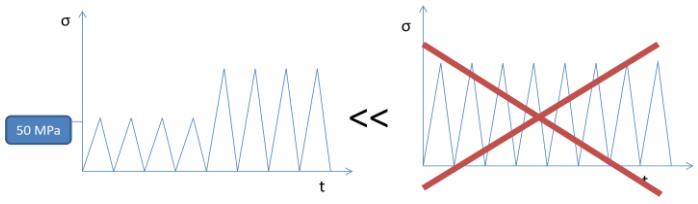

Figure II.21 - Le durcissement des contraintes < 50 MPa à une contrainte supérieure est beaucoup trop contraignant

La phase de durcissement en termes de contraintes consiste à considérer toutes les contraintes rencontrées inférieures à 50 MPa comme égales à 50 MPa. L'accélération envisagée pour cette catégorie de contrainte est pour le moins ambitieuse : il s'agirait de démontrer qu'un nombre quelconque de cycles à 50 MPa n'a pas d'influence sur l'état d'endommagement de la pièce (et donc pas d'accès d'O_2/H_2O vers les zones critiques de soutien de la charge).

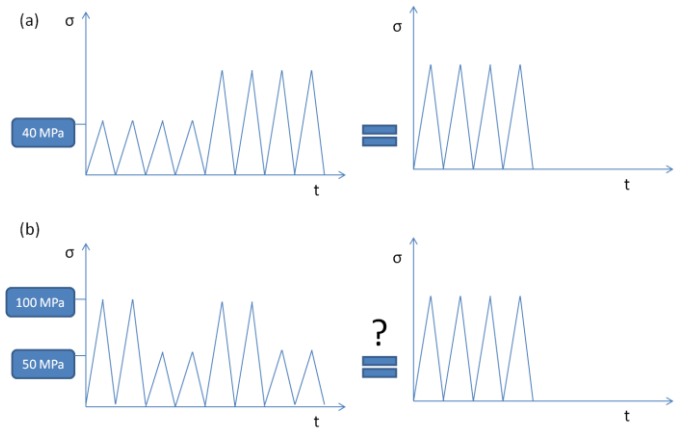

Figure II.22 - Une séquence préalable de cycles basse contrainte ne semble pas endommager le matériau (a); qu'en est-il de séquences intermédiaires (b)?

Elie Racle [Racle2015] a déjà montré dans sa thèse que « la réalisation d'un million de cycles à la contrainte de 40 MPa ne semble pas affecter l'endommagement ultérieur du matériau » dans le cas d'un essai incrémental, c'est-à-dire que la séquence de cycles à basse contrainte précédait le reste de l'essai (Figure II.22a). Ce constat soulève beaucoup de perspectives : jusqu'à quelle contrainte peut-on affirmer cela ? La plus grande partie de la croisière ayant lieu à 44 MPa, il serait intéressant de pouvoir démontrer que des cycles préalables à 50 MPa (voire 45 MPa) sont peu influents.

D'autre part, rien n'indique que des cycles à faible contrainte effectués entre ou après des séquences à plus haute contrainte ne soient pas influents (Figure II.22b), l'état d'endommagement pouvant être affecté par des passages à contrainte supérieure à 50 MPa. Si ceci est certainement vérifié pour des très faibles contraintes, il reste toutefois à prouver que ça l'est toujours à 45 ou 50 MPa.

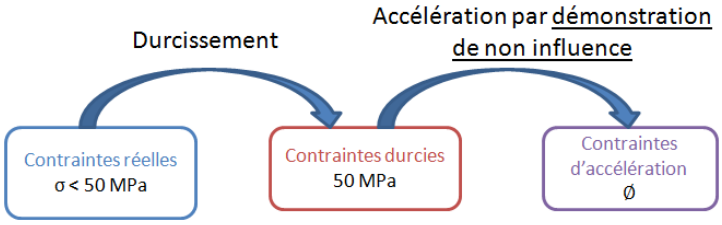

Figure II.23 - Schéma de principe d'évolution des contraintes lors du durcissement et de l'accélération pour la catégorie de contrainte basse.

Une fois les indicateurs d'endommagement choisis bien mis en place, il sera intéressant de mener des essais à faible contrainte (50 MPa) à la suite d'un pré-endommagement à 100 MPa. S'il était vérifié proprement que des cycles à 50 MPa n'influent pas sur l'état d'endommagement quelle que soit leur position dans la séquence de sollicitation, la durée de vie à démontrer serait réduite de 60%, ce qui serait autant de temps gagné en termes d'accélération d'essais.

- **Contraintes comprises entre 50 et 70 MPa**

Cette catégorie de contraintes intermédiaire représente près de 40% du temps de vol. Il n'est pas possible de la traiter en tant que faibles contraintes non influentes car elle impacte très certainement l'endommagement du matériau ; il n'est pas possible non plus de durcir ces contraintes au-delà de 70

MPa, car étant donné qu'elles sont associées à des durées très importantes, cela engendrerait un durcissement excessif menant à un surdimensionnement.

Il faut donc trouver une autre manière de traiter efficacement cette catégorie de contraintes. Parmi les 40% du temps du cycle avion associés, les phases de taxiage représentent une bonne partie avec une contrainte de 67,3 MPa. Il paraît donc nécessaire d'effectuer un premier durcissement en considérant toutes les contraintes de cette catégorie comme égales à 70 MPa.

Cette contrainte de 70 MPa se situe juste après la limite de linéarité et l'endommagement n'y est donc pas encore très prononcé (Figure II.18). Par conséquent, des essais de vieillissement réalisés à cette contrainte seraient probablement très longs avant de pouvoir observer des phénomènes significatifs. Il serait donc pertinent d'utiliser une augmentation de contrainte non pas comme moyen de durcissement, mais comme moyen d'accélération (Figure II.24).

Il s'agirait donc de déterminer une contrainte σ_{acc} comprise entre 70 MPa et 100 MPa (la borne haute de 100 MPa à ne pas dépasser est ainsi conservée) pour laquelle les mécanismes d'endommagement sont les mêmes qu'à 70 MPa (fissuration dans des zones limitées en surface). Un essai incrémental ne permettant pas de suivre l'évolution du matériau depuis son état sain, il est possible que plusieurs essais à contrainte maximale constante, pour plusieurs niveaux de contrainte soient plus appropriés (Figure II.24).

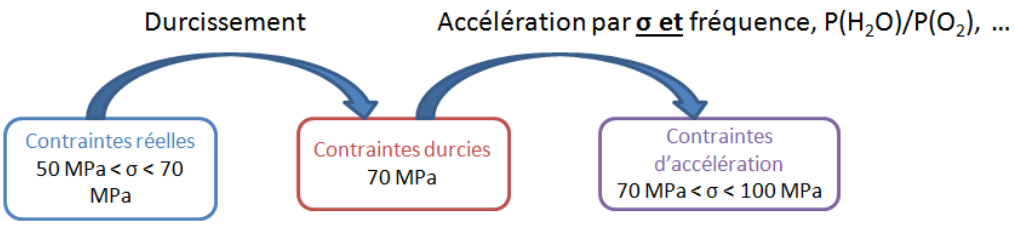

Figure II.24 - Schéma de principe d'évolution des contraintes lors du durcissement et de l'accélération pour la catégorie de contrainte intermédiaire.

La contrainte durcie serait donc de 70 MPa, et la contrainte dans les conditions d'accélération, σ_{acc} , supérieure à 70 MPa. Il faudra donc, pour cette catégorie, quantifier les effets d'accélération produits par les autres types de conditions accélérées (fréquence, humidité, etc.) mais également l'accélération engendrée par cette augmentation de contrainte. Les contraintes temporelles liées au projet de thèse n'ont pas permis d'effectuer beaucoup d'essais à σ_{acc} entre 70 MPa et 100 MPa (3 essais à 70 MPa), car ces essais sont nécessairement plus longs, et il a été choisi de se concentrer sur la détermination précise des cinétiques d'endommagement dans différentes conditions à σ_{max} = 100MPa. Cependant, cette méthodologie pourrait être poursuivie si nécessaire.

BILAN

Les contraintes rencontrées lors du cycle avion sont divisées en trois catégories selon le temps passé sous ces contraintes et les niveaux d'endommagement associés. Pour chacune des catégories, un principe de durcissement puis d'accélération adapté est proposé (Tableau II.2), qui permet d'avoir des durées d'essais effectifs assez courtes tout en se donnant le moyen d'établir un lien quantitatif avec les conditions durcies choisies. Ce lien entre conditions durcies et accélérées sera obtenu avec l'aide d'indicateurs d'endommagement développés à partir des différentes méthodes de suivi d'endommagement sélectionnées (extensométrie, résistance électrique, émission acoustique).

Les bornes des différentes catégories pourront être sujettes à modification. En particulier, la borne de 50 MPa est donnée à titre indicatif, mais il faudra déterminer par des essais jusqu'à quelle contrainte il est possible de considérer que les cycles n'influent pas sur l'endommagement de la pièce.

D'autre part, la température pourrait également être considérée de manière similaire en termes de durcissement et d'accélération. La pièce avion « typique » est considérée comme étant soumise à une température de 450°C pendant la majorité du cycle avion dans les données fournies par SAFRAN, cette température étant la plus critique pour le matériau elle assure de ce fait un bon conservatisme. Cependant, si la température durant certaines phases est comprise entre l'ambiante et 450°C, la température pourrait être un moyen d'accélération en considérant une loi de type Arrhenius (il n'y a pas encore de formation d'oxyde en-dessous de 450°C). Au-delà de 450°C, les mécanismes d'auto-cicatrisation entrent en jeu : un durcissement simple à 450°C peut être considéré, voire une accélération en déterminant le facteur d'accélération entre 650°C et 450°C par exemple.

Tableau II.2 - Récapitulatif des conditions réelles durcies et accélérées pour chaque catégorie de contrainte

Conditions réelles	Conditions durcies		Conditions accélérées	
	Mécaniques	Environnementales	Mécaniques	Environnementales
$\sigma < 50$ MPa	$\sigma = 50$ MPa	Standard (statique, air ambiant)	Durée d'essai: {Ø} À démontrer	
50 MPa $< \sigma <$ 70 MPa	$\sigma = 70$ MPa	Standard (statique, air ambiant)	70 MPa $< \sigma <$ 100 MPa À déterminer	Fréquence, $P(H_2O)/P(O_2)$, ... accélérées
70 MPa $< \sigma <$ 100 MPa	$\sigma = 100$ MPa	Standard (statique, air ambiant)	$\sigma = 100$ MPa	Fréquence, $P(H_2O)/P(O_2)$, ... accélérées À déterminer

Facteurs d'accélération: À déterminer

Le niveau de contrainte mécanique de 100 MPa (dernière ligne du Tableau II.2) constituera la condition de base pour les essais thermo-mécaniques réalisés dans le cadre de cette thèse. L'influence de chacun des paramètres d'essai mis en évidence au **Chapitre I** sur les cinétiques d'endommagement du matériau sera évaluée sur des essais à 100 MPa, et les indicateurs d'endommagement, voire estimations de durée de vie, seront également développées à partir

d'essais à ce niveau de contrainte. Les résultats expérimentaux à 100 MPa maximum seront décrits et analysés au **Chapitre III**.

Après la mise en place de modèles améliorant la compréhension des techniques de suivi développées (notamment des liens entre résistance électrique et endommagement mécanique ou par oxydation) au **Chapitre IV**, le **Chapitre V** sera dans un premier temps l'objet d'une synthèse des indicateurs d'endommagement mis en évidence lors des essais à 100 MPa. Ces indicateurs y seront ensuite évalués lors d'essais à 70 MPa maximum sous différentes atmosphères (2^{e} ligne du Tableau II.2). La dernière catégorie de contraintes (1ère ligne du Tableau II.2) sera enfin traitée, avant de conclure ce dernier chapitre sur une synthèse de la méthodologie d'accélération d'essais développée.

Les contraintes envisagées sont en traction pure pour des raisons pratiques évidentes ; il serait en effet très difficile d'effectuer un grand nombre d'essais de fatigue mécanique à haute température sous champ de contrainte complexe. Cependant, en conditions réelles, les contraintes rencontrées sont rarement purement en traction, une composante de cisaillement est souvent présente. Afin de commencer à appréhender cette problématique, des essais en traction/cisaillement ont été réalisés sur des éprouvettes préalablement vieillies lors d'un stage effectué dans le cadre de cette thèse (**Annexe B**). Le chargement a été introduit à l'aide de deux entailles usinées de part et d'autre du centre de l'éprouvette. Cette première approche intéressante pourrait être poursuivie par des essais à plus grande échelle.

Il est également indispensable de prendre compte la dispersion pour établir une méthodologie complète d'accélération d'essais, car les distributions de durées de vie, essentielles au dimensionnement, peuvent évoluer selon les niveaux de contraintes appliquées. Cependant, le nombre d'essais nécessaires à une étude complète de l'influence de la dispersion n'est pas compatible avec les moyens et le temps disponibles pour un travail de thèse. Ces considérations sont abordées de manière théorique plus en détail en **Annexe C**, avec une proposition de plans d'essais à mettre en place dans le but de caractériser l'influence de la dispersion dans une méthodologie d'accélération d'essais.

CHAPITRE III

INFLUENCE DES CONDITIONS DE VIEILLISSEMENT MECANIQUES ET ENVIRONNEMENTALES SUR L'ENDOMMAGEMENT ET LA DUREE DE VIE DU MATERIAU

SOMMAIRE

Introduction 87

1. Conditions d'essai sélectionnées avec une contrainte maximale de 100 MPa 88

1.1. Matrices d'essais 88

1.2. Etat de fissuration de l'A40C après chargement à 100 MPa 90

2. Influence de la pression partielle d'eau en fatigue statique 91

2.1. Analyse mécanique 91

2.2. Analyse acoustique 97

2.3. Analyse de la résistance électrique 98

3. Influence des conditions de sollicitation mécanique à contrainte maximale de 100 MPa 101

3.1. Influence du type de chargement (cyclique / statique) 101

3.1.1. Analyse mécanique 101

3.1.2. Analyse acoustique 104

3.1.3. Analyse de la résistance électrique 106

3.2. Influence de la fréquence de cyclage mécanique 108

4. Influence de la température 111

Bilan 115

INTRODUCTION

Il est nécessaire, afin de mettre en place la stratégie d'accélération décrite au Chapitre II, d'évaluer l'influence de chacun des « leviers » possibles identifiés au Chapitre I : ces conditions d'essais impactant les cinétiques d'endommagement du composite sont la pression partielle d'eau (ou le rapport $P(H_2O)/P(O_2)$), la température d'essai, le type de chargement statique ou cyclique ainsi que la fréquence de chargement cyclique. Il est rappelé que la contrainte mécanique ne sera pas considérée comme levier d'accélération au-delà de 100 MPa car les mécanismes d'endommagement en jeu seraient modifiés, ce qui est incohérent avec les hypothèses de base de l'accélération d'essais.

Les informations obtenues via les méthodes de suivi sont analysées en vue de dégager des schémas de comportement qui pourraient être utilisés dans le but d'estimations de durées de vie.

1. CONDITIONS D'ESSAI SELECTIONNEES AVEC UNE CONTRAINTE MAXIMALE DE 100 MPA

1.1. MATRICES D'ESSAIS

Tous les essais présentés dans ce **Chapitre III** sont caractérisés par une contrainte maximale de 100 MPa. Ils correspondent à la catégorie de contraintes « élevées » définie dans le **Chapitre II**, qui est centrale dans la construction d'une méthodologie d'accélération. Les deux autres catégories de contraintes (intermédiaires et faibles), définies par rapport à la catégorie élevée et à des essais effectués par ailleurs, seront traitées dans le **Chapitre V**.

La matrice d'essais présentée dans le Tableau III.1 a été établie en prenant en compte les possibilités techniques (aucune machine ne permet de faire des essais sous air contrôlé à fréquence mécanique supérieure à 2 Hz). L'essai en fatigue statique (maintien sous charge) à 100 MPa sous air ambiant à 450°C peut être considéré comme l'essai de référence. Certaines conditions ont été modifiées à partir de cette référence pour évaluer leur influence sur les durées de vie et les cinétiques d'endommagement. Ainsi, des essais effectués dans les mêmes conditions mécaniques (statique à 100 MPa) et la même température (450°C) ont été menés sous 6 autres types d'atmosphère. Outre un essai sous balayage d'argon (atmosphère inerte) sur l'Instron 8562, les cinq autres atmosphères sélectionnées (air contrôlé) ont été obtenues avec le dispositif de l'Instron 8861. Pour chaque essai identifié par « air contrôlé » dans le Tableau III.1, le débit d'oxygène est choisi pour obtenir une pression partielle d'oxygène de 20 kPa. Le débit d'azote est ajusté selon la pression partielle d'eau souhaitée pour obtenir dans tous les cas un débit de gaz total de 110 NL/h (soit environ 5 cm/s en zone froide). La pression partielle d'eau maximale pouvant être atteinte avec ce dispositif d'essai est de 10 kPa. Tous les essais à 450°C ont été menés jusqu'à rupture de l'éprouvette, sauf pour deux cas précisés dans le tableau pour lesquels les temps à rupture auraient été trop longs. Il est à noter que l'essai sous air contrôlé sec n'a pas fait l'objet d'un suivi par mesure de résistance électrique (car effectué avant la mise en place du système).

Un autre axe d'analyse défini précédemment concerne les conditions mécaniques, en termes de type de chargement (statique ou cyclique) et de fréquence de cyclage. Ainsi, à partir du même essai de référence, l'atmosphère (air ambiant) et la température (450°C) ont été conservées en faisant varier le type de chargement (cyclique) et la fréquence de cyclage mécanique jusqu'à 30 Hz (sous air ambiant, l'équipement disponible permet d'atteindre des fréquences de 30 Hz). Le dispositif sous air contrôlé permet d'effectuer des essais de fatigue cyclique à 1 Hz. Deux autres atmosphères ($P(H_2O)$ = 5 kPa et 10 kPa) ont été choisies de ce fait pour comparer les chargements cyclique (à 1 Hz) et statique. Tous les essais en fatigue cyclique ont été effectués avec un rapport R = 0,4 (sauf mention contraire), soit un cyclage entre 40 et 100 MPa, dans le cas présent d'une contrainte maximale de 100 MPa. Ce rapport provient des contraintes typiques rencontrées en vol dans le cycle avion puisqu'il s'agit du rapport entre contrainte en croisière et contrainte au décollage.

Enfin, le dernier paramètre analysé est la température. La température de référence de 450°C étant la plus critique pour le matériau (cf. **Chapitre I**), le choix d'autres températures devrait ralentir les cinétiques de dégradation physico-chimique, et certainement d'endommagement associé. Afin de pouvoir observer des phénomènes de dégradation dans des temps compatibles avec les contraintes

temporelles d'une thèse, il a été choisi une condition mécanique de référence un peu plus sévère que la fatigue statique : la fatigue cyclique à 1 Hz. Ainsi, des essais de fatigue cyclique à 1 Hz sous air ambiant ont été menés sous quatre températures différentes (Tableau III.1b).

Tableau III.1 – (a) Durées de vie lors d'essais sous contrainte maximale de 100 MPa et température de 450 °C et (b) temps d'essais sous fatigue cyclique à 1 Hz et 100 MPa max sous air ambiant sous différentes températures. Pour tous les essais sous air contrôlé, $P(O_2)$ = 20 kPa.

(a) 450°C	Statique	1 Hz	10 Hz	30 Hz
Air ambiant $P(H_2O)$ = 1 kPa	571 h	373 h (cf. Tab. b)	222 h	180 h
Air contrôlé $P(H_2O)$ = 1 kPa	383 h	/	/	/
Air contrôlé $P(H_2O)$ = 2.5 kPa	240 h	/	/	/
Air contrôlé $P(H_2O)$ = 5 kPa	160 h	A : 101 h – B : 103 h	/	/
Air contrôlé $P(H_2O)$ = 10 kPa	160 h	A : 62 h – B : 128 h	/	/
Air inerte Sous Argon	+ 400 h (pas de rupture)	/	/	/
Air contrôlé $P(H_2O)$ = 0 kPa	+ 300 h (pas de rupture), sans RE	/	/	/

(b) Air ambiant	1 Hz
450 °C	• A rupture : DDV 373h (LCTS) • Durant 100 h (Akron - R=0,1)
650 °C	• Durant 710 h (LCTS - R=0,1)
800 °C	• Durant 100 h (Akron - R=0,1)
150 °C	• Durant 420 h (LCTS)

Les durées de vie (ou temps à rupture) indiquées dans le Tableau III.1a diminuent avec l'augmentation de la pression partielle d'eau. Elles diminuent également lors du passage d'un chargement statique à un chargement cyclique à 1 Hz, ce qui n'avait jamais été clairement établi sur ce type de matériau. L'augmentation de la fréquence de cyclage mécanique semble réduire les durées de vie, mais une fréquence 30 fois plus élevée ne divise la durée de vie que par 3 environ.

1.2. ETAT DE FISSURATION DE L'A40C APRES CHARGEMENT A 100 MPA

Afin d'établir l'état de fissuration initial de tous ces essais à contrainte maximale de 100 MPa, une éprouvette a été chargée sous air ambiant et à température ambiante à 100 MPa (à 0,05 mm/min), puis déchargée à 0 MPa, et rechargée à 100 MPa. Elle a ensuite été maintenue à 100 MPa durant 10 minutes, au bout desquelles l'émission acoustique avait quasiment cessé. L'éprouvette a été découpée selon le schéma présenté au **Chapitre II**. Les coupes polies ont été observées au microscope optique Keyence.

Cette éprouvette présente donc l'état d'endommagement initial de référence (à 100 MPa). Il apparaît que la fissuration et les décohésions sont limitées au seal-coat et aux macro-pores. Une unique fissure intra-fil dans un fil longitudinal est observée, mais elle se situe dans un angle de l'éprouvette et non dans une zone courante. Les fissures mises en évidence sont plus nombreuses pour les coupes transverses que pour les coupes longitudinales : elles se développent en effet préférentiellement orthogonalement à la direction de chargement. Cependant, aucun réel pas de fissuration n'est identifiable, les fissures n'étant pas régulièrement espacées. Elles traversent quelques rares fois le seal-coat jusqu'à une zone proche du fil mais s'arrêtent nettement à la périphérie du fil.

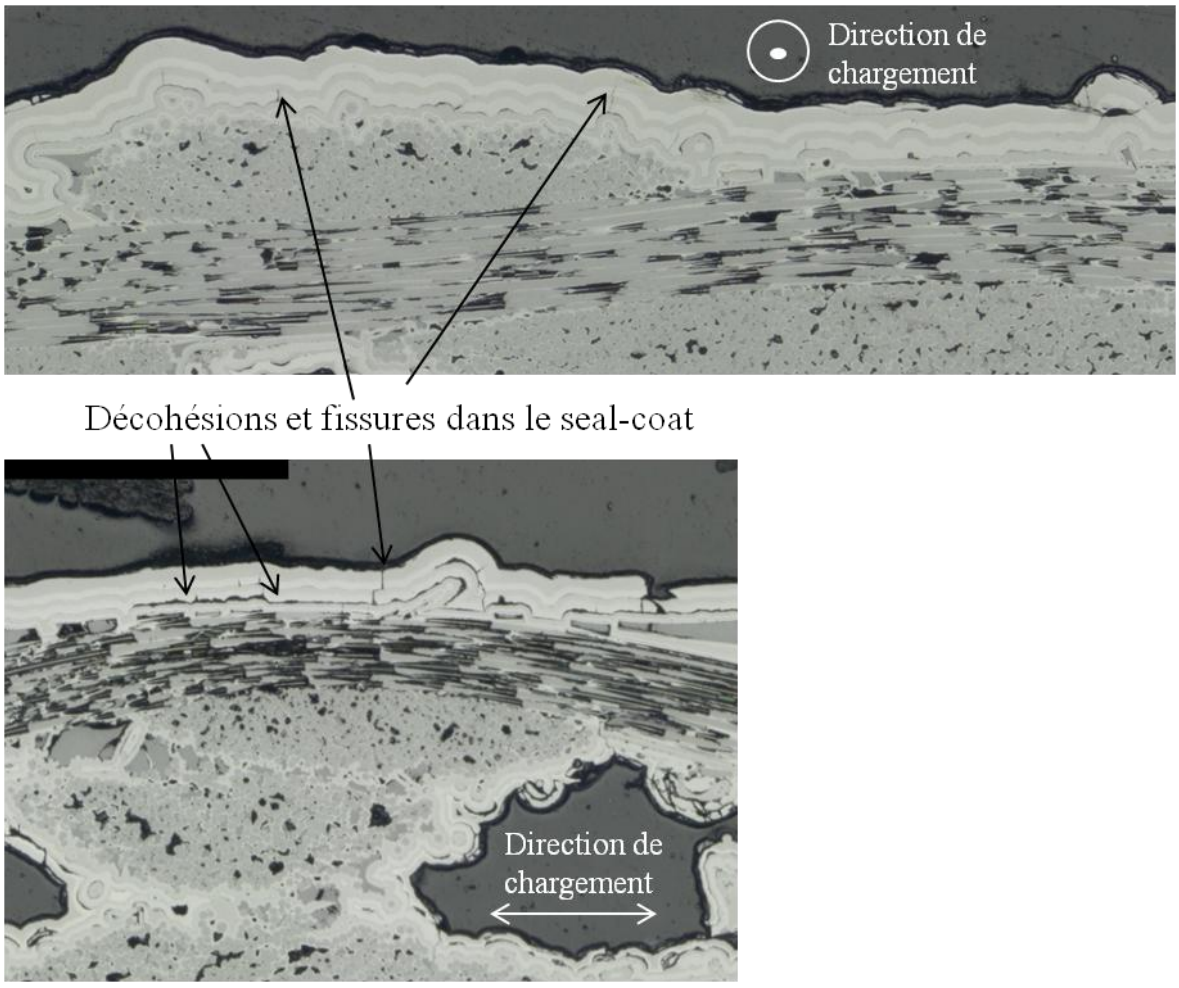

Figure III.1 - Coupes polies transverse et longitudinale d'une éprouvette en A40C préalablement chargée à 100 MPa

2. INFLUENCE DE LA PRESSION PARTIELLE D'EAU EN FATIGUE STATIQUE

Dans cette partie, l'influence de la pression partielle d'eau est analysée en fixant toutes les autres conditions d'essais, à savoir fatigue statique à 100 MPa et température de 450°C. Les sept essais présentés dans la première colonne du Tableau III.1a y sont comparés. Il est rappelé que pour les cinq essais réalisés sous air contrôlé, la pression partielle d'oxygène est identique (20 kPa) ainsi que le débit total de gaz (110 NL/h). Ces sept essais feront dans cette partie l'objet d'analyses mécanique, acoustique et électrique.

2.1. ANALYSE MECANIQUE

L'évolution des déformations enregistrées au cours du temps lors des sept essais considérés est présentée sur la Figure III.2. Il est intéressant de constater que, comme il pouvait être attendu, plus la pression partielle d'eau est élevée, plus les déformations augmentent rapidement. En effet, une augmentation de la concentration en espèces oxydantes H_2O (additionnées à $P(O_2)$ constante) entraîne d'une part la volatilisation rapide du peu d'oxyde susceptible de se former à 450°C, mais surtout contribue à augmenter les cinétiques d'oxydation de l'interphase carbonée. L'évolution des zones de dégradation des interphases par oxydation est facilitée par le contact des interphases carbonées les unes avec les autres, aussi bien dans les fils longitudinaux que dans les fils transverses [Simon2017_Acta2]. Ainsi, l'augmentation des décohésions entre fibre et matrice consécutives à la dégradation de l'interphase entraîne sur le plan microscopique un élargissement de l'ouverture des fissures, qui résulte macroscopiquement en une augmentation des déformations.

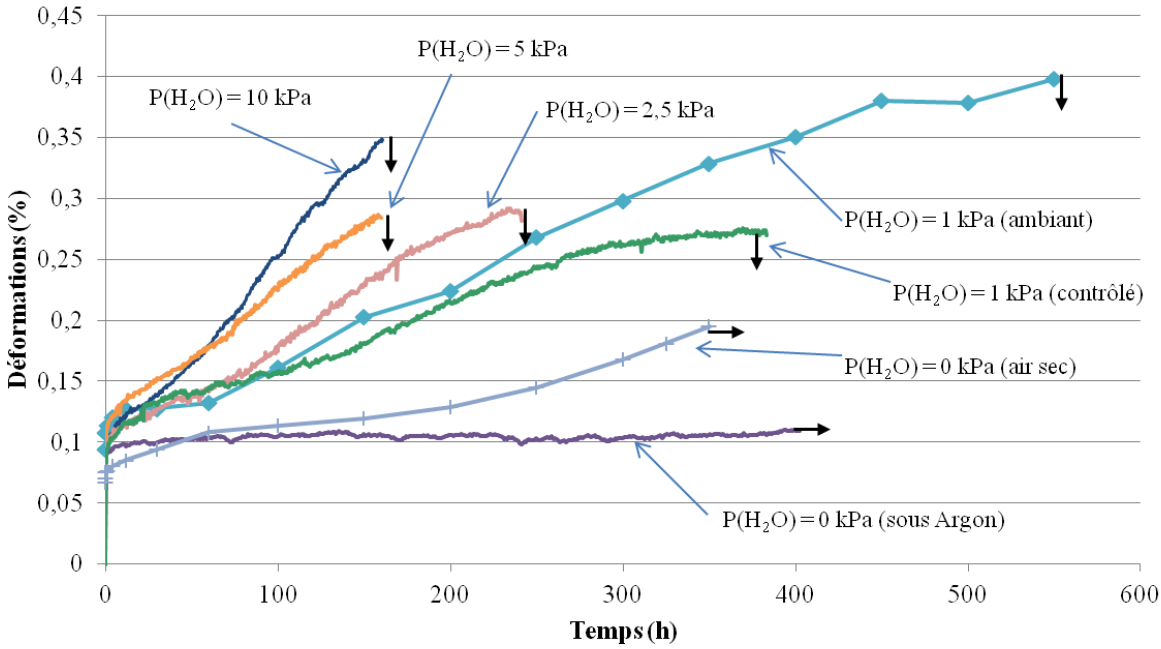

Figure III.2 - Evolutions des déformations durant des essais à 450°C en fatigue statique à 100 MPa sous différentes pressions partielles d'eau ($P(O_2)$ = 20 kPa)

En ce qui concerne l'essai sous argon, les déformations restent quasiment constantes durant les 400 heures d'essai. En effet, bien que cet essai soit effectué à 450°C, l'atmosphère inerte prévient tout

phénomène d'oxydation. Ainsi, le maintien sous charge à 100 MPa et à haute température, mais sans oxydation, n'entraîne quasiment aucune évolution de l'endommagement initial de ce matériau.

L'essai effectué sous air sec débute de manière similaire à celui effectué sous argon, mais les déformations commencent à augmenter après 200 h. L'effet de l'oxygène comme seule espèce oxydante est ainsi observé, avec des cinétiques de dégradation bien plus lentes que sous air humide. Cependant, contrairement à l'essai sous atmosphère inerte, une évolution des dégradations se met bien en place après 200 h environ.

Il peut être remarqué que pour tous les essais réalisés sous air contrôlé ($P(H_2O)$ = 1 - 2,5 – 5 - 10 kPa), la rupture a eu lieu à un niveau de déformation assez proche (entre 0,28% et 0,35%), atteint après des temps très différents selon l'atmosphère en jeu. Ainsi, l'hypothèse selon laquelle les éprouvettes rompent après avoir atteint un même niveau d'ouverture des fissures pourrait être avancée. Cependant, l'analyse de l'évolution des modules présentée sur la Figure III.3 ne corrobore pas l'hypothèse d'une rupture à niveau d'endommagement similaire.

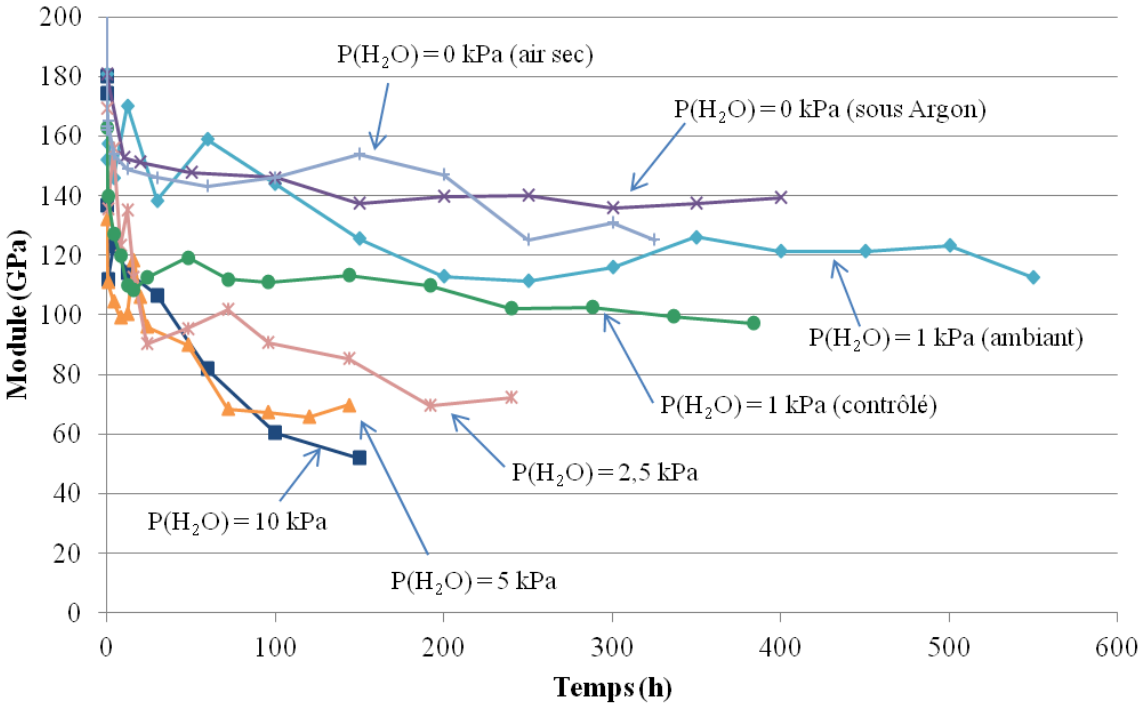

Figure III.3 - Evolutions des modules à la recharge durant des essais à 450°C en fatigue statique à 100 MPa sous différentes pressions partielles d'eau ($P(O_2)$ = 20 kPa)

Il est précisé que les modules initiaux à 450°C de toutes les éprouvettes étant très proches (entre 165 et 180 GPa), il a été choisi, pour plus de clarté, de présenter directement les valeurs des modules et non des pourcentages de réduction, qui introduiraient plus d'erreurs liées à l'évaluation initiale du module. L'accélération des cinétiques d'endommagement par l'augmentation de la pression partielle d'eau se retrouve également dans les évolutions de modules. Plus la pression partielle d'eau augmente, plus le module décroît rapidement et de manière prononcée. Si le module ne descend jamais en-dessous de 100 GPa jusqu'à rupture pour les essais à 1 kPa d'humidité, il atteint 52 GPa pour l'essai à $P(H_2O)$ = 10 kPa. Cette dernière valeur, très faible, peut être comparée au module des fibres seules dans le matériau dans le cas d'une reprise totale de la charge par les fibres dans la

direction de chargement (fraction volumique de fibres 38%, rapport Chaîne/Trame 52/48, E_f = 200 GPa) :

$$E_{fibres\ seules} = E_f V_f = 200 \times 0.38 \times 0.52 = 40\ GPa$$

Ainsi, lors de l'essai dans les conditions les plus sévères d'humidité, la consommation des interphases engendre des décohésions fibres/matrice telles que la matrice est fortement déchargée (alors que les fibres sont progressivement surchargées), et le module du composite complet est proche de celui des fibres seules dans la direction de la charge.

Concernant l'essai sous atmosphère inerte, la fissuration et les décohésions liées au seul endommagement mécanique font diminuer le module de 170 à 140 GPa, et ce module reste extrêmement stable à partir de 150 h d'essai (jusqu'à 400 h). L'autre essai sans humidité, mais avec présence d'oxygène, donne lieu à un module très stable durant les 200 premières heures, puis une légère baisse prend place, à relier à l'augmentation des déformations après 200 h également : l'oxydation des interphases par O_2 uniquement commence à être significative.

Les modules présentés dans cette Figure III.3 ont été calculés au début de la recharge lors des cycles de décharge/recharge interposés. Les modules calculés au début de la décharge présentent également une décroissance plus rapide lorsque la pression partielle d'eau augmente. Pour un même essai, le module à la décharge est plus faible que celui à la recharge, à cause de l'effet de raidissement en début de recharge lié à des blocages aux interfaces (exemples de modules juste avant rupture : sous argon → 140 GPa (recharge) et 116 GPa (décharge), 1 kPa contrôlé → 98 GPa (recharge) et 67 GPa (décharge)).

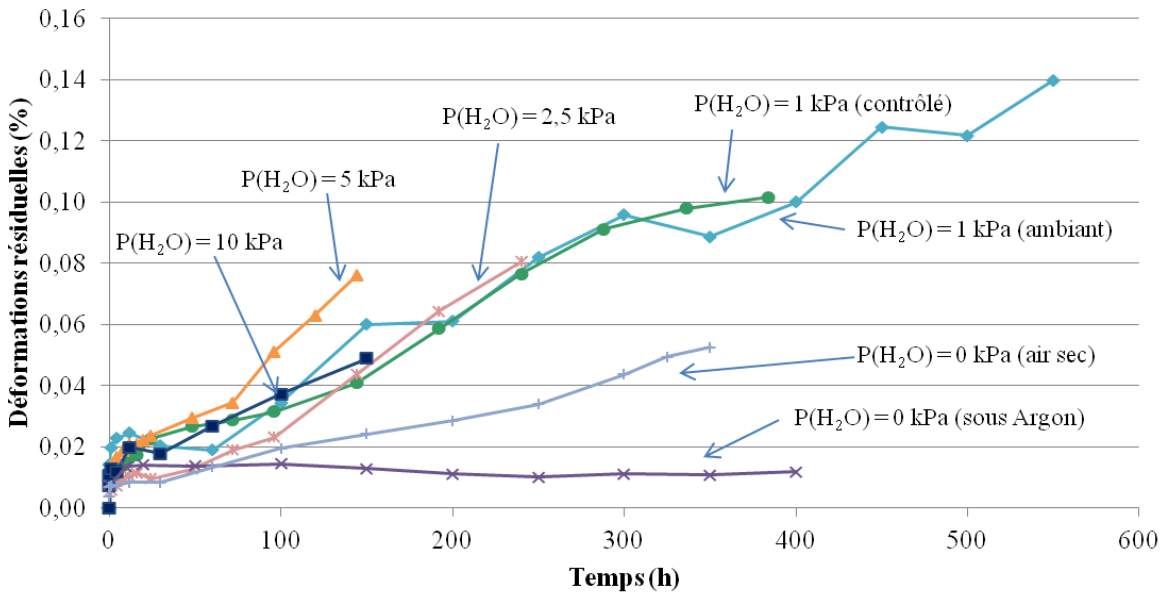

Figure III.4 - Evolutions des déformations résiduelles durant des essais à 450°C en fatigue statique à 100 MPa sous différentes pressions partielles d'eau ($P(O_2)$ = 20 kPa)

Les informations obtenues par analyse des déformations et des modules sont donc complémentaires : si les ouvertures de fissures à rupture semblent proches d'un essai à l'autre d'après les déformations, la chute de module ne rend pas compte que des ouvertures de fissures, mais d'au moins un autre phénomène d'endommagement (dégradation chimique des torons proches

de la surface, rupture de fibres). L'évolution des déformations résiduelles est présentée sur la Figure III.4 afin de compléter cette analyse. Les mêmes remarques que précédemment peuvent être faites pour les deux essais sans humidité. En revanche, les cinq autres courbes semblent comprises dans un même faisceau, c'est-à-dire que le niveau de déformations résiduelles dépend plus du temps total d'essai que du niveau d'humidité. Ce dernier contribue à diminuer les déformations résiduelles acceptables par le matériau (et respectivement, à présenter des fissures largement ouvertes).

Le dernier cycle de décharge-recharge avant rupture (ou le dernier cycle effectué pour les deux essais sans rupture) est présenté pour chaque essai sur la Figure III.5a, afin de visualiser les diminutions de modules et les déformations résiduelles, ainsi que la largeur des cycles. Pour les deux essais sans humidité, le dernier cycle effectué est moins affecté que dans les cas avec humidité (module plus élevé, déformations résiduelles plus faibles). La diminution du module à rupture avec l'augmentation de la pression partielle d'eau est bien visible. Cependant, comme précédemment mentionné, les déformations résiduelles n'augmentent pas avec la pression d'eau mais plutôt avec le temps d'essai. En ce qui concerne l'ouverture des boucles (Figure III.5b), aucune différence majeure n'apparaît (sauf dans le cas inerte évidemment), il semble donc que l'état de frottement des interfaces sur les longueurs déliées contribuant au transfert de charge au moment de la rupture soit similaire quel que soit le niveau d'humidité.

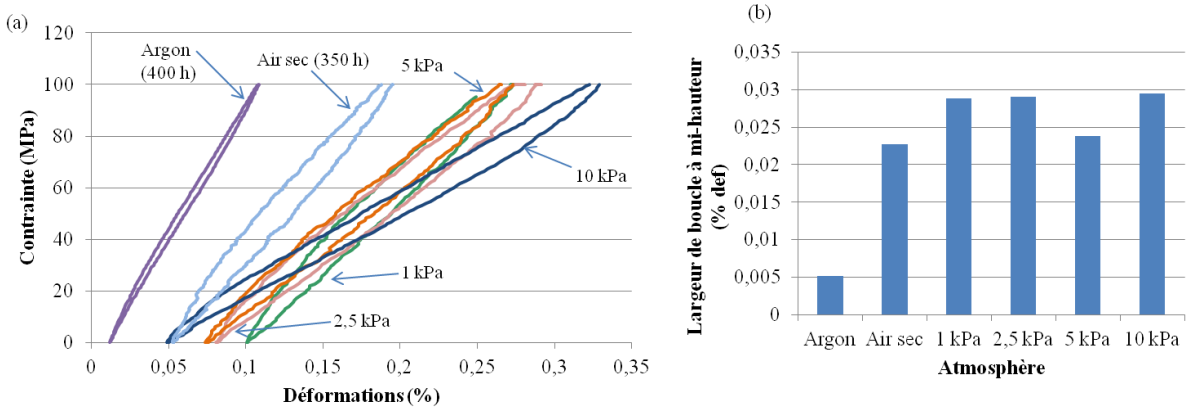

Figure III.5 – (a) Dernier cycle avant rupture (ou dernier cycle effectué pour les cas argon et air sec) pour des essais à 450°C en fatigue statique à 100 MPa sous différentes pressions partielles d'eau, (b) largeur à mi-hauteur de ces derniers cycles avant rupture.

Un scénario d'endommagement peut être proposé en prenant en compte ces différentes observations. Comme décrit dans le **Chapitre I**, au droit des fissures, les reports de charge entre fibre et matrice s'effectuent sur une longueur de décohésion L_d. Sous atmosphère oxydante, l'interphase carbonée est consommée au droit des fissures sur une longueur L_c. Les conditions mécaniques étant identiques dans tous les essais considérés ici (maintien à 100 MPa), il peut être considéré que les longueurs L_d sont similaires quelle que soit l'atmosphère (Figure III.6). En effet, l'ouverture des cycles avant rupture très proche dans les différentes conditions d'essai est à associer à des longueurs L_d (et des contraintes de cisaillement interfacial τ) proches. En revanche, les longueurs consommées L_c dépendent fortement des quantités d'espèces oxydantes dans l'atmosphère, et pour un même temps de maintien sous charge, elles seront plus élevées sous atmosphère plus humide (à $P(O_2)$ constante).

Il a été observé que le niveau de déformation à rupture est similaire pour des essais sous des pressions partielles d'eau variées, bien qu'atteint après des temps différents (plus court si l'humidité est plus importante). Ceci peut traduire le fait que les longueurs d'interphases consommées à rupture (liées aux déformations globales du composite) sont similaires pour les différents essais. Le critère de rupture est lié aux fibres, et plus précisément à la quantité d'espèces oxydantes atteignant les fibres. Ainsi, si $P(H_2O)$ est plus élevée, les longueurs L_c augmentent plus rapidement, et l'ouverture des fissures également (ce qui correspond macroscopiquement aux déformations). La rupture aurait donc lieu à des niveaux d'ouverture de fissure proches, atteints plus rapidement à $P(H_2O)$ élevée. Ils donneraient lieu à des quantités d'espèces oxydantes plus importantes également à $P(H_2O)$ élevée pour une même ouverture de fissure, ce qui entraîne une rupture après un temps plus court passé à ce niveau d'ouverture de fissure.

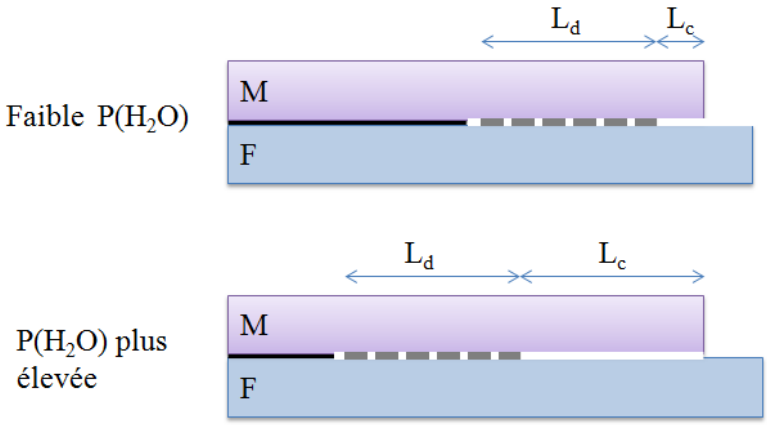

Figure III.6 - Représentation schématique d'une interface fibre/matrice après un même temps de maintien sous charge sous deux types d'atmosphère (faiblement humide et plus humide), mettant en évidence les longueurs typiques de décohésion d'interphase (ou de report de charge) ainsi que d'interphase consommée par oxydation.

Concernant les modules, plus la longueur déliée totale (L_d et L_c) est importante, plus le module chute. Il faut également prendre en compte le fait que le long de l'interphase consommée, la fibre n'est plus protégée et devient ainsi sensible à l'oxydation, et ce d'autant plus que l'atmosphère est chargée en humidité. La diminution de module associée à la réduction de section des fibres (qui reste limitée) peut toutefois être considérée comme négligeable comparativement à l'effet des longueurs d'interphase consommées L_c. En effet, sur les longueurs L_c, seules les fibres supportent la charge, et la matrice ne contribue plus localement au module du composite. De plus, dans les zones les plus affectées par l'oxydation, les longueurs déliées sont très importantes, et les fibres soumises à une atmosphère oxydante, ce qui augmente de ce fait la probabilité de fissuration sous-critique (critère de rupture) et ainsi la probabilité de rupture des fibres. Dans une rupture en cascade des torons, le report de charge sur les fibres puis les torons avoisinant les lieux de rupture de fibres peut alors causer la rupture prématurée du composite.

Cette hypothèse est confortée par l'observation d'une coupe polie de l'éprouvette ayant été soumise à un maintien à 100 MPa à 450°C sous $P(H_2O)$ = 10 kPa (Figure III.7). Il apparaît que les torons proches de la surface du composite sont très fortement dégradés, quatre niveaux de torons semblant affectés. Une observation à plus fort grandissement d'un toron proche de la surface montre une importante dégradation des fibres par oxydation, leur contour étant très irrégulier (mais la réduction de surface observée n'est pas suffisante pour expliquer seule la chute importante de module du

composite). Il semble clair que le niveau d'endommagement de ces torons est tel que leur contribution aux propriétés mécaniques du composite est fortement réduite.

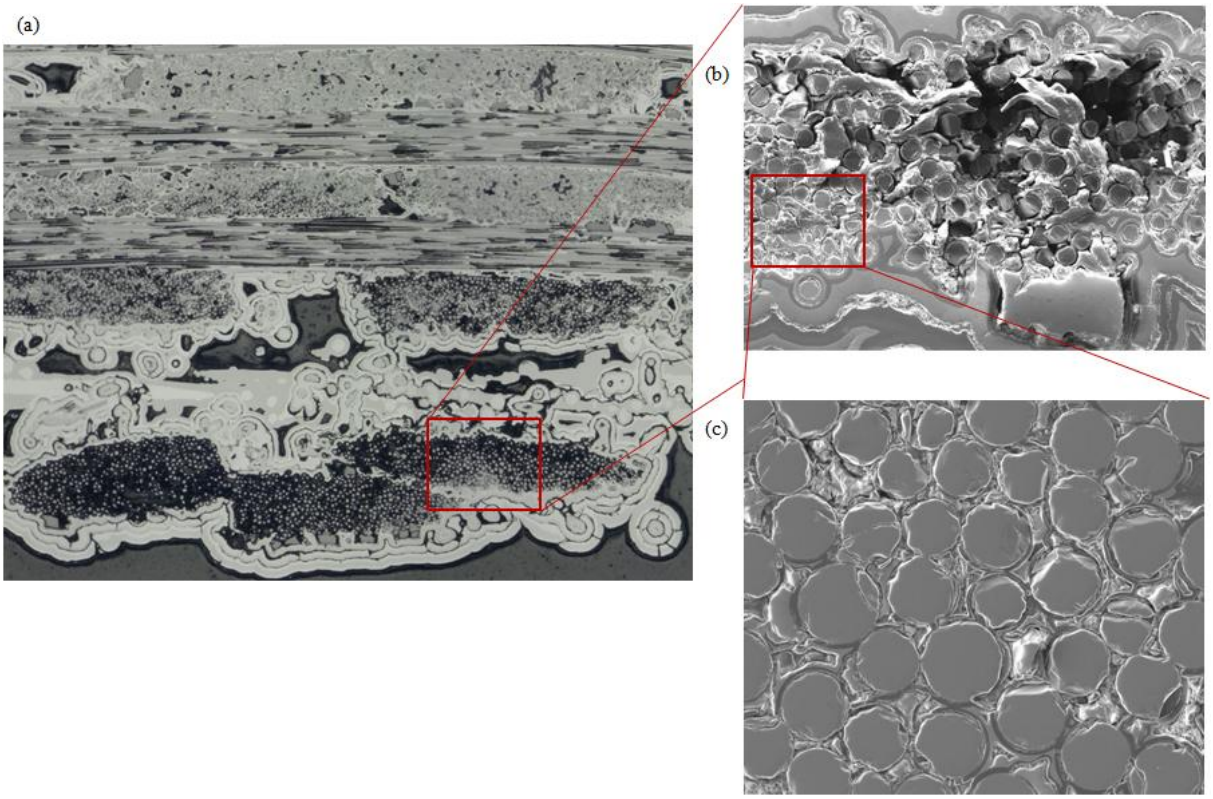

Figure III.7 - Micrographies d'une coupe polie orthogonale à la direction de chargement de l'éprouvette soumise à de la fatigue statique à 100 MPa, 450°C, P(H_2O) = 10 kPa à différentes échelles : (a) observation de l'état d'oxydation des différents torons au microscope optique Keyence, le bas de l'image étant la surface de l'échantillon, (b) observation au MEB d'un toron proche de la surface du matériau, (c) observation de MEB de l'état d'oxydation de fibres dans un toron proche de la surface.

En ce qui concerne les essais sous pression partielle d'eau plus faible, les mêmes phénomènes peuvent être observés mais dans des proportions beaucoup plus réduites : par exemple, pour P(H_2O) = 1 kPa, seul le premier (voire le second) niveau de torons est affecté, et le niveau de dégradation des fibres est plus faible.

Les déformations résiduelles à rupture, quant à elles, n'augmentent pas avec le niveau d'humidité, comme il aurait pu être attendu étant donné l'augmentation du niveau de dégradation. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que les torons au cœur du matériau restent très peu dégradés avant la rupture des premiers torons de surface. Or, les déformations résiduelles sont pilotées par les torons non affectés par l'oxydation. En effet, lors de la décharge, les zones fortement déliées n'empêchent pas la fermeture des fissures, ce sont donc les zones non oxydées au cœur du matériau qui bloquent les refermetures. Ainsi, c'est le type de sollicitation mécanique et non l'atmosphère qui pilote l'évolution des déformations résiduelles. Comme la sollicitation mécanique est identique pour tous les essais (avec un nombre de fissures supposé proche), il est de ce fait logique que les déformations résiduelles suivent la même évolution dans les tous cas.

Ainsi, il semble bien que les différences de modules à rupture lors des essais sous différentes pressions partielles d'eau soient liées à la dégradation plus ou moins importante des torons proches de la surface de l'éprouvette. Le niveau de déformation à rupture est lui peu affecté par la

dégradation de ces torons, et dépend surtout des longueurs L_d et L_c qui pourraient être similaires à rupture lors des différents essais. Le critère de rupture est à associer à la quantité d'espèces oxydantes vues par les fibres, et la fissuration sous-critique pourrait être un mode de rupture prédominant (longueurs déliées soumises à l'oxydation), entraînant des reports de charge importants sur les torons avoisinants et finalement une rupture prématurée.

2.2. ANALYSE ACOUSTIQUE

Tous les essais considérés ici ont fait l'objet d'un suivi acoustique avec deux capteurs placés sur les mors selon la méthodologie décrite dans le **Chapitre II**. Dans tous les cas, plus de 95% de l'énergie acoustique enregistrée l'a été durant les 10 premières heures d'essai suivant le chargement initial. La Figure III.8 montre un exemple représentatif de l'évolution du nombre d'événements et de l'énergie absolue au cours de l'essai en fatigue statique à 100 MPa, 450°C et P(H_2O) = 2,5 kPa.

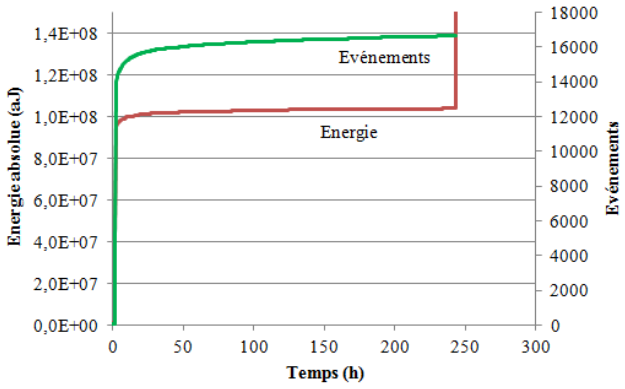

Figure III.8 - Evolutions de l'énergie acoustique et du nombre d'événements lors de l'essai en fatigue statique à 450°C sous une pression partielle d'eau de 2,5 kPa.

Quelques événements peu énergétiques sont enregistrés au cours l'essai, mais la pente de la courbe représentant le nombre d'événements en fonction du temps diminue sans cesse au cours de l'essai (i.e. de moins en moins d'événements sont enregistrés). Une activité très énergétique est enregistrée au moment de la rupture, mais sans aucun signe préalable (pas de reprise d'activité au moment de la rupture). Aucun changement de phase n'a pu être distingué, à part cette diminution progressive d'activité. Ainsi, dans le cas de la fatigue statique sur le matériau considéré ici, il paraît très délicat, et du moins peu fiable, d'utiliser les données acquises pour estimer des durées de vie.

Cependant, cette très faible activité lors d'essais statiques fournit une information très intéressante : comme la création et la propagation de fissures matricielles sont associées à des événements acoustiques très énergétiques (cf. **Chapitre I**), les données acoustiques montrent que l'état du réseau de fissuration n'évolue pas (ou très peu) durant les essais statiques. Après le chargement initial et une courte période de stabilisation, il n'y a plus de création de fissures, et très peu de propagation de fissures matricielles. Il y a toutefois une importante propagation des zones de décohésion, non émissive acoustiquement, mais transcrite dans l'évolution des déformations et celle des résistances électriques.

2.3. ANALYSE DE LA RESISTANCE ELECTRIQUE

Tous les essais analysés dans cette partie (excepté celui sous air sec) ont fait l'objet d'un suivi en continu de la résistance électrique, selon la méthodologie présentée dans le **Chapitre II**. Les évolutions de résistance électrique en fonction du temps sont présentées pour les six essais concernés sur la Figure III.9.

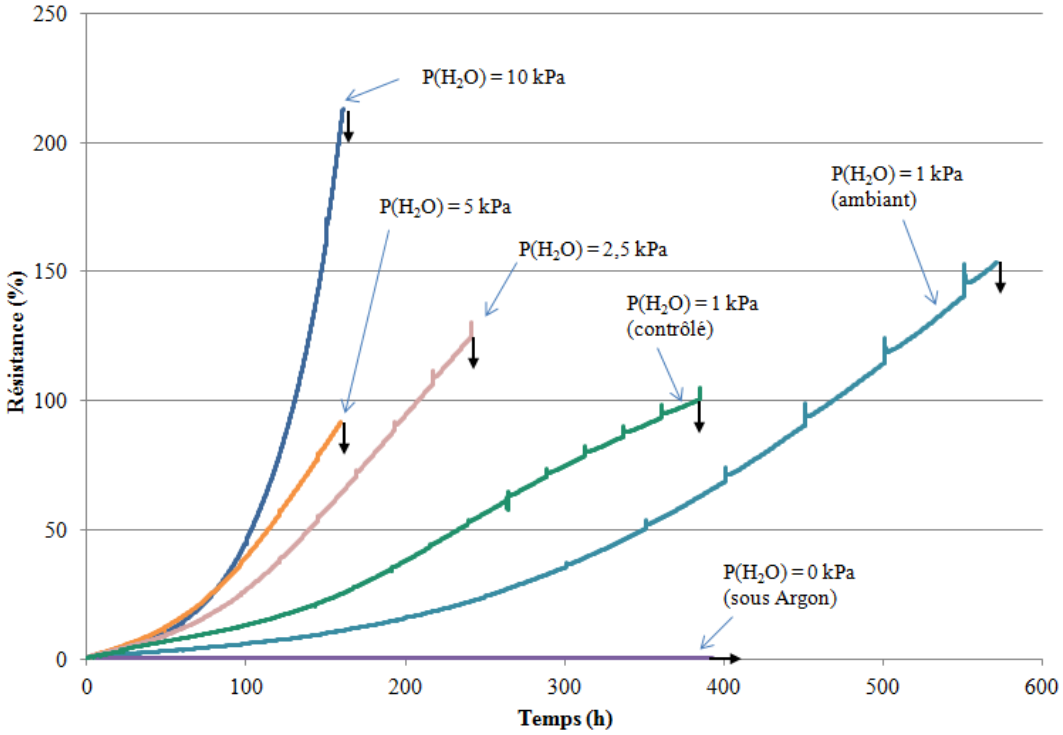

Figure III.9 - Evolutions de résistance durant six essais à 450°C en fatigue statique à 100 MPa sous différentes pressions partielles d'eau (→ non rupture, ↓ rupture)

Il apparaît tout d'abord que les augmentations de résistance sont dans tous les cas beaucoup plus importantes que pour l'essai de traction cyclée à température ambiante (Figure II.17c, +42% à rupture à 260 MPa), bien que les contraintes appliquées ne dépassent pas 100 MPa lors de ces essais de vieillissement. Ceci montre que la densité de fissuration seule n'explique pas les augmentations de résistance électrique. Pour expliquer ce phénomène, il est tout d'abord indispensable de comprendre où circule le courant au sein de ce composite à l'architecture complexe. Pour cela, des échantillons des différents constituants élémentaires du matériau ont fait l'objet de mesures de résistance quatre points (Figure III.10) dont les résultats sont présentés dans le Tableau III.2.

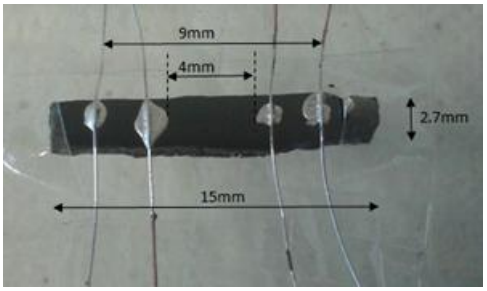

Figure III.10 - Photographie d'un échantillon de SiC-CVD sur lequel est effectuée une mesure 4 points de résistance électrique

Tableau III.2 – Valeurs typiques de résistivité des différents constituants [Simon2017_Acta1]

	Fibres NL207	**Interphase PyC**	**SiC-CVD**
Résistivité (Ω.m), valeurs mesurées	9	$1,5 \times 10^{-5}$	0,3
Résistivité (Ω.m), littérature	10 [Snead2008]	$3,3 \times 10^{-5}$ [Katoh2006] $4,5 \times 10^{-5}$ [Graham2010]	0,1 [Katoh2006]
Surface typique dans le composite relativement à la surface de PyC (unité arbitraire)	20	1	20
R/R(PyC) (ordre de grandeur)	10^4	1	10^3

En prenant en compte les différentes sections typiques de chaque constituant dans le composite, il apparaît que l'interphase en pyrocarbone présente une résistivité bien plus faible que les autres constituants (de trois ordres de grandeur). Ainsi, la majorité du courant transite par les interphases des fibres longitudinales (et par celles des fibres transverses qui sont en contact).

L'interphase en pyrocarbone étant donc le principal conducteur du courant dans le matériau considéré, une augmentation de résistance est de ce fait associée à une dégradation de l'interphase. Cette dégradation peut être mécanique, avec une usure le long des décohésions proches des fissures, mais elle peut aussi être chimique avec une consommation par oxydation. En effet, dès 400°C, le carbone s'oxyde en réagissant avec l'oxygène et l'eau. Cette oxydation active peut ainsi conduire à une consommation et à la récession des interphases.

La mesure de la résistivité électrique de l'éprouvette serait donc une évaluation de l'état de dégradation des interphases carbonées du matériau.

Dans le cas de la fatigue statique sous argon, il n'y a pas d'oxydation, et la résistance électrique n'augmente quasiment pas (+ 1 % après 400 h). Ainsi, l'endommagement mécanique lié à la fatigue statique à 100 MPa et à 450°C mais sans oxydation n'est pas à l'origine de l'augmentation de résistance observée lors des autres essais. Lors des essais sous atmosphère oxydante, la dégradation des interphases liée à leur consommation par oxydation est ainsi évaluée en fonction du temps et *in situ* via la mesure de résistance.

En outre, à températures modérées, plus la pression partielle d'eau est élevée, plus la résistance augmente rapidement et de manière importante. Sachant que les cinétiques d'oxydation du carbone croissent avec la pression partielle d'eau [Bertran2013], ceci confirme donc le fait que la résistance électrique est liée à l'état de dégradation des interphases.

Deux essais ont été effectués à $P(H_2O)$ = 1 kPa, l'un sous air contrôlé (Instron 8861) et l'autre sous air ambiant (Instron 8501), afin d'évaluer l'influence du balayage gazeux, comparativement à l'atmosphère confinée du four sous air ambiant (avec peu de renouvellement d'espèces oxydantes). Il apparaît comme attendu que les conditions contrôlées avec balayage sont légèrement plus sévères que celles sous air ambiant. Ceci peut être déduit directement de la durée de vie réduite, mais la durée de vie est beaucoup plus sujette à la dispersion que l'évolution en continu de la résistance électrique et donc de l'état des interphases. La différence entre $P(H_2O)$ = 1 kPa contrôlé et ambiant n'est tout de même pas extrêmement importante, l'essai à 1 kPa contrôlé restant plus proche du 1 kPa ambiant que du 2,5 kPa contrôlé. Cette comparaison d'essais sous composition d'atmosphère

identique mais avec ou sans balayage présente un fort intérêt en lien avec les applications finales et le cycle avion, certaines phases du cycle étant associées à un fort balayage (décollage) contrairement à d'autres (point fixe).

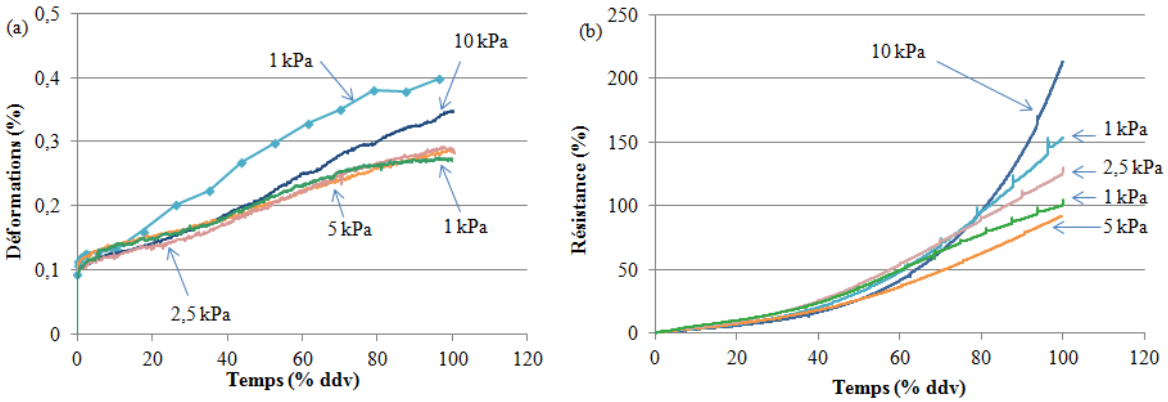

Figure III.11 - (a) Evolution des déformations en fonction du temps (pourcentage de durée de vie totale) durant cinq essais à 450°C en fatigue statique à 100 MPa sous différentes pressions partielles d'eau et (b) évolution des résistances en fonction du temps (pourcentage de durée de vie totale) durant ces cinq mêmes essais.

Il est en outre à remarquer que toutes les courbes d'évolution de résistance suivent les mêmes phases d'évolution : une augmentation linéaire assez lente suivie d'une augmentation beaucoup plus rapide. Afin de mieux visualiser ce phénomène, la résistance est tracée en fonction du pourcentage de durée de vie pour tous les essais sur la Figure III.11b, ainsi que les déformations en fonction de la même échelle sur la Figure III.11a. L'évolution des déformations en fonction du pourcentage de durée de vie est très proche pour tous les essais : ils rompent à des déformations très proches en suivant une augmentation très régulière, presque linéaire. La pente d'augmentation des déformations pourrait ainsi donner une information sur la durée de vie, si des essais à d'autres pressions d'eau étaient menés. Ceci serait en revanche probablement assez imprécis, d'autant plus qu'il n'y a aucun changement de phase d'évolution visible en déformations. Un changement d'évolution en résistance est toutefois évident, et il est remarquable de noter que cette transition entre phase linéaire et phase plus rapide a lieu pour tous les essais autour de 35 à 40 % de la durée de vie. Ce critère se vérifiant sur 6 essais distincts en fatigue statique (et également sur d'autres essais en fatigue cyclique comme il sera montré par la suite), il présente de ce fait un très fort potentiel pour l'estimation de durée de vie. La seconde partie d'évolution plus rapide fait l'objet d'une analyse et d'une approche modélisation dans le **Chapitre IV**.

3. INFLUENCE DES CONDITIONS DE SOLLICITATION MECANIQUE A CONTRAINTE MAXIMALE DE 100 MPA

Après avoir analysé l'influence du paramètre environnemental $P(H_2O)$ sous un même chargement mécanique (maintien statique à 100 MPa), l'influence de la sollicitation mécanique est à présent évaluée, tout en conservant une contrainte maximale de 100 MPa comme expliqué précédemment. Deux paramètres sont analysés : le type de chargement (statique et cyclique), et dans le cas cyclique la fréquence de chargement mécanique.

3.1. INFLUENCE DU TYPE DE CHARGEMENT (CYCLIQUE / STATIQUE)

Afin d'évaluer l'influence du type de chargement, plusieurs essais ont été effectués dans des conditions environnementales similaires à 450°C, la seule différence étant le chargement, soit statique, soit cyclique avec une fréquence de 1 Hz.

3.1.1. Analyse mécanique

La comparaison entre fatigue statique (100 MPa) et fatigue cyclique (100 MPa max. – 1 Hz – R = 0,4) a été effectuée pour trois types d'atmosphère différents : sous air ambiant, sous air contrôlé avec $P(H_2O)$ = 5 kPa et sous air contrôlé avec $P(H_2O)$ = 10 kPa. Deux essais ont été menés dans des conditions identiques, celui à 1 Hz / $P(H_2O)$ = 5 kPa ainsi que celui à 1 Hz/ $P(H_2O)$ = 10 kPa, pour tenter d'évaluer la reproductibilité et d'approcher les problématiques de dispersion (avec les contraintes temporelles liées à la thèse).

Avant ces travaux, il n'était pas clairement établi quelle condition entre la fatigue statique et la fatigue cyclique à faible fréquence (< 2 Hz) était plus critique pour le matériau, ou si elles étaient équivalentes. Les durées de vie obtenues dans les conditions décrites et présentées dans le Tableau III.3 montrent clairement une réduction des temps à rupture lors du passage de fatigue statique à fatigue cyclique (1 Hz), quelles que soient les conditions environnementales utilisées.

Tableau III.3 – Comparaison des durées de vie en fatigue statique et en fatigue cyclique, sous différentes atmosphères à 450°C ($P(O_2)$ = 20 kPa)

	Statique	1 Hz
Air ambiant $P(H_2O)$ = 1 kPa	571 h	373 h
Air contrôlé $P(H_2O)$ = 5 kPa	160 h	101 h – 103 h
Air contrôlé $P(H_2O)$ = 10 kPa	160 h	62 h – 128 h

Afin d'évaluer plus précisément l'évolution de l'endommagement au cours de ces essais, les déformations en fonction du temps sont présentées sur la Figure III.12, sur deux graphes aux échelles de temps différentes pour plus de clarté. Tout d'abord, concernant la reproductibilité, les deux essais à 1 Hz / $P(H_2O)$ = 5 kPa sont extrêmement proches, tant en termes de durée de vie que d'évolution

de la déformation. Concernant l'essai 1 Hz / $P(H_2O)$ = 10 kPa (essai A), le dernier point très élevé s'explique par une rupture en deux temps : une grande fraction de la section avait déjà rompu avant ce point, engendrant donc une ouverture importante de la macro-fissure. Un écart un peu plus important est observé entre les deux essais menés dans ces conditions, mais ils présentent un comportement relativement similaire. De même que pour les essais statiques, la comparaison des essais cycliques montre que l'augmentation de la pression partielle d'eau entraîne globalement une augmentation plus rapide des déformations.

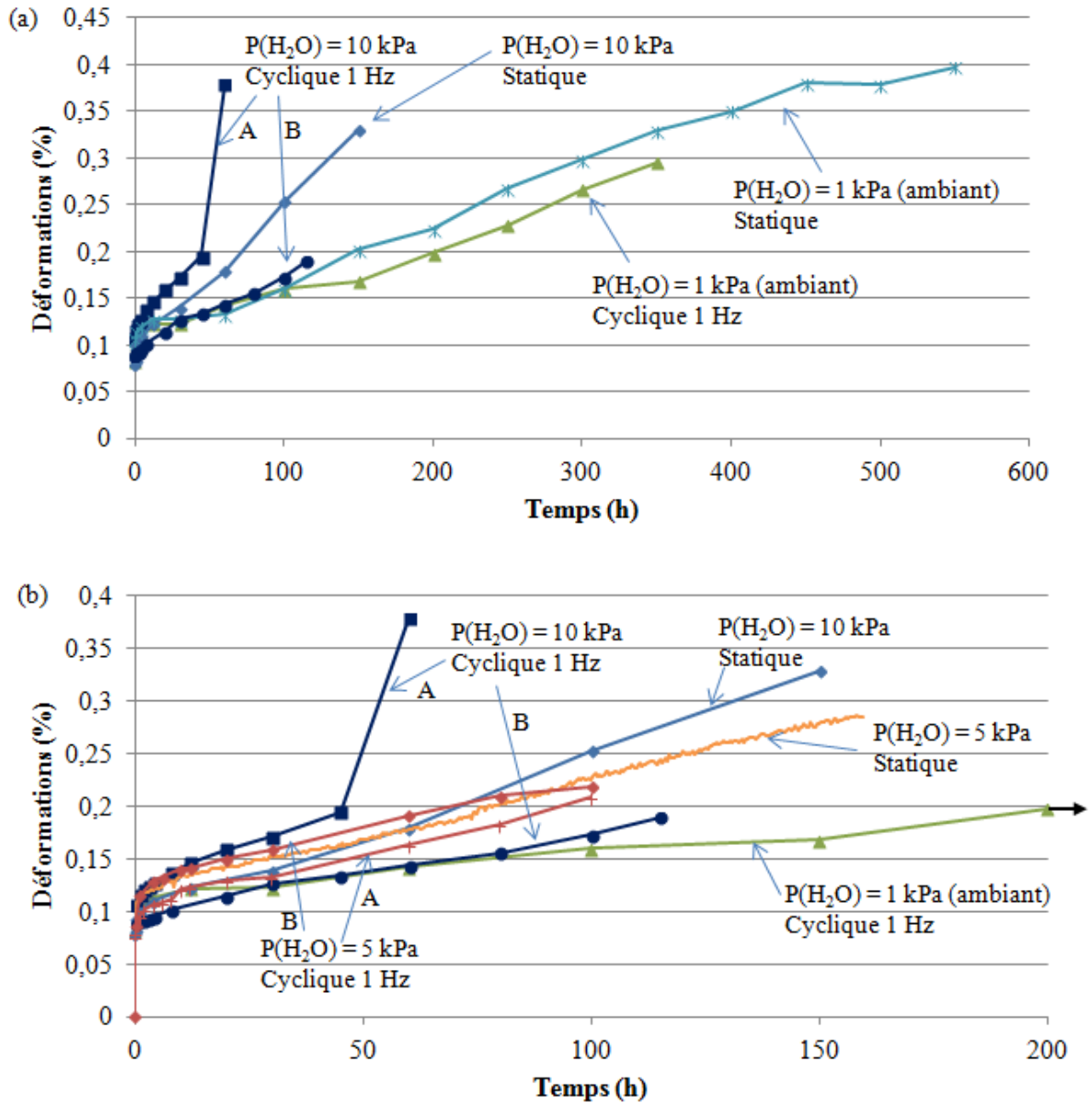

Figure III.12 - Evolutions des déformations lors d'essais à 450°C et 100 MPa sous différentes atmosphères ($P(O_2)$ = 20 kPa) et avec deux types de chargement (cyclique ou statique) (a) sous air ambiant et $P(H_2O)$ = 10 kPa et (b) $P(H_2O)$ = 5 kPa avec quelques courbes de référence

Si l'on compare à présent pour chaque type d'environnement les essais statiques et cycliques, il apparaît que l'évolution des déformations est très proche pour un environnement donné, quel que soit le chargement. Les essais à 1 Hz qui ont été doublés encadrent même l'essai statique auquel ils sont associés. Le type de chargement cyclique ou statique semble donc n'avoir que peu d'influence

sur l'évolution des déformations, bien que le chargement cyclique soit plus critique en termes de durées de vie.

L'évolution des modules à la recharge (Figure III.13) est en accord avec ces observations. Les essais sous air humide à 1 Hz présentent une chute de module beaucoup plus rapide que celui sous air ambiant. De plus, pour un environnement donné, le changement de conditions mécaniques (cyclique ou statique) n'entraîne qu'une modification très faible des évolutions de modules. De même qu'en déformations, les essais doublés à 1 Hz encadrent l'essai statique auquel ils sont associés. Ainsi, le type de chargement statique ou cyclique à 1 Hz n'a que peu d'influence aussi bien en termes de déformations qu'en termes de module, même si le cas cyclique à 1 Hz est clairement plus sévère concernant les durées de vie.

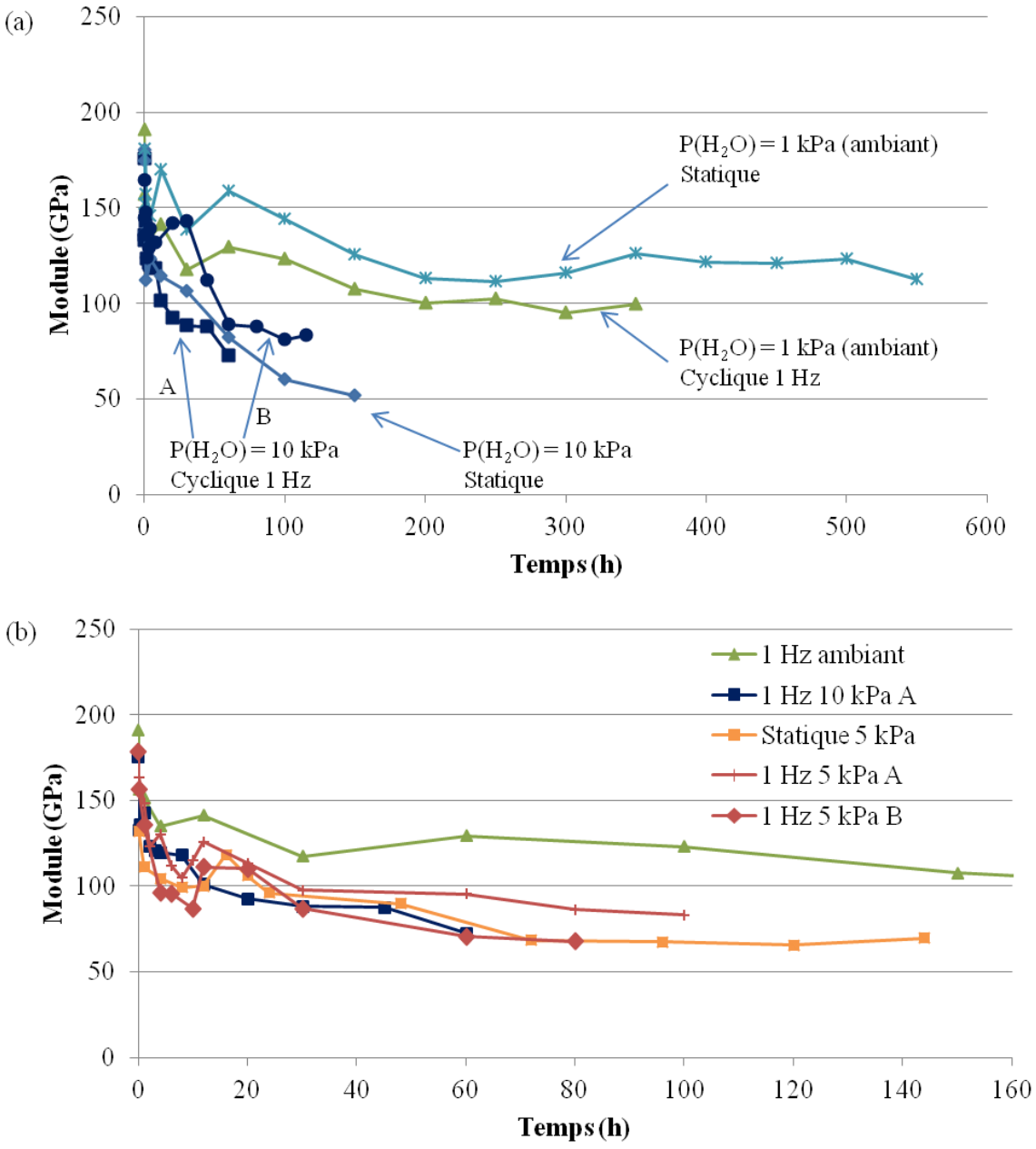

Figure III.13 - Evolutions des modules lors d'essais à 450°C et 100 MPa sous différentes atmosphères ($P(O_2)$ = 20 kPa) et avec deux types de chargement (cyclique ou statique) (a) sous air ambiant et $P(H_2O)$ = 10 kPa et (b) $P(H_2O)$ = 5 kPa avec quelques courbes de référence

Un scénario très similaire à celui de la Figure III.6 pourrait être proposé, avec des longueurs de décohésion L_d légèrement supérieures à celles observées en statique à cause de l'effet du cyclage mécanique. L'évolution des déformations étant proche, il semble que les quantités de O_2 et de H_2O atteignant les fibres et les interphases soient assez proches en cyclique et en statique. Cependant, le taux cumulé maximal de fibres fragilisées supporté avant rupture pourrait être plus faible en fatigue cyclique à cause de l'usure mécanique aux interfaces. L'effet d'usure de la surface de la fibre peut créer des zones d'amorçage de fissuration sous-critique ou de fragilisation de la fibre, ce qui expliquerait les durées de vie plus faibles dans ces conditions cycliques.

3.1.2. Analyse acoustique

Si les essais en fatigue statique présentent une activité acoustique très faible après quelques heures d'essai, ce n'est pas le cas des essais en fatigue cyclique à 1 Hz, qui sont tous à l'origine d'une activité acoustique très riche. Tous les essais menés à 1 Hz présentent un comportement acoustique avec des caractéristiques similaires, dont deux exemples représentatifs sont exposés sur les Figure III.14 et Figure III.15, respectivement pour les essais cycliques sous air ambiant et à $P(H_2O)$ = 10 kPa (essai B).

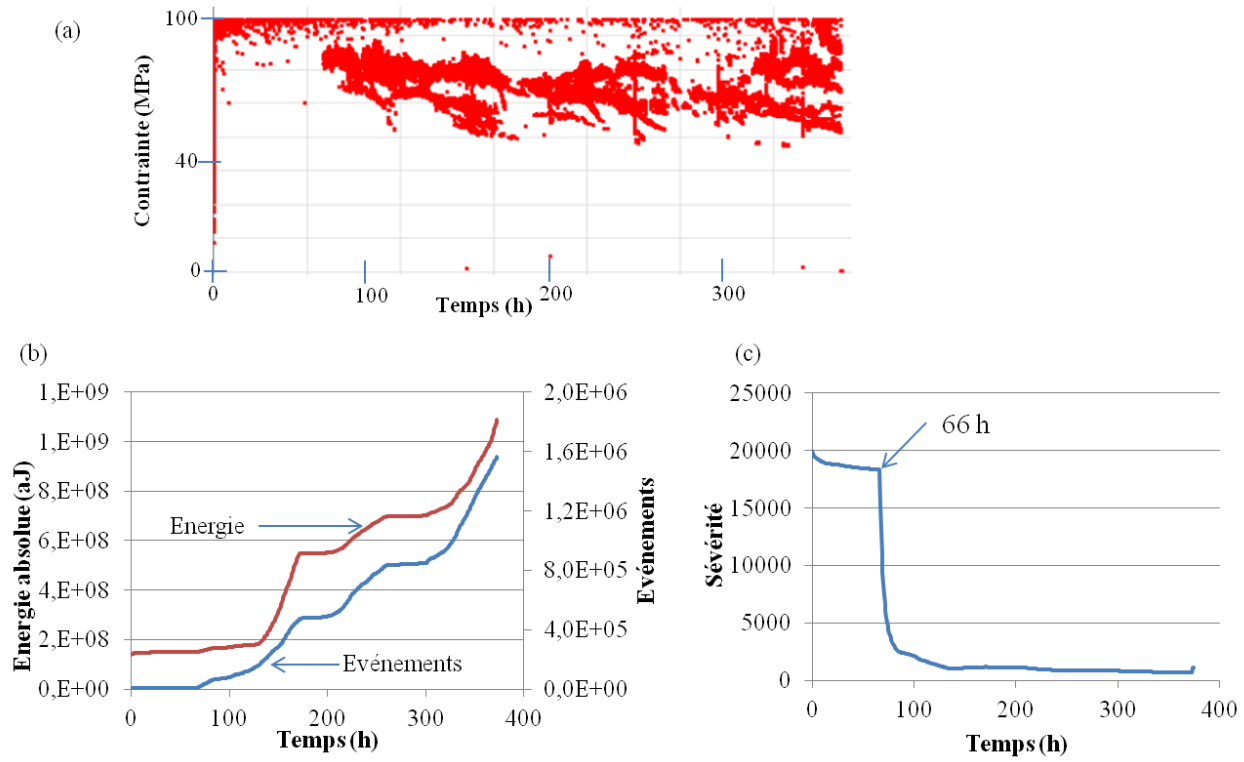

Figure III.14 – Essai 1 Hz sous air ambiant : (a) contraintes auxquelles des événements sont enregistrés en fonction du temps, (b) évolution du nombre d'événements cumulés et de l'énergie absolue cumulée en fonction du temps, (c) évolution de la sévérité en fonction du temps

La Figure III.14a présente les contraintes auxquelles sont enregistrés les événements au cours du temps. Dans les premières dizaines d'heures d'essai, le comportement est similaire à ce qui est observé en statique : l'activité est intense lors du chargement initial, puis elle se concentre aux contraintes maximales et de moins en moins d'événements sont enregistrés. Cependant, à partir d'environ 70h d'essai, de nombreux événements sont enregistrés à contrainte non maximale, autour de 80 MPa, puis entre 50 et 80 MPa. Dans un même « groupe » d'événements, la contrainte à laquelle ils sont enregistrés décroît. Une analyse plus fine montre que l'ensemble des événements

enregistrés à contrainte non maximale est émis lors de la phase de recharge (et non de décharge). Ce phénomène a déjà été observé sur le même matériau [Racle2015]. Le fait que les événements soient émis à la même contrainte lors de chaque cycle signifie qu'un phénomène libérateur d'énergie intervient lors de chaque recharge à une même position relative des interfaces. Il pourrait être lié à la création de débris et de rugosités par le cyclage et l'usure mécanique, qui s'émoussent au cours du temps et donc entraînent une diminution de la contrainte d'émission.

Ce phénomène peut également être analysé en termes d'évolution temporelle du nombre d'événements et de l'énergie cumulée (Figure III.14b). Les premiers groupes d'événements enregistrés à contrainte non maximale sont des événements de faible énergie : ainsi, à partir de 70 h, le nombre d'événements augmente nettement, mais l'énergie cumulée ne présente qu'une faible variation. A partir de 140 h, le nombre événements enregistrés augmente plus rapidement, et cette fois l'énergie cumulée présente une forte augmentation. L'évolution se fait ensuite par palier, avec des périodes de forte augmentation d'événements et d'énergie à la fois, et d'autres séquences où l'activité acoustique est très réduite (170h–200h, 260h-290h). Il semble donc que l'endommagement ne progresse pas continûment lors de cet essai. Il pourrait y avoir des phases d'usure mécanique et d'autres de propagation qui entraîneraient une augmentation par palier des longueurs de décohésion.

L'indicateur de sévérité (défini au **Chapitre I.3.2**) permet de déterminer clairement un temps caractéristique lié à la détection de nombreux événements peu énergétiques. En effet, la sévérité peut être assimilée à l'énergie moyenne par événement enregistré depuis le début de l'essai. Ainsi, lorsqu'un grand nombre d'événements de faible énergie est détecté, cette moyenne chute brutalement. Cette chute de la sévérité très nette (Figure III.14c) permet de déterminer un temps caractéristique de 66 h. Lorsque l'énergie cumulée augmente à nouveau, la sévérité se stabilise.

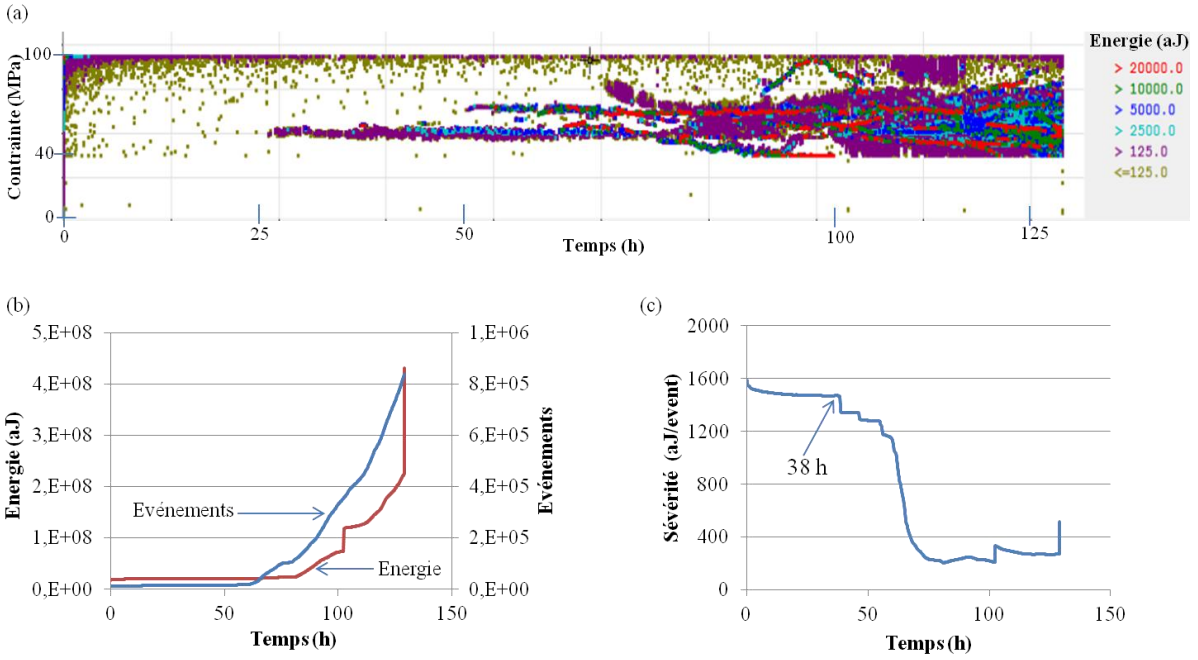

Figure III.15 - Essai 1 Hz sous P(H_2O) = 10 kPa (B) : (a) contraintes auxquelles des événements sont enregistrés en fonction du temps, avec l'énergie en échelle de couleur, (b) évolution du nombre d'événements et de l'énergie absolue en fonction du temps, (c) évolution de la sévérité en fonction du temps

La même analyse peut être menée pour d'autres essais en fatigue cyclique, celle concernant l'essai sous $P(H_2O)$ = 10 kPa (B) étant présentée sur la Figure III.15. Les échelles de temps sont différentes (durée de vie de 128 h comparé à 373 h pour l'essai à $P(H_2O)$ = 1 kPa), mais les phénomènes observés sont très proches. Au début de l'essai, des événements à contrainte proche de la contrainte maximale sont majoritairement enregistrés, puis des groupes d'événements à contrainte plus faible apparaissent. Sur la Figure III.15a, la couleur des points correspond à leur énergie : les lignes rouges sont donc associées à des événements de forte énergie émis à la même contrainte (i.e. même position relative des interfaces) à chaque recharge. Ceci est compatible avec l'hypothèse d'une origine associée à des débris ou rugosités qui entraînent une libération d'énergie acoustique à une certaine position relative d'interfaces. L'augmentation du nombre d'événements suivie de celle de l'énergie est également obtenue, associée à une chute de la sévérité, cette fois à 38 h (Figure III.15b et c). Il est à noter que dans tous les cas, il n'y a pas de reprise de la sévérité qui pourrait annoncer la rupture, comme cela a pu être observé par ailleurs [Racle2015].

3.1.3. Analyse de la résistance électrique

Tous les essais présentés dans cette partie ont fait l'objet d'un suivi en continu par mesure de résistivité électrique (Figure III.16). Il est rappelé que tous ces essais ont été en outre menés jusqu'à rupture.

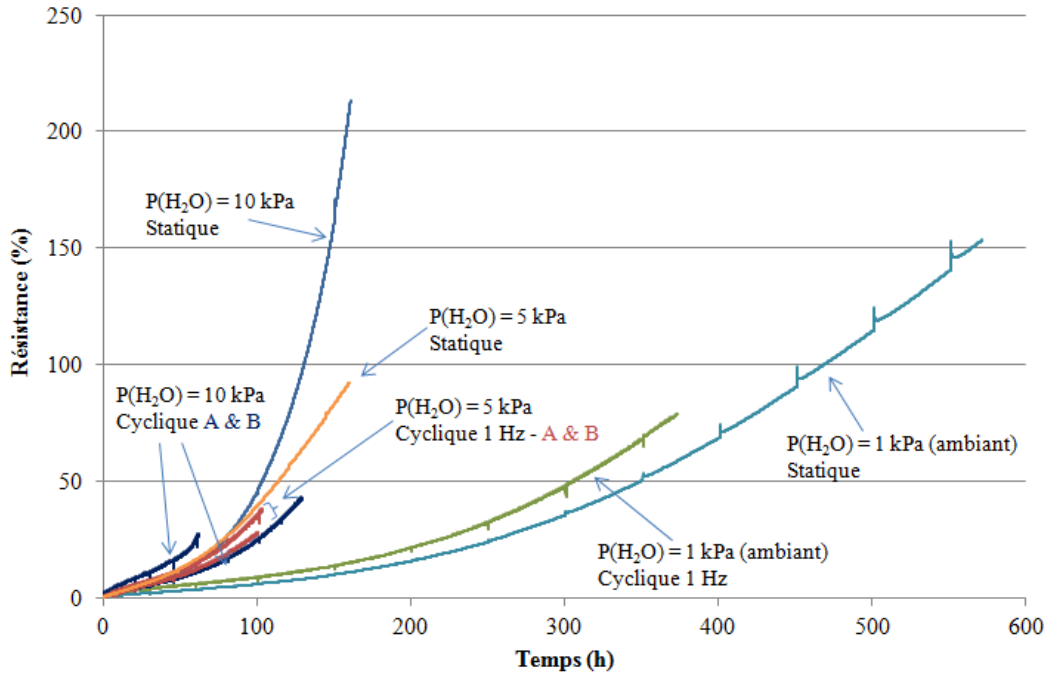

Figure III.16 - Evolutions de résistance électrique jusqu'à rupture lors d'essais à 450°C ($P(O_2)$ = 20 kPa) et 100 MPa sous différentes atmosphères et avec deux types de chargement (cyclique ou statique)

De même qu'en fatigue statique, les essais en fatigue cyclique sous air humide présentent une augmentation de résistance plus rapide que sous air ambiant. Pour une atmosphère donnée, les évolutions de résistance entre essai statique et essai cyclique restent assez proches, même si la rupture a lieu systématiquement plus tôt dans le cas cyclique. Les deux essais cycliques à 5 kPa d'eau qui étaient très proches en termes d'évolutions de modules et de déformations le sont également concernant les résistances, ce qui montre une bonne reproductibilité de la méthode de suivi par

mesure de résistance électrique. Les deux essais cycliques à 10 kPa d'eau présentent des évolutions de résistance un peu moins proches, mais il faut souligner le fait qu'ils étaient également légèrement différents concernant les modules et déformations, l'essai A montrant à travers tous les paramètres analysés un endommagement plus rapide que l'essai B. Le léger écart d'évolution de résistance entre ces deux essais dans des conditions identiques serait donc à associer à la dispersion liée au matériau (l'éprouvette A présentant possiblement un défaut) plutôt qu'à une dispersion dans les mesures de résistivité.

Les évolutions de résistance lors d'essais sous fatigue cyclique présentent tout comme les essais statiques deux phases d'évolution, une évolution initialement linéaire suivie d'une phase d'augmentation plus rapide. Le critère de transition de phase à 35-40% de la durée de vie peut être évalué également lors de ces essais cycliques. En traçant les évolutions de résistance en fonction du temps (Figure III.17), il apparaît que ces transitions de phase ont lieu également autour de 40% de durée de vie. La détermination d'un critère objectif à partir de ces observations sera mise en place dans le **Chapitre V**.

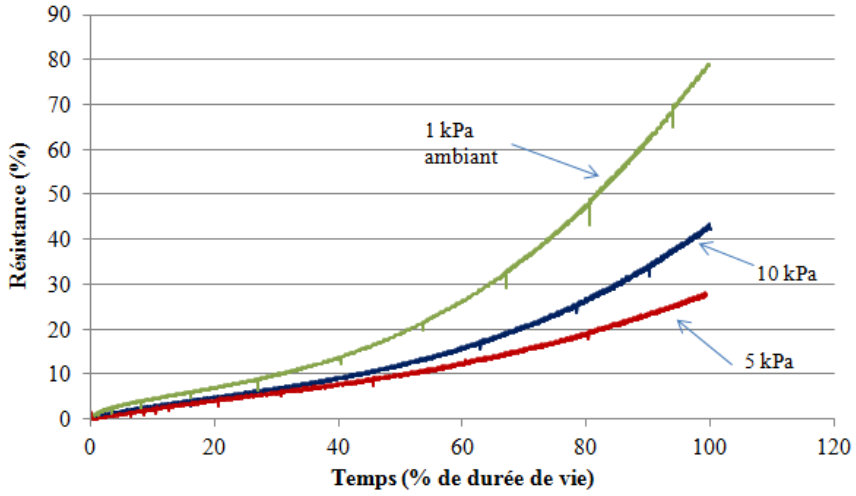

Figure III.17 - Evolutions de résistance électrique en fonction du pourcentage de durée de vie pour 3 essais en fatigue cyclique à 450°C et 100 MPa maximum sous différentes pressions partielles d'eau ($P(O_2)$ = 20 kPa)

En considérant l'essai statique sous air ambiant comme l'essai de référence (Figure III.16), il apparait que le passage à une atmosphère humide entraîne une modification de l'évolution de résistance beaucoup plus importante que le passage de fatigue statique à fatigue cyclique. Ainsi, si les mécanismes d'endommagements micro-mécaniques sont différents entre fatigue statique et cyclique, l'évolution des paramètres macroscopiques d'endommagement (modules et déformations) ainsi que celle de la dégradation des interphases semblent très proches entre fatigue cyclique et statique sous une atmosphère identique. Il peut donc entre autres être supposé que la quantité d'oxygène atteignant les fibres et l'interphase est similaire en fatigue statique et en fatigue cyclique (toujours à faible fréquence : 1 Hz), d'après l'évolution proche des déformations et résistances.

Les durées de vie sont toutefois nettement plus courtes en fatigue cyclique. Il semble donc que si l'évolution des paramètres macroscopiques d'endommagement est proche entre fatigue statique et fatigue cyclique, le seuil critique de rupture est bien plus faible en fatigue cyclique. Ainsi, en fatigue statique, l'éprouvette pourrait supporter un niveau d'endommagement plus élevé sans rompre, ce qui augmente les temps à rupture, sans ralentir toutefois l'augmentation des déformations et la

chute des modules. Ce critère de rupture plus sévère en fatigue cyclique est probablement lié à l'usure mécanique associée au cyclage qui n'a pas lieu en fatigue statique. La sollicitation cyclique tolère ainsi un niveau d'endommagement plus faible qu'en statique entraînant une rupture prématurée.

3.2. INFLUENCE DE LA FREQUENCE DE CYCLAGE MECANIQUE

En considérant l'exemple des alliages métalliques, la fréquence de cyclage mécanique est un paramètre très souvent utilisé pour réduire la durée des essais. En effet, le niveau d'endommagement est souvent décrit en nombre de cycles plutôt qu'en temps, et bien sûr une fréquence plus élevée permet d'atteindre le même nombre de cycles en un temps réduit. Il est ainsi considéré que la fréquence mécanique a peu d'influence et que l'endommagement après un million de cycles à 1 Hz ou 30 Hz est le même, mais obtenu 30 fois plus rapidement en utilisant la fréquence de 30 Hz, ce qui représente un gain de temps considérable. Cette hypothèse peut être justifiée lorsque la dégradation du matériau est exclusivement d'origine mécanique, et n'est pas liée à des phénomènes dépendant du temps. Or, il a été clairement établi que les mécanismes d'oxydation jouent un rôle considérable dans le comportement du matériau considéré ici à 450°C (cf. **Chapitre I**). Les cinétiques d'oxydation dépendent fortement du temps d'exposition, et sont a priori beaucoup moins affectées par la fréquence de cyclage que la dégradation mécanique (à part éventuellement un effet de succion des gaz). Les phénomènes de dégradation seraient donc accélérés différemment selon leur nature.

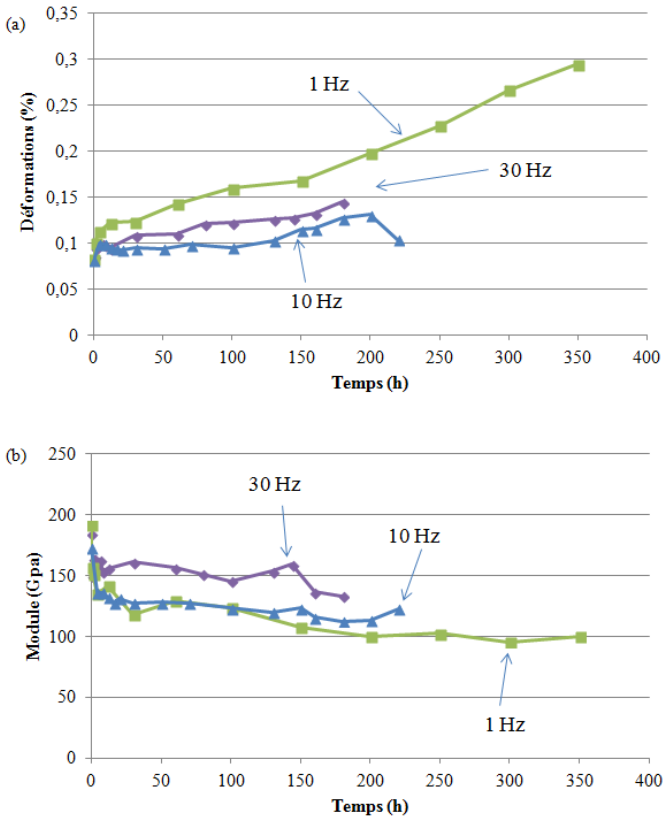

Figure III.18 - Evolutions (a) des déformations et (b) des modules à la recharge (cycles à 40 MPa/min) lors d'essais à 450°C en fatigue cyclique à 100 MPa sous air ambiant, avec différentes fréquences de cyclage mécanique

Afin d'appréhender cela, trois essais ont été effectués dans des conditions similaires (100 MPa, R = 0,4, 450°C, air ambiant) mais avec des fréquences de cyclage différentes (1 Hz, 10 Hz, 30 Hz, voir Tableau III.1a). En ce qui concerne les durées de vie, elles sont comme attendu réduites lorsque la fréquence augmente, mais d'un facteur beaucoup moins important que l'augmentation de fréquence. Ainsi, le passage de 1 Hz à 30 Hz (facteur 30) entraîne une diminution de durée de vie de 373h à 180h (facteur 2). Il n'est donc clairement pas possible d'estimer le niveau d'endommagement similaire à iso-nombre de cycles, car les phénomènes d'oxydation pilotant fortement la durée de vie du matériau dépendent beaucoup plus du temps d'essai.

Les déformations augmentent moins rapidement pour les essais à fréquence élevée que pour l'essai à 1 Hz, et de ce fait les déformations à rupture sont beaucoup plus faibles dans le cas des fréquences élevées. En ce qui concerne les modules, ils restent plus élevés pour les fréquences élevées et en particulier pour 30 Hz. Il est connu que lorsque la sollicitation est plus rapide, un effet de raidissement peut apparaître, mais tous ces modules sont mesurés lors des cycles lents à même vitesse de sollicitation (40 MPa / min). Ainsi, lors des essais à fréquence élevée, le matériau semble beaucoup moins endommagé juste avant rupture que pour l'essai à 1 Hz, avec des déformations assez faibles et un module de 130 GPa pour le cas 30 Hz. Le niveau maximal d'endommagement supporté en conditions de fréquence élevée semble ainsi beaucoup plus faible.

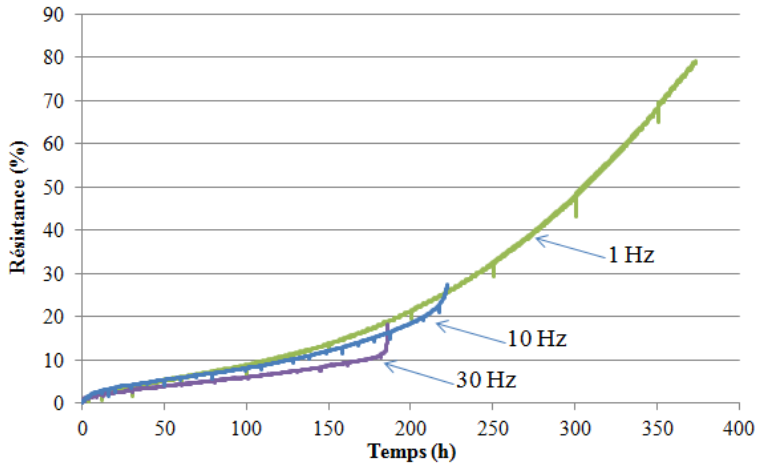

Figure III.19 - Evolutions de résistance électrique lors d'essais à 450°C en fatigue cyclique à 100 MPa (R = 0,4) sous air ambiant, avec différentes fréquences de cyclage mécanique

A propos des évolutions de résistances électriques, une évolution beaucoup plus rapide aurait pu être attendue à 10 et 30 Hz si l'on considère une combinaison des effets d'oxydation et d'usure mécanique bien plus importante. Or il s'avère que lors de ces essais, la résistance suit une évolution très proche de celle à 1 Hz, et même légèrement inférieure. L'essai à 10 Hz s'intercale très bien entre ceux à 1 et 30 Hz, avec un comportement très proche de l'essai à 30 Hz, qui atteste de la qualité de ces résultats. La résistance semble augmenter légèrement moins vite lorsque la fréquence augmente, avec des écarts toutefois très faibles. Un point en revanche très clair est le niveau de résistance à rupture beaucoup plus faible pour les fréquences élevées. Ceci est particulièrement significatif car cela montre que l'état d'endommagement à rupture est très différent lorsque la fréquence est modifiée. Pour les essais à 10 et 30 Hz, les augmentations de résistances à rupture limitées à 18 et 28% respectivement montrent que les interphases sont beaucoup moins endommagées à rupture que pour l'essai à 1 Hz (+ 82%). Ceci est en accord avec les observations précédentes sur les modules

plus élevés et les déformations plus faibles à rupture. Le niveau d'endommagement global à rupture est plus faible lorsque la fréquence augmente.

Il peut être noté qu'une soudaine augmentation de résistance est mesurée lors des dix dernières heures environ des essais à 10 et 30 Hz, non visible lors des nombreux essais à 1 Hz. Elle pourrait être attribuée à une rupture partielle de quelques torons, mais cela aurait entraîné une augmentation des déformations importante sur la fin de l'essai, ce qui n'est pas le cas (les déformations ont même plutôt tendance à décroître lors des dernières heures d'essai). De plus, aucune augmentation d'activité acoustique significative n'est enregistrée à la fin d'essai, l'énergie cumulée et le nombre d'événements sont quasiment stables lors des dernières heures d'essai. Une hypothèse pourrait être une soudaine propagation d'importantes décohésions aux interfaces fibre/matrice facilitée par le cyclage à haute fréquence, qui n'engendrerait pas d'activité acoustique.

Les derniers cycles enregistrés avant rupture pour chacun de trois essais ainsi que leur largeur à mi-hauteur sont présentés sur la Figure III.20. Cela confirme le fait que l'endommagement à rupture est plus élevé pour l'essai à 1 Hz, avec un module bien plus faible et un frottement intérieur plus important.

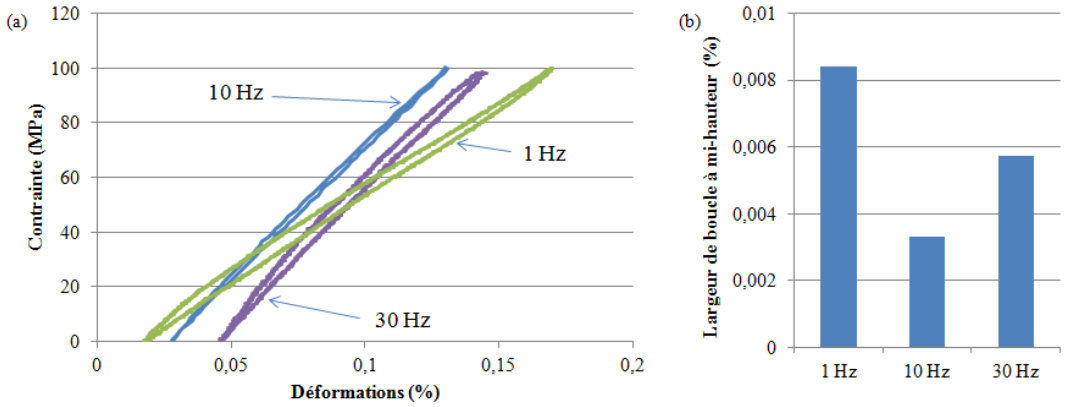

Figure III.20 – (a) Dernier cycle à 40 MPa/min avant rupture pour 3 essais en fatigue cyclique à 100 MPa et 450°C sous air ambiant à différentes fréquences de cyclage mécanique et (b) largeur à mi-hauteur de ces cycles.

Ainsi, l'effet de succion des gaz dans les fissures qui pourrait se produire à haute fréquence ne semble pas être actif. La fréquence de cyclage élevée aurait en effet pu entraîner une aspiration des gaz oxydants vers le cœur du matériau et augmenter ainsi les quantités d'espèces oxydantes atteignant fibres et interphases, et donc les cinétiques d'augmentation. Or, les faibles augmentations de résistance et les modules assez élevés mesurés à 10 et 30 Hz montrent que ce phénomène n'est pas prépondérant.

D'autre part, il est courant de penser qu'à 30 Hz, les fissures sont moins ouvertes qu'à 1 Hz. Or, dans les deux cas, le matériau est soumis aux contraintes élevées pendant une même proportion du temps, même si ces durées sont plus fractionnées à 30 Hz. Les temps très faibles d'ouverture complète pourraient ainsi potentiellement être trop courts pour permettre aux espèces oxydantes d'accéder aux fibres avant d'être éjectées lors de la refermeture. Ce phénomène peut constituer une hypothèse pour expliquer l'augmentation de résistance légèrement moins rapide lorsque la fréquence de cyclage augmente.

Ainsi, l'augmentation de la fréquence mécanique entraîne une diminution des durées de vie, mais d'un facteur bien plus faible que celui de l'augmentation de la pression partielle de H_2O. En revanche, les états d'endommagement à rupture sont très différents, et le matériau est bien moins endommagé juste avant rupture (en termes de module, déformation, résistance et frottement intérieur) à fréquence élevée. Le critère de rupture est donc beaucoup plus sévère à fréquence élevée, avec des dégradations plus importantes et localisées le long des interfaces frottantes, comme la formation de débris, qui permettaient de maintenir une valeur de τ élevée malgré une usure des surfaces des fibres. Le paramètre fréquence mécanique est donc à considérer avec précaution en termes d'accélération d'essais pour ce matériau, car il semble entraîner une rupture très précoce dans le processus d'endommagement du matériau (rupture vers la fin de la zone linéaire en résistance, pas ou peu de seconde phase observée), et il est ainsi difficile d'établir des équivalences de niveaux d'endommagement avec des essais effectués dans d'autres conditions.

4. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE

La température de 450°C a été choisie pour tous les essais précédents, car comme expliqué dans le chapitre I, (i) il s'agit de la température la plus critique dans le domaine d'application de ce matériau, avec oxydation des interphases carbonées mais sans auto-cicatrisation efficace, les cinétiques d'oxydation du carbure de bore étant trop lentes vis-à-vis de la vitesse de volatilisation en présence de H_2O et (ii) c'est en outre une température à laquelle certaines zones des pièces d'arrière-corps seront soumises en vol. Ainsi, lors des essais effectués dans ce travail, des endommagements ont pu être observés dans des délais plus courts, compatibles avec les contraintes temporelles de la thèse. Afin d'évaluer la criticité de la température de 450°C et l'impact d'un changement de ce paramètre essentiel, des essais ont été menés à plusieurs températures avec des conditions mécaniques identiques (fatigue cyclique à 1 Hz) et un même environnement (air ambiant).

Deux températures ont été choisies dans le domaine de cicatrisation du matériau, 650°C et 800°C (l'essai à 650°C ayant été prolongé durant 720 h pour seulement 100 h pour celui à 800°C). Un essai a été mené à faible température dans des conditions non oxydantes : il aurait pu être effectué à température ambiante, mais l'évaluation préliminaire de la méthode de suivi par mesure de résistance électrique a montré une sensibilité non négligeable aux variations d'humidité à température ambiante. De ce fait, une température de 150°C a été sélectionnée afin d'obtenir une meilleure stabilité de résistance. En effet, aucun phénomène d'oxydation ne se produit à cette température, et une stabilité en résistance de ± 0,5 mΩ a été vérifiée durant 48 h préalablement à l'essai mécanique. Ces trois températures ont été comparées aux résultats obtenus durant l'essai effectué sous mêmes conditions mécaniques et environnementales à 450°C.

Concernant les propriétés mécaniques (Figure III.21), il apparait que durant l'essai sans oxydation (150°C), le module se stabilise rapidement autour de 135 GPa et n'évolue quasiment pas à partir de 100 h jusqu'à la fin de l'essai à 400 h. Les déformations sont également très stables, aucun signe d'évolution n'étant mesuré. Ainsi, les durées de vie dans ces conditions pourraient être extrêmement longues (ce ne sont toutefois pas les conditions d'application car d'autres matériaux moins coûteux

répondraient bien sûr à ces critères). La température de 650°C est quant à elle tout à fait dans le domaine d'application : il est donc très intéressant de remarquer que le module est très stable également, autour de 150-160 GPa (et donc même légèrement plus élevé qu'à 150°C), contrairement à la chute de module plus importante observée à 450°C (100 GPa après 200h). Les déformations sont aussi très stables à 650°C, alors qu'elles augmentent fortement à 450°C. L'auto-cicatrisation et la formation d'un oxyde cicatrisant sont donc très efficaces à 650°C, avec une évolution des propriétés mécaniques proches de conditions non oxydantes durant 700h, alors qu'à 450°C l'oxydation des interphases et des fibres entraîne une dégradation des propriétés mécaniques.

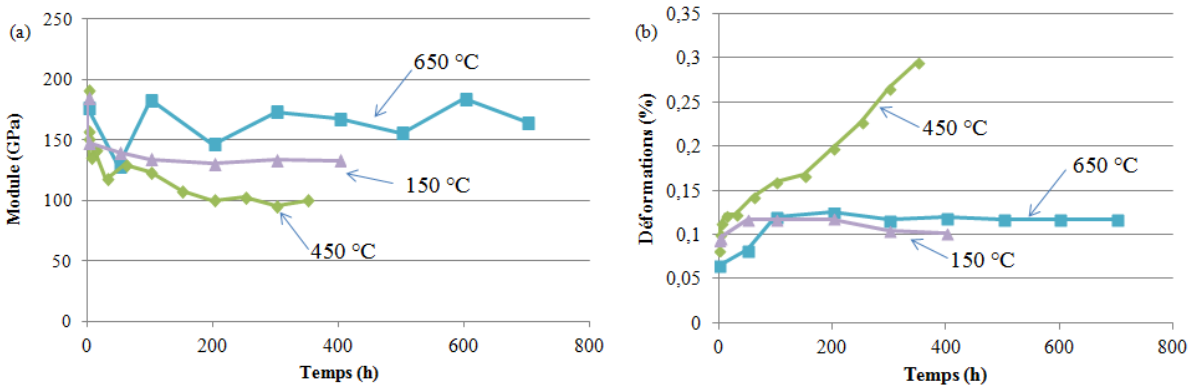

Figure III.21 - Evolutions (a) des modules et (b) des déformations durant trois essais en fatigue cyclique à 1 Hz et à 100 MPa maximum sous air ambiant à différentes températures

L'analyse des évolutions de résistance électrique rend encore plus claire la distinction entre conditions stables et conditions pour lesquelles l'endommagement des interphases progresse (Figure III.22). En effet, lorsque les interphases ne sont pas oxydées (faible température ou auto-cicatrisation), la résistance augmente très peu, de moins de 6% sur les temps d'essais effectués, alors qu'elle augmente beaucoup plus rapidement dans les conditions d'oxydation des interphases (+82% à 373h à 450°C). De plus, lorsque le matériau est protégé, la résistance se stabilise et la deuxième phase d'augmentation rapide précédemment observée n'apparaît pas. La température de 450°C peut clairement être définie comme critique puisqu'elle entraîne une augmentation forte de résistance, de plus en plus rapide (présence d'un point d'inflexion et de la transition entre les deux phases d'évolution).

Il est intéressant de noter que le cyclage mécanique seul sans oxydation n'entraîne qu'une augmentation de résistance très faible, de +2% après 400h. Ainsi, si les augmentations de résistance en fatigue cyclique sous conditions oxydantes pouvaient être attribuées à une combinaison d'endommagement par oxydation et d'usure mécanique liée au cyclage, il semble que la contribution intrinsèque du cyclage mécanique soit finalement minime comparée à celle de l'oxydation (du moins à 1 Hz). Cependant, lors du cyclage sous atmosphère oxydante, il est possible que la dégradation mécanique de l'interphase joue un rôle important sur son oxydation en la fragmentant et en augmentant ses surfaces réactives, par effet de synergie, et ainsi en augmentant les longueurs L_c (Figure III.6).

La comparaison de ces différentes évolutions de résistance semble indiquer qu'il est possible après 100 à 200 h d'essai d'estimer la criticité des conditions d'essai sélectionnées (ce qui n'est pas évident au vu des seules propriétés mécaniques). En effet, si la pente de croissance de résistance diminue (la

résistance augmente de moins en moins vite), les conditions ne sont pas critiques et la dégradation des interphases tend à se stabiliser. En revanche, si cette pente ne diminue pas (augmentation linéaire), la 2^{e} phase d'augmentation rapide va se mettre en place, si cela n'a pas déjà été le cas durant les 100 à 200 premières heures observées, et la dégradation des interphases augmente de plus en plus rapidement. Ces conditions sont alors critiques pour le matériau, et avec des durées de vie estimées variables selon le moment de la mise en place de la 2^{e} phase, ainsi que le niveau d'augmentation de résistance. La mesure de résistance est donc un moyen efficace de suivi en temps réel de l'état de vulnérabilité du matériau à l'oxydation.

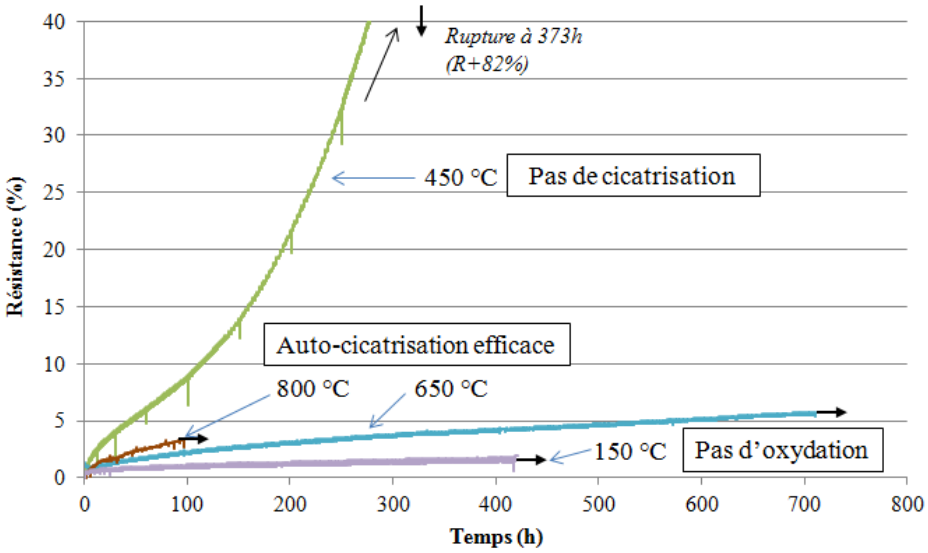

Figure III.22 - Evolutions de résistance durant quatre essais en fatigue cyclique à 1 Hz et à 100 MPa maximum sous air ambiant à différentes températures (→ non rupture, ↓ rupture)

Un graphe détaillant les cent premières heures d'essais est montré en la Figure III.23, en faisant apparaître également un essai effectué durant 95h dans les mêmes conditions de fatigue cyclique à 450°C mais avec des installations différentes, celles de l'Université d'Akron, alors que l'essai jusqu'à rupture avait été effectué au LCTS.

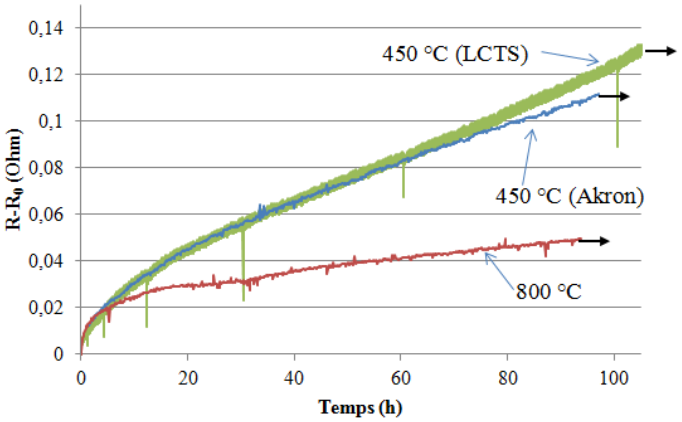

Figure III.23- Evolutions de résistances sur 100 h durant trois essais en fatigue cyclique à 1 Hz et à 100 MPa maximum sous air ambiant ($P(H_2O) \approx 1$ kPa) à différentes températures (→ non rupture)

Cette comparaison permet d'apprécier le caractère fortement reproductible de la mesure de résistance, y compris lors d'essais effectués sur des installations différentes. L'essai à 800°C (effectué

à Akron) est associé comme expliqué précédemment à une augmentation de résistance beaucoup moins importante que ceux à 450°C.

De plus, une analyse plus détaillée de l'évolution de résistance à 800°C montre un changement de comportement vers 32h : alors que la résistance était bien stable depuis 20h d'essai environ, elle augmente de nouveau légèrement à partir de 32h.

Un scénario peut être proposé pour expliquer ce changement de comportement (Figure III.24). Dans les premiers instants de l'essai, les phénomènes d'oxydation ne sont pas encore pleinement activés ; comme les conditions de chargement mécanique sont identiques, les évolutions de résistance sont identiques au tout début de l'essai. Après une vingtaine d'heures d'essai, la résistance arrête d'augmenter et se stabilise clairement à 800°C, alors qu'elle continue d'augmenter régulièrement à 450°C. En effet, à 450°C, les cinétiques d'oxydation du B_4C étant très lentes, très peu d'oxyde est formé (et la vitesse de volatilisation est déjà très élevée comparativement), les espèces oxydantes atteignent l'interphase (et donc la résistance augmente). En revanche, à 800°C, l'oxyde de bore se forme rapidement et comble les fissures, ce qui empêche l'oxydation des interphases : la résistance se stabilise. Après une trentaine d'heures d'essai, la résistance continue d'augmenter régulièrement à 450°C (la quantité d'oxyde formée n'étant toujours pas suffisante), alors qu'à 800°C, un changement de comportement intervient, avec une nouvelle légère augmentation de résistance. Celle-ci doit probablement être attribuée à la diffusion des espèces oxydantes au sein du bouchon d'oxyde : elles atteignent de nouveau l'interphase ce qui entraîne une légère augmentation de résistance. Cette augmentation reste toutefois très limitée par une diffusion de O_2 freinée car le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'oxyde de bore est beaucoup plus faible que dans l'air.

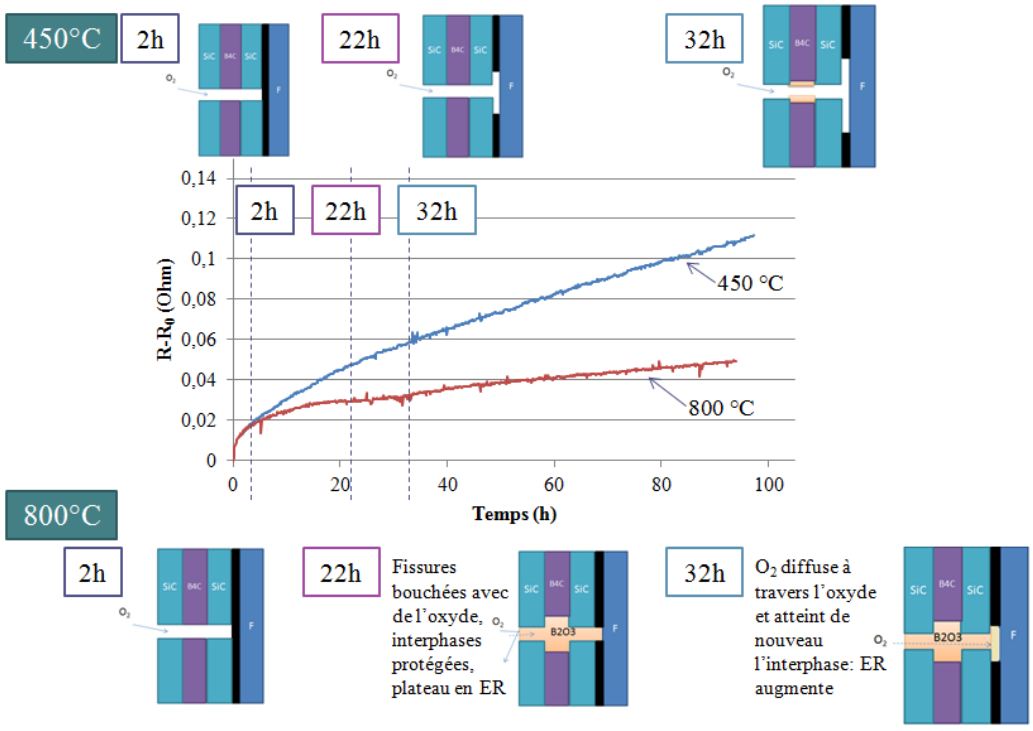

Figure III.24 - Evolutions de résistances sur 100 h durant deux essais en fatigue cyclique à 1 Hz et à 100 MPa maximum sous air ambiant à 450°C et 800°C, et interprétation des phénomènes en jeu à différents instants

La mesure de résistance est donc un moyen de suivre en temps réel l'état et l'efficacité de cicatrisation du matériau à travers la vitesse de dégradation de ses interphases.

BILAN

Une matrice d'essais à contrainte maximale de 100 MPa a été mise en place de manière à analyser l'influence de quatre paramètres sur les cinétiques d'endommagement et les durées de vie : la pression partielle d'eau, le type de chargement cyclique/statique, la fréquence de cyclage mécanique ainsi que la température. Dans un premier temps, l'état de fissuration initial de ces essais, c'est-à-dire celui entraîné par un chargement simple à 100 MPa, a été évalué : des fissures sont créées dans le seal-coat où elles sont largement déviées par la matrice multi-couches, quelques rares fissures atteignent les torons, mais elles restent majoritairement localisées dans le seal-coat.

En ce qui concerne la nature de l'atmosphère, il a été clairement établi qu'une augmentation de la pression partielle d'eau entraînait à la fois une augmentation des cinétiques d'endommagement et des durées de vie plus faibles. Les déformations à rupture demeurent proches bien que les atmosphères aient été très différentes, alors que les modules à rupture étaient beaucoup plus faibles lorsque l'humidité augmentait. Un scénario d'endommagement a été proposé pour rendre compte de cela, en intégrant les différences de dégradation entre le cœur et la surface du matériau. La résistance électrique augmente clairement plus rapidement avec l'augmentation de pression partielle d'eau. Il a également été montré que la fatigue statique à 450°C sans oxydation (sous argon) n'entraîne quasiment aucune augmentation de résistance : c'est bien la dégradation des interphases par oxydation qui est responsable de ces augmentations.

Pour une même atmosphère, le type de chargement (cyclique à 1 Hz ou statique) semble avoir beaucoup moins d'influence sur l'évolution de l'endommagement macroscopique que la pression partielle d'eau. Ainsi, si les mécanismes d'endommagements micro-mécaniques sont différents entre fatigue statique et cyclique, l'évolution des paramètres macroscopiques d'endommagement (modules et déformations) ainsi que celle de la dégradation des interphases semblent très proches, toujours sous une atmosphère identique. Les quantités de O_2 et de H_2O atteignant les fibres seraient donc également très proches sous ces deux types de conditions. En revanche, les durées de vie sont nettement plus courtes en fatigue cyclique qu'en fatigue statique. Il peut donc être supposé que le seuil critique de rupture est bien plus faible en cyclique qu'en statique. Ainsi, en fatigue statique, l'éprouvette pourrait supporter un niveau d'endommagement plus élevé sans rompre, ce qui augmente les temps à rupture, sans ralentir toutefois l'augmentation des déformations et la chute des modules. De plus, en termes d'émission acoustique, sous fatigue cyclique, l'indicateur de sévérité semble avoir un potentiel de détection d'un changement de comportement voire d'estimation de durée de vie, avec une chute nette de sévérité après un certain temps caractéristique pour plusieurs essais. L'intérêt de cet indicateur sera développé dans le Chapitre V.

L'augmentation de la fréquence mécanique entraîne une diminution des durées de vie, mais d'un facteur bien plus faible que celui de l'augmentation de fréquence. En revanche, les états d'endommagement à rupture sont très différents, et le matériau est bien moins endommagé juste avant rupture (en termes de module, déformation, résistance et frottement intérieur) à fréquence élevée. Le critère de rupture est donc beaucoup plus sévère à fréquence élevée. Le paramètre fréquence mécanique est donc à considérer avec précaution en termes d'accélération d'essais pour ce matériau, car il semble entraîner une rupture très précoce dans le processus d'endommagement

du matériau, et il est ainsi difficile d'établir des équivalences de niveaux d'endommagement avec des essais dans d'autres conditions.

Quant à la température, il a été clairement montré que la température de 450°C choisie pour la majorité des essais est comme supposé initialement beaucoup plus critique pour le matériau que les températures de 650°C ou 800°C. Etant donné que certaines zones des pièces aéronautiques seront soumises à cette température du fait des gradients thermiques, il est donc justifié de considérer des conditions durcies à 450°C. Il est à noter que la fatigue cyclique à 1 Hz dans des conditions non oxydantes n'entraîne presque aucune augmentation de résistance : les augmentations observées sont ainsi liées quasiment exclusivement aux phénomènes d'oxydation. En outre, l'intérêt du suivi par mesure de résistance électrique a été clairement démontré pour évaluer en temps réel la vulnérabilité du matériau à l'oxydation. La criticité des conditions d'essais peut être évaluée en 200h, avec une résistance très stable lorsque le matériau est protégé de l'oxydation, et une augmentation nette lorsqu'il ne l'est pas. Pour un même essai, la résistance permet également d'évaluer l'évolution de l'efficacité de la cicatrisation, et d'estimer le délai avant que les espèces oxydantes ne diffusent jusqu'aux fibres à travers le bouchon d'oxyde.

Une fois effectuée l'analyse de ces résultats expérimentaux variés, il apparaît que certains points méritent des développements théoriques et une approche par modélisation afin d'obtenir une meilleure compréhension des phénomènes en jeu. Ainsi, dans le prochain chapitre seront présentés différents modèles améliorant la compréhension des aspects suivants :

- Auto-cicatrisation en présence de vapeur d'eau : compétition entre formation et volatilisation
- Relations entre résistance électrique et endommagement à température ambiante
- Evolution de résistance sous atmosphère oxydante : origine des deux phases d'évolution et lien avec la progression de l'endommagement au cœur du matériau.

CHAPITRE IV

MODELISATION DE L'AUTO-CICATRISATION ET DE L'INFLUENCE DE L'ENDOMMAGEMENT SUR LA RESISTANCE ELECTRIQUE

SOMMAIRE

Introduction 119

1. Modélisation des phénomènes simultanés d'oxydation et de volatilisation dans un matériau multi-phasique auto-cicatrisant 120

1.1. Développement du modèle d'oxydation-volatilisation 120

1.1.1. Oxydation sous atmosphère sèche 120

1.1.2. Introduction des effets de l'humidité 121

1.2. Résultats et analyses 123

1.2.1. Application à un composite avec une matrice de 5 couches de SiC et de B_4C sous atmosphère humide 123

1.2.2. Application du modèle de matériau moyenné 124

2. Modélisation de l'effet de l'endommagement sur la résistance électrique du matériau 126

2.1. A température ambiante 126

2.1.1. Résultats expérimentaux 126

2.1.2. Développement du modèle électro-mécanique 127

2.1.3. Validation du modèle 129

2.2. Sous conditions oxydantes 131

2.2.1. Résultats expérimentaux 131

2.2.2. Développement du modèle d'évolution globale de résistance 132

2.2.3. Validation du modèle 134

3. Applications combinant oxydation, endommagement mécanique et résistance électrique .. 136

3.1. Efficacité de l'auto-cicatrisation en fatigue mécanique à différentes températures : Application du modèle d'oxydation à l'évolution de résistance électrique 136

3.2. Justification à l'aide du modèle d'oxydation de l'hypothèse de cinétique linéaire considérée dans le modèle d'évolution de résistance sous conditions oxydantes 140

Bilan 143

INTRODUCTION

Dans ce chapitre, trois modèles différents sont présentés concernant :

(i) la compétition oxydation/volatilisation dans un matériau multi-phasique auto-cicatrisant,
(ii) la résistivité électrique à température ambiante,
(iii) la résistivité électrique sous conditions oxydantes.

Ils apportent tous une brique de compréhension vers le but de l'accélération d'essais. Il est en effet indispensable de comprendre en détail les mécanismes thermo-chimiques de dégradation du matériau concerné sous atmosphère oxydante. De plus, la résistivité électrique n'ayant encore jamais été utilisée sur ce type de CMC, ainsi que sous conditions oxydantes, il a été nécessaire d'apporter beaucoup de compréhension à travers la modélisation afin de pouvoir exploiter ce nouvel indicateur d'endommagement. Après une première modélisation électro-mécanique à température ambiante, un modèle basé sur la propagation de l'oxydation dans les interphases carbonées du composite a été proposé afin de rendre compte de l'évolution de résistance sous conditions oxydantes.

Enfin, deux exemples d'application du modèle d'oxydation et d'auto-cicatrisation permettent de conforter des hypothèses avancées lors de l'analyse des mesures de résistance électrique, reliant ainsi oxydation, endommagement mécanique et résistance électrique.

1. MODELISATION DES PHENOMENES SIMULTANES D'OXYDATION ET DE VOLATILISATION DANS UN MATERIAU MULTI-PHASIQUE AUTO-CICATRISANT

Le matériau composite considéré dans cette thèse a été élaboré de manière à posséder des propriétés auto-cicatrisantes, grâce à l'oxydation de certaines couches matricielles qui forment un oxyde pouvant combler les fissures (**Chapitre I**). Or, comme il a été mentionné précédemment, l'oxyde de bore cicatrisant est très sensible à la présence d'humidité et peut se volatiliser en réagissant avec l'eau présente dans l'atmosphère. La durée de vie du composite dépendant fortement de ses capacités d'auto-cicatrisation dans les conditions considérées, il est indispensable de pouvoir quantifier la compétition entre l'oxydation et la volatilisation sous différentes atmosphères. C'est ainsi qu'un modèle a été développé pour décrire les phénomènes simultanés d'oxydation et de volatilisation au sein d'un matériau multi-phasique auto-cicatrisant. Ce modèle, basé sur la méthode des éléments finis et développé sous Matlab, est adaptable au composite Cerasep A40C mais également à tout type de matériau multi-phasique auto-cicatrisant, à condition bien évidemment que les propriétés et réactivités de chaque phase soient connues.

A partir de la géométrie des couches matricielles et des conditions environnementales (incluant l'humidité), le modèle permet d'estimer l'évolution du profil géométrique de la paroi de la fissure, le temps nécessaire à l'établissement de la cicatrisation, l'évolution du profil d'oxygène au sein de la fissure ainsi que la quantité d'oxygène atteignant le front de fissure. De plus, de manière à pouvoir réduire la finesse du maillage afin de pouvoir considérer des pièces de plus grandes dimensions et des temps plus longs, un matériau moyenné équivalent a été introduit. Ce modèle est décrit en détail dans un article paru dans *Oxidation of Metals* [Simon2017_Oxid], et les principaux éléments sont présentés dans cette partie.

1.1. DEVELOPPEMENT DU MODELE D'OXYDATION-VOLATILISATION

Le travail mené lors de cette thèse a consisté à adapter et développer un modèle existant d'oxydation sous atmosphère sèche uniquement (décrit dans [Rebillat2006]) afin de prendre en compte les effets de l'humidité et la volatilisation de l'oxyde. Les éléments majeurs constituant le modèle sous atmosphère sèche seront d'abord résumés, avant de décrire les adaptations menées en vue de représenter les effets d'une atmosphère humide.

1.1.1. Oxydation sous atmosphère sèche

La géométrie du matériau (nombre, épaisseur et nature des couches, largeur et longueur de fissure) peut être facilement modifiée dans le programme. Un composite composé d'une matrice à 5 couches, de 4 µm d'épaisseur chacune, formées de SiC et de B_4C (Figure IV.1), de fibres Nicalon et d'une interphase en pyrocarbone, sera choisi comme exemple par la suite, par analogie avec le Cerasep A40C. L'environnement figure également comme une donnée d'entrée du programme, notamment la température, $P(O_2)$, $P(H_2O)$, P_{tot} et la vitesse des gaz.

En présence d'oxygène, l'oxydation de SiC et B_4C mène à la formation d'oxydes condensés SiO_2 et B_2O_3. Pour chaque pas de temps, la quantité locale d'oxygène consommée par la paroi de la fissure (dépendant de la réactivité du constituant local) est calculée en prenant en compte les régimes de Fick et Knudsen. L'épaisseur de la couche d'oxyde liée à l'oxydation du constituant local est également calculée. Ces données sont obtenues par la résolution de l'équation différentielle non-linéaire suivante, par une approche éléments finis (où toutes les variables sont listées dans le Tableau IV.1) :

$$\frac{d}{dz}\left[\frac{-D_{eff}(z)e(z)}{1-(1-n_{gas}/n_{O_2})X_0}\frac{dC(z)}{dz}\right]+\frac{n_{O_2}}{n_{ox}}\frac{\rho_{ox}}{M_{ox}}\frac{K_{pi}}{\delta(z)}\left(\frac{C(z)}{C_r}\right)^{Np}=0 \qquad \text{(IV.1)}$$

Les conditions aux limites en front de fissure sont fournies par la consommation de l'oxygène par l'interphase, de manière similaire à celles proposées par Filipuzzi [Filipuzzi1991].

L'épaisseur d'oxyde est donnée par une loi parabolique. Cette formation est fortement activée jusqu'à ce que la fissure soit considérée comme cicatrisée par un « bouchon » d'oxyde. Dans le cas du matériau considéré ici, B_2O_3 se forme beaucoup plus rapidement que SiO_2 à cause de sa constante parabolique de formation par oxydation du B_4C plus élevée. Au-delà de 450°C, l'oxyde B_2O_3 est fluide et a donc tendance à s'écouler le long de la paroi de la fissure. Ce comportement est pris en compte en uniformisant régulièrement la couche d'oxyde contribuant à la cicatrisation (Figure IV.1).

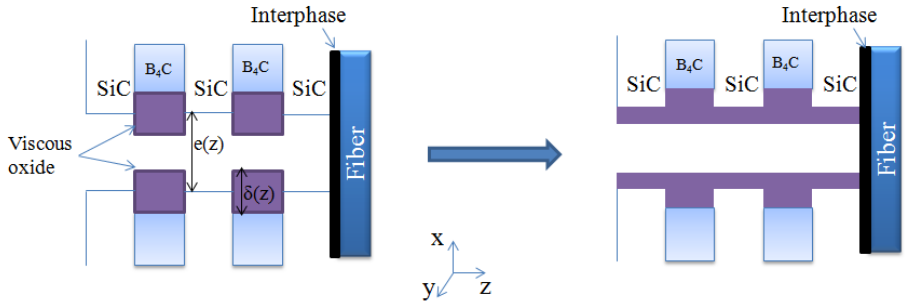

Figure IV.1 – Ecoulement à intervalles de temps réguliers de l'oxyde visqueux le long de la surface de la fissure [Simon2017_Oxid]

Lorsque la fissure est cicatrisée, la diffusion de l'oxygène s'effectue au sein de l'oxyde visqueux et non plus dans l'air, ce qui provoque une chute du coefficient de diffusion. Le programme continue à calculer l'évolution du profil d'oxygène de manière à estimer le temps à partir duquel l'oxygène atteint de nouveau l'interphase après avoir diffusé tout au long de la fissure lorsque sa consommation par réaction avec les parois devient moindre.

1.1.2. Introduction des effets de l'humidité

L'oxyde cicatrisant peut se volatiliser en présence d'humidité. En effet, B_2O_3 réagit avec H_2O pour former des espèces gazeuses telles que H_3BO_3, $H_3B_3O_6$ et HBO_2 (dénommées par la suite HxByOz). La pression partielle P_i de chacune de ces trois espèces est liée à la pression d'eau par son énergie d'activation associée Ea_i, son ordre partiel N_i, et sa constante linéaire K_i. La pression totale d'espèces HxByOz est la somme de chaque pression partielle P_i pondérée par n_i, la quantité de B_2O_3 à l'origine de chaque mole d'espèce gazeuse produite:

$$P_{HxByOz} = \sum_{i=1}^{3} n_i P_i = \sum_{i=1}^{3} n_i \; K_i \; exp(-Ea_i / RT) \; P(H_2O)^{Ni} \qquad \text{(IV.2)}$$

La formation d'hydroxydes étant considérée comme globalement uniforme le long de la fissure, le flux convectif à travers l'ouverture de la fissure est bien plus faible que le flux diffusif [Garitte2007]. L'étape limitante est de ce fait l'évacuation des espèces HxByOz hors de la fissure.

La vitesse de volatilisation V_v de l'oxyde B_2O_3 dépend de l'ouverture maximale de la fissure e_0, de la température T, de la pression d'espèces HxByOz et de la vitesse des gaz.

$$V_v(mol/s) = e_0 L_f v_{hotgas} \sum P_{HxByOz} \frac{1}{RT} \qquad \text{(IV.3)}$$

A chaque pas de temps, l'épaisseur locale d'oxyde généré est calculée, et son possible écoulement pris en compte. La vitesse de volatilisation est ensuite calculée et l'épaisseur volatilisée correspondante est soustraite. Ce processus est décrit schématiquement sur la Figure IV.2 : au pas de temps t, la couche de B_4C a fourni une épaisseur $\delta(t)$ d'oxyde. L'épaisseur volatilisée durant une durée dt est alors calculée et soustraite, menant à une épaisseur d'oxyde intermédiaire $\delta'(t)$, et abaissant la position de la surface (la formation et la volatilisation peuvent être ici considérées successivement, car le pas de temps dt est suffisamment petit). Au pas de temps suivant, l'épaisseur d'oxyde formé est calculée de nouveau. La nouvelle position de surface dépend de l'épaisseur d'oxyde formé multipliée par un coefficient d'expansion volumique α (rapport des volumes molaires de B_2O_3 et B_4C). Il est à noter que la position de B_4C par rapport à la paroi initiale de la fissure diminue durant ce processus, cette situation particulière menant à une récession du B_4C.

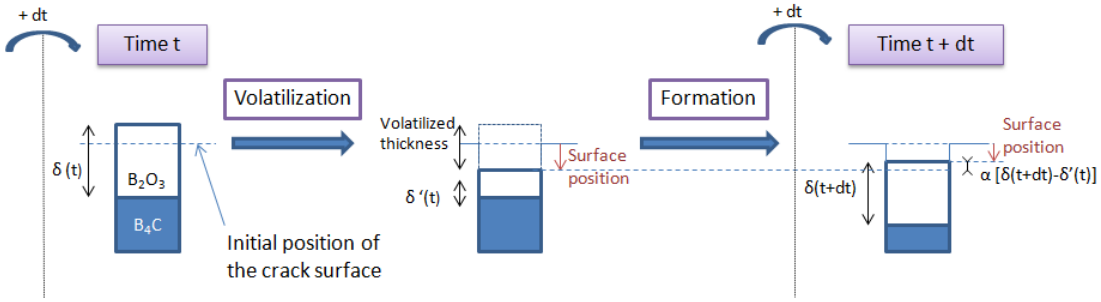

Figure IV.2 – Exemple de l'évolution de l'épaisseur d'oxyde durant une étape de volatilisation d'oxyde et une étape de formation d'oxyde [Simon2017_Oxid]

La résolution de ce modèle nécessite un maillage comportant plusieurs nœuds le long de la surface réactive pour chaque constituant afin d'obtenir une bonne précision, ce qui est difficilement transposable à de grandes durées et dimensions. C'est pour cela qu'un concept de matériau moyenné équivalent a été développé, en considérant un matériau uniforme défini par les fractions volumiques de chaque constituant. Son comportement à l'oxydation est similaire à celui du matériau réel sans nécessiter une grande finesse de maillage, ce qui permet d'obtenir des estimations de résultats pour des temps plus longs et des dimensions plus importantes de fissures à travers le composite.

Les détails de la définition de ce matériau moyenné sont disponibles dans [Simon2017_Oxid]. Dans le cas d'une interphase carbonée, la fraction volumique de carbone X_{carb} est estimée et considérée

comme répartie uniformément dans le matériau (telle la vue globale d'un toron). L'équation différentielle (IV.1) est adaptée de manière à prendre en compte la contribution de chaque constituant pondérée par sa fraction volumique. Pour chaque pas de temps et chaque position *z* le long de la fissure, la concentration en oxygène peut être estimée, et donne ainsi accès, via les constantes de réactivité du carbone, à la longueur d'interphase consommée.

Le matériau moyenné permet ainsi d'estimer l'évolution du profil de consommation d'interphase le long de la fissure.

Tableau IV.1 – Liste des variables utilisées dans la Section IV.1.

$e(z)$	Ouverture de fissure (m)	n_{gas}/n_{O2}	Ratio du nombre de moles de gaz généré sur celles d'oxygène consommé
$\delta(z)$	Epaisseur de la couche d'oxyde à la profondeur z (m)	n_{O2}/n_{ox}	Ratio du nombre de moles d'oxygène consommé sur celles d'oxyde généré
D_{eff}	Coefficient de diffusion effectif ($m^2.s^{-1}$)	V_v	Vitesse de volatilisation (mol/s)
X_0	Fraction molaire d'oxygène	e_0	Ouverture maximale de la fissure (m)
C_r	Concentration d'oxygène de référence ($mol.m^{-3}$)	Lf	Longueur de la fissure sur la surface extérieure (direction *y* sur la Fig. 1)
Np_i	Ordre partiel par rapport à l'oxygène pour le constituant *i*	$v_{hot\ gas}$	Vitesse des gaz en zone chaude (m/s)
ρ_{ox}	Densité de l'oxyde généré localement ($g.m^{-3}$)	X_i	Fraction volumique du constituant *i*
M_{ox}	Masse molaire de l'oxyde généré localement ($g.mol^{-1}$)	Kp_i	Constante parabolique pour le constituant *i* ($m^2.s^{-1}$)

1.2. RESULTATS ET ANALYSES

1.2.1. Application à un composite avec une matrice de 5 couches de SiC et de B_4C sous atmosphère humide

Le modèle représentant les effets de l'humidité a été appliqué à un matériau composé de cinq couches de SiC et B_4C de 4 µm d'épaisseur, comportant une fissure de 2 µm d'ouverture. Le profil de la paroi de fissure est présenté sur la Figure IV.3 après 1 s et 50 s d'exposition sous T = 900°C et $P(H_2O)$ = 10 kPa.

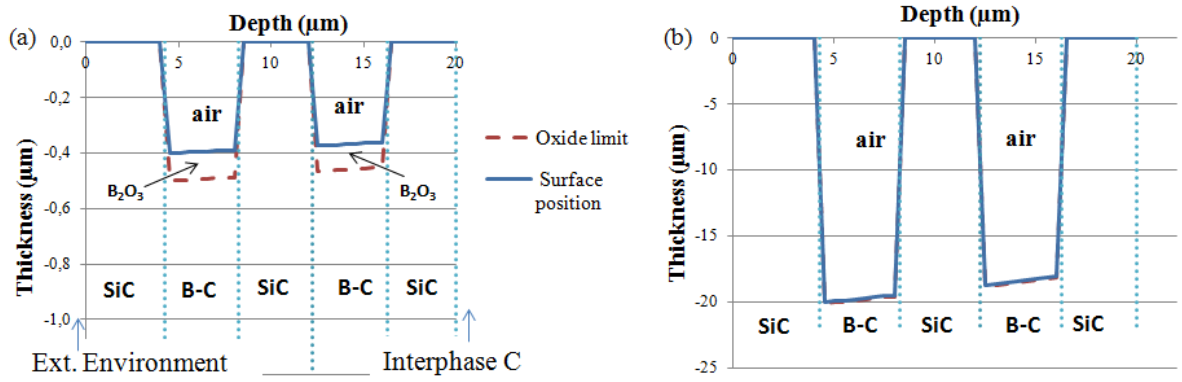

Figure IV.3 –Profil d'épaisseur le long d'une fissure au sein d'un composite à matrice composée de 5 couches (géométrie similaire à Figure IV.1). P_{tot} = 10^5 Pa, $P(O_2)$=2.10^4 Pa, $P(H_2O)$=10 kPa, T = 900°C, vitesse de gaz: 1m/s (zone froide), et *(a)* t = 1 s à *(b)* t = 50 s [Simon2017_Oxid].

Comme les couches de SiC sont beaucoup moins réactives que les couches de B_4C, ces dernières sont consommées beaucoup plus rapidement, menant à un profil non uniforme tel que sur la Figure IV.3a.

Après 1 s, une fine couche d'oxyde est présente à la surface du B_4C. Après 50 s (Figure IV.3b), la surface des couches de B_4C a subi une récession de 20 µm, et l'oxyde n'a pas évolué (en quantité extrêmement faible) à la surface. En effet, dans de telles conditions sévères, l'oxyde créé est immédiatement volatilisé, menant à une récession des couches de B_4C. Pour des temps plus longs et dans un matériau réel, la formation de borosilicate, plus stable, pourrait contribuer à une limitation partielle de cette récession (l'accélération de l'oxydation de SiC en présence de B_2O_3 n'est pas prise en compte).

Le comportement du matériau est différent dans le cas de pressions partielles d'eau plus faibles. Le même calcul a ainsi été effectué en atmosphère sèche. Dans cette condition, l'oxyde ne se volatilise pas et la fissure cicatrise dans un temps de 104 secondes (pour une épaisseur de B_4C consommée très faible, inférieure à 1 µm). La position de la paroi de la fissure est présentée sur la Figure IV.4a, avec de faibles oscillations dues à l'écoulement périodique de l'oxyde. L'évolution de la surface est parabolique, jusqu'à atteindre 1 µm (la demi-ouverture de fissure, par symétrie) après 102s.

Lorsque $P(H_2O)$ augmente, la partie de l'oxyde qui se volatilise croît, et la durée nécessaire pour cicatriser augmente. Cependant, lorsque la pression partielle d'eau atteint 3 kPa, un changement net de comportement a lieu : la capacité de cicatrisation maximum dans ces conditions est légèrement inférieure à la demi-ouverture de fissure, et la phase de récession du B_4C est alors atteinte (comportement typique parabolique linéaire [Tedmon1966]). La fissure ne peut donc pas être cicatrisée pour des pressions partielles d'eau supérieures à 3 kPa (toutes autres conditions demeurant identiques).

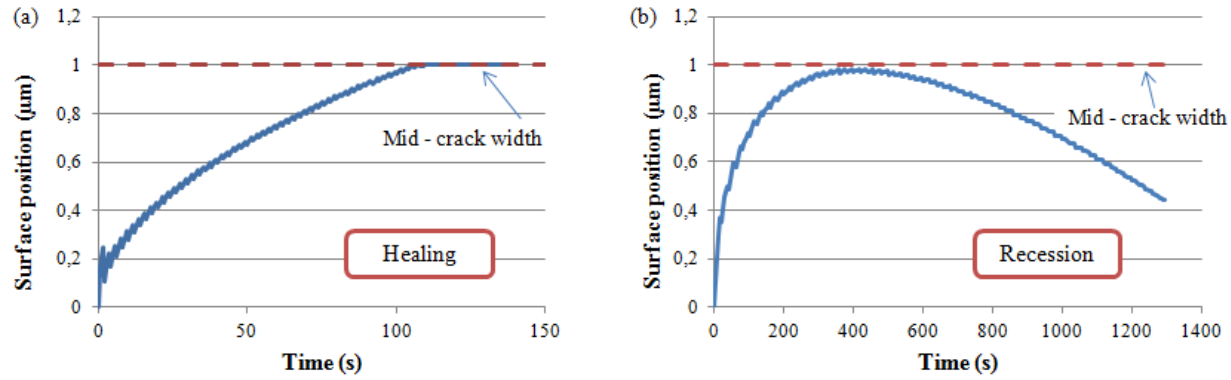

Figure IV.4 – Evolution de la position de la surface de la fissure P_{tot} = 10^5 Pa, $P(O_2)$=2.10^4 Pa, T = 900°C, vitesse de gaz: 1 m/s (zone froide), avec *(a)* $P(H_2O)$ = 0 et *(b)* $P(H_2O)$ = 3 kPa [Simon2017_Oxid]

Le modèle reproduit correctement les comportements en conditions de récession ou de cicatrisation typiques de la compétition entre volatilisation et formation. De telles évolutions de surface correspondent bien à des observations expérimentales sur des fissures modèles dans des composites auto-cicatrisants [Rebillat2010].

1.2.2. Application du modèle de matériau moyenné

Afin de valider cette approche globale, la même géométrie d'un matériau dit de référence a été considérée : cinq couches de SiC et B_4C de 4 µm d'épaisseur, comportant une fissure de 2 µm d'ouverture. Le comportement du matériau moyenné associé (59.5% de SiC, 39.5% de B_4C et 1% de carbone) a été comparé à celui du matériau de référence sous des pressions partielles d'eau variées

[Simon2017_Oxid]. Il apparaît que le même type de comportement (cicatrisation ou récession) est obtenu, et que les valeurs numériques de temps avant cicatrisation et de position de la surface sont assez proches compte tenu des simplifications opérées.

Une fois la correspondance établie entre les deux modèles pour une fissure de faible profondeur (20 µm) et des temps courts, il est possible d'utiliser la version moyennée sur une fissure plus profonde (1 mm) et des temps plus longs (avec bien sûr un maillage moins fin). Les calculs ont été menés sur ce matériau moyenné avec $P(H_2O)$ = 10 kPa et T = 900°C, et une ouverture de fissure très faible de 2 µm. La fissure étant rapidement cicatrisée, il est intéressant d'analyser la diffusion de l'oxygène au sein de l'oxyde cicatrisant ainsi que la longueur locale d'interphase carbonée consommée après différentes durées d'oxydation.

En effet, l'oxygène diffuse lentement au sein de l'oxyde liquide, et attaque les interphases les plus proches de l'entrée de la fissure. Après 100 h, les interphases sont oxydées sur les premiers 5 µm de matériau, ce qui n'est pas gênant car en réalité l'interphase n'est pas présente si près de la surface. Après 1000 h, les interphases sont consommées sur 8 µm. Enfin, un dernier calcul a été effectué après 20 000 h, ce qui est plus représentatif des durées de service. Il est estimé que les interphases sont complètement consommées sur 14 µm à partir de la surface du matériau. Sur matériau réel, le premier tissu en surface présenterait une perte notable des propriétés mécaniques.

Ce type d'estimation pourrait être très utile pour évaluer les durées de vie de matériaux multi-constituants dans des conditions environnementales variées et sur de longues durées.

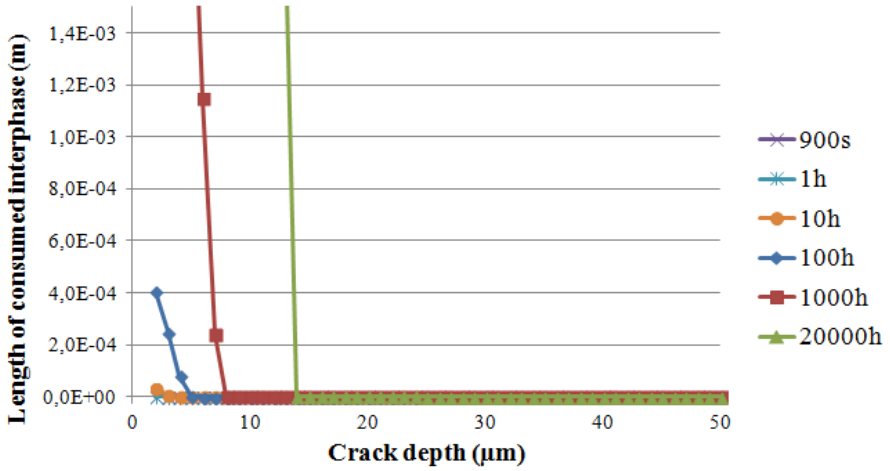

Figure IV.5 – Evolution du profil de consommation d'interphase carbonée le long d'une fissure cicatrisée de 1 mm de profondeur et de 2 µm d'ouverture, $P_{tot} = 10^5$ Pa, $P(O_2) = 2.10^4$ Pa, $P(H_2O) = 10^3$ Pa, T = 900°C, vitesse de gaz: 1 m/s (zone froide) [Simon2017_Oxid]

Une perspective d'amélioration de ce modèle est l'introduction des effets d'un oxyde borosilicaté. En effet, l'enrichissement en silice de l'oxyde de bore augmente sa stabilité thermo-chimique, et entraîne une diminution du coefficient de diffusion de l'oxygène. En outre, les longueurs d'oxydation des interphases pourraient être limitées latéralement en accord avec le pas de fissuration. L'ouverture des fissures pourra également être reliée à une contrainte mécanique afin de coupler les effets de l'oxydation à l'endommagement mécanique (ce couplage impose de pouvoir définir une ouverture de fissure moyenne, ce qui n'est pas trivial). Ce modèle pourrait également être utilisé afin d'exploiter quantitativement certaines évolutions de résistance électrique.

2. MODELISATION DE L'EFFET DE L'ENDOMMAGEMENT SUR LA RESISTANCE ELECTRIQUE DU MATERIAU

2.1. A TEMPERATURE AMBIANTE

Un modèle électro-mécanique a été développé au cours de cette thèse, reliant la résistance électrique à la déformation et à plusieurs paramètres micro-mécaniques d'endommagement (densités de fissuration et de décohésion), afin de déterminer les informations qu'il est possible d'obtenir sur les liens entre endommagement et augmentation de résistance,. Ce modèle a fait l'objet d'une publication dans *Acta Materialia* [Simon2017_Acta1], dont les principaux raisonnements et résultats sont présentés dans cette partie.

2.1.1. Résultats expérimentaux

Trois éprouvettes ont été testées en traction jusqu'à rupture à température ambiante selon les méthodes expérimentales décrites dans le **Chapitre II**. Les éprouvettes A & B ont été soumises à des tractions cyclées avec des cycles de décharge/recharge interposés tous les 0,1% de déformation (à l'exception d'un premier cycle à 0,05%), alors que l'éprouvette C a subi une traction monotone.

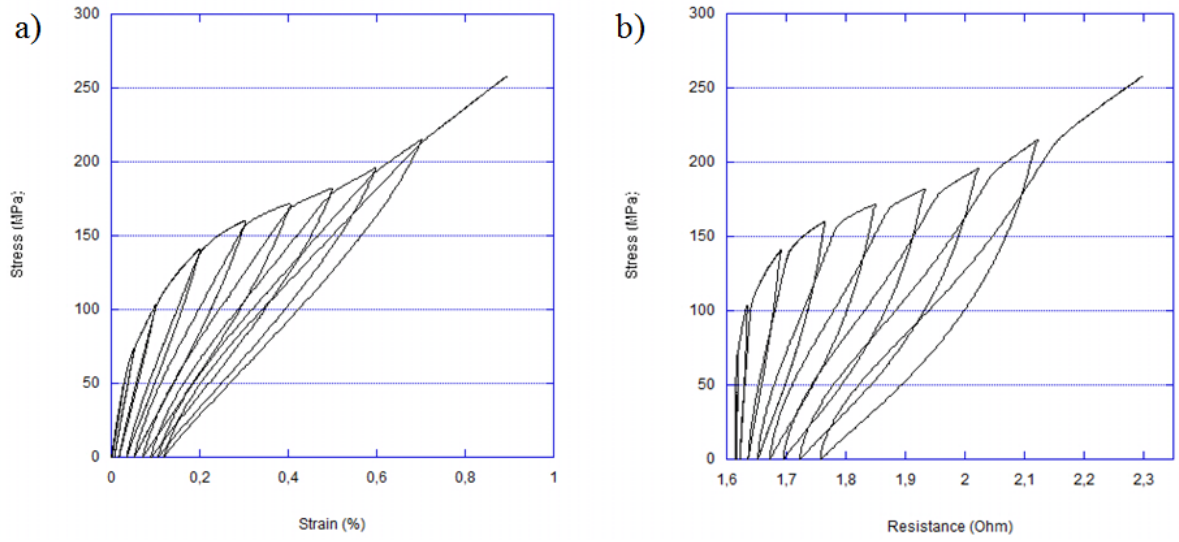

Figure IV.6- a) Comportement mécanique contrainte/déformation lors d'un essai de traction et b) comportement contrainte/résistance lors du même essai de traction (éprouvette A)

Le comportement mécanique du matériau en traction cyclée à température (éprouvette A) et l'évolution de la résistance électrique en fonction de la contrainte imposée sont présentées sur la Figure IV.6. La résistance de l'éprouvette testée, qui était initialement de 1,615 Ω ± 0,5 mΩ (soit une résistivité de 0,91 Ω.mm), a atteint 2,297 Ω juste avant la rupture finale (+ 42 %). Si la résistance augmente lorsque la contrainte appliquée augmente, elle diminue néanmoins lors des décharges. On remarque également la présence de résistances résiduelles: à charge nulle, la résistance ne revient pas à sa valeur initiale. L'établissement de ce décalage traduit la présence d'endommagements permanents, et son suivi pourrait être utile dans des applications de type maintenance.

Pour des contraintes assez faibles, la résistance est identique à même contrainte lors de la décharge et de la recharge. En revanche, lorsque les contraintes augmentent, des boucles d'hystérésis apparaissent, liées aux frottements aux interfaces déliées du matériau. Lorsque la contrainte de début de décharge est atteinte à nouveau, la résistance est plus élevée qu'elle ne l'était avant la boucle, ce qui traduit une modification des contacts électriques prenant place durant le cycle de charge/décharge.

Cet essai a été répété avec une reproducibilité de bonne qualité à la fois en contrainte/déformation et en contrainte / résistance, comme en atteste la Figure IV.7. Pour la traction monotone (éprouvette C), l'augmentation de résistance est légèrement moins importante, car les cycles de décharge/recharge n'y contribuent pas comme pour les éprouvettes A et B. Ce décalage confirme encore l'extrême sensibilité de cette méthode pour suivre de très faibles endommagements le long des surfaces frottantes (même liés à un unique cycle de charge/décharge) alors que les courbes contrainte/déformation sont presque identiques en traction monotone ou cyclée.

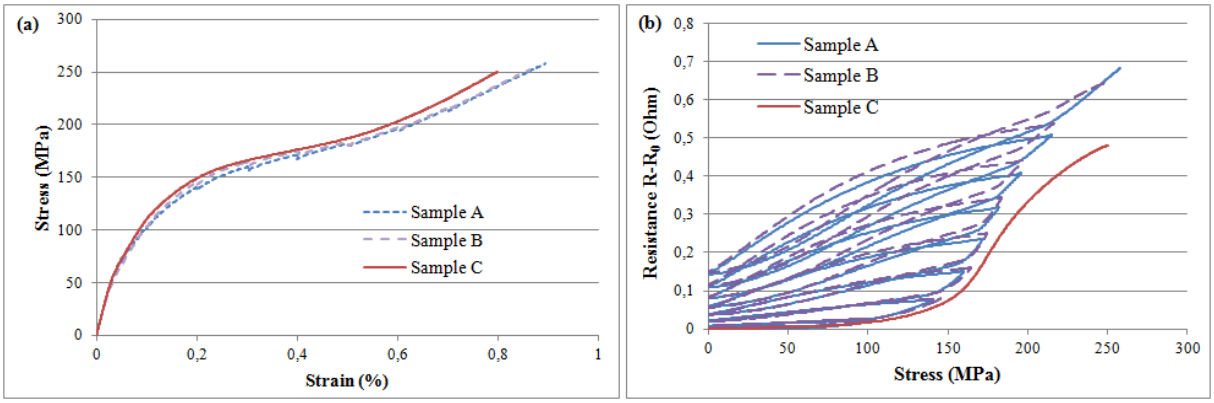

Figure IV.7 - (a) Comportement mécanique lors des 3 essais de traction effectués (cycles de décharge/recharge non présentés pour les spécimens A & B) et (b) comportement contrainte/résistance lors de ces 3 essais de traction [Simon2017_Acta1].

2.1.2. Développement du modèle électro-mécanique

Une première analyse des liens entre endommagement et résistance électrique a conduit à l'hypothèse suivante : la résistance électrique du composite est liée à la fois à la densité de fissuration matricielle et à l'ouverture de ces fissures. En effet, au début de l'essai de traction, lorsque le composite n'a jamais été soumis à des contraintes supérieures à 100 MPa, la résistance varie très peu avec la contrainte appliquée (+2 % à 100 MPa) : à 70 MPa, très peu de fissures ont été créées dans le matériau et, à 100 MPa, elles restent principalement localisées dans le seal-coat externe et la matrice interfils. Ainsi, les ouvertures de fissures restent très limitées lors de l'application d'une charge, et la résistance varie peu. En revanche, lorsque le matériau a été soumis préalablement à des contraintes élevées, par exemple 200 MPa, le réseau de fissuration est très étendu, la densité de fissuration a augmenté, les interfaces se sont dégradées, et les ouvertures de fissures sont beaucoup plus importantes : entre 0 et 100 MPa, la résistance augmente déjà de 10% (dernière boucle sur la Figure IV.6b, à comparer avec le cycle effectué à 100 MPa maximum).

Cette discussion a été étendue de manière analytique à travers le développement d'un modèle électro-mécanique. Il est tout d'abord indispensable de comprendre où circule préférentiellement le courant au sein du composite à l'architecture complexe. Pour cela, des échantillons des différents

constituants élémentaires du matériau composite ont fait l'objet de mesures de résistance quatre points. Les résultats sont présentés dans le Tableau IV.2.

Tableau IV.2 – Valeurs typiques de résistivité des différents constituants [Simon2017_Acta1]

	Fibres NL207	**Interphase PyC**	**SiC-CVD**
Résistivité (Ω.m), valeurs mesurées	9	$1{,}5 \times 10^{-5}$	0,3
Résistivité (Ω.m), littérature	10 [Snead2008]	$3{,}3 \times 10^{-5}$ [Katoh2006] $4{,}5 \times 10^{-5}$ [Graham2010]	0,1 [Katoh2006]
Surface typique dans le composite relativement à la surface de PyC (unité arbitraire)	20	1	20
R/R(PyC) (ordre de grandeur)	10^4	1	10^3

En prenant en compte les différentes sections typiques de chaque constituant dans le composite, il apparaît que l'interphase en pyrocarbone présente une résistivité bien plus faible que les autres constituants (de trois ordres de grandeur) alors que sa section est 20 fois inférieure. Ainsi, la majorité du courant transite par les interphases des fibres longitudinales.

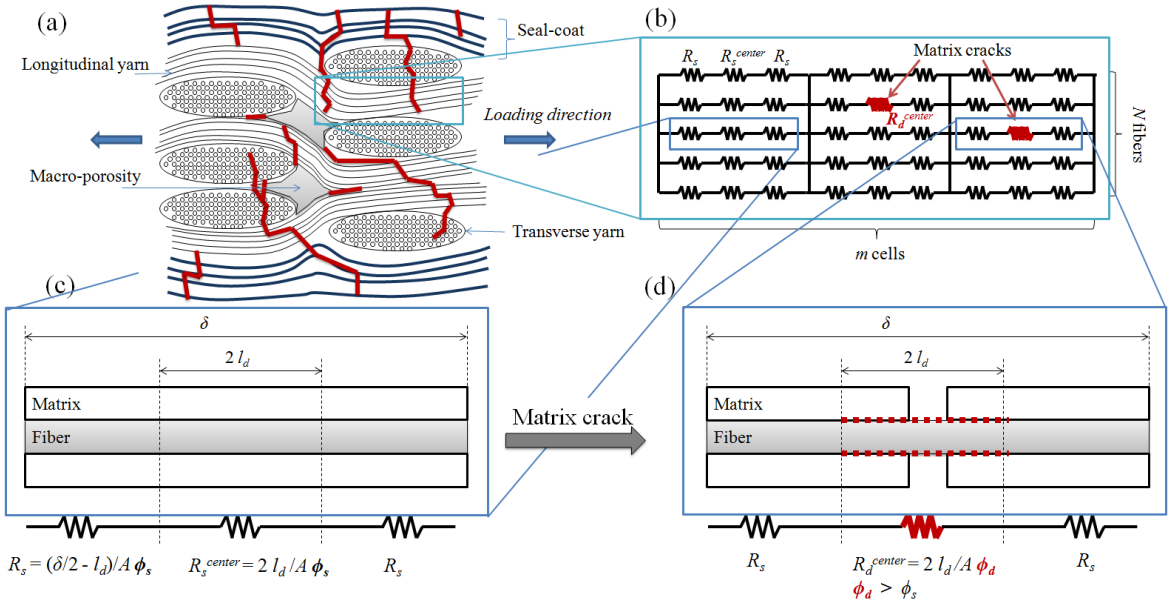

Figure IV.8 – Représentations schématiques (a) du matériau SiC/SiC endommagé à environ 0,5% de déformation, avec de la fissuration dans le seal-coat, dans la matrice interfils, dans les fils transverses et dans les fils longitudinaux, (b) d'un réseau électrique de cellules en parallèle et en série représentant le composite, avec la présence de quelques fissures, (c) d'une cellule saine à l'état initial et (d) d'une cellule après fissuration matricielle, avec des décohésions aux interfaces et une interphase endommagée (d'après [Simon2017_Acta1]).

A partir de ce résultat, un modèle a été construit en représentant les fils longitudinaux par un réseau de résistances électriques comportant des cellules saines et des cellules endommagées présentant une fissure matricielle (Figure IV.8). Les cellules saines sont affectées d'une résistivité ϕ_s uniforme, alors que les cellules comportant une fissure présentent une résistivité ϕ_d supérieure à ϕ_s le long de la zone de décohésion (de longueur 2 l_d). L'influence de la densité de fissuration est évaluée en faisant évoluer le nombre de cellules fissurées dans ce réseau.

Le calcul de la résistance globale de ce réseau de résistances élémentaires (détaillé dans [Simon2017_Acta1]) permet d'obtenir l'équation suivante mettant en jeu la déformation ε, la densité de fissuration ρ_c, la densité de décohésion L_d, et deux coefficients K et α (α étant lié aux propriétés piézo-résistives du pyrocarbone en traction, et $K = 2(\phi_d - \phi_s)/\phi_s$).

$$\frac{\Delta R(\varepsilon)}{R_0} = (1 + \alpha\varepsilon)[K.L_d(\varepsilon).\rho_c(\varepsilon) + 1] - 1 \qquad \text{(IV.4)}$$

La densité de décohésion L_d est définie par le rapport $L_d = l_d/\delta$ où l_d est la longueur de décohésion et δ est la distance entre deux fissures matricielles (ou pas de fissuration). Ainsi, L_d devient égale à 1 lorsque toutes les interfaces fibres/matrices des fils longitudinaux sont affectées par la décohésion.

Afin d'évaluer la représentativité de ce modèle électro-mécanique, les densités de fissuration ρ_c et de décohésion L_d ont été estimées à partir de la forme des boucles d'hystérésis en contrainte/déformation d'après les équations d'Hutchinson [Hutchinson1990, He1994, Domergue1995], avec une méthodologie décrite dans [Simon2017_Acta1]. En effet, dans le cas présent de *Large debonding energy* (LDE) [Evans1994], les cycles de décharge/recharge en contrainte/déformation présentent deux phases : une évolution parabolique (au début de la recharge ou de la décharge) puis linéaire (fin de la recharge ou de la décharge), comme expliqué dans le paragraphe II.2.2.2. Le cycle idéal étant symétrique, trois paramètres seulement suffisent à décrire sa forme, par exemple *E**, *Ep* et *L* qui peuvent être mesurés sur les cycles expérimentaux (Figure II.10). *E** est un module élastique, *i.e.* la dérivée de la courbe contrainte/déformation au début de la phase parabolique (décrivant le comportement élastique du composite endommagé), *Ep* est la dérivée de cette courbe dans la phase linéaire (décrivant le comportement linéaire qu'aurait le composite durant la décharge si τ était nul) et *L* est la moitié de la dérivée seconde durant la phase parabolique (décrivant les effets de friction aux interfaces).

Les équations d'Hutchinson citées dans [Simon2017_Acta1] associent de manière unique chaque triplet de paramètres (*E**, *Ep*, *L*) à un autre jeu de trois paramètres : (i) la densité de fissuration matricielle ρ_c, (ii) la densité de décohésion L_d et (iii) la contrainte de cisaillement interfacial τ.

Ainsi, pour chaque cycle de décharge/recharge interposé au cours de l'essai, les paramètres (*E**, *Ep*, *L*) le représentant le mieux sont déterminés, puis les paramètres (ρ_c, L_d ,τ) associés sont calculés pour chaque état d'endommagement à l'aide des équations d'Hutchinson. L'évolution de ces trois derniers paramètres en fonction des déformations maximales auxquelles sont effectués les cycles est alors obtenue, et peut être insérée dans l'équation (IV.4). Les coefficients *K* et α sont alors ajustés de manière à obtenir la meilleure corrélation avec les mesures de résistance expérimentales.

2.1.3. Validation du modèle

Dans la mesure où le modèle ne prend pas en compte l'augmentation de résistance liée aux cycles de décharge/recharge, les estimations du modèle ne sont comparées qu'aux augmentations de résistance enregistrées à déformation maximale. Autrement dit, les augmentations liées aux cycles interposés sont soustraites. Les évolutions de résistance résultantes sont présentées en pointillés sur la Figure IV.9. Il apparaît que ces résistances recalculées correspondent quasiment parfaitement avec

celles obtenues lors de l'essai en traction monotone. Ainsi, les augmentations de résistance lorsque la déformation appliquée est maximale sont très proches pour les trois éprouvettes testées.

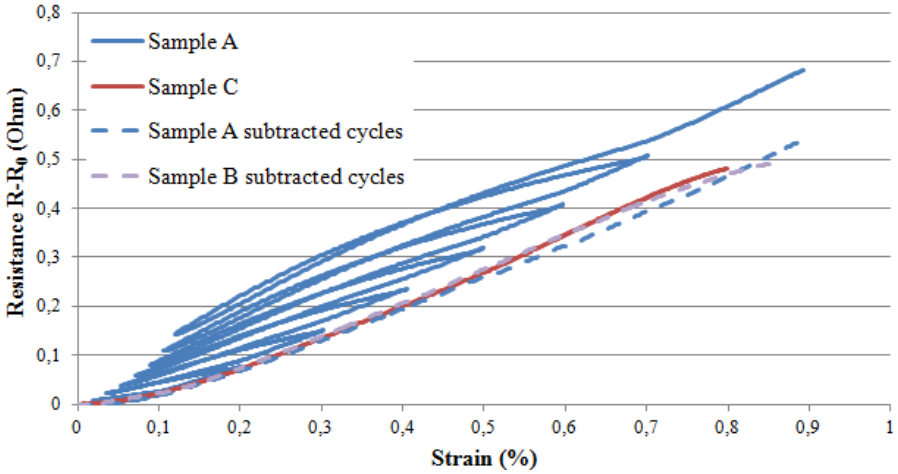

Figure IV.9 – Evolution de résistance en fonction de la déformation pour les éprouvettes A et C (traits pleins). Les évolutions de résistance pour les éprouvettes A et B avec soustraction des cycles sont présentées en pointillés [Simon2017_Acta1].

Les valeurs (ρ_C, L_d ,τ) ont permis d'estimer une évolution de résistance en fonction de la déformation à partir de l'équation (IV.4) qui correspond très bien aux valeurs mesurées expérimentalement (avec soustraction des augmentations liées aux cycles, et en utilisant un unique jeu de constantes K et α indépendantes de ε ou σ, Figure IV.10). Le taux assez faible d'augmentation initiale est correctement transcrit, ainsi que l'augmentation de ce taux jusqu'à atteindre une phase quasiment linéaire à partir de 0,3% de déformation. La même démarche peut être appliquée avec autant de succès aux déformations et résistances résiduelles (Figure IV.10b), en conservant la valeur de α intrinsèque à la nature des interphases, mais en adaptant K qui dépend de la résistivité de la zone endommagée.

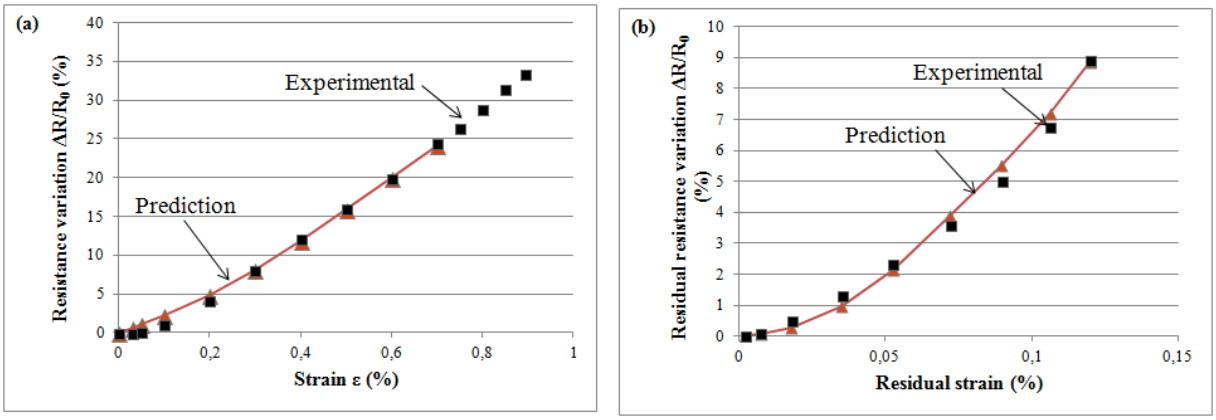

Figure IV.10 – Evolutions de résistance en fonction de la déformation, expérimentales et estimées par le modèle, concernant l'éprouvette A pour (a) les résistances maximales (α = 10, K = 0,75) et (b) les résistances résiduelles (α = 10, K = 0,35) [Simon2017_Acta1].

Ainsi, l'évolution des paramètres micro-mécaniques mesurés lors d'une traction cyclée permet d'obtenir, via l'équation établie par le modèle, l'évolution de résistance en fonction de la déformation, sans toutefois prendre en compte l'effet des cycles de décharge/recharge. Il a été établi que la résistance électrique de ce CMC est fonction de la densité de fissuration matricielle, de l'état de décohésion des interfaces fibres/matrice et de la déformation. Une évolution des constantes K et

α en fonction des conditions de test pourrait être reliée à des processus différents d'endommagement des interfaces.

Cette analyse du comportement électro-mécanique du composite à température ambiante confirme l'intérêt du suivi par résistance électrique lors d'essais de vieillissement thermo-mécanique. En effet, l'usure des interphases par friction et oxydation lors des essais de fatigue à haute température augmente sensiblement les décohésions dans le matériau, ce qui devrait, d'après le modèle mis en place, mener à des augmentations de résistance.

2.2. SOUS CONDITIONS OXYDANTES

Plusieurs essais ont été menés à 450°C (induisant l'oxydation des interphases sans auto-cicatrisation efficace) sous différentes atmosphères et sollicitations mécaniques. Ils permettent, entre autres, d'évaluer l'intérêt du suivi par mesure de résistance électrique sous atmosphère oxydante. Un modèle a été développé pour rendre compte de l'évolution globale de résistance et notamment de sa forte dépendance à la pression partielle d'eau dans l'atmosphère. Ces résultats ont fait l'objet d'une seconde publication dans *Acta Materialia* [Simon2017_Acta2].

2.2.1. Résultats expérimentaux

Quatre éprouvettes en Cerasep A40C ont été soumises à des essais thermomécaniques à 450°C. Deux d'entre elles ont été testées sous air ambiant, correspondant à $P(H_2O) \approx 1$ kPa (Instron 8501) en fatigue statique à 100 MPa (éprouvette SA – Statique Ambiant) et en fatigue cyclique à une contrainte maximale de 100 MPa pour une fréquence de 1 Hz (CA – Cyclique Ambiant). Les deux autres éprouvettes ont été testées sous air humide à $P(H_2O) = 10$ kPa (Instron 8861), également en fatigue statique à 100 MPa (éprouvette SM – Statique *Moist*) et en fatigue cyclique à une fréquence de 1 Hz (CM – Cyclique *Moist*). Les augmentations relatives de résistance mesurées en fonction du temps sont présentées sur la Figure IV.11 pour chacun des quatre essais considérés.

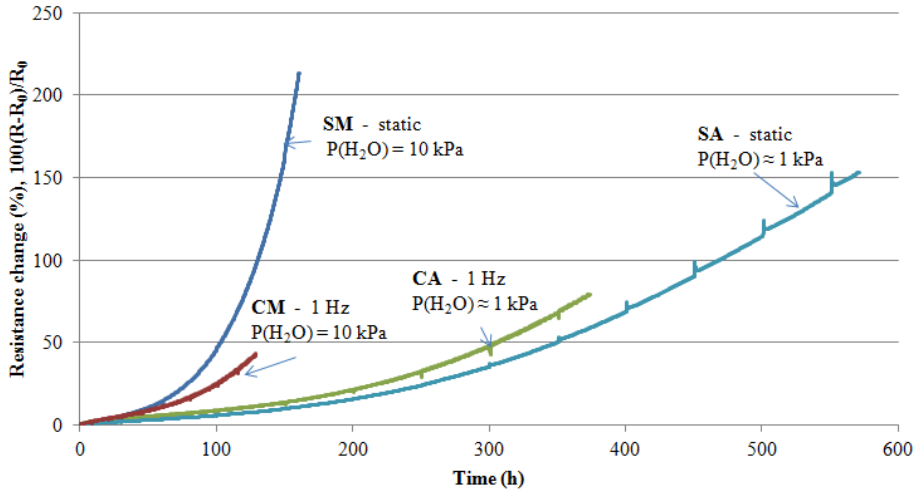

Figure IV.11 – Augmentations relatives de la résistance électrique en fonction du temps lors de 4 essais effectués à 450°C [Simon2017_Acta2].

Il apparaît nettement que les essais effectués sous air humide conduisent à des augmentations de résistance plus rapides et plus importantes que ceux sous air ambiant. De plus, pour chaque essai,

deux phases d'évolution peuvent être distinguées : une première phase linéaire relativement lente, suivie d'une phase d'évolution beaucoup plus rapide.

Comme démontré précédemment, les augmentations de résistance sont liées à la dégradation des interphases. Ceci est confirmé par l'observation au MEB des faciès de rupture met en évidence pour tous ces essais, et notamment les deux essais sous chargement statique, une consommation très nette des interphases, conduisant à la présence d'espaces vides entre fibres et matrice (Figure IV.12).

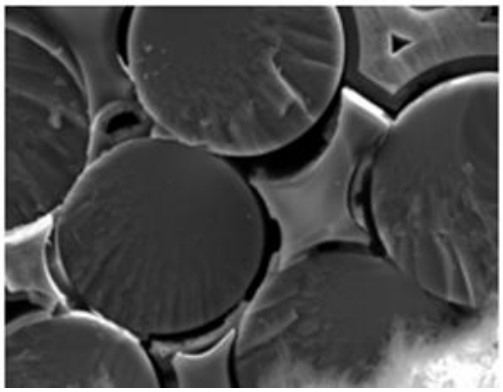

Figure IV.12 - Micrographie MEB d'un faciès de rupture après l'essai statique à 100 MPa et 450°C sous air ambiant (rupture à 571 h), avec absence d'interphase entre fibre et matrice [Simon2017_Acta2].

2.2.2. Développement du modèle d'évolution globale de résistance

La construction de ce modèle est décrite en détail dans la publication [Simon2017_Acta2], et les principales étapes sont présentées dans cette partie. L'évolution de résistance semble régie par les mêmes mécanismes lors des différents essais effectués, avec des facteurs de temps et d'amplitude dépendant des conditions d'essai. Pour tenter d'estimer les changements d'évolution de résistance induits par une modification des conditions d'essais, il a été logiquement choisi de se baser sur l'équation (IV.4) déterminée dans la Section IV.2 à température ambiante. Durant les essais de fatigue réalisés dans les conditions décrites, il s'est avéré que les déformations mises en jeu restent assez faibles. De ce fait, l'équation (IV.4) peut être adaptée en (IV.5) par une approximation du premier ordre (A étant un coefficient de proportionnalité).

$$\frac{\Delta R(\varepsilon)}{R_0} = A\, L_d(\varepsilon)\, \rho_c(\varepsilon) \qquad \text{(IV.5)}$$

Il a été montré que la densité de fissuration matricielle est directement liée à l'énergie acoustique cumulée [Morscher1999, Morscher2004]. Or, lors des deux essais réalisés en fatigue statique, il a été constaté que l'énergie acoustique cumulée était quasiment constante à partir de 3 à 5h après le début de l'essai, et ce jusqu'à rupture. Il peut ainsi être considéré que la densité de fissuration matricielle demeure constante après l'endommagement initial (seules les décohésions progressent). L'équation (IV.5) peut alors être réécrite en (IV.6) (avec A' un autre coefficient de proportionnalité).

$$\frac{\Delta R(\varepsilon)}{R_0} = A'\, L_d(\varepsilon) \qquad \text{(IV.6)}$$

L'augmentation de résistance est ainsi directement proportionnelle à l'augmentation de la densité de décohésion, qui doit donc être analysée en détail.

La première phase d'évolution linéaire de résistance peut être associée au développement d'un réseau de micro-fissuration au sein du seal-coat, et à la consommation de faibles quantités de carbone présentes dans ce seal-coat. En effet, l'observation d'une éprouvette soumise à une contrainte de 100 MPa puis déchargée après 2 minutes montre que les fissures n'atteignent pas les fils et restent localisées dans le seal-coat (**Chapitre III.1.2**). La seconde phase d'évolution plus rapide est très probablement liée au moment où les micro-fissures et les espèces oxydantes atteignent les torons, et donc les interphases très sensibles à l'oxydation. En considérant une coupe dans le plan (y,z) d'une micro-fissure, les fibres les plus proches du seal-coat sont oxydées en premier lieu (Figure IV.13). L'oxydation progresse ensuite simultanément (i) vers le cœur du matériau et la prochaine rangée de fibres (direction z) et (ii) le long des fibres déjà atteintes en suivant l'interphase endommagée (direction x). L'oxydation du carbone étant active avec la formation de gaz CO_2, la cinétique de réaction peut être considérée comme linéaire (la limitation par diffusion est négligeable car les cinétiques d'oxydation du carbone sont assez lentes à la température considérée). Cette hypothèse fera dans la partie suivante IV.3.2 l'objet d'une justification à l'aide du modèle d'oxydation présenté dans la partie IV.1.

A partir de ces hypothèses, il est possible d'estimer l'augmentation des longueurs cumulées de décohésions en fonction du temps, comme décrit sur la Figure IV.13. En effet, le temps nécessaire pour oxyder la rangée suivante de fibres peut être considéré comme constant (t_{ox}) dans les conditions d'oxydation active. Ce raisonnement détaillé dans [Simon2017_Acta2] aboutit, après un changement de variable $t = n\ t_{ox}$, à l'expression de longueur de décohésion cumulée suivante.

$$L_d(t) = \frac{Nk}{2t_{ox}} t(t + t_{ox}) \qquad \text{(IV.7)}$$

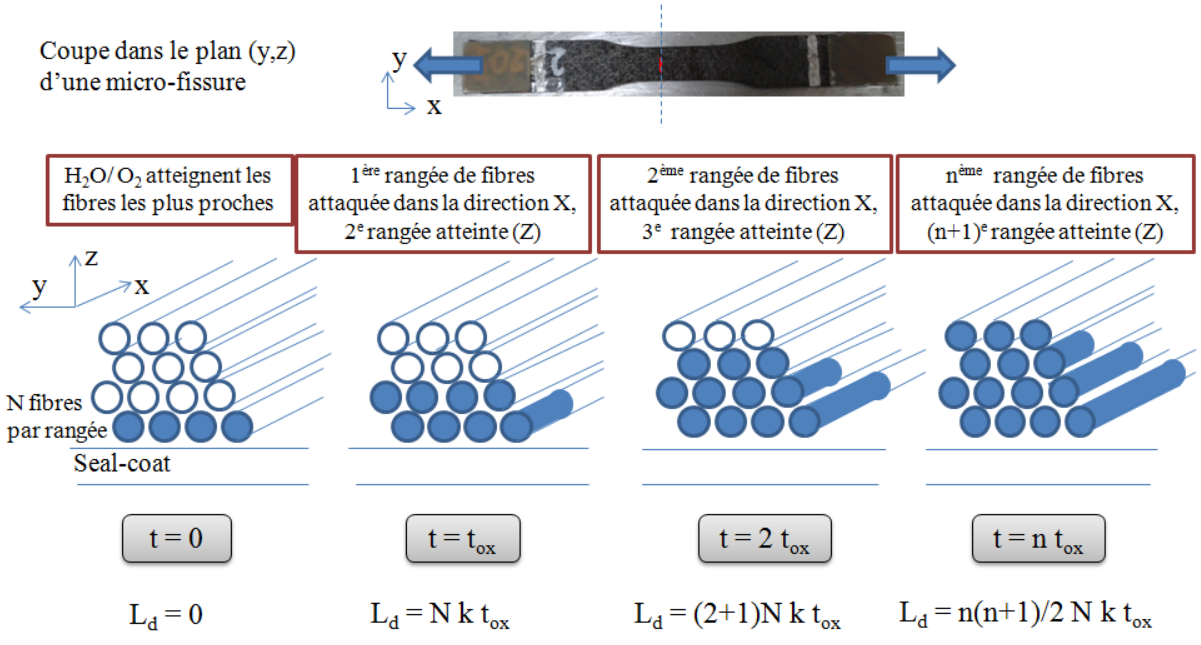

Figure IV.13 - Evolution schématique de l'oxydation dans une coupe transverse, dans le plan d'une micro-fissure (les zones sombres sur les fibres représentent les zones oxydées) [Simon2017_Acta2]

En intégrant l'équation (IV.7) dans le temps, tout en introduisant l'expression de la constante de réaction *k* en fonction des pressions partielles d'espèces oxydantes, et en reportant le tout dans l'équation (IV.6), l'évolution de la résistance électrique de l'éprouvette peut s'exprimer ainsi :

$$\frac{\Delta R(t)}{R_0} = A' \frac{N k_0^2}{2 l_0} P(H_2O)^{2m} P(O_2)^{2p} t(t + t_{ox}) \quad \text{(IV.8)}$$

Cette approche théorique peut être confrontée aux observations expérimentales. En effet, la coupe dans le plan *(y,z)* de l'éprouvette SM (statique sous air humide) présentée sur la Figure IV.14 correspond tout à fait au mécanisme décrit schématiquement sur la Figure IV.13, avec des fibres proches de la surface très fortement oxydées, et une progression de l'endommagement vers le cœur du matériau.

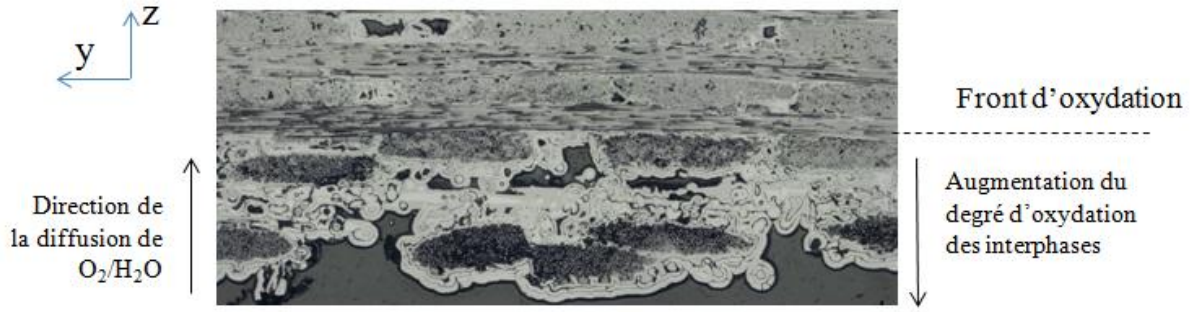

Figure IV.14 - Micrographie d'une coupe dans le plan (y,z) de l'éprouvette ayant subi l'essai statique à 100 MPa et 450°C sous P(H_2O)=10 kPa, rupture à 160 h (surface du bas de l'image: surface de l'éprouvette) [Simon2017_Acta2]

2.2.3. Validation du modèle

Afin de valider ce modèle décrit par l'équation (IV.8), l'augmentation de résistance a été tracée en fonction du carré du temps pour les quatre essais considérés (Figure IV.15). Sur ce graphe, une régression linéaire est également présentée pour la seconde phase d'évolution rapide de chaque essai. En effet, dans la mesure où le temps t_{ox} est faible devant le temps d'essai total, l'équation (IV.8) implique ainsi une augmentation de résistance proportionnelle au carré du temps.

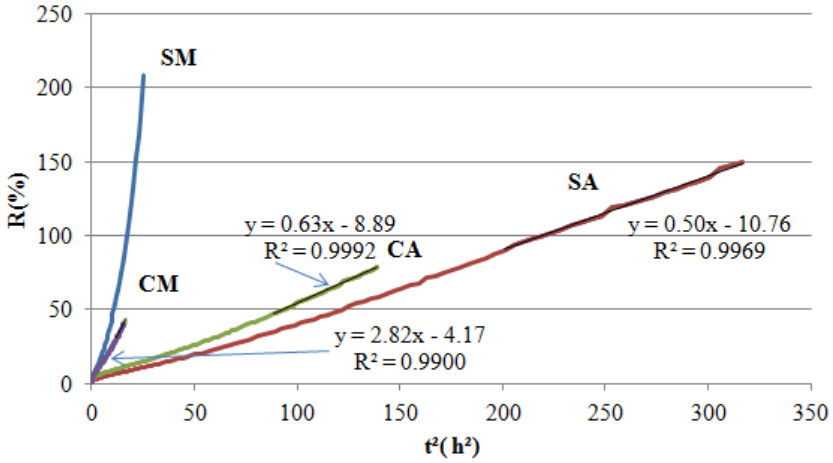

Figure IV.15 - Evolutions de résistance en fonction du carré du temps pour 4 essais, et régressions linéaires associées [Simon2017_Acta2]

Il apparaît ainsi que pour trois de ces essais (CM, CA et SA), une excellente corrélation linéaire est obtenue ($R^2 > 0.99$), ce qui conforte le modèle mis en place. En considérant une unique micro-fissure, la Figure IV.14 pourrait laisser penser que l'augmentation de résistance serait affectée par des

discontinuités au moment du passage d'un toron à l'autre. Cependant, cet effet est moyenné sur le grand nombre de micro-fissures et la variation des positions des torons due au tissage.

Afin d'évaluer quantitativement le modèle, une analyse du coefficient parabolique γ défini par $\Delta R(t) = \gamma t^2 + \delta t + \delta'$ peut être menée (γ est proportionnel à $P(H_2O)^{2m} P(O_2)^{2p}$). Une comparaison est effectuée entre les coefficients γ obtenus lors des essais CM et CA pour lesquels seule la pression partielle d'eau diffère. Comme la pression partielle d'oxygène est identique pour ces deux essais, le rapport des coefficients γ se simplifie ainsi :

$$\frac{\gamma_{CM}}{\gamma_{CA}} = \frac{P(H_2O)_{CM}^{2m}}{P(H_2O)_{CA}^{2m}} = \left(\frac{10\ kPa}{1\ kPa}\right)^{2m} = 10^{2m} \qquad \text{(IV.9)}$$

L'ordre réactif partiel associé à H_2O pour l'oxydation du carbone a été évalué à m=0.31 [Bertran2013] pour des composites similaires. Ainsi, un rapport théorique peut être obtenu :

$$\left(\frac{\gamma_{CM}}{\gamma_{CA}}\right)_{th} = 4.1 \qquad \text{(IV.10)}$$

Ce rapport peut être comparé directement aux coefficients issus des régressions linéaires présentés sur la Figure IV.15.

$$\left(\frac{\gamma_{CM}}{\gamma_{CA}}\right)_{exp} = \frac{2.82}{0.63} = 4.5 \qquad \text{(IV.11)}$$

Les valeurs très proches des rapports théoriques et expérimentaux confortent le modèle mis en place. Concernant l'essai SM (statique sous air humide), l'augmentation de résistance est plutôt en t^3 qu'en t^2, ce qui, dans ces conditions qui sont très critiques pour le matériau, pourrait être associé à la propagation de l'oxydation dans une troisième dimension (Figure IV.16).

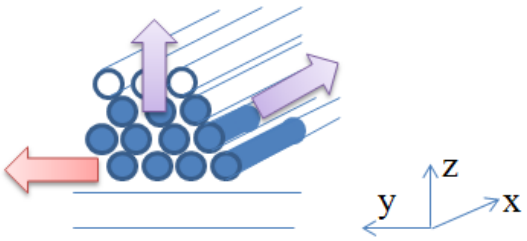

Figure IV.16 - Représentation schématique de l'oxydation dans une troisième direction (x) adaptée à l'éprouvette statique sous 10 kPa de H_2O [Simon2017_Acta2]

La fatigue cyclique conduisant à un endommagement des interfaces déliées, elle peut accroître leur réactivité en augmentant les surfaces réactives (débris) et rendre la progression de l'oxydation plus rectiligne le long des fils déjà déliés. La propagation dans la 3^e direction (y) serait donc négligeable dans ce cas, ce qui confirmerait l'évolution en t^2 lors des essais en fatigue cyclique.

Ce modèle établit clairement le lien entre augmentation de résistance électrique et progression de la dégradation des interphases par oxydation au sein du composite. Il confirme l'intérêt et le fort potentiel de résistance électrique comme méthode de suivi d'endommagement non-destructive en temps réel, en donnant accès à des informations sur l'état des interphases très difficilement accessibles par d'autres biais.

3. APPLICATIONS COMBINANT OXYDATION, ENDOMMAGEMENT MECANIQUE ET RESISTANCE ELECTRIQUE

Dans cette section sont présentés deux exemples d'application du modèle d'oxydation décrit dans la partie IV.1 à des problématiques liées à l'évolution de résistance lors d'essais de fatigue thermo-mécanique.

3.1. EFFICACITE DE L'AUTO-CICATRISATION EN FATIGUE MECANIQUE A DIFFERENTES TEMPERATURES : APPLICATION DU MODELE D'OXYDATION A L'EVOLUTION DE RESISTANCE ELECTRIQUE

Il a été mis en évidence au **Chapitre III.4** que la résistance électrique pourrait servir d'indicateur pertinent quant à l'efficacité de la protection liée à l'auto-cicatrisation de la matrice. En effet, lors d'un essai mécanique à haute température, un ralentissement de l'augmentation de résistance, voire une stabilisation, peuvent être associés à une auto-cicatrisation efficace de la matrice : cela signifie que les interphases sont protégées des espèces oxydantes et que leur dégradation par oxydation ne progresse plus, ou peu (Figure III.24 et Figure IV.17a). Ce phénomène est observé à 800°C et 650°C, températures correspondant au domaine où les cinétiques d'oxydation du B_4C sont assez rapides (formation d'oxyde) et celles de volatilisation du B_2O_3 faibles (voir **Chapitre I**), mais pas à 450°C, où les cinétiques de formation sont très lentes et celles de volatilisation rapides, menant de ce fait à une résistance ayant plutôt tendance à augmenter de plus en plus rapidement. Après un certain temps de stabilisation (32 h), un changement de comportement a été observé à 800°C (Figure III.24). Il a été associé à la diffusion des espèces oxydantes au sein du bouchon d'oxyde, qui finissent par atteindre de nouveau les interphases. Les cinétiques d'oxydation sont toutefois beaucoup plus faibles, la diffusion de O_2 et H_2O au sein de l'oxyde étant beaucoup plus lente que dans l'air. Ce phénomène a été reproduit par le modèle d'oxydation présenté dans la partie **IV.1**.

Lors de l'essai à 650°C, un changement de comportement similaire peut être distingué, mais après un temps beaucoup plus long : 400 h au lieu de 32h à 800°C (Figure IV.17). En effet, à 650°C, les cinétiques d'oxydation sont plus lentes, donc les temps de cicatrisation sont beaucoup plus longs. Afin d'analyser quantitativement ces différences de temps caractéristiques, le modèle d'oxydation présenté au début de chapitre a été utilisé avec des paramètres d'entrée les plus représentatifs possibles des conditions d'essai.

Une géométrie similaire à celle de la Figure IV.1 a été utilisée, avec 5 couches de 4 µm chacune, constituées successivement de SiC, B_4C, SiC, B_4C et SiC. La profondeur de la fissure est donc de 20 µm, et son ouverture a été fixée à 1,4 µm. La pression totale est choisie à 1 bar, la pression partielle d'oxygène à 20 kPa, et celle d'eau à 1 kPa (par analogie avec les essais expérimentaux effectués sous air ambiant). L'oxygène est considéré comme l'espèce oxydante principale diffusant jusqu'aux interphases.

Dans un premier temps, le comportement de ce système a été simulé à 800°C. Les conditions sont favorables à la cicatrisation de la fissure, qui a lieu après 141 secondes. Le calcul a été poursuivi pendant 500 h après cicatrisation pour déterminer comment le front de diffusion de l'oxygène se

propage au sein du bouchon d'oxyde. Les profils de concentration en oxygène le long de la fissure sont présentés en Figure IV.18a. L'abscisse x = 0 correspond à la surface et donc à l'environnement extérieur avec une concentration en oxygène fixée, alors que x = 20 µm correspond au fond de la fissure et à l'interphase déposée sur la fibre. A 140 secondes, la fissure n'est pas encore cicatrisée et la concentration en oxygène est de ce fait quasiment uniforme tout le long de la fissure. Le profil est légèrement décroissant à cause de la très fine ouverture de fissure, qui est presque bouchée, et de la consommation de l'oxygène par réaction avec la paroi le long de la fissure. A 1 h, la fissure est cicatrisée, et le bouchon d'oxyde limite la propagation de l'oxygène à 7 µm de profondeur. La récession des couches de B_4C introduit une épaisseur d'oxyde plus importante au dessus d'elles, et les quantités d'O_2 consommées localement en vis-à-vis diminuent. La diffusion de l'oxygène se met ensuite progressivement en place au sein de l'oxyde, avec des concentrations qui augmentent au cours du temps à une position donnée, et l'oxygène pénètre de plus en plus profondément le long de la fissure. Il finit par atteindre le fond de la fissure, et donc l'interphase, où la concentration en oxygène augmente peu à peu.

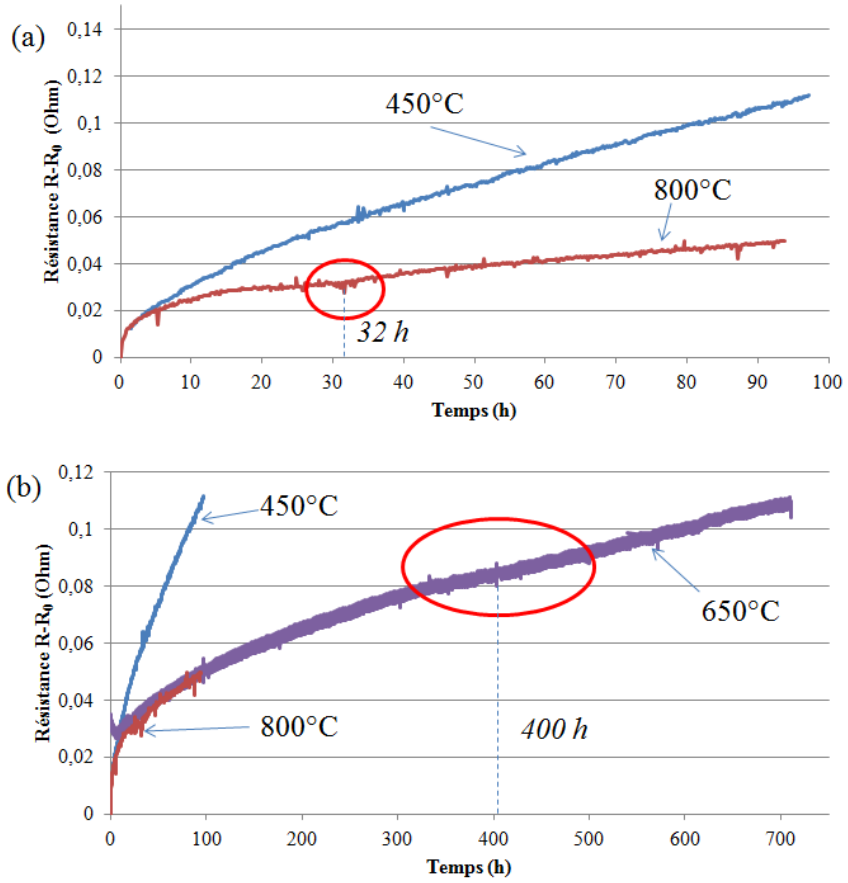

Figure IV.17 – (a) Evolutions de résistance électrique durant deux essais en fatigue cyclique à 1 Hz et 100 MPa sous air ambiant à 450°C et 800°C, avec mise en évidence d'un changement de comportement à 800°C, (b) évolutions de résistance électrique durant les deux essais précédents et un troisième essai dans les mêmes conditions mais à 650°C, avec mise en évidence d'un changement de comportement à 650°C.

C'est précisément la concentration en oxygène au niveau de l'interphase qui présente un intérêt dans le but d'expliquer le comportement observé sur l'évolution de résistance électrique. L'évolution de cette grandeur au cours du temps est donc tracée sur les 500 heures simulées (Figure IV.18b).

Après une chute initiale lors de la cicatrisation à 141 secondes, la concentration à l'interphase reste nulle durant 73 h, puis elle augmente progressivement.

Tableau IV.3 – Temps de cicatrisation calculés à 650°C et 800°C (largeur de fissure : 1 µm, $P_{tot} = 10^5$ Pa, $P(O_2) = 2.10^4$ Pa, $P(H_2O) = 10^3$ Pa, vitesse des gaz : 5 cm/s (zone froide)).

Température	Temps de cicatrisation calculé
650°C	1120 s
800°C	141 s

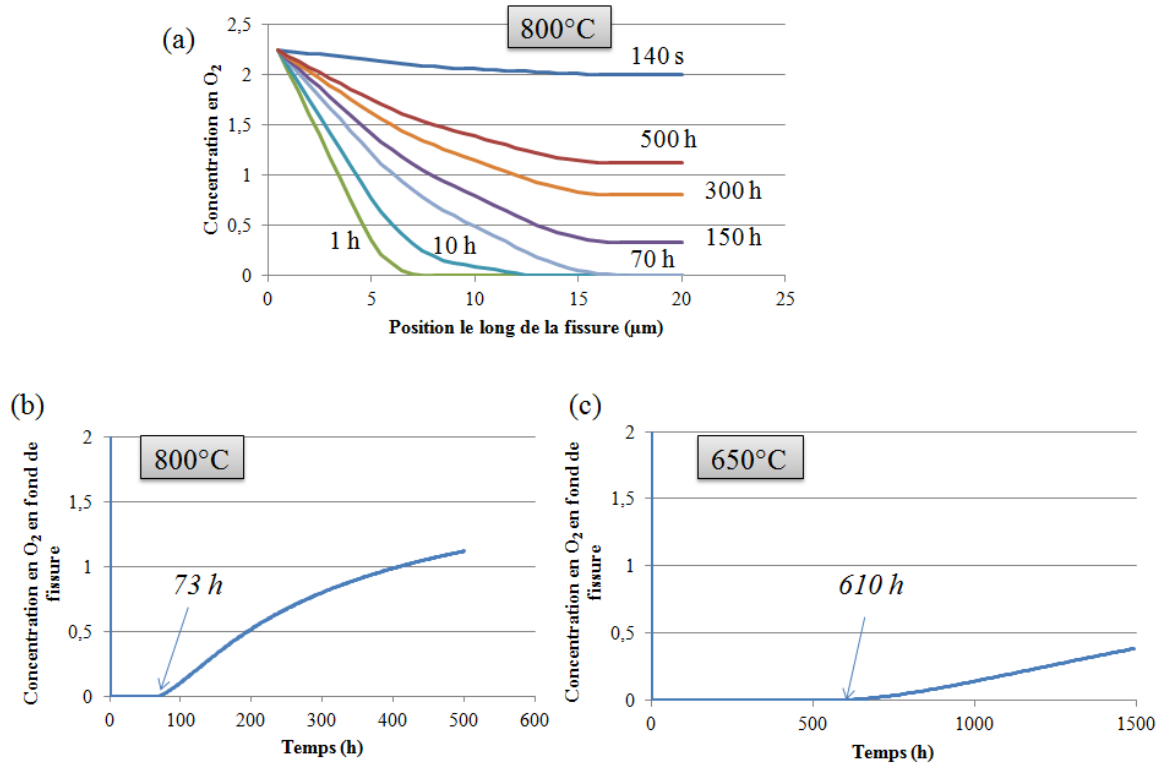

Figure IV.18 - (a) Profils de concentration en oxygène le long de la fissure matricielle (x = 0: extérieur, x = 20µm: fibre) calculés à différents temps pour une température de 800°C, (b) concentration en oxygène en fond de fissure (à x = 20µm) calculée au cours du temps à 800°C, (c) concentration en oxygène en fond de fissure (à x = 20µm) calculée au cours du temps à 650°C. Pour tous les calculs, largeur de fissure : 1,4 µm, $P_{tot} = 10^5$ Pa, $P(O_2) = 2.10^4$ Pa, $P(H_2O) = 10^3$ Pa, vitesse des gaz : 5 cm/s (zone froide).

Cette durée calculée de 73 heures est du même ordre de grandeur que le changement de comportement de résistance électrique observé expérimentalement après 32 h. Cependant, il est difficile d'obtenir une grande précision en comparaison directe entre résultats mesurés et simulés sur ce type de modèle, puisque le temps obtenu de 73 h dépend par exemple fortement de la l'ouverture (notamment élargie sous contrainte) et de la profondeur de la fissure et donc d'oxyde à traverser, choisie à 20 µm, mais difficile à estimer dans le matériau car étant probablement fortement inhomogène. Ce temps est très dépendant du coefficient de diffusion estimé, lui-même très sensible à la présence d'un peu d'humidité dans l'atmosphère. Les fissures sont en outre largement déviées donc leur longueur est très variable, et elles peuvent ne pas être cicatrisées sur toute leur longueur. Pour remédier à cela, il est proposé de procéder à une analyse relative et non directe, c'est-à-dire de comparer les facteurs de différence entre temps caractéristiques à 650°C et 800°C observés et calculés, au lieu de comparer les valeurs directement. Un facteur 10 environ est

obtenu entre les temps caractéristiques déterminés par la mesure de résistance (32 h à 800°C, 400 h à 650°C).

Une seconde simulation est donc effectuée dans les mêmes conditions mais avec une température de 650°C. La formation de l'oxyde est beaucoup plus lente à cette température, et donc la cicatrisation prend place après un temps plus long (1120 secondes, Tableau IV.3). Le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'oxyde B_2O_3 étant environ 7 fois plus faible à 650°C qu'à 800°C dans les conditions choisies, l'oxygène met donc beaucoup plus de temps à progresser au sein du bouchon cicatrisant. L'évolution de la concentration en oxygène calculée en fond de fissure à 650°C est tracée sur les 1500 heures simulées (Figure IV.18c). Après la chute initiale liée à la cicatrisation, la concentration reste nulle en fond de fissure durant 610 heures, puis elle augmente lentement. La différence entre les durées nécessaires pour que l'oxygène atteigne de nouveau l'interphase est donc également proche d'un facteur 10 pour ces comportements simulés.

De plus, l'augmentation de la concentration en oxygène en fond de fissure est beaucoup plus progressive dans le calcul à 650°C que dans celui à 800°C où elle est très franche. Cela rejoint le fait que le changement de comportement en résistance à 650°C est moins facilement distinguable que celui à 800°C, car l'arrivée de l'oxygène de fait de manière beaucoup plus progressive. Les simulations obtenues via le modèle d'oxydation développé semblent ainsi confirmer le scénario proposé pour expliquer les changements de comportement observés expérimentalement à travers la mesure de résistance électrique.

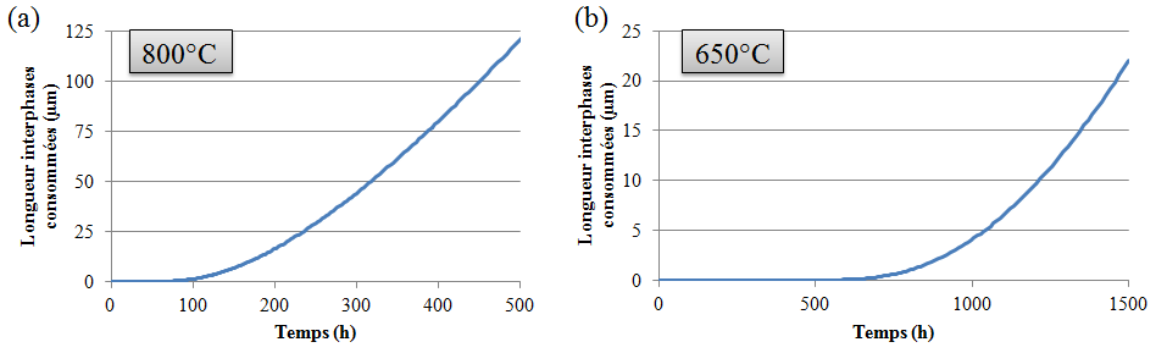

Figure IV.19 - Longueurs d'interphase consommées par oxydation calculées (a) à 800°C et (b) à 650°C. Largeur de fissure : 1,4 µm, $P_{tot} = 10^5$ Pa, $P(O_2) = 2.10^4$ Pa, $P(H_2O) = 10^3$ Pa, vitesse des gaz : 5 cm/s (zone froide).

Les concentrations en oxygène au niveau de l'interphase peuvent en outre mener à un calcul estimatif des longueurs d'interphase consommées par oxydation (Figure IV.19), qui sont à rapprocher des augmentations de résistance. Il est toutefois difficile d'obtenir une estimation précise car les constantes de réaction du carbone dépendent très fortement de son organisation locale. Les valeurs citées dans la littérature les plus proches du cas présent et utilisées dans le modèle sont celles mesurées sur carbone ex-résine (présentant de nombreux bords de plans (002), en accord avec l'orientation du pyrocarbone dans l'interphase) par Bertran [Bertran2013]. Une confiance relative doit donc être accordée aux valeurs numériques de longueurs consommées, mais le comportement global et la comparaison entre 800°C et 650°C sont tout à fait représentatifs.

Pour les deux températures analysées, les longueurs d'interphase consommées restent quasiment nulles sur la période durant laquelle l'oxygène n'a pas encore atteint le fond de fissure (voir Figure IV.18). Les longueurs augmentent ensuite assez lentement, puis la vitesse de consommation

augmente jusqu'à atteindre un régime stable. La température de 650°C étant beaucoup moins critique que celle de 800°C, la longueur d'interphase consommée après 1500 h à 650°C équivaut à celle après 200 h à 800°C. En effet, d'une part les espèces oxydantes diffusent plus vite à travers le bouchon d'oxyde à 800°C qu'à 650°C, et d'autre part les cinétiques d'oxydation de carbone sont plus rapides à 800°C. Les évolutions simulées des longueurs d'interphases consommées sont ainsi en accord avec les augmentations de résistance mesurées.

En outre, il a été mentionné plus haut que les temps caractéristiques déterminés par calcul dépendent très fortement de la profondeur de fissure en entrée du modèle. Par exemple, si l'oxygène traverse 20 µm d'oxyde après 73 h à 800°C, il met beaucoup moins de temps à atteindre 15 ou 17 µm. Il a ainsi été déterminé quelle était la profondeur maximale atteinte après un temps similaire à celui obtenu expérimentalement (32 h). Après 36 heures, l'oxygène atteint une profondeur de 15 µm. Afin de poursuivre ce raisonnement, le calcul à 650°C a été repris pour déterminer le temps nécessaire pour atteindre une profondeur de 15 µm ; un temps caractéristique de 480 h a été obtenu. Il apparaît donc que cette durée est relativement proche de celle obtenue expérimentalement (400 h). Cela conforte une fois de plus le scénario proposé pour expliquer le changement d'évolution observé expérimentalement. De plus, il pourrait être supposé que le comportement du matériau réel en termes de concentration en oxygène aux interphases est équivalent à celui d'un matériau modèle avec des fissures identiques de 15 µm de profondeur cicatrisées sur toute leur longueur.

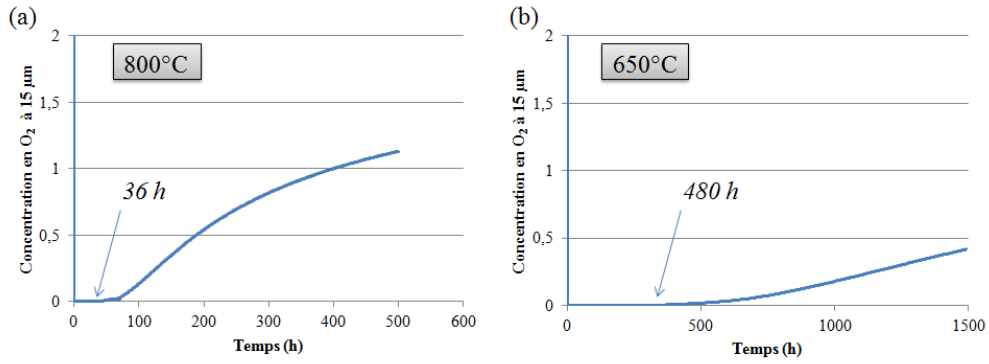

Figure IV.20 - (a) Concentration en oxygène à x = 15 µm calculée au cours du temps à 800°C, (c) concentration en oxygène à x = 15 µm calculée au cours du temps à 650°C. Pour tous les calculs, largeur de fissure : 1,4 µm, $P_{tot} = 10^5$ Pa, $P(O_2) = 2.10^4$ Pa, $P(H_2O) = 10^3$ Pa, vitesse des gaz : 5 cm/s (zone froide).

Le modèle d'oxydation présenté au début de ce chapitre se révèle donc très efficace pour effectuer des analyses quantitatives relatives à des comportements observés expérimentalement, et il peut permettre de confirmer des scénarios d'explication proposés.

3.2. JUSTIFICATION A L'AIDE DU MODELE D'OXYDATION DE L'HYPOTHESE DE CINETIQUE LINEAIRE CONSIDEREE DANS LE MODELE D'EVOLUTION DE RESISTANCE SOUS CONDITIONS OXYDANTES

Dans la partie **IV.2.2** concernant la modélisation de l'évolution de résistance sous conditions oxydantes, une hypothèse a été posée afin de mettre en place le modèle de propagation de l'oxydation au sein du composite : la cinétique d'oxydation des interphases carbonées est considérée comme linéaire, c'est-à-dire que la limitation par diffusion des espèces oxydantes dans la fissure

serait négligeable compte tenu des cinétiques d'oxydation du carbone assez lentes à la température considérée de 450°C.

Afin de vérifier cette hypothèse, une simulation a été effectuée à l'aide du modèle présenté dans la partie IV.1 dans des conditions représentatives d'un essai expérimental, et les profils de concentration en oxygène le long de la fissure ont été analysés : une uniformité tout au long de la fissure malgré la consommation d'oxygène par oxydation du carbone en fond de fissure confirmerait que la diffusion ne limite pas la réaction d'oxydation qui est alors en effet régie par une cinétique linéaire (oxydation active).

Afin de se placer dans une situation conservative, une profondeur de fissure plus importante que les 20 µm utilisés dans les exemples précédents a été choisie: une matrice composée de 5 couches de 20 µm chacune (SiC, B_4C, SiC, B_4C et SiC) pour une épaisseur totale de 100 µm sera considérée, la fissure la traversant jusqu'à atteindre la fibre et l'interphase. Ainsi, si les profils d'oxygène sont constants sur 100 µm, ils le seront sur 20 µm.

L'ouverture de fissure était fixée à 1,4 µm, et la température à 450°C. La pression totale a été choisie à 1 bar, la pression partielle d'oxygène à 20 kPa, et celle d'eau à 1 kPa.

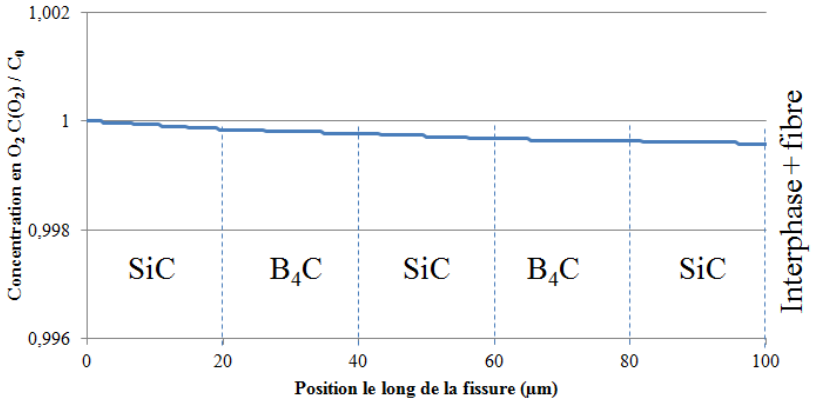

Figure IV.21 – Profil de concentration en oxygène par rapport à la concentration en oxygène de l'environnement extérieur C_0 le long d'une fissure (x = 0: extérieur, x =100 µm: fibre) après 10 h à 450°C. Largeur de fissure : 1,4 µm, $P_{tot} = 10^5$ Pa, $P(O_2) = 2.10^4$ Pa, $P(H_2O) = 10^3$ Pa, vitesse des gaz : 5 cm/s (zone froide).

La simulation a abouti à des conditions de récession du carbure de bore, les conditions n'étant pas favorables à la cicatrisation de la fissure (450°C), ce qui est en accord avec les augmentations rapides de résistance observées à cette température (pas de protection de l'interphase). Un profil de concentration en oxygène le long de la fissure après 10 h à 450°C a été extrait (Figure IV.21). S'il est légèrement décroissant à cause de la consommation de l'oxygène par réaction avec B_4C le long de la paroi et avec l'interphase carbonée en fond de fissure, la concentration en oxygène au niveau de l'interphase n'est inférieure que de 0,05 % à la concentration extérieure C_0. Le profil de concentration peut ainsi être considéré globalement uniforme le long de la paroi, notamment parce que les cinétiques d'oxydation à 450°C sont très faibles comparées à la vitesse de diffusion de l'oxygène au sein de fissure non cicatrisée. Il a été en outre vérifié que ce profil reste quasiment uniforme lorsque la réactivité du carbone est multipliée par 1000 avec moins de 0,1% de différence en concentration d'oxygène le long de la fissure.

Cette uniformité du profil de concentration en oxygène le long de la fissure permet ainsi de confirmer l'hypothèse de cinétique linéaire d'oxydation du carbone qui avait été proposée durant le développement du modèle d'évolution de résistance sous conditions oxydantes. L'intérêt du modèle d'oxydation est une fois de plus démontré, notamment dans le but de conforter ou d'éliminer certaines hypothèses mises en place lors de l'analyse de l'évolution de la résistance électrique durant des essais en fatigue thermo-mécanique.

BILAN

Dans ce chapitre, trois modèles différents ont été présentés concernant (i) la compétition oxydation/volatilisation dans un matériau multi-phasique auto-cicatrisant, (ii) la résistivité électrique à température ambiante, et (iii) la résistivité électrique sous conditions oxydantes. S'ils peuvent sembler peu apparentés, ils apportent tous une brique de compréhension vers le but de l'accélération d'essais. En effet, il est tout d'abord essentiel de comprendre et pouvoir modéliser les mécanismes de dégradation prédominants du matériau concerné par la problématique d'accélération d'essais, et les phénomènes d'oxydation jouent évidemment un rôle critique dans les conditions considérées dans le cas présent. Le développement du modèle d'oxydation a ainsi été l'une des premières étapes de ce projet de thèse.

En outre, l'importance des indicateurs d'endommagement et méthodes de suivi a été clairement mise en évidence, il est donc essentiel d'apporter le maximum de compréhension sur ces indicateurs, et en particulier sur la résistance électrique qui est une méthode très jeune sur laquelle relativement peu d'études ont été menées concernant les CMC. Il a donc été nécessaire de déterminer clairement quel endommagement est réellement mesuré à travers la résistance électrique sur le matériau concerné, dans un premier temps à température ambiante. Il a aussi été montré que la résistance est associée principalement aux densités de fissuration et de décohésion.

Il a ensuite été possible de franchir un pas de plus vers le comportement sous conditions oxydantes. Un modèle a été proposé pour expliquer l'évolution de résistance sous différents types de conditions oxydantes, notamment en mettant en évidence l'importance de la propagation de l'oxydation dans les interphases au sein du matériau.

Finalement, oxydation, endommagement mécanique et résistance électrique ont été reliés à travers deux exemples d'application du modèle d'oxydation et d'auto-cicatrisation, qui ont permis de confirmer (i) un scénario proposé concernant l'évolution de résistance électrique au cours d'essais en fatigue cyclique en conditions cicatrisantes et (ii) une hypothèse de cinétique linéaire considérée lors de la modélisation de l'évolution de résistance sous conditions oxydantes. Le modèle d'oxydation a ainsi servi à démontrer les capacités de la méthode de résistance électrique à mettre en évidence l'état d'efficacité de l'auto-cicatrisation matricielle, et donc de phénomènes a priori indécelables par les autres moyens de suivi disponibles à ce jour.

La compréhension apportée par les modèles présentés dans ce chapitre, en termes de mécanismes de dégradation liés à l'oxydation et concernant le suivi par mesure de résistivité électrique, va contribuer à la mise en place d'indicateurs de suivi d'endommagement à partir des différentes techniques de suivi en temps réels sélectionnées (extensométrie, émission acoustique, résistivité électrique). Les indicateurs les plus pertinents mis en place à partir des essais menés à 100 MPa maximum sont présentés dans le cinquième et dernier chapitre. Quelques essais supplémentaires ont également été menés à contrainte plus faibles, afin de compléter la stratégie d'accélération d'essais mise en place au **Chapitre II**, et de vérifier la validité des indicateurs à plus basse contrainte. Enfin, une synthèse vers une méthodologie d'accélération d'essais récapitulant la démarche mise en place sera proposée.

CHAPITRE V

VERS UNE METHODOLOGIE POUR L'ACCÉLÉRATION D'ESSAIS

SOMMAIRE

Introduction 147

1. Indicateurs d'endommagement basés sur les techniques de suivi non destructif 148

1.1. Maximum local de module à la recharge 148

1.2. Emission acoustique et sévérité 150

1.3. Indicateurs liés a la résistance électrique 153

1.3.1. Evolution globale de résistance électrique 153

1.3.2. Résistance électrique durant les cycles de décharge-recharge 157

2. Essais supplémentaires complétant la stratégie d'accélération d'essais 163

2.1. Influence de la contrainte maximale des cycles mécaniques : Catégorie de contraintes intermédiaires 164

2.2. Catégorie de contraintes faibles 170

3. Synthèse vers une méthodologie pour l'accélération d'essais 173

Bilan 179

INTRODUCTION

Ce cinquième et dernier chapitre est dans un premier temps l'objet d'une synthèse des informations acquises via les différentes méthodes de suivi au cours de tous les essais effectués afin de dégager les indicateurs d'endommagement les plus pertinents pouvant permettre des estimations de durées de vie.

Les résultats d'essais complémentaires réalisés à contrainte plus faible (en accord avec la stratégie d'accélération présentée au **Chapitre II**) sont alors présentés, et la validité des indicateurs précédemment décrits est évaluée sur ces essais.

Enfin, une synthèse de la démarche développée lors de cette thèse est proposée, avec la description étape par étape de la méthodologie pour l'accélération d'essais à laquelle ce travail de thèse a abouti, en précisant dans quelle partie du mémoire est traitée chaque étape.

1. INDICATEURS D'ENDOMMAGEMENT BASES SUR LES TECHNIQUES DE SUIVI NON DESTRUCTIF

Les données de suivi des essais présentés au **Chapitre III** ont été analysées en détail de manière à dégager des indicateurs (i) représentatifs du niveau d'endommagement du matériau et (ii) permettant possiblement d'estimer des durées de vie. Les indicateurs mis en place les plus pertinents et efficaces sont présentés dans cette partie. Ils sont basés sur toutes les méthodes de suivi utilisées : mécanique, acoustique et résistivité électrique.

1.1. MAXIMUM LOCAL DE MODULE A LA RECHARGE

L'analyse détaillée des évolutions de modules au cours des différents essais en fatigue statique et cyclique (sous environnements variés et à différentes fréquences, cf. **Chapitre III**) a mis en évidence la mesure récurrente d'un maximum local de la valeur du module à la recharge dans les premières heures de l'essai. Ce phénomène est d'autant plus notable que de nombreux essais effectués dans des conditions différentes sont associés à un comportement similaire en termes d'évolution de module à la recharge (Figure V.1).

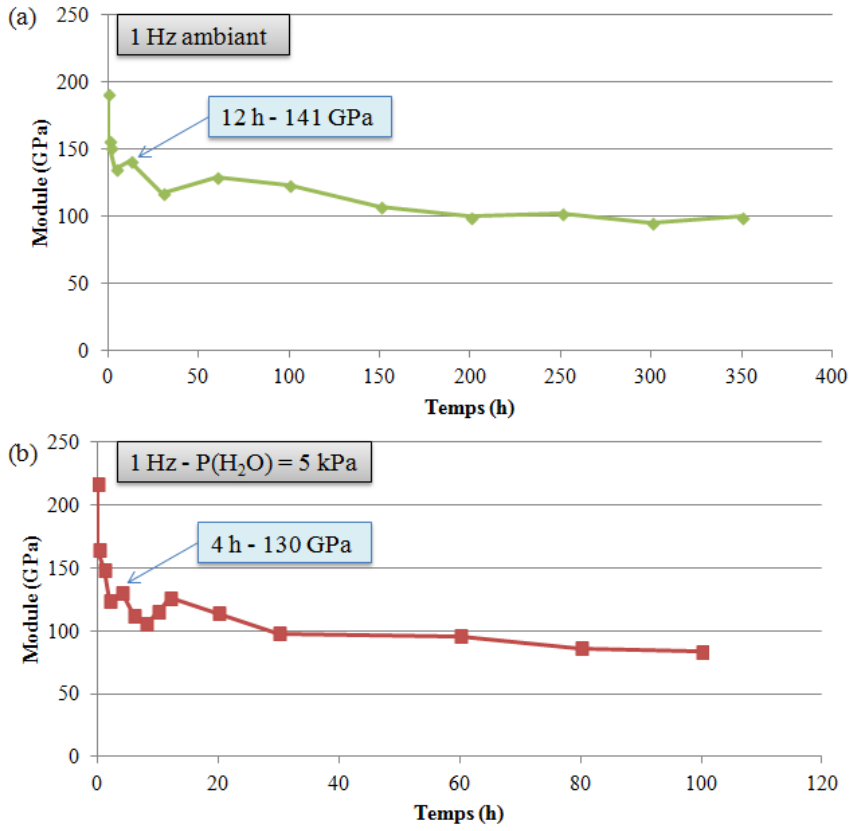

Figure V.1 - Evolution de modules à la recharge au cours de deux essais: (a) fatigue cyclique à 1 Hz sous air ambiant et (b) fatigue cyclique à 1 Hz avec P(H_2O) = 5 kPa, avec mise en évidence de maximum locaux de modules

Après la chute initiale, le module augmente après quelques heures pour atteindre un premier maximum local, puis il redescend légèrement. Une nouvelle augmentation de module mène à un

second maximum local, avant de diminuer progressivement jusqu'à rupture. Il est remarquable d'observer que ce schéma est similaire, par exemple pour l'essai cyclique à 1 Hz sous air ambiant (Figure V.1a) et celui sous $P(H_2O)$ = 5 kPa (Figure V.1b), alors que les durées mises en jeu sont très différentes (facteur 3 en durée de vie).

Ce phénomène est probablement dû aux évolutions de rugosité au niveau des interfaces, avec des blocages empêchant la refermeture complète des fissures et engendrant une augmentation temporaire de module. Ce mécanisme assez complexe et apparaissant très tôt lors de l'essai semble difficile à expliquer précisément et à modéliser. Comme il est toutefois également observé sur de nombreux autres essais, l'analyse a été poussée da manière à déterminer si ce comportement pourrait permettre d'estimer des durées de vie. Ainsi, le temps à rupture de chaque essai a été tracé en fonction du temps auquel est enregistré le premier maximum de module (Figure V.2).

Une corrélation assez surprenante apparaît entre la durée de vie et le temps correspondant au maximum du module à la recharge, d'autant plus que ce maximum apparaît très tôt, au bout de quelques heures, à environ 3-4 % de durée de vie. Cependant, les modules mesurés sont obtenus aux instants où les boucles de décharge – recharge sont effectuées (en conditions quasi-statiques), et donc non continûment. Si des boucles ont été effectuées à 2h, 4h et 8h, avec un maximum ayant été mesuré à 4h, celui-ci se situe en réalité entre 3h et 6h environ. Cependant, ces observations peuvent donner une estimation de la durée de vie très tôt lors du déroulement de l'essai, très empirique certes, mais confirmée sur 9 essais différents.

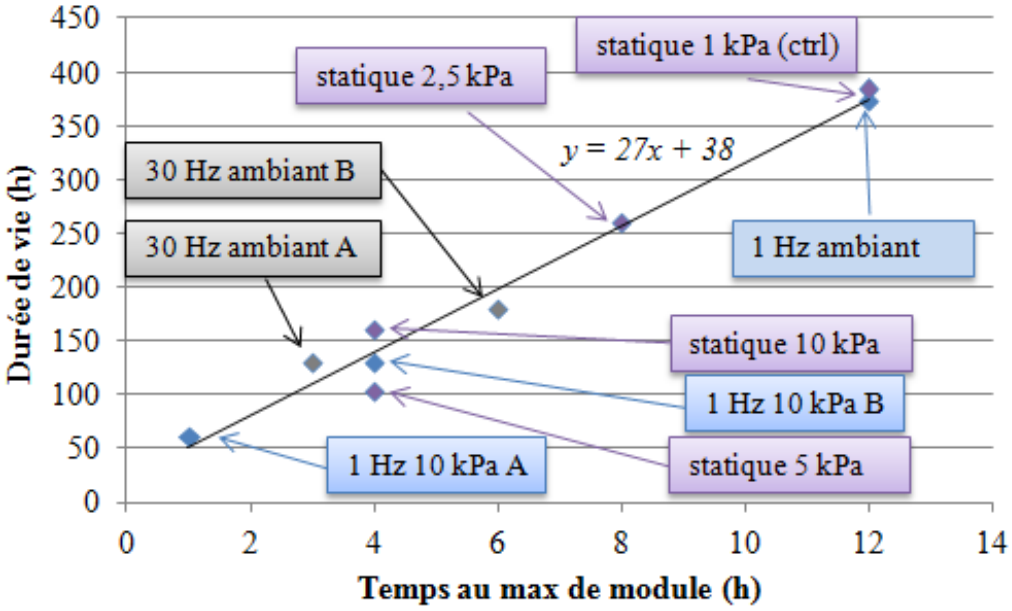

Figure V.2 - Durée de vie en fonction du temps auquel est enregistré le maximum de module pour 9 essais dans des conditions variées

1.2. EMISSION ACOUSTIQUE ET SEVERITE

Durant les essais en fatigue statique, il a été expliqué dans le **Chapitre III** que les signaux acoustiques enregistrés sont de moins en moins nombreux au cours de l'essai, avec plus de 95% de l'énergie enregistrée au cours des dix premières heures d'essai (Figure III.8). Comme il n'y a en outre aucun signe de changement de comportement préalable à la rupture, il s'est révélé très difficile d'utiliser ces données pour mettre en place un indicateur d'endommagement ou une estimation de durée de vie.

En revanche, en ce qui concerne les essais en fatigue cyclique, une activité acoustique beaucoup plus riche a été enregistrée. Un schéma de comportement similaire lors de plusieurs essais a été identifié (Figure V.3). Dans un premier temps (phase 1), l'énergie cumulée et le nombre d'événements se stabilisent après l'activité intense liée au chargement initial. Les événements sont enregistrés lorsque la contrainte est proche du maximum (Figures III.14 et III.15), et le nombre d'événements enregistrés par unité de temps diminue progressivement. A partir d'un temps de sollicitation dépendant des conditions d'essai, une seconde phase se met en place, caractérisée par une augmentation du nombre d'événements sans augmentation significative d'énergie. Comme décrit au **Chapitre III**, ces nombreux événements peu énergétiques sont émis à contrainte non maximale, entre 50 et 80 MPa environ (Figures III.14a et III.15a), pour un rapport de charge R = 0,4 (cycles entre 40 MPa et 100 MPa). Enfin, une troisième et dernière phase d'évolution peut être définie à partir du moment où l'énergie cumulée commence à augmenter de manière significative.

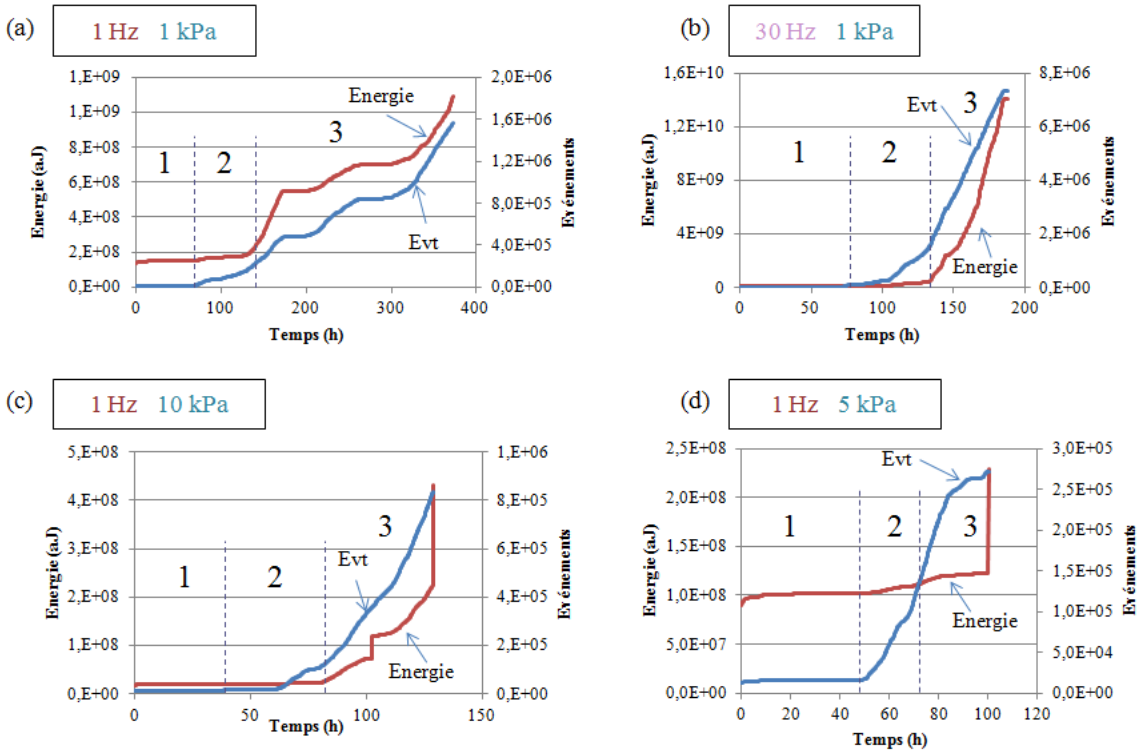

Figure V.3 - Evolution du nombre d'événements et de l'énergie absolue cumulée durant 4 essais en fatigue cyclique à contrainte maximale de 100 MPa, R = 0,4 et: (a) à 1 Hz et $P(H_2O)$ = 1 kPa (ambiant), (b) à 30 Hz et $P(H_2O)$ = 1 kPa (ambiant), (c) à 1 Hz et $P(H_2O)$ = 10 kPa et (d) à 1 Hz et $P(H_2O)$ = 5 kPa.

Ces phases d'évolution successives sont observées lors de tous les essais effectués en fatigue cyclique, à différentes fréquences et sous atmosphères variées. Les temps de transition entre chaque

phase dépendent des conditions d'essais. Plusieurs hypothèses peuvent être émises quant à l'origine de ces événements peu énergétiques. Le fait que les événements soient émis à la même contrainte lors de chaque cycle signifie qu'un phénomène libérateur d'énergie intervient lors de chaque recharge à une même position relative des interfaces. Il pourrait être lié à la création de débris et de rugosités par le cyclage et l'usure mécanique. Les événements énergétiques enregistrés dans la phase 3 sont également émis à contrainte non maximale. Leur origine pourrait être similaire, mais avec des rugosités d'amplitude plus importantes qui entraineraient une libération d'énergie plus élevée à chaque cycle.

Ce comportement particulier pourrait être exploité de manière à déterminer des caractéristiques d'un certain niveau d'endommagement des interfaces frottantes, à relier à la durée de vie de l'éprouvette dans les conditions d'essai. Les coefficients R_{AE} (cf. **Chapitre I.3.2**) ont été calculés mais n'ont pas permis de mettre en évidence des estimations de durée de vie. Afin de déterminer précisément le début de la phase 2 et de l'augmentation du nombre d'événements peu énergétiques, la sévérité (énergie moyenne par événement) s'est révélée beaucoup plus efficace que l'évolution du nombre d'événements et de l'énergie, ou que le R_{AE}. En effet, lorsque le nombre d'événements peu énergétiques augmente soudainement, l'énergie moyenne par événement enregistré depuis le début de l'essai (i.e. la sévérité) chute brutalement. Le temps auquel cette chute de sévérité est enregistrée se révèle facilement identifiable pour les quatre essais cités en exemple dans cette partie (Figure V.4). La transition entre phase 1 et phase 2 peut ainsi être associée à un temps caractéristique déterminable sans ambiguïté.

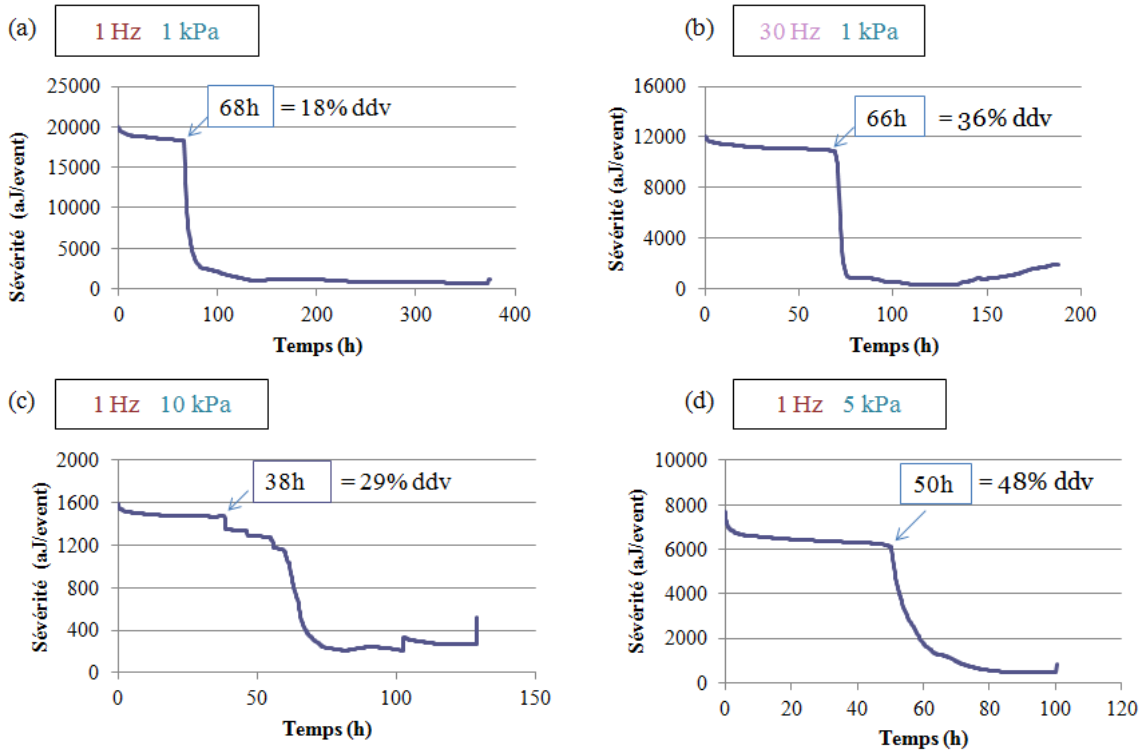

Figure V.4 - Evolution de la sévérité (énergie moyenne par événement) durant 4 essais en fatigue cyclique à 100 MPa et R = 0,4: (a) à 1 Hz et $P(H_2O)$ = 1 kPa (ambiant), (b) à 30 Hz et $P(H_2O)$ = 1 kPa (ambiant), (c) à 1 Hz et $P(H_2O)$ = 10 kPa et (d) à 1 Hz et $P(H_2O)$ = 5 kPa.

La chute de sévérité a lieu dans tous les cas dans la première moitié de l'essai, mais à des pourcentages de durée de vie variant entre 18% et 48%. Une telle variabilité de pourcentage n'est

bien sûr pas très précise pour estimer des durées de vie à partir de la chute de sévérité seule. Il peut être supposé que la durée de la phase 1 (et donc le temps de chute de sévérité) est lié à la nature de l'environnement. En effet, plus l'atmosphère est riche en eau, plus ce temps est faible. Les essais présentés sur les Figure V.4a-b sont effectués sous une même atmosphère (à fréquences différentes) et sont associés à un temps caractéristique très proche. Le temps nécessaire à la mise en place des rugosités à l'origine de ces signaux acoustiques serait donc plus court lorsque les pressions partielles des espèces oxydantes sont plus élevées dans l'atmosphère (à même contrainte maximale de cyclage).

Afin de confirmer que l'oxydation des constituants du composite joue un rôle prépondérant dans la mise en place de ce phénomène, l'activité acoustique de l'essai en fatigue cyclique à 1 Hz et 100 MPa maximum à 150°C a été analysée. La faible température choisie pour cet essai n'entraînant aucune réaction d'oxydation, l'effet de la fatigue cyclique seule est ainsi décorrélé de celui de l'oxydation. Durant cet essai, le nombre d'événements et l'énergie enregistrés par unité de temps décroissent progressivement, l'activité est de moins en moins intense : il semble que l'on reste dans la phase 1 décrite précédemment (Figure V.5). Il n'y a pas d'événements significatifs enregistrés à contrainte non maximale, pas d'augmentation soudaine du nombre d'événements et donc pas de chute de sévérité. Il est à noter que dans ces conditions, la durée de vie de l'éprouvette est très longue comme il a été expliqué dans le Chapitre III, et donc après 400 h, les 10% de durée de vie ne sont probablement pas encore atteints.

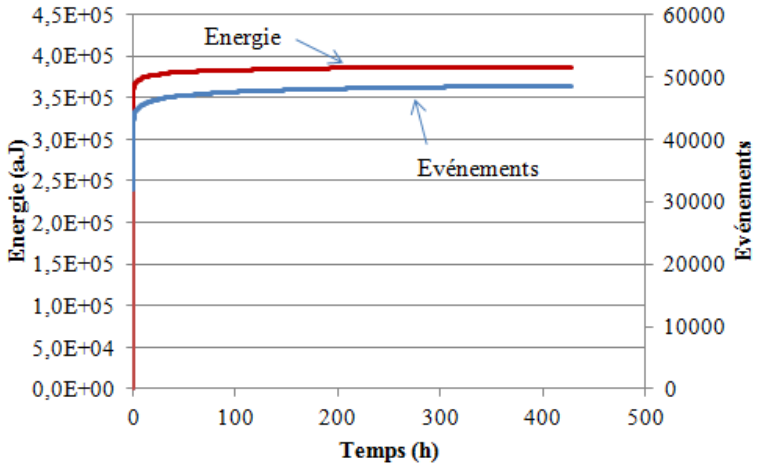

Figure V.5 - Evolution de l'énergie absolue cumulée et du nombre d'événements durant l'essai en fatigue cyclique à 1 Hz à 100 MPa maximum, *à 150°C* sous air ambiant

Ces phénomènes révélés par l'analyse de l'émission acoustique seraient donc liés à l'oxydation du matériau au niveau des interfaces, couplée à la fragmentation des interphases et à la création de débris et de rugosité. Ces rugosités seraient à l'origine de blocages lors du cyclage mécanique qui provoqueraient une libération d'énergie enregistrée par les capteurs acoustiques à chaque cycle mécanique lors du « déblocage » et du glissement-frottement sur ces rugosités. Le temps caractéristique de chute de sévérité dépend du seuil de détection choisi dans les paramètres d'entrée de l'acquisition acoustique : si le seuil est fixé à 48 dB, il est possible que des événements inférieurs à 48 dB émis avant ce temps caractéristique ne soient pas enregistrés, et la chute de sévérité aurait ainsi lieu plus tôt avec un seuil plus bas. Cependant, si le même seuil de détection est choisi pour tous les essais, et l'acquisition se fait selon un protocole identique, les temps sont alors

tout à fait comparables d'un essai à l'autre. La chute de sévérité ne peut pas permettre d'estimer la durée de vie à elle seule, car elle intervient à des pourcentages de durée de vie variant entre 18 et 48% sur les essais analysés. Cependant, elle donne une information précise sur le moment où intervient un phénomène lié à l'endommagement des interphases actif dans tous les essais effectués en fatigue cyclique. La chute de sévérité peut ainsi devenir un indicateur précieux en combinaison avec d'autres indicateurs d'endommagement.

1.3. INDICATEURS LIES A LA RESISTANCE ELECTRIQUE

1.3.1. Evolution globale de résistance électrique

Il a été noté au **Chapitre III** que la résistance électrique présentait un comportement similaire lors des essais effectués à 450°C en fatigue statique et cyclique, avec une phase d'augmentation plutôt lente et linéaire, avant une augmentation beaucoup plus rapide. Les temps mis en jeu pour chaque phase dépendent fortement des conditions d'essai. Or, si la résistance est tracée en fonction du pourcentage de durée de vie, il apparaît que la transition entre les deux phases a lieu à un pourcentage de durée de vie très proche, autour de 35-40% (Figure V.6). Ceci semble vérifié à la fois pour les essais statiques et cycliques à 1 Hz à 450°C. En revanche, ce n'est pas le cas pour les essais en fatigue cyclique à fréquence mécanique plus élevée (10 et 30 Hz) pour lesquels une rupture prématurée intervient à la fin de la phase linéaire.

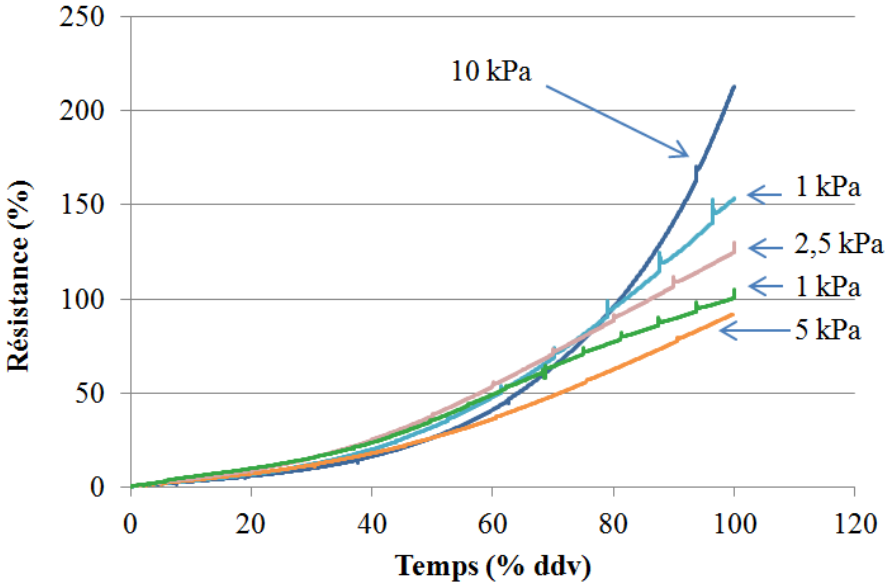

Figure V.6 – Evolutions des résistances en fonction du pourcentage de durée de vie pour 5 essais en fatigue statique à 100 MPa et 450°C ($P(O_2)$ = 20 kPa) à différentes pressions partielles d'eau

Le pourcentage de durée de vie lors de la transition atteignant des valeurs proches pour des essais sous conditions variées, il présente un fort potentiel en tant qu'indicateur d'estimation de durée de vie. En effet, il est possible en temps réel au cours de l'essai de visualiser le moment où la résistance électrique quitte sa phase d'évolution linéaire, et ainsi d'estimer que 35 à 40% de durée de vie ont été atteints.

Si ces évolutions de résistance électrique présentent certainement un fort potentiel d'indicateur d'endommagement, il est toutefois nécessaire de formaliser la détermination du temps de transition,

et de mettre en place un critère quantitatif et objectif pour obtenir des temps de transition par une même méthode pour les différents essais.

Un critère de différence de 10 % par rapport au régime linéaire pur peut être proposé (critère arbitraire mais néanmoins réaliste pour prendre en compte la dispersion et rester conservatif). La droite qui représente le mieux la phase linéaire est estimée ($R_{linéaire}$, Figure V.7a), puis la différence entre cette droite et la résistance mesurée est calculée à chaque instant (Figure V.7b). Le temps de transition est défini lorsqu'un écart Δ défini par l'équation (V.1) de 10% est atteint entre la droite (régime linéaire pur) et la résistance mesurée.

$$\Delta = \frac{R_{mesurée} - R_{linéaire}}{R_{linéaire}} \qquad \text{(V.1)}$$

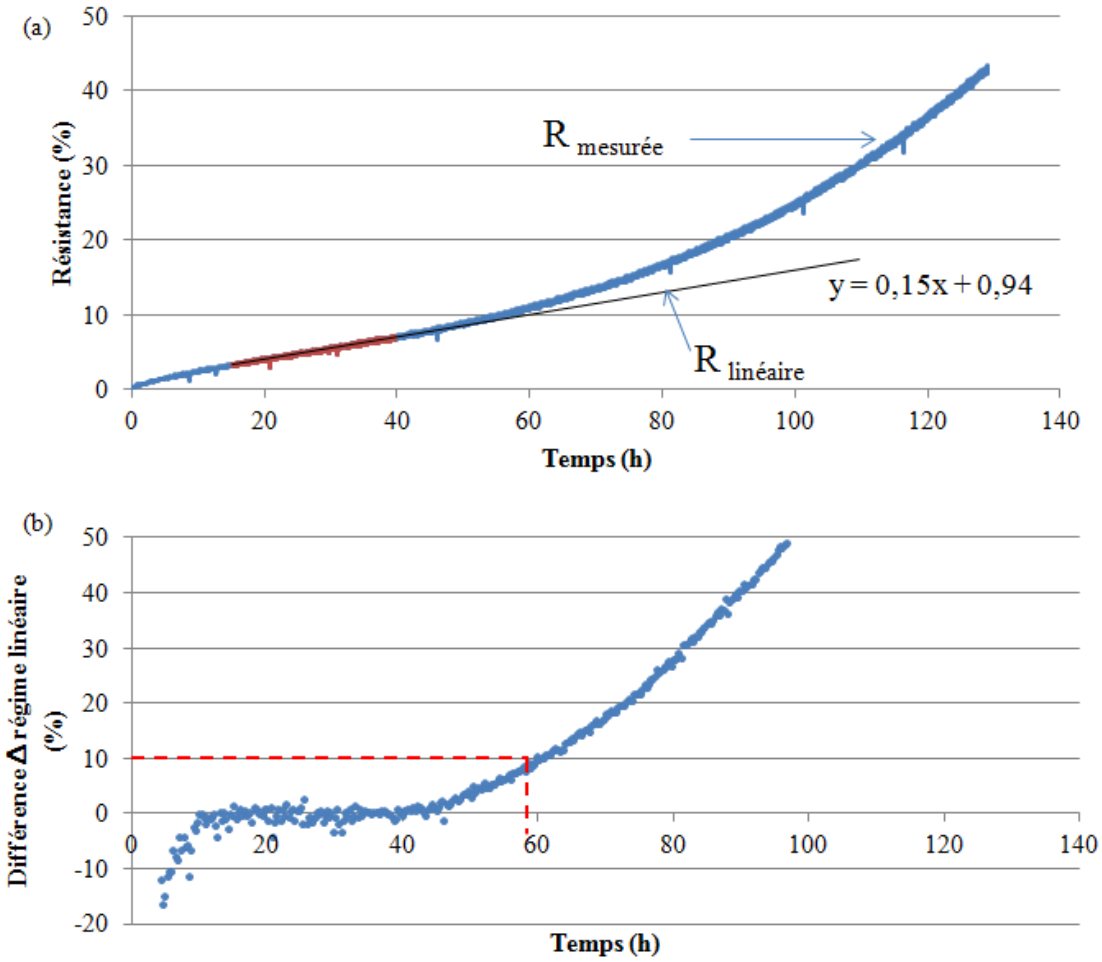

Figure V.7 – (a) Evolution de résistance lors de l'essai en fatigue cyclique à 1 Hz, 450°C et P(H_2O) = 10 kPa, avec régression linéaire sur la phase d'évolution dite linéaire. (b) Sur ce même essai, pourcentage de différence entre la résistance mesurée et celle donnée par l'estimation linéaire définie sur le graphe (a).

La différence Δ permet de vérifier la qualité et l'étendue de la zone linéaire, durant laquelle Δ est quasiment nulle. Ainsi, pour l'essai à 1 Hz sous P(H_2O) = 10 kPa (Figure V.7b), après un état transitoire initial, la résistance évolue clairement de manière linéaire entre 10 et 45 h, avant de dévier progressivement du régime linéaire pur. Le critère de 10% de différence par rapport au régime linéaire pur est atteint à 58 h.

Les temps de transition ont ainsi été déterminés par la même méthode avec le critère des 10 % pour les 9 essais à 450°C présentés dans le Tableau V.1. Les durées de vie obtenues pour chaque jeu de conditions sont rappelées afin de calculer le pourcentage de durée de vie auquel la transition est atteinte.

Tableau V.1 – Temps de transition à 10 % de différence par rapport au régime linéaire pur, durée de vie et pourcentage de durée de vie correspondant à la transition pour 8 essais dans des conditions variées à 450°C.

	Temps de transition à 10 % de différence (h)	Durée de vie (h)	Transition (% de durée de vie)
Statique ambiant	164	571	29
Statique 1 kPa contrôlé	122	385	32
Statique 2,5 kPa	75	240	31
Statique 5 kPa	54	160	34
Statique 10 kPa	53	160	33
1 Hz ambiant	127	373	34
1 Hz 5 kPa	53	103	51
1 Hz 10 kPa	58	129	45

Les résultats présentés dans le Tableau V.1 peuvent être visualisés plus aisément sur la Figure V.8.

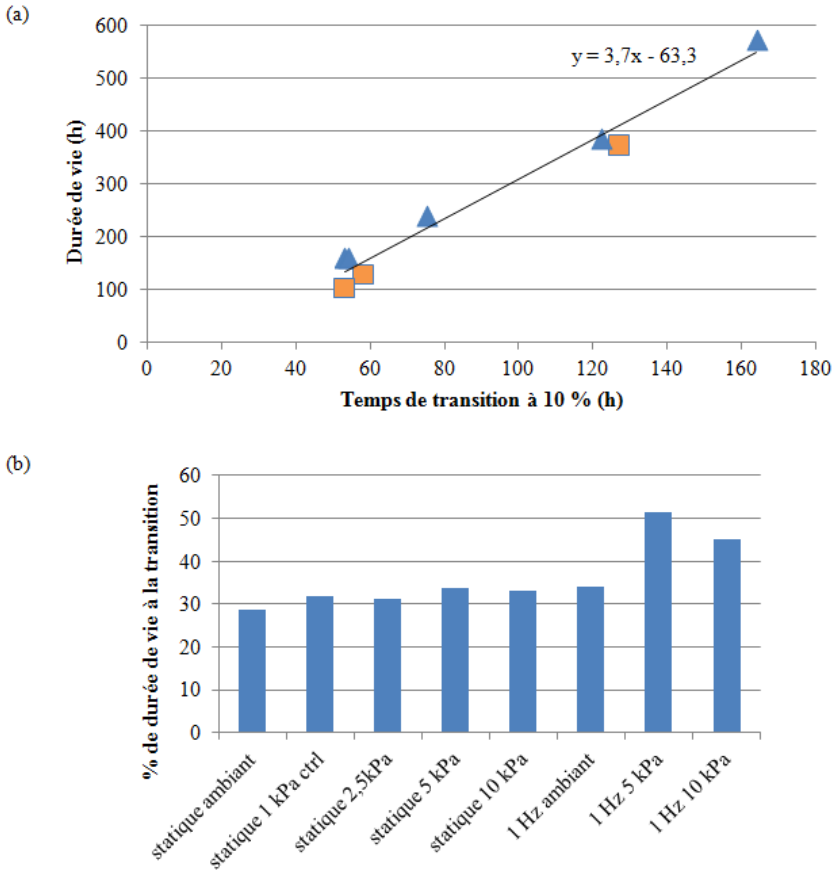

Figure V.8 – (a) Durées de vie en fonction du temps de transition à 10 % de différence par rapport au régime linéaire pur pour les essais présentés dans le Tableau V.1 (triangle : essai cyclique, carré : essai statique), (b) pourcentage de durée de vie à la transition à 10 % pour les 8 mêmes essais à 450°C.

Une corrélation linéaire entre le temps auquel la transition est déterminée (avec le critère des 10 %) et la durée de vie de l'éprouvette est alors clairement mise en évidence. L'intérêt de ce temps de transition qui avait été pressenti de manière empirique est ainsi confirmé après avoir été déterminé selon une méthode précise et un critère quantitatif.

Les essais cycliques et statiques présentent une fonction de corrélation proche entre durée de vie et temps de transition, et il est possible de remarquer que pour un même temps de transition, la durée de vie est légèrement plus faible dans le cas cyclique (essais cycliques sous la droite moyenne). Même si l'on remarque que la droite de corrélation ne passe pas par l'origine, il peut être intéressant d'analyser les pourcentages de durée de vie auxquels la transition est atteinte. Il apparaît que pour les 5 essais en fatigue statique ainsi que l'essai en fatigue cyclique à 1 Hz, ce pourcentage est très proche de 30 % (entre 29 et 34 %). Cette valeur est légèrement plus faible que celle de 35-40% énoncée précédemment, mais le critère était différent, la transition déterminée visuellement étant probablement plus proche de 20% de différence que de 10%. L'essentiel est que pour un critère objectif donné, les pourcentages de transition sont en effet très proches. Les deux essais à 1 Hz sous air humide (5 et 10 kPa d'eau) présentent une transition à un pourcentage de durée de vie plus élevé (45 et 51%). Or, les durées de vie étant très courtes dans ces conditions (103 et 129h), 15 % de durée de vie (différence entre 30% et 45%) correspondent à moins de 20 h, ce qui est très court compte tenu de la dispersion liée au matériau. De plus, sur la Figure V.8a, la droite de corrélation coupe l'origine à une ordonnée négative, ce qui est négligé par l'analyse du pourcentage de durée de vie seul. En effet, si on considère cette droite affine et non une droite passant par l'origine, les deux essais concernés (carrés jaunes autour de 100 h de durée de vie) restent proches de la droite de corrélation. Pour les temps longs, cette distinction est négligeable, mais pour les courtes durées de vie, il est préférable de se référer à la Figure V.8a plutôt qu'au pourcentage de durée de vie seul. Si le pourcentage seul est pris en compte, la durée de vie sera un peu surestimée.

Ainsi, le temps de transition entre les deux phases d'évolution de résistance, déterminé par un critère objectif, représente un indicateur efficace d'endommagement en permettant d'estimer la durée de vie à 30% du temps d'essai.

Ce critère déterminé de façon empirique par analyse des résultats d'essai a très certainement une origine physique puisqu'il est vérifié de manière systématique sur la quasi-totalité des essais effectués. Une hypothèse peut être avancée : le début de la 2^{e} phase d'augmentation rapide serait associé au moment où l'oxydation commence à se propager de manière significative le long des interphases au sein des torons. En effet, il a été observé que l'état de fissuration initial à 100 MPa ne mettait en jeu que peu de fissures atteignant les torons, la plupart restant localisées dans le seal-coat. Ainsi, au début de l'essai, très peu de fibres sont atteintes par l'oxydation. De plus, les fissures étant fortement déviées aux interfaces entre les différentes couches matricielles (Figure V.9), l'ouverture de fissure est très réduite dans les zones de propagation en mode II, où les parois glissent l'une par rapport à l'autre mais ne s'écartent pas, comme pour les zones en mode I. Ceci ralentit notablement la propagation de l'oxydation le long du chemin tortueux des fissures. En outre, certaines interfaces entre les couches matricielles sont élaborées avec une très fine intercouche de carbone, dans le but de dévier les fissures plus efficacement. Or, ces interfaces carbonées vont être également très sensibles à l'oxydation sous conditions oxydantes, comme la Figure V.9 le met

clairement en évidence. L'oxydation de ces fines intercouches carbonées est ainsi probablement l'origine de la première phase d'augmentation lente : (i) la quantité de carbone très réduite par rapport à celle du composite complet ne cause que de faibles augmentations et (ii) la propagation unidimensionnelle le long des fissures est à associer à une représentation linéaire. Lorsque ces intercouches carbonées ont été oxydées, les espèces oxydantes peuvent accéder plus facilement au cœur du matériau (elles ne sont plus consommées sur le chemin par le carbone) et ainsi se propager dans les interphases en deux dimensions, le long des interphases et vers le cœur du matériau. Cette propagation à 2 voire 3 dimensions entraîne de fait une augmentation plus rapide de la résistance, qui pourrait correspondre à la 2^{e} phase d'évolution observée expérimentalement.

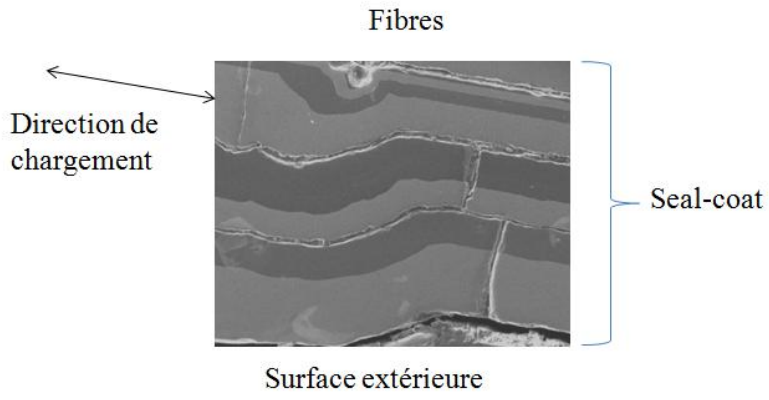

Figure V.9 – Micrographie MEB d'une coupe polie de l'éprouvette ayant subi l'essai en fatigue statique avec P(H_2O) = 10 kPa à 450°C (bas de l'image : surface extérieure de l'échantillon)

Ainsi, la durée de la première phase correspondrait au temps mis par les espèces oxydantes pour consommer les intercouches matricielles carbonées et atteindre le cœur du matériau. Ce temps dépend fortement des conditions d'essai, étant plus court sous conditions plus fortement oxydantes. En outre, le temps mis par les espèces oxydantes à dégrader les intercouches matricielles pourrait être proportionnel à celui qu'elles mettent ensuite à dégrader les torons jusqu'à rupture. Ceci expliquerait l'origine de la transition à ≈30% de durée de vie observée sur la quasi-totalité des essais.

1.3.2. Résistance électrique durant les cycles de décharge-recharge

La résistance électrique a été exploitée jusqu'alors en termes d'évolution globale par rapport à la résistance initiale de référence dans les conditions environnementales d'essai. Une analyse minutieuse de l'évolution de résistance au cours de l'essai a mis en évidence un comportement singulier et potentiellement riche d'information lors des cycles de décharge et recharge régulièrement interposés. Ces évolutions de résistances lors des cycles de décharge et recharge ont été décrites dans l'article [Simon2017_Acta2] et sont détaillées sur un panel de conditions plus large dans l'**Annexe A**. Dans cette partie, il est montré comment les informations acquises via la résistance lors de ces cycles peuvent permettre de mettre en place des indicateurs d'endommagement et d'estimer des durées de vie.

Il est apparu clairement que la forme des cycles contrainte-résistance dépend fortement du type de chargement, cyclique ou statique. Dans le cas de la fatigue cyclique, ces cycles présentent un aspect inattendu, avec un maximum de résistance atteint à contrainte non maximale, i.e. inférieure à 100

MPa (Figure V.10a) : ce phénomène sera qualifié de « courbure inverse ». Tous les essais effectués en fatigue cyclique dans diverses conditions ont sans aucune exception présenté ce type de comportement. Il est à noter que cette inversion de courbure n'apparait absolument pas sur un diagramme tracé en contrainte-déformation (Figure V.10b). La mesure de résistance semble donc capter un phénomène associé aux interphases non détectables par les seules propriétés mécaniques. La courbure inverse s'amplifie au cours du vieillissement thermo-mécanique, avec une amplitude de retour de plus en plus marquée, ainsi qu'une non coïncidence à contrainte maximale de plus en plus marquée également.

La résistance maximale est toujours atteinte à un niveau de contrainte similaire quel que soit le temps d'essai, autour de 60 MPa à la décharge et 80 MPa à la recharge (Figure V.10a). De plus, les valeurs de résistance mesurées pour une contrainte inférieure à 40 MPa ne semblent pas affectées par ce phénomène, et conservent une régularité similaire à celles observées en contrainte-déformation. Il semble donc que le rapport R = 0,4 entre contraintes minimale et maximale de cyclage joue un grand rôle : le cyclage entre 40 et 100 MPa correspond aux zones affectées par la courbure inverse. Le maximum de résistance est mesuré vers la contrainte moyenne du cyclage (70 MPa). Cette hypothèse est confirmée par des essais effectués à différents rapports de charge R et contraintes maximales, détaillés dans l'**Annexe A**.

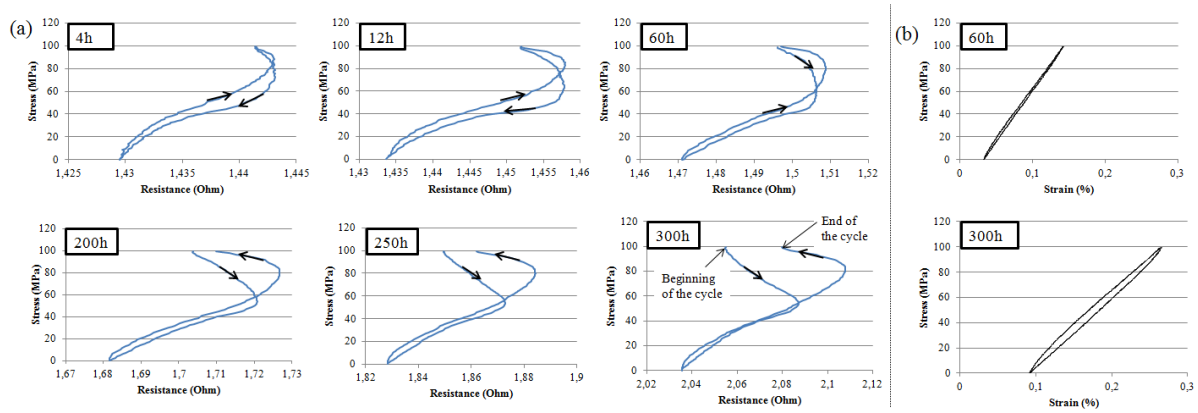

Figure V.10 – (a) Résistance en fonction de la contrainte et (b) contrainte en fonction de la déformation durant des cycles de décharge/recharge effectués à plusieurs temps d'essai (essai à 1 Hz et 450°C sous air ambiant) [Simon2017_Acta2]

Un scénario peut être proposé pour expliquer ce phénomène de courbure inverse (Figure V.11). Durant la fatigue cyclique, l'usure mécanique affecte une partie des interfaces du composite (fibre/interphase, interphase/matrice, intra-interphase), et certaines zones sont ainsi émoussées entre les positions correspondant aux contraintes minimale et maximale de cyclage (i.e. 40 et 100 MPa). A la position intermédiaire de 70 MPa, la partie la moins émoussée de l'interphase (i.e. celle de dureté plus importante) se trouve au centre de la cavité générée par cyclage, générant peu de contacts électriques et donc une résistance plus élevée. Lorsque le composite est déchargé à 40 MPa, les surfaces se trouvent à nouveau en contact avec les zones non affectées par le cyclage et la résistance diminue. De même, à 100 MPa, les parties dures se trouvent en butée à la position de contrainte maximale, ce qui crée de nouveaux contacts et diminue la résistance.

La différence entre les contraintes pour lesquelles est atteint le maximum à la décharge et à la recharge est à attribuer aux frottements et à un effet retard ; la même position relative des

interfaces est atteinte légèrement en deçà de 70 MPa à la décharge, et légèrement au-dessus à la recharge.

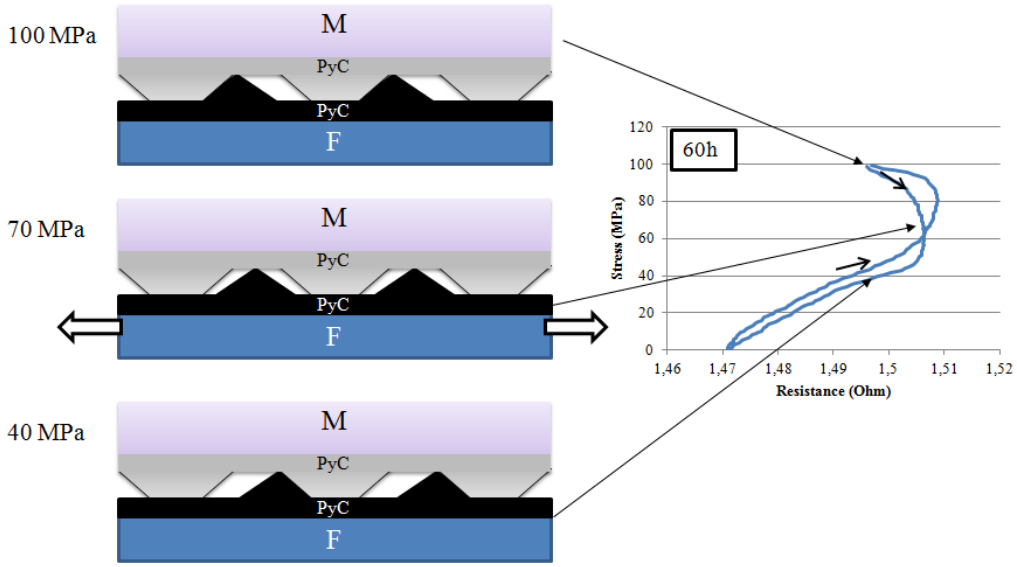

Figure V.11 - Représentation schématique des interfaces fibre/matrice pour plusieurs niveaux de contrainte, et lien avec la résistance mesurée à ces contraintes [Simon2017_Acta2]

Dans l'optique de définir des indicateurs permettant d'estimer des durées de vie, il est intéressant de remarquer l'évolution de ce phénomène au cours de l'essai et de la progression de l'endommagement du matériau. La courbure inverse s'amplifiant clairement au cours du temps ((Figure V.10a), des indicateurs peuvent être définis afin de quantifier ce phénomène. Deux paramètres nommés I_{unload} et I_{reload} et associés à un « module résistif » sont proposés par analogie avec le module d'Young mécanique. Définis par la différence entre résistances maximale R_{max} et résiduelle R_{res} (Figure V.12a), ils sont liés à la pente contrainte/résistance (car la résistance maximale est toujours atteinte à la même contrainte).

$$I_{unload} = R_{max}^{unload} - R_{res} \quad \text{(V.2)}$$

$$I_{reload} = R_{max}^{reload} - R_{res} \quad \text{(V.3)}$$

Ces indicateurs I_{unload} et I_{reload} ont été évalués à chaque cycle de caractérisation et sont tracés au cours de 3 essais en fatigue cyclique à 1 Hz sous différents environnements à 450°C (Figure V.12). Pour ces trois essais, l'évolution de I_{unload} et I_{reload} suit un schéma de comportement très similaire, avec trois phases d'évolution : augmentation initiale, état relativement stable puis augmentation finale. Au début de chaque essai, I_{unload} et I_{reload} ont des valeurs très faibles, car le niveau d'endommagement est également faible, et la résistance n'évolue quasiment pas entre 0 et 100 MPa. En revanche, lorsque l'endommagement progresse (augmentation des longueurs déliées, ouverture des fissures), la résistance devient beaucoup plus sensible à l'application d'une contrainte, ce qui se traduit par une augmentation de I_{unload} et I_{reload}. En outre, l'oxydation se produit le long de surfaces plus étendues et contribue à allonger les longueurs s'usant mécaniquement.

Au début de l'essai, I_{unload} et I_{reload} ont des valeurs très proches, puis à partir de la moitié de la durée de vie environ, I_{reload} devient dans tous les cas plus élevé que I_{unload}. Cela traduit bien la dissymétrie

illustrée par la Figure V.10 qui se met en place entre décharge et recharge, la résistance atteignant des valeurs plus élevées lors de la recharge : il semble qu'un endommagement non réversible ait pris place durant le cycle.

Il est intéressant de noter que les trois phases de comportement sont observées dans les trois types d'atmosphère, mais avec des temps mis en jeu bien distincts. Cependant, les transitions prennent place à des pourcentages de durée de vie assez proches dans tous les cas, autour de 15-20% pour la 1ère transition, et de 50% pour la deuxième. Une fois de plus, la précision et la « résolution » de ces estimations dépend du nombre de cycles de caractérisation effectués.

L'observation de tels comportements très proches à des échelles temporelles différentes, mais en accord en termes de pourcentage de durée de vie, est très intéressante dans le cadre de l'accélération d'essais. En effet, cela montre que les mécanismes d'endommagement sont les mêmes, mais progressent avec des cinétiques différentes. L'évolution de I_{unload} et I_{reload} peut être reliée à un processus de progression similaire à celui décrit dans la partie précédente au **V.1.3.1**, avec une oxydation principalement matricielle (seal-coat) dans un premier temps jusqu'à 30% de durée de vie, et qui atteint ensuite les torons. La transition à 30% de durée de vie précédemment mise en évidence correspond dans ce cas au milieu de la phase 2, et possiblement à un point d'inflexion lié à un changement de comportement.

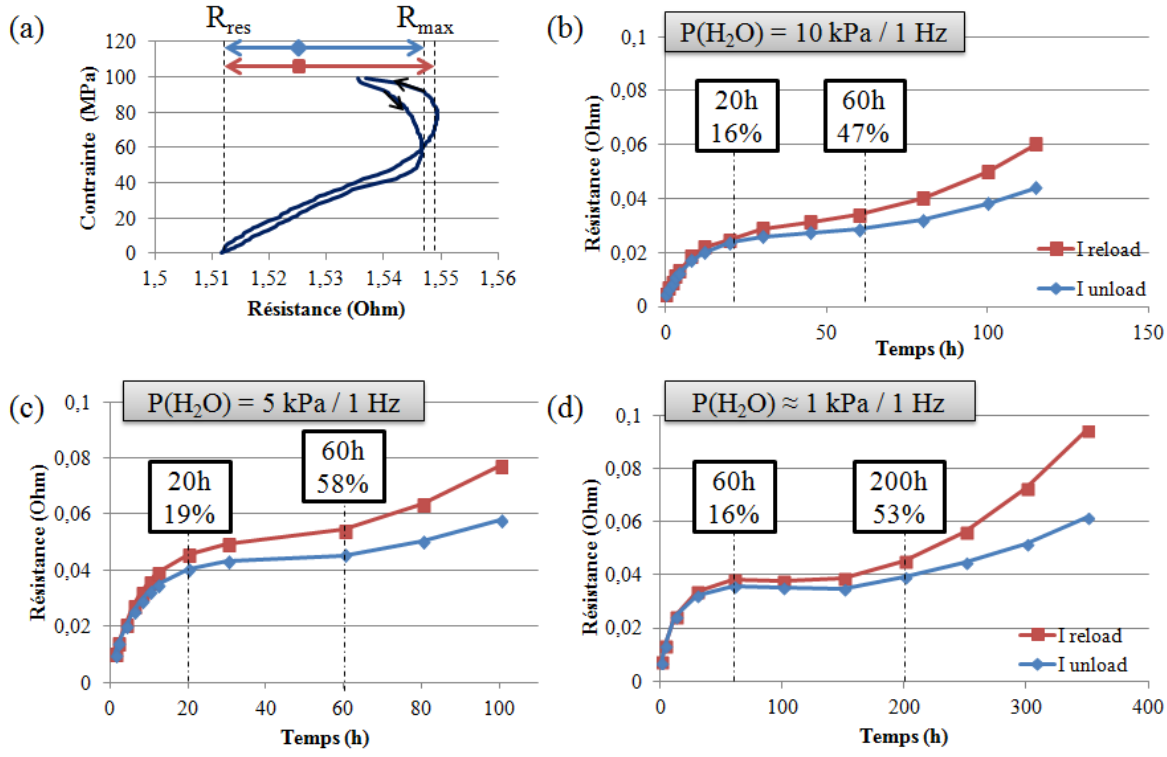

Figure V.12 - (a) Cycle contrainte-résistance enregistré après 100 h d'essai en fatigue cyclique à 1 Hz et 450°C sous air ambiant, et définition de R_{res} et R_{max}. Evolution de I_{unload} et I_{reload} durant les essais en fatigue cyclique à 1 Hz et 450°C (b) avec P(H_2O) = 10 kPa, (c) avec P(H_2O) = 5 kPa et (d) sous air ambiant (d'après [Simon2017_Acta2])

Cet indicateur basé sur le phénomène de courbure inverse apparaissant lors des essais en fatigue cyclique est applicable uniquement aux essais effectués sous ce type de chargement. Pour des essais en fatigue statique (effet de l'oxydation principalement), les cycles contrainte-résistance ont une

allure différente traduisant un autre type de comportement, et d'autres indicateurs peuvent alors être définis.

Des cycles contrainte-résistance ont été tracés à différents temps lors de l'essai statique à 450°C sous air ambiant (Figure V.13a) ; ils sont représentatifs du comportement observé lors de tous les essais en fatigue statique. A 60 h, la résistance évolue régulièrement avec un comportement similaire à la décharge et à la recharge. En revanche, à partir de 150 h, la résistance atteint une valeur plus élevée après le cycle que celle atteinte juste avant le cycle, et ce comportement s'amplifie avec le temps. Si durant la recharge, la résistance augmente toujours de manière monotone, on n'observe plus ce comportement monotone à la décharge. En effet, la résistance tend à augmenter systématiquement en début de décharge avant de décroître à nouveau (i.e. inversion), jusqu'à adopter une croissance continue à 550 h. Les cycles contraintes-déformations (Figure V.13b) présentent une forme classique, avec toutefois une déformation à la fin du cycle plus faible que celle juste avant le cycle, ce qui est probablement cohérent avec la différence de résistance avant/après le cycle précédemment mentionnée.

Une hypothèse peut être proposée pour expliquer ce comportement. A partir de 100 h d'essai, les cycles sont effectués toutes les 50 h, et l'éprouvette est donc maintenue dans le même état de chargement sans aucune perturbation durant ces 50 h. Le matériau peut ainsi se stabiliser dans cet état, et des micro-contacts électriques sont générés, grâce à de petites quantités d'oxyde fluide généré par la matrice auto-cicatrisante à 450°C (sur des temps assez longs, i.e. rupture après 571 h d'essai). Les déplacements fibre/matrice sont ainsi limités avec ces points de collage, malgré une augmentation des longueurs d'interphase oxydées. Durant la décharge, des micro-contacts sont rompus (avec des déplacements fibre/matrice s'accompagnant possiblement de l'extension des longueurs d'interphase déliées), ce qui engendre une augmentation de résistance malgré la diminution des déformations et la refermeture partielle des fissures. Ces contacts ne sont pas recréés à la recharge, car leur mise en place est un processus dépendant du temps (et donc la résistance augmente encore à la recharge). Ce phénomène s'amplifie au cours de l'essai avec le niveau d'endommagement croissant du matériau.

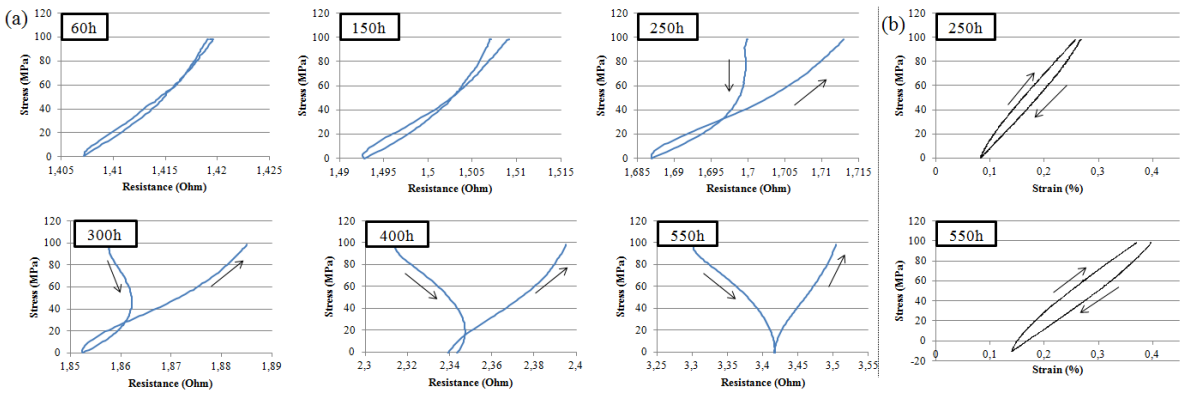

Figure V.13 - (a) Résistance en fonction de la contrainte et (b) contrainte en fonction de la déformation durant des cycles de décharge/recharge effectués à plusieurs temps d'essai (essai statique à 450°C sous air ambiant, rupture à 571h) [Simon2017_Acta2]

De même que pour le cas cyclique, ce phénomène observé dépendant de l'endommagement a été exploité dans le but d'estimer des durées de vie. Ce n'est plus dans ce cas le module résistif qui a été retenu, mais un indicateur nommé I_{rev} traduisant la réversibilité des cycles contrainte/résistance, à

partir des résistances à contrainte maximale mesurées juste avant le cycle (R_{av}) et juste après (R_{ap}), cf. Eq (V.4) et Figure V.14a.

$$I_{rev} = \frac{R_{ap} - R_{av}}{R_{av}} \quad \text{(V.4)}$$

Cet indicateur de réversibilité a été calculé lors de différents cycles de caractérisation et tracé pour 3 essais en fatigue statique à 450°C sous différentes pressions partielles d'eau (Figure V.14). L'évolution de I_{rev} présente un comportement similaire pour ces trois essais mais à des échelles de temps différentes selon les conditions environnementales. Un critère est proposé à partir du temps caractéristique pour lequel I_{rev} atteint une valeur de 1 % (i.e. l'écart entre les branches du cycle a une valeur de 1% de la valeur initiale). Les trois temps caractéristiques ainsi déterminés sont proches de la moitié de la durée de vie.

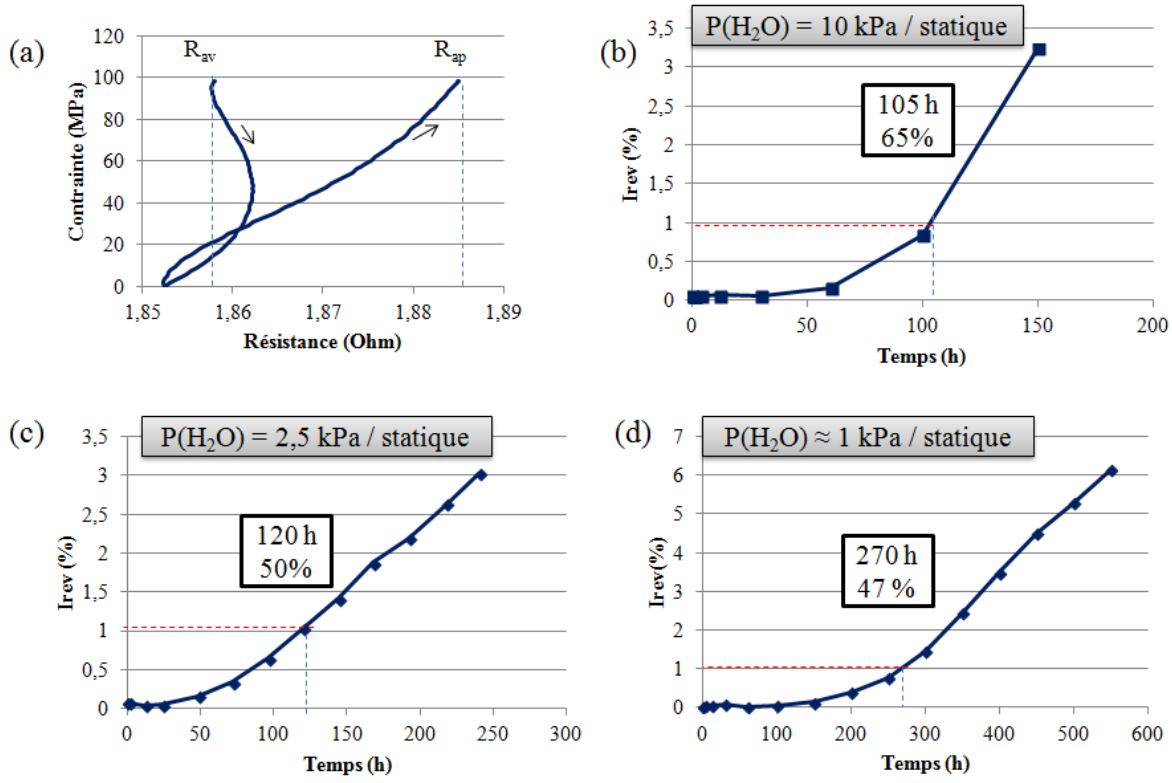

Figure V.14 - (a) Cycle contrainte-résistance enregistré après 300 h d'essai en fatigue statique et 450°C sous air ambiant, et définition de R_{av} et R_{ap}. Evolution de I_{rev} durant les essais en fatigue statique à 450°C (b) avec $P(H_2O)$ = 10 kPa, (c) avec $P(H_2O)$ = 2,5 kPa et (d) sous air ambiant.

L'augmentation de I_{rev} correspond à une augmentation de la non réversibilité des cycles. Cette non réversibilité existe aussi en fatigue cyclique mais elle est alors beaucoup moins importante, car le matériau est soumis en permanence au cyclage, alors que le cycle de décharge-recharge imposé toutes les 50 h en fatigue statique est un événement beaucoup plus perturbant pour le matériau. L'origine précise de l'augmentation de I_{rev} à partir d'un certain temps de sollicitation est encore incertaine, mais elle est probablement liée à la mise en place et à la rupture de micro-contacts électriques décrites précédemment. La propagation de l'oxydation du seal-coat matriciel vers les torons (encore une fois décrite dans la partie **V.1.3.1**) est également certainement en jeu.

L'analyse de l'évolution de la résistance électrique durant les cycles de décharge/recharge peut ainsi fournir des informations significatives sur des mécanismes ayant lieu dans les interfaces au cœur du matériau, informations probablement non accessibles par d'autres moyens de suivi. Les interprétations proposées restent des hypothèses qui nécessiteraient confirmation, mais elles sont confortées par d'autres essais effectués (voir **Annexe A**). Les phénomènes observés ont été exploités afin de mettre en place des indicateurs concernant les estimations de durée de vie. L'origine précise de l'évolution de ces indicateurs pourrait être approfondie, puisqu'ils présentent certainement un fort potentiel.

2. ESSAIS SUPPLEMENTAIRES COMPLETANT LA STRATEGIE D'ACCELERATION D'ESSAIS

Dans la stratégie d'accélération d'essais mise en place au **Chapitre II**, les contraintes auxquelles les pièces typiques d'application sont soumises au cours d'un cycle avion ont été classées en 3 catégories : élevée (70 à 100 MPa, durci à 100 MPa), intermédiaire (50 à 70 MPa, durci à 70 MPa) et faible (40 à 50 MPa, durci à 50 MPa). Tous les essais présentés jusqu'alors correspondent à la catégorie élevée, avec une contrainte maximale de 100 MPa. Les indicateurs d'endommagement mis en place l'ont donc été à partir d'essais de la catégorie de contrainte élevée, qui constitue la référence de ce travail de thèse.

Afin de traiter les deux autres catégories de contrainte (intermédiaire et faible), quelques essais supplémentaires ont été effectués en fatigue cyclique à des niveaux de contrainte maximale inférieurs à 100 MPa. La fatigue cyclique a été préférée à la fatigue statique pour réduire les durées de vie (comme montré à 100 MPa) qui risquaient d'être trop longues à basse contrainte pour être compatibles avec un travail de thèse.

Concernant la catégorie intermédiaire, 3 essais à 450°C ont été effectués à 70 MPa maximum. Le premier a été mené sous air ambiant durant 1100 h (sans rupture) sur le site de Safran Ceramics au Haillan dans des conditions très similaires à celles du LCTS. Il a permis entre autres de montrer qu'il est possible d'effectuer un suivi par résistance électrique de bonne qualité sur de longues durées, et de vérifier si les indicateurs d'endommagement mis en place pour une contrainte maximale de 100 MPa pouvaient être valables également à 70 MPa. Un essai réalisé dans les mêmes conditions mais avec une atmosphère contrôlée $P(H_2O)$ = 10 kPa a été mené à bien pour évaluer l'accélération des cinétiques d'endommagement par effet de l'humidité à contrainte plus faible. Tous les essais précédents ayant été réalisés avec $P(O_2)$ = 20 kPa, un essai supplémentaire a été mené avec une pression d'oxygène beaucoup plus élevée (70 kPa) pour estimer l'influence de ce paramètre. En effet, l'oxygène intervient dans deux phénomènes aux conséquences opposées sur la durée de vie : il favorise la formation d'oxyde cicatrisant, mais peut également contribuer à l'oxydation des interphases (s'il les atteint). La comparaison des deux essais pour lesquels seule la pression partielle d'oxygène diffère permettra de déterminer le phénomène prépondérant à 450°C.

La catégorie de contrainte faible avait été associée dans le **Chapitre II** à un traitement différent, le but étant de montrer que l'endommagement ne progressait pas lors de la fatigue à contrainte faible même en présence de pré-endommagement au niveau maximum de contrainte rencontré lors du cycle avion, soit 100 MPa. Les durées d'application passées à contrainte faible (croisière notamment) ne seraient ainsi plus à justifier pour la certification. Pour vérifier cela, une éprouvette a été pré-endommagée à 100 MPa (charge - décharge - recharge à 3000N/min) puis soumise à de la fatigue cyclique à 50 MPa (R = 0,4, 1 Hz) et 450°C sous air ambiant durant 300 h. Comme il n'était pas possible d'en conclure que l'endommagement ne progressait pas, un second essai similaire a été effectué avec pré-endommagement suivi de fatigue cyclique (R = 0,4, 1 Hz) à contrainte dégressive : 45 MPa durant 100 h, puis 40 MPa durant 100 h, 30 MPa durant 50 h et enfin 20 MPa durant 50 h.

Tableau V.2 - Durées de vie (ou durée de test dans le cas d'arrêt avant rupture) lors d'essais de fatigue cyclique à 1 Hz (R = 0,4) et 450°C sous air ambiant à différentes contraintes maximales de cyclage

Essais à 450°C, 1 Hz, R=0,4	**Air ambiant**	**Air contrôlé $P(H_2O)$ = 10 kPa $P(O_2)$ = 20 kPa**	**Air contrôlé $P(H_2O)$ = 10 kPa $P(O_2)$ = 70 kPa**
70 MPa	+ 1100 h (sans rupture)	331 h (rupture)	226h (rupture)
50 MPa + pré-endommagement à 100 MPa	+ 300 h (sans rupture)	/	/
45 MPa dégressif + pré-endommagement à 100 MPa	+ 300h (sans rupture)	/	/

2.1. INFLUENCE DE LA CONTRAINTE MAXIMALE DES CYCLES MECANIQUES : CATEGORIE DE CONTRAINTES INTERMEDIAIRES

Trois essais ont été effectués à 70 MPa maximum en fatigue cyclique à 1 Hz (R = 0,4) sous différentes atmosphères à 450°C : air ambiant, air contrôlé humide ($P(H_2O)$ = 10 kPa / $P(O_2)$ = 20 kPa), et air contrôlé humide et concentré en oxygène ($P(H_2O)$ = 10 kPa / $P(O_2)$ = 70 kPa). L'évolution des déformations est présentée sur la Figure V.15 en comparaison avec l'essai cyclique à 100 MPa sous air ambiant.

Sous air ambiant, les déformations évoluent moins rapidement à 70 MPa qu'à 100 MPa, et la durée de vie est nettement plus longue (1100 h sans rupture à 70 MPa, rupture à 373 h à 100 MPa). Lorsque le niveau d'humidité est augmenté ($P(H_2O)$ = 10 kPa) tout en conservant la même pression partielle d'oxygène que sous air ambiant ($P(O_2)$ = 20 kPa), une sollicitation cyclique à 70 MPa entraîne une rupture beaucoup plus précoce que sous air ambiant (331 h). L'atmosphère très fortement oxydante (humide et forte pression partielle d'oxygène, $P(H_2O)$ = 10 kPa et $P(O_2)$ = 70 kPa) entraîne également une chute critique de durée de vie, alors réduite à 226 h, malgré le faible niveau de contrainte de 70 MPa. Ces conditions oxydantes à 70 MPa sous $P(H_2O)$ = 10 kPa sont donc plus critiques en termes de durée de vie qu'un essai à 100 MPa sous air ambiant, pour les deux niveaux de pression partielle d'oxygène explorés. Les évolutions des déformations en fonction du temps sont

alors plus proches de l'essai à 100 MPa sous air ambiant que de celle à 70 MPa sous air ambiant, la rupture ayant toutefois lieu à un niveau de déformation bien plus faible. Pour une même pression partielle d'eau, l'augmentation de la pression partielle d'oxygène entraîne une diminution de la durée de vie, mais peu de différences notables en termes d'évolution des déformations. L'augmentation des pressions partielles en espèces oxydantes favorise la propagation sous-critique des fissures, ce qui explique les durées de vie plus faible. Une augmentation des pressions partielles en O_2 et H_2O a, pour les déformations, un effet aussi important que l'augmentation du nombre et de l'ouverture des fissures (via une augmentation de contrainte).

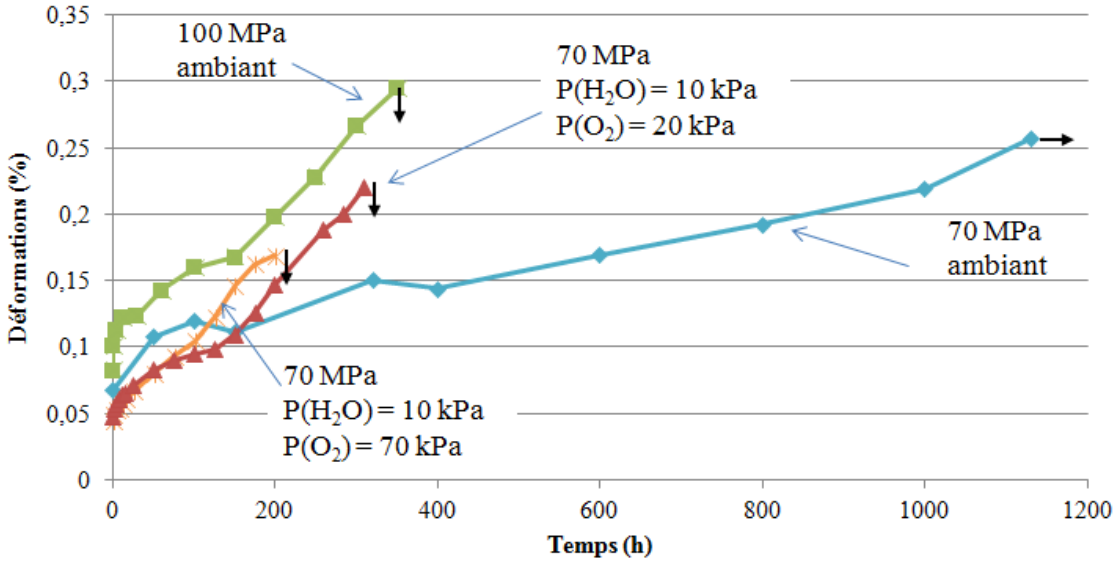

Figure V.15 - Evolution des déformations durant des essais en fatigue cyclique à 450°C et différentes contraintes maximales élevées et intermédiaires

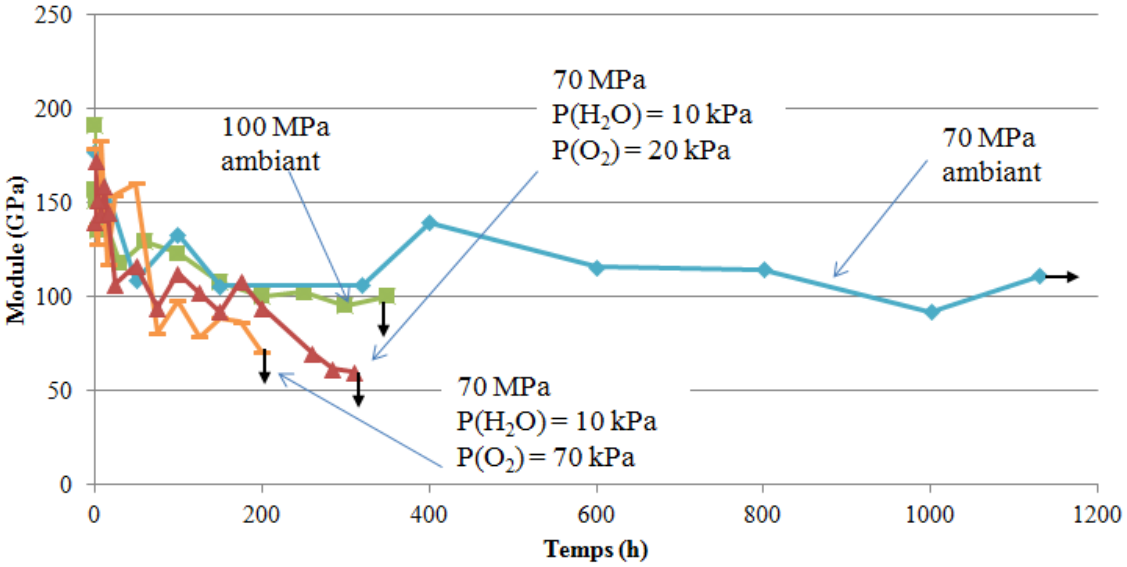

Figure V.16 - Evolution des modules durant des essais en fatigue cyclique à 450°C et différentes contraintes maximales élevées et intermédiaires

En ce qui concerne les modules (Figure V.16), le module de l'essai à 70 MPa sous air ambiant semble se stabiliser autour de 110 GPa, il n'y a pas de chute importante observée entre 200 et 1100 h. En

revanche, les conditions fortement oxydantes sous $P(H_2O)$ = 10 kPa entraînent rapidement une chute significative de module, qui est réduit à 70 GPa à 200 h pour $P(O_2)$ = 70 kPa, et à 60 GPa après 300 h pour $P(O_2)$ = 20 kPa. Le module à rupture reste bien supérieur aux 40 GPa lors d'une reprise par les fibres seules (cf. III.2.1). Ainsi, un critère de rupture adapté doit être pris en compte pour expliquer cette rupture prématurée (fissuration sous-critique, variation de la durée de vie des fibres avec $P(O_2)$ et $P(H_2O)$).

En termes de résistances, la qualité affichée par les mesures effectuées sur l'essai réalisé à 70 MPa sous air ambiant est à remarquer car il s'agit du plus long essai qui ait été mené avec mesure de résistance (Figure V.17b). Il est ainsi possible d'effectuer un suivi précis en continu via cette méthode durant au moins 1100 h. Les discontinuités vers 150 et 320 h sont liées à des interruptions d'essai et à un refroidissement de l'éprouvette suite à l'arrêt du four (la résistance de l'éprouvette décroît lorsque la température augmente, de même que celle du carbone [Noyes1924]). Sur la fin de l'essai, la mesure devient de plus en plus bruitée, ce qui a été associé à la chute de tension de la pile. Il faut donc sur des essais de très longues durées remplacer la pile lorsque sa faible tension dégrade trop la qualité de la mesure. La qualité de l'évolution de résistance mesurée sur 1100 h est toutefois très satisfaisante : il est possible notamment de remarquer de nouveau la première phase d'évolution linéaire (malgré les discontinuités) puis le début de la seconde phase d'évolution plus rapide vers 500-600 h. Cela confirme que ces deux phases de comportement observées lors des essais à 100 MPa sont également présentes à contrainte plus faible, mais sur des échelles de temps plus longues.

Les essais à même contrainte (70 MPa) mais sous conditions fortement oxydantes ($P(H_2O)$ = 10 kPa) présentent également deux phases d'évolution de résistance électrique, mais sur des temps beaucoup plus courts comparés à celui réalisé sous air ambiant. Pour une même atmosphère ($P(H_2O)$ = 10 kPa et $P(O_2)$ = 20 kPa), la résistance augmente moins rapidement durant l'essai à 70 MPa que durant celui à 100 MPa. Cependant, contrairement aux évolutions de déformation, la résistance augmente beaucoup plus vite à 70 MPa en conditions oxydantes qu'à 100 MPa sous air ambiant. L'augmentation des pressions partielles en espèces oxydantes est donc beaucoup plus critique pour les interphases que l'extension du réseau de propagation et l'ouverture des fissures.

Si l'augmentation de la pression partielle d'oxygène a relativement peu d'influence sur l'évolution des modules et déformations, elle entraîne une augmentation de résistance beaucoup plus importante. Ainsi, il semblerait qu'à 450°C, l'oxygène contribue fortement à l'oxydation des interphases carbonées, alors que, malgré une forte pression partielle d'oxygène, les cinétiques de formation de l'oxyde cicatrisant demeurent très faibles à cette température.

L'un des objectifs de ces essais à contrainte maximale intermédiaire était d'évaluer la validité sur ces essais des indicateurs d'endommagement mis en place lors des essais à 100 MPa. Il est ainsi toujours possible de déterminer un temps de transition sur les évolutions de résistance en suivant la même méthode que celle définie au paragraphe **V.1.3.1**. L'essai à 70 MPa ($P(H_2O)$ = 10 kPa / $P(O_2)$ = 20 kPa) a été perturbé des interruptions de l'alimentation du four, ce qui ne permet pas une détermination précise du temps de transition. En revanche, pour l'essai à 70 MPa ($P(H_2O)$ = 10 kPa / $P(O_2)$ = 70 kPa), le critère de transition à 10% d'écart par rapport au régime linéaire a donné un temps de transition à 70h, ce qui correspond à 31% de la durée de vie totale de cette éprouvette (226 h). Ce pourcentage est tout à fait en accord avec les conclusions obtenues lors des essais à 100 MPa maximum, pour lesquels les transitions étaient mesurées à des pourcentages proches de 30%. Une très bonne

corrélation est obtenue (Figure V.18), si le point correspondant à cet essai est ajouté sur le graphe de la durée de vie en fonction du temps de transition (Figure V.8).

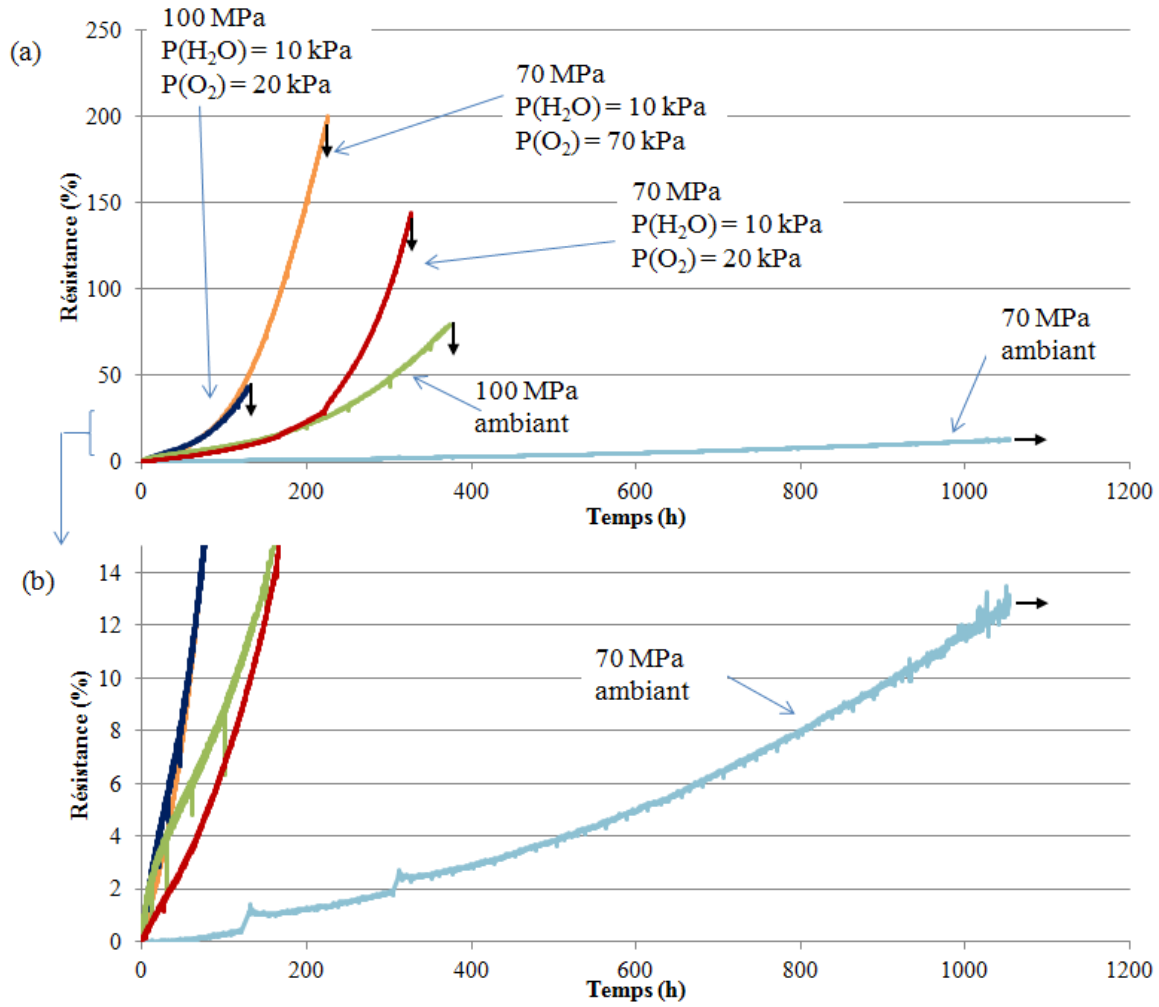

Figure V.17 – (a) Evolution des résistances durant des essais en fatigue cyclique à 450°C et différentes contraintes maximales élevées et intermédiaires, (b) zoom du graphe précédent mettant en évidence l'essai à 70 MPa sous air ambiant

Il semblerait donc que cet indicateur de transition de phase vers 30 % de durée de vie soit également applicable pour des essais à contrainte plus faible. Il est donc envisageable d'utiliser ce critère pour estimer la durée de vie de l'éprouvette soumise à 70 MPa sous air ambiant (interrompu à 1100 h sans rupture). La méthode précédemment décrite pour définir le temps de transition donne une valeur de 572 h. Le critère des 30 % de durée de vie (ou l'extrapolation des droites définies aux Figure V.8 et Figure V.18) donne des estimations de durée de vie de l'ordre de 1900 h. Ceci est relativement proche des niveaux de durée de vie estimés par Safran Ceramics dans ces conditions (environ 1800 h).

Concernant l'émission acoustique, il est également intéressant de noter que le schéma de comportement avec chute de sévérité décrit précédemment a été également observé lors des essais en fatigue cyclique à 1 Hz à contrainte maximale de 70 MPa à 450°C sous air ambiant et sous ($P(H_2O)$ = 10 kPa / $P(O_2)$ = 70 kPa) (Figure V.19). Pour l'essai sous air ambiant, la chute de sévérité est enregistrée de manière très nette après 305 h d'essai. Si cet essai est comparé à celui réalisé dans des conditions identiques (fatigue cyclique à 1 Hz sous air ambiant à 450°C) mais à 100 MPa

maximum, la chute de sévérité avait alors lieu à 18% de durée de vie. Ce pourcentage adapté au temps caractéristique de 305 h indiquerait une durée de vie estimée autour de 1700 h, ce qui correspond aux ordres de grandeurs de durée de vie de ce matériau estimés par SAFRAN.

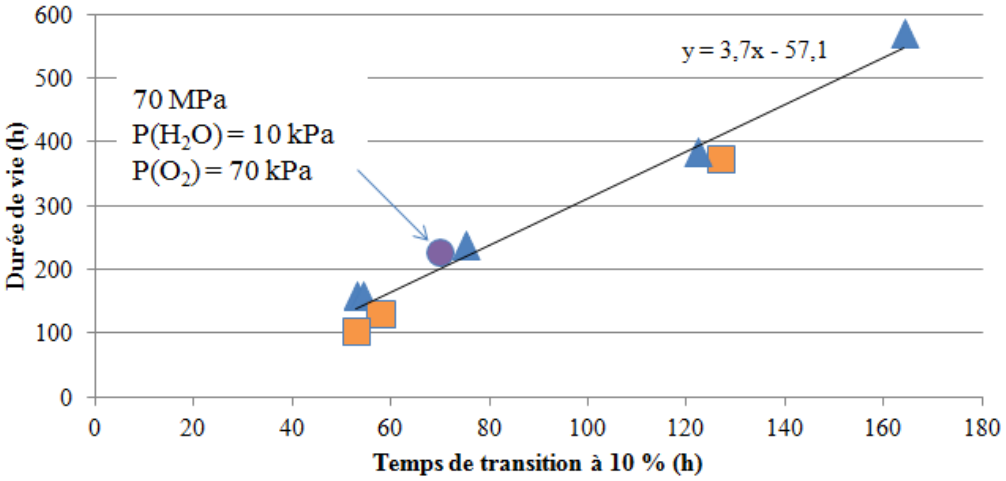

Figure V.18 - Durées de vie en fonction du temps de transition à 10 % de différence par rapport au régime linéaire pur pour les essais à 100 MPa maximum présentés dans le Tableau V.1 et l'essai à 70 MPa ($P(H_2O)$ = 10 kPa / $P(O_2)$ = 70 kPa) (triangle : essai cyclique, carré : essai statique, disque : 70 MPa)

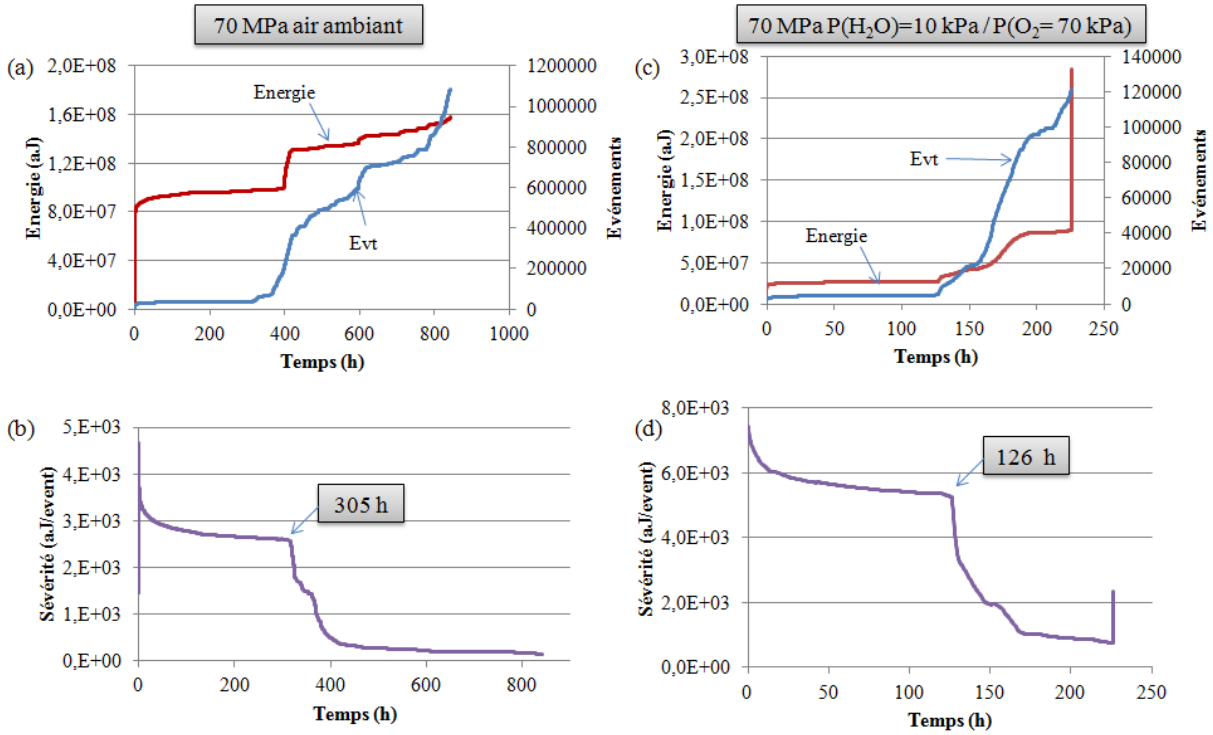

Figure V.19 - Evolutions (a) de l'énergie absolue cumulée et du nombre d'événements et (b) de la sévérité durant l'essai en fatigue cyclique à 1 Hz *à 70 MPa* maximum (R = 0,4), à 450°C sous air ambiant. Evolutions (c) de l'énergie absolue cumulée et du nombre d'événements et (d) de la sévérité durant l'essai en fatigue cyclique à 1 Hz *à 70 MPa* maximum (R = 0,4), à 450°C sous ($P(H_2O)$ = 10 kPa / $P(O_2)$ = 70 kPa).

En ce qui concerne l'essai réalisé à 70 MPa sous atmosphère fortement oxydante, une chute de sévérité est également enregistrée, mais après un temps beaucoup plus court (126 h). Le pourcentage de durée de vie lors de la chute de sévérité ne peut toutefois pas être comparé

directement à celui de l'essai précédent car l'atmosphère est différente, et il a été auparavant remarqué que le temps avant la chute de sévérité pourrait dépendre de l'atmosphère (cf. V.1.2). Aucun autre essai n'a été effectué sous cette atmosphère ; la chute de sévérité a lieu à 55 %, ce qui est assez proche des essais à 100 MPa et 5 ou 10 kPa d'eau (48% et 47% pour la chute principale de sévérité respectivement). Si l'indicateur de sévérité est difficile à associer à un critère précis d'estimation de durée de vie étant donné sa dépendance à l'atmosphère, il est toutefois intéressant de noter qu'une chute très nette de sévérité est enregistrée entre 18% et 55% de durée de vie pour tous les essais effectués en fatigue cyclique à 450°C quelles que soient l'atmosphère oxydante et le niveau de contrainte maximale (100 et 70 MPa).

Comme ces essais ont été réalisés en fatigue cyclique, l'intérêt des indicateurs I_{reload} et I_{unload} défini dans la partie 1.3.2 peut être évalué. En effet, lors des essais cycliques à 70 MPa, et en particulier pour celui sous conditions hautement oxydantes (Figure V.20a), le phénomène de courbure inverse est de nouveau observé. Le rapport de charge R étant conservé à 0.4, les cycles sont effectués entre 32 et 70 MPa avec une contrainte moyenne de 56 MPa. Cette contrainte moyenne de cyclage correspond tout à fait à la contrainte pour laquelle le maximum de résistance est enregistré, ce qui conforte le scénario proposé dans la partie **V.1.3.2**.

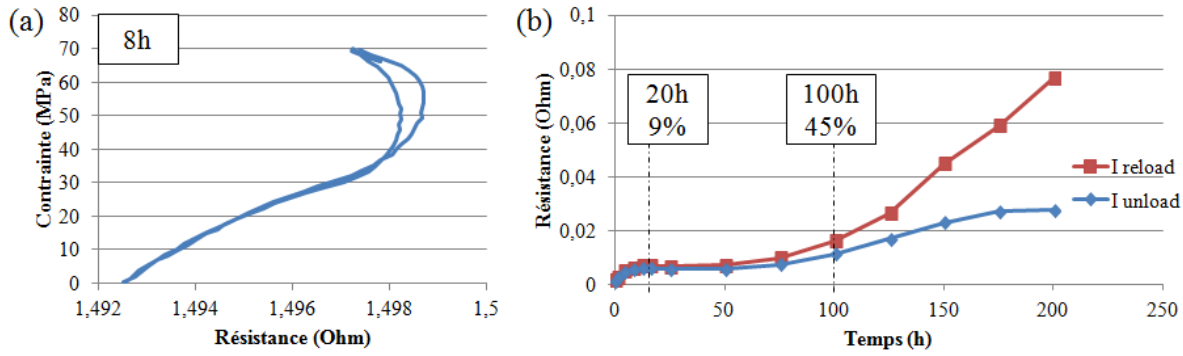

Figure V.20 – (a) Cycle contrainte/résistance enregistré après 8 h d'essai en fatigue cyclique à 1 Hz à 70 MPa maximum (R = 0,4), à 450°C sous ($P(H_2O)$ = 10 kPa / $P(O_2)$ = 70 kPa). (b) Evolution des indicateurs I_{reload} et I_{unload} au cours du même essai.

Les indicateurs I_{reload} et I_{unload} peuvent ainsi être calculés et tracés au cours de cet essai (Figure V.20b). Les trois phases d'évolution décrites lors des essais à 100 MPa sont également présentes pour cet essai à 70 MPa de contrainte maximale. Si le pourcentage de transition de la phase 1 à la phase 2 est plus faible qu'à 100 MPa (9% comparé à 16% à 100 MPa), celui de la phase 2 à la phase 3 est très proche (45% comparé à 50%). Il est donc à noter que l'évolution de I_{reload} et I_{unload} suit un schéma similaire à 70 et 100 MPa, ce qui étend l'application de ces indicateurs dans l'optique d'estimer des durées de vie.

Les indicateurs définis lors des essais à 100 MPa semblent ainsi pouvoir être utilisés pour des essais à contrainte inférieures. La transition de la résistance globale à 30% de durée de vie présente le plus fort potentiel, et les paramètres I_{reload} et I_{unload} semblent également assez fiables (passage de phase 2 à phase 3). La sévérité, quant à elle, met en évidence une chute notable entre 18% et 55% de durée de vie pour tous les essais cycliques, mais cette gamme assez large rend les estimations de durée de vie plutôt imprécises.

2.2. CATEGORIE DE CONTRAINTES FAIBLES

La dernière catégorie de contraintes traitée est celle des contraintes faibles, inférieures à 50 MPa. Il a été montré précédemment sur l'A40C qu'un endommagement créé lors de la fatigue cyclique à 50 MPa et 450°C n'avait pas d'influence sur la progression de l'endommagement qui s'en suivrait lors d'une fatigue cyclique à 100 MPa (comportement similaire à 100 MPa avec ou sans fatigue préalable à 50 MPa) [Racle2015]. Cependant, il n'a jamais été vérifié que la progression de l'endommagement lors de fatigue à 50 MPa *après* endommagement préalable à 100 MPa n'induisait pas de progression de l'endommagement.

Afin d'évaluer ce dernier point, une éprouvette a été chauffée à 450°C et endommagée à 100 MPa (charge – décharge – recharge) puis soumise à de la fatigue cyclique à 50 MPa durant 300 h. Une seconde éprouvette a subi le même pré-endommagement et a été soumise à de la fatigue à contrainte plus faible et dégressive (45 MPa durant 100 h, puis 40 MPa durant 100 h, 30 MPa durant 50 h et enfin 20 MPa durant 50 h).

Les modules à la recharge restent comme attendu plus élevés pour ces deux essais à faible contrainte que pour les essais en conditions similaires mais à 70 et 100 MPa (Figure V.21). Après 300h, les modules sont encore proches de 130 GPa alors qu'ils ont déjà diminué jusqu'à 100 GPa lors de l'essai à 100 MPa. La fatigue cyclique à faible contrainte (et faible fréquence, 1 Hz) entraîne toutefois une diminution de module non négligeable par rapport à l'état initial pré-endommagé mais non fatigué (150 GPa). Elle semble se stabiliser à partir de 150 h d'essai. Les deux essais à faible contrainte présentent des évolutions de module très similaires.

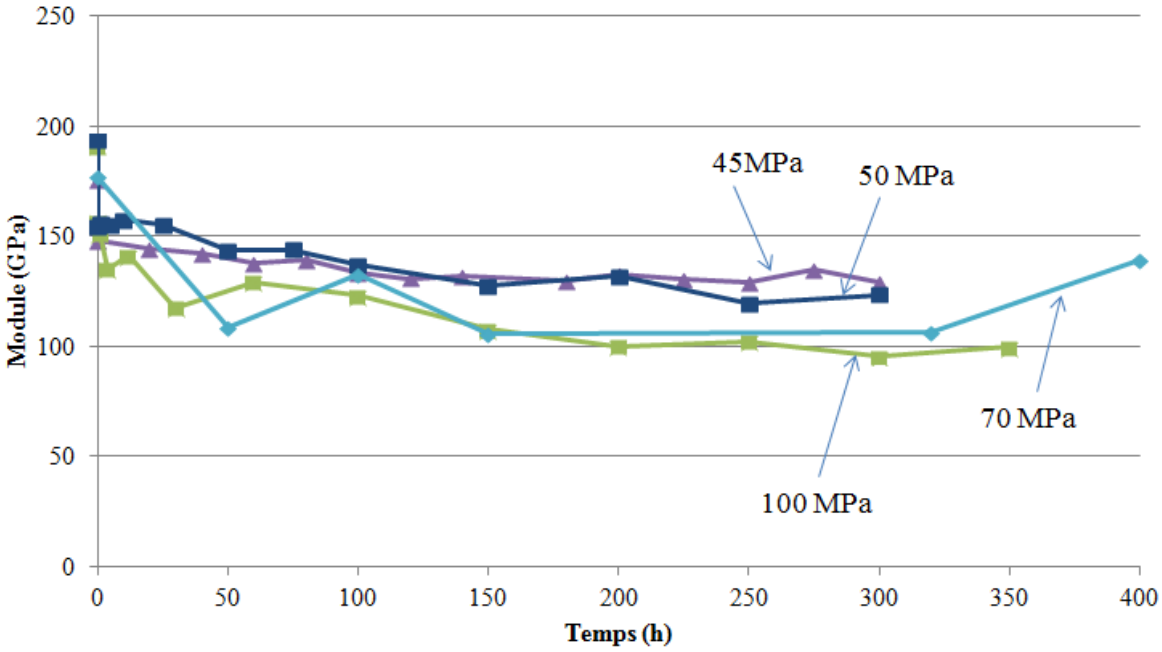

Figure V.21- Evolution des modules à la recharge durant des essais en fatigue cyclique (1 Hz, R=0,4) à 450°C et différentes contraintes maximales

Les déformations, quant à elles, ne semblent quasiment pas évoluer durant 300 h pour les deux essais à faible contrainte, contrairement à l'essai à 70 MPa durant lequel elles augmentent très progressivement.

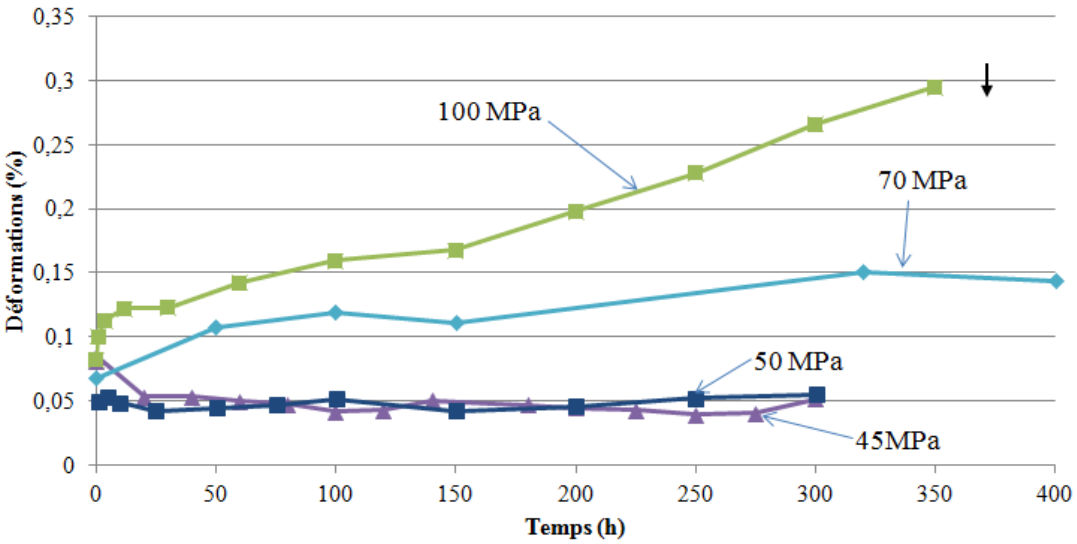

Figure V.22 - Evolution des déformations (à contrainte maximale) durant des essais en fatigue cyclique à 450°C et différentes contraintes maximales (↓ : rupture)

Ainsi, la stabilité des modules et des déformations pour les deux essais à 50 MPa et 45 MPa dégressifs peut laisser penser que l'endommagement ne progresse que très peu malgré le chargement préalable à 100 MPa et la création d'un réseau de fissuration bien plus étendu que celui créé par un chargement initial à 70 MPa.

Cependant, l'analyse de l'évolution des résistances montre que cette conclusion n'est que partielle (Figure V.23). En effet, une résistance électrique stable aurait pu être attendue pour confirmer ces résultats et démontrer que la dégradation des interphases ne progresse pas en fatigue cyclique à 50 MPa et 450°C même après pré-endommagement à 100 MPa. Or, lors de l'essai à 50 MPa, la résistance n'est absolument pas stable, elle augmente clairement. La comparaison avec l'essai à 70 MPa montre même que la résistance augmente plus rapidement lors de la fatigue à 50 MPa avec pré-endommagement à 100 MPa que lors de la fatigue à 70 MPa sans pré-endommagement.

L'augmentation de résistance montre que les interphases sont progressivement oxydées durant la fatigue cyclique à 50 MPa, sans aucun signe de ralentissement ou de stabilisation durant les 300 h d'essai effectuées. Cependant, les augmentations de résistances restent très limitées (moins de 10% après 300h) en comparaison avec les essais à 100 MPa (+50% à +200% après 300h selon l'atmosphère). L'endommagement des interphases progresse donc à faible contrainte, mais de manière relativement lente.

Si le réseau de fissuration est logiquement lié à la contrainte maximale d'endommagement à 100 MPa, l'accès de l'oxygène à cœur du composite est dépendant de l'ouverture des fissures qui serait proportionnelle à la contrainte de fatigue.

A la suite de ces résultats, l'essai dégressif à 45 MPa a été défini afin de déterminer s'il existait un niveau de contrainte à partir duquel lequel l'endommagement se stabilise. Ainsi, les différents paliers de contrainte de 45 MPa à 20 MPa auraient pu engendrer une pente d'augmentation de résistance de plus en plus faible, possiblement jusqu'à stabilisation complète de la résistance, ce qui aurait traduit une non évolution de l'endommagement de l'interphase.

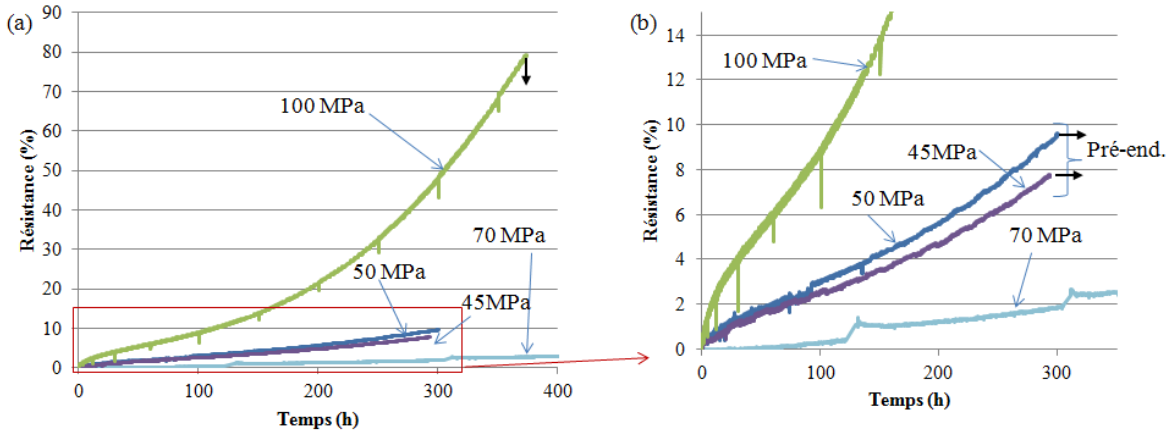

Figure V.23 - Evolution des résistances électriques durant des essais en fatigue cyclique à 450°C et différentes contraintes maximales (↓ : rupture)

Or, lors de cet essai à 45 MPa dégressif, aucune rupture de pente en résistance n'a été notée lors des diminutions de contraintes, cette pente augmentant même malgré la diminution de contrainte. En effet, de manière surprenante, la résistance augmente plus rapidement à 20 MPa (entre 250 h et 300 h d'essai) qu'à 45 ou 40 MPa (entre 0 et 100 h, et entre 100 h et 200 h respectivement). L'évolution de résistance lors de cet essai est finalement très proche de celle enregistrée lors de l'essai à 50 MPa.

Ainsi, après l'établissement d'un même réseau de fissuration à 100 MPa, il semble que le niveau d'ouverture des fissures ait finalement peu d'influence du moment que les espèces oxydantes accèdent aux interphases. En effet, les fissures étant largement déviées par les couches successives de matrice, elles sont sollicitées à l'interface des couches en mode II et non plus en mode I, avec des ouvertures de fissures limitantes ne dépendant donc plus de la contrainte appliquée.

De plus, le niveau d'ouverture des fissures à 50 ou 20 MPa pourrait être assez proche, et est au moins identique à celui correspondant aux déformations résiduelles observées après pré-fissuration à 100 MPa et décharge, et liées à l'énergie dissipée (donc irrécupérable) par l'endommagement. En outre, la matrice étant pré-contrainte en traction, les fissures restent d'autant plus naturellement ouvertes même lorsque le matériau est relâché. Ce point est potentiellement critique pour les applications en vol, comme ces essais le suggèrent. Cependant, les matériaux de dernière génération sont élaborés par une autre voie de densification (infiltration par voie liquide) qui engendre des matrices pré-contraintes en compression et ainsi des fissures refermées à basse contrainte, évitant ce type de problématique.

Il n'est donc pas possible d'affirmer pour ce matériau que l'endommagement n'évolue pas lors de fatigue à des faibles contraintes après un endommagement à 100 MPa, car les interphases se dégradent peu à peu. Cependant, ces augmentations de résistances restent très limitées en comparaison avec les essais à 100 MPa. L'endommagement des interphases progresse donc à faible contrainte, mais de manière relativement lente.

3. SYNTHESE VERS UNE METHODOLOGIE POUR L'ACCELERATION D'ESSAIS

L'objectif initial de cette thèse était de mettre en place une méthodologie pour l'accélération et le durcissement d'essai applicable aux essais de structure, basée sur le composite Cerasep A40C et transférable à d'autres matériaux. Ce ne sont pas tant les valeurs quantitatives de facteurs d'accélération spécifiques au composite étudié qui étaient attendues, mais plutôt la méthodologie mise en place afin qu'elle puisse être appliquée par la suite à d'autres matériaux.

Il a été indiqué clairement dès le début de ce manuscrit ce qui pouvait être attendu par « l'accélération d'essais » sur CMC et ce qui ne devait pas l'être. En effet, la complexité et la variété des phénomènes mis en jeu lors de la dégradation de ces composites à haute température implique qu'une loi d'accélération « magique » donnant une équivalence précise d'endommagement en multipliant tel paramètre par tel facteur est totalement irréaliste. Il est possible de parler d'accélération d'essai avec un réel sens scientifique lorsque la dégradation du matériau (ou du produit) est dominée par un unique mécanisme prépondérant, obéissant à une loi analytiquement identique, par exemple la loi d'Arrhenius. Dans ce cas, il est correct d'estimer des équivalences entre temps et température, et l'on peut réellement parler d'accélération d'essai, dans la limite d'augmentation de température qui ne modifie pas les mécanismes mis en jeu.

Dans le cas des CMC portés à haute température, la combinaison des dégradations mécaniques et physico-chimiques implique que tout changement de paramètres n'affectera pas les cinétiques de chaque type de dégradation de la même manière, en favorisant un mécanisme plutôt qu'un autre. Ainsi, comme aucun mécanisme n'est prédominant, il est impossible d'avoir une réelle équivalence d'endommagement entre temps et jeu de conditions d'essai. La problématique de départ et le terme d'« accélération d'essais » est donc certes claire quant aux objectifs finaux (pouvoir évaluer et certifier un matériau plus rapidement), mais elle est probablement posée de façon trompeuse, du moins ambitieuse voire irréaliste si elle prise au sens le plus rigoureux du terme. Il est donc nécessaire de redéfinir ce qui peut être entendu et attendu par « accélération d'essais » dans le cadre des CMC.

Dans un premier temps, il est indispensable d'analyser soigneusement le cycle avion correspondant à l'application visée. En effet, c'est probablement l'examen détaillé des conditions réelles d'application et du temps passé à chaque niveau de contrainte qui permettra de gagner en durées d'essai nécessaires, car les réductions de temps de sollicitation à justifier peuvent être énormes. Concernant les « conditions d'essai accélérées », il faut plutôt voir dans ce travail une identification des paramètres d'essais pouvant influencer les cinétiques d'endommagement et une analyse quantitative de l'impact de chacun d'entre eux sur la dégradation du matériau. L'utilisation et le développement de moyens de suivi en temps réel (mécanique, résistivité électrique, émission acoustique) rendent possible cette analyse quantitative en combinant les informations obtenues via ces différentes méthodes.

Les différentes étapes de la méthodologie proposée dans le but d'accélération d'essais (tel que défini plus haut), potentiellement applicables à d'autres matériaux, sont décrites par ci-après.

1) Analyse des contraintes et environnements rencontrés en application (cycle avion)

Malgré la difficulté de déterminer les contraintes et environnements « typiques » rencontrés en application (durant le cycle avion dans le cas présent) à cause notamment de leur inhomogénéité, les plus représentatifs possibles de ceux-ci ont été présentés au **Chapitre II.4**.

2) Identification et compréhension des mécanismes de dégradation majoritaires du matériau, en particulier dans les contraintes et environnements d'application

Les mécanismes d'endommagement du Cerasep A40C, déjà mis en évidence par plusieurs études préalables, ont été décrits en détail dans les **Chapitres I.2.1** et **I.2.2**. Les dégradations de type mécanique (fissuration et décohésions associées), d'origine physico-chimique (oxydation des différents constituants et auto-cicatrisation) et combinées (fissuration sous-critique) ont été détaillées. Une modélisation de l'auto-cicatrisation sous différents environnements a été mise en place (**Chapitre IV.1**). De plus, après identification de la contrainte maximale rencontrée en vol, l'état de fissuration initial du composite a été analysé (**Chapitre III.1.2**).

3) Sélection de catégories de contraintes et des contraintes durcies (en s'appuyant sur l'étape précédente) et établissement d'une stratégie pour chaque catégorie

La partition des contraintes rencontrées en trois catégories a été mise en place au **Chapitre II.4**, et une stratégie a été définie pour chaque catégorie, après définition des contraintes durcies. Les bornes de chaque catégorie ont été définies à partir du comportement mécanique du matériau (50 MPa en zone linéaire, 70 MPa endommagement limité). Le champ de contraintes mécaniques peut également être pris en compte à cette étape pour améliorer la représentativité des essais par rapport aux conditions réelles. Si en pratique, il est difficile d'effectuer des essais différents de la traction pure, l'effet d'un champ de contrainte mixte en traction/cisaillement a été exploré lors d'un stage mené dans le cadre de cette thèse, avec l'usinage de deux entailles décalées sur les éprouvettes afin d'introduire un champ mixte traction/cisaillement (**Annexe B**).

4) Identification des paramètres d'essai pouvant influencer les cinétiques d'endommagement

Les paramètres sélectionnés ne doivent pas modifier les mécanismes d'endommagement. La contrainte ne pouvait donc pas dans le cas présent être augmentée au-delà de 100 MPa, car le réseau de fissuration initial aurait alors été beaucoup plus étendu. En outre, il est nécessaire de prendre en compte les contraintes matérielles liées aux moyens potentiellement disponibles, et à l'éventuelle applicabilité aux essais de structure (pas de haute pression dans ce cas). Cette analyse a été menée au **Chapitre I.2.3**. Les paramètres retenus sont le type de chargement (statique/cyclique), la fréquence de chargement cyclique, la pression partielle d'eau et la température.

5) Définition des valeurs à attribuer aux paramètres d'essai variables pour rester dans les mêmes mécanismes d'endommagement

Il est ensuite nécessaire de déterminer les conditions d'essai et les valeurs de chaque paramètre à tester. Il faut prendre en compte les limitations matérielles (30 Hz maximum sous air ambiant, 1 Hz maximum sous air contrôlé, 10 kPa de pression partielle d'eau au maximum), et rester dans une gamme qui engendrera des mécanismes de dégradation similaires. Pour ce dernier point, il faudra

valider après l'essai que les phases de comportement n'ont pas été modifiées par la variation du paramètre concerné. La définition de la matrice d'essai a été présentée au **Chapitre III.1.1**.

6) **Choix des moyens de suivi en temps réel (extensomètre, émission acoustique, résistivité électrique), mise en place des protocoles expérimentaux et éventuellement développement de moyens adaptés au matériau d'intérêt**

Les moyens de suivi ont été sélectionnés au **Chapitre I.3** en fonction des contraintes liées aux types d'essais à effectuer (la thermographie infrarouge était difficile à utiliser lors d'essais en température). Après une analyse approfondie sur l'état de l'art de chaque technique, les dispositifs expérimentaux ont été mis en place (**Chapitre II.3**). Dans le cas de la résistance électrique, la technique de suivi a été développée lors de cette thèse car ce savoir-faire n'était pas encore disponible au LCTS ou à SAFRAN. Le montage a donc été progressivement mis en place et la technique validée sur ce matériau (**Chapitre II.3.2**). Une modélisation a en outre été développée afin d'améliorer la compréhension de ce nouvel outil (**Chapitre IV.2.1**).

7) **Quantification de l'influence de chaque paramètre sur la catégorie de contrainte élevée (durées plus courtes) par une campagne d'essais dans les conditions définies au 5) et avec les moyens de suivi définis au 6)**

Les essais à 100 MPa maximum définis préalablement ont été effectués en faisant varier les paramètres sélectionnés (le type de chargement (statique/cyclique), la fréquence de chargement cyclique, la pression partielle d'eau et la température). Ils ont été suivis par extensométrie, émission acoustique et résistivité électrique. Ces résultats sont présentés dans le **Chapitre III**.

8) **Exploitation des données acquises par les moyens de suivi pour mettre en place des indicateurs d'endommagement et d'estimation de durée de vie, et évaluer si les mécanismes d'endommagement sont bien respectés**

Les résultats obtenus via les différentes méthodes de suivi ont été analysés, et des schémas d'évolutions similaires à différentes échelles temporelles ont été identifiés. Il est apparu que la modification de certains paramètres, en particulier la fréquence mécanique, entraînait une modification de ces schémas d'évolution, et donc un changement significatif de mécanismes de dégradation ou critères de rupture qui ne permettait pas de parallèle avec les essais effectués dans d'autres conditions (**Chapitre III.3.2**).

L'observation et l'analyse de ces schémas de comportement répétés a permis la mise en place d'indicateurs basés sur les différents moyens de suivi : maximum local de module mécanique, chute de sévérité acoustique, transition de phase d'évolution de la résistance électrique à 30% de durée de vie, et indicateurs liés au comportement contrainte/résistance lors des cycles de décharge/recharge (**Chapitre V.I**).

9) **Compréhension et modélisation de l'évolution de ces indicateurs**

L'évolution globale de résistance lors des essais de vieillissement sous conditions oxydantes a fait l'objet d'une modélisation basée sur la propagation de l'oxydation des interphases au sein du composite (**Chapitre IV.2.2**). Une explication détaillée de l'origine du comportement contrainte/résistance a également été proposée au **Chapitre V.1.3.2.**

10) Evaluation de ces indicateurs sur des essais effectués dans des conditions supplémentaires, entre autres aux niveaux de contrainte inférieurs

Plusieurs essais ont été effectués avec une contrainte maximum de 70 MPa (définie à l'étape n°3), sous différentes atmosphères (**Chapitre V.2.1**). Les indicateurs définis précédemment ont alors été évalués. Il est apparu que les indicateurs concernant la résistance électrique (évolution globale et comportement durant les cycles) pouvaient être étendus à des niveaux de contrainte inférieurs. La chute de sévérité (issue des données d'émission acoustique) a été observée de nouveau, mais le pourcentage de durée de vie pour lequel elle a lieu varie dans une gamme très large, entre 18% et 48% (pourcentage d'autant plus élevé que $P(H_2O)$ augmente). Il est intéressant de remarquer que des schémas de comportement similaires à ceux à 100 MPa ont été observés, sur des temps plus longs, à la fois en termes de résistance globale, de résistance durant les cycles et de chute de sévérité.

11) Mise en évidence si possible de l'absence d'évolution de l'endommagement à un niveau de contrainte faible rencontré en utilisation.

Enfin, l'évolution de l'endommagement lors de la fatigue cyclique à contrainte faible (50 MPa, dans le domaine linéaire) mais après pré-endommagement a été évaluée (**Chapitre V.2.2**). Il est apparu que malgré des déformations très stables et un module stabilisé également après une légère chute, la résistance électrique augmentait régulièrement, certes à un taux assez faible, mais sans signe de stabilisation. Cela signifie donc que l'endommagement par oxydation des interphases progresse même à 50 MPa si un réseau de fissuration demeurant suffisamment ouvert a été établi au préalable à 100 MPa. Un second essai dégressif n'a pas permis de déterminer un niveau de contrainte sous lequel la résistance se stabiliserait : les interphases continuent à s'oxyder même aux contraintes très faibles (20 MPa). Le seuil recherché n'existerait donc pas au sens rigoureux sur le composite A40C puisque les fissures restent ouvertes même à faible contrainte.

Il n'est donc en toute rigueur pas possible de considérer de que très longues durées de vieillissement à 50 MPa après pré-endommagement n'ont pas d'influence sur l'évolution de l'endommagement global du matériau, et ainsi d'éliminer ces durées du temps total à justifier. Cependant, sur les derniers matériaux développés par Safran en infiltration par voie liquide, les fissures sont refermées aux basses contraintes, et il devrait être possible de montrer que ces temps de sollicitations aux basses contraintes ne font pas évoluer le niveau d'endommagement du matériau.

Les travaux jusqu'alors présentés dans ce manuscrit ont ainsi permis d'atteindre cette étape 11. De nombreux essais ont été effectués afin de mettre en place cette méthodologie, mais dans le cas d'un « utilisateur » de la méthodologie pour l'accélération d'essais, le nombre d'essais à effectuer peut être réduit. Un plan d'essais est ainsi proposée par la suite pour expliciter la suite de la démarche.

L'analyse des résultats d'essais menés dans des conditions très variées suggère fortement qu'il n'est pas réaliste, ou du moins très peu fiable, d'estimer la durée de vie et les cinétiques d'endommagement dans des conditions d'application directement à partir d'un essai sévérisé (i.e. durci puis accéléré), sans effectuer au moins un essai éventuellement interrompu avant rupture dans les conditions souhaitées. En effet, s'il semble tout à fait possible d'estimer des durées de vie et

endommagements dans des conditions intermédiaires à celles effectuées, par interpolation (par exemple, interpolation possible à des pressions d'eau entre 1 et 10 kPa en statique à 450°C, voir Figure III.9), l'extrapolation, comme c'est souvent le cas, semble beaucoup moins fiable. Elle est en outre assez aléatoire car certains facteurs affectant l'essai dans ces conditions estimées mais non testées peuvent avoir été omis. L'idée de développer une modélisation de l'endommagement du matériau pourrait être suggérée pour affiner cette extrapolation, mais il semble pour le moment que la modélisation complète de l'endommagement sous différentes sollicitations mécaniques et différents environnements d'un matériau à l'architecture si complexe et inhomogène ne puisse pas prendre en compte tous les phénomènes contribuant à cet endommagement et aboutir ainsi à une durée de vie fiable. Il semble donc préférable et beaucoup plus fiable d'effectuer un début d'essai dans les conditions souhaitées *in fine*, sans pour autant aller jusqu'à rupture.

Dans un premier temps, les essais à contrainte maximale (ici 100 MPa) sont à effectuer. Si la condition de référence dont on souhaite estimer la durée de vie est l'essai statique sous air ambiant à 450°C, trois (voire deux) conditions avec des pressions d'eau plus élevées peuvent être choisies, par exemple 2,5 kPa, 5 kPa et 10 kPa. A partir des résultats de ces 3 essais menés à rupture, des indicateurs de durées de vie peuvent être définis, par exemple la transition d'évolution de résistance à 30 % de durée de vie (Figure V.24). Pour d'autres matériaux, cette valeur de 30 % devra bien sûr être adaptée, voire un autre critère devra être mis en place à partir des données acquises par les méthodes de suivi.

Une fois ces indicateurs mis en place, l'essai dans les conditions standard (ici l'air ambiant) peut être interrompu lorsqu'il a atteint les critères définis par les indicateurs. Par exemple, lorsque la résistance s'écarte de plus de 10 % du régime linéaire pur, il est possible d'estimer que ce temps caractéristique correspond à 30 % de la durée de vie.

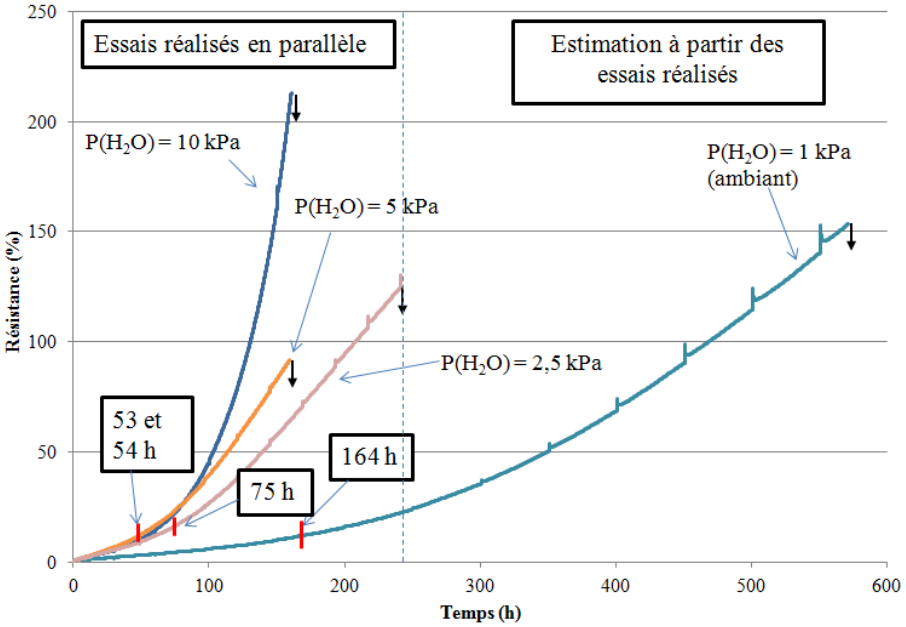

Figure V.24 – Evolutions de résistance durant 4 essais à rupture en fatigue statique à 100 MPa et 450°C sous différentes pressions partielles d'eau, avec indications des temps de transition déterminés, et proposition d'essais à mener en parallèle afin d'estimer la durée de vie de l'essai en conditions non sévérisées.

Pour obtenir cette estimation, il est donc nécessaire d'effectuer 4 essais sur des durées entre 160 h et 240 h (sans compter les essais répétés dans des conditions identiques pour prendre en compte la dispersion, cf. **Annexe C**). Le temps d'essai cumulé est donc supérieur à la durée de vie de l'essai à estimer, mais (i) les 4 essais peuvent être effectués en parallèle, si plus de machines sont spécifiquement allouées, l'information de durée de vie étant obtenue après 240 h (rupture du dernier essai sévérisé, voire 160 h si l'on se contente de deux essais sévérisés à 5 et 10 kPa) au lieu de 571 h, et (ii) les indicateurs mis en place dans cette phase « d'apprentissage » serviront de nouveau par la suite.

En effet, après avoir estimé la durée de vie sous contrainte maximale, la catégorie de contraintes intermédiaires (70 MPa dans le cas présent) doit être traitée. L'essai dont la durée de vie est à estimer est alors en fatigue cyclique à 70 MPa sous air ambiant. Un essai à 70 MPa avec des conditions environnementales sévérisées est effectué jusqu'à rupture afin de vérifier que les indicateurs mis en place à 100 MPa sont toujours valides. Il est en effet indispensable d'aller jusqu'à rupture pour évaluer la pertinence de ces indicateurs, et des conditions sévérisées sont donc sélectionnées pour réduire ce temps à rupture (toujours en restant dans les mêmes mécanismes d'endommagement). Une fois la pertinence des indicateurs vérifiée à 70 MPa, il faut déterminer le temps à partir duquel les critères fixés sont atteints, par exemple l'écart de 10 % de la résistance par rapport au régime linéaire. Si ces essais sont une fois de plus effectués en parallèle, l'estimation de durée de vie est disponible après 600 h environ au lieu des 1900 h estimées.

En ce qui concerne la catégorie de contrainte faible, il est nécessaire d'effectuer un essai au maximum de cette contrainte (50 MPa par exemple) après pré-endommagement à la contrainte la plus élevée rencontrée lors du cycle d'application (100 MPa dans le cas présent), avec tous les moyens de suivi sélectionnés. S'il est possible de montrer ainsi que l'endommagement n'évolue pas dans ces conditions, tout le temps passé à ces contraintes en application ne sera pas à justifier. Si ce n'est pas le cas, il faudra renouveler l'essai avec une contrainte légèrement plus faible.

Il faut ensuite revenir au cycle d'application et au pourcentage de temps passé sous chaque catégorie de contrainte. Dans le cas du cycle avion, 59% du temps de fonctionnement est à contrainte faible, 38% en conditions intermédiaires et 3% en conditions de contrainte élevées. La méthodologie est présentée ici avec l'exemple de l'air ambiant comme condition de référence, alors que ce n'est pas la condition d'application réelle, mais cela est plus clair pour présenter la méthodologie mise en place. Si les durées de vie estimées à chaque contrainte étaient établies dans les conditions représentatives de la phase de vol concernée, ces pourcentages de temps relatifs à chaque catégorie pourraient être reliés aux durées de vie supposées afin d'obtenir une estimation de la durée de vie totale en heures en fonctionnement, en prenant en compte les cycles avions successifs.

La méthodologie pour l'accélération d'essais ainsi mise en place peut être appliquée à d'autres matériaux, à condition d'adapter les critères et indicateurs d'endommagement. L'émission acoustique et la résistivité électrique pourront bien sûr toujours être utilisées, mais il faudra bien analyser quel endommagement est mesuré au travers de la résistance électrique, en particulier si les interphases ne sont plus le principal conducteur électrique. L'évolution de la résistance devra ainsi faire l'objet d'une nouvelle analyse afin de parvenir à un critère d'estimation de durée de vie pertinent.

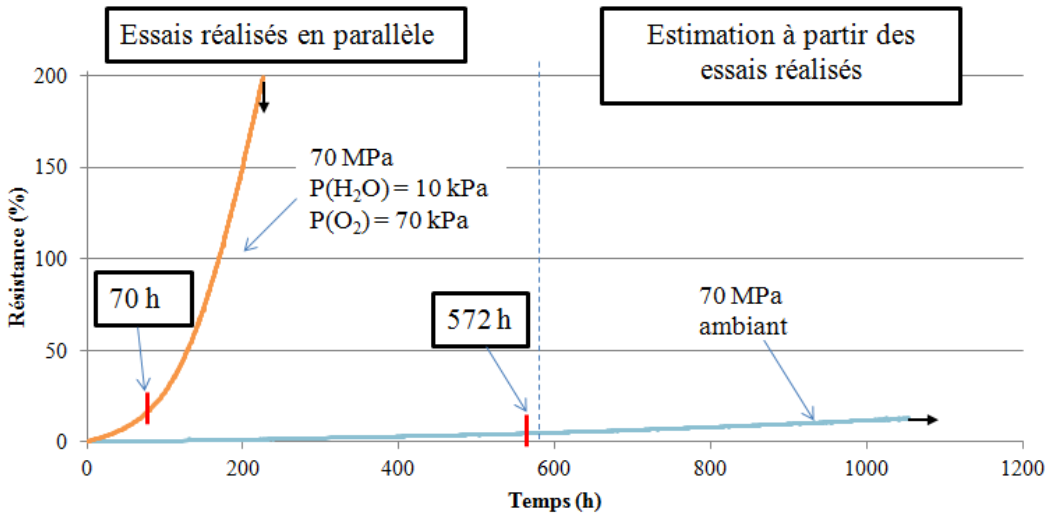

Figure V.25 - Evolutions de résistance durant deux essais à rupture en fatigue cyclique à 70 MPa et 450°C sous différentes pressions partielles d'eau, avec indications des temps de transition déterminés, et proposition d'essais à mener en parallèle afin d'estimer la durée de vie de l'essai en conditions non sévérisées.

De plus, les différents essais proposés aux trois catégories de contrainte peuvent être menés en parallèle si suffisamment de machines sont disponibles, afin de réduire le temps nécessaire à l'obtention d'une estimation de durée de vie. Plus les essais « d'apprentissage » des indicateurs aux conditions sévérisées seront nombreux, plus la précision de l'estimation devrait être de qualité. Cela permettra également une première prise en compte des problématiques de dispersion (abordées en **Annexe C**).

BILAN

Plusieurs indicateurs d'endommagement ont été mis en place a partir des données issues des différentes techniques de suivi utilisés :

- **Mécanique : maximum de module à 4% de durée de vie**. Ce phénomène est probablement lié aux évolutions de rugosité aux interfaces, mais ses origines sont difficiles à expliquer précisément. Il peut toutefois être appliqué pour obtenir très rapidement une première estimation de durée de vie (probablement peu précise étant donné la précocité de cet indicateur).
- **Emission acoustique : chute de sévérité entre 18% et 48% de durée de vie (fatigue cyclique).** La chute de sévérité ne peut pas permettre d'estimer la durée de vie à elle seule, car elle intervient à des pourcentages de durée de vie présentant une grande variabilité. Ce pourcentage augmente avec la pression partielle en espèces oxydantes dans

l'environnement. Cependant, elle donne une information précise sur le moment où intervient un phénomène lié à l'endommagement des interphases, actif dans tous les essais effectués en fatigue cyclique. La chute de sévérité peut ainsi devenir un indicateur précieux en combinaison avec d'autres indicateurs d'endommagement.

- **Résistivité électrique globale : transition à 30% de durée de vie**. Cet indicateur fournit les estimations de durée de vie les plus fiables et facilement applicables mises en évidences au cours de cette thèse. Un critère précis a été défini pour déterminer les temps de transition (10% d'écart à la linéarité). Ces estimations se sont révélées pertinentes pour la grande majorité des essais effectués aussi bien en fatigue statique que cyclique (mais pas à fréquence de cyclage mécanique élevée).
- **Résistivité électrique locale : transitions de I_{reload} vers 50% (fatigue cyclique) et de I_{rev} vers 50% (fatigue statique).** Ces indicateurs sont liés à une évolution des comportements au niveau des interfaces fibre/interphase/matrice du composite, et sont mis en évidence en interposant régulièrement des cycles de décharge/charge.

Il serait très intéressant d'établir des liens entre ces différents indicateurs, même s'ils ne sont pas évidents étant donné la diversité des pourcentages de durée de vie qu'ils font intervenir. Le maximum de module semble à part, intervenant très tôt, et est probablement associé à la création puis destruction de débris le long des interfaces frottantes. En revanche, les trois autres indicateurs semblent liés à la progression de O_2 et H_2O au cœur des torons, qui entraîne une augmentation de résistance globale, ainsi que des rugosités aux interfaces menant à une activité acoustique lors des cycles mécaniques (dans le cas de la fatigue cyclique), puis cette évolution de l'état des interfaces se traduit dans les évolutions locales de résistance (I_{reload} et I_{rev}).

La validité de ces indicateurs a été vérifiée pour des essais à contrainte intermédiaire (70 MPa), comme prévu par la stratégie mise en place au **Chapitre II**. Des essais à faible contrainte (50 MPa et 45 MPa dégressif jusqu'à 20 MPa) ont été réalisés dans le but de démontrer qu'ils n'entrainaient pas de progression de l'endommagement avec un pré-endommagement à 100 MPa. Il s'est avéré que pour le composite concerné, la résistance et donc l'oxydation des interphases continuait à progresser même à faible contrainte.

Ainsi, malgré les limites et précisions apportées au problème de l'accélération posé au début de cette thèse, une méthodologie pour le durcissement et l'accélération d'essais a pu être mise en place. Tous les facteurs quantitatifs ne sont pas donnés, mais cela n'était pas le but, qui était de se concentrer sur la méthodologie, et de faire en sorte qu'elle soit transférable à d'autres matériaux. Quelques ajustements des indicateurs mis en place seront probablement nécessaires, mais la démarche utilisée peut être appliquée à une grande gamme de matériaux pour des utilisations variées, si les conditions typiques mécaniques et environnementales au cours du cycle d'application peuvent être déterminées.

CONCLUSION GÉNÉRALE

PERSPECTIVES

CONCLUSION GENERALE

DEMARCHE PROPOSEE VERS L'ACCELERATION D'ESSAIS SUR CMC

Ces travaux de thèse ont abouti à la mise en place d'une méthodologie vers l'accélération d'essais adaptée aux composites à matrice céramique et se rapprochant pertinemment du but initialement fixé, à savoir la réduction des durées d'essais expérimentaux nécessaires à l'obtention d'une certification aéronautique. Développée à partir du matériau Cerasep A40C conçu par SAFRAN Ceramics, cette démarche peut être adaptée pour être appliquée à d'autres composites, ainsi qu'à des éprouvettes technologiques. Les principales étapes de cette méthodologie sont résumées ci-après.

Dans un premier temps, il est indispensable d'analyser en détail les conditions mécaniques et environnementales typiquement rencontrées en application, soit dans le cas étudié pour une pièce de l'arrière-corps du moteur au cours d'un cycle avion (taxi-décollage-montée-croisière etc.). A partir du temps passé à chaque niveau de contrainte, une stratégie peut être mise en place en classant les contraintes rencontrées en plusieurs catégories, par exemple les contraintes élevées associées à un faible pourcentage du temps d'application, ou encore les contraintes faibles associées à des temps d'application beaucoup plus longs (**Chapitre II.4**). Chaque catégorie sera par la suite traitée de manière adaptée.

Les mécanismes de dégradation du matériau prédominants dans les conditions d'application sont alors à identifier et comprendre de manière approfondie : il s'agit pour l'A40C des endommagements de type mécanique (fissuration et décohésions associées), d'origine physico-chimique (oxydation des différents constituants et auto-cicatrisation) et de type combiné (fissuration sous-critique) (**Chapitre I.2.1 et I.2.2, Chapitre IV.1** pour la modélisation de l'auto-cicatrisation). A partir de cette analyse, les paramètres d'essai pertinents pouvant influencer les cinétiques d'endommagement sont à mettre en évidence, en s'assurant qu'ils n'entraîneront pas de modification des cinétiques d'endommagement. Les leviers d'accélération ainsi retenus ont été le type de chargement (cyclique/statique), la fréquence de cyclage mécanique, la pression partielle d'eau et la température (**Chapitre I.2.3**). Une matrice d'essais adaptée à la catégorie de contrainte la plus élevée (100 MPa) a pu alors être construite afin d'évaluer l'influence de chacun de ces paramètres (**Chapitre III.1.1**).

Le choix des moyens de suivi non-destructif utilisés et de leurs protocoles expérimentaux est essentiel pour la qualité des indicateurs d'endommagement qui seront mis en place. Outre l'extensométrie et l'émission acoustique, une méthode de suivi originale par mesure de résistance électrique a été utilisée (**Chapitre II.3**). Cette dernière technique, développée dans le cadre de cette

thèse, a tout d'abord été validée par des essais à température ambiante (**Chapitre II.3.2**) et par une modélisation des liens entre résistance électrique et endommagement mécanique (**Chapitre IV.2.1**).

Les essais thermo-mécaniques peuvent alors être réalisés dans les conditions stipulées par la matrice d'essais à contrainte élevée, avec les moyens de suivi sélectionnés. L'analyse des résultats obtenus permet d'évaluer l'influence de chacun des paramètres d'essais précédemment choisis (**Chapitre III**). Les données issues des différentes méthodes de suivi sont exploitées de manière à mettre en évidence des indicateurs d'endommagement, permettant d'aboutir au mieux à des estimations de durées de vie. Après une étape de modélisation apportant si possible plus de compréhension quant à l'origine de ces estimations de durées de vie (**Chapitre IV.2.2** pour l'évolution globale de résistance), les indicateurs de suivi les plus pertinents peuvent être sélectionnés. Dans le cas de l'A40C, des indicateurs ont été mis en place à partir des différentes méthodes de suivi utilisées (**Chapitre V.1**):

- **Mécanique : maximum de module à 4% de durée de vie (fatigue cyclique et statique)**. Ce phénomène aux origines difficiles à expliquer peut toutefois être exploité pour obtenir très rapidement une première estimation de durée de vie (probablement peu précise étant donné la précocité de cet indicateur).
- **Emission acoustique : chute de sévérité entre 18% et 48% de durée de vie (fatigue cyclique).** La chute de sévérité ne peut pas permettre d'estimer la durée de vie à elle seule, car elle intervient à des pourcentages de durée de vie présentant une grande variabilité. Elle peut toutefois devenir un indicateur précieux en combinaison avec d'autres indicateurs d'endommagement.
- **Résistivité électrique globale : transition à 30% de durée de vie (fatigue cyclique et statique)**. Cet indicateur fournit les estimations de durée de vie mises en évidences au cours de cette thèse les plus fiables et facilement applicables. Elles se sont révélées pertinentes pour la majorité des essais réalisés (mis à part ceux à fréquence mécanique élevée). Un critère précis a été défini pour déterminer les temps de transition (10% d'écart au régime linéaire).
- **Résistivité électrique locale : transitions de I_{reload} vers 50% (fatigue cyclique) et de I_{rev} vers 50% (fatigue statique).** Ces indicateurs sont très probablement liés à une évolution des comportements au niveau des interfaces fibre/interphase/matrice du composite, et sont mis en évidence en interposant régulièrement des cycles de décharge/charge.

Ces indicateurs développés à partir des résultats d'essais à contrainte élevée doivent ensuite être évalués à contrainte plus faible, afin de traiter les autres catégories de contraintes. Des essais à contrainte intermédiaire (70 MPa) sont donc effectués sous différentes conditions environnementales (**Chapitre V.2.1**). Les indicateurs concernant la résistance électrique (évolution globale et comportement durant les cycles) peuvent être étendus à des niveaux de contrainte inférieures. La chute de sévérité (issue des données d'émission acoustique) a été observée de nouveau, mais le pourcentage de durée de vie pour lequel elle a lieu varie dans une gamme très large (entre 18% et 48%). Ce pourcentage semble augmenter avec la pression partielle en espèces oxydantes dans l'atmosphère.

La catégorie des contraintes les plus faibles peut être traitée en essayant de démontrer de l'endommagement ne progresse pas lors de la fatigue à ce niveau de contrainte, même avec un pré-endommagement à la contrainte la plus élevée rencontrée lors du cycle d'utilisation. Cet

endommagement préalable permet en effet de s'approcher du cas d'application réel (la pièce est soumise aux contraintes rencontrées au décollage avant la croisière). Dans le cas de l'A40C, lors de tels essais, il est apparu que malgré des déformations et modules très stables, la résistance électrique augmentait régulièrement, certes à un taux assez faible, mais sans signe de stabilisation (**Chapitre V.2.2**). Ainsi, l'endommagement par oxydation des interphases progresse même à contrainte faible (50 MPa) si un réseau de fissuration demeurant suffisamment ouvert a été établi au préalable à 100 MPa. Il n'est donc en toute rigueur pas possible de considérer que de très longues durées de vieillissement à 50 MPa après pré-endommagement n'ont pas d'influence sur l'évolution de l'endommagement global du matériau, et par conséquent d'éliminer ces durées du temps total à justifier pour la certification. Cependant, sur les derniers matériaux développés par Safran, les fissures beaucoup plus refermées aux basses contraintes devraient permettre de démontrer que les temps de sollicitations à ces basses contraintes ne font pas évoluer le niveau d'endommagement du matériau.

Finalement, pour prendre un cas concret d'exemple d'application, si la durée de vie d'une éprouvette dans des conditions standard est à déterminer (ex. 100 MPa à 450°C sous air ambiant), quatre essais peuvent être lancés en parallèle: un en conditions standard, et trois en conditions accélérées (ex. 100 MPa à 450°C sous différents niveaux d'humidité). Les indicateurs d'endommagement peuvent être définis à partir des essais accélérés menés jusqu'à rupture (ex. transition en résistance électrique à 30% de durée de vie). La durée de vie sous conditions standard peut donc être estimée lorsque cette transition est observée (ou à la rupture du dernier essai accéléré). Le temps total d'essais est certes plus long lors de cette phase d'apprentissage des indicateurs, mais ces essais peuvent être parallélisés, ce qui permet d'obtenir l'estimation plus tôt. Les estimations mises en place serviront en outre à d'autres niveaux de contrainte.

Pour finir, il faut revenir au cycle d'application et au pourcentage de temps passé à chaque catégorie de contrainte pour estimer la durée de vie en termes de nombres de cycles d'application.

En dépit des limites et précisions apportées au problème de l'accélération posé au début de cette thèse, une méthodologie pour le durcissement et l'accélération d'essais a pu être mise en place. Un effort a été porté sur les aspects méthodologiques et le caractère transférable à d'autres matériaux (tous les facteurs quantitatifs ne sont donc pas donnés pour l'A40C). Quelques ajustements des indicateurs mis en place seront probablement nécessaires, mais la démarche utilisée peut être appliquée à une grande gamme de matériaux pour des utilisations variées, si les conditions typiques mécaniques et environnementales au cours du cycle d'application sont déterminées.

SUIVI D'ENDOMMAGEMENT PAR MESURE DE RESISTANCE ELECTRIQUE

Dans l'optique de l'accélération d'essais, il est apparu au cours de la thèse qu'il allait être nécessaire de mettre en place une méthode de suivi complémentaire à l'extensométrie et à l'émission acoustique afin de développer des indicateurs d'endommagement plus pertinents. Le suivi par mesure de résistance électrique a semblé potentiellement adapté au matériau et aux conditions d'essai (la thermographie infrarouge par exemple étant difficile à mettre en place lors d'essais de longue durée à haute température), malgré la quasi-absence d'expérience disponible sur cette

technique au laboratoire. Plusieurs configurations de contacts électriques sur l'éprouvette et de montage ont été essayées avant de converger vers le dispositif décrit au **Chapitre II.3.2** (contacts à la colle conductrice). Cette technique a ensuite été testée à température ambiante lors d'essais de traction cyclée réalisés sur le matériau A40C ainsi que sur un autre composite au tissage multi-satin. La résistance électrique est apparue très sensible à l'endommagement dans les deux cas, avec une réponse différente en fonction du tissage. La complémentarité vis-à-vis de l'émission acoustique a été mise en évidence : les créations de fissures en fin d'élasticité, très émissives acoustiquement, ont une influence limitée sur la résistance, beaucoup plus sensible à la propagation des fissures et aux décohésions associées, ainsi qu'à leur ouverture. Un modèle électromécanique développé à partir de ces essais a permis de mettre en évidence les liens entre résistance électrique, densité de fissuration matricielle et longueurs de décohésion (**Chapitre IV.2.1**).

Après cette validation à température ambiante, le suivi d'endommagement par mesure de résistance électrique a été mis en place lors d'essais thermomécaniques de longues durées à haute température. Les valeurs de résistance ont alors augmenté de manière beaucoup plus importante qu'à température ambiante, malgré des contraintes appliquées (et donc des densités de fissuration) beaucoup plus faibles. Dans le but d'expliquer ces différences d'augmentations de résistance, des mesures de résistivité électrique ont été réalisées sur chacun des constituants du composite (fibre NL207, matrice SiC et interphase PyC). Il en a été conclu que le pyrocarbone était le vecteur largement majoritaire du courant dans le matériau, car sa résistivité est plus faible d'au moins deux ordres de grandeur que les autres constituants, en tenant compte de leurs surfaces relatives respectives dans le composite (**Chapitre III.2.3**). Une augmentation de résistance du composite est donc associée à une dégradation de l'interphase, par usure mécanique ou par effets de l'oxydation. La méthode de suivi par mesure de résistance électrique constitue ainsi un suivi en temps réel de l'état de dégradation des interphases, constituant-clé pour la tenue mécanique du composite.

Durant des essais de vieillissement sous air humide, plus la pression partielle d'eau augmente, plus la résistance augmente de manière rapide et importante, ce qui est lié aux cinétiques d'oxydation du pyrocarbone de l'interphase plus rapides sous air humide. Il a été montré, lorsque le niveau de contrainte maximale des essais de vieillissement est fixé à 100 MPa, que les effets de dégradation mécanique seule sans oxydation ne contribuent qu'à une part infime de l'augmentation de résistance, aussi bien en fatigue statique qu'en fatigue cyclique (les essais sous atmosphère inerte ou à faible température mènent à moins de 2% d'augmentation de résistance sur 300 h, **Chapitre III.2 et III.4**).

L'oxydation des interphases est donc bien la principale origine des augmentations de résistance mesurées lors d'essais thermomécaniques à contrainte inférieure ou égale à 100 MPa. Durant la quasi-totalité des essais à 450°C, l'évolution de résistance présente deux phases distinctes d'évolution : après un premier régime d'augmentation linéaire, la résistance augmente beaucoup plus rapidement. Un critère pour déterminer le temps de transition entre les deux phases ayant été défini à 10% d'écart au régime linéaire, il est apparu que quasiment tous les essais de vieillissement (mis à part ceux à fréquence mécanique élevée) étaient associés à un temps de transition compris entre 29% et 34%, ce qui présente un fort potentiel en termes d'estimation de durée de vie (**Chapitre V.1.3.1**). Cette transition pourrait être liée au moment où l'oxydation, jusqu'alors limitée au seal-coat protecteur déposé sur la surface du composite, atteint les torons et se propage au cœur du matériau. Une modélisation de la propagation de l'oxydation sur deux directions majoritaires (le long de

chaque interphase et de proche en proche de la surface vers le cœur du matériau) a été proposée pour expliquer la deuxième phase d'évolution plus rapide (**Chapitre IV.2.2**). La mesure de résistance électrique s'est également révélée être un indicateur pertinent de l'efficacité de l'auto-cicatrisation, en indiquant le moment à partir duquel les espèces oxydantes ont diffusé à travers le bouchon d'oxyde cicatrisant, et atteignent de nouveau les fibres et l'interphase (**Chapitre III.4**).

Outre les évolutions globales de résistance au cours des essais thermo-mécaniques, il est apparu que l'analyse de la résistance électrique lors des cycles de décharge/recharge était également très riche. Un phénomène particulier (dénommé précédemment « courbure inverse ») a été observé durant tous les essais en fatigue cyclique, quelles que soit les conditions environnementales et mécaniques, se traduisant par un maximum de résistance enregistré à contrainte non maximale. L'analyse de ces cycles contrainte/résistance durant des essais sous conditions très variées a mis en évidence le lien entre la contrainte à laquelle la résistance atteint un maximum et la contrainte de moyenne de cyclage mécanique (**Annexe A**). Ceci conforte le scénario impliquant des micro-cavités dans l'interphase liées au cyclage mécanique, et le ré-établissement de contacts électriques à contrainte maximale, menant à une diminution de résistance. L'amplitude de ce phénomène étant liée à l'endommagement du matériau, il a été exploité en quantifiant son évolution de manière à mettre en place des estimations de durées de vie (**Chapitre V.1.3.2**).

La technique de suivi par mesure de résistance électrique développée lors de ces travaux s'est ainsi révélée particulièrement fructueuse. Elle a permis de suivre l'état de dégradation des interphases lié à l'endommagement mécanique, et surtout à l'oxydation lors d'essais sous atmosphère oxydante. Les évolutions globales de résistance au cours des essais ainsi que les évolutions locales lors des cycles de décharge/recharge interposés ont pu être exploitées. Cette technique restant très jeune sur les composites à matrice céramique, elle semble avoir le potentiel pour être développée de manière beaucoup plus approfondie, ouvrant des perspectives très vastes.

PERSPECTIVES

Ces travaux ouvrent de nombreuses perspectives de recherche et d'applications industrielles, concernant la méthodologie d'accélération d'essais mais aussi la technique de suivi d'endommagement par mesure de résistance électrique. La méthodologie d'accélération proposée pourra être appliquée en environnement industriel, et notamment chez SAFRAN Ceramics, sur d'autres composites à matrice céramique. Il faudra entre autres adapter les estimations de durée de vie au matériau d'intérêt afin de définir des critères pertinents, et également augmenter le nombre d'essais par rapport à ce qui a été fait en laboratoire afin de prendre en compte la dispersion. Malgré le travail d'adaptation nécessaire pour passer à un nouveau matériau, l'application de la méthode proposée pourrait probablement être très utile dans l'optique de certifier un nouveau matériau. Elle pourrait être améliorée en augmentant le nombre de niveaux de contrainte auxquels sont effectués les essais de vieillissement, et en vérifiant notamment si la catégorie de contrainte intermédiaire pourrait être accélérée par une augmentation de contrainte sans changement de mécanismes d'endommagement. Le nombre de catégories pourrait être augmenté à 4 voire plus afin d'affiner le découpage par rapport au cycle avion et de limiter le durcissement nécessaire. Il serait également intéressant d'intégrer dans la démarche les rampes thermiques rencontrées lors du cycle avion. De plus, il serait très utile de développer une modélisation du composite combinant oxydation et mécanique, représentative du comportement du composite sous conditions de chargement et d'environnements données. Il reste toutefois très difficile d'obtenir des durées de vie pertinentes pour une éprouvette macroscopique au comportement thermochimique très complexe.

En outre, un axe pertinent de développement de cette méthodologie consisterait à l'adapter à des éprouvettes technologiques, impliquant des chargements beaucoup plus complexes. Cette problématique, qui a commencé à être abordée dans ces travaux (**Annexe B**), mériterait d'être largement approfondie, avec possiblement à la clé des applications industrielles directes.

La méthode de suivi d'endommagement par mesure de résistivité électrique laisse entrevoir un très fort potentiel pour des applications variées, qui semble indiquer que cette technique, non prévue dans le sujet de thèse au départ, n'en est encore qu'aux balbutiements de ses possibilités. Les perspectives suivantes sont entre autres envisagées.

- Si la mesure de résistivité électrique a été appliquée lors de cette thèse au composite A40C, elle pourrait être utilisée sur de nombreux autres matériaux contenant au moins une phase conductrice. Quelques essais suivis par mesure de résistance ont été effectués sur un CMC à interphase BN infiltré par voie liquide (**Annexe E**). Dans ce cas, ce n'est plus l'interphase qui est le conducteur principal du composite, mais le silicium libre présent dans la matrice. La résistance électrique traduit ainsi un type d'endommagement différent, plus proche des créations et propagations de fissures matricielles que de la dégradation de l'interphase. Il

sera donc nécessaire d'adapter les indicateurs de durée de vie issus de la résistance électrique aux spécificités du matériau d'intérêt. De plus, ces matériaux présentent en traction un comportement hors plan particulier impliquant du délaminage, qui pourrait probablement être capté avec des contacts de résistance bien placés. Des applications sur composite carbone/carbone pourraient également être envisagées, probablement en adaptant les appareils de mesure pour être suffisamment sensible aux très faibles résistivités de ces matériaux. A l'inverse, le cas des composites oxyde/oxyde serait plus problématique du fait de leur résistivité très élevée. Il pourrait toutefois être possible de détecter des fissures à la surface en déposant une fine couche de peinture conductrice sur l'éprouvette, ce qui est applicable à haute température.

- La température la plus élevée utilisée dans ces travaux avec un suivi par mesure de résistance était de 800°C au centre de l'éprouvette, les contacts étant situés le plus loin possible du centre, vers 170°C. La colle conductrice utilisée est garantie jusqu'à 200°C, mais d'autres produits plus coûteux sont disponibles pour effectuer des essais à plus haute température. Il faudra en outre probablement changer le type de talons, car, les talons verre/époxy conduisant très peu la chaleur par rapport à des talons métalliques, ceux-ci produiraient une augmentation de la température de l'éprouvette au niveau des mors, dégradant ainsi fortement l'époxy.
- Une autre perspective très prometteuse concerne la localisation de l'endommagement par mesure de résistance multi-points. La résistance est enregistrée simultanément entre plusieurs paires de contacts stratégiquement disposés. Une augmentation de résistance sur certaines chaînes de mesure (mais pas toutes) permet de remonter à la localisation de l'événement. Cette technique, mise en place sur éprouvette haltère classique (**Annexe D**), présente un fort potentiel dans le cas d'essais structuraux sur pièces technologiques, à géométrie plus complexe. Les lieux d'apparition de l'endommagement pourraient ainsi être déterminés en temps réel sur des pièces comme les anneaux ou aubes de turbine, pour un coût relativement faible. La géométrie et la dynamique de la rupture peuvent également être appréhendées si la fréquence d'acquisition de la résistance est assez élevée, en permettant une visualisation de la propagation de la macro-fissure (**Annexe D**).
- Le courant utilisé dans ces travaux est continu, mais il pourrait être fructueux d'utiliser un courant alternatif. Une analyse spectrale pourrait alors être envisagée, avec peut-être comme résultat une sensibilité à des modes d'endommagements selon les fréquences.
- Une modélisation adaptée par éléments finis apporterait certainement beaucoup à la compréhension de l'origine des augmentations de résistance. A partir de maillages modèles de CMC, une résistivité différente pourrait être attribuée à chacun des constituants, avec par exemple une augmentation de la résistivité des interphases lors de leur dégradation mécanique. Un tel modèle paramétrique faciliterait grandement l'adaptation à de nouveaux matériaux, puisqu'une modification des valeurs de résistivité de chaque constituant contribuerait largement à la compréhension du comportement électro-mécanique du matériau.

Ces travaux de thèse ont probablement mené à se poser plus de questions que celles auxquelles ils ont répondu, mais c'est sans doute justement là l'énergie de la recherche…

PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

ARTICLES PUBLIES DANS DES JOURNAUX A COMITE DE LECTURE

[Simon2017_Acta1] Coraline Simon, Vincent Herb, Francis Rebillat, Gérald Camus, *Monitoring damage evolution of SiC/[Si-B-C] composites using electrical resistivity: crack-density based electromechanical modeling*, Acta Materialia 124 (2017) 579-587.

[Simon2017_Acta2] Coraline Simon, Francis Rebillat, Gérald Camus, *Electrical resistivity monitoring of SiC/SiC composites under oxidizing environments.* Acta Materialia 132 (2017) 586-597.

[Simon2017_Oxid] Coraline Simon, Florent Bouillon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Modeling of Simultaneous Oxidation and Volatilization Phenomena along a Crack in a Self-healing Multi-constituent Material*, Oxidation of Metals 87 (2017) 381-392.

ARTICLES SOUMIS A DES JOURNAUX A COMITE DE LECTURE

[Simon2017_CompA1] Coraline Simon, Francis Rebillat, Gérald Camus, G.N. Morscher, *Location of damage and failure on a SiC/[Si-B-C] composite using multi-channel electrical resistivity monitoring.* Soumis à *Composites Part A* en 03/2017 (cf. Annexe D).

[Simon2017_CompA2] Coraline Simon, Francis Rebillat, Gérald Camus, Vincent Herb, G.N. Morscher, *Modeling of the influence of sample geometry on the electrical resistance of ceramic matrix composites*. Pour soumission à *Composites Part A* en 09/2017 (cf. Annexe E).

ARTICLES PUBLIES DANS DES REVUES SANS COMITE DE LECTURE

[Simon2017_JNC-CR] Coraline Simon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Evolution de la résistance électrique lors du vieillissement d'un composite SiC/PyC/ [Si-B-C] sous conditions oxydantes*. Compte-rendus des Journées Nationales des Composites (JNC20), Ecole des Ponts ParisTech – Champs-sur-Marne, 28-30 juin 2017.

COMMUNICATIONS ORALES

[Simon2017_JNC] Coraline Simon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Evolution de la résistance électrique lors du vieillissement d'un composite SiC/PyC/ [Si-B-C] sous conditions oxydantes*. Journées Nationales des Composites (JNC20), Ecole des Ponts ParisTech – Champs-sur-Marne, 28-30 juin 2017.

[Simon2017_GFC] Coraline Simon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Suivi de la dégradation d'un matériau céramique composite sous contrainte en atmosphère oxydante humide par mesure de résistance électrique.* Journées Annuelles du GFC, Rennes, 21-23 Mars 2017.

[Simon2017_Daytona] Coraline Simon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Electrical resistivity monitoring of a SiC/SiC composite during ageing under oxidizing environments*. ICACC'41, Daytona Beach, 21-27 Janvier 2017.

[Simon2016_SF2M] Coraline Simon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Evolution de la résistance électrique lors du vieillissement d'un CMC sous conditions oxydantes.* Journées Annuelles SF2M, Albi, 25-27 Octobre 2016.

[Simon2016_GFC] Coraline Simon, Francis Rebillat, Gérald Camus, *Caractérisation du comportement non-linéaire endommageable de céramiques multiphasiques par mesure de résistance électrique : application aux CMC.* Journées Annuelles du GFC, Valenciennes, 22-24 Mars 2016.

COMMUNICATIONS PAR POSTER

Coraline Simon, Florent Bouillon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Accelerated testing for aeronautical SiC/[Si-B-C] composites*. Journée des doctorants SAFRAN TECH, Saclay, 15 Juin 2017.

Coraline Simon, Florent Bouillon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Modeling of Simultaneous Oxidation and Volatilization Phenomena along a Crack in a Self-healing Multi-constituent Material*, HTPCM, Les Embiez, Mai 2016.

Coraline Simon, Gérald Camus, Francis Rebillat, *Evolution de la résistance électrique lors du vieillissement sous conditions oxydantes de CMC*, Journée de l'Ecole Doctorale de Sciences Chimiques, Talence, 28 Avril 2016.

DISTINCTION

Prix SF2M-SO attribué pour le poster présenté à la Journée de l'Ecole Doctorale, et invitation à présenter une communication orale aux Journées Annuelles de la SF2M 2016 à Albi.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Arnault1989 V. Arnault, Relation entre microstructure et comportement mécanique des composites SiC/SiC: analyse et rôle de l'interface dans le processus de fissuration matricielle dans les matériaux multi-filamentaires. Thèse de doctorat, INSA Lyon (1989).

Aveston1971 J. Aveston, G.A. Cooper, A. Kelly, Single and multiple fracture, in: Proceedings of Conference on the Properties of fiber composite of the National Physical Laboratory – Surrey: IPC Sci. Technol. Press. 4 (1971) 15-26.

Baker2015 C. Baker, G.N. Morscher, V.V. Pujar, J.R. Lemanski, Transverse cracking in carbon fiber reinforced polymer composites: Modal acoustic emission and peak frequency analysis. Composites Science and Technology 116 (2015) 26-32.

Barré1994 S. Barré, M.L. Benzeggagh, On the use of acoustic emission to investigate damage mechanisms in glass-fibre reinforced polypropylene. Composites Science and Technology 52 [3] (1994) 369-376.

Bernstein1988 J. Bernstein, T.B. Koger, Carbon film oxidation - undercut kinetics. Journal of the Electrochemical Society 135 (1988) 2086-2090.

Bertran2013 X. Bertran, Comportement en milieu oxydant d'un composite carbone/carbone pour applications structurales entre 150 et 400°C dans l'aéronautique civile. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2013).

Bertrand1998 S. Bertrand, Amélioration de la durée de vie de composites SiC/SiC à interphases nanoséquencées $(PyC/SiC)_n$ et$(BN/SiC)_n$. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (1998).

Bertrand2016 R. Bertrand, Evolution du comportement d'un Composite à Matrice Céramique (CMC) auto-cicatrisante sous cyclage thermomécanique en atmosphère oxydante. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2016).

Böhrk2013 H. Böhrk, P. Leschinski, T. Reimer, Electrical resistivity measurement of carbon-fiber-reinforced ceramic matrix composite under thermo-mechanical load. Composites Science and Technology 76 (2013) 1-7.

Budianski1986 B. Budianski, J.W. Hutchinson, A.G. Evans, Matrix fracture in fiber reinforced ceramics. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 34 (1986) 167-189.

Bunsell2000 AR. Bunsell, MH. Berger, Fine diameter ceramic fibers. Journal of the European Ceramic Society 20 (2000) 2249-2260.

Carrère1996 P. Carrère, Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC. Thèse Université de Bordeaux 1, N° 1592 (1996).

Caruso1998 H. Caruso, A. Dasgupta, A fundamental overview of accelerated testing analytic models. Proceedings of the annual Reliability and Maintainability Symposium (1998) 389-393.

Chollon 1995 G. Chollon, Fibres céramiques à base de carbure de silicium et à faible taux d'oxygène. Thèse de Doctorat, n°1280, Université de Bordeaux 1 (1995).

Chollon2000 G. Chollon, Oxidation behaviour of ceramic fibres from the Si-C-N-O system and related sub-systems. Journal of the European Ceramic Society 20 (2000) 1959-1974.

Christin2002 F. Christin, Design, fabrication and application of thermostructural composites like C/C, C/SiC and SiC/SiC composites. Advanced Engineering Materials 4 (2002) 903-912.

Collins2012 D.H. Collins, Accelerated Test Methods for Reliability Predictions. Los Alamos National Laboratory ADTSC LA-UR 12-20429 (2012) 134-135.

Curtin1991 W. Curtin, Theory of mechanical properties of ceramic matrix composites. Journal of the American Ceramic Society 74 [11] 2837-45 (1991).

Cutard1993 T. Cutard, Caractérisation ultrasonore à haute température et sous contrainte de traction de composites céramique-céramique. Thèse de doctorat, Université de Limoges (1993).

Daniel1999 I.M. Daniel, Experimentation and modeling of composite materials. Journal of Experimental Mechanics 39 [1] (1999) 1-19.

Deal1975 BE. Deal, AS. Grove, General relationship for the thermal oxidation of silicon. Journal of Applied Physics 36 [12] (1975) 3370-78.

DiCarlo1995 JA. DiCarlo, HM. Yun, JC. Goldsby, GN. Morscher, Models for the thermostructural properties of SiC fibers, in AG. Evans and R. Naslain, High Temperature Ceramic Matrix Composites II: Manufacturing and Materials development. Ceramic Transactions 58: The American Ceramic Society (1995) 343-348.

Domergue1995 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 78 (1995) 2721-2731.

Dong2001 SM. Dong, G. Chollon, C. Labrugère, M. Lahaye, A. Guette, JL. Brunel, M. Couzi, R. Naslain, DL. Liang, Characterization of nearly stoichiometric SiC ceramic fibres. Journal of Materials Science 36 (2001) 2371-2381.

Douminge2013 L. Douminge, F. Rebillat, Durée de vie de matériaux composites à matrice auto-cicatrisante à haute température en environnement humide. Journées du PRC Composites, 12-13 Novembre 2013.

Dupin2013 C. Dupin, Etude du comportement mécanique des matériaux composites à matrice céramique de faible épaisseur. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2013).

Escobar2006 L. Escobar, A Review of accelerated test models. Statistical Science 21 [4] (2006) 552-577.

Evans1991 A.G. Evans, F. W. Zok, J. Davis, The role of interfaces in fibre-reinforced brittle matrix composites. Composites Science and Technology 42 (1991) 3-24.

Evans1994 A.G. Evans, F. W. Zok, The physics and mechanics of fibre-reinforced brittle matrix composites. Journal of Materials Science 29 (1994) 3857-3896.

Evans1995 A.G. Evans, Fatigue of Ceramic Matrix Composites. Acta Metallurgica et Materialia 43 [3] (1995) 859-875.

Evans1996 A.E. Evans, F.W. Zok, R.M. McMeeking, Z.Z. Du, Models of high-temperature, environmentally assisted embrittlement in ceramic-matrix composites. Journal of the American Ceramic Society 79 [9] (1996) 2345-2352.

Farizy2002 G. Farizy, Mécanisme de fluage sous air de composites SiC-SiBC à matrice auto-cicatrisante. Thèse de doctorat, Université de Caen (2002).

Forio2000 P. Forio, Comportement thermomécanique et durée de vie d'un composite SiC/SiC à matrice sequencée et autocicatrisante. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2000).

Filipuzzi1991 L. Filipuzzi, Oxydation des composites SiC/SiC et de leurs constituants : approche expérimentale, modélisation et influence sur le comportement mécanique. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I (1991).

Filipuzzi1994 L. Filipuzzi, G. Camus, R. Naslain, Oxidation Mechanisms and kinetics of 1D-SiC/C/SiC composite Materials : I, An experimental approach. Journal of the American Ceramic Society 77 (1994) 459-466.

Forio2000 P. Forio, Comportement thermomécanique et durée de vie d'un composite SiC/SiC à matrice séquencée et auto-cicatrisante. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I (2000).

Forio2004 P. Forio, F. Lavaire, J. Lamon, Delayed failure at intermediate temperatures (600°C –700°C) in air in silicon carbide multifilament tows. Journal of the American Ceramic Society 87 [5] (2004) 888-893.

Fowler1979 T.J. Fowler, Acoustic emission of fiber reinforced plastics. Journal of the Technical Councils of ASCE 105 [2] (1979) 281-289.

Garitte2007 E. Garitte, Etude de l'oxydation/corrosion des composites céramiques. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, N°3484 (2007).

Gauthier2006 G. Gauthier, Rupture différée en fatigue statique, aux températures intermédiaires (<800°C), de fils et de fibres à base de carbure de silicium. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2006).

Glime1995 W.H. Glime, J.D. Cawley, Oxidation of carbon fibers and films in ceramic matrix composites : a weak link process. Carbon 33 [8] (1995) 1053-1060.

Glime1998 W.H. Glime, J.D. Cawley, Stress concentration due to fiber-matrix fusion in ceramic matrix composites. Journal of the American Ceramic Society 81 [10] (1998) 2597-2604.

Gorman1991 M.R. Gorman, Plate wave acoustic emission. The Journal of the Acoustical Society of America 90 (1991) 358.

Guillaumat1994 L. Guillaumat, Microfissuration des CMC : relation avec la microstructure et le comportement mécanique. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (1994).

Graham2010 A. P. Graham, G. Schindler, G. S. Duesberg, T. Lutz, W. Weber, An investigation of the electrical properties of pyrolytic carbon in reduced dimensions: vias and wire. Journal of Applied Physics 107 (2010) 114316.

Grippon2013 E. Grippon, Endommagement et microfissuration d'un composite à matrice céramique tissé 3D: approche multi-échelle et évaluation ultra-sonore. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2013).

Hasegawa2000 A. Hasegawa, A. Kohyama, R.H Jones, L.L Snead, B. Riccardi, P. Fenici, Critical issues and current status of SiC / SiC composites for fusion. Journal of Nuclear Materials 283-287 (2000) 128-137.

He1994 M.Y. He, B.X. Wu, A.G. Evans, J.W. Hutchinson, Inelastic strains due to matrix cracking in unidirectional fiber-reinforced composites. Mechanics of Materials 18 (1994) 213-229.

Hemon2013 E. Hemon, Modèles multi-niveaux de prévision des durées de vie en fatigue des structures composites à matrice céramique pour usage en turbomachines aéronautiques. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2013).

Herbreteau2016 M. Herbreteau, Caractérisation et modélisation de la progression de l'oxydation autour d'un défaut d'impact à haute température d'un matériau composite à matrice céramique. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2016).

Holmes1994 J.W. Holmes, X. Wu, B.F. Sorensen, Frequency dependence of fatigue life and internal heating of a fiber-reinforced ceramic-matrix composites. Journal of the American Ceramic Society 77 [12] (1994) 3284-3286.

Huger1993 M. Huger, S. Souchard, C. Gault, Oxidation of Nicalon fibres. Journal of Materials Science Letters 12 (1993) 414-416.

Huguet2002 S. Huguet, Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère. Thèse de doctorat, Université de Lyon (2002).

Hutchinson1990 J.W. Hutchinson, H. Jensen, Models of fiber debonding and pull-out in brittle composites with friction. Mechanics of Materials 9 [2] (1990) 139-163.

Ichikawa1995 H. Ichikawa, Oxygen free ceramic fibers from organosilicon precursors and e-beam curing, in AG. Evans and R. Naslain, High Temperature Ceramic Matrix Composites I: Design, Durability and Performance, Ceramic Transactions 57: The American Ceramic Society (1995).

Jones2000 R.H. Jones, C.H. Henager Jr., C.A. Lewinsohn, C.F. Windish Jr., Stress corrosion cracking of silicon carbide fiber/silicon carbide composites, Journal of the American Ceramic Society 8 (2000) 1999-2005.

Jones2005 R.H. Jones, C.H. Henager Jr., Subcritical crack growth processes in SiC/SiC ceramic matrix composites. Journal of the European Ceramic Society 25 (2005) 1717-1722.

Katoh2006 Y. Katoh, T. Nozawa, L. L. Snead, T. Hinoki, A. Kohyama, Property tailorability for advanced CVI silicon carbide composites for fusion. Fusion Engineering and Design 81 (2006) 937-944.

Kerans1991 R.J. Kerans, T.A. Parthasarathy, Theoretical analysis of the fiber pullout and pushout tests. Journal of the American Ceramic Society 74 [7] (1991) 1585-1596.

Kerans1998 R.J. Kerans, T.A. Parthasarathy, F. Rebillat, J. Lamon, Interface properties in high-strength Nicalon/C/SiC composites, as determined by rough surface analysis of fiber push-out tests. Journal of the American Ceramic Society 81 [7] (1998) 1881-87.

Kister2002 G. Kister, B. Harris, Tensile properties of heat-treated Nicalon and Hi-Nicalon fibres. Composites Part A 33 (2002) 435-438.

Laffon1989 C. Laffon, AM. Flank, P. Lagarde, Study of Nicalon based ceramic fibers and powders by EXAFS spectrometry, X-ray diffractometry and some additional methods. Journal of Materials Science 24 (1989) 1503-1512.

Lamon2001 J. Lamon, A micromechanics-based approach to the mechanical behavior of brittle-matrix composites. Composites Science and Technology 61 (2001) 2259-2272.

Lamon2005 J. Lamon, Chemical Vapor Infiltrated SiC/SiC Composites (CVI SiC/SiC), in Handbook of ceramic Composites, edited by Narottam P. Bansal, Kluwer Academic Publishers, Boston/Dordrecht/London (2005) 55-76.

Lamouroux1999 F. Lamouroux, S. Bertrand, R. Pailler, R. Naslain, M. Cataldi, Oxidation-resistant carbon-fiber-reinforced ceramic-matrix composites. Composites Science and Technology 59 (1999) 1073-1085.

Laforêt2009 A. Laforêt, Rupture différée en fatigue statique, aux très températures (800°C-1300°C) des fils Hi-Nicalon, des composites Hi-Nicalon PyC/SiC et des composites Hi-Nicalon PyC/B_4C, Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, n° 3783 (2009).

Lemaire2014 M. Lemaire, Approche probabiliste du dimensionnement - Modélisation de l'incertain et méthodes d'approximation. Les Techniques de l'Ingénieur (2014) réf. BM5004 V2.

Loseille2010 O. De Melo-Loseille, Prévision de la durée de vie des composites à matrice céramique auto-cicatrisante, en fatigue statique, à haute température (<800°C). Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2010).

Lissart1994 N. Lissart, J. Lamon, Damage and failure in ceramic matrix composites: experimental study and model. Acta Materialia 45 [3] (1997) 1025-1044.

Maillet2012 E. Maillet, Identification des mécanismes d'endommagement et prévision de la durée de vie des composites à matrice céramique par émission acoustique. Thèse de doctorat, Université de Lyon (2012).

Maillet2014a E. Maillet, N. Godin, M. R'Mili, P. Reynaud, G. Fantozzi, J. Lamon, Real-time evaluation of energy attenuation: A novel approach to acoustic emission analysis for damage monitoring of ceramic matrix composites. Journal of the European Ceramic Society 34 [7] (2014) 1673-1679.

Maillet2014b E. Maillet, N. Godin, M.R'Mili, P. Reynaud, G. Fantozzi, J. Lamon, Damage monitoring and identification in SiC/SiC minicomposites using combined acousto-ultrasonics and acoustic emissions. Composites Part A 57 (2014) 8-15.

Maillet2015a E. Maillet, G.N. Morscher, Waveform-based selection of acoustic emission events generated by damage in composite materials. Mechanical Systems and Signal Processing 52-53 (2015) 217-227.

Maillet2015b E. Maillet, C. Baker, G.N. Morscher, V.V. Pujar, J.R. Lemanski, Feasibility and limitations of damage identification in composite materials using acoustic emission. Composites Part A 75 (2015) 77-83.

Mansour2015 R. Mansour, E. Maillet, G.N. Morscher, Monitoring interlaminar crack growth in ceramic matrix composites using electrical resistance. Scripta Materialia 98 (2015) 9-12.

Marshall1985 D.B. Marshall, B.N. Cox, A.G. Evans, The mechanics of matrix cracking in brittle matrix fiber composites. Acta Metallurgica 33 (1985) 2013-2021.

Mazerat2012 S. Mazerat, Fibres de renfort pour composites SiC/SiC : amélioration et corrélation de la durée de vie sous air a T<900°C avec la réactivité chimique. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 (2012).

Martin2003 X. Martin, Oxydation/Corrosion de matériaux composites (SiCf/SiBCm) à matrice auto-cicatrisante. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, N° 2749 (2003).

Maxwell2005 A.Maxwell, Review of accelerated ageing methods and lifetime prediction techniques for polymeric materials, National Physical Laboratory, Report DEPC MPR 016 (2005).

Mensitieri2008 G. Mensitieri, M. Iannone, Modeling ageing in polymer composites, in *Ageing of Composites*, Woodhead (2008) 224-28.

Minak2009 G. Minak, P. Morelli, A. Zucchelli, Fatigue residual strength of circular laminate graphite-epoxy composite plates damaged by transverse load. Composites Science and Technology 69 [9] (2009) 1358-1363.

Miyashita2002 Y. Miyashita, K. Kanda, S. Zhu, Y. Mutoh, M. Mizuno, A.J. McEvily, Observations of fatigue damage process in SiC/SiC composites at room and elevated temperatures. International Journal of Fatigue 24 (2002) 241-248.

Moevus2007 M. Moevus, Mécanismes d'endommagement, émission acoustique et durées de vie en fatigue statique du composite SiC/[Si-B-C] aux températures intermédiaires (<800°C). Thèse de doctorat, INSA Lyon (2007).

Momon2008 S. Momon, Etude du comportement et de la durée de vie des composites C/[Si-B-C] à matrice auto-cicatrisante à hautes températures sous air. Thèse de doctorat, INSA Lyon (2008).

Momon2010 S. Momon, M. Moevus, N. Godin, M. R'Mili, P. Reynaud, G. Fantozzi, G. Fayolle, Acoustic emission and lifetime prediction during static fatigue tests on ceramic matrix composite at high temperature under air. Composites Part A 41 (2010) 913-918.

Morscher1997 G.N. Morscher, Tensile stress rupture of SiC/SiC minicomposites with carbon and boron nitride interphases at elevated temperatures in air. Journal of the American Ceramic Society 80 (1997) 2029-2042.

Morscher1999 G.N. Morscher, Modal acoustic emission of damage accumulation in a woven SiC/SiC composite. Composites Science and Technology 59 (1999) 687-697.

Morscher2004 G.N. Morscher, Stress-dependant matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites, Composites Science and Technology 64 (2004) 13-11-1319.

Morscher2008 G.N. Morscher, G. Ojard, R. Miller, Y. Gowayed, U. Santhosh, J. Ahmad, R. John, Tensile creep and fatigue of Sylramic-iBN melt-infiltrated SiC matrix composites: retained properties, damage development and failure mechanisms. Composites Science and Technology 68 (2008) 3305-3313.

Morscher2014a G.N. Morscher, C. Baker, C. Smith, Electrical Resistance of SiC Fiber reinforced SiC/Si Matrix Composites at Room Temperature during Tensile Testing. International Journal of Applied Ceramic Technology 11 [2] (2014) 263-272.

Morscher2014b G.N. Morscher, C. Smith, E. Maillet, C. Baker, R. Mansour, Electrical resistance monitoring of damage and crack growth in advanced SiC-based ceramic composites. American Ceramic Society Bulletin 93 [7] (2014) 28-31.

Miyashita2002 Y. Miyashita, K. Kanda, S. Zhu, Y. Mutoh, M. Mizuno, A.J. McEvily, Observations of fatigue damage process in SiC/SiC composites at room and elevated temperatures. International Journal of Fatigue 24 (2002) 241-248.

Muto1993 N. Muto, H. Yanagida, T. Nakatsuji, M. Sugita, Y. Ohtsuka, Preventing fatal fractures in carbon-fiber/glass-fiber-reinforced plastic composites by monitoring change in electrical resistance. Journal of the American Ceramic Society 76 [4] (1993) 875-879.

Naslain1995 R. Naslain, The concept of layered interphases in SiC/SiC. High-Temperature Ceramic-Matrix Composites II: Manufacturing and Materials Develoment. Eds. A.G. Evans and R. Naslain, Ceramic Transaction (1995) 23-39.

Naslain2004 R. Naslain, Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview. Composites Science and Technology 64 (2004) 155-170.

Nelson1980 W.Nelson, Accelerated Life Testing – Step-stress models and data analyses. IEEE Transactions of Reliability R-29 [2] (1980) 103-108.

Nelson1990 W.Nelson, Accelerated Testing: Statistical models, Test plans and Data Analyses. John Wiley & Sons, New Jersey (1990).

Noyes1924 B. Noyes Jr., The variation in the resistance of carbon and graphite with temperature. Physical Review 24 (1924) 190-199.

Nualas2013 F. Nualas, Fonctionnement en oxydation de matériaux composites céramiques (CMC) dans des environnements aéronautiques. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, N° 4956 (2013).

Opila1997 E.J. Opila, R.E. Hann, Paralinear oxidation of CVD SiC in water vapor. Journal of the American Ceramic Society 80 [1] (1997) 197-205.

Opila1999 E.J. Opila, Variation of the oxidation rate of silicon carbide with water vapor pressure. Journal of the American Ceramic Society 82 [3] (1999) 625-636.

Papakonstantinou2001 C.G. Papakonstantinou, P. Balagru, R.E. Lyon, Comparative study of high temperature composites. Composites Part B 32 (2001) 637-649.

Pasquier1997 S. Pasquier, Comportement thermomécanique d'un composite de type SiC/SiC à interphase séquencée, effet de l'environnement. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, N° 1727 (1997).

Penas2002 O. Penas, Etude de composites SiC/SiBC à matrice multiséquencée en fatigue cyclique à hautes températures sous air. Thèse de doctorat, INSA de Lyon (2002).

Prosser1995 W.H. Prosser, K.E. Jackson, S. Kellas, B.T. Smith, J. McKeon, A. Friedman, Advanced, waveform based acoustic emission detection of matrix cracking in composites. Materials Evaluation 53 [9] (1995) 1052-1058.

Pryce1993 A.W. Pryce, P.A. Smith, Matrix cracking in unidirectional ceramic matrix composites under quasi-static and cyclic loading. Acta Metallurgica et Materialia 41 [4] (1993) 1269-1281.

Quemard2005 L. Quémard, Corrosion à haute température et à haute pression de composites thermostructuraux à matrice séquencée $SiC_f/[Si\text{-}B\text{-}C]_m$. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, N° 3019 (2005).

Racle2015 E. Racle, Comportement d'un composite à matrice céramique en fatigue et mise en place d'indicteurs d'endommagement par émission acoustique. Thèse de doctorat, Université de Lyon (2015).

Ranade2014 R. Ranade, J. Zhang, J. P. Lynch, V. C. Li, Influence of micro-cracking on the composite resistivity of engineered cementitious composites. Cement and Concrete Research 58 (2014) 1-12.

Rebillat2006 F. Rebillat, Modélisation de la progression de l'oxydation dans des composites modèles à matrice céramique auto-cicatrisante. Matériaux 2006 Conference Proceedings, Société de Chimie Industrielle, n° 0625, 2006.

Rebillat2010 F. Rebillat, X. Martin, E. Garitte, A. Guette, Overview on the self-sealing process in the SiCf/[Si,C,B]m composites under wet atmosphere at high temperature. Ceramic Transactions 215 (2010) 151-166.

Reynaud1996 P. Reynaud, Cyclic fatigue of ceramic-matrix composites at ambient and elevated temperatures. Composites Science and Technology 56 [7] (1996) 809-814.

Rouby1990 D. Rouby, G. Navarre, Interface et micro-mécanismes dans les composites fibreux à matrice céramique. Silicates Industriels 78 (1990) 201-216.

Rouby1993 D. Rouby, P. Reynaud, Fatigue behavior related to interface modification during load cycling in ceramic matrix fibre composites. Composites Science and Technology 48 (1993) 109-118.

Rouchier2013 S. Rouchier, G. Foray, N. Godin, M. Woloszyn, J-J. Roux, Damage monitoring in fibre reinforced mortar by combined digital image correlation and acoustic emission. Construction and Building Materials (2013) 38 371-380.

Ruschau1992 G.R. Ruschau, S. Yoshikawa, R.E. Newnham, Resistivities of conductive composites. Journal of Applied Physics 72 [3] (1992) 953-959.

Safran2015 Site web de SafranGroup, www.safran-group.com, « Les CMC prennent leur envol », 18 novembre 2015.

Scholz2002 R. Scholz, F. dos Santos Marques, B. Riccardi, Electrical conductivity of silicon carbide composites and fibers. Journal of Nuclear Materials 307-311 (2002) 1098-1101.

Schulte1989 K. Schulte, C. Baron, Load and failure analyses of CFRP laminates by means of electrical resistivity measurements. Composites Science and Technology 36 (1989) 63-76.

Shiwa1995 M. Shiwa, O.Y. Chen, T. Kishi, S. Carpenter, S. Mitsouno, H. Ichikawa, Y.T. Lee, S.T. Kim, T.S. Lee, Fracture mechanisms in unnotched and notched SiC/SiC composites studied by acoustic emission analysis. Materials Transactions 36 [4] (1995) 511-517.

Singh2017 Y.P. Singh, R. Mansour, G.N. Morscher, Combined acoustic emission and multiple lead potential drop measurements in detailed examination of crack initiation and growth during interlaminar testing of ceramic matrix composites. Composites Part A 97 (2017) 93-99.

Singhal1976 S.C. Singhal, Effect of water vapor on the oxidation of hot-pressed silicon nitride and silicon carbide. Journal of the American Ceramic Society – Discussions and Notes 59 [1-2] (1976) 81-82.

Smith2008 C. E. Smith, G.N. Morscher, Z. Xia, Monitoring damage accumulation in CMCs using electrical resistivity. Scripta Materialia 59 (2008) 463-466.

Smith2011a C. E. Smith, G. N. Morscher, Z. Xia, Electrical resistance as a Nondestructive Evaluation Technique For SiC/SiC CMC under creep-rupture loading. International Journal of Applied Ceramic Technology 8 [2] (2011) 298-307.

Smith2011b C. Smith, A. Gyekenyesi, Detecting cracks in matrix composites by electrical resistance. SPIE Proceedings, 2011.

Snead2004 L.L. Snead, Limits on irradiation-induced thermal conductivity and electrical resistivity in silicon carbide materials. Journal of Nuclear Materials 329-333 (2004) 524-529.

Sujidkul2014 T. Sujidkul, C. Smith, Z. Ma, G.N. Morscher, Z. Xia, Correlating electrical resistance change with mechanical damage in woven SiC/SiC composites: experiment and modeling. Journal of the American Ceramic Society 97 [9 (2014) 2936-2942.

Surgeon1999 M. Surgeon, M. Wevers, One sensor linear location of acoustic emission events using plate wave theories. Materials Science and Engineering A265 (1999) 254-261.

Tableau2014 N. Tableau, Etude du comportement en cisaillement plan et hors plan des CMC SiC-Si-BC à renfort tissé 3D, à température ambiante. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne (2014).

Takeda1998 M. Takeda, A. Urano, JI. Sakamoto, Y. Imai, Microstructure and oxidative degradation behavior of silicon carbide fiber Hi-Nicalon type S. Journal of Nuclear Materials 258-263 (1998) 1594-1599.

Tang2004 C. Tang, Y. Bando, Y. Huang, S. Yue, C. Gu, F. Xu, D. Golberg, Fluorination and electrical conductivity of BN nanotubes. Journal of American Chemical Society 127 (2005) 6552-6553.

Tebbi2005 O. Tebbi, Estimation of mechanical reliability by the accelerated life testing models. Thèse de doctorat, Université d'Angers, n°669 (2005).

Tedmon1966 C.S. Tedmon, The effect of oxide volatilisation on the oxidation kinetics of Cr and Fe-Cr alloy. Journal of The Electrochemical Society 113 [8] (1966) 766-68.

Vandenbulcke1996 L. Vandenbulcke, S. Goujard, Multilayer systems based on B, B_4C, SiC and SiBC for environmental composite protection. Progress in Advanced Materials and Mechanics (1996) 1198-1203

Vesely2015 V. Vesely, P. Konecny, P. Lehner, Influence of crack propagation on electrical resistivity and ultrasonic characteristics of normal concrete assessed by sequential TPB fracture. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 80 (2015) 2-13.

Viricelle1996 J.P. Viricelle, D. Goursat, D. Bahloul, A behavioural model for the design of components in woven fabric reinforced ceramic matrix composites. Annual progress report – BRITE-EURAM 5462, (1996).

Viricelle1997 J.P. Viricelle, D. Bahloul-Hourlier, P. Goursat, Oxidation behaviour of a SiC-based fiber. Key Engineering Materials 127-131 (1997) 203-210.

Vix-Gurterl1991 C. Vix-Gurterl, Comportement en atmosphère oxydante de composites thermostructuraux SiC/C/SiC, Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace (1991).

Wang1999a X. Wang, S. Wang, D.D.L. Chung, Sensing damage in carbon fiber and its polymer-matrix and carbon-matrix composites by electrical resistance measurements, Journal of Materials Science 34 (1999) 2703-2713.

Wang1999b X. Wang, D.D.L. Chung, Fiber-breakage in polymer-matrix composites during static and fatigue loading, observed by electrical resistance measurement. Journal of Materials Research 14 (1999) 4224-9.

Wang2001 X. Wang, Z. Mei, D.D.L. Chung, Interlaminar damage in carbon fiber polymer-matrix composites, studied by electrical resistance measurement, International Journal of Adhesion and Adhesives 21 (2001) 465-471.

Xia2003 Z. H. Xia, T. Okabe, J. B. Park, W. A. Curtin, N. Takeda, Quantitative damage detection in CFRP composites: coupled mechanical and electrical models. Composites Science and Technology 63 (2003) 1411-1422.

Xia2008 Z. H. Xia, W.A. Curtin, Damage detection via electrical resistance in CFRP composites under cyclic loading, Composites Science and Technology 68 (2008) 2536-2534.

Yajima1976 S. Yajima, J. Hayashi, M. Omori, K. Okamura, Development of a silicon carbide fibre with high tensile strength. Nature 261 (1976) 683-685.

Youngblood2001 G.E. Youngblood, C. Lewinsohn, RH. Jones, A. Kohyama, Tensile strength and fracture surface characterization of Hi-Nicalon SiC fibers. Journal of Nuclear Materials 289 (2001) 1-9.

ANNEXES

SOMMAIRE

Annexe A - Evolution de la résistance lors des cycles de décharge / recharge interposés 207

Annexe B - Influence de différentes conditions de vieillissement sur le comportement mécanique en traction/cisaillement 209

Annexe C - Considération des problématiques liées à la dispersion 212

Annexe D - Location of damage and failure on a SiC/[Si-B-C] composite using multi-channel electrical resistivity monitoring 216

Annexe E - Modeling of the influence of sample geometry on the electrical resistance of ceramic matrix composites 217

ANNEXE A - EVOLUTION DE LA RESISTANCE LORS DES CYCLES DE DECHARGE / RECHARGE INTERPOSES

Lors d'essais de vieillissement thermo-mécanique, la résistance électrique s'est révélée être un indicateur efficace de l'endommagement des interphases en termes d'augmentation globale de résistance par rapport à une valeur de référence dans les conditions de l'essai, mais aussi de manière plus locale durant les cycles de décharge/recharge régulièrement interposés.

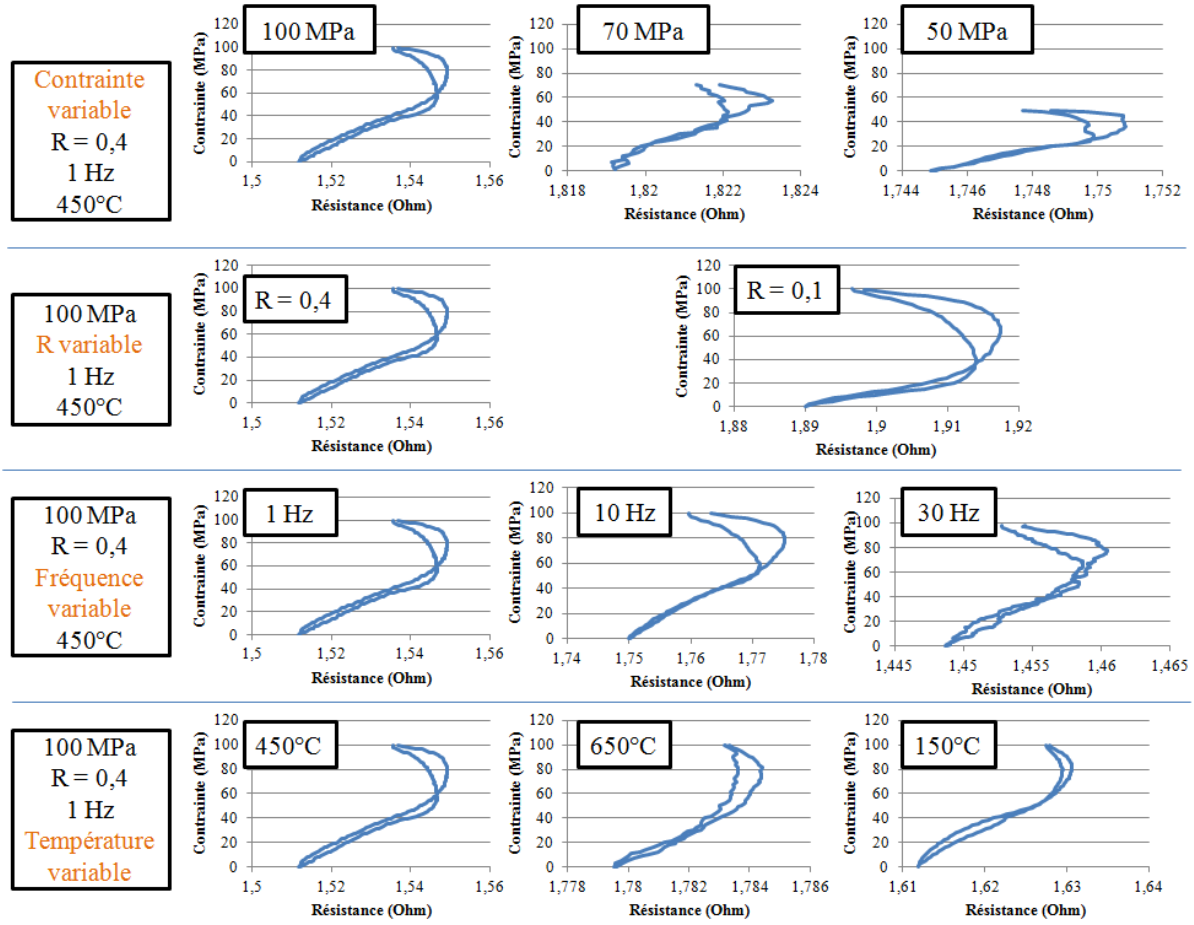

Figure A.1 – Cycles contrainte / résistance lors des décharges/recharges interposées durant des essais en fatigue cycliques à différentes contraintes maximales, rapports de charge R, fréquences de cyclage mécanique et températures (cycle effectué à 50 % de la durée de vie en cas de rupture ou dernier cycle effectué dans le cas contraire)

En effet, comme expliqué dans le **Chapitre V.1.3.2** et dans l'article [Simon2017_Acta2], après quelques heures de fatigue cyclique, la résistance n'évolue plus de manière monotone durant la décharge et la recharge. Après un chargement préalable à 100 MPa mais sans fatigue cyclique, la résistance augmente durant la charge à 100 MPa, et diminue durant la décharge, ce qui est associé à l'ouverture et à la fermeture des fissures. Cependant, après quelques heures de fatigue cyclique, la résistance maximale n'est plus atteinte à la contrainte maximale : le phénomène de « courbure inverse » décrit dans le **Chapitre V.1.3.2** entre en jeu. Il a été attribué à un émoussement des

interfaces dû à la fatigue cyclique qui engendre une perte de contacts électriques (et donc une résistance élevée) à la contrainte moyenne de cyclage, alors que des contacts s'effectuent en butée aux contraintes minimales et maximales de cyclage, entraînant une résistance plus faible (Figure V.11). Le phénomène de courbure inverse serait donc purement associé à la fatigue cyclique (il n'a jamais été observé lors d'essais en fatigue statique), et la contrainte pour laquelle le maximum de résistance est atteint serait associée à la contrainte moyenne de cyclage mécanique.

Afin d'évaluer cette hypothèse, l'évolution de résistance est analysée lors de cycles de décharge/recharge effectués durant des essais de fatigue cyclique sous conditions variées de contrainte maximale, rapport de charge R, fréquence de cyclage mécanique et température. Les cycles effectués à 50 % de la durée de vie en cas de rupture ou le dernier cycle effectué dans le cas contraire sont présentés sur la Figure A.1 pour 8 essais différents.

Les essais effectués à différentes contraintes maximales mais même rapport de charge R = 0,4 présentent un effet de courbure inverse avec un maximum de résistance toujours obtenu à 70% environ de la contrainte maximale, i.e. proche de la contrainte moyenne de cyclage. Le maximum de résistance observé vers 70 MPa lors des essais à 100 MPa maximum n'est donc pas lié à un endommagement spécifique du matériau autour de 70 MPa.

L'essai avec un rapport de charge R différent (0,1) et à 100 MPa maximum confirme l'hypothèse de lien direct entre la contrainte à laquelle la résistance maximale est atteinte et la contrainte moyenne de cyclage mécanique : l'effet de courbure inverse est cette fois observé avec un maximum de résistance à contrainte beaucoup plus faible, autour de 50 MPa.

La valeur de fréquence de cyclage mécanique a peu d'influence sur l'allure des cycles et sur le phénomène observé, ce qui est en accord avec l'hypothèse proposée.

De plus, quelle que soit la température, engendrant des conditions cicatrisantes, non cicatrisantes ou même une absence d'oxydation, la courbure inverse est toujours observée. Ceci montre clairement que ce phénomène n'est pas lié à l'oxydation, mais purement à la fatigue mécanique de type cyclique.

Il est rappelé que la courbure inverse n'a jamais été observée sur des essais de fatigue statique. D'après l'ensemble des essais analysés, ce phénomène est purement lié à la fatigue cyclique, ayant lieu même en absence d'oxydation. Les essais à contraintes maximales et rapports R variés ont mis en évidence le lien direct entre contrainte moyenne de cyclage mécanique et contrainte à laquelle le maximum de module est observé. Ceci conforte fortement le scénario proposé dans le **Chapitre V.1.3.2** (Figure V.11).

ANNEXE B - INFLUENCE DE DIFFERENTES CONDITIONS DE VIEILLISSEMENT SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE EN TRACTION/CISAILLEMENT

Stage ingénieur de fin d'études de Guillaume Dugast (avril à septembre 2016), à présent doctorant CIFRE MBDA au laboratoire PRISME-INSA Centre Val-de-Loire (Bourges)

Tous les essais effectués classiquement pour évaluer la tenue de CMC au vieillissement thermomécanique le sont en introduisant un champ de contrainte de traction uniforme. Or, les pièces réelles sont bien entendu soumises à des champs beaucoup plus complexes : il semble donc très intéressant, dans le cadre de cette thèse, d'évaluer l'influence de diverses conditions de vieillissement thermomécanique sur les propriétés mécaniques en traction / cisaillement, ainsi que de mesurer l'intérêt d'un chargement complexe au même titre que la fatigue à fréquence élevée pour accélérer un essai. Pour cela, des éprouvettes déjà vieillies dans différentes conditions (différentes contraintes, températures de 20°C et 450°C, fréquences de 2 Hz et 20 Hz) ont été testées ; deux entailles décalées y sont usinées afin d'introduire une composante de cisaillement (Figure A.2), avant d'effectuer une traction cyclée suivie par corrélation d'images numériques (CIN) en plus de jauges de déformations (de type rosette 0/±45°).

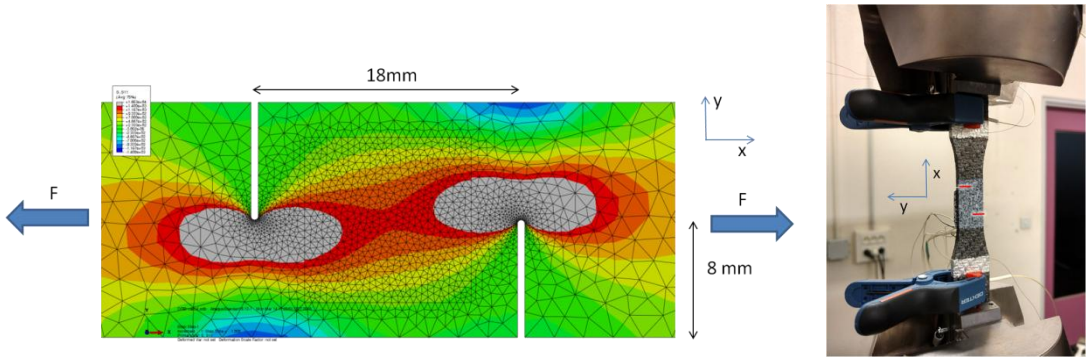

Figure A.2- (a) Visualisation des contraintes de traction dans l'éprouvette aux dimensions retenues pour un déplacement de 1.5mm imposé à une extrémité et (b) montage expérimental

Un premier essai a été effectué sur une éprouvette non vieillie afin de valider la méthode expérimentale. Les premiers signes de rupture (chute en force) se sont manifestés à 0.08% de déformation en sens x et 3830 N, soit environ 100 MPa sur la section utile au droit de l'entaille. La concentration de contrainte et l'introduction de lieux préférentiels de propagation de la fissure ont nettement contribué à la diminution de la contrainte à rupture. Malgré des déformations assez faibles, les champs de déformation issus de la CIN font apparaître très nettement la propagation des fissures ($\varepsilon_{xy} \approx 0.02\%$, Figure A.3). Ces dernières se localisent au droit des entailles.

Un modèle numérique basé éléments finis (EF) a été développé pour déterminer les propriétés mécaniques (élastiques dans un premier temps) de l'éprouvette en comparant les champs de déformation issus de l'essai (CIN) et ceux issus du modèle EF. Une rosette a été également mise en place sur les premiers essais pour évaluer la précision de la détermination des modules via le modèle.

Le modèle numérique développé avec une loi de comportement élastique linéaire a été appliqué aux champs de déformation obtenus par CIN. Il a été nécessaire d'adapter le maillage pour pouvoir

évaluer les déformations EF et CIN aux mêmes points. Les constantes mécaniques de référence du matériau sont entrées initialement, puis l'erreur entre déformations EF et déformations CIN (norme : carrés des différences sur chaque élément) est évaluée. Les valeurs des constantes élastiques sont modifiées afin de réduire cette erreur, et une nouvelle itération de calcul est lancée. Le programme converge après 3 à 4 itérations, lorsque la modification des constantes élastiques d'une itération à la suivante devient inférieure à un certain seuil défini par l'utilisateur.

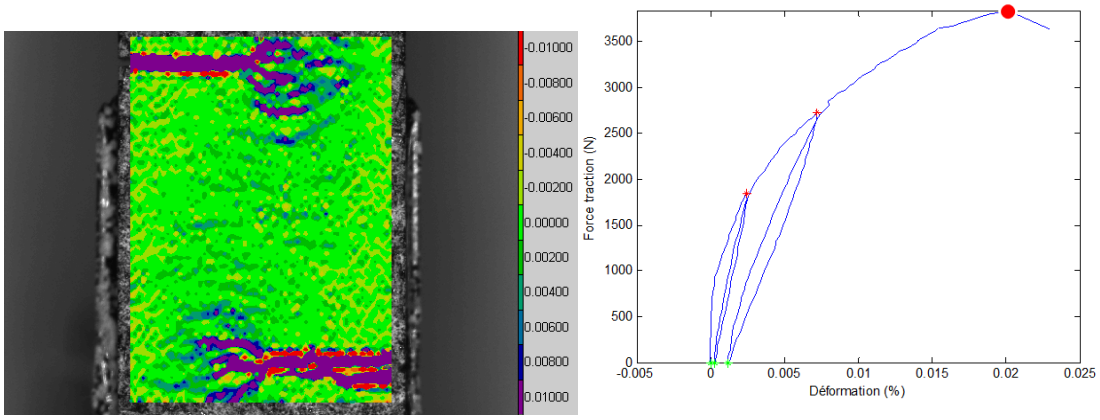

Figure A.3 – (a) Visualisation des déformations ε_{xx} juste avant le premier signe de rupture et (b) force en fonction de la déformation en cisaillement ε_{xy}

Afin de pouvoir évaluer les propriétés obtenues par cette méthode numérique via la CIN, les modules de traction et de cisaillement ont été calculés par deux autres méthodes : un modèle analytique simplifié, et une jauge virtuelle (une jauge est introduite dans le modèle EF avec la même géométrie qu'expérimentalement, et les propriétés retenues sont celles qui donnent les déformations calculées les plus proches des résultats mesurés).

Tableau A.1 - Modules de traction et cisaillement de l'A40C sain évalués à 0.03% par différentes méthodes

Méthode	E1(GPa)	G12 (GPa)
CIN	165	78
Jauge de déformation	170	78
Modèle analytique simplifié	174	69

Des valeurs assez proches, obtenues à partir de méthodes indépendantes (Tableau A.1), donnent confiance en la méthode d'évaluation numérique par CIN. La méthode de caractérisation du comportement en traction/cisaillement ainsi développée pourrait éventuellement être appliquée à l'issue du stage à d'autres matériaux.

Après quelques essais de mise en place du dispositif expérimental sur éprouvettes saines, les neuf éprouvettes disponibles vieillies lors d'un post-doctorat précédent au LCTS (Martial Giton) dans les conditions données par le Tableau A.2a ont été testées. Les deux entailles y ont été usinées puis une traction cyclée a été effectuée avec suivi par CIN, émission acoustique, résistivité électrique ainsi qu'une rosette de jauges de déformation pour la première campagne d'essai. La méthode d'identification des modules par CIN et modèle EF donnant des résultats proches de ceux donnés par la rosette, le dispositif a été simplifié pour la 2nde campagne d'essai en ne conservant que le suivi par CIN pour identifier des modules sur un panel de conditions de vieillissement plus large.

Tableau A.2- (a) Conditions de vieillissement des éprouvettes testées et (b) résultats de la 1ère campagne d'essai: modules finaux donnés dans le rapport de Martial Giton, et modules Es et G12 identifiés par CIN et modèle EF

	20 Hz	**2 Hz**
$T_{ambiante}$	4 kN 6 kN 8 kN 10 kN	4 kN 6 kN 8 kN 10 kN 12 kN
450°C	4 kN 8 kN	8 kN
Durée	10^7 cycles	10^6 cycles

Première campagne d'essais
Seconde campagne d'essais

Carac. du vieillissement (traction cyclée)	Température ambiante			450°C
	8 kN – 2 Hz	8 kN – 20 Hz	10 kN – 20 Hz	8 kN – 20 Hz
Données issues du rapport interne				
Module E_s final (GPa)	110 (-38%)	113(-37%)	80(-58%)	117(-38%)
Données issues de la méthodologie d'identification				
Module E_s (GPa)	126 (-28%)	101 (-44%)	92 (-50%)	120 (-36%)
Module G_{12} (GPa)	39	43	54	51

La dégradation des performances avec l'augmentation du niveau de charge lors du vieillissement est bien mesurée aussi bien en termes de modules E11 que G12 (Figure A.4a et b). Cependant, pour un vieillissement à même niveau de chargement (8 kN), et une fréquence ou température différentes, les différences mesurées sur les propriétés résiduelles en termes de modules sont peu significatives (Tableau A.2b et Figure A.4a).

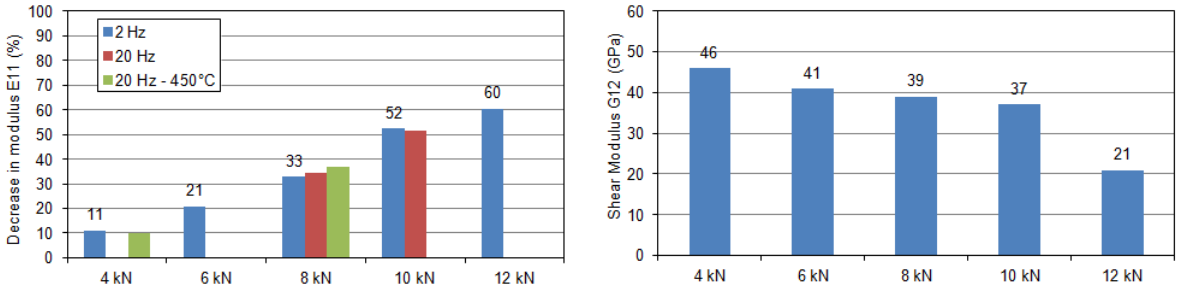

Figure A.4 - (a) Dégradation du module E11 après vieillissement dans des conditions variées et (b) module G12 après vieillissement à 2 Hz, $T_{ambiante}$ sous différentes charges.

La méthode expérimentale d'application d'un champ de contrainte en traction/cisaillement associée au modèle EF développé afin de déterminer les propriétés mécaniques sur la base des images CIN pourra être retenue et appliquée à d'autres types de matériaux. Cela apporte en effet un gain de temps par rapport à la pose de rosette, et une information plus complète sur le champ de déformations est fournie. Si l'effet du niveau de contrainte lors du vieillissement a clairement un effet sur les modules obtenus lors des essais résiduels en traction/cisaillement, l'effet de la fréquence 2 Hz ou 20 Hz pour un même temps d'essai sur les modules résiduels se révèle très faible.

Pour un vieillissement effectué en traction sur éprouvette 0°/90° dans une machine classique, la méthode proposée constitue a priori le seul moyen pour obtenir le G_{12} après vieillissement, car s'il est simple d'usiner des entailles dans le fût de l'éprouvette, il serait beaucoup plus complexe d'extraire des éprouvettes à 30° ou 45° car leur taille serait très limitée.

ANNEXE C - CONSIDERATION DES PROBLEMATIQUES LIEES A LA DISPERSION

Les résultats d'essais de fatigue présentent par nature une grande dispersion. Pour tout type de matériau, des éprouvettes *a priori* identiques et testées dans les mêmes conditions peuvent présenter des durées de vie qui varient sensiblement. Cette dispersion provient de différents facteurs :

- intrinsèques au matériau (porosité, inhomogénéité, désalignement des fibres)
- liés à la préparation de l'éprouvette (état de surface, tolérances dimensionnelles, etc.)
- liés aux conditions d'essais

Plusieurs approches peuvent être envisagées pour prendre en compte la dispersion des durées de vie dans le cadre d'essais accélérés sur CMC.

- **Méthode A**

Une première possibilité consiste à inclure les effets de dispersion dans le durcissement. La contrainte σ_{durci} est suffisamment durcie pour englober les variations de durée de vie à contrainte nominale σ_0. On appelle ici « contrainte » pas seulement la contrainte mécanique, mais de manière générale tous les types de sollicitation influant sur la durée de vie de la pièce. La fonction $p_x(\sigma)$ représente le nombre de cycles effectués à la contrainte maximale σ après lesquels x% des éprouvettes ont rompu. La contrainte σ_{durci} choisie peut donc par exemple être telle que le nombre de cycles nécessaire pour que 90% des essais effectués à la contrainte σ_{durci} aient rompu soit inférieur au nombre de cycles nécessaires pour que 10% des essais effectués à la contrainte σ_0 aient rompu. Ceci se traduit par l'équation suivante :

$$p_{90}(\sigma_{durci}) \leq p_{10}(\sigma_0) \quad \text{(A.1)}$$

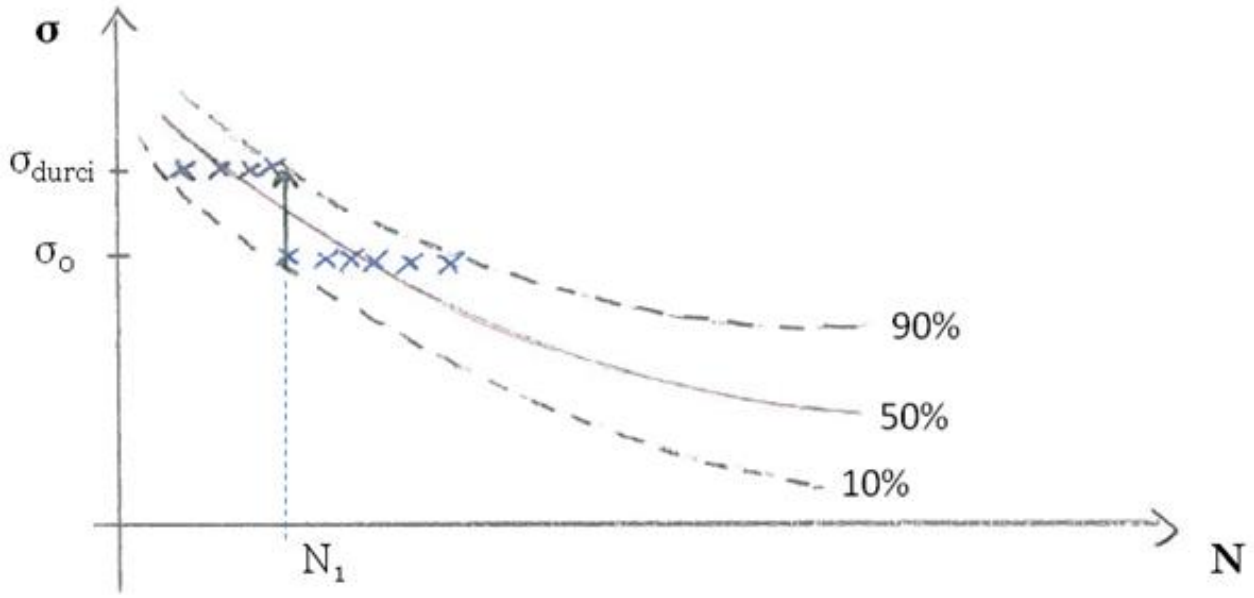

Figure A.5 - Schéma présentant la détermination de σ_{durci} à partir de σ_0

La Figure A.5 présente graphiquement la méthode pour obtenir σ_{durci} à partir de σ_0 et des courbes de Wöhler. Le nombre de cycles N_1 pour lequel la probabilité de rupture à σ_0 vaut 10% est à déterminer, pour ensuite permettre de rechercher quelle contrainte σ_{durci} la probabilité de défaillance après N_1 cycles vaut 90%.

L'allure des densités de probabilité de défaillance est présentée sur la Figure A.6. 90% des essais à la contrainte σ_{durci} auront une durée de vie plus faible que 90% des essais à σ_0, et les cas non conservatifs sont représentés par la surface centrale qui se situe sous les deux courbes.

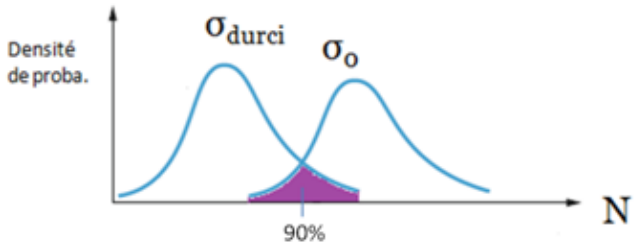

Figure A.6 - Allures des densités de probabilité de défaillance pour σ_{durci} et σ_0

Si σ_{durci} est ensuite calculé avec ces distributions de manière à vérifier l'équation 2, un critère encore plus sévère sera vérifié, par exemple :

$$p_{95}(\sigma_{durci}) \leq p_{05}(\sigma_0) \qquad \text{(A.2)}$$

Il faut donc savoir quelle sévérité du critère final (90-10, 95-5 ?) est nécessaire afin de déterminer l'augmentation de contrainte que cela entraîne et ainsi la valeur de σ_{durci}. A titre d'exemple, si l'équation 2 doit être vérifiée, cela impliquerait pour l'A40C une augmentation de contrainte de l'ordre de 10 MPa.

Une augmentation effective de 10 MPa pendant l'essai pourrait le durcir considérablement, et entrainerait également le risque de ne plus être dans la même gamme d'endommagement. Elle n'est cependant pas forcément nécessaire ; il peut éventuellement être envisagé de montrer que le durcissement déjà effectué pour définir σ_0 par rapport aux conditions réelles d'utilisation contient déjà (entièrement ou en partie) cette augmentation de contrainte et englobe ainsi déjà une partie des effets de dispersion.

Cette première méthode concerne donc exclusivement la phase de durcissement, et non l'accélération proprement dite. Elle prend en compte la dispersion dans la détermination de l'ensemble des conditions (contraintes et facteurs environnementaux) durcies, lesquelles conditions sont ensuite à accélérer.

- **Méthode B**

Une deuxième méthode envisageable consiste à conserver les conditions durcies telles qu'elles ont été obtenues par d'autres considérations, et à effectuer ensuite un suivi de la dispersion au cours de l'accélération.

Dans le cas où l'accélération peut être décrite par une loi analytique, il est possible d'utiliser un modèle combiné d'accélération/distribution de durée de vie. Il faut dans un premier temps déterminer les facteurs de forme β (adimensionné) et d'échelle η (homogène à un temps) de la distribution de Weibull, que l'on suppose classiquement concernant les durées de vie, à la contrainte élevée d'accélération σ_{acc}.

$$f(t) = \frac{\beta}{\eta}.\left(\frac{t}{\eta}\right)^{\beta-1}.e^{-\left(\frac{t}{\eta}\right)^{\beta}}$$

La fonction *f* est la densité de probabilité de rupture au temps *t*.

Ensuite, le facteur d'échelle η est à remplacer dans cette expression par la valeur de la durée de vie en fonction de la contrainte (modèle d'accélération). Par exemple, les expressions suivantes sont obtenues dans le cas d'une loi d'Arrhénius, avec une contrainte généralisée V.

$$\eta = L(V) = C.e^{\frac{B}{V}}$$

$$f(t,V) = \frac{\beta}{C.e^{\frac{B}{V}}}.\left(\frac{t}{C.e^{\frac{B}{V}}}\right)^{\beta-1}.e^{-\left(\frac{t}{C.e^{\frac{B}{V}}}\right)^{\beta}}$$

Ainsi, pour chaque niveau de contrainte, une distribution de durée de vie est obtenue.

Dans le cas où l'accélération ne peut être décrite par une loi analytique, on peut envisager la solution suivante : Le principe est d'extrapoler les distributions de durées de vie resserrées aux contraintes élevées vers des contraintes plus faibles, en se basant sur l'évolution de l'étalement de ces distributions proposé par Nelson [Nelson1990].

$$\ln\big(dev(x)\big) = \delta_0 + \delta_1.x$$

Dans cette expression, δ_0 et δ_1 sont des constantes à déterminer par les essais, dev est la déviation standard caractérisant l'étalement des distributions de durées de vie, et x est la contrainte au sens large « potentiellement transformé » toujours selon Nelson. Ce stress x peut être soit directement le stress, soit son logarithme par exemple. La loi log-linéaire est représentée sur la Figure A.7.

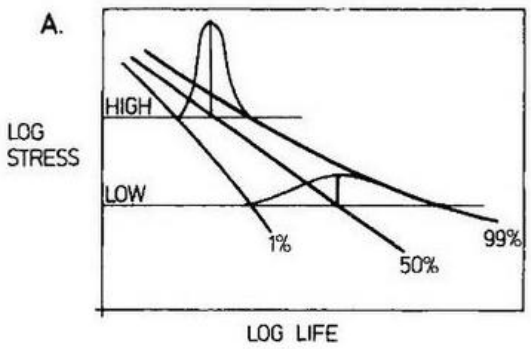

Figure A.7 - Exemple d'évolution log-linéaire de déviation standard [Nelson1990, p106]

En suivant ce modèle, à partir des distributions de durées de vie pour deux contraintes élevées différentes σ_{high1} et σ_{high2} (ou x1 et x2), il est possible d'obtenir les déviations standards pour ces

deux contraintes, et ainsi de déterminer les paramètres δ_0 et δ_1 (il y a en fait deux jeux de paramètres δ_0 et δ_1, l'un pour la courbe correspondant à 1% et l'autre pour 99%).

Une fois ces deux droites déterminées d'après les essais à σ_{high1} et σ_{high2}, il est possible d'estimer la distribution de durée de vie pour des contraintes plus basses σ_{low} (cf Figure A.8).

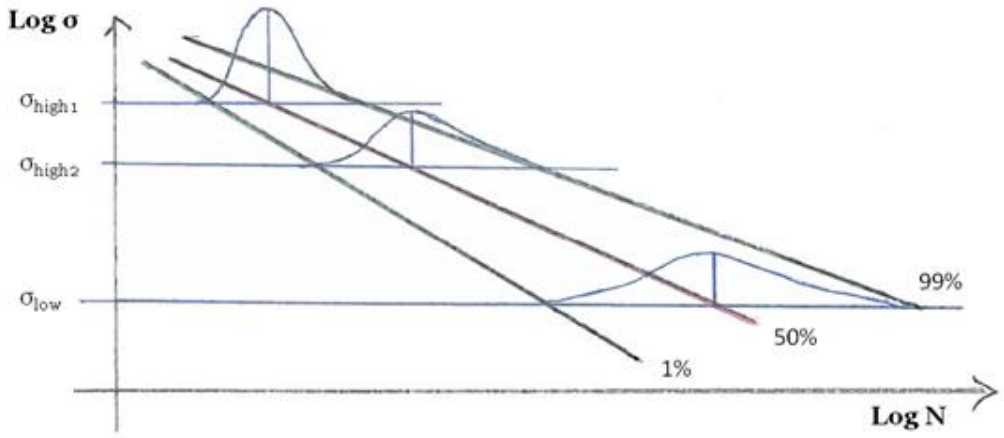

Figure A.8 - Schéma représentant l'estimation de distribution de durée de vie à σ_{low} à partir des distributions à σ_{high1} et σ_{high2}

Concrètement, dans les conditions d'accélération choisies, plusieurs essais sont à effectuer afin d'évaluer la distribution de durée de vie et notamment la position des points à 1% et 99% de chance de défaillance (valeurs possiblement adaptables). Ensuite, un deuxième set de conditions est choisi, en restant dans les mêmes modes de défaillance, mais possiblement avec des contraintes assez élevées qui permettent des réaliser les essais dans des temps raisonnables. La distribution de durée de vie pour ces contraintes est également déterminée par une série d'essais. Enfin, à partir de ces deux distributions, une estimation de la distribution de durée de vie pour une contrainte plus basse peut être effectuée.

- **Comparaison méthodes A et B**

La méthode A prend en compte la dispersion durant la phase de durcissement des conditions, puis l'accélération est effectuée à partir de ces conditions nouvellement durcies. La méthode B n'influe pas sur le durcissement des conditions, elle prend comme base les conditions déjà durcies selon d'autres considérations, puis effectue un suivi selon les paramètres d'accélération (stress) de la valeur médiane de la distribution de durée de vie habituelle mais aussi des valeurs à 10% ou 90% de défaillance (par exemple).

La méthode A requiert moins d'essais, car elle nécessite l'estimation d'une distribution de durée de vie à un seul niveau de contrainte. La méthode B nécessite cette estimation à deux niveaux de contrainte ; en revanche, elle n'influe pas sur les niveaux de contrainte mis en jeu lors des essais.

En effet, la méthode A, bien que moins coûteuse en terme d'essais, peut impliquer un sur-dimensionnement avec des conditions potentiellement trop durcies et donc un conservatisme trop important. La méthode B nécessite plus d'essais pour avoir des distributions représentatives, mais peut a priori aboutir à des résultats plus fins. Elle donne une estimation de la distribution de durée de vie aux contraintes faibles non accélératrices, alors que la méthode A donne une valeur médiane de durée de vie minorée de sorte à prendre en compte les effets de dispersion.

ANNEXE D

LOCATION OF DAMAGE AND FAILURE ON A SiC/[Si-B-C] COMPOSITE USING MULTI-CHANNEL ELECTRICAL RESISTIVITY MONITORING

Coraline Simon [a,b,*], Francis Rebillat [a], Gérald Camus [a], Gregory N. Morscher [c]

[a] *Laboratoire des Composites Thermostructuraux, (CNRS-CEA-SAFRAN), University of Bordeaux, 3 allée de la Boétie, 33600 Pessac, France*
[b] *SAFRAN Ceramics, Rue Toussaint Catros, 33187 Le Haillan, France*
[c] *Mechanical Engineering Department, The University of Akron, Akron OH44325, USA*

En cours de révision à **Composites Part A**

ANNEXE E

MODELING OF THE INFLUENCE OF SAMPLE GEOMETRY ON THE ELECTRICAL RESISTANCE OF CERAMIC MATRIX COMPOSITES

Coraline Simon [a,b], Francis Rebillat [a], Gérald Camus [a], Vincent Herb [b], Gregory N. Morscher [c]

[a] *Laboratoire des Composites Thermostructuraux, University of Bordeaux and CNRS-CEA-SAFRAN, 3 allée de la Boétie, 33600 Pessac, France*
[b] *SAFRAN Ceramics, Rue Toussaint Catros, 33187 Le Haillan, France*
[c] *Mechanical Engineering Department, The University of Akron , Akron OH44325, USA*

Pour soumission à **Composites Part A**

Résumé

Dans le but d'une introduction en aéronautique civile, la certification des composites à matrice céramique (CMC) requiert la justification de la tenue du matériau durant toute la durée de vie de l'avion (50000h environ), dans des milieux oxydants à haute température et sous les contraintes élevées rencontrées en application. Le but de cette thèse est d'identifier comment accélérer les essais de vieillissement pour obtenir sur de plus courtes périodes de temps des essais représentatifs du comportement du matériau en conditions standard. Le composite étudié étant doté d'une matrice auto-cicatrisante dont l'efficacité est liée de manière complexe à la température et à l'humidité présente dans le milieu oxydant, une compréhension fine des mécanismes de dégradation est nécessaire afin de choisir des leviers d'accélération pertinents. L'influence de paramètres d'essai sélectionnés (pression partielle d'eau, type de chargement mécanique, fréquence de cyclage mécanique, température) sur les cinétiques d'endommagement est analysée, tout en vérifiant que les mécanismes de dégradation ne sont pas modifiés. La mise en place de méthodes de suivi d'endommagement non-destructives est indispensable pour quantifier en temps réel les niveaux de dégradation des matériaux sous différentes conditions expérimentales: le suivi par émission acoustique a été utilisé et une technique originale de suivi par mesure de résistance électrique durant des essais de longue durée a été développée. Deux modèles électro-mécaniques ont été proposés concernant l'évolution de résistance électrique à température ambiante et sous conditions oxydantes. Des estimations de durées de vie basées sur ces techniques ont permis de proposer une méthodologie vers l'accélération d'essais sur CMC.

Mots-clés : Essais thermo-mécaniques ; Composites à Matrice Céramique ; Auto-cicatrisation ; Suivi d'endommagement ; Résistivité électrique ; Emission acoustique.

Accelerated testing on Ceramic Matrix Composites aimed at aeronautical applications

Abstract

With the aim of an introduction in civil aeronautics, the certification of Ceramic Matrix Composites (CMC) requires to demonstrate the correct behavior of the material during the whole lifetime of the aircraft (about 50000h), in high-temperature oxidizing environments and under the stress levels required by the applications. The goal of this thesis is to identify a methodology to accelerate ageing tests in order to get, in shorter durations, results that are representative of the behavior of the material in standard conditions. The studied composite includes a self-healing matrix which efficiency is linked in a complex way to temperature and humidity. A thorough understanding of degradation mechanisms is therefore required in order to identify relevant accelerating levers. The influence of the selected test parameters (water partial pressure, type of mechanical loading, frequency of cyclic loading, temperature) on the damage kinetics has been analyzed, while checking that the damage mechanisms were not modified. Non destructive monitoring techniques are essential to quantify in real time the damage level of materials under different test conditions: acoustic emission monitoring has been used, and an original method of damage monitoring using electrical resistivity has been developed. Two electromechanical models were proposed, describing the evolution of electrical resistance at room temperature and under oxidizing conditions. Lifetime estimations based on these techniques led to propose a methodology towards accelerated testing on CMCs.

Keywords: Thermomechanical testing; Ceramic Matrix Composites; Self-healing; Damage monitoring; Electrical resistivity; Acoustic emission

Laboratoire des Composites ThermoStructuraux
UMR 5801 CNRS-SAFRAN-CEA-UB
3 allée de la Boétie, 33600 PESSAC