



**HAL**  
open science

# Mécanismes d'endommagement d'un composite à matrice céramique revêtu d'une barrière environnementale sous sollicitations multiphysiques

Ines Hamadouche

## ► To cite this version:

Ines Hamadouche. Mécanismes d'endommagement d'un composite à matrice céramique revêtu d'une barrière environnementale sous sollicitations multiphysiques. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris-Saclay, 2024. Français. NNT : 2024UPAST020 . tel-04592954

**HAL Id: tel-04592954**

**<https://theses.hal.science/tel-04592954>**

Submitted on 29 May 2024

**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.

Mécanismes d'endommagement  
d'un composite à matrice  
céramique revêtu d'une barrière  
environnementale sous  
solllicitations multiphysiques  
*Damage mechanisms of a ceramic matrix composite  
coated with an environmental barrier under  
multiphysical loadings*

**Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay**

École doctorale n° 579 Sciences Mécaniques et Energétiques, Matériaux et  
Géosciences (SMEMaG),  
Spécialité de doctorat : Mécanique des matériaux  
Graduate School : Sciences de l'ingénierie et des systèmes  
Réfèrent : ENS Paris-Saclay

Thèse préparée dans le **Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay** LMPS (Université  
Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS),  
sous la direction de **François HILD**, directeur de recherche CNRS,  
le co-encadrement de **Thibaut ARCHER**, ingénieur de recherche ONERA,  
le co-encadrement de **Pierre BEAUCHÊNE**, ingénieur de recherche ONERA,  
et le co-encadrement de **Thomas VANDELLOS**, ingénieur de recherche SAFRAN Ceramics.

**Thèse soutenue à Paris-Saclay, le 26 mars 2024, par**

**Ines HAMADOUCHE**

**Composition du jury**

Membres du jury avec voix délibérative

<b>Emmanuel BARANGER</b> Directeur de recherche, Univ. Paris-Saclay / Centrale Su- pélec / ENS Paris-Saclay (HDR)	Président
<b>Jonathan CORMIER</b> Maître de conférence, ENSMA (HDR)	Rapporteur et examinateur
<b>Jérôme FAVERGEON</b> Professeur des universités, UTC (HDR)	Rapporteur et examinateur
<b>Pierre VACHER</b> Professeur des universités, Université Savoie Mont Blanc (HDR)	Examinateur





# Remerciements

Cette thèse s'est principalement déroulée à l'ONERA avec une forte collaboration avec le LMPS et SAFRAN Ceramics. Merci à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à sa réussite. Je m'excuse par avance si j'ai oublié de mentionner quelqu'un dans la suite des remerciements.

Tout d'abord, je tiens à remercier l'ensemble des membres du jury. Merci à Emmanuel Barranger d'avoir accepté de présider le jury de thèse, à Jonathan Cormier et Jérôme Favergeon pour leurs rapports minutieux et constructifs ainsi qu'à Pierre Vacher pour sa passionnante prestation à distance. J'ai beaucoup apprécié nos échanges lors de la soutenance.

Ensuite, mes remerciements les plus chaleureux vont à François Hild pour son accompagnement pendant ces trois années. Je le remercie pour sa disponibilité en toute circonstance, pour les discussions et les conseils qu'il a pu me donner et plus globalement pour ce qu'il m'a transmis durant ces trois années. C'était un réel plaisir de travailler avec lui.

Je tiens à remercier Thibaut Archer et Pierre Beauchêne pour leur support au quotidien. J'ai énormément appris d'eux d'un point de vue technique mais aussi humain. C'est grâce à eux que j'ai pu surmonter les difficultés expérimentales afin de produire de beaux essais. Merci pour leur disponibilité, leurs encouragements et pour ce qu'ils m'ont transmis. Cette expérience avec eux m'a fait évoluer et me fait aujourd'hui aborder les choses différemment.

Mes sincères remerciements vont aussi à Thomas Vandellos qui avait à la fois la casquette du tuteur industriel mais aussi celle d'encadrant. Il a su parfaitement concilier les deux, permettant un équilibre entre les objectifs industriels et ceux purement scientifiques. Merci pour les (longues) discussions ainsi que l'aide qu'il a pu m'apporter durant des périodes critiques de la thèse. Je le remercie également pour son écoute, sa présence, ses encouragements ainsi que son hospitalité lors de déplacements à Bordeaux. Il sait à quel point tout cela a

compté pour moi.

Je souhaite également remercier chaleureusement Jean-Michel Roche. Bien qu'il ne faisait pas partie de l'encadrement, il a marqué ces trois années de thèse par sa présence, sa bienveillance, son écoute et ses encouragements du début à la fin de cette expérience.

Je tiens aussi à remercier les collaborateurs à Safran Ceramics avec qui j'ai pu échanger, et particulièrement Eric Bouillon et Simon Arnal pour les discussions riches qu'on pu avoir tout au long de cette thèse.

Ces trois années de thèse m'ont également permis de travailler et d'échanger avec plusieurs personnes que je souhaite remercier ici : je pense à Damien Bautista et Anne Mavel qui m'ont apporté leur aide et leur expertise lors de mes différentes campagnes expérimentales, à Marie-Hélène Ritti qui m'a initiée au MEB, à Théo Guérin à Catherine Rio et à Katia Denis qui ont par la suite pris le relais, je pense également à Xuyang Chang qui m'a beaucoup aidé à exploiter mes belles images pour faire de la stéréo corrélation.

Plus globalement, je remercie tout ceux avec qui j'ai partagé des moments du quotidien durant ces années de thèse et qui resteront dans ma mémoire : je pense à Felipe, Valentin, Georges, Loïc, Kevin, Nathan, Anna-Maria, Antoine, Aurélie, Johan, Florence, Katia, Françoise, Bruno, Yves ...

Une pensée particulière à mes camarades du Workshop, en particulier Lallie et Pierre, hâte de les voir concrétiser à leur tour ces 3 années de dur travail ! Merci pour tous les échanges qu'on a pu avoir ensemble.

Au cours de ces années, j'ai fait la connaissance de plusieurs personnes avec qui j'ai partagé de bons moments et avec qui j'ai noué des relations d'amitié : je pense à Anastasia qui égayait mes journées avec sa spontanéité et ses histoires plus originales les unes que les autres, je pense à Ludo et à nos nombreux débats même s'il était souvent KO, je pense à Achraf et nos loooongues discussions dans mon bureau, à Nina et à nos sessions d'encouragements mutuels, à Lisa et à nos discussions débriefings des news, à Jésus et ses histoires paranormales ...

En dernier, je tiens à remercier évidemment ma famille : mes parents, Abderahman, mes sœurs, mon frère, mes grands parents, Neila ... pour leur présence (malgré la distance qui me séparait de certains) et leur soutien inconditionnel. Cette thèse vous est dédiée ...

En résumé, ces trois années de thèse étaient longues mais à la fois fluides, compliquées mais aussi riches en expérience, avec des hauts et des bas, des réussites et quelques échecs mais finalement une expérience qui m'aura marquée pour toujours. Merci à tout ceux qui ont contribué à en faire une aussi belle expérience!

**Titre :** Mécanismes d'endommagement d'un composite à matrice céramique revêtu d'une barrière environnementale sous sollicitations multiphysiques

**Mots clés :** Barrière environnementale, essais à haute température, comportement thermomécanique, fissuration, oxydation

**Résumé :** Cette étude s'inscrit dans le développement de la prochaine génération de moteurs d'avion. Les composites à matrice céramique (CMC) en SiC/SiC sont aujourd'hui des matériaux prometteurs pour être introduits dans les zones chaudes des turboréacteurs. Néanmoins, l'environnement extrême du moteur implique de protéger le CMC par un revêtement jouant le rôle de barrière environnementale (EBC) contre les espèces oxydantes. Dans ce contexte, cette étude a consisté à caractériser, modéliser et comprendre les mécanismes d'endommagement du système CMC/EBC sous des sollicitations multiphysiques couplées thermique/mécanique et thermique/oxydation représentatives de l'environnement du moteur.

Pour répondre à cette problématique, plusieurs configurations d'essais à haute température (>1200°C) sous gradients thermiques (chauffage laser) couplés à un chargement mécanique (flexion 4 points) ou un environnement oxydant (vapeur d'eau) ont été mises en place. L'analyse de l'instrumentation utilisée (détection de l'endommagement par émission acoustique, mesure de champs thermiques et cinématiques) complétée par des analyses post-mortem au MEB et des simulations éléments finis ont permis d'étudier l'impact des chargements et des états de contraintes sur la fissuration du revêtement. Le couplage entre la fissuration du revêtement et l'oxydation du système a également été investigué.

**Title :** Damage mechanisms of a ceramic matrix composite coated with an environmental barrier under multiphysical loadings

**Keywords :** Environmental Barrier coating, high temperature tests, thermomechanical behavior, cracking, oxidation

**Abstract :** This study is part of the development of the next generation of aircraft engines. Ceramic matrix composites (CMC) made from SiC/SiC are today promising materials for use in aircraft engines hot areas. However, the engine extreme environment requires the CMC to be protected by an environmental barrier coating (EBC) against oxidizing species. In this context, this study consisted in characterizing, modeling and understanding the damage mechanisms of the CMC/EBC system under coupled multiphysical loadings (thermal/mechanical and thermal/oxidation) representative of engine condi-

tions. To address this issue, several test configurations were set up at high temperature (>1200°C) under thermal gradients (laser heating) coupled with mechanical loading (4-point bend test) or an oxidizing environment (steam). Thanks to the instrumentation used (damage detection by acoustic emission, measurement of thermal and kinematic fields), post-mortem SEM analysis and finite element simulations, the impact of loading and stress conditions on the coating cracking were studied. The coupling between coating cracking and system oxidation was also investigated.

## Liste des abréviations, sigles et acronymes

APS	Air Plasma Spraying.
ATG	Analyse thermogravimétrique.
ATLAAS	Advanced techniques for the life Assessment of Aerospace Structures.
BALI	Banc Laser Impulsionnel.
BCC	Brightness and Contrast Corrections.
BLAG	Banc Laser à Gradients.
BLOX	Banc Laser d'Oxydation.
BN	Nitride de Bore.
BSAS	Aluminosilicate de baryum et de strontium.
BSD	Back Scattered Detector.
BSE	Back Scattered Electrons.
CDT	Coefficient de dilatation thermique.
CIN	Corrélation d'Images Numériques.
CIR	Caméra Infrarouge.
CMAS	Calcium-magnésium-alumino-silicates.
CO <sub>2</sub>	Dioxyde de carbone.
CVI	Chemical Vapor Infiltration.
DL	Digital Level.
DSY	Disilicate d'yttrium.
DSYb	Disilicate d'ytterbium.
EA	Emission Acoustique.
EB-PVD	Electron Beam Physical Vapor Deposition.
EBC	Environmental Barrier Coating (barrière environnementale).
EF	Éléments finis.
ERC	Erreur en relation de comportement.
FEG	Field Emission Gun.
FEMU	Finite Element Model Updating.
FOD	Foreign Object Damage.
IR	Infrarouge.
MCV	Méthode des Champs Virtuels.
MEB	Microscope Électronique à Balayage.
MEQ	Méthode de l'écart à l'équilibre.
MER	Méthode de l'écart de Réciprocité.
MI	Melt Infiltration (infiltration liquide).
MSY	Monosilicate d'yttrium.
MSYb	Monosilicate d'ytterbium.
NO <sub>x</sub>	Oxydes d'azote.

O <sub>2</sub>	Dioxygène.
PGD	Proper generalized decomposition.
POD	Proper Orthogonal Decomposition.
RMS	Root mean square.
ROI	Region Of Interest.
SC	StéréoCorrélation.
Si	Silicium.
SiC	Carbure de Silicium.
SPS	Suspension Plasma Spraying.
TBC	Thermal Barrier Coating (barrière thermique).
TGO	Thermally Grown Oxide.
YAG	Grenat d'yttrium et d'aluminium.
YSZ	Zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>État de l'art du comportement des systèmes CMC/EBC sous sollicitations complexes</b>	<b>15</b>
1.1	Spécificités des systèmes CMC/EBC vis-à-vis des systèmes historiques métallique/TBC . . . . .	16
1.1.1	Architecture commune : système multicouche . . . . .	16
1.1.2	Historique de développement des EBC . . . . .	21
1.1.3	Système d'étude . . . . .	23
1.2	Mécanismes d'endommagement des systèmes revêtus . . . . .	24
1.2.1	Mécanismes et endommagements activés sous chargement thermomécanique	25
1.2.2	Dégradations physico-chimiques . . . . .	31
1.3	Essais couplés existants . . . . .	39
1.4	Cadre de l'étude . . . . .	42
<b>2</b>	<b>Mise en place expérimentale, instrumentation et procédures d'analyse d'essais couplés pour la caractérisation du comportement du système CMC/EBC</b>	<b>45</b>
2.1	Couplage entre thermique et mécanique . . . . .	46
2.1.1	Configuration des essais d'identification des propriétés du système CMC/EBC . . . . .	47
2.1.2	Configuration d'essais d'endommagement du système CMC/EBC par fissuration du revêtement . . . . .	51
2.2	Couplage entre thermique et environnement oxydant . . . . .	51
2.2.1	Essais d'oxydation sous air humide à température homogène . . . . .	51
2.2.2	Essais d'oxydation sous air humide et sous gradients thermiques . . . . .	52
2.3	Analyse de l'instrumentation mise en place pour la caractérisation de l'endommagement du système . . . . .	56
2.3.1	Mesure de champs cinématiques par CIN . . . . .	56
2.3.2	Mesure de champs thermiques par caméra infrarouge . . . . .	60
2.3.3	Suivi de l'endommagement par émission acoustique . . . . .	65
2.3.4	Analyse de l'endommagement du système au microscope électronique à balayage	67
2.4	Bilan . . . . .	70
<b>3</b>	<b>Caractérisation du comportement et de l'endommagement d'un CMC revêtu sous chargement thermomécanique</b>	<b>71</b>
3.1	Article : Fracture mechanisms of an environmental barrier coating under thermomechanical loadings . . . . .	72
3.2	Résultats complémentaires . . . . .	97
3.2.1	Cas 1 : compléments sur la sensibilité à la forme du faisceau laser . . . . .	97
3.2.2	Cas 2 : impact du chargement de flexion . . . . .	98
3.3	Influence de la fissuration sur le comportement au cours du second cycle thermomécanique . . . . .	100
3.4	Bilan . . . . .	102
<b>4</b>	<b>Première approche pour l'identification d'une loi de comportement en fluage par méthode FEMU</b>	<b>105</b>
4.1	Synthèse des différentes méthodes d'identification . . . . .	106
4.2	Procédure d'identification par méthode FEMU . . . . .	108
4.3	Modélisation thermomécanique . . . . .	110
4.4	Identification des paramètres de la loi de fluage du revêtement . . . . .	112



4.4.1	Identification avec des mesures cinématiques en monovision . . . . .	112
4.4.2	Identification avec des mesures cinématiques en stéréovision . . . . .	117
4.5	Étude de la sensibilité des contraintes dans le revêtement aux paramètres de la loi de fluage . . . . .	122
4.6	Bilan . . . . .	123
<b>5</b>	<b>Analyse numérique de l'effet du couplage gradients thermiques et chargement mécanique sur la tenue du système CMC/EBC</b>	<b>125</b>
5.1	Analyse numérique des champs de contraintes . . . . .	126
5.1.1	Hypothèses et conditions aux limites du calcul . . . . .	126
5.1.2	Estimation des contraintes résiduelles dans le système . . . . .	127
5.1.3	Évolution de l'état de contraintes dans le système sous chargement thermique seul . . . . .	128
5.1.4	Évolution de l'état de contraintes dans le système sous chargement thermomécanique . . . . .	132
5.1.5	Sensibilité de l'état de contraintes dans le revêtement aux variations des paramètres de la loi de fluage . . . . .	137
5.2	Discussion sur l'effet des paramètres d'essais du chargement thermomécanique et de l'épaisseur du revêtement sur le comportement du système . . . . .	139
5.2.1	Impact du chargement mécanique . . . . .	140
5.2.2	Impact du chargement thermique . . . . .	141
5.2.3	Impact de la durée de refroidissement . . . . .	143
5.2.4	Impact de l'épaisseur du revêtement . . . . .	145
5.3	Influence de la fissuration du revêtement sur le comportement du système . . . . .	147
5.4	Bilan . . . . .	150
<b>6</b>	<b>Premières pistes d'études de la tenue du système CMC/EBC sous gradients thermiques en présence de vapeur d'eau</b>	<b>153</b>
6.1	Croissance de la TGO dans un système CMC/Si/DSY sain sous couplage entre la thermique et l'environnement humide . . . . .	154
6.1.1	En température homogène . . . . .	154
6.1.2	Sous gradients thermiques . . . . .	157
6.2	Impact de l'endommagement du système CMC revêtu sur son oxydation . . . . .	163
6.2.1	En température homogène . . . . .	164
6.2.2	Sous chargement laser centré . . . . .	165
6.2.3	Sous chargement laser décentré . . . . .	169
6.3	Bilan . . . . .	173

# Introduction

## Contexte industriel et scientifique de l'étude

Dans un contexte de développement du trafic aérien, et face à l'urgence du défi climatique qui impose des normes environnementales de plus en plus sévères, un challenge majeur de l'industrie aéronautique est le développement de solutions performantes permettant de réduire l'impact environnemental du trafic aérien. Cela se traduit par la baisse des émissions de CO<sub>2</sub> et de NO<sub>x</sub>. Plusieurs voies d'amélioration sont envisagées, comme un allègement des structures, une réduction de la consommation de carburant ou un gain en performance des moteurs, tout en garantissant la sécurité des appareils et des passagers. Les acteurs de la filière aéronautique doivent donc faire preuve d'une capacité d'innovation importante pour accélérer les cycles de développement. Les derniers programmes des avionneurs (B787 ou A350) et des motoristes (Consortium Safran/General Electric pour le moteur LEAP) ont permis des réductions de masse conséquentes (cela se traduit pour le LEAP par une réduction d'environ 15% de la consommation de carburant et des émissions de CO<sub>2</sub> par rapport à ses prédécesseurs). Cela est en partie lié au développement de solutions utilisant des matériaux plus légers, mais également à l'électrification des systèmes non propulsifs. La propulsion représente maintenant le cœur des progrès à réaliser pour atteindre cet objectif de sobriété énergétique. A court terme, l'amélioration du rendement du moteur reste la voie privilégiée pour réduire la consommation de carburant.

L'évolution des moteurs d'avions s'inscrit donc dans ce contexte. Les températures de fonctionnement ont été progressivement augmentées dans les zones chaudes des turboréacteurs (chambre de combustion, turbine haute pression...). Des évolutions de conception et le développement de nouveaux matériaux ont été réalisés, comme illustré sur la figure 1. Au cours des dernières décennies, les températures de fonctionnement des matériaux utilisés sont passées d'environ 800-900°C à 1200°C. Pour la prochaine génération de moteurs, l'objectif a été fixé à 1300°C puis 1500°C pour les suivantes. Les zones chaudes sont donc l'un des enjeux des prochaines générations de moteur. La nécessité d'une rupture technologique par rapport aux superalliages métalliques actuellement en service (et ayant atteint leur limite d'amélioration) devient donc indispensable et implique des efforts de recherche sur le développement de nouveaux matériaux. Aujourd'hui, les Composites à Matrice Céramique (CMC [1, 2]) sont parmi les matériaux les plus prometteurs du fait de leurs excellentes propriétés mécaniques à haute température, leur faible densité et leur bonne stabilité thermochimique.

Les CMC sont principalement développés pour des applications structurales à haute température comme, par exemple, les anneaux de turbines dans le moteur LEAP (figure 2), ou encore les aubes de turbines, les distributeurs et la chambre de combustion. Ces différentes pièces sont soumises à des environnements thermomécaniques et physico-chimiques très sévères pouvant mener à la dégradation du matériau et à une limitation de la durée de vie des pièces. En effet, dans ces zones, l'environnement du moteur impose :

- d'importants gradients thermiques à la surface et dans l'épaisseur des pièces,
- des sollicitations mécaniques induites par les forces d'inertie, les pressions aérodynamiques et les efforts induits par l'intégration des pièces en CMC dans l'environnement métallique,

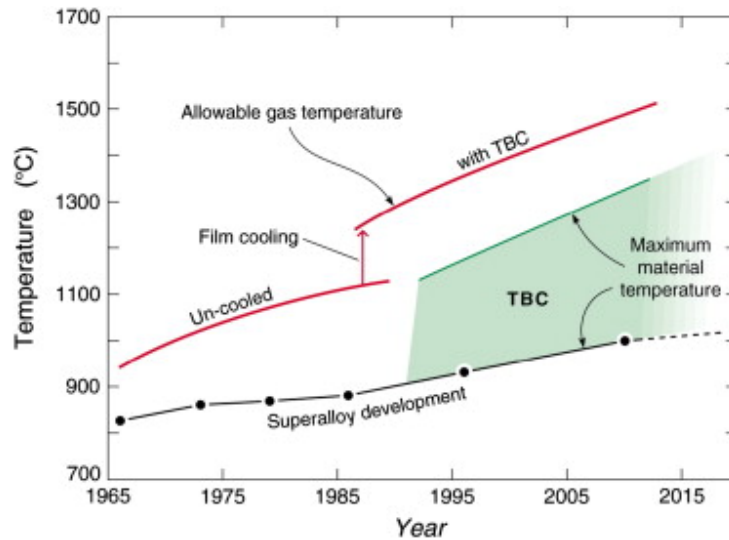


Figure 1 – Historique d'évolution des températures de fonctionnement du moteur d'avion [3].

- une interaction avec des espèces oxydantes et des particules d'oxydes appelées CMAS (Calcium-magnésium-alumino-silicates) transportées par les gaz de combustion à hautes vitesses et pression.

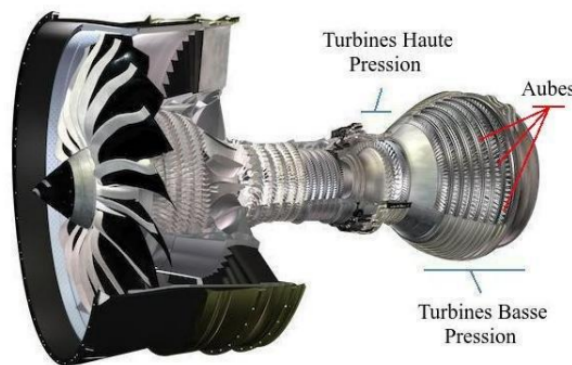


Figure 2 – Moteur LEAP développé par SAFRAN [4].

Dans cet environnement, la durée de vie des pièces doit être de l'ordre de plusieurs dizaines de milliers d'heures sur une large gamme de température allant de 20°C à 1300°C. Or, sans protection et en présence de vapeur d'eau, le CMC est soumis à un phénomène de récession de surface [5] qui entraîne une consommation progressive de la section travaillante [6]. Ce mécanisme, induit par l'environnement extrême du moteur (haute température, haute pression, atmosphère humide, etc), impacte fortement la durée de vie des pièces en CMC. Aussi, pour protéger ce type de matériau composite, les pièces sont revêtues de barrières environnementales en céramique (EBC pour Environmental Barrier Coating [7]). Le rôle de l'EBC est de former une barrière de diffusion contre les espèces oxydantes et corrosives qui doit être étanche tout au long de la durée de vie des pièces. C'est pourquoi il est indispensable de comprendre les mécanismes d'endommagement des CMC en présence de leur revêtement. Pour cela, le projet ATLAAS (Advanced Techniques for the Life Assessment of Aerospace Structures), co-financé par SAFRAN, l'ONERA et la DGAC, a été proposé avec l'objectif de mettre en place des méthodologies de caractérisation et de modélisation du comportement et des mécanismes d'endommagement des systèmes pour la prévision de la durée de vie des pièces aéronautiques. Cette thèse s'inscrivait dans ce projet.

## **Systeme étudié**

Le système considéré dans ces travaux a été mis à disposition par SAFRAN Ceramics. Il s'agit d'un système multicouche avec une ou plusieurs fonctions pour chaque couche. Il est composé d'un substrat en CMC SiC/SiC (carbure de silicium pour les fibres et la matrice) avec une interphase en BN (nitrure de bore).

Au cours de leur développement, les EBC sont passées par plusieurs générations en vue d'améliorer leurs performances et en particulier leur tenue en environnement oxydant. Afin de limiter la dégradation du CMC par l'environnement oxydant et corrosif, l'EBC sélectionnée est à base d'oxydes de terre rare et plus particulièrement de silicates de terre rare (par exemple, le disilicate d'yttrium  $Y_2Si_2O_7$  ou DSY), déposé par projection thermique. Notons que dans la littérature l'épaisseur de l'EBC est généralement comprise entre 50  $\mu m$  à 200  $\mu m$ . Toutefois, dans cette étude, on s'intéressera à un revêtement épais (compris entre 300  $\mu m$  et 1400  $\mu m$ ) dont la composition sera similaire dans toute l'épaisseur. Ces épaisseurs importantes seront étudiées pour favoriser la fonction additionnelle de barrière thermique du revêtement.

Afin d'assurer la compatibilité chimique et mécanique entre ces deux couches, une couche d'accroche en silicium, d'une épaisseur de l'ordre de quelques dizaines de micromètres est ajoutée [8]. Enfin, au cours de l'élaboration, la sous-couche s'oxyde pour former une couche de silice ( $SiO_2$ ). Il s'agit de la TGO (Thermally Grown Oxide) d'une épaisseur de l'ordre du micromètre post-élaboration. Finalement, le système étudié est composé de quatre couches.

Par souci de simplification, nous parlerons dans le reste du manuscrit d'EBC à la place de revêtement (même si son épaisseur est bien supérieure au standard de la littérature).

## **Problématique et démarche scientifique**

Durant son exploitation en service, le système CMC/EBC subit plusieurs types d'endommagement simultanément et en interaction entre eux. La compréhension de ces mécanismes d'endommagement est cruciale pour le développement des pièces de turbines en CMC, leur justification et leur certification. Parmi les difficultés associées à cette compréhension, la caractérisation à l'échelle du matériau du comportement sous sollicitations multiphysiques, représentatives des conditions d'utilisation du moteur, présente de nombreux verrous scientifiques.

Dans ce contexte, cette thèse a pour objectif de caractériser le comportement du système sous sollicitations couplées afin de mettre en évidence les conditions pouvant impacter la durée de vie d'une pièce en CMC revêtu. Les sollicitations peuvent être d'origine thermique, mécanique et/ou physico-chimique. Il s'agit ainsi, d'une part, de mettre en place plusieurs essais à haute température (environ 1300°C) pour caractériser le comportement du système sous chargement thermique/mécanique et thermique/environnemental, et d'établir les modes de dégradations possibles selon les conditions d'essais. Une attention particulière est portée sur la mise en place de l'instrumentation des essais, utilisables dans ces conditions extrêmes, basées sur des méthodes optiques ou acoustiques. D'autre part, des simulations thermomécaniques sont proposées pour comprendre les mécanismes observés. Enfin ces différents résultats sont utilisés pour étudier les couplages entre les différents types de sollicitations et leurs impacts sur la tenue du système.

Dans le chapitre 1, les différences entre les systèmes métalliques et céramiques revêtus sont abordées afin de mettre en évidence les spécificités des EBC par rapport aux barrières thermiques en céramique (TBC), dont l'historique et le retour d'expérience sont plus importants. Par la suite, les mécanismes d'endommagement rencontrés sous chargements thermomécaniques et physicochimiques dans le cas des systèmes revêtus sont décrits soulignant la nécessité d'approfondir la compréhension de certains d'entre eux dans le cas du système étudié. Dans ce but, les bancs existants permettant de mener des essais couplés pour se rapprocher au mieux de l'environnement moteur sont rappelés. Enfin le cadre de cette étude et son apport vis-à-vis de la littérature est détaillé.

Le chapitre 2 permet de présenter la mise en place expérimentale choisie pour caractériser le comportement du système. D'une part, des essais thermomécaniques dans une configuration de flexion 4 points en présence de gradients thermiques (laser) sont présentés et d'autre part des essais à température homogène et sous gradients thermiques couplés à un environnement oxydant sont décrits. L'instrumentation adaptée aux hautes températures et les procédures d'analyse des essais pour la caractérisation du comportement sont détaillées.

Le chapitre 3 se focalise sur l'analyse expérimentale des essais menés sous chargement thermomécanique afin d'investiguer l'impact des paramètres de chargement (tels que le niveau de chargement mécanique, le niveau de chargement thermique, la durée de refroidissement) et de géométrie (à travers la variation de l'épaisseur du revêtement) sur la fissuration du système. Dans un second temps, le comportement d'un système préalablement fissuré est analysé au cours d'un chargement thermomécanique.

Dans le chapitre 4, on s'intéressera à la mise en place d'une méthodologie pour l'identification des paramètres d'une loi décrivant le comportement en fluage du revêtement sous chargement thermomécanique, à l'aide des mesures cinématiques effectuées au cours des essais.

Le chapitre 5 décrit les modèles éléments finis mis en œuvre permettant de reproduire les essais réalisés, ainsi que les résultats des simulations dans le but d'expliquer les mécanismes de fissuration observés dans le chapitre 3 et l'impact de chacun des paramètres investigués expérimentalement.

Après avoir caractérisé les mécanismes d'endommagement du revêtement sous chargement thermomécanique, le chapitre 6 s'intéresse à l'effet de l'environnement en présence de gradients thermiques sur la dégradation du système. Cette investigation a été menée dans le cas de systèmes sains et dans le cas de systèmes préalablement endommagés par chargement thermomécanique (couplage faible entre thermique/mécanique/environnement).

Notons que dans l'ensemble du manuscrit, la notion de couplage fort indiquera que les sollicitations sont faites de façon simultanée.

# Chapitre 1 - État de l'art du comportement des systèmes CMC/EBC sous sollicitations complexes

Ce chapitre porte sur l'état de l'art du comportement des systèmes CMC/EBC sous sollicitations complexes couplant des chargements thermique/mécanique et/ou un environnement oxydant. La première partie décrit les spécificités des systèmes CMC revêtus d'une barrière environnementale par rapport aux systèmes métalliques revêtus d'une barrière thermique. Les différentes générations d'EBC sont présentées et le système d'étude sera décrit. Dans un second temps, l'accent est mis sur les mécanismes d'endommagement pouvant affecter les systèmes revêtus, dont le substrat peut être métallique ou céramique. Pour cela, une comparaison avec les systèmes revêtus d'une barrière thermique est proposée dans le but de profiter de l'expérience établie sur la caractérisation des mécanismes d'endommagement. Ainsi, les principaux essais couplés existants et permettant d'étudier ces mécanismes d'endommagement sont présentés. Enfin, la dernière partie replace le cadre de ces travaux et les choix faits vis-à-vis de la littérature pour caractériser la dégradation du système CMC/EBC sous sollicitations complexes.

## Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Spécificités des systèmes CMC/EBC vis-à-vis des systèmes historiques métallique/TBC . . . . .</b>	<b>16</b>
1.1.1	Architecture commune : système multicouche . . . . .	16
1.1.2	Historique de développement des EBC . . . . .	21
1.1.3	Système d'étude . . . . .	23
<b>1.2</b>	<b>Mécanismes d'endommagement des systèmes revêtus . . .</b>	<b>24</b>
1.2.1	Mécanismes et endommagements activés sous chargement thermomécanique . . . . .	25
1.2.2	Dégradations physico-chimiques . . . . .	31
<b>1.3</b>	<b>Essais couplés existants . . . . .</b>	<b>39</b>
<b>1.4</b>	<b>Cadre de l'étude . . . . .</b>	<b>42</b>

---

## 1.1 Spécificités des systèmes CMC/EBC vis-à-vis des systèmes historiques métallique/TBC

L'environnement des turboréacteurs étant extrême, de nombreuses pièces des étages de turbines sont protégées par un revêtement pouvant intégrer plusieurs fonctions (couche de protection à l'environnement, couche de barrière thermique, couche de protection anti-CMAS, ...). On distinguera alors deux principales familles de matériaux thermostructuraux utilisées pour ces applications : les systèmes métalliques (généralement en superalliage base Nickel) et les systèmes composites à matrice céramique (par exemple les CMC SiC/SiC). Les deux requièrent l'ajout d'un revêtement pour augmenter la durée de vie des pièces. Dans cette partie, on mettra en avant les spécificités des systèmes céramiques par rapport aux systèmes métalliques historiquement utilisés.

### 1.1.1 Architecture commune : système multicouche

#### Systemes métalliques : protection de la pièce contre la température

L'augmentation du rendement des moteurs d'avion repose en partie sur celle des températures de fonctionnement des pièces [9]. Pour atteindre ce gain [10], les barrières thermiques (ou TBC pour Thermal Barrier Coating) ont été développées il y a une trentaine d'années et sont aujourd'hui largement utilisées sur des pièces métalliques (aubes de turbine, distributeurs et une partie de chambre de combustion) placées au niveau des zones haute température et haute pression des turboréacteurs [11, 12, 13] (figure 1.1(a)). Leur rôle est de réduire la température de surface de ces pièces et de rallonger leur durée de vie [14, 15] sous ces conditions extrêmes. Plus particulièrement, les barrières thermiques limitent la conduction de la chaleur à cœur du matériau (avec une conductivité thermique très faible ; de l'ordre de  $1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) ce qui permet de réduire la température à la surface de la pièce. Dans le cas de substrats en superalliage base nickel, le matériau de référence pour le choix de la TBC est la zircone yttrée déposée par EB-PVD (Electron Beam Physical Vapor Deposition) ou par projection plasma. La figure 1.1(b) présente un exemple d'une pièce, ici une aube de turbine, revêtue d'une TBC. L'aube possède un canal de refroidissement en plus de la couche de céramique dont l'objectif est de réduire la température de surface de l'alliage métallique en l'isolant des gaz chauds.

Ainsi, pour remplir pleinement son rôle de barrière thermique, la TBC doit répondre aux critères suivants [16] :

- une faible conductivité thermique afin de maximiser les capacités d'isolation thermique,
- une bonne stabilité thermique et chimique jusqu'aux températures d'utilisation,
- une bonne compatibilité thermique et chimique par rapport aux différentes couches du système.

Les systèmes actuels comportant une barrière thermique sont constitués de plusieurs couches, avec une fonction spécifique pour chaque couche :

- la première couche est le substrat pour sa propriété thermostructurale. Généralement, les matériaux métalliques revêtus sont des superalliages base Nickel ou cobalt,
- par dessus le substrat, une couche d'accroche (sous-couche ou couche de liaison, bond



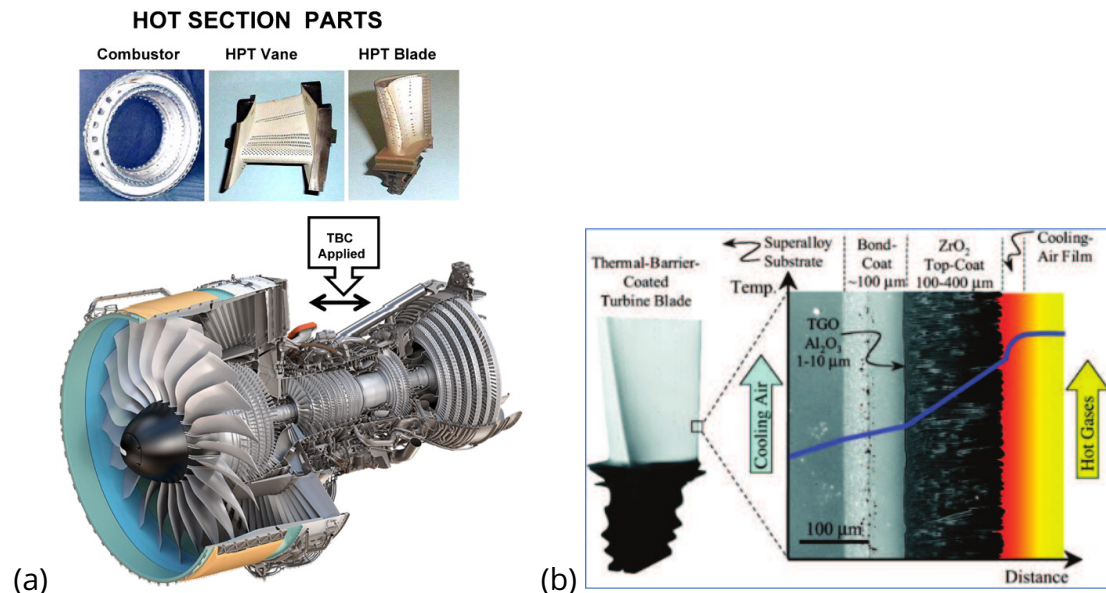


Figure 1.1 – (a) Exemple de pièces d'application des TBC [17]. (b) Aube de turbine revêtue d'une TBC [18]. Observation des différentes couches qui se superposent sur le substrat.

coat en anglais) est déposée. Elle est généralement composée d'un alliage de NiCrAlY ou NiCoCrAlY ou d'un alliage de type Ni(Pt)Al et offre un mécanisme de liaison entre le revêtement, qui est généralement en céramique, et le substrat. Son rôle est de permettre de résister à l'oxydation [19, 20, 16] afin de protéger le substrat de toute dégradation environnementale,

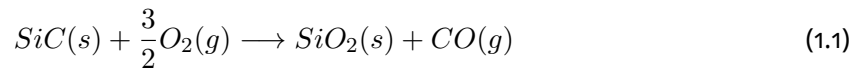
- une couche de TGO (Thermally Grown Oxide) qui constitue une barrière pour la diffusion de l'oxygène et permet de réduire l'oxydation en résultant [21],
- la dernière couche est le revêtement (top coat) en céramique qui assure l'isolation thermique [18, 17].

### **Systemes céramique : protection de la pièce contre l'environnement oxydant**

L'introduction et l'amélioration des TBC et des mécanismes de refroidissement ont permis aux motoristes d'augmenter les températures d'entrée des gaz jusqu'à 1500°C [2]. Cela a mené à une amélioration de l'efficacité thermique, une augmentation du rapport poussée/poids et une réduction des émissions de sous-produits nocifs. Cependant, cette stratégie s'approche de la limite intrinsèque imposée par le point de fusion des superalliages à base de nickel. Ainsi, de nouvelles stratégies sont nécessaires pour augmenter encore les températures de fonctionnement des pièces. Les composites à matrice céramique SiC/SiC sont les matériaux les plus prometteurs pour remplir ce rôle. Comparés aux superalliages à base nickel, les CMC offrent un gain en masse, une température de service plus élevée et une résistance supérieure à haute température (figure 1.2). D'une part, les fibres supportent les sollicitations mécaniques jusqu'à rupture du CMC. D'autre part, la matrice protège les fibres de l'environnement tout en transférant les charges aux fibres lorsqu'une sollicitation mécanique est en jeu. Entre les deux, une interphase, recouvre les fibres et joue le rôle de fusible mécanique tout en assurant au composite un comportement mécanique non-linéaire endommageable.



Les CMC SiC/SiC ont démontré leur résistance à la rupture pour les températures visées (figure 1.2). Cependant, leur utilisation pour des pièces de turbines soumises à des gaz corrosifs à haute pression requiert une tenue du matériau en environnement oxydant. Sous air sec, les CMC SiC/SiC présentent une excellente résistance à l'oxydation. En effet, le SiC réagit avec le dioxygène suivant la réaction



Cette réaction mène à la formation d'une couche de silice ( $\text{SiO}_2$ ). Cette couche est dite passivante sous air sec puisqu'elle est protectrice vis-à-vis de l'oxydation du SiC sous  $\text{O}_2$ .

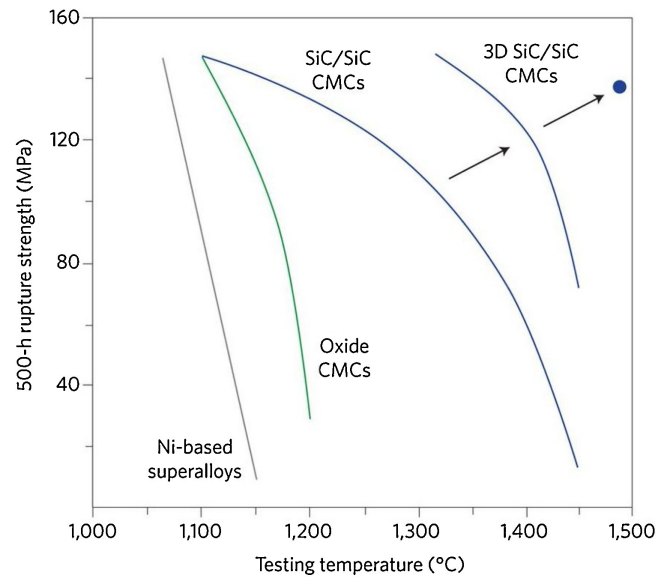
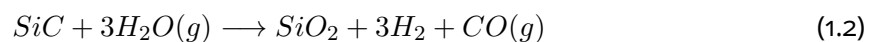
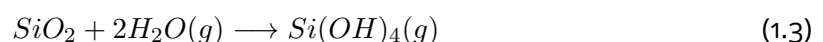


Figure 1.2 – Résistance à la rupture en fonction de la température, après 500 h d'exposition, pour plusieurs matériaux dont les CMC SiC/SiC [2].

Cependant, des études [22, 23, 6] soulignent la vulnérabilité des CMC à base de carbure de silicium lorsqu'ils sont placés à haute température dans un environnement riche en  $\text{H}_2\text{O}$  (qui représente quasiment 10% du contenu des produits de combustion [24]). Dans ces conditions, le carbure de silicium réagit avec la vapeur d'eau pour former de la silice (par oxydation)



A son tour, la silice formée réagit avec la vapeur d'eau en formant des espèces volatiles, en particulier sous forme d'hydroxydes  $\text{Si}(\text{OH})_4$ , (volatilisation) suivant la réaction



La figure 1.3 montre, pour plusieurs durées d'exposition (0 h, 1500 h et 2500 h) à la vapeur d'eau à une température homogène de  $1200^\circ\text{C}$ , l'évolution d'un système SiC/BN/SiC. La formation d'une couche volatile de silice traduit la dégradation du composite. Cela mène à un phénomène de récession de surface rapide dont la vitesse est principalement contrôlée par la volatilisation de la silice plutôt que par son oxydation [24, 25].

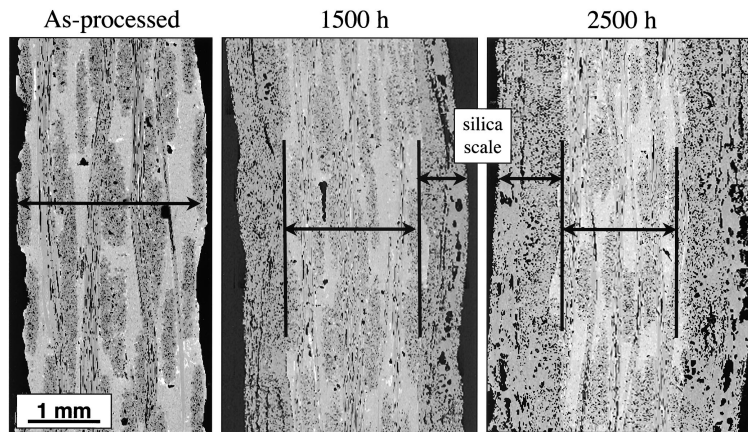


Figure 1.3 – Micrographie MEB d'un système SiC/BN/SiC après exposition à une température de 1200°C en présence de H<sub>2</sub>O, montrant le phénomène de récession de surface [6].

La durée de vie des pièces en CMC SiC/SiC étant fortement réduite en présence de vapeur d'eau, il est indispensable de les protéger par un revêtement en céramique dont l'objectif est de protéger le substrat de l'oxydation en réduisant la volatilisation de la silice. Le revêtement en céramique joue alors le rôle de barrière environnementale (ou EBC), formant une barrière de diffusion face aux espèces oxydantes/corrosives de l'environnement moteur.

Les systèmes actuels comportant une barrière environnementale sont constitués de plusieurs couches qui sont présentées sur la figure 1.4, chaque couche ayant une fonction particulière :

- la première couche est le substrat en CMC.
- Au dessus du substrat, une couche d'accroche (bond coat) en silicium est déposée afin d'assurer la compatibilité chimique et mécanique entre le CMC et la barrière environnementale. Cette couche est consommée par les espèces oxydantes à la place du CMC ce qui empêche l'oxydation de ce dernier à l'issue de l'élaboration. Le silicium présente l'avantage de ne pas former d'espèces gazeuses au cours de son oxydation et d'avoir un coefficient de dilatation thermique proche de celui du substrat.
- Lors de l'élaboration de la couche supérieure, l'oxydation de la couche d'accroche sous air mène à la formation d'une couche d'oxyde (TGO) qui croît en présence d'espèces oxydantes à haute température.
- Enfin, la couche supérieure (top coat) est constituée d'une couche ou plusieurs couches de revêtement (en silicate de terre rare pour la deuxième génération [7]) dont le rôle est de protéger le CMC de la volatilisation en plus de constituer une barrière de diffusion des espèces oxydantes.

Afin de protéger correctement le CMC de l'environnement corrosif des moteurs d'avion, l'EBC doit répondre à plusieurs critères [27, 28, 7]

- l'adhérence sur le substrat. Elle est liée, d'une part, à la compatibilité thermomécanique. Ainsi, il est nécessaire de choisir les matériaux avec une faible différence de coefficient de dilatation thermique (CDT)(que ce soit initialement ou après vieillissement). Cela permet d'éviter de fortes contraintes mécaniques à l'interface pouvant entraîner



Figure 1.4 – Système multicouche avec EBC, dénomination et rôle de chaque couche [26].

l'amorçage de la fissuration. L'adhérence est liée d'autre part à une compatibilité chimique : en d'autres termes la réaction entre les deux matériaux aboutissant à une troisième phase. Cependant, il convient d'éviter la formation d'une phase au volume molaire différent ou une phase gazeuse et une porosité le long des interfaces. En effet, cela peut mener à un écaillage du revêtement.

- la stabilité chimique et thermique du revêtement afin de garantir la protection du substrat sur une gamme de température variant de 1000°C à 1600°C et une gamme de pression allant de 100 kPa à 3 MPa, tout en résistant à la fissuration lors de cyclage thermique (éviter les changements de phase qui induisent des variations volumiques),
- une faible perméabilité aux espèces oxydantes afin de limiter leur diffusion vers le substrat et une faible volatilité afin de résister aux environnements agressifs,
- une résistance à l'érosion et à l'infiltration des CMAS.

L'ensemble de ces critères d'efficacité a pour but d'éviter/retarder l'écaillage du revêtement qui conduit à la ruine du système.

### Procédés d'élaboration des EBC/TBC

Un point important concernant les revêtements est le procédé de fabrication. En effet, ce dernier est un des facteurs pouvant piloter la durée de vie du revêtement de par la microstructure induite. Les procédés d'élaboration utilisés pour les deux systèmes diffèrent. Les EBC sont principalement élaborées par projection thermique. Pour ce procédé d'élaboration, les particules sous forme de poudre sont projetées à haute température et à haute vitesse pour s'écraser sur le substrat. Cela induit une microstructure lamellaire sous forme d'empilement de "splats" accompagnée de rugosités interfaciales favorisant l'accroche mécanique [29]. Cette microstructure est particulièrement recherchée dans le cas des EBC puisque la barrière doit permettre d'éviter l'accès des espèces oxydantes à la sous-couche d'accroche. De plus, ce type de dépôt présente plusieurs avantages : une faible conductivité thermique et un faible coût de production. Enfin, le choix du constituant de l'EBC s'appuie en partie sur un coefficient de dilatation thermique proche de celui du CMC ce qui permet de réduire les contraintes résiduelles et de ce fait la fissuration du revêtement pour cette microstructure lamellaire.

Dans le cas des TBC, les premiers revêtements ont été élaborés par projection thermique sur substrat métallique, puis par dépôt physique en phase vapeur par faisceau d'électrons (EB-PVD) [29] ou plus récemment par projection plasma de suspension (SPS pour Suspension

Plasma Spraying) [30]. La microstructure qui est induite par le procédé EB-PVD est de morphologie colonnaire comme présentée sur la figure 1.5. En plus d'être un procédé coûteux, le dépôt par EB-PVD est évité dans le cas des EBC puisque les colonnes formées constituent des chemins de diffusion d'espèces oxydantes jusqu'à la couche d'accroche ce qui mène à une dégradation du système. Notons que dans le cas des TBC, une différence entre les coefficients de dilatation thermique du revêtement et du substrat peut être présente sans engendrer de fissuration. En effet, de par la microstructure colonnaire, les différences de coefficients de dilatation entre les constituants peuvent être accommodées sans entraîner un écaillage.

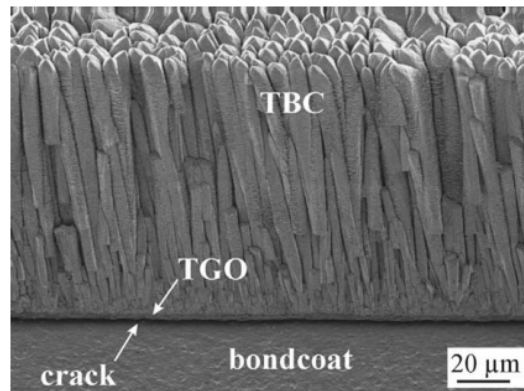


Figure 1.5 – Barrière thermique, en zircone yttrée, élaborée par EB-PVD présentant une microstructure colonnaire [31].

Cette première partie a permis de présenter les deux types de systèmes (métallique/céramique revêtus) afin de souligner les spécificités du système CMC/EBC en termes de microstructure par rapport au système utilisé historiquement. Finalement, ces deux systèmes sont constitués d'une architecture commune : il s'agit d'un système multicouche substrat - couche d'accroche - TGO - revêtement. Plusieurs spécificités propres au système CMC/EBC peuvent cependant être citées : (1) le CMC subit un mécanisme de récession de surface qui impose de le protéger par une barrière environnementale. (2) Le système CMC/EBC ne présente pas, par exemple, de zones d'interdiffusion entre le substrat et la sous-couche contrairement au système métal/TBC. (3) La composition et l'épaisseur totale de l'EBC et de la TBC peuvent varier en fonction du type de composant et des exigences de durée de vie du revêtement. (4) En fonction des matériaux sélectionnés et du procédé d'élaboration choisi, les propriétés de chaque système et ses limites diffèrent. Dans le cas des barrières environnementales, la fonction recherchée implique de choisir une microstructure de type lamellaire et un coefficient de dilatation thermique proche de celui du CMC.

### 1.1.2 Historique de développement des EBC

Le caractère multiphysique de la durée de vie des EBC a fait de cette problématique un axe de recherche important au cours des dernières années. Les conditions environnementales sévères et l'augmentation souhaitée des températures de fonctionnement ( $>1300^{\circ}\text{C}$ ) ont dicté les évolutions successives de la composition et de l'architecture d'une EBC sur CMC. Au cours de leur développement, les EBC sont donc passées par plusieurs générations en vue d'améliorer leurs performances et en particulier leur tenue en environnement humide. La figure 1.6 présente les générations successives de barrières environnementales.

On distinguera trois grandes classes de barrières environnementales développées au cours

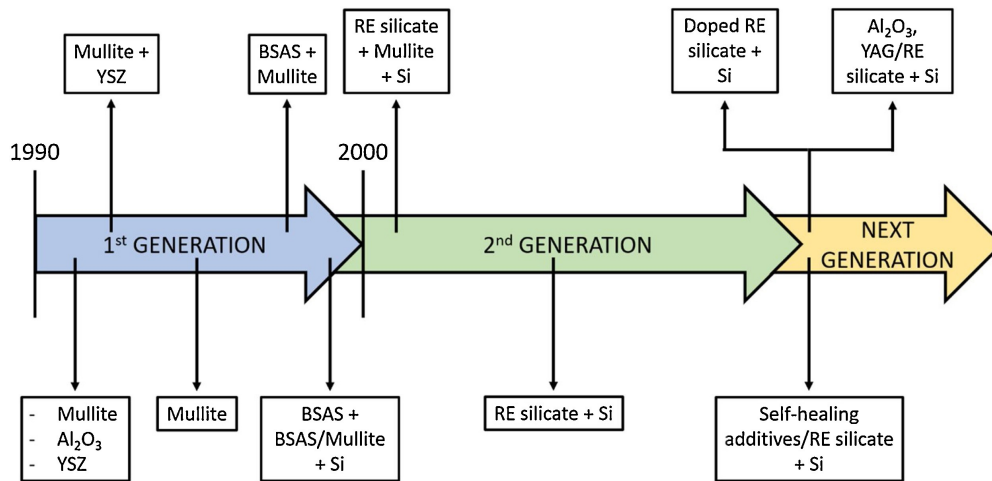


Figure 1.6 – Chronologie de l'évolution de la conception des EBC [7].

des trente dernières années.

### EBC à base de mullite / zircone yttrée stabilisée

Suite aux problématiques de fissuration dues aux différences entre les coefficients de dilatation thermique des différents constituants des TBC, les premières barrières environnementales ont été sélectionnées à base de mullite (silicate d'alumine) ( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) pour sa compatibilité thermomécanique avec le SiC (faible CDT) et sa compatibilité chimique avec la sous-couche en silicium.

Dans les années 90, deux procédés ont été testés pour élaborer une EBC riche en mullite : un procédé par voie barbotine [32] et un dépôt par projection plasma [34]. Dans les deux cas, une limite majeure est apparue, liée à la stabilité de la mullite : une fissuration à haute température sous environnement corrosif [35] due à la quantité non négligeable de phase amorphe (induite par un refroidissement rapide après dépôt). Ainsi, lorsque la mullite est exposée à des températures supérieures à 1000°C, la phase amorphe cristallise et induit un rétrécissement volumique. Ce rétrécissement entraîne une fissuration, voire un délaminage du revêtement. Une modification du revêtement en mullite a donc été mise au point par la NASA en procédant à un dépôt tout en maintenant le substrat à une température supérieure à la température de cristallisation de la mullite. Cela permet alors d'obtenir une mullite partiellement cristallisée et donc une meilleure adhérence entre le revêtement et le substrat. Une plus grande résistance à la fissuration est donc assurée.

Cependant, il a été observé suite à une exposition à un environnement de combustion, que la silice contenue dans la mullite se volatilise. Cela conduit à une récession et produit une couche poreuse d'alumine qui s'écaille rapidement [27]. Un dépôt de zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium (YSZ) a donc été ajouté (déjà utilisé dans le cas des TBC). Ce revêtement bi-couche assure alors une protection efficace durant quelques centaines d'heures à 1300°C. Au-delà, et en particulier sous cyclage thermique, la vapeur d'eau pénètre dans les fissures du revêtement (induites par la différence entre le coefficient de dilatation thermique de la couche en YSZ et celui de la mullite) causant à terme la ruine de l'EBC.

### EBC à base de mullite et BSAS

Une seconde génération d'EBC a par la suite été mise au point, composée de trois couches. La couche surfacique a finalement été remplacée par un revêtement d'aluminosilicate de ba-

ryum et de strontium (BSAS) qui présente une meilleure résistance à la fissuration du fait d'un faible CDT [36] et sert de barrière anti corrosion. La couche intermédiaire est constituée de mullite et sert de barrière chimique, et la dernière (nouvellement introduite) est une couche d'accroche en silicium pour améliorer la liaison entre le composite et la mullite. Ces trois couches sont déposées par projection plasma. Lee et son équipe ont finalement souligné un problème de durabilité avec ce système [36]. Lors d'une exposition à une température supérieure à 1200°C, la mullite se fissure et entraîne une oxydation de la couche de silicium, une volatilisation de la silice et par la suite un délaminage du revêtement. Cette couche a donc été remplacée par de la mullite+BSAS, permettant de réduire la fissuration de la mullite [36]. L'introduction de cette EBC modifiée a permis d'augmenter significativement la durée de vie du système (jusqu'à 24000 h à une température maximale de 1250°C sans ruine). Pour de plus hautes températures, les durées de vie sont cependant réduites pour deux raisons : d'une part la volatilisation et donc la récession de la couche de BSAS, et, d'autre part, la formation à bas point de fusion de verre à cause de la réaction entre le BSAS et la silice. Cela cause alors une ruine prématurée de l'EBC pour une température supérieure 1300°C.

### EBC à base de silicate de terres rares

Pour la génération d'EBC suivante, les silicates de terres rares,  $X_2SiO_5(s)$  (monosilicate de terres rares) et  $X_2Si_2O_7(s)$  (disilicate de terres rares), avec  $X=Lu, Y, Yb...$  etc, ont été sélectionnés. Ce choix était motivé par leur stabilité thermochimique renforcée en atmosphère oxydante à des températures supérieures à 1300°C [8, 5, 37, 38, 33]. En particulier, Richards et son équipe se sont intéressés à la volatilité de plusieurs systèmes de protection pour des températures variant de 1300°C à 1500°C [39]. A la température la plus élevée, en présence de 50% de vapeur d'eau sous 1 atm de pression totale, il a été observé une perte de masse moins importante dans le cas de silicates de terres rares par comparaison avec les générations d'EBC à base de BSAS (figure 1.7).

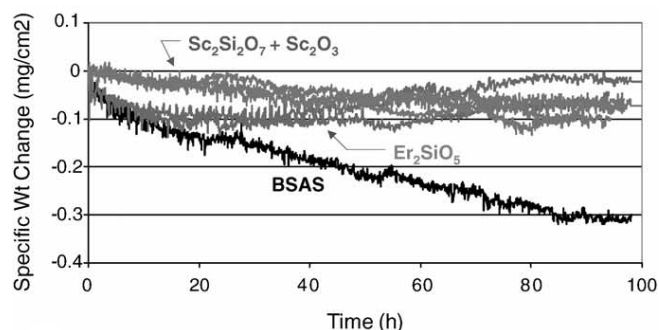


Figure 1.7 – Comparaison de la volatilité de différents composants d'EBC, à une température de 1500°C, à 50% de  $H_2O$  et 1 atm de pression totale [39].

Notons que les mécanismes d'endommagement motivant le passage d'une génération d'EBC à la suivante seront décrits dans la partie la partie 1.2.

### 1.1.3 Système d'étude

Dans le cadre de ces travaux, une barrière environnementale en silicates de terre rare a été considérée. En particulier, le revêtement proposé par SAFRAN Ceramics pour cette étude est constitué de disilicate d'yttrium ( $Y_2Si_2O_7$ ). Ce matériau présente plusieurs avantages : un coefficient de dilatation thermique proche de celui du SiC (ce qui limite les problématiques de fissuration et de délaminage du revêtement), une faible constante de perméabilité à l'oxygène, un faible taux de volatilisation, un point de fusion élevé et une faible conductivité thermique. Cela en fait un très bon candidat pour la fonction de protection du CMC [27, 8, 37]. Il



est déposé par projection thermique. Contrairement à un dépôt par voie liquide, ce procédé de fabrication implique un dépôt partiellement amorphe. De ce fait, une étape de traitement thermique est réalisée pour cristalliser le revêtement et le fritter [37].

Le CMC considéré dans ces travaux est constitué d'une préforme fibreuse de type Hi-Nicalon S, tissée 3D, sur laquelle un dépôt fin de BN (nitrure de bore) est ajouté pour remplir le rôle d'interphase (fusible mécanique). Une fine couche de SiC (carbure de silicium) est déposée par CVI (Chemical Vapor Infiltration) pour consolider l'ensemble. La matrice est complétée par imprégnation d'un métal liquide (MI pour Melt Infiltration).

Notons que les propriétés des CMC et des EBC diffèrent dans la littérature, en fonction des constituants et de la méthode d'élaboration choisis. Dans ces travaux, le coefficient de dilatation thermique de l'EBC est inférieur à celui du CMC. L'épaisseur du substrat est de l'ordre de quelques millimètres. La couche d'accroche est constituée de silicium et déposée par projection thermique. Son épaisseur est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres. A l'interface entre couche d'accroche et EBC, une couche d'oxyde se forme. Il s'agit de la TGO qui présente une épaisseur de l'ordre du micromètre post-élaboration. Enfin, même si la fonction du revêtement diffère sur un substrat céramique ou métallique, ces derniers présentent de nombreux mécanismes d'endommagement similaires et certains plus spécifiques à chaque système. Ainsi la partie suivante aborde les mécanismes de dégradation mis en jeu pour le système d'intérêt (CMC/EBC) et permet de les compléter et comparer avec ceux rencontrés dans le cas des systèmes revêtus de TBC.

## **1.2 Mécanismes d'endommagement des systèmes revêtus**

Afin de protéger le CMC de l'environnement oxydant, l'EBC doit conserver l'intégrité de son rôle de barrière de diffusion au cours de toute la durée de vie de la pièce en fonctionnement. L'environnement moteur étant extrême, les sollicitations de nature thermique, mécanique et physico-chimique peuvent engendrer des endommagements critiques pour la durée de vie du revêtement et donc du système. Dans cette partie, on s'intéressera en particulier aux mécanismes d'endommagement rencontrés dans le cas des barrières environnementales qu'on complètera et comparera, si nécessaire, avec ceux des TBC dont le retour d'expérience est plus important.

Dans le cas des systèmes actuels de barrières environnementales à base de silicates de terres rares, plusieurs sources de dégradations ont été identifiées [41] et sont résumées en figure 1.8. Dans ce qui suit, le choix est fait de distinguer les sources de dégradation en deux catégories : l'endommagement par chargement thermique et thermomécanique et les dégradations induites par réactions physico-chimiques. Notons que de manière générale, des travaux définissent la ruine de l'EBC comme étant un écaillage (décohésion) de la barrière induit par la coalescence et la propagation de fissure(s) pendant les cycles vécus par les pièces. Dans ces travaux, certains mécanismes ne sont pas étudiés. Ils sont cependant présentés dans cette partie de façon informative dans le but de donner une vue exhaustive des mécanismes d'endommagement pilotant la durée de vie du système, sans pour autant alimenter l'état de l'art pour l'étude menée par la suite.

### **1.2.1 Mécanismes et endommagements activés sous chargement thermomé-**

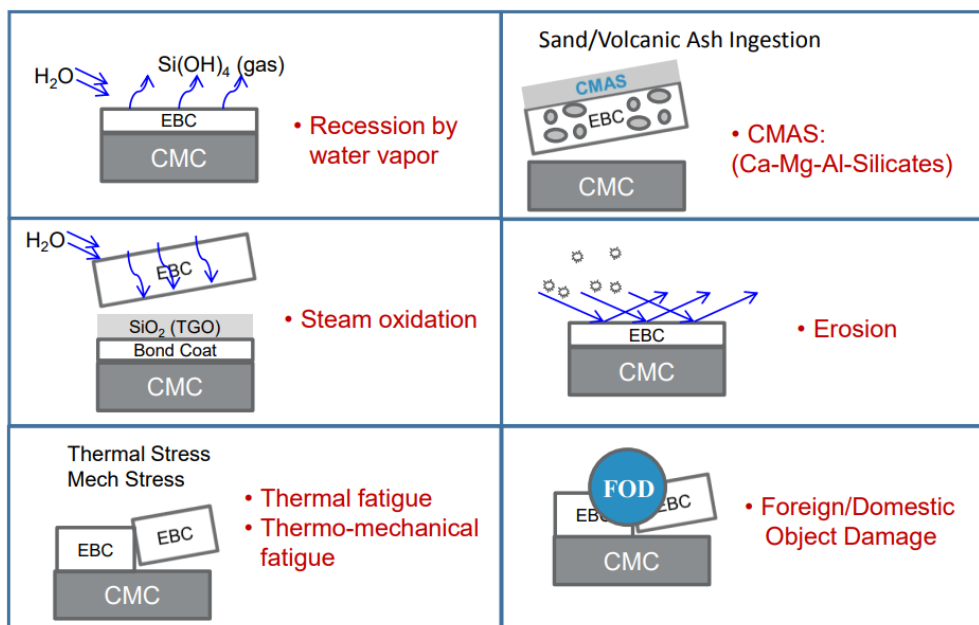


Figure 1.8 – Mécanismes d'endommagement menant à la ruine de l'EBC [41].

### canique

Les chargements thermiques et thermomécaniques que subissent les systèmes peuvent engendrer plusieurs types de mécanismes qui seront décrits dans cette partie.

### Contraintes aux interfaces et écaillage du revêtement

Les contraintes thermomécaniques font partie des mécanismes majeurs menant à la ruine d'un système revêtu d'une TBC, si ce n'est le mécanisme majeur de ruine [42]. Plusieurs causes sont à l'origine des contraintes développées dans le système : on peut citer à titre d'exemple les contractions rapides des splats issues du dépôt par projection thermique, les changements de phases et, la cause la plus récurrente, les différences entre les CDT des couches composant le revêtement [43]. Ce dernier point est particulièrement critique. Les coefficients de dilatation thermique des composants du système TBC sont différents, ce qui entraîne une augmentation des contraintes de traction et de compression des différentes couches lors de la chauffe ou du refroidissement. En ajoutant à cela l'oxydation continue de la sous-couche d'accroche menant à la croissance de TGO, une augmentation des contraintes dans la couche de TGO et dans toutes les couches du revêtement en résulte. Padture et son équipe ont souligné que les contraintes dans la TBC sont affectées par la rugosité de la surface de la couche de liaison, la croissance de la TGO ainsi que les contraintes dues aux différents CDT [18].

De nombreuses études de modélisation par éléments finis [44] et expérimentales [45, 43] ont porté sur l'estimation des contraintes résiduelles dans les TBC et ont permis de mettre en évidence 3 composantes, en particulier dans le cas de TBC élaborées par APS (Air Plasma Spray). Il s'agit de la contrainte due aux transformations de phase (qui semble négligeable par comparaison aux deux autres contraintes [43]), de la contrainte induite par la trempe et de la contrainte de désadaptation thermique induite par la dilatation thermique différentielle des constituants.

La contrainte induite par la trempe se traduit par [43]



$$\sigma_q = \alpha_r \Delta T E_r \quad (1.4)$$

avec  $\Delta T$  la différence entre les températures de fusion du revêtement et du substrat,  $\alpha_r$  le coefficient de dilatation thermique du revêtement, et  $E_r$  son module de Young.

La contrainte de désadaptation thermique  $\sigma_t$  se traduit par [43]

$$\sigma_t = (\alpha_r - \alpha_s) \Delta T E_r / (1 - \nu_r) \quad (1.5)$$

avec  $\alpha_r$  et  $\alpha_s$  les coefficients de dilatation thermique du revêtement et du substrat,  $E_r$  le module de Young du revêtement,  $\nu_r$  son coefficient de Poisson, et  $\Delta T$  la différence de température entre ces deux couches.

Les contraintes résiduelles résultent donc de la somme de ces deux contraintes. Ainsi, du fait de différences de coefficients de dilatation thermique entre les couches et de ce fait de contraintes résiduelles dans le système, des fissures s'amorcent au niveau des interfaces, favorisées par la croissance de la TGO. Ces fissures se propagent et coalescent entre elles jusqu'à mener à un délaminage du revêtement puis une ruine [46].

Finalement, les problématiques de durabilité des systèmes revêtus de TBC, en particulier déposés par APS, sont en grande partie liées aux contraintes résiduelles induites par une différence entre le CDT du substrat, de la couche d'accroche et du revêtement en lui même en présence d'un gradient de température dans l'épaisseur. Les contraintes résiduelles restent fortement influencées par le procédé et les paramètres de dépôt choisis [43].

Ce mécanisme a été largement étudié pour les TBC mais moins investigué pour les EBC car moins présent. Dans le cas des TBC déposées par EB-PVD, les coefficients de dilatation thermique diffèrent mais ces différences sont autorisées du fait de la structure colonnaire permettant une dilatation sans entraîner d'écaillage. Dans le cas des EBC, la microstructure ne permettant pas cela, les matériaux sélectionnés pour l'élaboration d'EBC ont pour critère un coefficient de dilatation thermique le plus proche possible de celui du substrat. Toutefois, les contraintes résiduelles dans les systèmes CMC revêtus sont bien présentes et devront être prises en compte dans l'étude des mécanismes d'endommagement. En l'absence d'informations sur les effets de la trempe, seules les contraintes induites par la différence de CDT seront considérées.

### **Le fluage des constituants**

Les revêtements sont soumis, lors de leur utilisation en service, à des cycles thermiques (phases de décollage, de vol et d'atterrissage) à très haute température. Dans le cas des TBC, il a été observé, sous ce type de chargement, une activation des mécanismes de frittage et de fluage (pour des niveaux de température et de contrainte suffisamment élevés) du revêtement ayant pour conséquence une fissuration traversant l'épaisseur du revêtement au cours du refroidissement [47, 48] et de ce fait une accélération de la ruine du système. Il apparaît alors primordial de caractériser le comportement en fluage et les cinétiques de frittage des différents constituants en fonction des niveaux de température en service.

Par rapport aux études sur le comportement en fluage des barrières thermiques, peu d'études ont investigué celui des EBC. Richards et son équipe se sont intéressés au fluage du disilicate d'ytterbium [50]. Des essais de fluage ont été menés sous gradients thermiques obtenus à l'aide d'un banc laser. Il a été possible en un seul essai de tester plusieurs températures.

La figure 1.9 présente la déformation de fluage mesurée pour deux niveaux de température. On observe alors qu'à 1152°C, le fluage est beaucoup plus important. Plus récemment, l'ONERA [51, 60] a travaillé sur l'identification des paramètres d'une loi de comportement pour le fluage secondaire, dans le cas d'un système CMC/Si/DSY soumis à des gradients thermiques obtenus à l'aide d'un banc laser.

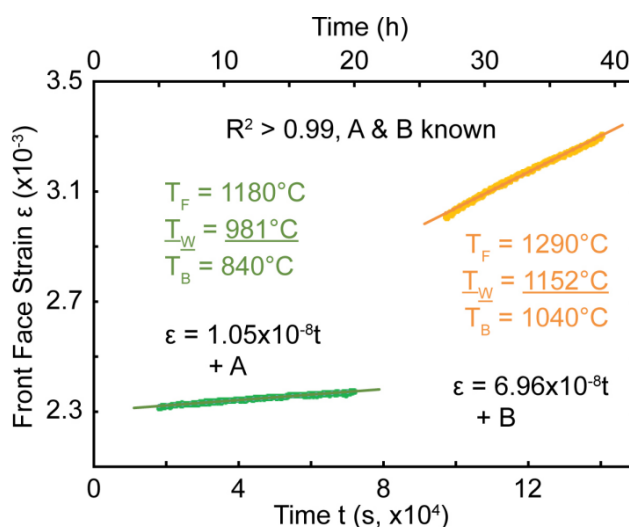


Figure 1.9 – Évolution de la déformation de fluage du DSYb élaboré par APS et sollicité sous gradients thermiques à deux températures [50].

Au niveau de la sous-couche en silicium, une étude de Zhu et son équipe portant sur l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température a montré que les propriétés du silicium évoluent avec la température. En effet, le silicium présente une faible ténacité à température ambiante (située entre 0,8 et 0,9 MPa.m<sup>1/2</sup>) et une température de transition ductile-fragile de l'ordre de 750°C. De plus, il présente une faible résistance et un taux de fluage élevé à haute température, ce qui peut entraîner un délaminage du revêtement [62].

Richards et son équipe ont observé un fluage aux températures supérieures à 1000°C, dans le cas d'un silicium élaboré par APS [50], avec une déformation de fluage importante à partir de 1180°C (figure 1.10) et une énergie d'activation du fluage secondaire de l'ordre de 284 kJ/mol.

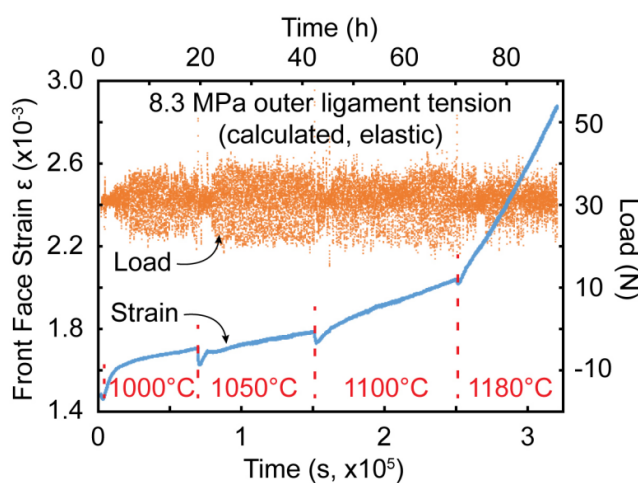


Figure 1.10 – Essais de fluage incrémentaux en présence de gradients thermiques, pour un silicium élaboré par APS [50].

D'un point de vue modèle de comportement, plusieurs études ont permis de souligner que le fluage du revêtement suit une loi de puissance [63, 48] de la forme

$$\dot{\varepsilon}^p = A \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^n \left(\frac{t}{t_0}\right)^{-m} \quad (1.6)$$

avec  $\dot{\varepsilon}^p$  le taux de déformation équivalent de fluage ( $s^{-1}$ ),  $A$  ( $MPa^{-n} \cdot s^{-1}$ ),  $n$  et  $m$  des constantes,  $Q$  l'énergie d'activation du fluage ( $J \cdot mol^{-1}$ ),  $T$  la température absolue ( $K$ ),  $t$  le temps ( $s$ ),  $R$  la constante des gaz parfaits ( $J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$ ),  $\sigma$  la contrainte appliquée dans le revêtement ( $MPa$ ),  $\sigma_0 = 1 MPa$  et  $t_0 = 1 s$  [63].

Le fluage du revêtement est un mécanisme commun aux EBC et TBC. C'est un mécanisme non négligeable qui sera pris en compte dans ces travaux pour le revêtement. Celui de la couche d'accroche sera négligé.

### La fissuration du revêtement

La fissuration du revêtement est un des mécanismes pouvant affecter la durée de vie du système. On distinguera deux types de fissuration : la fissuration de retrait due à l'étape de fabrication (traitement thermique) et la fissuration de type faïençage thermique induite par chargements thermomécaniques pendant essai.

Des travaux de Richards et son équipe ont porté sur l'effet de la fissuration transverse du revêtement dans le cas d'un système CMC/Si/mullite/MSYb sollicité sous cyclage thermique en présence de vapeur d'eau [64]. Les différences entre les coefficients de dilatation thermique des trois couches ont mené à une fissuration de retrait (dite "mud crack") due aux contraintes résiduelles post-traitement thermique (figure 1.11(a)). Le risque de ces fissures est qu'elles puissent constituer un chemin préférentiel pour l'accès des espèces oxydantes à la couche de silicium. Cela a été observé sur ce système (figure 1.11(b)). Les mécanismes de croissance de la couche de silice à l'interface, détaillés dans la partie suivante, mènent lors du refroidissement à une transformation allotropique faisant fissurer la couche de TGO et induisant au fil des cycles thermiques, un délaminage du revêtement au niveau de cette interface.

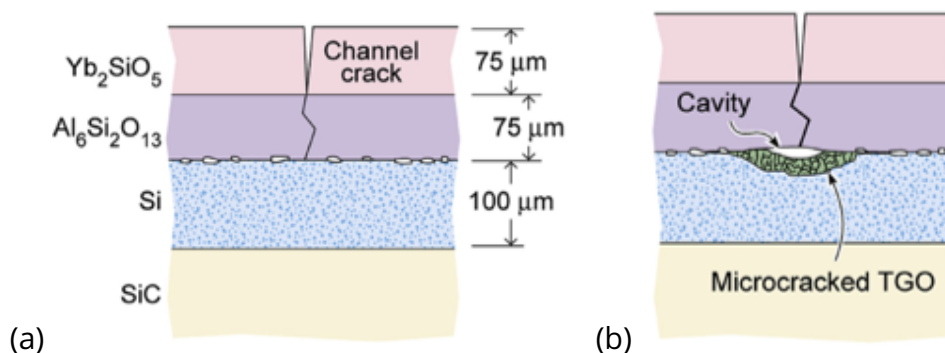


Figure 1.11 – Schéma illustrant la fissuration transverse d'un système SiC/Si/Mullite/MSYb : (a) fissures de retrait, (b) oxydation du silicium au droit de la fissure et début de délaminage du revêtement [64].

La figure 1.12 présente une micrographie MEB de fissures transverses de type "mud crack" soulignant une croissance d'oxyde au niveau des fissures de bifurcation. Notons que dans le cas du système d'étude considéré dans ces travaux, le revêtement ne comporte pas de

fissures de retrait post-fabrication.

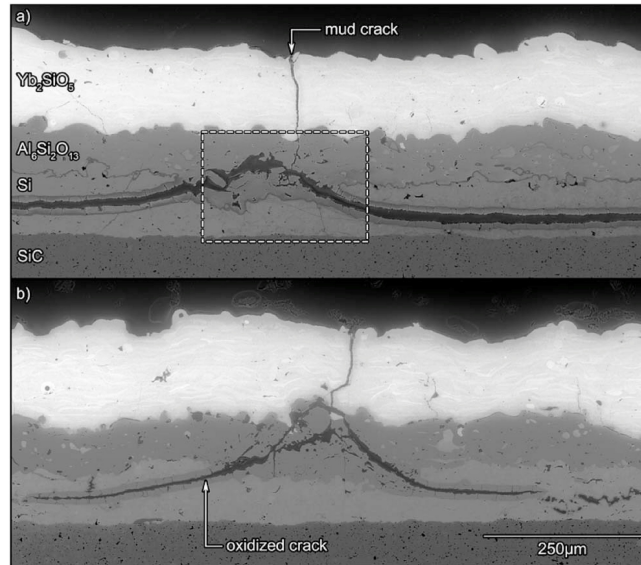


Figure 1.12 – Coupe transverse d'un système comportant une fissure traversante formée après 250 cycles d'une heure sous vapeur d'eau [64]. (a) 1 mm et (b) 3 mm du bord du revêtement.

Lors d'essais en présence de gradients thermiques, des fissures de type faïençage thermique ont également été mises en évidence [51]. Le système considéré était composé de trois couches CMC/Si/DSY et a été sollicité sous cyclage laser générant de forts gradients thermiques surfaciques et dans l'épaisseur. Il a alors été observé un réseau de faïençage thermique de forme circulaire qui se forme au refroidissement et dont la propagation se stabilise au bout d'une centaine de cycles laser (figure 1.13(a)). L'observation du revêtement en coupe (figure 1.13(b)) a également permis de montrer que le réseau ne se propage pas jusqu'à l'interface du système mais reste plutôt confiné dans le premier tiers de l'épaisseur du revêtement.

Ce type de fissuration sous gradients thermiques a déjà été mis en évidence sur TBC en zircone yttrée déposée par APS. Choules et son équipe [59] ont pu observer d'une part une influence de l'épaisseur du revêtement sur le nombre, la profondeur et la répartition des fissures. D'autre part, le niveau de température maximal en surface influence la profondeur du réseau indépendamment de l'épaisseur du revêtement (figure 1.14). Un second mécanisme a également été mis en évidence dans le cas de revêtements épais : les fissures surfaciques générées sous gradients thermiques étaient moins longues mais elles se développaient à l'interface, atteignant leur maximum et diminuant pour le revêtement le plus épais. Cela suggère que les TBC épaisses sont plus résistantes face à la propagation de fissures à l'interface, dans le cas d'un chargement sous gradients thermiques seuls.

La fissuration du revêtement sous sollicitations thermomécaniques sera étudiée dans ces travaux.

### L'impact par les sables et les corps étrangers

La capacité à résister à l'impact par des corps étrangers (FOD, Foreign Object Damage) est également l'un des critères importants à prendre en compte lors de la sélection de l'EBC. Ces corps étrangers peuvent être des petites particules (sables, sels, glaces, fragments de re-

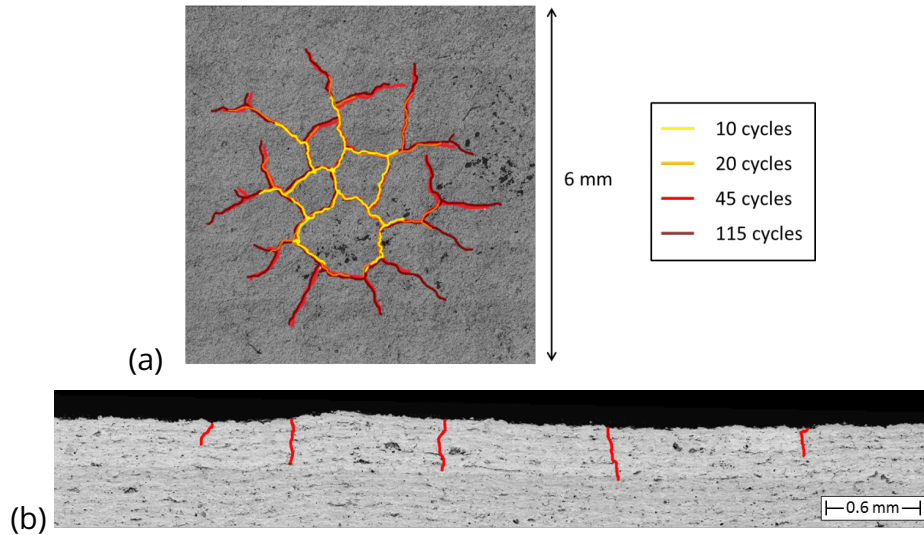


Figure 1.13 – (a) Formation et propagation d'un réseau de fissures surfaciques sur un système CMC/Si/DSY, suite à des cycles thermiques sous laser. (b) Profondeur du réseau de fissures observé [51].

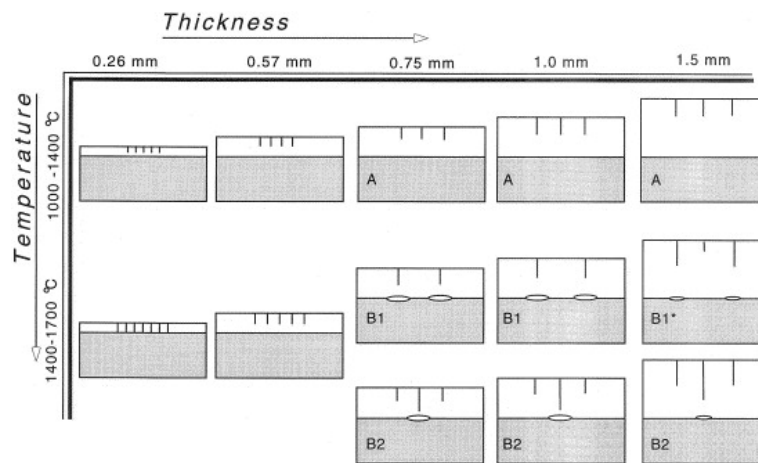


Figure 1.14 – Tableau récapitulatif de l'effet de l'épaisseur et de la température sur la fissuration d'une TBC en zircone yttrée sous chargement laser [59].

vêtements) ou des objets plus imposants (morceaux de glace, oiseaux). Les FOD, transportés dans les gaz de combustion à des vitesses élevées (jusqu'à 600 m/s [61]), peuvent fortement endommager le revêtement (selon la taille de l'objet et le nombre d'impact) [94]. En particulier, l'érosion de l'EBC et du CMC est un mécanisme d'endommagement qui peut avoir lieu suite à de nombreux impacts par plusieurs petits objets [94]. Ce phénomène d'érosion est illustré sur la figure 1.15. On peut observer sur cette figure l'étendue et la profondeur de l'endommagement en fonction de la vitesse du projectile sur une EBC de 525  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Une partie de l'EBC est écaillée et les fibres transverses près de la zone d'impact sont délaminiées. Enfin, notons que les pièces en rotation dans les turbines sont particulièrement sensibles à l'érosion. Cependant, le phénomène d'érosion a été peu analysé dans le cas des barrières environnementales [94, 87] et n'a pas été abordé dans ces travaux.

### Frittage du revêtement

L'exposition des TBC à des températures élevées, dépassant 1200°C déclenche le phénomène de frittage. Ce mécanisme correspond à une densification du revêtement qui in-

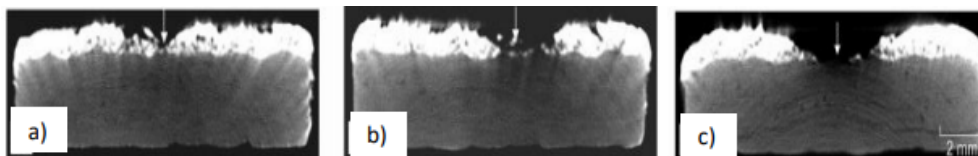


Figure 1.15 – Scans en tomographie montrant l'évolution de l'endommagement d'un CMC SiC/SiC revêtu d'une barrière environnementale (Si/BSAS+mullite/BSAS) de 525  $\mu\text{m}$  d'épaisseur impacté par un projectile à une vitesse de : (a) 160 m/s, (b) 220 m/s et (c) 325 m/s [94].

duit une perte de tolérance aux déformations et peut être critique quant à la ruine des TBC [68, 67, 66]. Durant cette étape, plusieurs phénomènes peuvent avoir lieu, tels que la croissance de la taille des grains, une fermeture des fissures ou encore une diminution de la porosité du revêtement [71]. La microstructure du revêtement se retrouve alors modifiée, ce qui induit une évolution des propriétés du matériau. Siebert et son équipe ont par exemple étudié l'évolution du module de Young et du taux de porosité de revêtements déposés par APS en fonction de la durée du traitement thermique [70]. Il a alors été observé une augmentation du module de Young, qui varie de 94 GPa avant traitement thermique à 177 GPa après 100 h de traitement dans un cas. Cela mène à terme à la ruine de la TBC à cause de contractions différentielles entre substrat et revêtement [65]. Le frittage peut également mener à une augmentation de la conductivité thermique des TBC, ce qui n'est pas souhaitable pour abaisser les températures des pièces revêtues. Cependant, l'effet du frittage sur les propriétés des matériaux est fortement lié à la composition des poudres [70], au procédé de dépôt du revêtement [69] et en particulier à la durée du traitement thermique [49, 70]. Ces effets n'ont pas été observés dans le cas d'un revêtement déposé par EB-PVD [69]. En effet dans ce second cas, la stabilité du revêtement à long terme était plutôt liée à la mise sous contrainte générant des ondulations de la sous-couche d'accroche (phénomène de rumpling). Le frittage est donc un mécanisme d'endommagement indispensable à prendre en compte dans le cas des TBC. Pour les EBC, le frittage peut également avoir lieu [55]. Cependant, ce mécanisme requiert une température élevée, supérieure ou égale à celle du traitement thermique mené, et à une durée équivalente à ce dernier pour cristalliser le revêtement. Dans la littérature, ces conditions ne sont pas rencontrées. Ainsi, dans ces travaux, le frittage n'est pas considéré comme un mécanisme d'endommagement prépondérant.

En résumé, dans le cas de sollicitations thermomécaniques, les mécanismes d'endommagement du CMC/EBC qui seront d'intérêt dans cette étude sont le fluage du revêtement et sa fissuration. Les contraintes résiduelles induites par la différence de CDT entre le CMC et le revêtement seront également considérés dans les modèles.

### 1.2.2 Dégradations physico-chimiques

Sous environnement oxydant, d'autres types de dégradation peuvent impacter la durée de vie du système et interagir avec les mécanismes thermomécaniques présentés dans la partie précédente. Ces dégradations sont présentées dans cette partie.

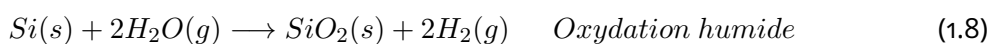
#### Croissance de la TGO par oxydation en présence de vapeur d'eau

Lors d'une exposition à un environnement oxydant ou corrosif tel que celui du moteur, des espèces oxydantes peuvent diffuser dans le revêtement, réagir avec la sous-couche d'accroche et mener à une croissance de la TGO. Ce mécanisme de ruine est prépondérant dans le cas des systèmes revêtus.



Il apparaît dans des études portant sur les TBC que l'oxydation de la sous-couche joue un rôle important dans la ruine du revêtement [52]. Pour ce type de système, l'oxydation a lieu sous air. Ce mécanisme est également problématique dans le cas des EBC mais principalement en présence de vapeur d'eau. L'oxydation résulte de la diffusion d'espèces oxydantes à travers le revêtement et peut se produire suivant deux mécanismes : par diffusion ionique au cœur de la structure cristalline du matériau ou par diffusion moléculaire à travers les fissures et les pores présents dans le revêtement. La microstructure, la morphologie et la composition du revêtement impactent cette diffusion.

Le mécanisme d'oxydation dans le cas d'une couche d'accroche en silicium a été largement étudié dans la littérature dans le cas de systèmes non revêtus dans un premier temps [82, 85]. Cela a permis de démontrer d'une part que l'espèce diffusante pendant ce phénomène est l'agent oxydant ( $O_2$  ou  $H_2O$ ) et d'autre part que la formation de la silice ( $SiO_2$ ) avait lieu à l'interface Si- $SiO_2$  [84]. Les réactions mises en jeu sont les suivantes



D'après l'étude de Deal et Grove [82], l'épaisseur d'oxyde formée sous vapeur d'eau est augmentée d'un facteur 10 par rapport à l'épaisseur formée sous air sec. D'après Doremus [83], la formation de liaisons Si – OH lorsque la silice réagit avec la vapeur d'eau rend la silice moins dense et moins visqueuse. Cela induit une augmentation de la solubilité et de la diffusion de  $H_2O$  dans l'oxyde; ce qui explique l'accélération de la cinétique sous air humide.

Dans ces travaux, on s'intéressera plus particulièrement à l'oxydation de systèmes revêtus. En ce qui concerne la première génération d'EBC, Kimmel et son équipe [103] ont montré sur un système SiC/Si/mullite+BSAS/BSAS, après 14000 h d'essai à 1200°C et 60 cycles d'arrêt et de redémarrage, la perte de l'EBC et une oxydation accélérée de la couche d'accroche en silicium par la présence de fissures dans le revêtement. La figure 1.16 montre que les zones oxydées en fond de fissures constituent des zones d'amorçage d'un écaillage de l'EBC. Ces observations ont été confirmées par d'autres études [73, 8, 86] qui ont souligné le rôle joué par la présence de fissuration dans le revêtement sur la formation d'une couche importante de silice menant à l'écaillage de l'EBC.

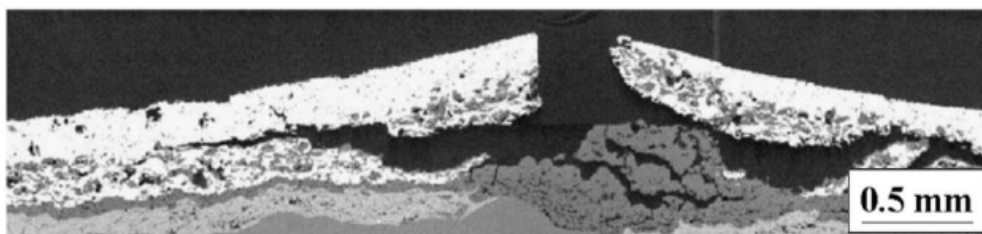


Figure 1.16 – Micrographie MEB d'un système Si/mullite+BSAS/BSAS après exposition à un environnement oxydant durant 14000 h d'essai à 1200°C [103].

Dans leurs travaux sur des silicates de terre rare, Richards et son équipe [192, 40] expliquent que la fissuration du revêtement est une fissuration de retrait générée par une différence

de coefficient de dilatation thermique des constituants. Le développement de contraintes de traction/compression conduit alors à la fissuration du revêtement (figure 1.17). La présence de ces fissures constitue un chemin de diffusion privilégié pour les espèces oxydantes jusqu'à la sous-couche.

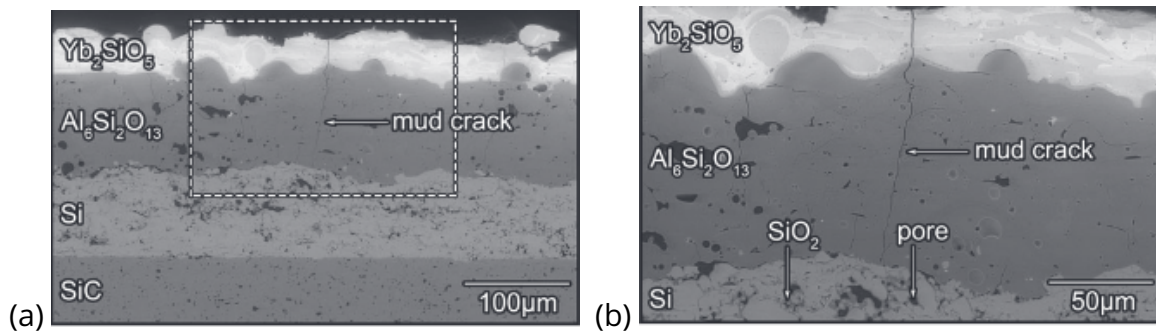


Figure 1.17 – Micrographies MEB d'un système SiC/Si/mullite/MSYb suite à un traitement de stabilisation de 20 h, à 1300°C, sous air : (a) fissure traversant la couche de MSYb et de mullite, (b) zoom sur la fissure [40].

Au sein du revêtement (fissuré ou non), des espèces oxydantes atteignent l'interface et génèrent une croissance de la TGO, qui à haute température est sous forme de silice cristallisée (sous certaines conditions). Ainsi, au niveau de la couche d'oxyde (TGO), un état de contrainte est généré du fait de la transformation allotropique de la silice d'une phase cristoballite  $\beta$  à une phase cristoballite  $\alpha$ , lors du passage par une température de 220°C au refroidissement. De plus, le coefficient de dilatation thermique de la TGO sous sa forme cristoballite  $\alpha$  ( $10,3 \times 10^{-6} \text{°C}^{-1}$  [75]) étant plus important que celui de la couche supérieure DSYb ( $4$  à  $5 \times 10^{-6} \text{°C}^{-1}$  [8]), cela engendre des contraintes de traction dans la TGO. Notons que cette transformation s'accompagne d'une contraction volumique d'environ 4 à 5% [74]. Elle conduit à une fissuration verticale dans la couche de TGO avec un pas de fissures d'environ 2  $\mu\text{m}$  (figure 1.18) et une relaxation des contraintes. En résumé, la croissance de la couche d'oxyde conduit à un état de contrainte pouvant mener à un affaiblissement de la liaison couche de TGO/EBC [86]. A terme, un écaillage de l'EBC lors de cyclage thermique en présence de vapeur d'eau est observé.

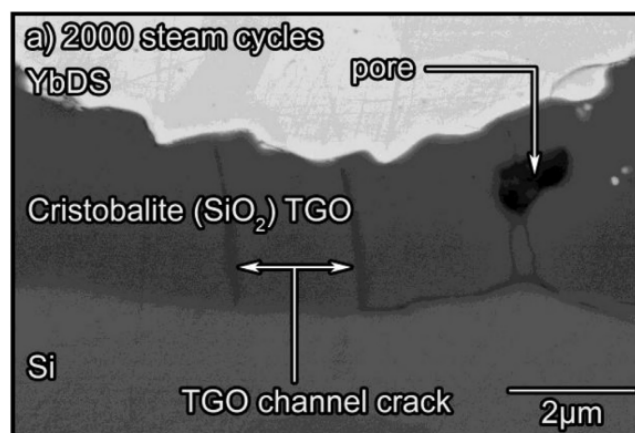


Figure 1.18 – Micrographie MEB de la couche de  $\text{SiO}_2$  à l'interface entre la couche de monosilicate d'ytterbium et la couche de silicium, après 2000 cycles sous vapeur d'eau [38].

La compréhension de ces résultats expérimentaux a également été complétée d'un point de



vue numérique. Les modélisations par éléments finis menées ont permis de souligner que la croissance de TGO entraînant des contraintes au sein du revêtement menait à la formation et la propagation de fissures horizontales [76, 183]. A terme, ces fissures conduisent à un écaillage du revêtement. De plus, la rugosité de la sous-couche semble amplifier ce mécanisme.

Lorsque le cyclage thermique est combiné avec un environnement oxydant (90% H<sub>2</sub>O, P<sub>atm</sub>, vitesse des gaz de 4,4 cm/s et température homogène allant de 110°C à 1316°C), un écaillage à l'interface SiC/Si pour un petit nombre de cycles (moins de 200 cycles) et un écaillage situé à l'interface Si/mullite pour un grand nombre de cycles (supérieur à 600 cycles) a été observé par Richards et son équipe [40] (figure 1.19). Les sommets des rugosités et en particulier les endroits ayant subi une croissance hétérogène d'oxyde présentent un écaillage plus important [38].

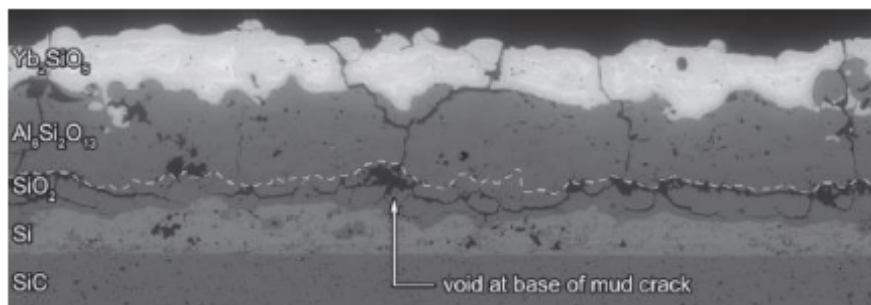


Figure 1.19 – Micrographie MEB d'un système Si/mullite/DSYb suite à 600 cycles de 1 h à une température homogène de 1316°C [40].

Un scénario d'endommagement a donc été proposé par ces auteurs (figure 1.20) :

- Développement de fissures dans le revêtement dues aux contraintes résiduelles suite au traitement thermique de stabilisation (induites par la différence de coefficient de dilatation thermique entre les espèces présentes dans l'EBC). Ces fissures constituent un chemin de diffusion préférentiel pour la vapeur d'eau.
- Lors du cyclage à haute température en présence de vapeur d'eau, la pénétration puis la réaction des espèces oxydantes avec la sous-couche de silicium forment de la silice cristoballite  $\beta$  qui cristallise à des températures supérieures à 1200°C sous H<sub>2</sub>O.
- Lors du passage par une température de 220°C (au cours du refroidissement), passage de la silice d'une phase cristoballite  $\beta$  à une phase cristoballite  $\alpha$ . Cela engendre une contraction volumique et de ce fait un état de contrainte de traction dans la couche d'oxyde. Cet état de contrainte est relaxé par fissuration à l'interface.
- Lors de cyclages thermiques supplémentaires, des transformations successives de l'oxyde mènent à une coalescence des fissures. A terme, cela induit un délaminage de l'EBC.

Sur des systèmes plus récents présentant une meilleure compatibilité entre les coefficients de dilatation thermique des constituants (système composé par une sous-couche en silicium et une EBC en disilicate d'ytterbium), il a été observé par Richards et son équipe [38] un autre type de mécanisme de ruine par écaillage, suite à la croissance de la TGO (figure 1.21). Le système a été sollicité en présence de vapeur d'eau jusqu'à une température de 1316°C,

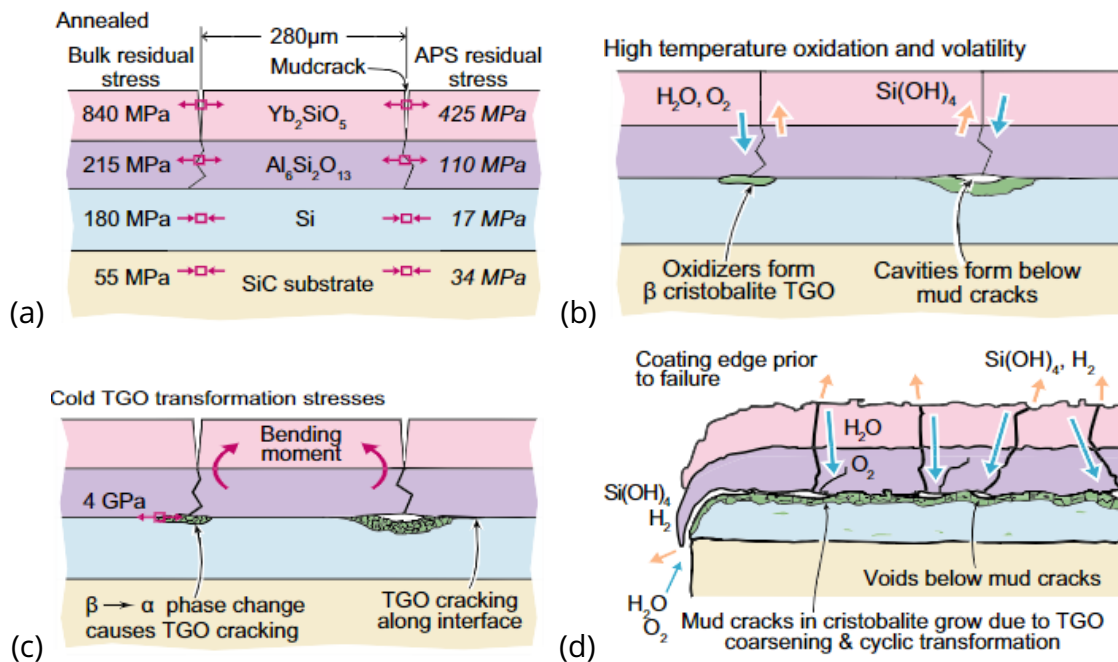


Figure 1.20 – Scénario d'endommagement pour un système SiC/Si/mullite/MSYb [40].

en condition isotherme. Il a alors été observé une sensibilité à un délaminage en bord libre menant à un écaillage du revêtement et à la fissuration transverse, sous cyclage thermique. Ce délaminage en bord est induit par une dégradation importante de l'interface entre le CMC et l'EBC due à une forte croissance de TGO. Notons de plus que dans ce système, le revêtement ne comporte aucune fissuration qui pourrait accélérer l'oxydation de la sous-couche. Cela confirme alors que la ruine par écaillage en présence de vapeur d'eau à haute température est induite principalement par la croissance de la couche d'oxyde. Au-delà de cette épaisseur critique qui se forme, l'interface silice/EBC est le point de faiblesse du système. Cela a notamment été montré par des essais de flexion quatre points en présence d'une atmosphère oxydante [50, 183] qui ont induit une fragilisation de cette interface.

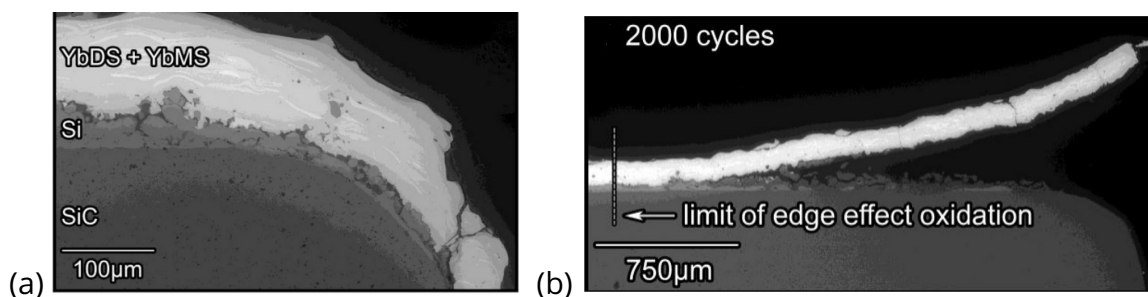


Figure 1.21 – Micrographies au MEB (BSE) montrant l'endommagement d'un système SiC/Si/DSYb après cyclage thermique (cycle de 1 h à 1316°C puis 10 min à 110°C, 90% H<sub>2</sub>O/10%O<sub>2</sub>, P<sub>tot</sub> = 1 atm, v<sub>gaz</sub> = 4,4 cm/s), avec un revêtement non fissuré [38]. (a) Revêtement après traitement de cristallisation, (b) délaminage après 2000 cycles thermiques.

Les résultats précédents ont tous été obtenus sous cyclage à température homogène. Zhu et son équipe [79] se sont intéressés à ce mécanisme de ruine en présence de gradients thermiques. L'essai a été mené par alternance entre cyclage avec gradients thermiques (induisant une température de surface de 1480°C et une température d'interface de 1300°C) sous air et cyclage en four isotherme en présence de vapeur d'eau. Le système étudié était composé d'une EBC de première génération (Si/BSAS+mullite/YSZ). Il a alors été observé un

mécanisme de ruine par fissuration et délaminage. Le délaminage a été induit par cyclage sous gradients thermiques seuls et par une diminution de l'adhésion entre le BSAS et la silice ayant réagi ensemble. Cela a d'ailleurs été confirmé par une étude sur un système de deuxième génération (composé de Si/mullite+BSAS/mullite) sous gradients thermiques, sans environnement oxydant. Il a été mis en évidence une fissuration dans le revêtement ainsi qu'une décohésion [77]. L'écaillage se produit pour deux types de configurations :

- lors de temps d'essai longs,
- lors de cyclage sous vapeur d'eau induisant une oxydation rapide de la sous-couche par pénétration des espèces à travers les fissures, pendant ou après application des gradients thermiques.

L'oxydation de la sous-couche en silicium en présence de vapeur d'eau est un mécanisme de ruine sévère dans les systèmes avec EBC puisqu'une épaisseur trop importante de TGO induit un niveau de contrainte trop important. La croissance de la couche d'oxyde et sa fissuration mènent à un affaiblissement de la liaison CMC/EBC et à terme à un écaillage de l'EBC. De plus, comme montré sur les systèmes TBC et certains systèmes EBC, un couplage peut être observé entre la fissuration du revêtement induite par un chargement thermomécanique et l'oxydation de la sous-couche. Aussi, ce mécanisme sera étudié dans ces travaux.

### La récession de surface par volatilisation

Un autre mécanisme de ruine de l'EBC est le phénomène de récession de surface par vapeur d'eau. Ce phénomène a été largement étudié dans le cas des barrières environnementales à base de BSAS [36, 72]. Afin de réduire l'impact de ce mécanisme sur la durée de vie de l'EBC, les revêtements en silicate de terre rare ont été sélectionnés sur la base de leur faible taux de récession. De plus, il s'est avéré qu'aux hautes températures et sous environnement oxydant (vapeur d'eau et haute vitesse de gaz), ces matériaux sont peu sensibles à la récession de surface. Ce résultat a pu être vérifié en four d'oxydation [187], par des mesures d'ATG (analyse thermogravimétrique) sous air humide [8] et à travers des essais sur banc de combustion [81] et cela aussi bien pour le disilicate d'ytterbium [187, 8, 81] que pour le disilicate d'yttrium [187, 81]. De plus, plusieurs travaux ont montré la dépendance des vitesses de récession mesurées expérimentalement à la nature de la terre rare et aux conditions d'élaboration choisies [37, 33].

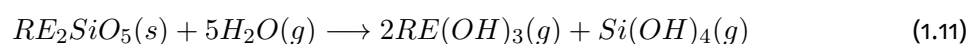
Les réactions de volatilisation des silicates de terres rares [26] (notées RE, pouvant être Y, Yb ...) sont



pour la volatilisation du disilicate de terre rare



pour la formation du monosilicate de terre rare par volatilisation du disilicate



pour la volatilisation du monosilicate de terre rare.

Cependant, dans plusieurs études, les points suivants ont été soulignés :

- la volatilisation du disilicate suivant l'équation (1.9) n'a pas lieu [5, 38, 33].
- En revanche, la réaction présentée à l'équation (1.10) se produit. Suite à la volatilisation sélective de la silice par vapeur d'eau, une couche surfacique de monosilicate de terre rare se forme (figure 1.22(a) montre l'apparition d'une couche poreuse de monosilicate en surface suite à la volatilisation du disilicate). Un départ de matière est induit par cette réaction [38]. La conversion du disilicate de terre rare en monosilicate de terre rare entraîne alors une réduction volumique de l'ordre de 26 % ce qui engendre une surface poreuse de monosilicate favorisant ainsi la volatilisation. La figure 1.22(b) montre la poursuite de la volatilisation menant à une augmentation de l'épaisseur de monosilicate formé en surface et la formation, par diffusion de vapeur d'eau à travers le revêtement, d'une couche d'oxyde (TGO).
- Si dans certaines études [187] cette couche de monosilicate de terre rare reste adhérente, ce n'est pas le cas pour l'étude de Richards et son équipe [38]. Ces derniers montrent, au cours de cyclage thermique, une fissuration favorisée par les différences de coefficient de dilatation thermique entre le monosilicate et le disilicate et menant à terme à l'écaillage de cette couche au cours du refroidissement.

Lee et son équipe [80] ont de plus souligné que la volatilisation du monosilicate (décrite par l'équation (1.11) d'yttrium et d'ytterbium n'entraînait pas de perte de masse surfacique puisque la récession est plus faible que dans le cas des disilicates. Cela est confirmé par les travaux de Bansal et son équipe [1] qui n'ont pas pu mesurer de variation de masse et donc pas de mesures de constantes de récession après plusieurs centaines d'heures d'exposition de monosilicates d'yttrium et d'ytterbium à des vitesses de gaz élevées (sur banc d'essais moteurs). La transformation décrite par l'équation (1.10) est donc bénéfique puisque le monosilicate est plus résistant à la volatilisation que le disilicate.

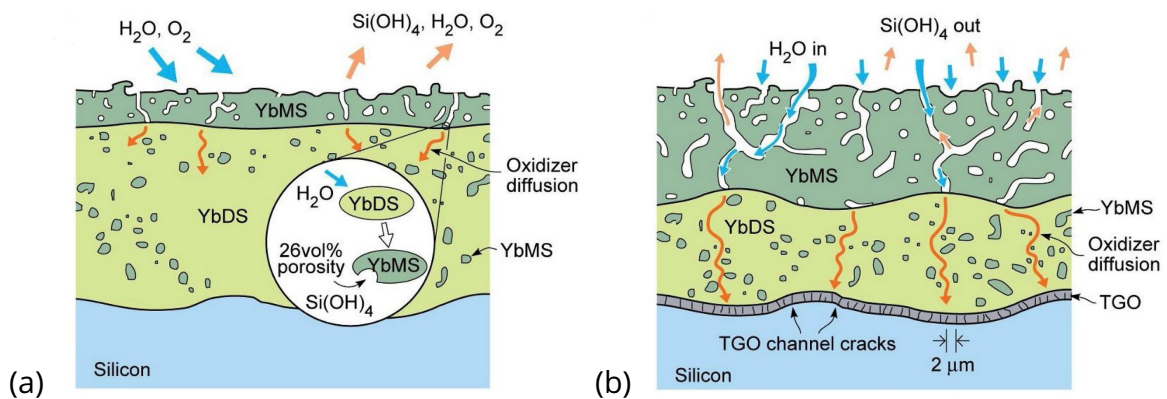


Figure 1.22 – Schémas de la volatilisation de la silice du disilicate d'ytterbium initial et de la formation de monosilicate d'ytterbium : (a) faible durée d'exposition (b) longue durée d'exposition [38].

Finalement, le mécanisme de récession de surface par exposition à la vapeur d'eau ne dégrade que la surface du revêtement. De plus, ce mécanisme présente une cinétique suffisamment lente pour que d'autres mécanismes d'endommagement s'activent en premier et dégradent la tenue de l'EBC. Il ne sera pas abordé dans ces travaux.

### L'attaque par les sables fondus

Parmi les mécanismes pilotant la durée de vie du revêtement, il est possible de citer l'attaque par les CMAS (mélanges d'oxydes de calcium, magnésium, aluminium et silicium, provenant de minéraux silicieux). L'ingestion de cendres ou de sables lors du survol de zones volcaniques ou désertiques mène au dépôt de sels fondus de type CMAS sur les pièces. Ces CMAS fondent, s'infiltrent et attaquent le revêtement lorsque leur point de fusion est dépassé (à partir de 1100°C). Cela engendre alors deux types de mécanismes :

- thermomécanique : lors du refroidissement des pièces, les CMAS se rigidifient pour former du verre au coefficient de dilatation thermique plus élevé que celui des disilicates de terres rares et entraînent de fortes contraintes pouvant générer une fissuration du revêtement et même un écaillage brutal (car intervient lors du refroidissement). L'attaque par les CMAS est donc préjudiciable pour la durée de vie du revêtement dans ce cas de figure [89, 90, 93].
- physico-chimique : dans le cas de barrière environnementale en silicate de terre rare, Grant et son équipe [186] ont mis en avant que les CMAS dissolvaient le monosilicate d'yttrium qui re-précipite sous la forme d'un silicate d'oxy-apatite menant à la formation d'une couche à la surface de l'EBC (présentée en figure 1.23). La formation de cette couche d'apatite est liée à la diffusion du silicium et du calcium provenant du CMAS [92]. De plus, la nature du sable fondu [128] et de la terre rare [129] utilisés impactent fortement la quantité de la phase d'apatite formée. Finalement, cette couche induit un mécanisme de dissolution puis re-précipitation (la dissolution étant limitée dans le cas du monosilicate [92]) qui la rend protectrice et apporte donc aux monosilicates de terre rare plus de résistance vis-à-vis des CMAS. Cette couche passivante n'est pas formée dans le cas de disilicates de terre rare ce qui les rend moins résistants aux CMAS et plus vulnérables aux phénomènes de corrosion [33].

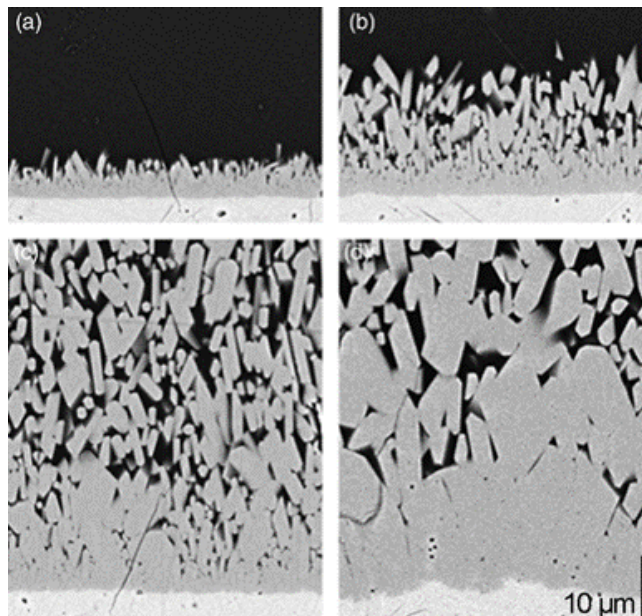


Figure 1.23 – Micrographies MEB de la couche d'apatite formée à la surface de l'EBC, après : (a) 1 h, (b) 4 h, (c) 24 h et (d) 100 h de réaction aux CMAS, sous air, à 1300°C [186].

L'attaque par CMAS est également un mécanisme commun avec les TBC [78]. Il est essentiel de prendre en compte et d'étudier l'interaction entre les CMAS et les EBC à base de silicate



de terre rare. En effet, l'interaction entre ces deux composés impacte fortement la durée de vie visée pour les CMC SiC/SiC [92]. Cependant, ce mécanisme ne sera pas étudié dans ces travaux.

### 1.3 Essais couplés existants

Les deux parties précédentes montrent à la fois les spécificités liées au développement des barrières environnementales mais également les points communs avec les systèmes composés de barrières thermiques notamment sur les mécanismes de fissuration et d'oxydation pouvant aboutir à un écaillage du système (considéré comme étant un mécanisme de ruine du système). Un dernier point critique pour évaluer la durée de vie des systèmes CMC/EBC concerne la représentativité des conditions dans lesquelles le système est sollicité. Pour des applications soumises aux gradients thermiques, aux sollicitations mécaniques et à un environnement en présence d'espèces oxydantes, les essais permettant d'investiguer l'endommagement du système doivent prendre en compte l'ensemble de ces sollicitations afin d'être les plus représentatifs possible du vécu des pièces en service.

Dans le domaine de l'aéronautique, un produit n'est utilisable que lorsqu'il est qualifié et certifié. Pour cela, la maturité de la technologie, du matériau ou du composant développé est évalué à l'aide des niveaux TRL (Technical Readiness Level). La figure 1.24 présente les différents niveaux de TRL, allant de 1, pour un niveau de recherche fondamentale, à 9, correspondant à un système qualifié pour des missions réussies. L'évaluation de ces différents niveaux de TRL s'appuie sur une pyramide d'essais que l'on peut décomposer en trois niveaux. Le premier, et celui qui nous concerne le plus directement dans le cadre de ces travaux, est celui des éprouvettes élémentaires. Le second est celui des composants et sous-structures. Le dernier est celui de la structure, jusqu'à l'aéronef complet.

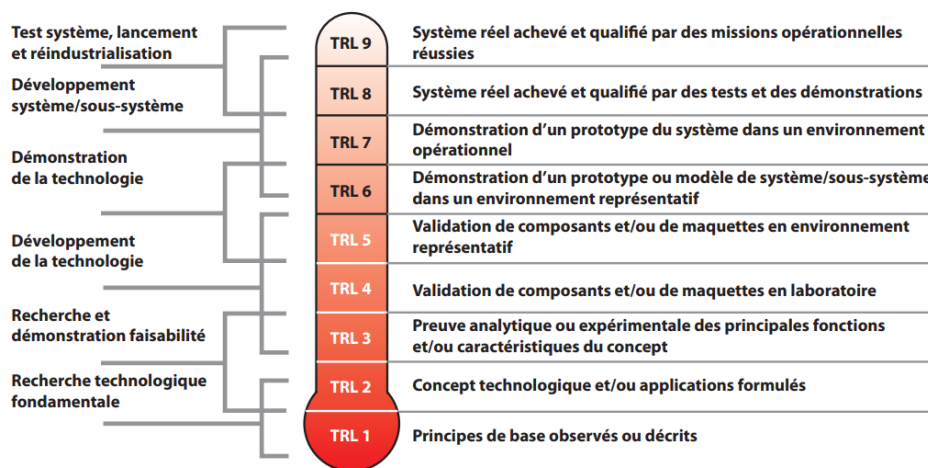


Figure 1.24 – Pyramide TRL (Technical Readiness Level) [56].

Tous ces essais ont pour but de comprendre le comportement et justifier la tenue des pièces. De ce fait, la démarche de montée en maturité consiste à considérer plusieurs types d'essais avec des niveaux de représentativité croissants.

En ce qui concerne la caractérisation de la tenue du système CMC/EBC en environnement moteur, le premier type d'essai que l'on pourrait citer en bas de la pyramide est le cyclage

thermique en four. Il permet d'assurer une excellente maîtrise du niveau de température. Cependant, dans le cadre d'applications anisothermes, des travaux ont montré les limites de ces essais pour estimer la durée de vie des systèmes [150] car peu représentatifs (les gradients thermiques n'étant pas pris en compte en plus d'autres types de sollicitations). De plus, ce type d'essai revient à faire un cyclage thermique sous air. Or dans le cas des EBC, l'oxydation sous  $H_2O$  est prépondérante.

Il a été montré dans la partie précédente que l'environnement oxydant était particulièrement délétère pour la durée de vie du système. Ainsi, les essais de cyclage thermique en four sous environnement oxydant (avec une atmosphère riche en  $H_2O$  ou en  $O_2$ , figure 1.25) présentent l'avantage de coupler deux sollicitations dans un environnement maîtrisé. La durée de vie des systèmes revêtus d'EBC a particulièrement été étudiée dans la littérature à travers ce type d'essais [38, 183].

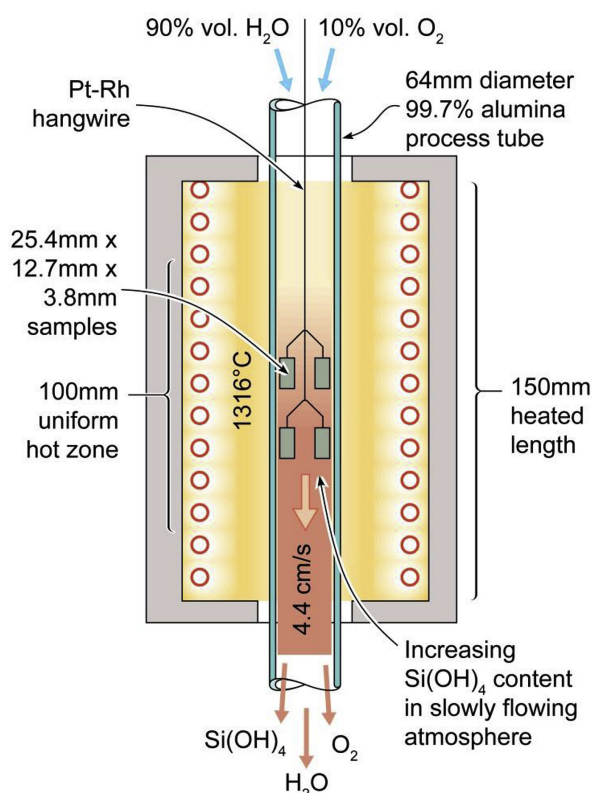


Figure 1.25 – Moyen d'essai permettant de coupler chargement thermique homogène (four) en présence d'espèces oxydantes [38].

Cependant, ces deux types d'essais sont limités à un chargement thermique homogène. Plusieurs études ont été menées à l'aide de banc à flamme [57] ou de banc laser. Les bancs laser ont d'abord été introduits pour mesurer la conductivité thermique et pour évaluer les performances des EBC sous un gradient de température [95, 97]. Ce type d'essai présente l'avantage de conserver une bonne maîtrise du niveau de température, en rajoutant un bon pilotage du chargement thermique (gradients multiaxiaux). Ce moyen d'essais, combiné à une multi-instrumentation (caméra thermique, pyromètre, caméra optique) a déjà été utilisé dans la littérature pour investiguer le comportement d'un CMC revêtu d'une EBC (figure 1.26(a)) [51, 60]. De plus, la NASA possède un moyen d'essai permettant de coupler un chargement mécanique à un chargement thermique de type laser (figure 1.26(b) [58]). Ce moyen permet d'avoir un couplage fort entre ces deux sollicitations.

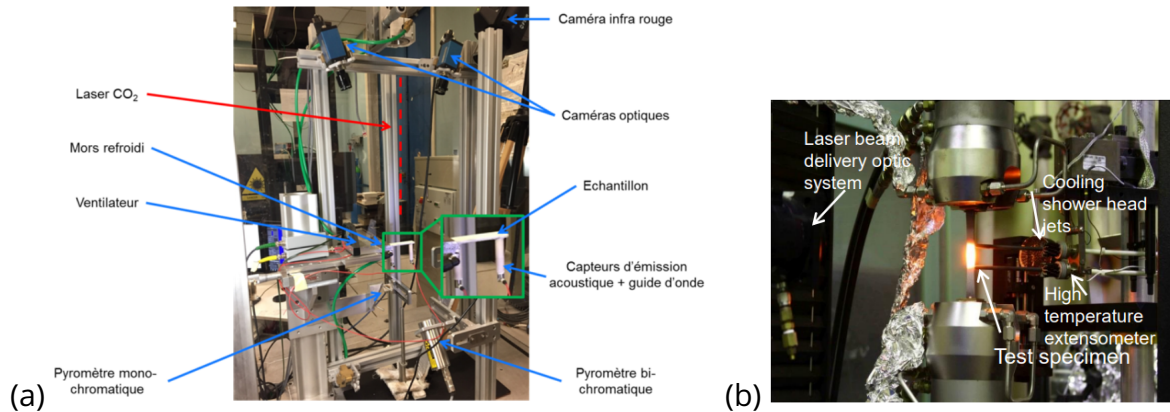


Figure 1.26 – (a) Essai de fatigue thermique sous chargement laser (ONERA) [51]. (b) Essai de traction sous gradients thermiques (NASA) [58].

Pour augmenter le niveau de représentativité, Zhu et son équipe ont mené des essais sous couplage faible entre gradients thermiques et environnement humide [79]. L'essai consistait en une alternance entre cyclage avec gradients thermiques sous air et cyclage en four isotherme en présence de vapeur d'eau et a permis de mettre en évidence un mécanisme de ruine par fissuration et délaminage présenté dans la partie précédente. Cette étude a ainsi souligné l'intérêt de coupler les sollicitations pour une meilleure représentativité des mécanismes de dégradation du système.

En haut de la pyramide d'essais, on citera les bancs de combustion, tels que les brûleurs haute pression, qui permettent de solliciter des pièces dans les conditions les plus représentatives de l'application visée. La figure 1.27 présente, par exemple, le brûleur haute pression de la NASA [41]. Ce moyen se rapproche fortement des conditions moteurs (haute pression, environ 16 atm et vitesse de gaz élevée, environ 850 m/s). Ce type de banc permet de coupler gradients thermiques et environnement oxydant et de solliciter des éprouvettes ainsi que des pièces de petites tailles.

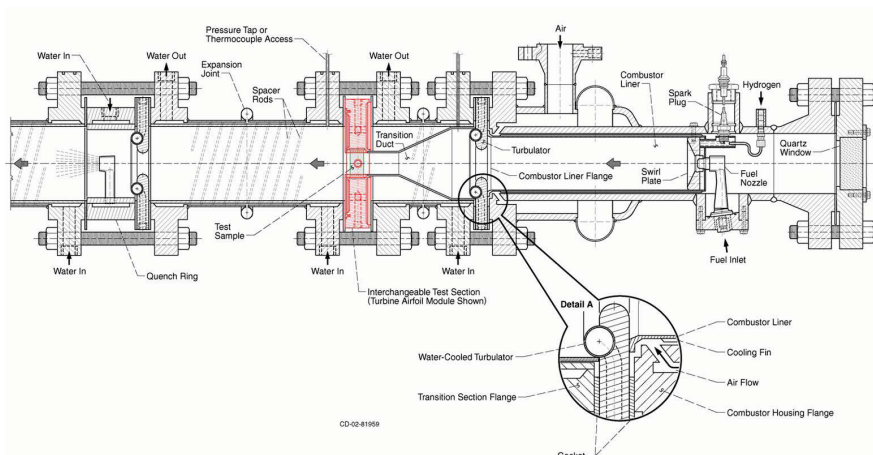


Figure 1.27 – Brûleur haute pression de la NASA [41].

Une installation comparable à l'échelle nationale est le banc MAATRE (Mécanique et aérodynamique des aubes de turbines refroidies) de l'institut P' [100, 99], présenté sur la figure 1.28. En effet, il permet de coupler les trois sollicitations d'intérêt : thermique (à travers un



brûleur), mécanique et oxydation et de tester des éprouvettes ainsi que des pièces de petites tailles. Il présente l'avantage de pouvoir reproduire les chargements thermomécaniques complexes proches des conditions rencontrées dans les parties chaudes des turbomachines en reproduisant des conditions extrêmes de température (supérieure à 1600°C) et de cinétique thermique (vitesse allant jusqu'à 300°C/s).

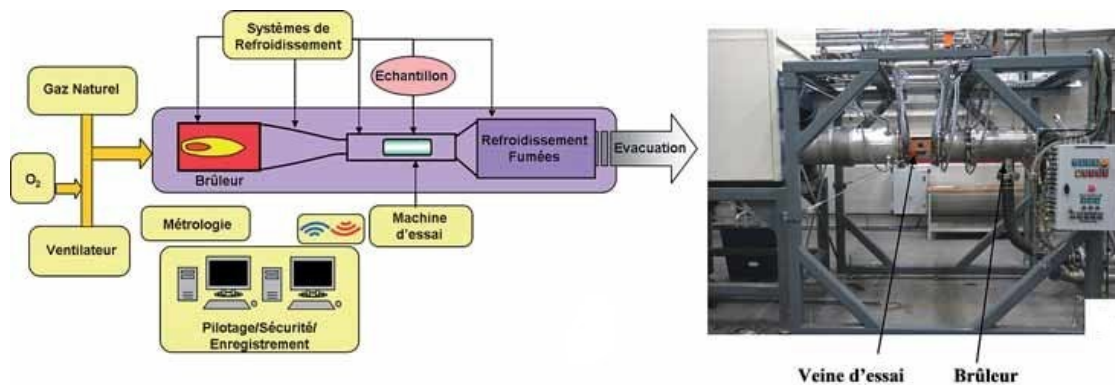


Figure 1.28 – Schéma du banc MAATRE [100].

En dernier lieu, la configuration la plus représentative de la pyramide d'essai est le banc d'essai moteur de l'avionneur pour lequel le coût de fonctionnement et la complexité d'instrumentation ne sont pas compatibles avec l'étude du comportement des pièces en CMC revêtus.

Finalement, l'environnement complexe induit par les essais sur banc de combustion, banc à flamme et banc MAATRE (qualifiés de représentatifs de l'environnement moteur) impose un niveau de difficulté plus important par rapport à un banc laser quant à la mise en place de l'essai, d'une instrumentation complète et du coût lié à chaque essai. L'utilisation d'un banc laser est plus appropriée dans cette étude. Notons également que dans la littérature, il ne figure pas d'essai permettant de mener un couplage fort entre gradients thermiques induits par chargement laser et environnement oxydant.

#### 1.4 Cadre de l'étude

Ce premier chapitre, à travers un état de l'art des systèmes CMC/EBC permet de souligner plusieurs points importants [98] :

- afin de garantir la tenue du système en environnement moteur, l'EBC doit protéger le CMC contre l'oxydation au cours d'un grand nombre de cycles moteur. La durée de vie du CMC revêtu dépend donc fortement de la durée de vie de l'EBC. Ainsi, si le revêtement est défaillant dans certaines conditions, la durée de vie du CMC se retrouve considérablement réduite,
- certains mécanismes d'endommagement sont plus importants que d'autres vis-a-vis de la durée de vie du système. D'un point de vue de l'oxydation, la croissance de la couche d'oxyde à l'interface s'est montrée être un mécanisme critique pour la tenue du revêtement. D'un point de vue thermomécanique, la fissuration du revêtement peut, dans certains cas, mener à un écaillage et une mise à nu du CMC face à l'environnement oxydant.

- les différentes natures de sollicitations et en particulier le couplage entre elles n'est pas suffisamment pris en compte dans la littérature. En particulier, il existe peu d'études, à l'échelle du matériau, couplant gradients thermiques et environnement oxydant. Très peu d'études couplent à la fois gradients thermiques, chargement mécanique et environnement oxydant avec une bonne maîtrise des chargements appliqués, même de façon séquencée.
- pour déterminer la durée de vie de l'EBC, il est nécessaire d'étudier les mécanismes de dégradation du système CMC revêtu dans des conditions les plus représentatives possibles de l'application moteur.

Les travaux de cette thèse se focaliseront donc sur la caractérisation des mécanismes d'endommagement du système CMC/EBC sous des sollicitations thermiques/mécaniques/ environnementales et leur impact sur sa durée de vie. Pour cela, deux axes de travail seront distingués. Le premier axe portera sur un couplage fort entre gradients thermiques et chargement mécanique. Une configuration de flexion 4 point sous faisceau laser avec temps de maintien sera étudiée. L'objectif sera de déterminer les mécanismes d'endommagement induits par ce type de chargement. En particulier, l'intérêt sera porté sur l'endommagement du revêtement. Le second axe portera sur un couplage fort entre gradients thermiques et environnement oxydant. L'objectif sera d'étudier l'impact de ce couplage sur l'oxydation de l'interface et la tenue du revêtement sur le CMC et de comparer ces résultats aux mécanismes induits à températures isothermes. Cela sera étudié à la fois pour un revêtement sain et un autre préalablement endommagé par chargement thermomécanique (couplage faible entre gradients thermiques/chargement mécanique/environnement).

Notons que dans l'ensemble du manuscrit, les notions de revêtement et d'EBC seront confondues.



# Chapitre 2 - Mise en place expérimentale, instrumentation et procédures d'analyse d'essais couplés pour la caractérisation du comportement du système CMC/EBC

Ce chapitre porte sur les moyens expérimentaux utilisés ainsi que l'instrumentation mise en place pour caractériser le comportement à haute température du système CMC/EBC. La première partie s'intéresse au couplage entre la thermique et la mécanique. Les essais conduits sur le banc BALI (Banc Laser Impulsionnel) pour d'une part l'identification du comportement thermomécanique non linéaire du système, et, d'autre part l'analyse de la fissuration du système, sont présentés. La deuxième partie s'intéresse au couplage entre la thermique et l'environnement oxydant. Les essais menés sous vapeur d'eau à température homogène et sous gradients thermiques sur les bancs BLAG (Banc Laser à Gradients) et BLOX (Banc Laser d'OXYdation) sont décrits. Enfin, la dernière partie détaille l'instrumentation utilisée pour le suivi et la caractérisation de l'endommagement du système : la corrélation d'images numériques (CIN), le suivi par caméra infrarouge (CIR), l'émission acoustique (EA) et l'analyse post-mortem par microscopie électronique à balayage (MEB).

## Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Couplage entre thermique et mécanique . . . . .</b>	<b>46</b>
2.1.1	Configuration des essais d'identification des propriétés du système CMC/EBC . . . . .	47
2.1.2	Configuration d'essais d'endommagement du système CMC/EBC par fissuration du revêtement . . . . .	51
<b>2.2</b>	<b>Couplage entre thermique et environnement oxydant . . .</b>	<b>51</b>
2.2.1	Essais d'oxydation sous air humide à température homogène .	51
2.2.2	Essais d'oxydation sous air humide et sous gradients thermiques	52
<b>2.3</b>	<b>Analyse de l'instrumentation mise en place pour la caractérisation de l'endommagement du système . . . . .</b>	<b>56</b>
2.3.1	Mesure de champs cinématiques par CIN . . . . .	56
2.3.2	Mesure de champs thermiques par caméra infrarouge . . . . .	60
2.3.3	Suivi de l'endommagement par émission acoustique . . . . .	65
2.3.4	Analyse de l'endommagement du système au microscope électronique à balayage . . . . .	67
<b>2.4</b>	<b>Bilan . . . . .</b>	<b>70</b>

---

## 2.1 Couplage entre thermique et mécanique

Afin de caractériser le comportement du système sous des sollicitations les plus représentatives possibles de l'environnement moteur dans lequel évoluent les pièces, il est important de se rapprocher des chargements réels (gradients thermiques, contraintes mécaniques, gaz corrosifs). La stratégie adoptée dans ces travaux, présentée dans le chapitre précédent, consiste à coupler de façon forte deux types de sollicitations (parmi les 3 investiguées) en gardant un niveau de compréhension des essais le plus élevé possible. Ainsi, pour l'investigation de l'effet du couplage entre la thermique et la mécanique sur l'endommagement du système, des essais ont été menés sur le Banc Laser Impulsionnel (BALI) et sur le Banc Laser à Gradients (BLAG) de l'ONERA. Ces deux bancs reposent, pour la partie thermique, sur une chauffe par laser CO<sub>2</sub> permettant de générer des gradients thermiques à la surface et dans l'épaisseur du système. Ce type de chauffage a été utilisé dans de nombreuses études de la NASA [48, 47, 107] et plus récemment dans les travaux de T. Archer [51] qui a eu recours au même banc laser et a pu montrer des mécanismes d'endommagement par fissuration du revêtement sous gradients thermiques.

Le banc BALI (figure 2.1(a)) permet de caractériser le fluage d'un système CMC/EBC sous une sollicitation couplant un chargement thermique et mécanique, et d'étudier le comportement de ce dernier avant et après endommagement. Pour la partie mécanique, un montage de flexion 4-points y est intégré. Le chargement de flexion se fait à l'aide de masses accrochées au montage, à température ambiante. Pour la partie thermique, un laser de puissance (3 kW) CO<sub>2</sub> ( $\lambda = 10.6 \mu\text{m}$ ) est utilisé. Le faisceau de ce dernier, piloté en puissance, est positionné au centre de la surface du revêtement. La chauffe peut être quasi instantanée ou avec une rampe de montée (vitesse au choix) jusqu'à la température visée, générant des gradients surfaciques et dans l'épaisseur du système. Comme un palier de température favorise le faïencage thermique par relaxation des contraintes par fluage [51], un palier thermique est maintenu plusieurs heures. Enfin un refroidissement est appliqué selon une rampe au choix (figure 2.1(b)). Plusieurs cycles thermiques sont alors appliqués suivant cette procédure. Dans ce travail, pour caractériser le comportement sous chargements mécanique/thermique, le chargement mécanique est d'abord imposé (et reste constant durant tout l'essai) puis les cycle(s) thermique(s) sont appliqués.

La chauffe par laser, et plus particulièrement le banc BALI, présente plusieurs avantages :

- les essais se déroulent en environnement "ouvert". Ainsi, une instrumentation riche peut être mise en place autour de l'éprouvette pour le suivi de l'essai,
- plusieurs gammes de températures peuvent être atteintes (dans ces travaux, les températures d'essai au niveau du point le plus chaud de la surface du revêtement vont de 1100°C jusqu'à 1290°C) et des rampes de montée et de descente en température avec des gammes de vitesses assez larges peuvent être appliquées (dans ces travaux, la montée en température s'effectue en 10 minutes, le refroidissement est soit quasi-instantané, de 15 min ou de 2 h),
- en variant les optiques et donc la forme du faisceau laser, il est possible de varier les chargements thermiques et d'accentuer les gradients suivant certaines directions,
- d'un point de vue mécanique, ce type de moyen (masse morte) est plus simple à mettre en œuvre sur un banc laser qu'une machine d'essai électromécanique.

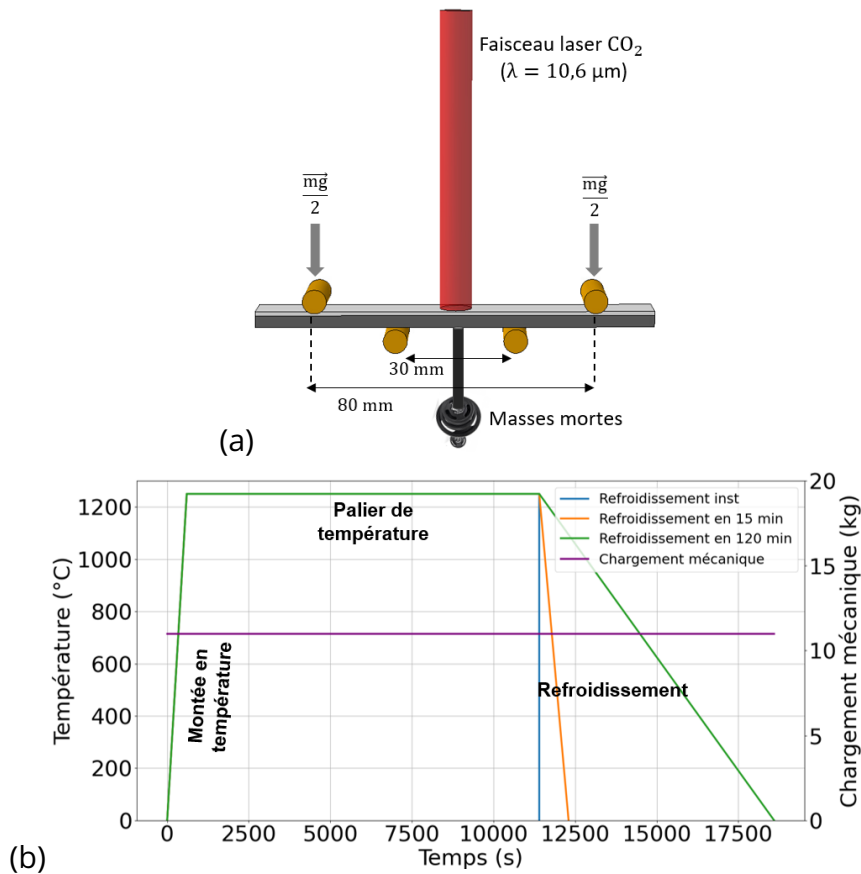


Figure 2.1 – (a) Schéma du banc BALI. (b) Exemples de chargement thermomécanique au point le plus chaud de la surface du revêtement.

Cependant, on peut noter quelques limites :

- le montage de flexion ne permet pas d'avoir accès à la face arrière du système pour mesurer le champ de température
- le chargement mécanique ne peut être mis en place qu'à froid. Lorsque le laser est lancé, il n'est plus possible de s'approcher du banc (pour des raisons de sécurité) pour modifier le chargement et cela durant tout l'essai,
- l'opérateur est obligé de poser des masses à la main ce qui peut être contraignant vis-à-vis de la stabilité du montage lorsque la masse morte est changée entre deux essais,
- la montée en charge ne peut pas se faire progressivement.

Dans ces travaux, le montage BALI a été utilisé pour caractériser (i) les propriétés du système CMC/EBC avant son endommagement et (ii) les mécanismes d'endommagement en fonction des conditions de chargement mécanique et thermique.

### 2.1.1 Configuration des essais d'identification des propriétés du système CMC/EBC

Les essais d'identification du comportement thermomécanique non linéaire du système dans une configuration de flexion 4 points sous gradients thermiques se sont déroulés sur le banc BALI. Les éprouvettes étaient de forme parallépipédique de dimensions 100 mm ×

10 mm × épaisseur. Le CMC présentait une épaisseur de 2.7 mm sur laquelle s'ajoutait l'épaisseur du revêtement. Plusieurs épaisseurs de revêtement ont été testées : 300  $\mu\text{m}$ , 1000  $\mu\text{m}$  et 1400  $\mu\text{m}$ . Les faces latérales des éprouvettes ont été mouchetées. Pour cela, une peinture haute température noire ([AremCO 840M: Ceramic-based, black pigmented coating for carbon and stainless steel to 1093°C](#)) a été déposée à l'aide d'un aérographe. Après une étape de séchage de 2 h à température ambiante, la peinture a été stabilisée en étuve à 300°C pendant 4 h puis le système a subi un cycle thermique en four à 1100°C pendant 2 h.

La mise en place expérimentale est présentée sur la figure 2.2. Le laser étant piloté en puissance, une caméra infrarouge a systématiquement été utilisée pour observer la surface du revêtement afin d'étalonner la puissance nécessaire pour arriver au niveau de température maximal visé au centre de la surface du revêtement. La mesure du champ de température au cours de tout l'essai a également été possible à la surface du revêtement. Ces champs thermiques sont nécessaires à l'étape d'identification des propriétés du système. Ainsi, 2 caméras ont été employées (selon les périodes d'essais) : une caméra de type FLIR X658osc MWIR (3 – 5  $\mu\text{m}$  avec un filtre passe-bande à 4  $\mu\text{m}$  entre 300 – 1500°C) et une caméra de type FLIR X6901 SLS LWIR (7,5 – 12  $\mu\text{m}$ ). Un exemple de champ mesuré pendant le palier thermique est présenté sur la figure 2.3.

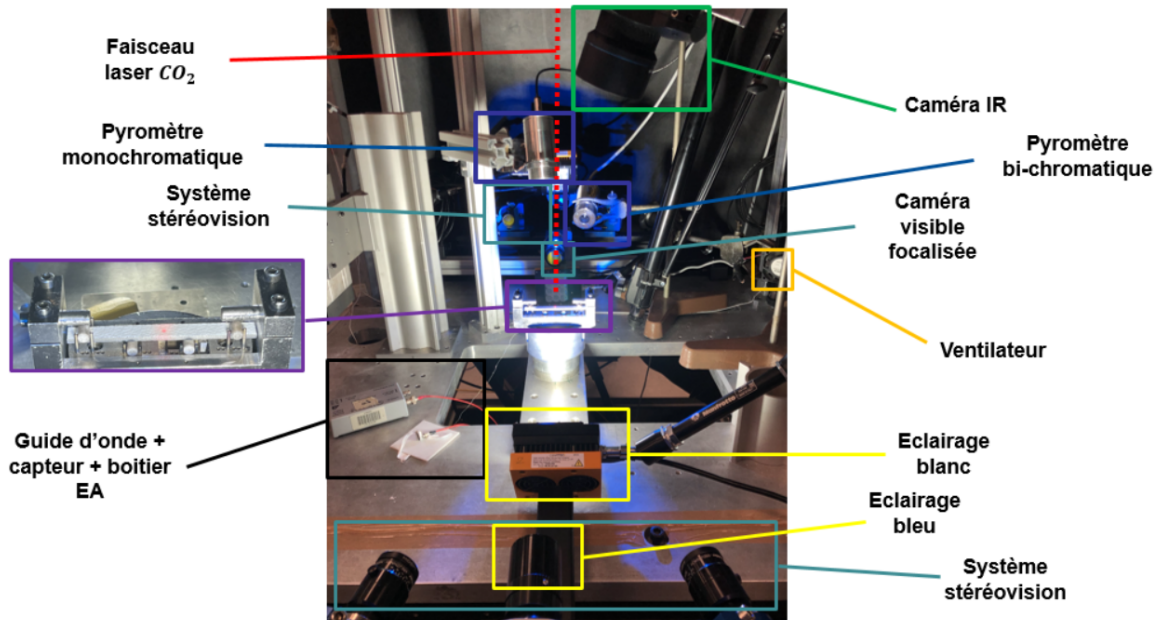


Figure 2.2 – Mise en place expérimentale pour des essais d'identification des propriétés du système CMC/EBC.

Pour fiabiliser les mesures thermiques à la surface du revêtement, un pyromètre monochromatique optris CTlaser G7 (8  $\mu\text{m}$  de longueur d'onde, avec une zone de collecte de 3,4 mm de diamètre pour la focalisation utilisée lors des essais) a été ajouté pour mesurer l'évolution de la température du point le plus chaud au cours du cycle thermique (figure 2.4(a)) en se basant sur les mesures d'émissivité effectuées préalablement [60]. En face arrière, un pyromètre bi-chromatique (IGAR6) a été mis en place afin de s'assurer du niveau de température atteint. La zone visée est située entre les rouleaux interne et externe. La face du CMC étant difficilement accessible (le montage ne prévoit pas d'ouverture pour des mesures thermiques en face arrière), un miroir contenant un dépôt en or sur sa surface a été placé de sorte à réfléchir le faisceau du pyromètre sur la zone d'intérêt. La figure 2.4(b) présente l'évolution de la température de cette zone au cours d'un cycle thermique.



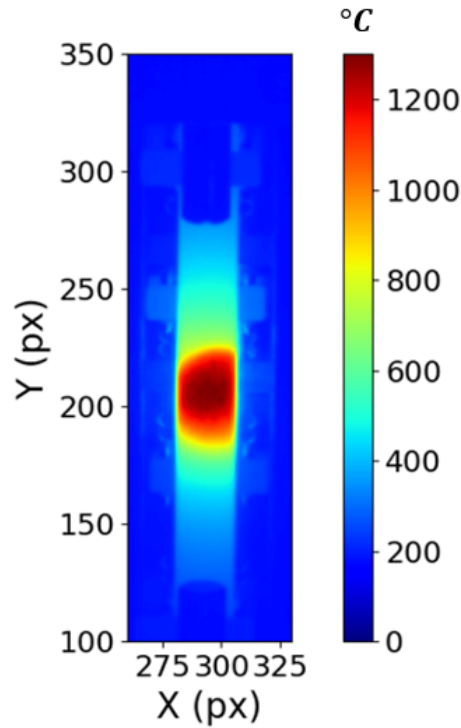


Figure 2.3 – Exemple d'un champ de température généré par le faisceau laser à la surface du revêtement.

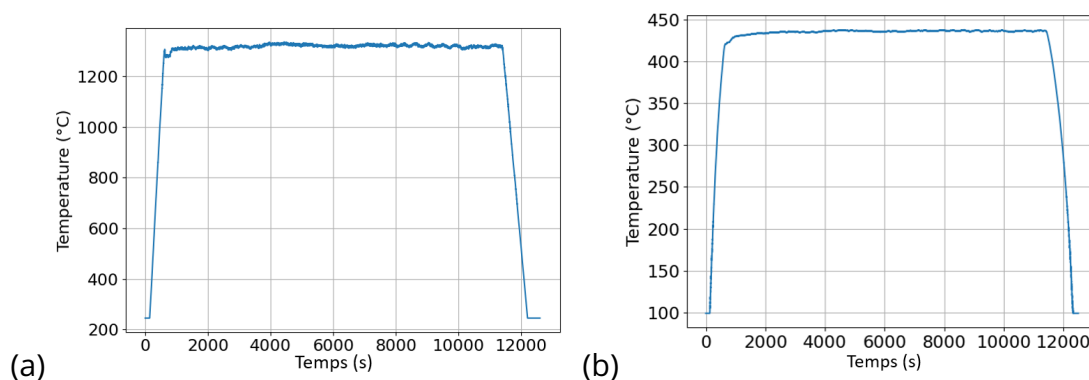


Figure 2.4 – (a) Évolution de la température du point le plus chaud à la surface du revêtement. (b) Évolution de la température à la surface du CMC à mi-distance entre le rouleau supérieur et le rouleau inférieur.

Sous chargement thermomécanique avec présence de gradients thermiques, l'éprouvette se dilate et fléchit. Plusieurs caméras en lumière visible ont été mises en place afin de mesurer les champs de déplacements sur les deux faces latérales de l'éprouvette par corrélation d'images. Ainsi, un double système de stéréovision a été placé de part et d'autre de l'éprouvette. Le premier système est constitué de 2 caméras Allied Vision ALVIUM 1800U-1236M avec un objectif Schneider 2.8/50 (avec une taille physique pour un pixel de l'ordre de 25  $\mu\text{m}$ ). Le second système est constitué de 2 caméras Allied Vision ALVIUM 1800U-2460M avec un objectif Schneider 2.8/50 (avec une taille physique pour un pixel de l'ordre de 35  $\mu\text{m}$ ). Une image acquise par chaque caméra est présentée sur la figure 2.5. La procédure de mesure de champs de déplacements par stéréocorrélation sera détaillée dans le paragraphe

### 2.3.1.

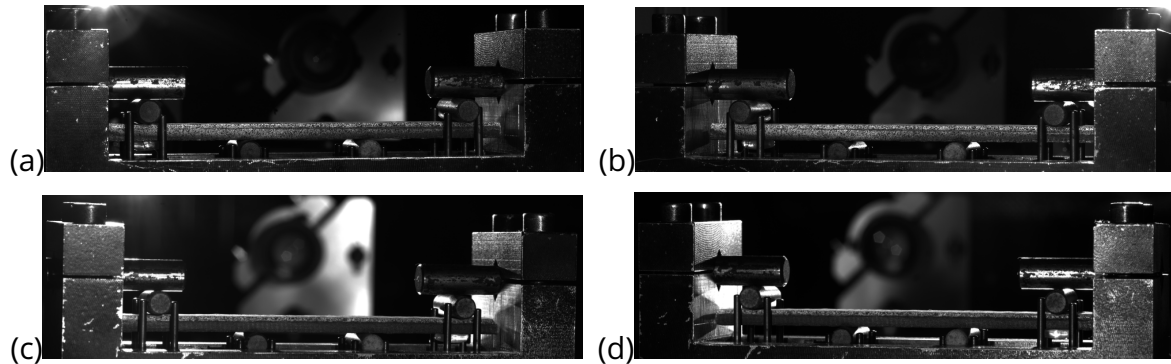


Figure 2.5 – Surfaces observées par les 4 caméras du double système de stéréovision.

Pour l'éclairage, un spot Effilux bleu 465 nm Near Far a été ajouté de chaque côté pour éviter le rayonnement de l'échantillon à haute température (figure 2.6(a-b)). Des filtres bleus (Schneider Kreuznach filtre passe-bande BP 465 – 70 HT) ont également été ajoutés aux caméras visibles. Deux blocs rectangulaires Gsvitec MultiLED ont été placés de chaque côté de l'échantillon pour améliorer la luminosité de la scène (figure 2.6(c)). Un ventilateur a également été placé pour minimiser le phénomène de brume de chaleur [112].

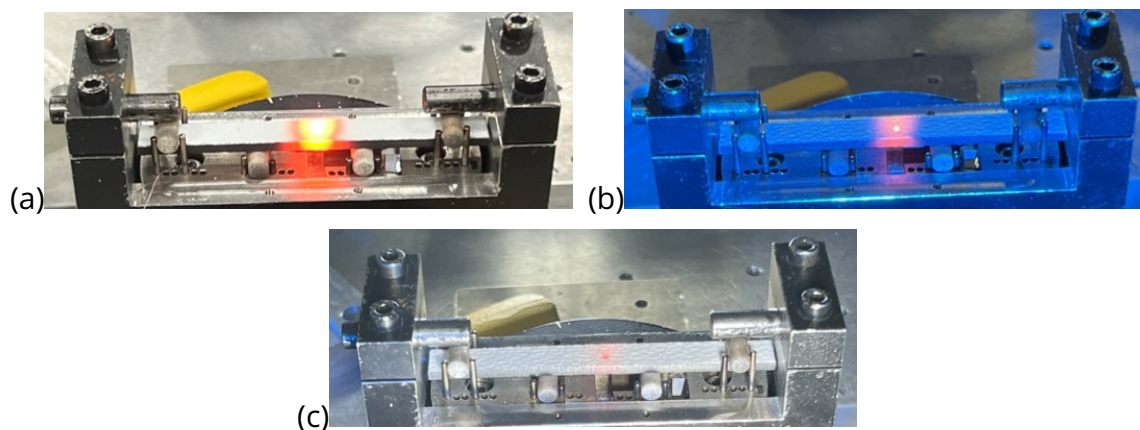


Figure 2.6 – Au cours du palier thermique : (a) éprouvette avant l'ajout de la lumière bleue, (b) éprouvette après l'ajout de la lumière bleue, (c) éprouvette après l'ajout de la lumière bleue et de la lumière blanche.

Pour détecter des fissures au niveau de la zone centrale, une caméra en lumière visible FLIR GS3-U3-123S6M-C (12,3 mégapixels) a été focalisée au niveau du centre de l'éprouvette, entre les deux appuis internes. Une image acquise avec cette caméra est présentée sur la figure 2.7, avec une résolution de  $5 \mu\text{m}$  pour 1 px. La procédure de mesure de champs de déplacements par CIN sera détaillée dans le paragraphe 2.3.1.

Pour suivre l'endommagement du système au cours de l'essai, une mesure de l'émission acoustique a été mise en place. Cette méthode sera détaillée dans le paragraphe 2.3.3

### 2.1.2 Configuration d'essais d'endommagement du système CMC/EBC par fis-

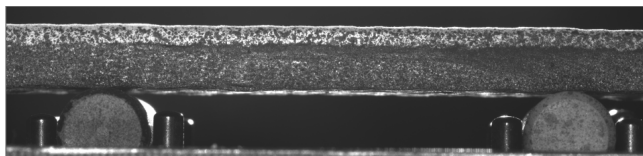


Figure 2.7 – Surface observée par la caméra focalisée sur le centre d'une face latérale.

### **suration du revêtement**

Les essais sous chargement couplé mécanique/gradient thermique jusqu'à fissuration ont pour objectif de maîtriser et comprendre l'impact des paramètres d'essais sur le développement du réseau de faïençage à la surface et au cœur du revêtement. Les essais se sont déroulés dans une configuration de flexion 4 points sous gradients thermiques sur le banc BALI. La géométrie des éprouvettes est similaire à celle utilisée pour les essais d'identification.

Le déroulement des essais est similaire à celui présenté précédemment. Dans un premier temps, les éprouvettes ont été chargées mécaniquement à température ambiante. Dans un second temps, le chargement laser a été appliqué avec une rampe jusqu'à la puissance cible, puis un palier thermique a été imposé pendant 3 h. Ce temps de palier a été défini en s'appuyant sur les résultats de la littérature [51] de façon à favoriser la relaxation de l'état de contrainte par fluage du revêtement. Enfin un refroidissement (instantané ou avec une rampe) a été employé.

Plusieurs paramètres d'essai ont été modifiés afin d'investiguer leur impact sur la fissuration du revêtement : le niveau de chargement mécanique (avec des masses allant de 6 kg à 13 kg), le niveau de température du point le plus chaud (1100°C et 1250°C), la vitesse de refroidissement (durée quasi-instantanée, 15 min de refroidissement et 120 min de refroidissement) et l'épaisseur du revêtement (300  $\mu\text{m}$ , 1000  $\mu\text{m}$ , 1400  $\mu\text{m}$ ).

L'instrumentation a été allégée pour ces essais. En effet, l'objectif était de suivre l'endommagement du système. Pour ce faire, une caméra infrarouge a été placée au-dessus de la surface du revêtement pour étalonner la puissance laser et mesurer le champ de température imposé. La mesure de l'activité acoustique a également été mise en place afin d'avoir des indications sur les instants d'amorçage de l'endommagement. Les éprouvettes ont par la suite été analysées par microscopie électronique à balayage.

## **2.2 Couplage entre thermique et environnement oxydant**

Le second couplage étudié dans ces travaux est celui entre la thermique et l'environnement humide. Pour cela, des essais ont été conduits sous vapeur d'eau à température homogène (pour constituer une base de comparaison) et sous gradients thermiques.

### **2.2.1 Essais d'oxydation sous air humide à température homogène**

Des essais de vieillissement ont été réalisés à température homogène afin de caractériser l'oxydation du système en présence de vapeur d'eau. Le four peut atteindre une température maximale de 1500°C et a été utilisé à différentes températures dans le cadre de ces travaux.

Un schéma simplifié du moyen d'essai est présenté sur la figure 2.8. Le four possède deux

arrivées : une première pour transporter l'air régulé par un débitmètre et une seconde pour transporter l'eau (à température ambiante) régulée par une pompe péristaltique, le tout à pression atmosphérique. L'eau se transforme à l'entrée du four en vapeur d'eau puisque la température de la colonne dépasse 100°C. Les échantillons sont suspendus à l'aide de fils en platine (toutes les faces sont libres de tout contact). En plus du thermocouple de régulation du four, un thermocouple de type N (Nickel-Chrome-Silicium, pouvant mesurer jusqu'à 1500°C en environnement oxydant) a été placé au niveau des échantillons pour contrôler la température durant tout l'essai. En bas de la colonne, une sortie permet à l'air et à la vapeur d'eau de s'échapper pour un renouvellement de l'environnement.

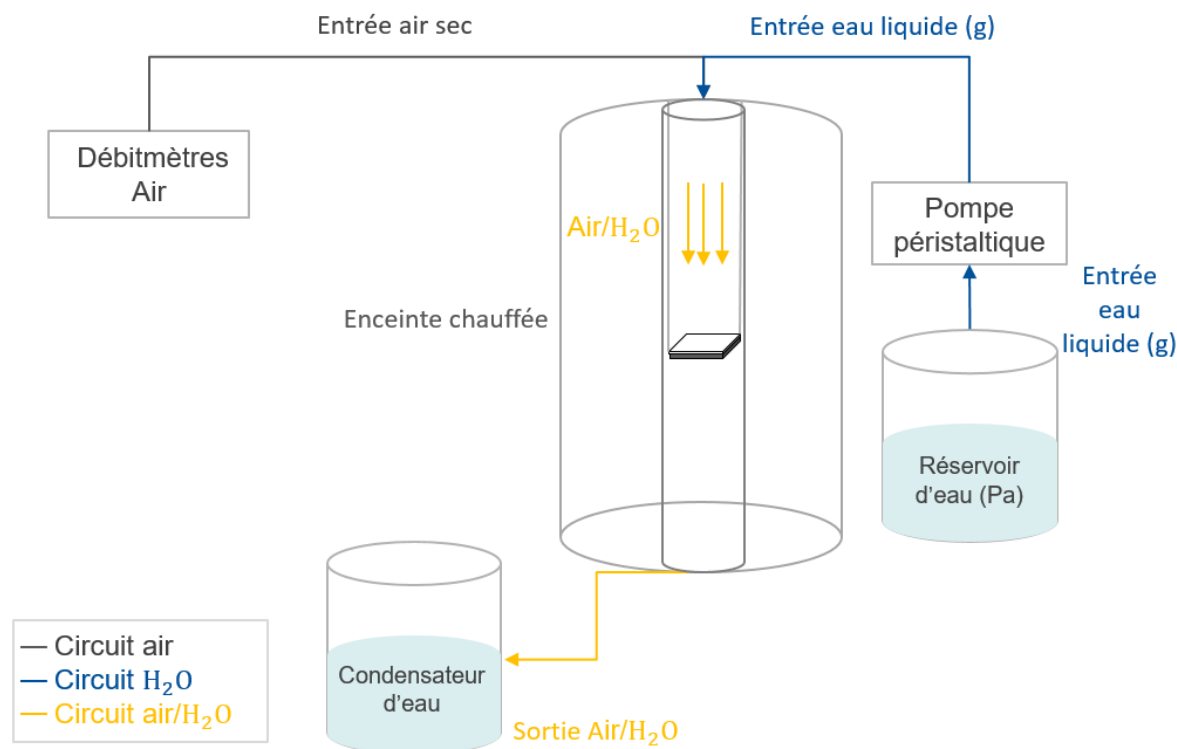


Figure 2.8 – Schéma du principe de fonctionnement du four d'oxydation de l'ONERA.

Les essais de vieillissement ont été réalisés sur plusieurs épaisseurs de revêtement (300  $\mu\text{m}$ , 1000  $\mu\text{m}$ , 1400  $\mu\text{m}$ ), pour 2 niveaux de températures et pour plusieurs durées d'exposition : 240 h, 500 h, 1000 h et 2000 h. De plus, deux proportions de vapeur d'eau par rapport à l'air ont été employées : 50 kPa de vapeur d'eau et 90 kPa de vapeur d'eau.

Plusieurs limites ont été rencontrées au cours de ces essais. En particulier, pour les durées d'exposition les plus longues, la gaine du thermocouple N s'oxydait empêchant la mesure de la température. Pour certains essais, le thermocouple N a été remplacé par un thermocouple S (platine/rhodium).

### 2.2.2 Essais d'oxydation sous air humide et sous gradients thermiques

Parallèlement aux essais à température homogène, des essais ont été menés sous gradients thermiques au BLOX. Les éprouvettes utilisées sont toutes de dimensions 18 mm  $\times$  18 mm  $\times$  épaisseur dont le substrat en CMC d'une épaisseur de 2.7 mm et un revêtement d'une épaisseur de 300  $\mu\text{m}$  ou 1000  $\mu\text{m}$ .

La partie thermique du banc repose sur le même laser  $\text{CO}_2$  que celui utilisé dans la partie thermomécanique. Pour la partie environnementale (figure 2.9), l'entrée du gaz vecteur (ici argon) est régulée par un débitmètre. L'eau est stockée dans un réservoir relié à une pompe péristaltique qui permet son transport jusqu'à l'entrée de l'enceinte après avoir été évaporée. Cette pompe est étalonnée avant chaque essai. L'enceinte est chauffée grâce à un circuit d'huile à  $130^\circ\text{C}$ . Ainsi, l'eau en entrant dans le circuit s'évapore. Puis, un système mélangeur permet de mélanger la vapeur d'eau au gaz vecteur. À sa sortie, le mélange est projeté dans la colonne où se situe l'échantillon. Une sortie de gaz permet de renouveler en continu le mélange vapeur d'eau/argon. L'enceinte peut également être régulée en pression.

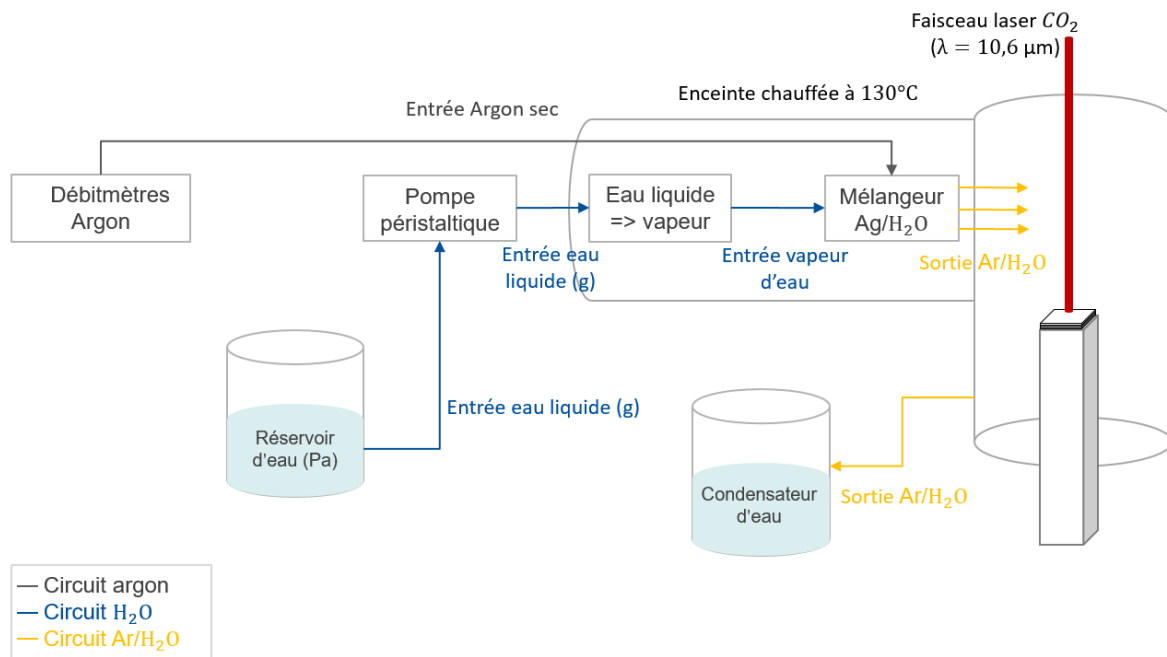


Figure 2.9 – Schéma du principe de fonctionnement du banc BLOX de l'ONERA.

Le banc d'essai étant une enceinte fermée avec trois hublots, la mise en place d'une instrumentation pour l'étalonnage et le suivi de l'essai est limitée. Dans un premier temps, des tirs laser quasi-instantanés sont effectués sur du papier thermosensible afin de vérifier la forme du faisceau et son positionnement sur l'échantillon (figure 2.10).



Figure 2.10 – Exemple de positionnement du faisceau laser.

Pour régler la puissance laser, une caméra infrarouge (FLIR X658osc MWIR (3 – 5  $\mu\text{m}$  avec un filtre passe-bande à 4  $\mu\text{m}$  entre 300 – 1500°C)) est placée sur une fenêtre d'accès avec hublot retiré avant le lancement de la vapeur d'eau. Un exemple de champ de température mesuré à la puissance maximale appliquée est présenté sur la figure 2.11. Ce champ de température est comparable à celui que l'on peut obtenir au banc BLAG. De plus, un pyromètre bi-chromatique (IGAR6) a été placé devant un hublot fermé de sorte à viser le point le plus chaud de la surface du revêtement. En face arrière (face CMC), un thermocouple N a été mis en contact avec le matériau sous la zone de chauffe. Une fois la puissance laser atteinte, la caméra IR est retirée et le hublot fermé. La vapeur d'eau a ensuite été lancée. Le suivi de l'essai se fait alors en surveillant la constance des données du thermocouple en face arrière et du pyromètre en face avant.

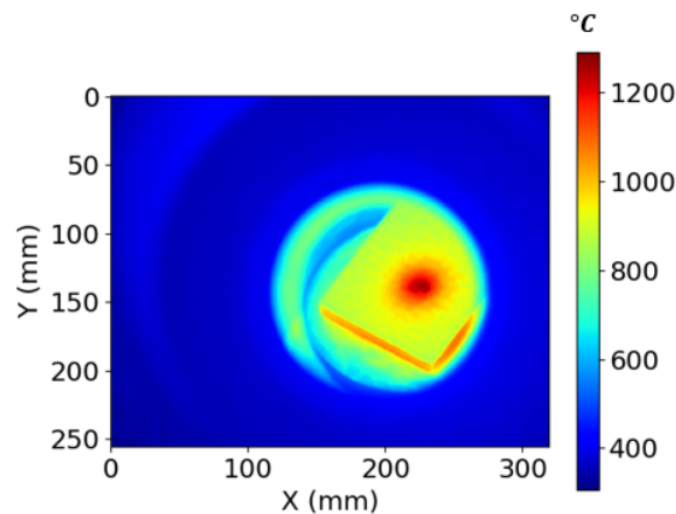


Figure 2.11 – Champ de température à la surface du revêtement dans le BLOX.

Les essais se sont tous déroulés à 50 kPa de vapeur d'eau, à pression atmosphérique. Les durées s'étendaient de 30 h à 240 h. Deux épaisseurs de revêtement ont été sollicitées, sous gradients thermiques avec une température maximale en surface de revêtement d'environ 1250°C, ce qui mène à deux domaines de température à l'interface [800-900]°C pour les revêtements épais et [770-1100]°C pour les revêtements fins. Deux états de revêtement ont été testés : d'une part des revêtements sains et d'autre part des revêtements fissurés (soit par faïençage en surface du revêtement, soit à l'interface CMC/EBC) préalablement sous gradients thermiques. Les échantillons sollicités ont par la suite été analysés au MEB.

Certains des résultats obtenus sous environnement oxydant ont été comparés à ceux obtenus sous air, sur la même géométrie d'éprouvette avec un chargement laser pour la partie thermique. Ce type de chargement a été obtenu à l'aide du banc BLAG (Banc LASer à Gradients) afin de générer différents types de fissuration (soit en surface du revêtement, soit à l'interface CMC/EBC) avant de caractériser le comportement sous chargement couplé thermique/environnement au BLOX.

Sur ce banc BLAG, l'essai se déroule comme suit :

- la chauffe se fait suivant une rampe de puissance (0,5 W/s) jusqu'à 102 W (équivalent à environ 1250°C au niveau du point le plus chaud),



- le palier thermique est maintenu pendant 160 s,
- un refroidissement avec une rampe de  $-0,5 \text{ W/s}$  est appliqué.

Le montage expérimental est présenté sur la figure 2.12. L'échantillon est posé sur deux tiges d'alumine. Sur la face avant, une caméra IR (FLIR X6580sc MWIR  $3 - 5 \mu\text{m}$  avec un filtre passe-bande à  $4 \mu\text{m}$  entre  $300 - 1500^\circ\text{C}$ ) permet de régler la puissance laser et de mesurer le champ de température durant tout l'essai. Un exemple de champ de température mesuré à la surface du revêtement au maximum de puissance appliquée pour un faisceau décentré est présenté sur la figure 2.13. Un pyromètre monochromatique optris CTlaser G7 ( $8 \mu\text{m}$  de longueur d'onde, avec une zone de collecte de  $3,4 \text{ mm}$  de diamètre pour la focalisation utilisée lors des essais) est ajouté pour fiabiliser la mesure de la température au point le plus chaud de la surface du revêtement. Sur la face arrière une seconde caméra (FLIR X8581 SLS LWIR ( $7,5 - 12 \mu\text{m}$ )) ainsi qu'un pyromètre bi-chromatique IGAR6 y sont placés. Afin de suivre l'endommagement du système durant l'essai, un système d'émission acoustique a été mis en place.

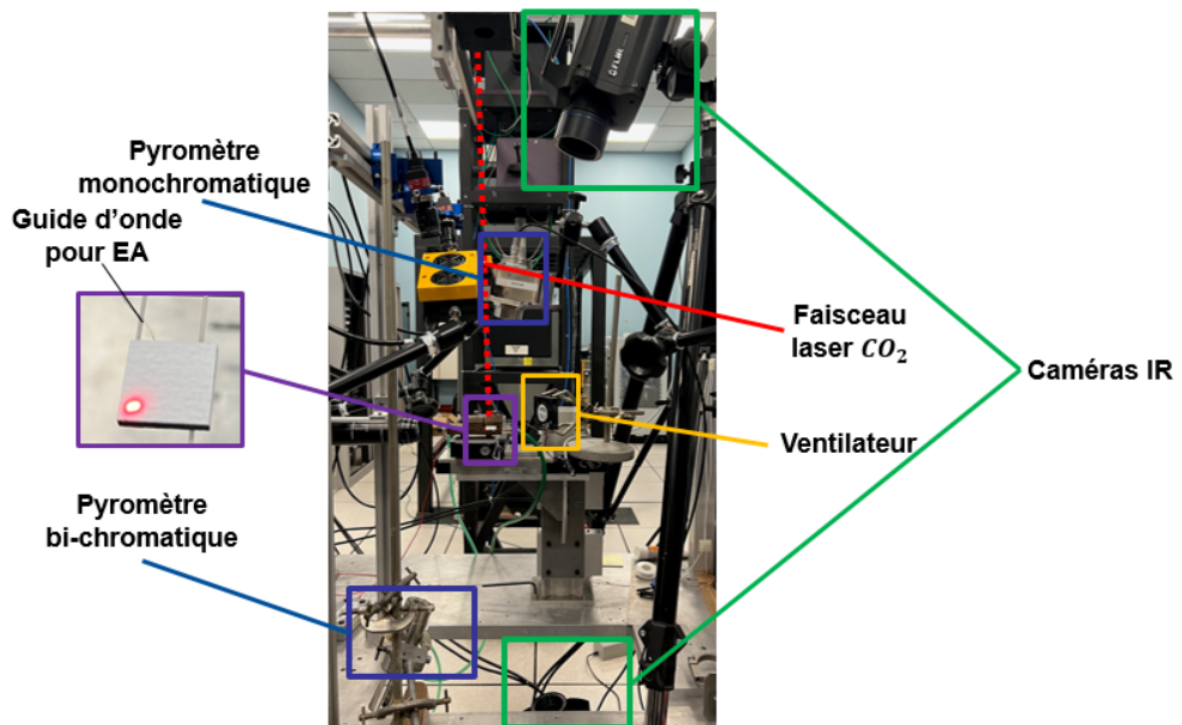


Figure 2.12 – Mise en place expérimentale pour des essais d'endommagement de l'interface par fissuration sous faisceau laser décentré.



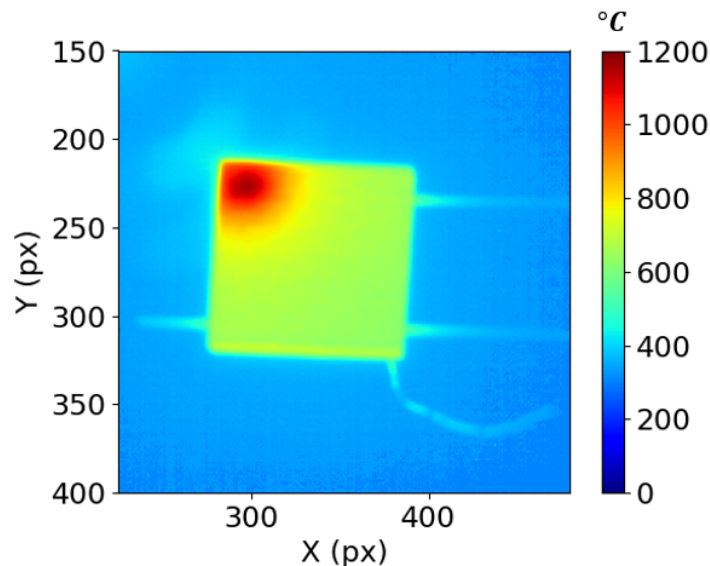


Figure 2.13 – Champ de température à la surface du revêtement avec un faisceau laser décentré.

### 2.3 Analyse de l'instrumentation mise en place pour la caractérisation de l'endommagement du système

Dans cette partie sera détaillée l'analyse de l'instrumentation mise en place pour caractériser le comportement du système CMC/EBC : corrélation d'images numériques (2D et 3D), mesure de champs thermiques par caméra IR et suivi de l'émission acoustique. De plus, la procédure suivie pour des contrôles post-mortem au MEB est également décrite.

#### 2.3.1 Mesure de champs cinématiques par CIN

La CIN a été mise en place au cours de certaines campagnes d'essais de flexion 4 points sous chargement laser avec comme objectif de mesurer le champ de déplacement sur les deux faces latérales de l'éprouvette. Ces mesures de champs permettent d'estimer le fluage sur chaque palier thermique. De plus, ces champs cinématiques, au même titre que les champs thermiques, sont indispensables pour identifier les propriétés thermomécaniques non linéaires du système [60].

#### Mesure de champs cinématiques par CIN 2D

Lors de la première campagne d'essais de flexion 4 points sous chargement laser, des caméras en monovision ont été placées de part et d'autre de l'éprouvette ne permettant une mesure par CIN qu'en 2D. De plus, les images acquises présentaient des variations de niveaux de gris relativement élevées au cours du chargement thermique. Cela était dû au mouchetis qui s'oxydait à haute température, au rayonnement dû au faisceau laser au centre de l'éprouvette et à l'éclairage qui induisait des zones d'ombre. Ainsi, pour remédier à ces problématiques, une méthodologie de correction de brillance et de contraste a été développée. Cette méthodologie a fait l'objet de l'article en Annexe 1. Les notations ont été modifiées par rapport à la version soumise de l'article afin de garder une cohérence avec celles utilisées pour la stéréocorrélation présentée dans la partie suivante. La figure 2.14 présentant les résidus de corrélation avant et après corrections de brillance et de contraste, permet de souligner l'apport de ces corrections sur la réduction de ces résidus.

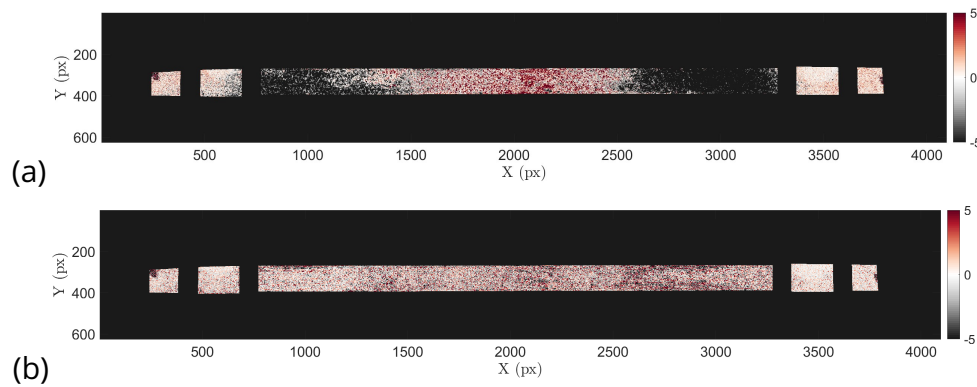


Figure 2.14 – Résidus de corrélation (en niveaux de gris) : (a) avant et (b) après corrections de brillance/contraste.

### Mesure de champs cinématiques par PGD-stéréocorrélation

L'hypothèse initiale de déplacement hors plan nul pendant l'essai étant remise en cause (cela sera expliqué dans le chapitre 4), un passage à la stéréocorrélation (SC) [114, 118, 131] était nécessaire (cela sera détaillé dans le chapitre 4). Reposant sur l'utilisation de deux caméras [131, 133] ou plus [116, 132], cette technique permet de mesurer les déplacements des régions d'intérêt (ROI) de surfaces externes d'objets 3D.

Pour ces essais, les faces latérales des éprouvettes ont été mouchetées avec une peinture haute température noire (AremCO 840M: Ceramic-based, black pigmented coating for carbon and stainless steel to 1093°C) à l'aide d'un aérographe. Après une étape de séchage de 2 h à température ambiante, la peinture a été stabilisée en étuve à 300°C pendant 4 h puis le système a subi un cycle thermique en four à 1100°C pendant 2 h.

Contrairement à la plupart des logiciels commerciaux qui reposent sur une méthode locale [120, 121] (où le déplacement moyen attribué à chaque centre de subset analysé est la seule information conservée), le choix a été fait dans ces travaux d'utiliser une méthode globale basée sur les éléments finis [116, 117, 124]. Elle consiste à exprimer les paramètres extrinsèques et intrinsèques de chaque caméra dans le référentiel virtuel de la surface d'intérêt dès l'étape d'étalonnage [122]. Cette procédure présente l'avantage de pouvoir comparer les champs mesurés et ceux calculés sans étape intermédiaire [123] puisque ces derniers sont exprimés sur la même discrétisation spatiale [125, 126]. De plus, une régularisation des déplacements mesurés résulte naturellement de ce type de discrétisation contrairement aux méthodes locales.

Le caractère intrinsèquement mal-posé du problème et le progrès constant des appareils d'imagerie menant à de longues séries d'images temporelles sont à l'origine des coûts liés au calcul de stéréocorrélation. Pour réduire la complexité des champs mesurés et de ce fait gagner en temps de calculs, la SC a été étendue à l'approche par décomposition orthogonale aux valeurs propres (POD pour Proper Orthogonal Decomposition) [135, 136] qui est une technique de traitement statistique du signal permettant de décrire le domaine d'intérêt à travers une base modale et de tronquer cette description aux modes principaux les plus représentatifs du phénomène observé dans une base réduite. Cette réduction de données de mesures permet d'appliquer un débruitage [130] en plus de réduire la quantité de données à traiter [137].

Lorsque les champs sont construits à la volée, la décomposition généralisée appropriée

(PGD pour Proper Generalized Decomposition) [138, 139, 140, 141], extension de la POD, peut être utilisée. En découplant les problèmes d'espace et de temps, l'approche PGD accélère de manière significative les calculs de (stéréo)corrélation [112, 141]. De plus, les régularisations temporelle et spatiale peuvent être intégrées à ces schémas [112, 143, 142].

Ainsi, dans cette partie sera présenté le formalisme de la SC standard basée sur une méthode globale puis la description sera étendue à la PGD appliquée à la SC, plus particulièrement utilisée dans ces travaux.

**Étalonnage du système de stéréovision : construction de la matrice de projection** Soit  $N_c \geq 2$  le nombre de caméras utilisées. A chaque caméra est associée une matrice de projection  $[\mathbf{I}^m]$  ( $m$  étant compris dans  $[1, N_c]$ ) reliant les 4 coordonnées homogènes d'un point 3D  $\{\mathbf{X}\}$  de la surface d'un échantillon aux 3 coordonnées homogènes de sa projection 2D  $\{\mathbf{x}^m\}$  dans le plan de chaque caméra [114]. Ainsi, en prenant  $s^m$  comme facteur d'échelle local, on a

$$s^m\{\mathbf{x}^m\} = [\mathbf{I}^m]\{\mathbf{X}\} \quad (2.1)$$

Contrairement aux approches classiques qui considèrent une des caméras du système comme "maître" et la seconde comme "esclave" [114], ici la surface d'intérêt est considérée comme le maître et toutes les caméras sont reliées à celle-ci [115]. Il est alors possible de construire  $\hat{f}(\mathbf{X})$  le motif de surface en niveaux de gris de l'image  $f$  comme étant une référence unique estimée par étalonnage au niveau de la ROI commune à toutes les caméras, au temps initial  $t_0$ , sous la forme suivante

$$\hat{f}(\mathbf{X}) = \frac{1}{N_c} \sum_{m=1}^{N_c} f^m(\mathbf{x}^m(\{\mathbf{X}\}, [\mathbf{I}^m]), t_0) \quad (2.2)$$

Cette étape d'étalonnage doit être menée avec soin et être la plus précise possible pour permettre des mesures cinématiques 3D exploitables avec une grande précision et un niveau de résidu le plus bas possible [144].

**Principe de la stéréocorrélation instantanée** Le champ de déplacement  $\mathbf{U}(\mathbf{X}, t)$  est calculé en minimisant le résidu global, pour toutes les  $N_c$  caméras au temps  $t$ , de l'écart entre une image de référence et sa déformée. Cela consiste à exprimer  $\mathbf{V}(\mathbf{X}, t)$  un déplacement donné de l'essai tel que

$$\tilde{f}_{\mathbf{V}}^m(\mathbf{x}^m(\{\mathbf{X}\}, [\mathbf{I}^m]), t) = f^m(\mathbf{x}^m(\{\mathbf{X}\} + \{\mathbf{V}(\mathbf{X}, t)\}, [\mathbf{I}^m]), t) \quad (2.3)$$

avec  $f^m(\mathbf{x}^m, t)$  l'image acquise par la caméra  $m$  au temps  $t$  et  $\tilde{f}_{\mathbf{V}}^m(\mathbf{x}^m(\{\mathbf{X}\}, [\mathbf{I}^m]), t)$  l'image corrigée. Le champ de déplacement recherché doit alors minimiser la fonction coût sur toute la ROI considérée

$$\mathbf{U}(\mathbf{X}, t) = \underset{\mathbf{V}}{\operatorname{argmin}} \sum_{m=1}^{N_c} \|\rho_{\mathbf{V}}^m(\mathbf{x}^m, t)\|_{ROI}^2 \quad (2.4)$$

avec le résidu local en niveau de gris  $\rho_{\mathbf{V}}^m(\mathbf{X}, t)$  défini par

$$\rho_{\mathbf{V}}^m(\mathbf{X}, t) = \rho_{\mathbf{V}}^m(\mathbf{x}^m(\{\mathbf{X}\}, [\mathbf{I}^m]), t) = \hat{f}(\mathbf{X}) - \tilde{f}_{\mathbf{V}}^m(\mathbf{x}^m(\{\mathbf{X}\}, [\mathbf{I}^m]), t) \quad (2.5)$$

Une discrétisation par éléments finis est considérée et permet d'exprimer le champ de déplacement recherché

$$\mathbf{U}(\mathbf{X}, t) = \sum_{i=1}^{N_x} a_i(t) \Phi_i(\mathbf{X}) \quad (2.6)$$

avec  $N_x$  le nombre de degrés de liberté et  $\Phi_i(\mathbf{X})$  les fonctions de forme (spatiales) correspondantes. Les amplitudes nodales  $a_i(t)$  sont alors toutes stockées dans le vecteur colonne  $\{\mathbf{a}(t)\}$ , qui est à déterminer à chaque pas de temps  $t$ . Sa détermination consiste à résoudre l'équation (2.4) avec un schéma de Gauss-Newton conduisant à un système linéaire fonction des corrections des déplacements nodaux  $\{\delta\mathbf{a}(t)\}$  tel que

$$[\mathbf{H}_{\text{inst}}]\{\delta\mathbf{a}(t)\} = \{\mathbf{B}_{\text{inst}}(t)\} \quad (2.7)$$

avec  $[\mathbf{H}_{\text{inst}}]$  la matrice Hessienne instantanée et  $\{\mathbf{B}_{\text{inst}}(t)\}$  le second membre. Cette résolution est détaillée dans [112, 113].

### Principe de la Décomposition Propre Généralisée couplée à la stéréocorrélation

La POD apparaît comme une méthode efficace afin de réduire la complexité liée aux degrés de liberté du problème en cherchant la meilleure approximation de bas rang d'un ensemble de données. Ainsi, cela consiste à chercher le nombre de modes  $N_m$  décrivant au mieux le champ de déplacements  $\mathbf{U}(\mathbf{X}, t)$ , avec

$$\mathbf{U}(\mathbf{X}, t) \approx \sum_{i=1}^{N_m} \alpha_i \Phi_i(\mathbf{X}) \Psi_i(t) \quad (2.8)$$

où les fonctions de forme spatiales ( $\Phi_i$ ) et temporelles ( $\Psi_i$ ) sont séparées [146, 145] et calculées comme des vecteurs propres en minimisant la norme euclidienne de l'écart entre la série de données initiale et son approximation de faible rang. Cependant, cette méthode ne fonctionne que si le déplacement est déjà connu.

La PGD, en considérant la forme variationnelle des résidus à la place de la norme euclidienne, est une approche qui permet de résoudre le problème. Dans un premier temps, un mode unique (spatial et temporel) est calculé à chaque itération pour minimiser l'erreur sur le résidu  $\rho_{\mathbf{u}}(\mathbf{X}, t)$  tel que

$$\rho_{\mathbf{u}}(\mathbf{X}, t) \approx \sum_{i=1}^{N_p} e_i \hat{\chi}_i(\mathbf{X}) \hat{\psi}_i(t) \quad (2.9)$$

avec  $\hat{\chi}_i(\mathbf{X})$  le  $i$ -ème mode spatial et  $\hat{\psi}_i(t)$  le  $i$ -ème mode temporel classés de façon décroissante selon leurs valeurs propres  $e_i$ , normés à 1 et orthogonaux entre eux. De plus,  $N_p$ , le nombre de modes est choisi tel que l'énergie cumulée  $E_{\text{acc}}(N_p)$ , représentant la contribution énergétique de la combinaison des  $N_p$  premiers modes, vérifie

$$E_{\text{acc}}(N_p) = \frac{\sum_{i=1}^{N_p} e_i^2}{\sum_{i=1}^{N_t} e_i^2} \quad \text{avec} \quad E_{\text{acc}}(N_p) \geq 1 - \epsilon$$

Ainsi, pour chaque mode  $k$ , le problème de SC à résoudre est de la forme

$$(\mathbf{H}_{\text{inst}})_{ij} \{\widehat{\phi}^k(\mathbf{X})\} = \sum_{m=1}^{N_c} \int_{\text{ROI}} \int_{t=t_0}^{t_f} (\phi_i(\mathbf{X}) \cdot \nabla \widehat{f}(\mathbf{X})) e_k \widehat{\psi}_k(t)^2 \widehat{\chi}_j(\mathbf{X}) d\mathbf{X} dt \quad (2.10)$$

$$(\mathbf{H}_{\text{inst}})_{ij} \{\widehat{\phi}^k(\mathbf{X})\} = \sum_{m=1}^{N_c} e_k \int_{\text{ROI}} (\phi_i(\mathbf{X}) \cdot \nabla \widehat{f}(\mathbf{X})) \widehat{\chi}_j(\mathbf{X}) d\mathbf{X} \quad (2.11)$$

avec l'ensemble des modes  $(\widehat{\phi}^k(\mathbf{X}), \widehat{\psi}^k(t))$  qui représentent la solution du problème de PGD-SC.

De la même manière qu'en SC standard, les résidus spatiotemporels sont normés

$$\rho_{\text{global}} = \frac{1}{t_f - t_0 + 1} \sum_{t_0}^{t=t_f} \rho_{\text{inst}}(t) \quad (2.12)$$

La convergence est atteinte quand le critère suivant est atteint

$$c_v = \frac{\|\delta \rho_{\text{global}}^n\|}{\|\rho_{\text{global}}^n\|} < 10^{-5} \quad (2.13)$$

### 2.3.2 Mesure de champs thermiques par caméra infrarouge

Lors des essais sous gradients thermiques, le recours à la mesure du champ de température par caméra IR est indispensable afin de régler la puissance du laser. De plus, le champ mesuré est utilisé dans la modélisation par éléments finis afin de maîtriser les conditions aux limites thermiques imposées expérimentalement et d'estimer au mieux le niveau des contraintes induites. Enfin, l'identification des propriétés du système repose en partie sur ces mesures de champs. Il apparaît alors primordial de reconstruire finement le champ de températures vraies et d'estimer les incertitudes sur le niveau de température atteint à la surface du revêtement. Ainsi, dans cette partie sera détaillée la méthode choisie. Un exemple d'application sur un essai BALI sera présenté et l'incertitude liée à la température sur ce type d'essai sera estimée pour les deux gammes de caméras IR utilisées (MWIR 3 – 5  $\mu\text{m}$  et LWIR 7 – 14  $\mu\text{m}$ ).

#### Mesure de flux radiatif

La mesure radiative de température sans contact (en ayant recours à une caméra ou à un radiomètre) repose sur la sensibilité de l'appareil à la luminance  $L(\lambda, T)$ . La luminance est définie comme étant le flux émis par unité de surface et d'angle solide d'un corps opaque à l'équilibre thermodynamique et en l'absence de rayonnement extérieur, avec  $\lambda$  la longueur d'onde et  $T$  la température. Ainsi, dans le cas d'un corps noir, la relation fondamentale entre la température à laquelle il est porté et son rayonnement émis suit la loi de Planck définie par

$$L_0(\lambda, T) = \frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp(\frac{C_2}{\lambda T}) - 1} \quad [W.m^{-3}.sr^{-1}] \quad (2.14)$$

avec  $L_0$  la luminance du corps noir,  $C_1 = 3,741.10^{-16}$  J.m et  $C_2 = 0.014388$  m.K.

Lorsque  $\exp(\frac{C_2}{\lambda T}) \gg 1$ , la luminance suit la loi de Wien

$$L_0(\lambda, T) = C_1 \lambda^{-5} \exp\left(\frac{-C_2}{\lambda T}\right) \quad [W.m^{-3}.sr^{-1}] \quad (2.15)$$

La luminance est décrite par les lois de Planck et de Wien en fonction de la température mesurée et de la longueur d'onde de la caméra. De ce fait, la mesure de la luminance donne directement accès à la température vraie mesurée sur une surface émettrice.

Ainsi, en prenant  $\varepsilon(\lambda, T)$  l'émissivité définie comme le rapport luminance du corps noir par luminance du corps réel à la même température, il est possible de définir pour un corps réel opaque la luminance émise à la température "vraie"  $T$

$$L(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T)L_0(\lambda, T) \quad (2.16)$$

La relation précédente est également équivalente à la luminance du corps noir à une température "apparente" ou de "luminance"  $T_L$

$$\varepsilon(\lambda, T)L_0(\lambda, T) = L_0(\lambda, T_L) \quad (2.17)$$

En remplaçant la luminance par son expression selon la loi de Wien (équation(2.15)), les températures vraie et de luminance sont liées par

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_L} + \frac{\lambda}{C_2} \ln(\varepsilon(\lambda, T)) \quad (2.18)$$

avec  $T$  toujours supérieure à  $T_L$ . Cette relation suggère d'une part qu'il est nécessaire de connaître à la fois la température de luminance et l'émissivité du matériau pour la mesure de température d'un corps réel. D'autre part, les erreurs liées à l'émissivité entraînent forcément des erreurs sur la température vraie. L'équation (2.19) permet d'exprimer l'erreur sur la température en fonction de celle sur l'émissivité, en considérant l'erreur sur la luminance et celle sur la longueur d'onde nulle

$$\frac{\Delta T}{T} = \frac{\lambda T}{C_2} \frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon} \quad (2.19)$$

Cette relation sera utilisée dans la suite pour estimer l'erreur sur la température mesurée par les caméras MWIR et LWIR.

### Thermographie monochromatique

Afin de mesurer la température vraie, il est indispensable de prendre en compte la loi de Planck (qui permet d'obtenir la luminance) et de connaître l'émissivité. Ces travaux s'appuient sur les mesures d'émissivité effectuées au CEMHTI (Orléans, France) dans le cadre de la thèse de T. Archer [51]. Ces mesures, réalisées pour des longueurs d'onde de 4  $\mu\text{m}$  et 9  $\mu\text{m}$  (correspondant aux longueurs d'ondes de mesure des CIR utilisées) sont présentées sur la figure 2.15 en fonction de la température. Dans la suite de l'étude, les conditions de mesure d'émissivité sont considérées identiques aux conditions d'essai sur le banc BALI et les sollicitations appliquées sont supposées ne pas altérer l'état de surface du revêtement.

La luminance de la surface de l'objet observé est convertie en niveaux numériques (DL pour Digital Level) par le détecteur de la caméra. Dans un second temps, la connaissance de l'émissivité permet de convertir les DL en température. La loi d'étalonnage de la caméra est donc de la forme

$$U = s \times [\varphi_o(T) + \varphi_e(T) + k(T_{cam}^4 - T_d^4)] \times IT + U_0 \quad (2.20)$$

avec  $U$  le niveau mesuré ( $DL$ ),  $s$  la sensibilité du détecteur ( $DL.J^{-1}$ ),  $\varphi_o(T)$  le flux provenant de la surface observée ( $W$ ),  $\varphi_e(T)$  le flux provenant du boîtier de la caméra ( $W$ ),  $IT$  le

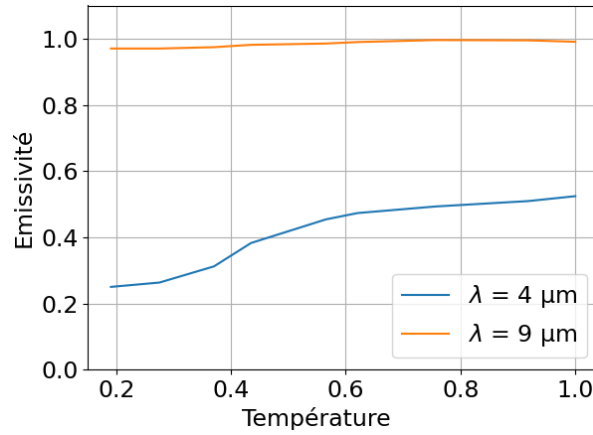


Figure 2.15 – Émissivité du DSY mesurée à deux longueurs d’onde (température normalisée) [51].

temps d’intégration ( $s$ ) et  $U_0$  un offset numérique ( $DL$ ). En négligeant le flux provenant de l’environnement (essais à très haute température) et celui provenant du boîtier de la caméra (équilibre thermique de la caméra puisqu’elle est refroidie) et en exprimant le flux de la surface par la loi de Planck (en utilisant un filtre passe-bande monochromatique), il est possible de simplifier la formule précédente

$$U = p \times \left( \left[ \frac{C_1 \lambda^{-5}}{e^{\frac{C_2}{\lambda T}} - 1} \right] \right) \times IT + U_0 \quad (2.21)$$

avec  $p$  et  $U_0$  deux constantes à identifier à l’aide de données d’étalonnage communiquées par le constructeur pour plusieurs temps d’intégration.

Enfin, selon le filtre utilisé, l’ajout de l’émissivité à la longueur d’onde du filtre permet d’exprimer le niveau mesuré

$$U = p \times \left[ \varepsilon(\lambda, T) \frac{C_1 \lambda^{-5}}{e^{\frac{C_2}{\lambda T}} - 1} \right] \times IT + U_0 \quad (2.22)$$

### Incertitudes de mesures avec une caméra de type MWIR

L’étape d’identification des propriétés thermomécaniques non linéaires du système reposant en partie sur la mesure de champs thermiques à la surface du revêtement, il est important de pouvoir estimer les incertitudes liées à ces mesures.

Les incertitudes de mesures thermiques ont été décomposées dans le cas de l’essai BALI en deux contributions indépendantes. D’une part, il y a l’incertitude liée à la mesure de l’émissivité du revêtement, traduite par l’équation (2.19). Dans ces travaux, les mesures d’émissivité considérées sont celles effectuées dans le cadre de la thèse de T. Archer [51]. En prenant en considération la loi d’émissivité et en variant d’un incrément  $\Delta\varepsilon$  les valeurs d’émissivité à la longueur d’ondes des mesures (4 μm), il est possible de visualiser la variation de l’incertitude sur la température en fonction de la température (figure 2.16) pour plusieurs incréments  $\Delta\varepsilon$ . Cela montre que la caractérisation du revêtement est dépendante des conditions d’essais. Pour la suite, nous avons fait le choix, en se basant sur les travaux de la littérature [104], de considérer  $\Delta\varepsilon = 0,025$  qui donne une incertitude théorique sur la température de l’ordre de 38°C pour une température de surface de 1250°C.

D’autre part, il y a l’incertitude issue des mesures IR de la caméra. Cette incertitude peut provenir du détecteur (sensibilité plus faible aux basses températures, qu’on va négliger



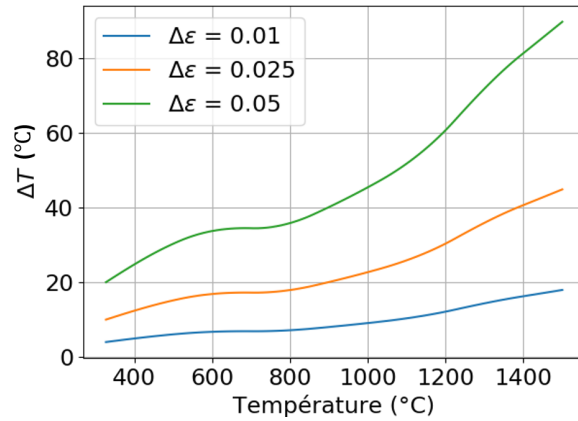


Figure 2.16 – Incertitude théorique sur la température en fonction de la température d’essai pour plusieurs incertitudes sur l’émissivité.

ici) ou de l’essai lui-même (qu’on va considérer). Ainsi, pour estimer les incertitudes liées à l’essai BALI, le chargement thermique mesuré au cours du palier stabilisé a été utilisé (figure 2.17(a)). La zone d’intérêt à la surface du revêtement s’étend jusqu’aux appuis externes (qui masquent le reste de l’éprouvette et empêchent la mesure thermique sur les bords de l’échantillon). L’écart type (figure 2.17(b)) a également été calculé. On constate que les zones les plus "froides" sont celles présentant un faible écart type. De plus, on note la présence de plusieurs pixels morts sur les zones froides. A contrario, la zone la plus chaude (centre du revêtement situé sous le faisceau laser) présente l’écart type le plus élevé. Cela montre que l’incertitude sur ce cas n’est pas de l’ordre du bruit blanc gaussien et est directement liée au chargement laser (forme du faisceau, puissance utilisée). Néanmoins, l’écart type étant petit (de l’ordre de 5°C), cela montre qu’il y a peu de fluctuations liées au laser.

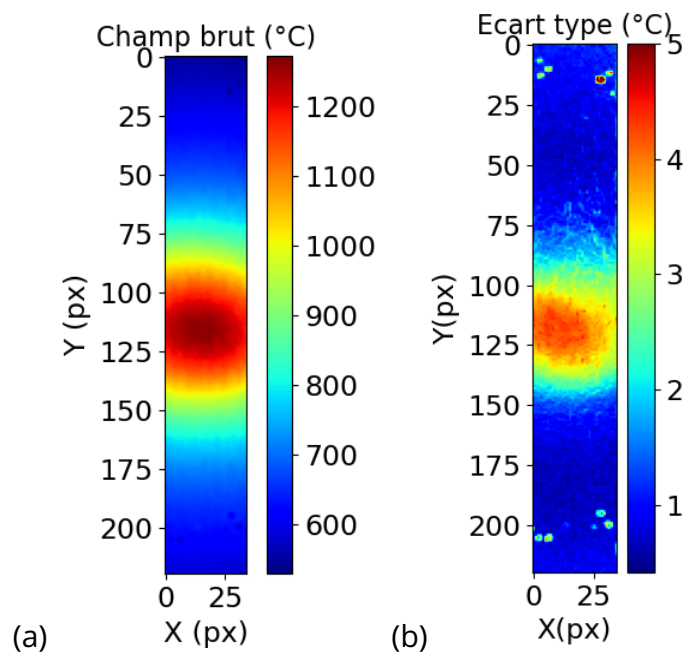


Figure 2.17 – (a) Champ de température considéré pour la mesure d’incertitudes. (b) Écart type du champ de température considéré.

Enfin, en sommant ces deux sources d’incertitudes, il est possible d’obtenir l’incertitude globale sur la température à 1250°C. On remarque alors que le niveau d’incertitude sur la

température n'est pas négligeable (environ 43°C à 1250°C) et est principalement dû à l'incertitude sur l'émissivité du matériau à haute température. Cela confirme la nécessité de bien connaître l'émissivité du matériau à la longueur d'onde des mesures. Il sera donc utile de considérer cette incertitude pour pondérer les mesures utilisées dans les chapitres suivants.

### Incertitudes de mesures avec une caméra de type LWIR

La même procédure a été appliquée sur une caméra de type LWIR qui a également été utilisée au cours des campagnes d'essai. La figure 2.18 présente le champ de température considéré sur le palier ainsi que l'écart type qui lui est associé. L'écart type est très faible sur les zones froides de l'éprouvette et plus élevé sur la zone centrale située sous le faisceau laser ce qui montre que les fluctuations sont surtout liées au chargement thermique. De plus, l'écart type présente une signature qui s'explique par l'impact du miroir déformable par lequel passe le faisceau laser, qui est régulé en puissance, et qui bouge légèrement ce qui induit un léger mouvement du faisceau laser. Les valeurs restent cependant faibles, allant de 3 à 5°C, comparables à celle calculées sur le champ acquis par la caméra MWIR.

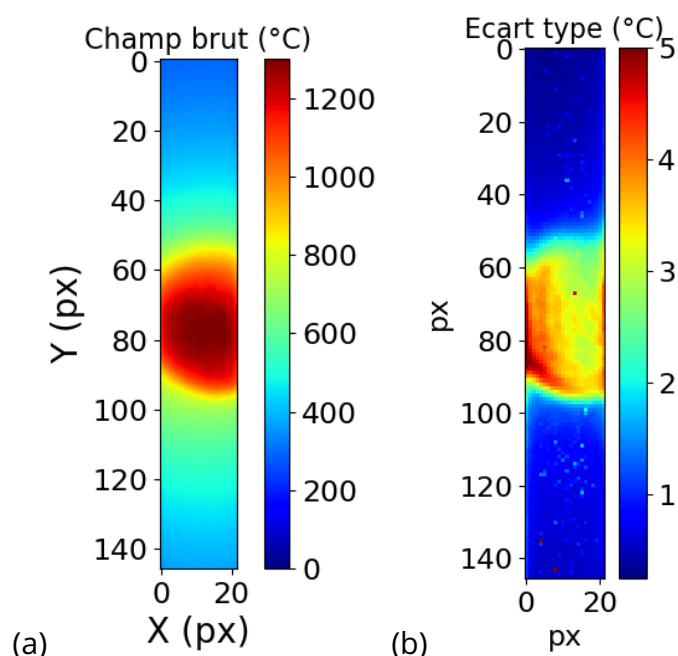


Figure 2.18 – (a) Champ de température considéré pour la mesure d'incertitudes. (b) Écart type du champ de température considéré.

L'incertitude théorique liée à la mesure de l'émissivité a également été estimée pour plusieurs incréments  $\Delta\varepsilon$  (figure 2.19). On observe que l'incertitude sur la température est non négligeable lorsque l'incertitude sur l'émissivité est élevée. Ces résultats sont plus élevés que ceux obtenus avec la caméra MWIR. En considérant une incertitude de  $\Delta\varepsilon = 0,01$  sur l'émissivité [104] pour notre longueur d'onde de mesure, cela suggère une incertitude sur la température de l'ordre de 18°C à 1250°C. L'incertitude globale sur la température est alors de l'ordre de 23°C à 1250°C. De même que pour la MWIR, l'incertitude globale sur la température est principalement due à celle sur l'émissivité du matériau à haute température. Elle sera prise en compte pour pondérer les mesures de température dans les chapitres suivants.

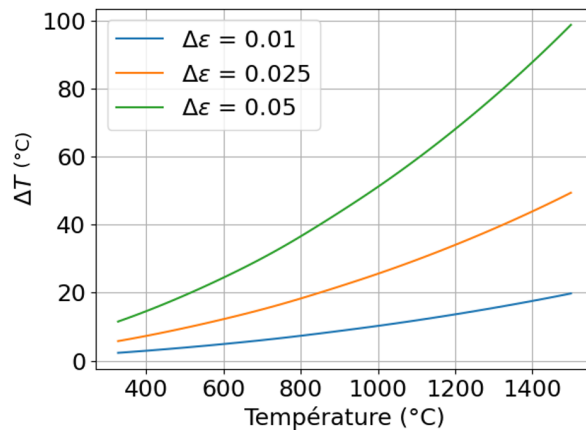


Figure 2.19 – Incertitude théorique sur la température en fonction de la température d'essai pour plusieurs incertitudes sur l'émissivité.

### 2.3.3 Suivi de l'endommagement par émission acoustique

#### Principe

L'émission acoustique [111] (EA) est un phénomène utilisé comme technique de contrôle non destructif permettant un suivi in-situ d'un essai, qu'il soit mécanique ou thermomécanique. Elle repose sur la libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires. Plusieurs phénomènes physiques peuvent être une source de libération d'énergie [110] et sont irréversibles :

- l'amorçage et la propagation de fissures,
- la corrosion,
- les déformations plastiques, formation de bandes de Piobert-Lüders, transformation de phases,
- le frottement,
- l'impact mécanique
- les fuites de liquide et de gaz, la cavitation, l'ébullition.

Cette technique permet de détecter des événements évolutifs qui surviennent lorsque le système est soumis à une sollicitation (mécanique, chimique, thermique, ...). Ainsi, l'onde générée se propage dans le matériau jusqu'à atteindre une surface instrumentée d'un capteur piézo-électrique, qui va amplifier la vibration et fournir, après traitement du signal, une salve d'émission acoustique.

Deux familles de capteurs pour l'EA sont répertoriés : les capteurs "large bande" et les capteurs "résonnants ou à bande étroite". Les premiers possèdent une sensibilité constante sur une large bande de fréquences pouvant aller jusqu'au MHz. Les seconds, de bande passante moins large, sont très sensibles à une fréquence spécifique et permettent la détection de signaux de plus faible amplitude. C'est ce dernier type de capteur qui a été choisi pour ces travaux.

De plus, il existe deux types de signaux d'émission acoustique [53]. Le premier type est l'émission acoustique dite "continue" qui se traduit par une augmentation apparente du bruit de fond due à des salves trop fréquentes pour être discernables (elle est faiblement énergétique). Le second type est l'émission acoustique dite "discrète ou par salves" constituée d'événements transitoires d'énergie importante. Cette onde a généralement l'allure d'une sinusoïde amortie et chaque salve est attribuée à un événement physique différent. C'est ce

second type d'EA qui sera considéré dans ces travaux.

### Application au système CMC/EBC à haute température

Sous chargement thermique ou thermomécanique, le système peut s'endommager dans le revêtement, aux interfaces ou dans le substrat. Cet endommagement mécanique peut se traduire par la formation de fissure(s) provoquant une activité acoustique dans le matériau. C'est cette activité acoustique qui va être recherchée et suivie durant tous les cycles de chargements.

Un couplage entre le matériau et le capteur d'émission acoustique est nécessaire pour une bonne transmission des ondes. Dans le cas étudié, le chauffage n'étant pas homogène (gradients thermiques), la zone la plus froide (face CMC) de l'échantillon est utilisée pour la mise en place du capteur avec des précautions assurant la durabilité du couplage durant tout l'essai. Le transducteur piézoélectrique ne pouvant être utilisé qu'à température ambiante, un fil de platine a été choisi en tant que guide d'onde [106]. Il présente l'avantage d'avoir une bonne transmission des signaux acoustiques (faible atténuation de l'énergie du signal). L'accroche du guide d'onde avec le substrat peut se faire par attache mécanique (soudage) ou chimique. En raison de la faible mouillabilité du CMC aux températures de fusion des métaux, le second type d'attache a été choisi. Ainsi, l'extrémité du guide d'onde a été collée au CMC avec du verre pyrex (borosilicate) ayant une température de fusion autour de 1000°C. Pour cela, un morceau de verre est placé sur le fil de platine puis l'ensemble subit un cycle thermique en four avec une montée en température de 10°C par minute jusqu'à 1050°C, un palier de 3 heures et un refroidissement de 10°C par minute. Le résultat de cette étape est présenté sur la figure 2.20(a).



Figure 2.20 – Pour l'EA : (a) couplage du fil de platine avec la face arrière du système (face CMC), (b) couplage du fil de platine avec le capteur d'émission acoustique.

L'autre extrémité du guide d'onde est maintenue sur le capteur d'émission acoustique à l'aide d'un scotch (figure 2.20(b)). Le contact est assuré à l'aide d'un gel de silicone adapté [107, 156]. Pour ces travaux, un capteur dit résonnant (de type Micro80 Physical Acoustics) a été employé.

Des cassés de mine de crayon sont effectués à la surface du revêtement afin de vérifier le bon fonctionnement de la méthode [109]. Dans le cas étudié, des signaux d'amplitude allant de 55 à 80 dB sont captés et permettent de valider la méthode. Le suivi par EA se fait en temps réel durant l'essai. Un filtre en énergie (les valeurs supérieures à 10 mV.S sont gardées) et en amplitude (les valeurs supérieures à 35 dB sont gardées) est appliqué. La figure 2.21 présente un exemple de courbe d'analyse obtenue suite à un cycle thermique. L'énergie acoustique est normée par la somme des événements acoustiques. L'ensemble des événements se produit dans ce cas durant l'étape de refroidissement. Aucun événement n'est détecté pendant la montée en température ni pendant le palier thermique. Ces informations sont essentielles puisqu'elles permettent de déterminer les instants d'amorçage de la fissuration et de les lier aux niveaux de contraintes correspondants avec un calcul par éléments finis.

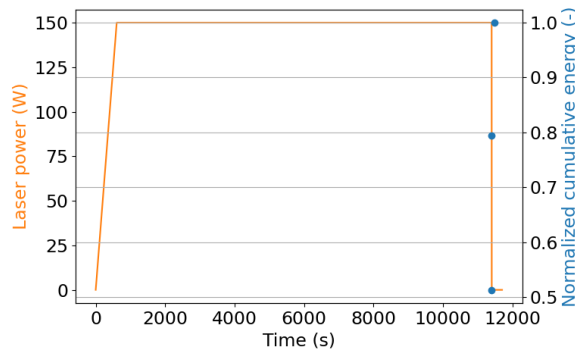


Figure 2.21 – Exemple d'émission acoustique pendant un cycle de chargement thermique.

### 2.3.4 Analyse de l'endommagement du système au microscope électronique à balayage

Suite aux sollicitations thermomécaniques ou physico-chimiques, des modifications sont rencontrées au niveau du revêtement ainsi que de l'interface. Ainsi, tous les échantillons testés ont été analysés après essai au Microscope Électronique à Balayage (MEB) de marque MIRA3 TESCAN, en utilisant le principe des interactions électrons-matière.

Ce MEB possède une source électronique de type FEG (Field Emission Gun). De par la nature de sa colonne, il possède une bonne résolution spatiale (1,2 nm de taille de sonde à 30 kV) ainsi qu'une large gamme de courant de sonde, le rendant très versatile. Une de ses spécificités est le nombre de modes de balayage spécifiques dont il est doté. Le mode appelé "DEPTH" a été particulièrement intéressant pour ces travaux. Ce mode permet de travailler à fort courant de sonde tout en gardant une petite taille de sonde. Cette spécificité permet d'augmenter le rapport signal/bruit des images acquises, et donc de réduire le temps d'acquisition par image. Il possède également une routine automatique d'acquisition d'une mosaïque d'images. Cette routine a été utilisée pour imager des surfaces larges, notamment pour imager tout le réseau de fissures à la surface du revêtement ou encore l'évolution de la TGO sur toute l'interface d'un échantillon. Il est également équipé d'un détecteur BSD (Back Scattered Detector) de technologie YAG (grenat d'yttrium et d'aluminium). La conséquence est une nouvelle fois la réduction du temps d'acquisition par image, particulièrement important pour l'acquisition de mosaïques d'images.

Deux zones principales ont été examinées : la surface du revêtement, en particulier la zone centrale située directement sous le faisceau laser ainsi que les interfaces (Si-DSY et CMC-Si) du système.

#### Analyse de la surface du revêtement

L'analyse de la surface du revêtement avant-après essai permet de mettre en évidence l'évolution de la microstructure du revêtement ainsi que l'apparition de fissures en fonction des chargements subis par les échantillons.

**Préparation des échantillons** Les échantillons ont d'abord été nettoyés aux ultrasons dans un bain d'éthanol puis séchés sous flux d'air chaud. Un dépôt d'une couche nanométrique de carbone (conducteur) a ensuite été effectué à la surface du revêtement par évaporation sous vide de graphite.

**Analyse microscopique** La visualisation au MEB a été réalisée dans la majeure partie des cas avec le mode d'électrons rétrodiffusés (Back-Scattered Electrons ou BSE) qui permet l'observation de la microstructure par contraste chimique pour obtenir des images de haute résolution montrant la composition de la surface du revêtement. Une faible tension d'accélération (5 kV) permettant une meilleure détection des fissures a été utilisée. Dans un premier temps, plusieurs échelles d'acquisition ont été employées. D'abord une acquisition à l'échelle de la fissure afin d'estimer son ouverture (environ 1  $\mu\text{m}$  sur l'exemple présenté en figure 2.22(a)). Ensuite, plusieurs images ont été acquises à l'échelle du réseau de fissures (figure 2.22(b), avec une résolution de 1024 px  $\times$  1024 px correspondant à une taille de 781  $\mu\text{m}$   $\times$  781  $\mu\text{m}$  pour l'exemple donné) permettant d'identifier correctement toute l'étendue du réseau. Généralement, le réseau s'étend au maximum jusqu'à 12 mm en longueur et 10 mm en largeur. Dans un second temps, les images ont été assemblées afin de former une cartographie globale du réseau de fissures d'une définition de 20397 px  $\times$  13818 px sur l'exemple de la figure 2.22(c). Afin de faciliter la visualisation du réseau de fissures global, ce dernier a été surligné manuellement à l'aide du logiciel de traitement d'images ImageJ.

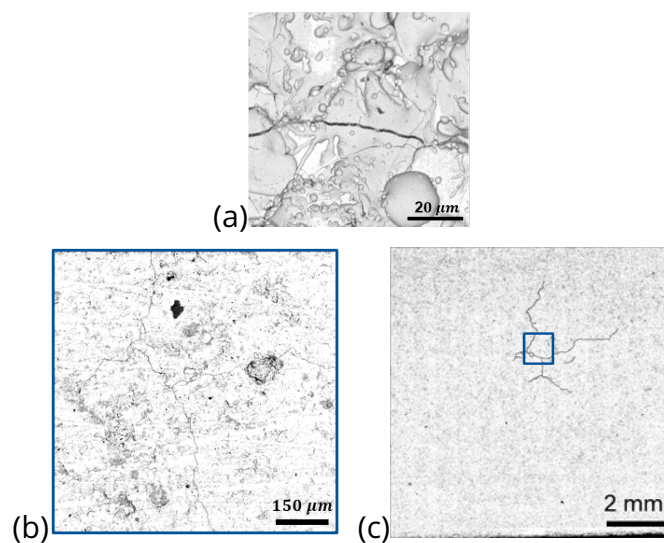


Figure 2.22 – (a) Image acquise à fort grossissement à la surface du revêtement suite à un chargement thermomécanique. (b) Image acquise à faible grossissement pour cartographier le réseau de fissures. (c) Cartographie du réseau de fissures global repassée à la main en noir.

### Analyse des interfaces

L'analyse des échantillons en coupe permet de mettre en évidence une évolution au sein du revêtement (fissuration, porosités, phases présentes) et au niveau des interfaces (croissance de TGO, fissuration de la TGO, porosités).

**Préparation des échantillons** Les échantillons ont d'abord été enrobés à froid dans une résine de type époxy afin de les protéger puis coupés suivant une direction définie (longueur ou diagonale de l'échantillon) afin de faire des observations "à cœur" en s'affranchissant des effets de bord. Ils ont ensuite été polis manuellement à l'aide de papier abrasif en carbure de silicium (SiC) à granulométrie décroissante puis à l'aide de feutres lubrifiés avec une pâte diamantée de granulométrie allant de 9  $\mu\text{m}$  à 0.25  $\mu\text{m}$ . Après nettoyage aux ultrasons et séchage sous flux d'air chaud, un dépôt carbone nanométrique est effectué sur la surface d'intérêt.

**Analyse microscopique** Des observations en coupe ont également été effectuées en mode BSE avec une tension d'accélération se situant entre 5 et 10 kV. Les acquisitions per-



mettent de mesurer l'ouverture et la profondeur du réseau de fissures, détecté à la surface du revêtement (figure 2.22(c)), dans l'épaisseur du système CMC/EBC. Un exemple d'une fissure se propageant dans toute l'épaisseur du revêtement jusqu'au CMC est présenté sur la figure 2.23. De plus, en augmentant la résolution, il est possible de visualiser et mesurer l'épaisseur de la TGO et cela sur toute la longueur de l'échantillon.

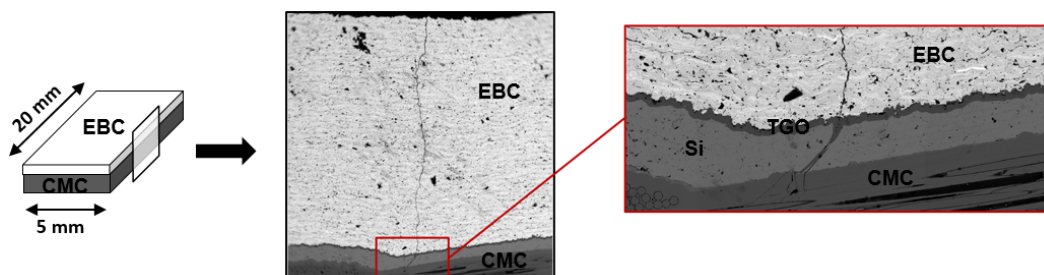


Figure 2.23 – Observation au MEB d'une fissure se propageant jusqu'aux interfaces du système

La même technique que pour la cartographie du réseau de fissures surfacique est employée ici pour cartographier le réseau de fissures en coupe : plusieurs images à fort grossissement sont acquises puis assemblées pour former une carte. Les fissures sont par la suite repassées à la main sur ImageJ (figure 2.24) pour une meilleure visualisation.

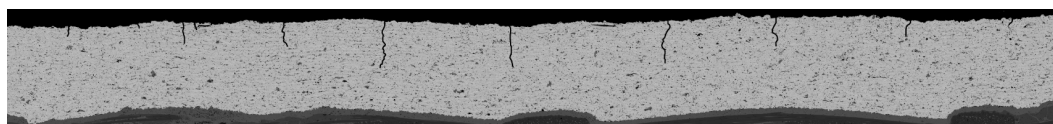


Figure 2.24 – Cartographie du réseau de fissures en profondeur.

De même, pour mesurer l'évolution de l'épaisseur de la TGO tout le long de l'échantillon, des images à fort grossissement sont acquises au niveau de l'interface Si-DSY (figure 2.25) puis une cartographie est construite à l'aide de ces images.

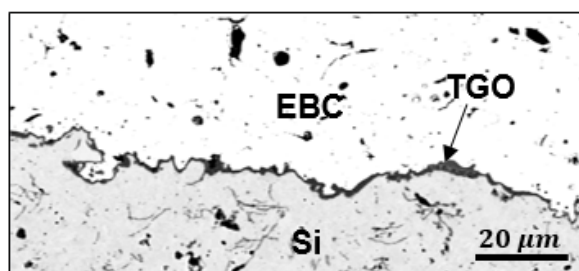


Figure 2.25 – Observation au MEB, à fort grossissement, de la couche de TGO.

**Mesure de l'épaisseur de TGO** Suite aux essais d'oxydation (à température homogène et sous gradients thermiques), l'interface du système a été analysée, en particulier une mesure de l'épaisseur de la TGO a été effectuée afin de quantifier l'épaisseur en fonction des conditions d'essais. Pour cela, des images acquises à fort grossissement ont été utilisées (figure 2.26(a) avec une résolution de 37 nm/px) ainsi qu'une méthode automatisée d'analyse d'image faisant appel à un script Python. Pour ces analyses automatisées, le niveau de gris



de la TGO doit être très différent de celui des autres couches afin de la distinguer correctement. Dans un premier temps, une détection du contour supérieur (frontière entre l'EBC et la TGO) a été effectuée (en rouge sur la figure 2.26(b)). Ensuite, une épaisseur maximale de la TGO a été fixée (par exemple ici 100 px). La normale à la courbe rouge a été tracée (vert) jusqu'au bord inférieur de la TGO avec une distance spatiale régulière (pas fixé à 20 px) sur toute la longueur de l'image tout en restant inférieure à la longueur maximale de TGO fixée. Environ 200 mesures/image ont été effectuées. Une moyenne et un écart type sont calculés à partir de ces mesures. La même procédure est répétée sur toutes les images et permet une estimation de l'épaisseur de TGO sur toute l'interface imagée.

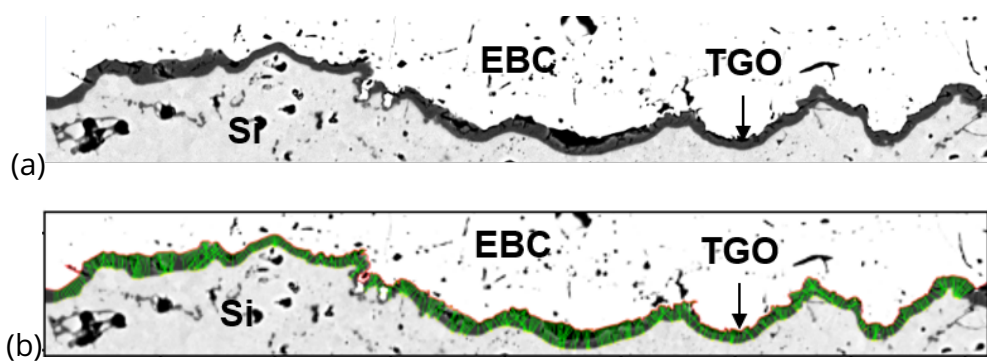


Figure 2.26 – (a) Image brute acquise par le MEB. (b) Image avec TGO détectée et mesurée.

Cette méthode présente l'avantage d'avoir un grand nombre de mesures par image sur un grand nombre d'images. La limite de cette méthode a été rencontrée sur des zones où la TGO présente des pores ou des fissures (entourés en bleu sur la figure 2.27). Le niveau de gris étant très proche de celui de la TGO, ces zones peuvent être comptabilisées dans la mesure de l'épaisseur de TGO. Cela sera plus détaillé dans le chapitre 6.

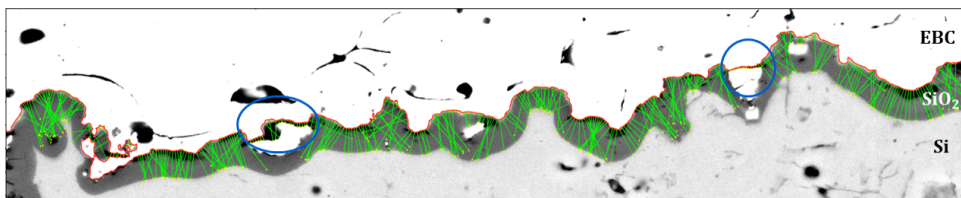


Figure 2.27 – Exemple d'image avec mauvaise détection de la TGO.

## 2.4 Bilan

Dans ce chapitre, la mise en place expérimentale d'essais couplés thermique/mécanique et thermique/oxydation pour la caractérisation du comportement du système CMC revêtu sous gradients thermiques a été présentée. Cette mise en place expérimentale est déclinée en plusieurs configurations selon l'objectif des essais. L'instrumentation utilisée afin de suivre in-situ le comportement du système (CIN, EA, thermographie infrarouge) mais aussi en post-mortem (MEB) a été détaillée. La pertinence et les limites des moyens présentés dans ce chapitre seront discutées dans les chapitres suivants.

# Chapitre 3 - Caractérisation du comportement et de l'endommagement d'un CMC revêtu sous chargement thermomécanique

Afin de caractériser le comportement et l'endommagement du système CMC revêtu sous un chargement couplant gradients thermiques et une sollicitation mécanique en flexion, plusieurs campagnes expérimentales ont été menées. Dans ce chapitre, l'impact des paramètres de chargement (niveau du chargement mécanique, température maximale à la surface du revêtement, la forme du chargement laser et la vitesse de refroidissement) ainsi que l'effet de la géométrie des éprouvettes (à travers la variation de l'épaisseur du revêtement) sur l'endommagement du système ont été investigués en utilisant la configuration d'essais présentée dans la partie 2.1.2. La criticité des endommagements induits par ce type de sollicitation a été analysée via l'instrumentation des essais et des observations au MEB. Ce travail a fait l'objet d'un article (soumis dans Journal of the European Ceramic Society) présenté dans la première partie du chapitre. La deuxième partie de ce chapitre permet d'apporter des résultats complémentaires (2 cas étudiés) qui ne figurent pas dans l'article. Enfin, la dernière partie s'intéresse à l'analyse de l'impact de la fissuration sur le comportement du système au cours d'un second cycle thermomécanique.

## Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Article : Fracture mechanisms of an environmental barrier coating under thermomechanical loadings . . . . .</b>	<b>72</b>
<b>3.2</b>	<b>Résultats complémentaires . . . . .</b>	<b>97</b>
3.2.1	Cas 1 : compléments sur la sensibilité à la forme du faisceau laser . . . . .	97
3.2.2	Cas 2 : impact du chargement de flexion . . . . .	98
<b>3.3</b>	<b>Influence de la fissuration sur le comportement au cours du second cycle thermomécanique . . . . .</b>	<b>100</b>
<b>3.4</b>	<b>Bilan . . . . .</b>	<b>102</b>

---

### **3.1 Article : Fracture mechanisms of an environmental barrier coating under thermomechanical loadings**

L'introduction d'une barrière environnementale en céramique (EBC) sur un composite SiC/SiC dans les composants chauds des turboréacteurs rend essentielle la maîtrise de leur comportement dans cet environnement multiphysique. L'objectif de cet article est d'étudier les mécanismes d'endommagement d'un système CMC/EBC sous des chargements thermomécaniques, dans une configuration de flexion 4 points en présence de gradients thermiques. Les niveaux des chargements thermique et mécanique, l'épaisseur du revêtement et les durées de refroidissement sont analysés afin de mettre en évidence leur effet sur la formation d'un réseau de fissures en surface du revêtement. Les résultats révèlent que les gradients de température, le niveau du chargement mécanique et les durées de refroidissement ont un impact significatif sur la taille, la forme et la profondeur du réseau de fissures.

# Fracture mechanisms of an environmental barrier coating under thermomechanical loadings

Ines HAMADOUCHE <sup>\*1,3</sup>, Thibaut ARCHER<sup>1</sup>, Pierre BEAUCHÊNE<sup>1</sup>, Thomas VANDELLOS<sup>2</sup>, and François HILD<sup>3</sup>

<sup>1</sup>DMAS, ONERA, Université Paris-Saclay Châtillon, France

<sup>2</sup>SAFRAN Ceramics, a technology platform of Safran Tech, Le Haillan, France

<sup>3</sup>Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS LMPS–Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, Gif-sur-Yvette, France

**Abstract:** The introduction of environmental barrier coating (EBC) with SiC/SiC composites in hot components airplanes engines makes it essential to master their behavior in this multiphysical environment. The aim of this paper is to investigate the fracture mechanisms of a CMC/EBC system under thermomechanical loadings, in 4-point bending under thermal gradients. The thermal and mechanical loads, along with coating thickness and cooling durations, are systematically examined to highlight their effect on crack network formation. The findings reveal that temperature gradients, mechanical loads, and cooling durations significantly affect the crack network size, shape, and depth. These results highlight the damage mechanisms and may contribute to future optimization of this type of systems.

**Keywords:** Environmental barrier coating (EBC), thermomechanical tests, high temperature, damage mechanisms

---

\*Corresponding author: [ines.hamadouche@safrangroup.com](mailto:ines.hamadouche@safrangroup.com)

# 1 Introduction

To improve the efficiency of gas turbines, one strategy is to increase engine operating temperatures. For this purpose, SiC/SiC Ceramic Matrix Composites (CMCs) [1] are promising thermostructural materials to replace nickel-based super-alloys, which have reached their intrinsic limit imposed by their melting point. CMCs offer low density and have high specific strength in addition to providing increased service temperatures [2, 3]. However, SiC-based CMCs need to be protected by an Environmental Barrier Coating (EBC) to avoid surface recession due to the formation and volatilization of  $\text{Si}(\text{OH})_4$  [4] under typical service environments. The first generation of coatings based on mullite and BSAS having demonstrated its limitations in terms of lifetime [5], a new family of compositions with promising properties has been identified, classified under the name of rare earth silicates, in particular scandium (Sc), lutetium (Lu), ytterbium (Yb), yttrium (Y) and erbium (Er) [6].

Several damage mechanisms of CMC/EBC systems have been identified, namely, water vapor recession [7, 8], erosion [9], CMAS (Calcium-Magnesium Alumino-Silicate) degradation [10, 11, 12], failure induced by high velocity impacts [13], spallation due to steam oxidation [14, 15] and cracks created by thermal and thermomechanical loadings [16]. Cracking of the EBC may be related to stress relaxation by creep during the thermal cycle [17]. Norton-Bailey's law is commonly used to describe secondary creep [18, 19] and depends on the temperature, the stress and the dwell time of the load. Thus, under thermal and thermomechanical loadings, but also related to residual stresses due to the manufacturing process [20], the EBC may crack at its surface (mud cracks) and through its thickness. If crack tips reach the interface, oxidation leads to the formation of silica, which forms cracks at the interface resulting in spallation of the EBC and thus the exposure of the CMC to oxidizing environment.

The development of EBCs for high-temperature applications suggests that it is essential to identify and understand their cracking mechanisms in order to control their performance on the substrate. The cracking mechanisms of EBCs have been studied mainly under uniform temperature [20]. Under thermal gradient, for instance by high heat flux, most studies have focused on fracture mechanisms of TBCs (Thermal Barrier Coating). The first studies on this topic were performed on graded thermal barrier coatings using lower heat fluxes [21, 22]. However, few studies have focused on the impact of high heat flux heating [17, 23, 24, 25].

The aim of this paper is to investigate the failure mechanisms of EBCs under thermal gradient and mechanical loading during the application of a high heat flux cycle. In particular, the impact of test parameters such as mechanical loading level, temperature level, and EBC thickness were analyzed. In the following, a 4-point bend test under  $\text{CO}_2$  laser heating is first introduced and the instrumentation set up to monitor and analyze cracking is described. Then, the test key parameters to investigate cracking are presented and the impact of each one on the shape, extent and depth of the network is discussed.

## 2 Material and methods

### 2.1 Tested specimen

The tested specimen considered herein is a parallelepipedic ( $100 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times t \text{ mm}$  with  $t$  the thickness of the specimen) multilayered system. It is composed of an yttrium disilicate ( $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ) top coat deposited by thermal spray on a ceramic matrix composite (CMC CERASEP A600 [26]) manufactured with Hi-Nicalon SiC fibers and SiC matrix. A thin layer of bond coat made of silicon (Si) was added to improve chemical and mechanical compatibility between the ceramic coating and the substrate. The system was then heated in a furnace to stabilize the coating. For all tests, 2.7 mm of CMC and 1 mm of EBC were used (except for studying

the impact of the coating thickness).

## 2.2 Experimental setup and performed tests

The laser setup at ONERA [27] presented in figure 1 was used to investigate the fracture mechanisms of a CMC/EBC system under thermomechanical loadings. The mechanical loading was applied using dead loads in a 4-point bend configuration. A high power (3 kW) heat flux CO<sub>2</sub> laser [27] heated locally the sample on the top surface of the coating, which allowed for 3D thermal gradients (in-plane and through-thickness). A middle-wave infrared (IR) camera (FLIR X658osc MWIR 3 – 5 μm with a bandpass filter of 4 μm between 300 – 1500°C) on some tests and on others a long-wave IR camera (FLIR X8581 SLS LWIR 7.5 – 12 μm) were used to monitor the coating surface temperature (acquiring frames at a frequency of 1 Hz). A monochromatic pyrometer Optris CTlaser G7 (with a 8 μm wavelength and a collection area 3.4 mm in diameter) measuring the maximum temperature at the coating surface has been added to ensure the reliability of thermal measurements. An acoustic emission (AE) sensor was attached to the underside of the specimen (CMC side) to detect acoustic events indicating damage occurring in the system.

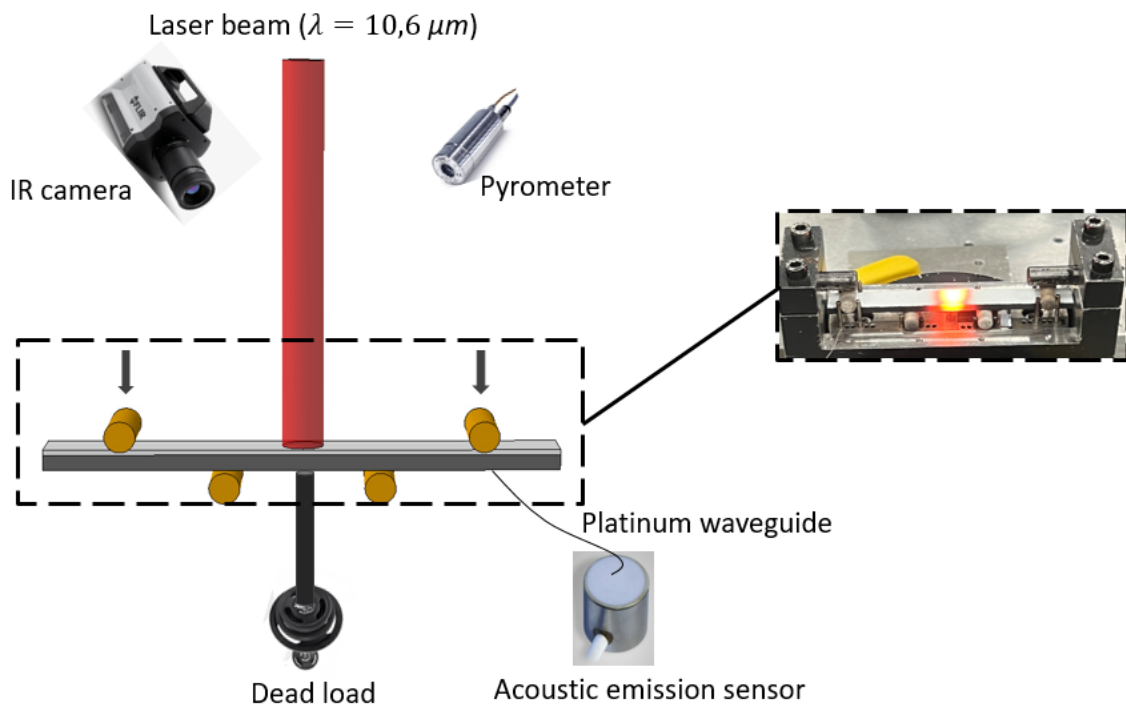


Figure 1: Experimental setup for 4-point bend test under laser loading.

The mechanical load was first applied at room temperature. Then, the thermal loading was applied at the surface center of the EBC using a ramp up to the maximum target temperature in 10 min. The laser spot size at  $\frac{1}{\text{exp}^2}$  was of the order of 5 mm in diameter in the most focused case and about 8 mm in the least focused one. Then, the laser loading was maintained for 3 h to let the sample creep [27]. Last, the laser was turned off according to different cooling durations to cool down the sample.

To better understand the coating damage mechanisms, several parameters were varied to investigate the impact of each one on the formation of cracks. In this test configuration, the maximum thermal loading level, the shape of the laser spot, the mechanical loading level, the cooling duration of the laser (transition from the maximum power to 0 W) as well as the coating thickness were the parameters of interest. All tests were pre-sized to remain below

the damage threshold of the system under mechanical loading alone.

## 2.3 Instrumentation

### 2.3.1 Thermal field measured by infrared camera

In order to calibrate the laser power needed to reach the desired temperature at the surface of the coating and to measure the surface temperature fields, IR measurement were performed using an MWIR (Medium wave Infrared) and an LWIR (Long wave Infrared) cameras. In order to assess true temperatures, the knowledge of the observed surface emissivity is essential. Monochromatic thermography establishes the following relationship between  $L_\lambda$  the spectral radiance and  $\varepsilon_\lambda$  the spectral emissivity

$$L_\lambda(T) = L_\lambda^0(T_R) = \varepsilon_\lambda(T)L_\lambda^0(T) \quad (1)$$

where  $T$  is the true temperature,  $T_R$  the blackbody temperature and  $L_\lambda^0$  the blackbody spectral radiance. The emissivity measurements are based on characterizations at a wavelength of 4  $\mu\text{m}$  and 9  $\mu\text{m}$  (wavelengths of the measurements by the two IR cameras) [27]. By neglecting the flux from the environment (tests at very high temperature) and from the camera casing (thermal equilibrium of the camera since it is cooled) and by expressing the flux of the surface by Planck's law (using a monochromatic bandpass filter), it is possible to obtain the following expression

$$U = p \times \left[ \frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp \frac{C_2}{\lambda T} - 1} \right] \times IT + U_0 \quad (2)$$

where  $U$  is the measured digital level ( $DL$ ),  $p$  and  $U_0$  are constants to identify,  $C_1$  and  $C_2$  the parameters of Planck's equation and  $IT$  the integration time.

Last, depending on the used filter, adding the emissivity to the wavelength of the filter allows the measured level to be expressed as

$$U = p \times \left[ \varepsilon(\lambda, T) \frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp \frac{C_2}{\lambda T} - 1} \right] \times IT + U_0 \quad (3)$$

### 2.3.2 Acoustic emission

Since crack initiation and propagation are sources of acoustic events, this *in-situ* non-destructive testing technique [28] was used to determine the instants at which cracking occurred. The acoustic emission technique known as "discrete" has been considered in this study. A platinum wire was chosen as waveguide [30]. Chemical bonding was used to couple the platinum wire to the back side (CMC) of the specimen by melting borosilicate glass above the wire in an oven. The thermal cycle was performed with a 10°C per min ramp up to 1050°C, a 3 h hold time and a 10°C per min cooling down. A Micro80 Physical Acoustics resonant sensor was chosen for its sensitivity to weak acoustic signals. Once the specimen was placed in the experimental setup, the waveguide was attached to the acoustic emission sensor with a teflon rubber band. Silicon gel [31] was added between them to ensure contact. Pencil lead breaks were performed on the coating surface (before testing) to check for the well-functioning of the method. In the present case, signals with amplitudes ranging from 55 to 80 dB were captured, enabling the method to be validated. AE monitoring was carried out in real time during the test. An energy filter (values above 10 mV.s were kept) and an amplitude filter (values above 35 dB were retained) were applied. Monitoring was continuous during the test, and a signal was emitted only when the set thresholds in energy and amplitude were exceeded. Thus, a point corresponds to a wave exceeding the set thresholds and is recorded



by the transducer. The acoustic energy was normalized by the sum of the acoustic events.

In this study, AE was only used to detect damage initiation. The sensitivity of the method was too low to obtain enough signal enabling the various wave parameters to be studied.

### 2.3.3 Scanning electron micrographies

The samples were analyzed by SEM (MIRA3 TESCAN) in order to visualize the presence of damage recorded by acoustic emission. SEM observations were performed with the Back Scattered Electron (BSE) mode to obtain high-resolution images showing the composition of the layer. The purpose was to detect cracks in the coating, the primary beam was used with a low acceleration voltage (5 kV). First, highly resolved images (1024 px  $\times$  1024 px corresponding to a size of 781  $\mu$ m  $\times$  781  $\mu$ m) were acquired to make the crack path identification easier (figure 2(b)). Then, a stitching process was used to reconstruct the crack network on a larger image using these images as illustrated in figure 2(c). In addition, to help with network visualization, cracks were highlighted in black.

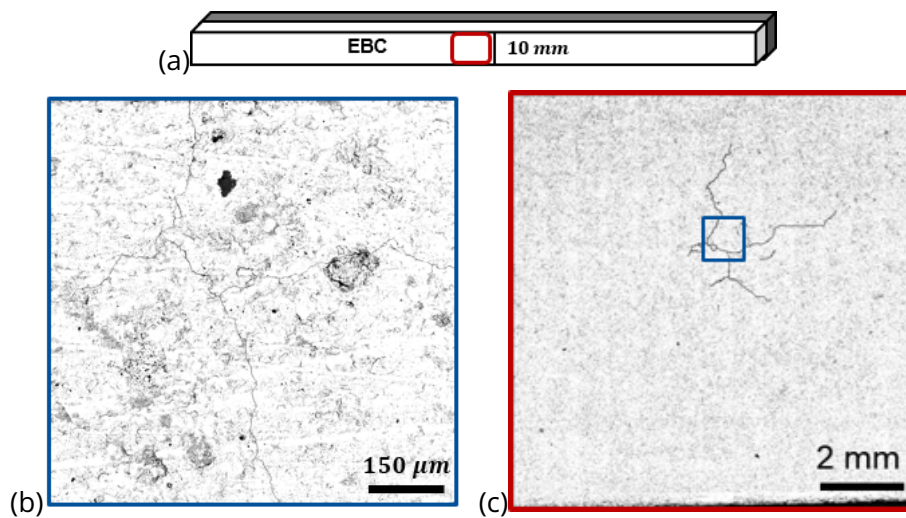


Figure 2: (a) Central area of the coating surface observed by SEM after a thermomechanical loading cycle. (b) High magnification of an image used for the cartography of cracks. (c) Cartography of hand drawn crack network in black.

## 2.4 Modeling

The model used was based on the geometry of the specimens. However, since the thermal loading was assumed to be centered on the EBC face, mechanical loading consisted of a 4-point bending configuration, with the CMC frame superimposed on the specimen frame, planes of symmetry along the  $x$  and  $y$  directions were defined, and only a quarter of the specimen was modeled (50 mm  $\times$  5 mm  $\times$   $e$  mm,  $e$  being the thickness of the system and dependent on the thickness of the coating) as shown in figure 3. The SiC/SiC CMC substrate was considered homogeneous with a transversely isotropic elastic behavior. The mesh was converged and based on a quadratic interpolation functions with C3D20RT-type elements, which enable deformations resulting from temperature variations to be modeled, as well as coupled thermal/mechanical analyse.

The mechanical loading was load controlled. A "reference point" was assigned to the nodes line corresponding to the upper support (the support to which the experimental mechanical loading was applied). The force was then applied at this "reference point" and evenly

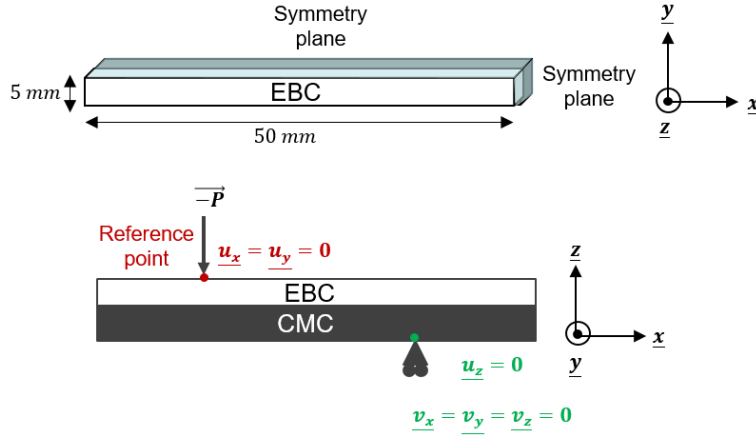


Figure 3: Geometry and boundary conditions of the thermomechanical model.

distributed over the entire line of nodes. At the lower support, rotation and vertical displacement were blocked to avoid rigid body motions.

The thermal loading was applied to the upper face (EBC face) using a Gaussian flux  $\Phi_T(X, Y)$  dependent on position  $(X, Y)$  and expressed as

$$\Phi_T(X, Y) = A \exp \left[ - \left( \frac{(X - X_0)^n}{B_X} + \frac{(Y - Y_0)^n}{B_Y} \right) \right] \quad (4)$$

with  $A$  the amplitude of the Gaussian flux,  $(X_0, Y_0)$  its center,  $B_X$  and  $B_Y$  the widths along the  $x$  and  $y$  directions and  $n$  the shape of the Gaussian. In ABAQUS, the heat flux was applied via a \*DSFLUX subroutine.

A temperature-dependent radiation conditions  $r$  were applied to all external faces of the system. In addition, convection exchanges were modeled by a temperature-dependent convection parameter  $h$  on the front and rear faces. In the region of the alumina supports, no heat loss was considered.

The thermoelastoviscoplastic behavior of the coating and the transversely isotropic thermoelastic behavior of the CMC were taken into account. In the case of the coating, its non-linear behavior was due to creep. A Norton-Bailey law, commonly used to describe creep of this type of coating [19, 17, 27] was used. This law relates the equivalent (Von Mises) creep strain  $\bar{\epsilon}^{cr}$  to the equivalent (Von Mises) applied stress  $\bar{\sigma}$ , temperature  $T$  and time  $t$ .

$$\bar{\epsilon}^{cr} = A(T) \times \bar{\sigma}^n \times t^m \quad (5)$$

with  $n$  the stress exponent, and  $m$  the time exponent, both material dependant parameters. In this law,  $A(T)$  is a velocity coefficient expressed according to Arrhenius law

$$A(T) = A_0 \times \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (6)$$

with  $R$  the universal gas constant,  $E_a$  the creep activation energy and  $A_0$  a pre-exponential factor.

For modeling purposes, a strain-hardening formulation was chosen

$$\dot{\bar{\epsilon}}^{cr} = (A\bar{q}^n [(m + 1)\bar{\epsilon}^{cr}]^m)^{\frac{1}{m+1}} \quad (7)$$

with  $\dot{\bar{\epsilon}}^{cr}$  the equivalent creep strain rate,  $\bar{q}$  the equivalent deviatoric stress and  $\bar{\epsilon}^{cr}$  the equivalent creep strain.

An example of a mesh, for a 1 mm thick coating, is shown in figure 4. Analyses of the various models revealed a low level of stress in mesh elements located far from the hottest point and bending supports (maximum principal stress  $\sigma_1$  between 0 and 30 MPa). Thus, only the elements located in the central zone ( $L < 18$  mm) were analyzed. In addition, the reference frame was defined similarly to the global frame (1 in the  $\underline{x}$  direction, 2 in the  $\underline{y}$  direction and 3 in the  $\underline{z}$  direction).

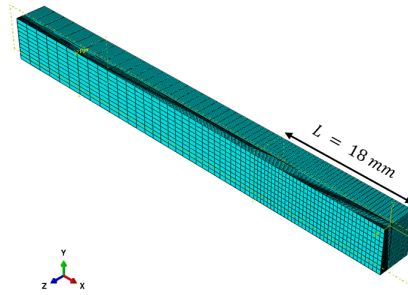


Figure 4: Mesh of a quarter CMC/EBC model with a 1 mm coating.

The coating represented the top layer of the system. In this configuration, at room temperature and under 4-point bending, the coating was in a slightly compressed state, whereas at high temperatures, the coating was in a highly compressed state. Figure 5 shows the evolution of the maximum principal stress at the hottest point of the coating surface during a thermal cycle. The first 600 s represent the temperature rise, the following 10800 s correspond to the thermal stage, followed by cooling.

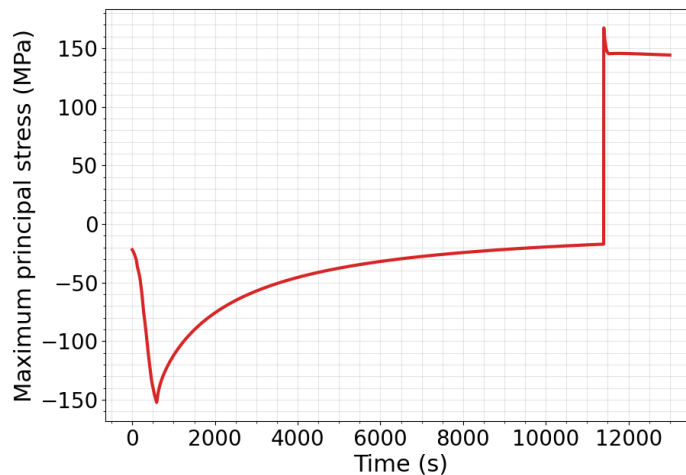


Figure 5: Change of the maximum principal stress at the hottest point of the coating surface during a thermal cycle.

### 3 Impact of experimental parameters on EBC cracking

#### 3.1 Effect of mechanical load

One of the tested parameters that may affect coating cracking is the mechanical loading. To determine its impact, the maximum temperature level was set to 1250°C since coating creep

was assumed to activate for temperatures greater than 1000°C [32]. The laser was positioned to heat the coating center surface. A first case without mechanical loading was carried out. For the following two cases, dead weights of 9 and 11 kg were selected. For the three samples, the cooling duration was quasi instantaneous. Instantaneous cooling consisted in switching from maximum laser power (the value required to achieve the target temperature at the hottest point of the coating surface) to zero power, instantaneously.

### Temperature field at the coating surface

For the three cases, only one laser beam shape was used to generate the temperature field displayed in figure 6 with a low gradient along the specimen width and a large central area exceeding a temperature level of 1200°C, thus maximizing creep.

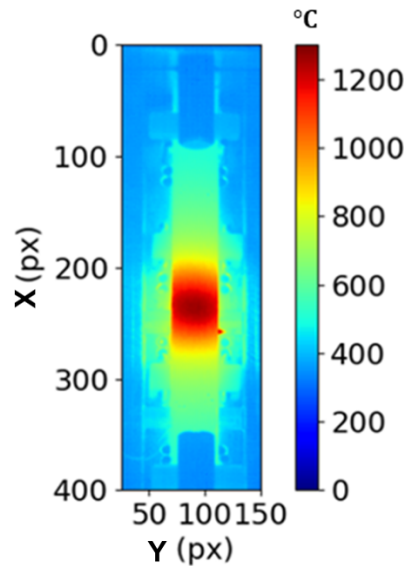


Figure 6: Temperature field at the coating surface for a maximum level of 1250°C.

### Acoustic emission

Normalized cumulative energy and laser power are plotted in figure 7 for the two cases with dead weights. For the case without mechanical loading, the specimen was not equipped with acoustic emission. The two figures show that no events were detected during mechanical loading. Once the thermal loading was applied, acoustic events were observed during the cooling process in both cases.

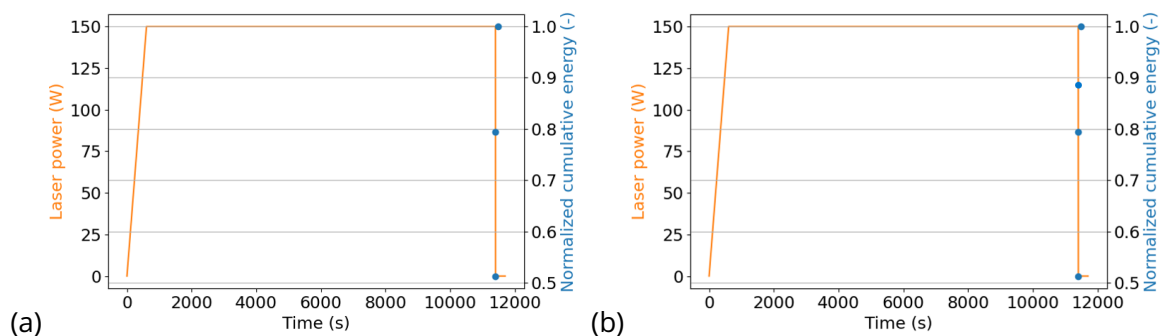


Figure 7: Acoustic emission during the first thermomechanical loading cycle for the case with (a) 9 kg, (b) 11 kg.

## SEM observations

SEM observations confirmed cracking within the central area of the coating surface (figure 8(a)) detected by acoustic emission during cooling. When the mechanical loading was increased, the crack network shape on the surface of the coating changed. In the reference case (figure 8(b)) when no weight was put on the assembly, the network had a circular shape, presented 9 large meshes and extended over a surface of  $6.3 \times 6.3$  mm. Then, with a dead load of 9 kg (figure 8(c)), the network had a circular shape while with a dead load of 11 kg (figure 8(d)) the network had a circular part and another one with a crack that crossed the entire width of the sample to its edges. This second network was as extended as the first one along the length (8.1 mm) but larger than the first one along the width due to the crack that reached the edges. In terms of cell number, this second network had only 3 closed cells versus 13 for the first one, with a larger diameter (about 2.5 mm vs 1.5 mm). Thus, for the lowest mechanical loads (0 and 9 kg), the crack network shape was driven by thermal loading. At higher mechanical load (11 kg), the crack network shape is also driven by the 4-point bend loading.

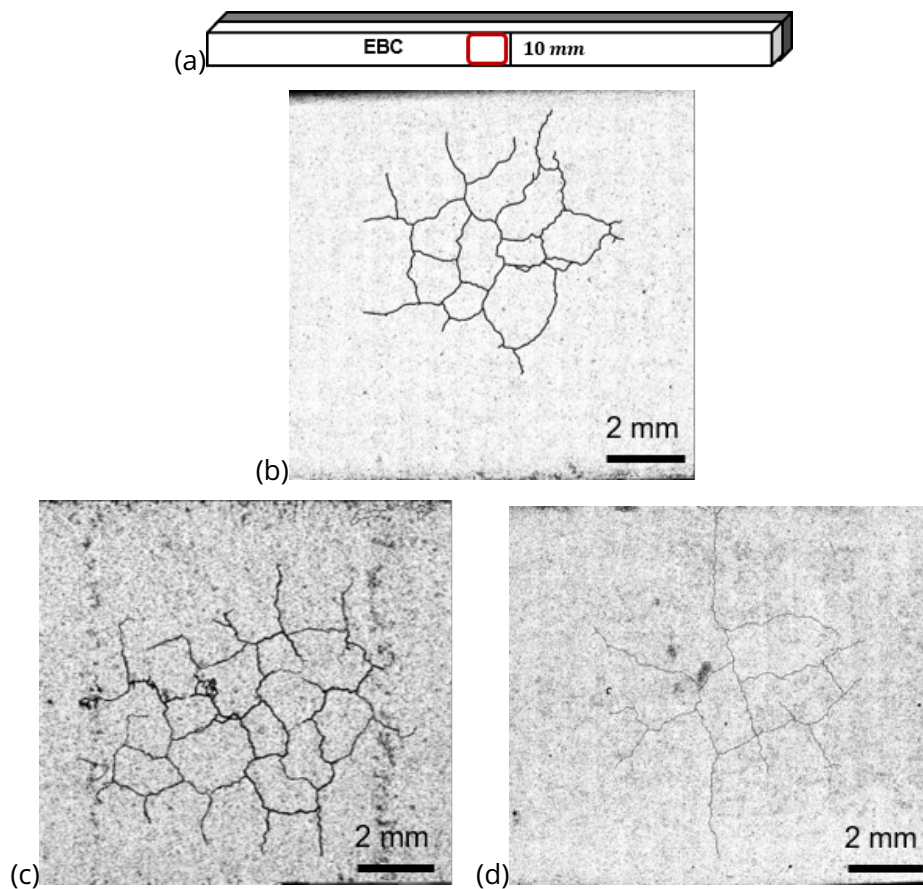


Figure 8: (a) Central area of the coating surface observed by SEM after the first thermomechanical loading cycle, (b) without load, (c) for a dead load of 9 kg and (d) 11 kg.

The network generated by a mechanical load of 11 kg was more critical with respect to the lifetime of the system compared to the network generated by a mechanical load of 9 kg. The cross-sectional observation of the system (figure 9(a)) shows that the crack reaching the edges of the sample also propagated toward the interface of the system (figure 9(c)), thus creating a pathway to oxidizing species encountered in engine environment, and weakening the durability of the coating on the CMC. For lower mechanical loads, it is not the case. For 0 and 9 kg, the surface crack network was circular and not very deep (figure 9(b)).

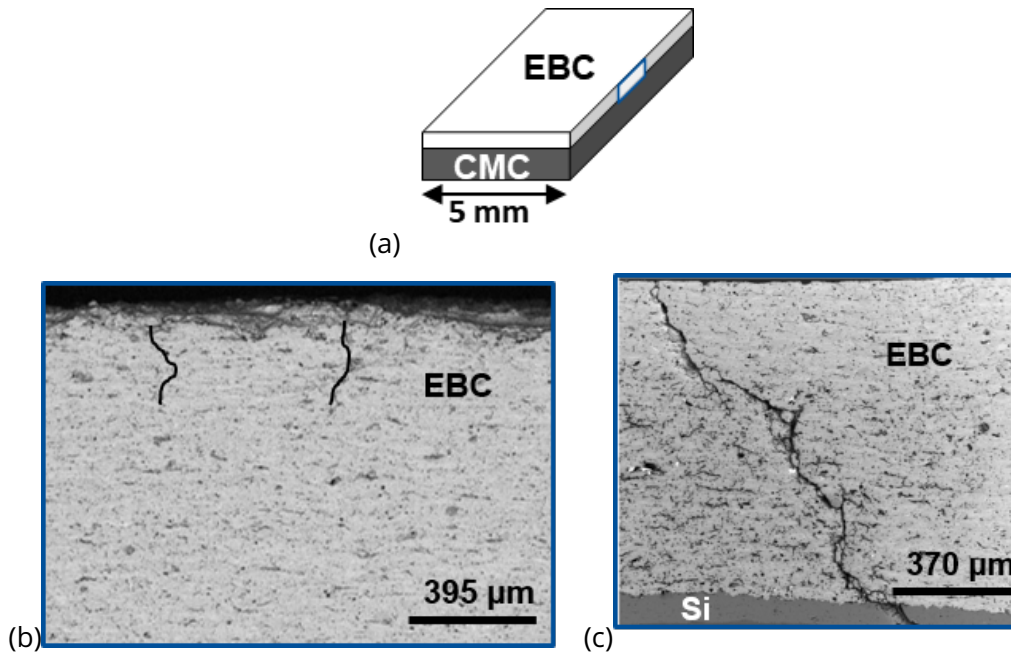


Figure 9: (a) Cross-section of the area observed by SEM after the first thermomechanical loading cycle. (b) Cross-section of the crack from a circular surface network (cases with 0 and 9 kg). (c) Through-crack (11 kg).

Thus, the study of the mechanical load impact allows its influence to be highlighted on the shape of the network, the number and size of generated cells, and in particular, the occurrence of cracks crossing the width and propagating to the system interface, which can be a critical mechanism for the lifetime of the system.

### 3.2 Impact of temperature level

Two temperature levels were investigated, namely 1100°C and 1250°C with the same laser beam shape. In both cases, the mechanical load was set to 9 kg. At the end of the thermal stage, the laser beam was stopped quasi instantaneously.

#### Temperature field at coating surface

The temperature field, obtained at the coating surface, which was maintained for the whole thermal stage, is shown in figure 10 for both applied temperature levels. In both cases, the thermal gradient along the central zone width was very small. Furthermore, the area exceeding a temperature level of 1000°C, which is the temperature at which coating creep was assumed to activate [32], was higher in case (b) than in case (a). Thus, a larger area appears to have crept in case (b). This observation was made on the basis of the temperature level at which creep is activated. In case (b), a larger area exceeded the creep-activating temperature than in case (a). The coating creep activation and the link established between the hottest central area on the coating surface and the area that has crept were based on the work of Archer et al. [27]. The same system and heating method were used herein.

Moreover, figure 11 presents the temperature profiles along the specimen length and width. First, along the length (figure 11(a)), the area exceeding 1000°C covered approximately 32 px (about 7.6 mm) for the low temperature level and over 60 px (or 14.3 mm) for the high temperature level. This observation implies that a larger area had crept in case (b) compared to case (a). Second, it confirms that the thermal gradient along the width in both cases was



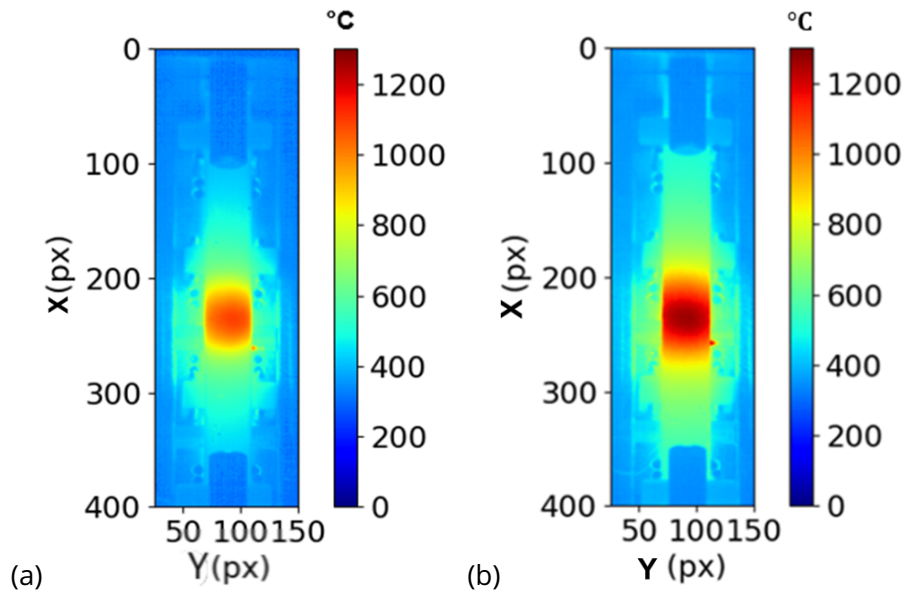


Figure 10: Temperature field at the coating surface, for a maximum temperature level of (a) 1100°C and (b) 1250°C.

small (figure 11(b)).

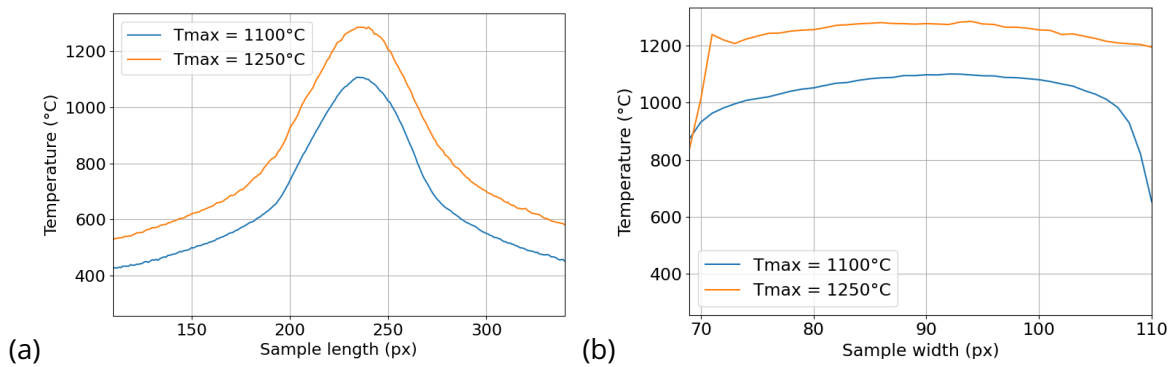


Figure 11: Temperature profiles for the 2 samples, along the (a) length, (b) width for maximum temperature levels of 1100°C and 1250°C.

### Acoustic emission

The normalized cumulative energy and laser power are plotted in figure 12. For both temperature levels, no events were detected during mechanical loading. Once the thermal loading was applied, acoustic events were observed during the cooling process in the case of a maximum temperature of 1250°C. For the first case (1100°C), no events were recorded by the acoustic sensor. This result shows that the temperature level and thus the creep level had an impact on the system damage.

### SEM observations

The central area of the coating surface was observed by SEM (figure 13(a)). In both cases, the SiC/SiC substrate did not exhibit damage. For the lower temperature, figure 13(b), the coating presented an incomplete crack network located at the region subjected to the laser beam, over an area of 4.2 mm × 4.2 mm. The network was slightly off-center with no specific shape. In this case, the acoustic emission did not detect any event since it was the beginning of



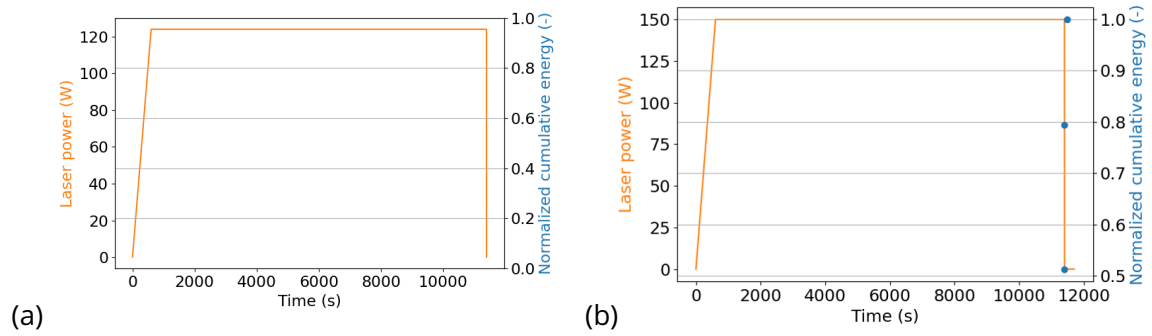


Figure 12: Acoustic emission during the first thermomechanical loading cycle for a maximum temperature of (a) 1100°C (b) 1250°C.

cracking. The level of acoustic events was therefore not significant enough to be detectable. Moreover, a crack network was formed on the surface of the coating that had been loaded at 1250°C (figure 13(c)) in the area illuminated by the laser beam. The formed network was more extensive than the previous one, with a surface of 8.1 mm × 8.1 mm. Its shape was circular with 13 closed cells of an average diameter of 1.5 mm.

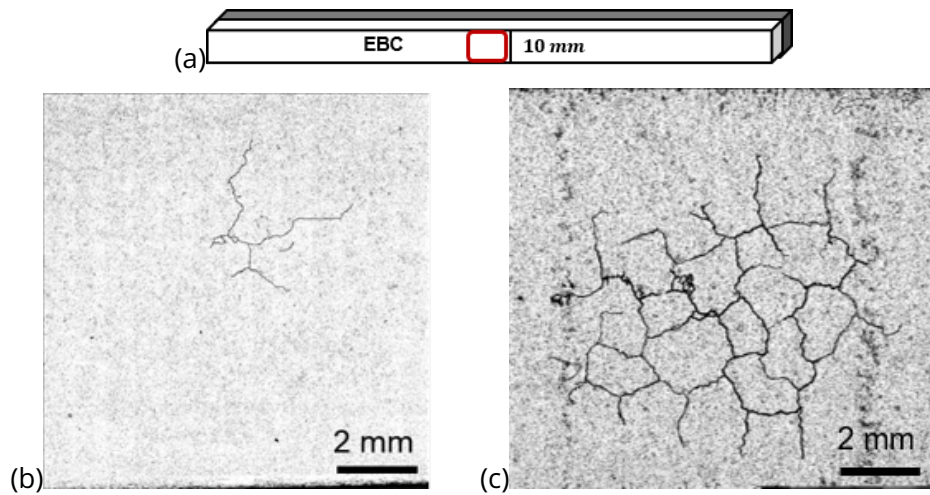


Figure 13: (a) Central area of the coating surface observed by SEM after the first thermomechanical loading cycle for a maximum temperature of (b) 1100°C and (c) 1250°C.

Through the variation of the maximum temperature level, considering the same laser beam shape, mechanical loading level and instantaneous cooling, it appears that the former parameter had a strong influence on coating damage. When the temperature of the central area ranged between 1000°C and 1100°C, cracking generated on the surface of the coating was limited and very localized. For a higher temperature level, the central zone whose temperature exceeded 1200°C (or even a more extended central zone which exceeded 1000°C), coating damage was detected during cooling and easily revealed by SEM observations since the network was richer in terms of cells and more extended.

### Finite element analysis

Figure 14 shows the evolution of the creep strain during the thermomechanical cycle. The strain is plotted at the hottest element of the coating surface. The creep strain over one cycle was larger for the highest temperature.

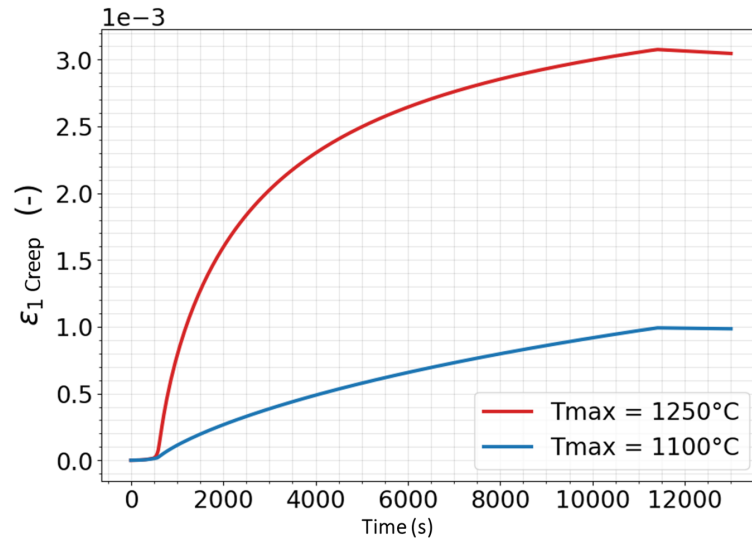


Figure 14: Evolution of maximum principal creep strain in the hottest element of the coating surface, over the thermal cycle and for the two maximum temperatures.

### 3.3 Impact of temperature profile

Since the thermal loading had a significant impact on coating damage, this parameter was further investigated by working on a temperature range greater than 1250°C at the hottest point (more favorable to the development of a crack network since the creep level of the system depends on the temperature level) and by varying the laser beam shape to vary the thermal gradients. The mechanical loading was kept at 9 kg and the cooling was almost instantaneous as in the previous cases.

#### Temperature field at the coating surface

Figure 15 displays the two temperature fields used for these cases. The two temperature fields underline the fact that the laser beam used in each case was different. The first one is the case presented above. The second one is a little more off-center than the first one. In both cases, the central area exceeding 1000°C was extended and the thermal gradient along the width was very small.

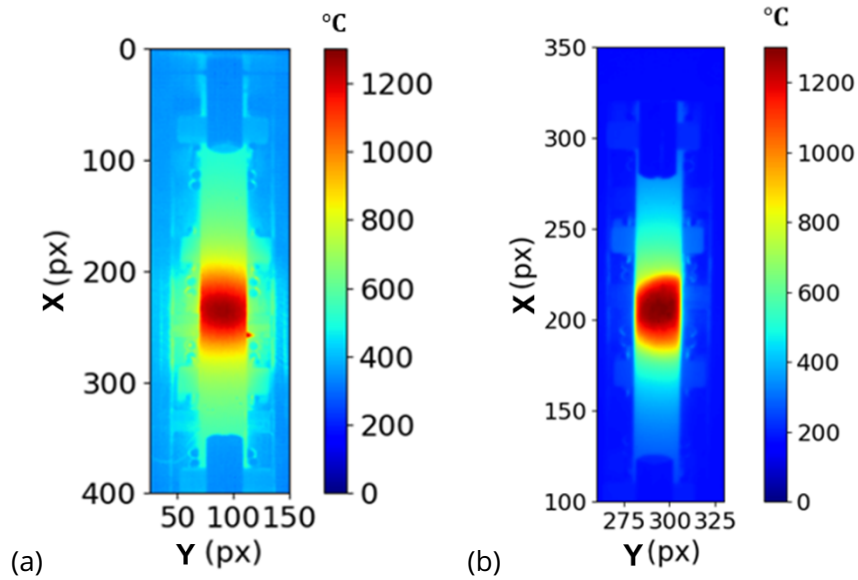


Figure 15: Temperature field at the coating surface for two laser spot shapes.

### Acoustic emission

For both thermal loading shapes, acoustic events were detected upon cooling (figure 16) in accordance with those observed for several levels of thermal loading (figure 12, the two curves were exactly the same, thus a single one is shown.)

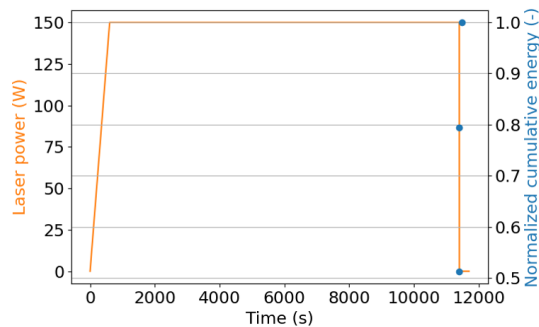


Figure 16: Acoustic emission during the first thermomechanical loading cycle for both laser beam shapes.

### SEM observations

Damage detected by acoustic emission was confirmed by SEM observations on the coating surface (figure 17(a)) in both cases. The network exhibited a circular shape in both cases. However, the network was more developed in the second case (figure 17(c)). The first network (figure 17(b)) extended over an area of 8.1 mm  $\times$  8.1 mm while the second one covered an area of 10.6 mm in length and 9 mm in width. While the first network contained 13 closed cells with an average diameter of 1.5 mm, the second contained 19 with an average diameter of 2 mm.

The results observed by varying the shape of the laser beam highlighted that this parameter had an impact on the crack network. The more the beam covered a large area, the more the cracked surface was important, and the more the number of cells was large. In the case of the second beam shape (figure 15(b)), the crack network covered almost the entire width of the sample (9 mm of cracks over 10 mm of sample width). This result is directly related to the thermal gradient across the sample width. The larger the beam and the larger the area it covered, the smaller the gradient across the width and the more extensive the crack

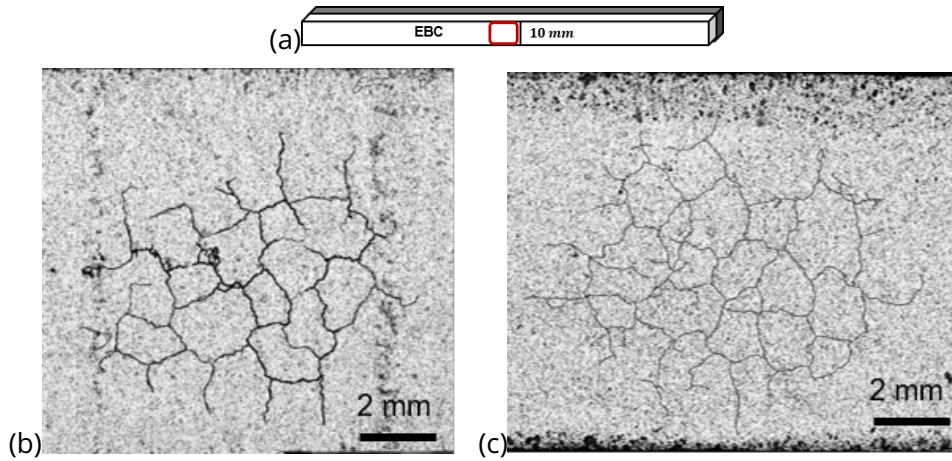


Figure 17: (a) Central area of the coating surface observed by SEM after the first thermomechanical loading cycle for (b) the first and (c) second laser beam shapes.

network. This effect is linked to the size of the area in which creep activated, thereby leading to cracking.

### 3.4 Impact of cooling duration

The three cases studied previously all revealed, through the monitoring of the acoustic events, that coating damage occurred during the cooling stage. Thus, the effect of the cooling duration was investigated by setting the maximum temperature to 1250°C, the mechanical load to 9 kg and by using 2 cooling durations, namely, 15 min and 2 h. The choice of different cooling ramps was guided by the creep activation time. In the instantaneous case, creep had no time to activate, while in the case of a 2 h cooling, the duration was long enough to activate creep. The 15 min duration represented an intermediate case.

#### Temperature field at coating surface

The temperature field measured at the surface of the coating is the same as that in figure 15(b).

#### Acoustic emission

Acoustic events were monitored both for the instantaneous case and for the slower coolings (figure 18). In all three situations, damage occurred during cooling. The slower the cooling ramp, the later the acoustic events.

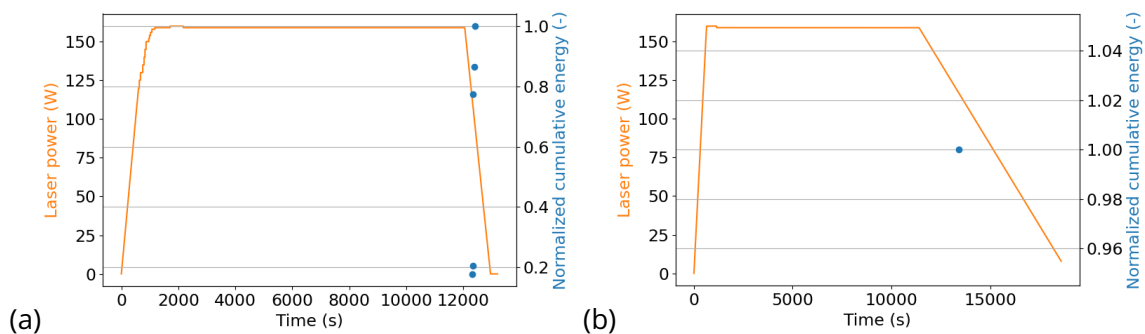


Figure 18: Acoustic emission during the first thermomechanical loading cycle, for (a) 15 min and (b) 2 h cooling.

## SEM observations

In both cases, as shown in figure 19, the shape of the crack network on the top surface was the same. A circular network was close to the Gaussian shape of the laser beam used to heat the coating. The cracks all joined to form cells. There were no horizontal or vertical cracks. The overall size of the network was about 10.4 mm × 9 mm for the 15 min cooling and about 9.2 mm × 8.3 mm for the 2 h cooling. In terms of number of closed cells, the first network contained 22 and the second one 23.

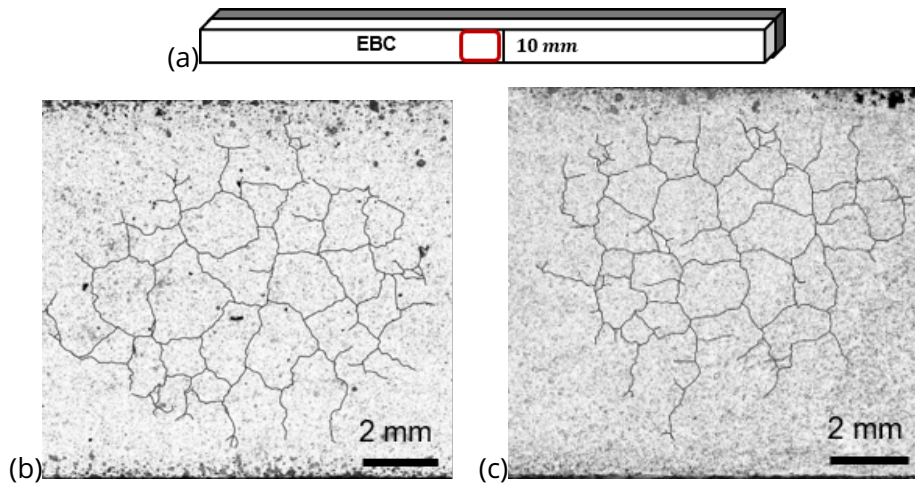


Figure 19: (a) Central area of the coating surface observed by SEM after the first thermomechanical loading cycle for (b) 15 min and (c) 2 h cooling.

Although on the surface of the coating the formed network was the same, observations of the cross-section revealed that the depth of the network was different. The shorter the cooling duration, the shallower the network (figure 20). In the first case (almost instantaneous cooling), several cracks exceeded half the thickness. In the second case (15 min), some cracks propagated to almost half the thickness, while in the third case, the network barely reached a third of the thickness.

Varying the cooling duration confirmed that damage was occurring during this stage. By slowing down cooling, it was shown that the cracking events occurred with a time delay. Slowing down cooling was also linked to a less extended network and a slightly increased number of closed cells. However, the strongest impact was on the depth of the network.

### 3.5 Impact of coating thickness

It is known that increasing the temperature of aeroplanes engines improves their efficiency [34]. Yet, this increase is limited to the substrate capability. In order to improve the operating temperature of hot-section components, the thickness of the coating can be used as a thermal barrier. The thicker the coating, the lower the temperature at the surface of the CMC. Unfortunately, there are also some disadvantages: (i) it adds extra weight to CMC components, (ii) it increases residual stresses in the CMC/EBC system and (iii) the thermal gradient through the thickness of the coating becomes higher. Therefore, the influence of the thickness of the coating on the damage mechanisms was characterized.

In the previous cases, the coating thickness was set to 1000  $\mu\text{m}$ . To determine the impact of the coating thickness on cracking, a system with a thinner coating (300  $\mu\text{m}$ ) was evaluated. The maximum temperature was 1250°C, the mechanical load 9 kg and the laser was turned off instantaneously at the end of the thermal stage.



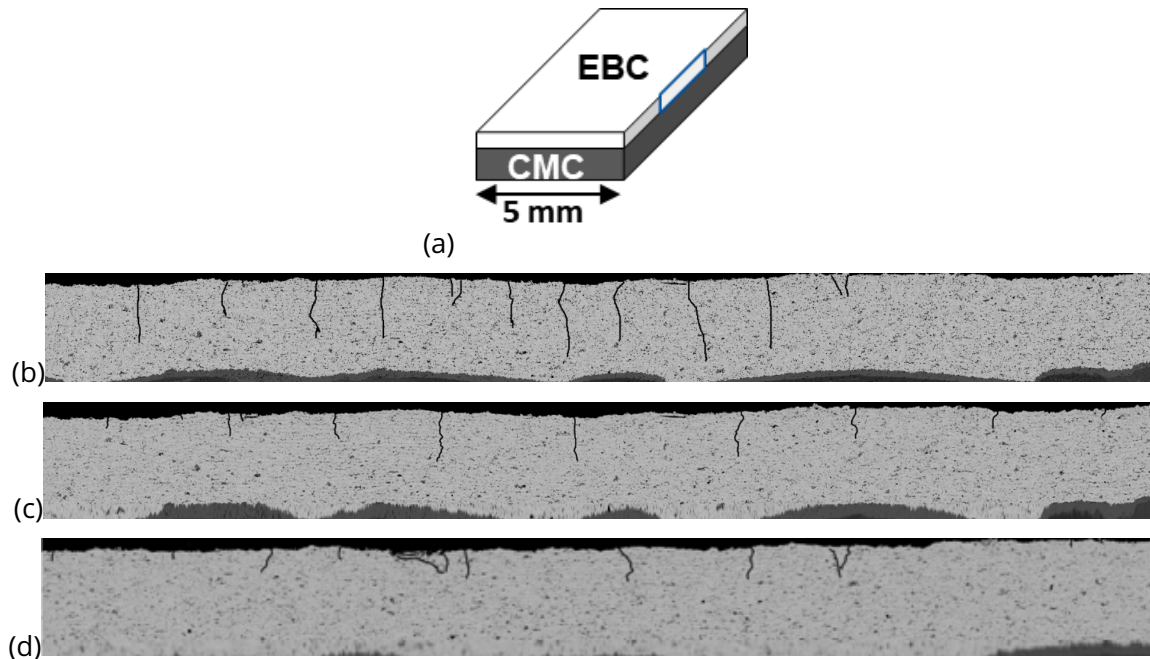


Figure 20: (a) Cross-section SEM observations for different cooling durations. (b) Almost instantaneous, (c) 15 min, (d) 2 h durations.

### Temperature field at the coating surface

The temperature field generated at the surface of the samples was also used to investigate the impact of the coating thickness (figure 21). In the central area of the coating surface, the temperature level was the same for both system thicknesses. However, the temperature gradient across the thickness was different.

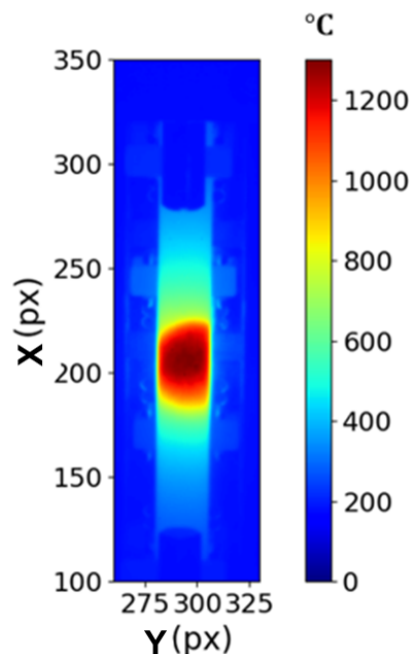


Figure 21: Temperature field at the coating surface for a maximum temperature level of 1250°C.

In fact, it appears that the temperature difference was greater in the thicker system than in the thinner one (figure 22). As a result, the thermal gradient induced in the thinner coating

was smaller than that in the thicker coating, both along the length of the specimen and in the thickness of the system.

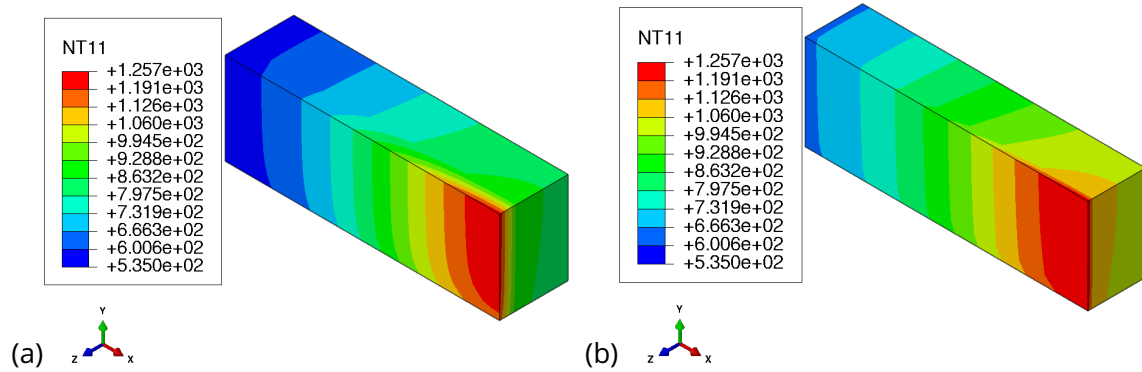


Figure 22: Computed temperature fields for a coating of (a) 1000  $\mu\text{m}$  and (b) 300  $\mu\text{m}$ .

### Acoustic emission

No acoustic events were detected during the test on the 300  $\mu\text{m}$  coating, thereby indicating the absence of damage in the system.

### SEM observations

SEM observations of the coating surface (figure 23(a)) highlight the formation of the crack network for the thickest system (figure 23(b)) but not for the thinnest system (figure 23(c)). This observation confirmed the results obtained from the acoustic emission analysis. For the same mechanical load, more damage would have been expected on the thinner system. However, for the same surface thermal loading, the thermal gradients induced in the thickness were different. In the case of a thin coating, the gradients were less significant than for a thick coating. However, coating cracking was mainly due to thermal gradients, since this type of damage was not possible at uniform temperatures. This difference in thermal gradients through the thickness explains the previous observations.

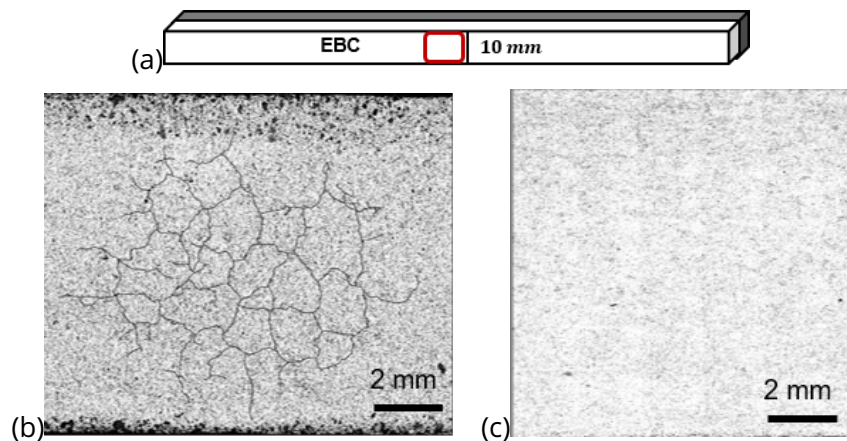


Figure 23: (a) Central area of the coating surface observed by SEM after the first thermomechanical loading cycle for a thickness of (b) 1000  $\mu\text{m}$  and (c) 300  $\mu\text{m}$ .



## 4 Discussion

The loading parameters such as mechanical load (inducing various stress levels) and temperature levels were chosen to impact creep activation and the creep strain level. The cooling duration was also studied to see its impact on creep. Last, the coating thickness (geometric parameter) was chosen to assess its influence for industrial applications. In the case of a 1 mm coating, both mechanical loads induced a (longitudinal) stress level of 15 MPa. Four of the five investigated parameters had a strong influence on coating cracking (summarized in figure 24). First, the temperature was set to 1250°C in order to be in the most favorable configuration for the development of a crack network. When the level of mechanical load was varied, it had a direct impact on the network shape. A circular network driven by the shape of the Gaussian for a mechanical load of 9 kg changed into a network composed of a circular part with cracks crossing the full width of the sample. The through cracks were more critical for the performance of the system since they reached the interface with the CMC while the cracks of the circular network remained confined to the top of the coating. This phenomenon was explained by the biaxial stress state in the system. When the mechanical loading was "low" (0 or 9 kg), the stress state was mainly driven by the thermal loading and more specifically by the shape of the thermal loading. Thus, the resulting crack network was circular. When the mechanical load was increased (above a certain threshold), the stress state became driven by the latter, which resulted in a change in the shape of the network with the onset of flexural cracks across the width of the sample.

<i>Case</i>	<i>Cell number</i>	<i>Average cell diameter</i>	<i>Extension</i>	<i>Network shape</i>	<i>Propagation</i>
<i>Thickness 1 mm Mechanical load 0 kg Maximum temperature 1250°C Cooling duration instantaneous</i>	<i>9</i>	<i>1.5 mm</i>	<i>6.3 x 6.3 mm</i>	<i>Circular</i>	<i>confined within the coating surface</i>
<i>Thickness 1 mm Mechanical load 9 kg Maximum temperature 1250°C Cooling duration instantaneous</i>	<i>13</i>	<i>1.5 mm</i>	<i>8.1 x 8.1 mm</i>	<i>Circular</i>	<i>confined within the coating surface</i>
<i>Thickness 1 mm Mechanical load 11 kg Maximum temperature 1250°C Cooling duration instantaneous</i>	<i>3</i>	<i>2.5 mm</i>	<i>8.1 x 10 mm</i>	<i>Circular + through crack</i>	<i>crack reaching the interface</i>
<i>Thickness 1 mm Mechanical load 9 kg Maximum temperature 1100°C Cooling duration instantaneous</i>	<i>0</i>	<i>0</i>	<i>4.2 x 4.2 mm</i>	<i>incomplete network</i>	<i>confined within the coating surface</i>
<i>Thickness 1 mm Mechanical load 9 kg Maximum temperature 1250°C Cooling duration instantaneous laser beam case (b)</i>	<i>19</i>	<i>2 mm</i>	<i>10.6 x 9 mm</i>	<i>Circular</i>	<i>confined within the coating surface</i>
<i>Thickness 1 mm Mechanical load 9 kg Maximum temperature 1250°C Cooling duration 15 min</i>	<i>22</i>	<i>1.5 mm</i>	<i>10.4 x 9 mm</i>	<i>Circular</i>	<i>confined within the coating surface</i>
<i>Thickness 1 mm Mechanical load 9 kg Maximum temperature 1250°C Cooling duration 2 h</i>	<i>23</i>	<i>1.5 mm</i>	<i>9.2 x 8.3 mm</i>	<i>Circular</i>	<i>confined within the coating surface</i>
<i>Thickness 0.3 mm Mechanical load 9 kg Maximum temperature 1250°C Cooling duration instantaneous</i>	<i>0</i>	<i>0</i>	<i>0</i>	<i>-</i>	<i>-</i>

Figure 24: Summary of the different types of cracking patterns.

The maximum temperature was directly related to the intensity of the crack network. For a given geometry, the higher the temperature, the higher the crack density. Temperature was one of the key parameters of the creep law that activated this mechanism [27]. Thus, the higher the temperature, the higher the creep level. Moreover, the higher the maximum temperature of the center point, the larger the area exceeding a temperature threshold activating creep. Therefore, the higher the creep level over a large area, the richer the crack network will be. This trend was particularly highlighted in figure 13. The more extensive the area where temperature exceeded 1000°C, the more developed the crack network. This result was mainly due to creep. Moreover, with the thermal cycle parameters of this study and analyzing the temperature fields related to the crack networks, a minimum temperature of 1100°C was necessary to reach creep strain levels responsible of the crack onset.

For the selected specimen dimensions, the variation in shape of the laser beam did not have a strong influence on the crack network since the central zone above 1100°C was almost the same in both cases. This observation suggested that the two samples would have crept in the same way, which led to a similar crack network in both cases.

For all cases, damage always occurred during cooling. This observation was explained by the tensile stress state through the EBC layer [33]. The crack networks shown on the surface (figure 19) and through the thickness of the coating (figure 20) highlighted a tensile stress state that was generated through the coating, from its surface, during cooling. This stress state was strongly related to the creep strain depending on temperature and time but also to the inversion of the thermal gradient at the center of the coating surface when the cooling started [17, 19]. Thus, the onset of damage was related to the cooling duration. In contrast, the shape of the network was not influenced by the cooling duration. The cooling duration directly impacted the depth of the network, namely, the faster the cooling, the deeper the network.

The thickness of the coating played an important role in cracking of the system. For a thin coating, it was impossible to generate damage. Although in both cases the same thermal and mechanical loads were applied, varying the thickness of the system meant that temperature diffusion did not occur in the same way in both cases because of the specimen geometry (300 µm versus 1000 µm). There were lower temperature gradients in the thinner coating than in the thicker one. There was less diffusion because less heat loss through the thickness. This difference induced a lower thermomechanical stress in the thin coating. Since the stress level controls creep, this observation explained that the thin coating did not crack.

Last, the stress levels reached in the case of a 1 mm coating (with or without mechanical loading) provide an additional explanation of the cracking observed on the surface of the coating. By setting a damage threshold of 110 MPa (equivalent to 0.1% strain [29]), figure 25, captured at the beginning of cooling, shows that this threshold was exceeded in the central area.

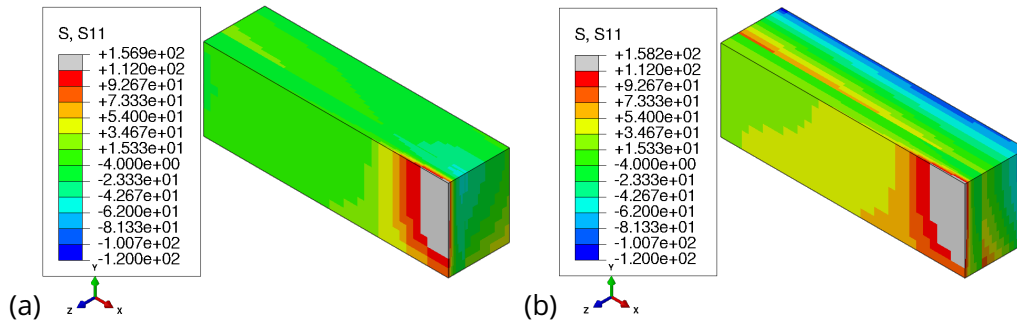


Figure 25: Maximum principal stress field (MPa) during cooling, at the time step when the stress is highest, (a) under thermal loading only and (b) under coupled thermomechanical loading.

## 5 Conclusion

This paper proposed to analyze the failure mechanisms of an EBC coated SiC/SiC composite under thermal gradient and mechanical loading. The following conclusions were drawn:

- The mechanical load has an influence on the shape of the network and its depth. The higher the mechanical load, the more the shape of the network will be driven by flexural stresses and not the Gaussian thermal loading. Moreover, cracks induced by flexural loading (i.e. crossing the width of the specimen) reached the interface of the system and therefore represented a privileged path for the penetration of oxidizing species at high temperatures in engine environments.
- The temperature gradients and level, and therefore the creep level of the coating, had a direct impact on the formation of crack networks. Numerically, this observation was confirmed by finite element analyses to study the evolution of the principal creep strain. The level of the creep strain over one cycle was larger at the highest temperature. Experimentally, the crack network due to thermal loading at 1250°C was larger in terms of cell number and extent than that obtained with a thermal loading at 1100°C. Moreover, the size of the network depended on the area that exceeded a sufficiently high temperature threshold. It should be noted that in this study, none of the vertical cracks developed into delamination cracks at the CMC/EBC interface.
- The cooling duration delayed the initiation of damage but did not impact the crack network shape. However, it had a strong effect on the depth of the network. The slower the cooling, the shallower the network.
- The thickness of the coating played an important role on damage. The thinner the coating, the less dense the network. When the thickness of the coating becomes thin enough, the damage threshold is not reached anymore.

The impact of all these parameters on the failure mechanisms of the CMC/EBC system was related to the stress level resulting from different loading conditions. The whole study of the formation of the network is an additional work that does not fall within the scope of the article. It would be interesting to set up a crack propagation model to explain the different cases observed experimentally.

## 6 Acknowledgements

This work was supported under ATLAAS, French research project co-funded by DGAC, ONERA and SAFRAN Group, involving SAFRAN Group, ONERA and CNRS.

## References

- [1] P. Spriet, Ceramic Matrix Composites – Materials, Modeling and Technology. *ch. CMC Applications to Gas Turbines*, pp. 591–608, 2014
- [2] D. B. Marshall, B. N. Cox, Integral textile ceramic structures. *Annual Review of Materials Research*, vol. 38, pp. 425-443, 2008
- [3] J. A. Dever, M. V. Nathal, J. A. Dicarolo, Research on high-temperature aerospace materials at NASA Glenn Research Center. *Journal of Aerospace Engineering*, vol. 26, pp. 500-514, 2013
- [4] P. J. Meschter, E. J. Opila, N. S. Jacobson, Water vapor-mediated volatilization of high-temperature materials. *Annual Review of Materials Research*, vol. 43, pp. 559-588, 2013
- [5] K. N. Lee, D. S. Fox, J. I. Eldridge, D. Zhu, R. C. Robinson, C. Raymond, N. P. Bansal, R. A. Miller, Upper temperature limit of environmental barrier coatings based on mullite and BSAS. *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 86, pp. 1299-1306, no. 8, 2003
- [6] K. N. Lee, D. S. Fox, N. P. Bansal, Rare earth silicate environmental barrier coatings for SiC/SiC composites and Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, pp. 1705-1715, no. 10, 2005
- [7] S. Ueno, T. Ohji, H.T. Lin, Recession behavior of a silicon nitride with multi-layered environmental barrier coating system. *Ceramics international*, vol. 33, pp. 859-862, no 5, 2007
- [8] S. Ueno, T. Ohji, H.T. Lin, Corrosion and recession of mullite in water vapor environment. *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 28, pp. 431-435, no 2, 2008
- [9] Y. Okita, Y. Mizokami, J. Hasegawa, Jun, Experimental and numerical investigation of environmental barrier coated ceramic matrix composite turbine airfoil erosion. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, vol. 141, no 3, 2019
- [10] K. M. Grant, S. Krämer, G. GE. Seward, C. G. Levi, Calcium–magnesium alumino-silicate interaction with yttrium monosilicate environmental barrier coatings. *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 93, pp. 3504-3511, no 10, 2010
- [11] W. D. Summers, D. L. Poerschke, D. Park, J. H. Shaw, F. W. Zok, C. G. Levi, Roles of composition and temperature in silicate deposit-induced recession of yttrium disilicate. *Acta Materialia*, vol. 160, pp. 34-46, 2018
- [12] H. Zhao, B. T. Richards, C. G. Levi, H. NG. Wadley, Molten silicate reactions with plasma sprayed ytterbium silicate coatings. *Surface and Coatings Technology*, vol. 288, pp. 151-162, 2016
- [13] R. T. Bhatt, S. R. Choi, L. M. Cosgriff, D. S. Fox, K. N. Lee, Impact resistance of environmental barrier coated SiC/SiC composites. *Materials Science and Engineering: A*, vol. 476, pp. 8-19, no 1-2, 2008
- [14] K. A. Kane, E. Garcia, S. Uwanyuze, M. Lance, K. A. Unocic, S. Sampath, B. A. Pint, Steam oxidation of ytterbium disilicate environmental barrier coatings with and without a silicon bond coat. *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 104, pp. 2285-2300, no 5, 2021
- [15] N. Rohbeck, P. Morrell, P. Xiao, Ping, Degradation of ytterbium disilicate environmental barrier coatings in high temperature steam atmosphere. *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 39, pp. 3153-3163, no 10, 2019
- [16] K. -N. Lee, B. J. Puleo, D. L. Waters, G. Costa, Current EBC development and testing at NASA. *Technical Report*, [url=https://api.semanticscholar.org/CorpusID:131898503](https://api.semanticscholar.org/CorpusID:131898503), 2017

- [17] D. Zhu, R. A. Miller, Influence of High Cycle Thermal Loads on Thermal Fatigue Behavior of Thick Thermal Barrier Coatings. *Technical report, National Aeronautics and Space Administration Cleveland OH Lewis Research*, 1997
- [18] D. Zhu, R. A. Miller, Sintering and creep behavior of plasma-sprayed zirconia-and hafnia-based thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, vol 108, pp. 114-120, 1998
- [19] D. Zhu, R. A. Miller, Determination of creep behavior of thermal barrier coatings under laser imposed high thermal and stress gradient conditions. *Journal of materials research*, vol. 14, pp. 146-161, no. 1, 1999
- [20] B. T. Richards, S. Sehr, F. de Franqueville, M. R. Begley, H. NG. Wadley, Fracture mechanisms of ytterbium monosilicate environmental barrier coatings during cyclic thermal exposure. *Acta Materialia* vol. 103, pp. 448-460, 2016
- [21] Y. R. Takeuchi, K. Kokini, Thermal fracture of multilayer ceramic thermal barrier coatings. *Turbo Expo: Power for Land, Sea, and Air. American Society of Mechanical Engineers* vol. 78972, 1992
- [22] K. Kokini, B. D. Choules, Y. R. Takeuchi, Thermal fracture mechanisms in ceramic thermal barrier coatings. *Journal of thermal spray technology* vol. 6, pp. 43-49, 1997
- [23] A. Kawasaki, R. Watanabe, Thermal shock fracture mechanism of metal/ceramic functionally gradient materials. *Thermal Shock and Thermal Fatigue Behavior of Advanced Ceramics*, pp. 509-520, 1993
- [24] H. Takahashi, T. Ishikawa, D. Okugawa, T. Hashida, Laser and plasma-ARC thermal shock/fatigue fracture evaluation procedure for functionally gradient materials. *Thermal Shock and Thermal Fatigue Behavior of Advanced Ceramics*, pp. 543-554, 1993
- [25] D. Zhu, R. A. Miller, Investigation of thermal fatigue behavior of thermal barrier coating systems. *Surface and Coatings Technology* vol. 94, pp. 94-101, 1997
- [26] A. Lacombe, P. Spriet, G. Habarou, E. Bouillon, A. Allaria, Ceramic Matrix Composites to Make Breakthroughs in Aircraft Engine Performance. *50th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*, pp 2675, 2009
- [27] T. Archer, M. Berny, P. Beauchêne, F. Hild, Creep behavior identification of an environmental barrier coating using full-field measurements. *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 40, pp. 5704-5718, no. 15, 2020
- [28] D. G. Eitzen, H. N. G. Wadley, Acoustic emission: establishing the fundamentals. *Journal of research of the National Bureau of Standards*, pp. 75, no. 1, 1984
- [29] D. Zhu, Development and Performance Evaluations of HfO<sub>2</sub>-Si and Rare Earth-Si Based Environmental Barrier Bond Coat Systems for SiC/SiC Ceramic Matrix Composites. *International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films*, NASA Glenn Research Center, 2014
- [30] L. Yang, T. T. Yang, Y. C. Zhou, Y. G. Wei, R. T. Wu, N. G. Wang, Acoustic emission monitoring and damage mode discrimination of APS thermal barrier coatings under high temperature CMAS corrosion. *Surface and Coatings Technology*, vol. 304, pp. 272-282, 2016
- [31] S. Momon, N. Godin, P. Reynaud, M. R'Mili, G. Fantozzi, Unsupervised and supervised classification of AE data collected during fatigue test on CMC at high temperature. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, pp. 254-260, no. 2, 2012
- [32] B. T. Richards, D. Zhu, L. Ghosn, H. Wadley, Mechanical properties of air plasma sprayed environmental barrier coating (EBC) materials. *International Conference and Expo on Advanced Ceramics and Composites*, 2015

- [33] B. D. Choules, K. Kokini, T. A. Taylor, Thermal fracture of ceramic thermal barrier coatings under high heat flux with time-dependent behavior: Part 1. Experimental results. *Materials Science and Engineering: A*, vol. 299, pp. 296-304, 2001
- [34] H. Zhao, C. G. Levi, H. N. G. Wadley, Molten silicate interactions with thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 251 :74-86, July 2014

## 3.2 Résultats complémentaires

Cette partie présente deux cas complémentaires aux résultats expérimentaux présentés dans la partie précédente. Notons que l'ensemble des essais a été dimensionné de sorte à rester en dessous du seuil d'endommagement du revêtement à froid. Dans ces travaux, par manque de données, une des hypothèses a été de considérer un seuil de déformation à rupture de 0,1% pour le revêtement. Pour un module de Young de 112 GPa, cela mène à un seuil d'endommagement en contrainte de 112 MPa. Cette hypothèse s'appuie sur [191] où l'on retrouve un module de 168 GPa pour le disilicate d'ytterbium (DSYb) (élaboré également par projection thermique) avec une contrainte à rupture de l'ordre de 159 MPa. Cela permet, sous hypothèses d'un comportement élastique linéaire et similaire entre les deux matériaux, de considérer un seuil de déformation à rupture d'environ 0,1% pour le DSY. Cela est de plus cohérent avec les travaux de la NASA [62], dans lesquels on retrouve pour le revêtement en DSY une contrainte à rupture variant entre 80 et 100 MPa sur la gamme de température 0 - 1400°C, donc proche de la contrainte à rupture considérée ici.

### 3.2.1 Cas 1 : compléments sur la sensibilité à la forme du faisceau laser

Un essai sous chargement thermomécanique a été réalisé sur une éprouvette composée d'un revêtement de 1 mm d'épaisseur. Le chargement mécanique a été fixé à 9 kg, de sorte à rester en dessous du seuil d'endommagement du revêtement à froid. Le chargement thermique appliqué s'est fait en un seul cycle et consistait en une montée en température en 10 minutes, un palier thermique de 3 heures et un refroidissement en 15 minutes. L'objectif était de reproduire un cas présenté dans la partie 3.4 (Impact of the cooling rate) de l'article et de confirmer la forme du réseau de fissures obtenu.

Le champ de température induit pendant le palier thermique est présenté sur la figure 3.1 pour les deux cas comparés. Notons qu'expérimentalement, il est difficile de reproduire le même chargement thermique d'une campagne d'essais à une autre. En effet, le positionnement et la forme du faisceau laser peuvent différer. Dans les deux cas, le niveau de température était supérieur à 1250°C sur la zone centrale afin de maximiser les chances de développer un réseau de fissures à la surface du revêtement. La seule différence entre l'essai présenté dans l'article et celui présenté dans cette partie réside dans le niveau de température maximale qui est plus faible dans le cas présent. En effet, au niveau du point le plus chaud à la surface du revêtement, la température maximale était de l'ordre de 1265°C dans le cas présent contre 1290°C dans l'essai de référence. Dans les deux essais, la différence de température selon la largeur reste faible (environ 10°C).

L'observation post-mortem de cet échantillon au MEB a permis de confirmer, tout comme pour le cas présenté dans l'article (figure 3.2(a)), la présence d'un réseau de fissures à la surface du revêtement (figure 3.2(b)). Cependant, le réseau obtenu dans le cas (b) présente une forme différente. En effet, il n'est plus circulaire. Il est composé de 7 mailles fermées ou quasiment fermées et de plusieurs fissures longitudinales et verticales tandis que le premier réseau est composé de 22 mailles fermées. De plus, dans le cas (a), le réseau s'étend sur une surface de 10,4 mm × 9 mm tandis que dans le cas (b) il s'étend sur une surface plus petite, de 8 mm × 7 mm.

De plus, les échantillons ont été coupés au milieu, suivant leur longueur, afin d'estimer la profondeur du réseau de fissures (figure 3.3, les échelles ne sont pas identiques). On observe alors que le second réseau comporte des fissures plus profondes que celles du premier. De plus, le réseau est moins dense que le premier. Cela a déjà été observé dans les travaux de



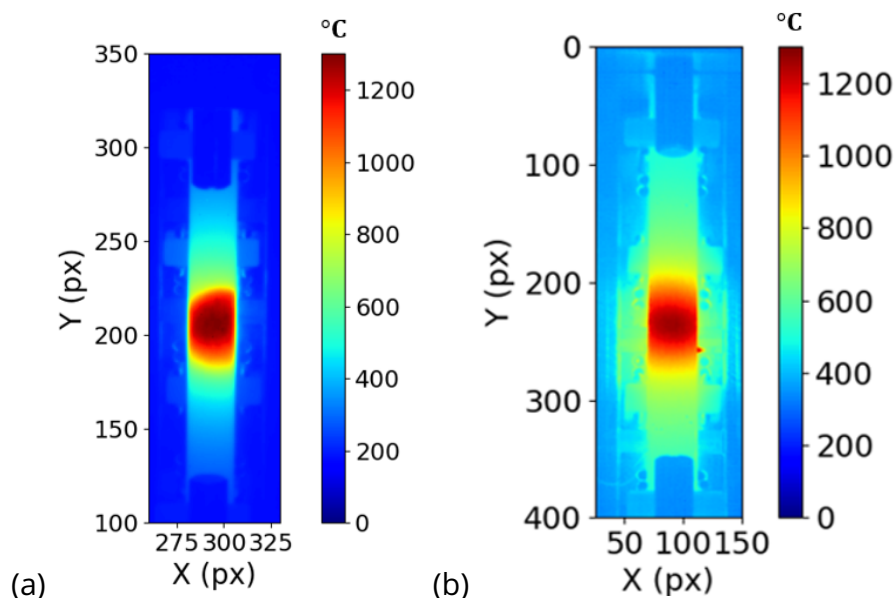


Figure 3.1 – Champ de température induit à la surface du revêtement pendant le palier thermique, dans le cas : (a) initial de l'article, (b) actuel.

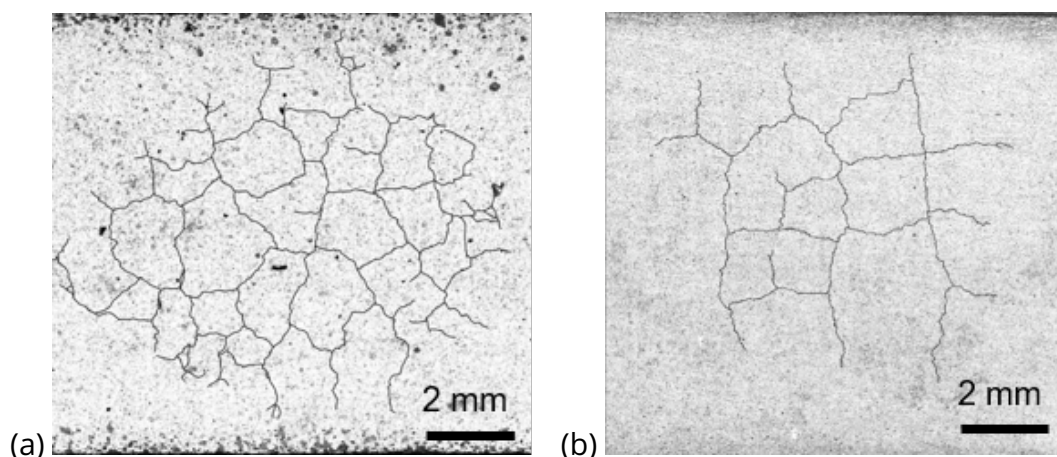


Figure 3.2 – Cartographie au MEB du réseau de fissures formé à la surface du revêtement suite à un refroidissement fait en 15 minutes pour le cas : (a) initial de l'article, (b) actuel.

[96] : un réseau de fissures dense en surface est lié à un chargement plus important. Dans ces travaux, les auteurs ont montré une corrélation entre profondeur et densité du réseau : plus le réseau est dense, moins les fissures sont profondes.

Cette différence pourrait être liée à la géométrie des éprouvettes. En effet, un dépôt inhomogène du revêtement a été mesuré par profilométrie, avec une variation d'épaisseur monotone d'environ 150  $\mu\text{m}$  sur une longueur de 70 mm (sur 100 mm de longueur d'éprouvette), sur l'éprouvette du cas (b). Cela semble avoir un impact sur la forme du réseau de fissures obtenu. Dans ce cas, le réseau formé présente des fissures plus profondes (mais toujours confinées dans le revêtement).

### 3.2.2 Cas 2 : impact du chargement de flexion

Deux essais ont été réalisés sur des éprouvettes plus épaisses que les précédentes, composées d'un revêtement de 1,4 mm d'épaisseur. Le chargement mécanique était de 11 kg

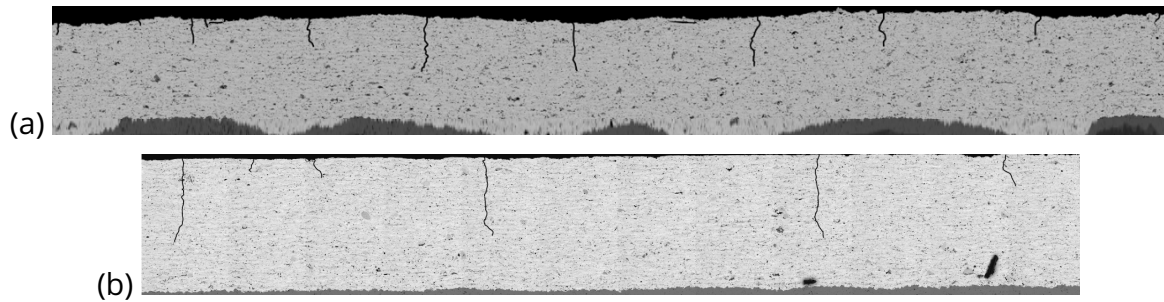


Figure 3.3 – Cartographie au MEB de la profondeur du réseau de fissures formé suite à un refroidissement fait en 15 minutes pour le cas : (a) initial de l'article, (b) actuel. (Épaisseur de revêtement = 1000  $\mu\text{m}$ )

dans un cas et de 15 kg dans le second. Ces masses ont été choisies de sorte à appliquer un chargement proche de celui appliqué sur le revêtement de 1 mm. Le champ de température obtenu à la surface du revêtement est présenté sur la figure 3.4. Le niveau de température induit est de l'ordre de 1250°C au niveau de la zone centrale du revêtement ce qui permet de se placer dans les conditions propices à la fissuration du revêtement. La différence de température suivant la largeur de l'éprouvette est plus importante (environ 40°C) que dans les cas étudiés précédemment (environ 10°C).

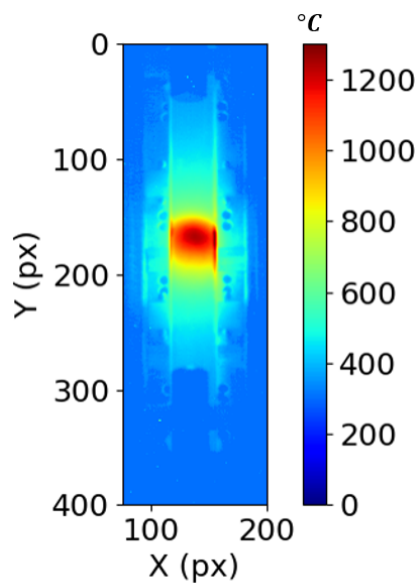


Figure 3.4 – Champ de température induit à la surface du revêtement pendant le palier thermique.

Dans les deux cas, l'observation des éprouvettes au MEB met en évidence la formation d'un réseau de faïençage à la surface du revêtement (figure 3.5). Dans le premier cas, le réseau formé est composé d'une partie circulaire, liée au chargement thermique gaussien. Cette partie circulaire est composée de 7 mailles quasiment fermées et est centrée suivant la largeur de l'éprouvette, s'étendant sur une zone de superficie 4,5 mm  $\times$  4 mm. Celle-ci est plus petite que celle observée dans le cas de fissuration avec un revêtement de 1 mm où les réseaux s'étendaient sur une superficie d'au moins 7 mm  $\times$  7 mm. Cela est lié à la faible superficie directement chauffée par le laser et de ce fait au gradient thermique suivant la largeur induit dans ce cas. La seconde partie de ce réseau est constituée d'une fissure verticale

traversant toute la largeur de l'éprouvette et de 3 fissures horizontales. Lorsque le chargement mécanique est augmenté (cas (b)), la forme du réseau est complètement modifiée. Il n'a plus une forme circulaire. Il y a le développement de 2 fissures verticales traversant toute la largeur de l'éprouvette avec une des deux fissures ayant mené à la rupture totale de l'échantillon. De plus, on retrouve comme dans le cas précédent trois fissures horizontales avec un pas faisant la même taille (un pas de fissure d'environ 1,8 mm). Ainsi cette différence entre les formes de réseaux est liée au chargement mécanique. Dans les deux cas, le réseau de fissures est induit par les gradients thermiques. Cependant, la forme du réseau obtenu dans le deuxième cas est davantage pilotée par le chargement mécanique que par le chargement thermique. L'augmentation du niveau de chargement mécanique mène à un réseau de forme moins axisymétrique.

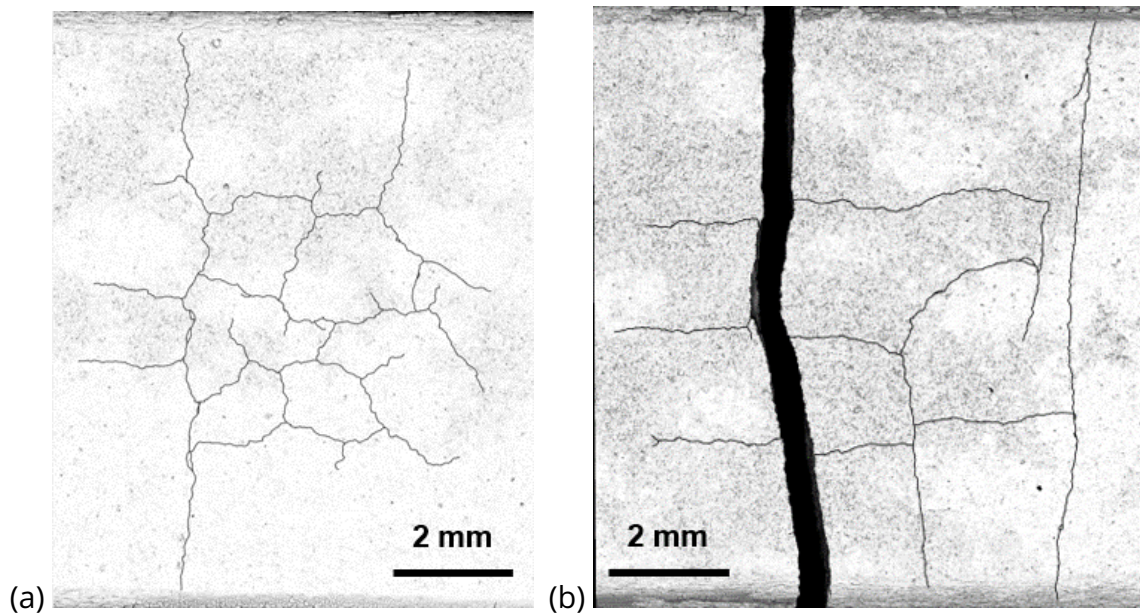


Figure 3.5 – Cartographie au MEB du réseau de fissures formé à la surface du revêtement suite à un chargement mécanique de : (a) 11 kg, (b) 15 kg.

### 3.3 Influence de la fissuration sur le comportement au cours du second cycle thermomécanique

Dans cette partie, un essai thermomécanique avec deux cycles thermiques a été mené. L'essai était instrumenté par, entre autres, une caméra visible focalisée sur la zone centrale d'une face latérale de l'éprouvette (figure 3.6). Cela avait pour but de mesurer par CIN le champ cinématique au cours des deux cycles de chargement thermique afin de mettre en évidence l'impact de la fissuration sur les déplacements mesurés.

Le calcul par CIN s'est fait en deux temps en suivant la procédure proposée dans la partie 2.3.1 de l'article. Dans un premier temps, un calcul cinématique a été mené. Ce calcul s'est appuyé sur un maillage fin présenté sur la figure 3.7(a) permettant de capter les gradients de déplacements. La régularisation mécanique a été introduite dans le calcul afin d'aider à la convergence [181, 182]. Celle-ci a été fixée à 15 fois la taille de l'élément de maillage pour le calcul initial puis a été relaxée au fur et à mesure des calculs en initialisant les calculs suivants avec les résultats précédents convergés jusqu'à atteindre une régularisation de l'ordre de 5 fois la taille de l'élément de maillage (en-dessous de cette taille de régularisation, le calcul

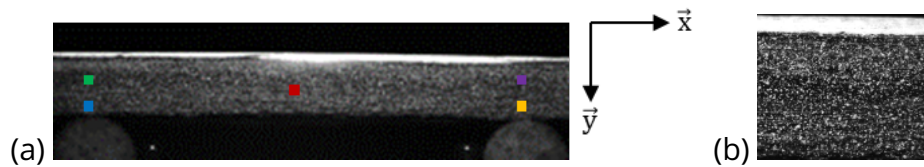


Figure 3.6 – (a) Zone latérale suivie par caméra visible pour la CIN. Les cinq points correspondent aux points dont le déplacement vertical sera suivi au cours des deux cycles de chargement thermomécanique. (b) Zoom sur le mouchetis.

rencontre des difficultés à la convergence).

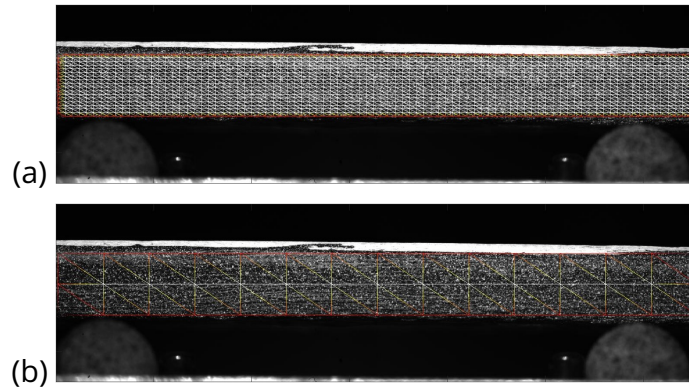


Figure 3.7 – Maillage utilisé pour : (a) le calcul cinématique, (b) les corrections de brillance et de contraste.

Dans un second temps, et en suivant la procédure proposée dans la partie 2.3.1 de l'article, des corrections de brillance et de contraste ont été appliquées. Une étude a été menée avec 3 types de corrections (brillance, contraste et combinaison de brillance et de contraste) et a permis de déterminer le type de correction à apporter afin de baisser les résidus de corrélation tout en garantissant peu de couplages entre les corrections cinématiques et les corrections de brillance/contraste. Finalement, le choix s'est porté sur l'ajout d'une correction combinée de brillance et de contraste (BCC). L'apport de cette correction est présenté sur la figure 3.8 où l'on observe une réduction de la moyenne quadratique des résidus par image, lors de l'ajout de BCC en comparaison avec le calcul sans aucune correction.

Notons que l'incertitude de mesure a été estimée pour les déplacements verticaux à l'aide de 20 images de référence (prises à température ambiante, avant chargement mécanique). Elle est de l'ordre de 0,01 px ce qui correspond à 70 nm.

La figure 3.9 présente les déplacements de quelques nœuds remarquables (figure 3.6) au cours des deux cycles de chargement thermomécanique (les déplacements de corps rigides ont été retirés). En prenant comme exemple la courbe rouge correspondant à un nœud situé au centre de la face latérale, la série d'images analysées est composée comme ceci :

- 5 images de référence avec un déplacement de l'ordre du bruit d'acquisition,
- 20 images acquises après chargement mécanique à température ambiante, d'où le saut de déplacement important à l'image 6, correspondant à la mise en flexion de l'éprouvette et donc au centre d'éprouvette qui monte,



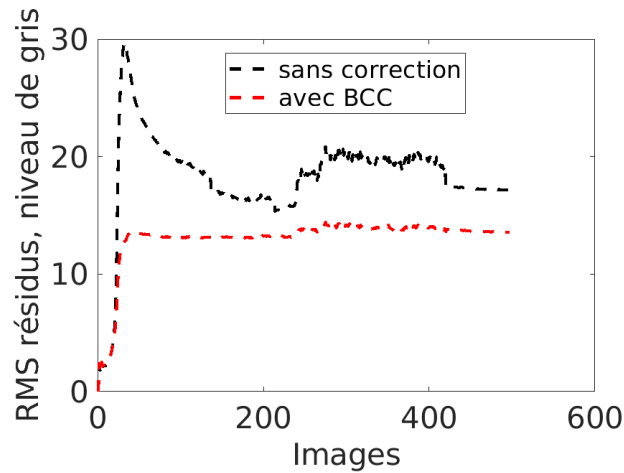


Figure 3.8 – Moyenne quadratique (RMS) des résidus par image, avec et sans correction de brillance et de contraste (BCC).

- 10 images correspondant à la première rampe de température,
- 135 images correspondant au premier palier de température,
- 10 images correspondant au premier refroidissement,
- le même nombre d'images lors de la seconde rampe et du second palier de température,
- 70 images au cours du second refroidissement.

En analysant l'évolution des courbes jaune et bleue correspondant chacune à un nœud situé sur un appui bas, on observe une évolution du déplacement différente dans les deux cas et cela jusqu'au début du second palier de température. Cela souligne alors une dissymétrie dans le montage liée d'une part au montage lui même (reprise de charge) et d'autre part à la difficulté liée au bon positionnement de l'éprouvette et en particulier son centrage vis-à-vis des appuis.

On s'intéresse en particulier aux deux paliers de température durant lesquels le fluage s'active. On note une variation de déplacement de l'ordre de 2 à 4  $\mu\text{m}$  (selon les nœuds considérés, avec une incertitude de 70 nm) entre la fin et le début du premier palier de température. Cette variation de déplacement est attribuée au fluage des constituants. Au cours du second palier de température, cette variation de déplacement est fortement atténuée et passe à une valeur se situant entre 0,5 et 1  $\mu\text{m}$  au plus. Or le revêtement est fissuré au cours du premier refroidissement. Cela suggère alors qu'une fois le revêtement fissuré, le fluage des constituants est considérablement réduit, que ce soit dans l'EBC ou dans le CMC (où les niveaux de température sont plus faibles).

### 3.4 Bilan

En conclusion de cette campagne expérimentale, les points suivants ont été démontrés :

- les essais sur le revêtement le plus fin (300  $\mu\text{m}$ ) ne présentent aucun endommagement

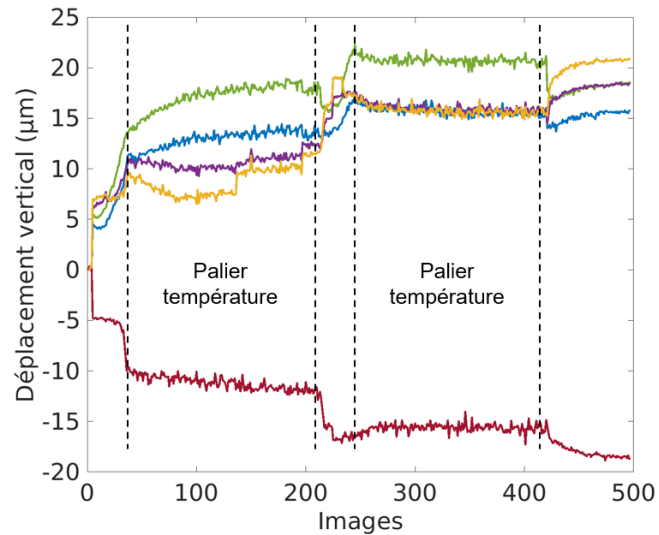


Figure 3.9 – Déplacement vertical de quelques nœuds remarquables (figure 3.6) au cours de l'ensemble du chargement thermomécanique.

visible en surface quel que soit le chargement mécanique appliqué et cela pour le gradient thermique imposé. Ce système ne présente donc pas de comportement critique vis à vis de sa durée de vie, dans la configuration étudiée,

- pour des épaisseurs supérieures à 1000  $\mu\text{m}$ , un endommagement de type réseau de faïençage thermique est observé. Ce réseau est, selon les températures maximales testées et le temps de maintien imposé, soit entièrement formé soit partiellement formé,
- la forme du réseau est dépendante du niveau de chargement mécanique. En effet, le niveau de chargement mécanique le plus élevé, sur le revêtement le plus épais, a mené à un réseau de fissures bidirectionnelles ayant rompu l'éprouvette. A l'inverse, l'absence de chargement mécanique, ou un faible chargement mécanique, conduit à un faïençage axisymétrique,
- la durée de refroidissement impacte la profondeur du réseau de fissures,
- les réseaux de fissures ne peuvent être facilement reproduits car il s'avère difficile de répéter exactement le même chargement thermique d'une campagne d'essais à une autre.
- la présence du réseau de fissures dans le revêtement limite considérablement le comportement en fluage du système au cours du second cycle de chargement thermique.

Les différents cas expérimentaux traités dans cette partie seront analysés par calculs EF dans le chapitre 5 afin d'expliquer plus quantitativement l'endommagement qui a été observé (ou non observé selon les cas) et d'investiguer son impact sur le comportement du système.





# Chapitre 4 - Première approche pour l'identification d'une loi de comportement en fluage par méthode FEMU

La caractérisation expérimentale des mécanismes d'endommagement a mis en évidence la nécessité d'une modélisation par éléments finis des différents essais menés pour quantifier précisément le seuil de résistance associé au mécanisme de fissuration de l'EBC. Parmi les sources de non linéarité, le fluage apparaît comme un paramètre critique (voir chapitre 1) pour une meilleure estimation des contraintes vues par le système. Pour cela, il est impératif de décrire aussi finement que possible le comportement du système avant l'endommagement du revêtement, c'est-à-dire avant la rampe de refroidissement. En particulier, la prévision de la relaxation de contraintes par fluage au cours du palier thermique est l'un des paramètres clés pour une meilleure estimation des contraintes vues par le système. Aussi, de manière à représenter fidèlement l'évolution de l'état de contrainte au cours d'un essai couplant un chargement mécanique et un gradient thermique, il est proposé dans ce chapitre d'exploiter directement cet essai pour identifier la loi de fluage via une méthode d'identification adaptée. L'objectif de ce chapitre est de présenter les différentes étapes mises en place pour identifier les paramètres d'une loi de fluage du revêtement en DSY. La première partie de ce chapitre apporte une synthèse des différentes méthodes d'identification utilisées. Dans la deuxième partie, le formalisme de la méthode choisie, l'identification par recalage d'un modèle éléments finis (dite FEMU pour Finite Element Model Updating) est présenté. Enfin, les premiers résultats obtenus, les limites et les voies d'amélioration de la méthodologie employée sont présentés.

## Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Synthèse des différentes méthodes d'identification . . . . .</b>	<b>106</b>
<b>4.2</b>	<b>Procédure d'identification par méthode FEMU . . . . .</b>	<b>108</b>
<b>4.3</b>	<b>Modélisation thermomécanique . . . . .</b>	<b>110</b>
<b>4.4</b>	<b>Identification des paramètres de la loi de fluage du revêtement . . . . .</b>	<b>112</b>
4.4.1	Identification avec des mesures cinématiques en monovision .	112
4.4.2	Identification avec des mesures cinématiques en stéréovision .	117
<b>4.5</b>	<b>Étude de la sensibilité des contraintes dans le revêtement aux paramètres de la loi de fluage . . . . .</b>	<b>122</b>
<b>4.6</b>	<b>Bilan . . . . .</b>	<b>123</b>

---

## 4.1 Synthèse des différentes méthodes d'identification

Connaissant la géométrie d'un solide, ses paramètres constitutifs et les conditions aux limites qui lui sont imposées, les problèmes de mécanique du solide consistent principalement à déterminer les champs de déplacement, de déformation et de contrainte du solide en question. Ce type de problèmes est qualifié de "direct". Lorsque la géométrie, les conditions aux limites, la sollicitation appliquée et la réponse du système sont connues, le problème s'inverse afin d'identifier les paramètres des matériaux. On parle alors de méthode "inverse" [152, 153, 154]. En particulier, dans le cas de l'identification de paramètres d'une loi de comportement, les inconnues du système sont supposées ne dépendre que de cette loi.

L'utilisation de modèles complexes combinée au grand nombre de données a mené au développement de méthodes numériques spécifiques adaptées. Ainsi, les méthodes inverses peuvent être déclinées en cinq classes [154] : la méthode de l'Erreur en Relation de Comportement (ERC), la Méthode des Champs Virtuels (MCV), la Méthode de l'Écart à l'équilibre (MEQ), la Méthode de l'Ecart de Réciprocité (MER) et la méthode de recalage de modèle EF (FEMU).

La méthode ERC [162, 163] était initialement mise en place en tant qu'estimateur d'erreurs pour les calculs par éléments finis. Par la suite, elle a été étendue à l'identification de paramètres en utilisant des champs cinématiques mesurés [164, 165, 166]. Pour cela, une formulation faible de l'équation constitutive est considérée puisqu'il s'agit d'une approximation mathématique du comportement du matériau en question. La minimisation de la fonctionnelle permet de fournir les valeurs identifiées de paramètres constitutifs (éventuellement hétérogènes). Cette méthode a été appliquée à des problèmes non linéaires tels que l'identification de comportement élastoplastique à partir de mesures de champ [167].

La méthode MCV est basée sur le principe des travaux virtuels [159]. La minimisation se fait sur le travail virtuel et les forces déséquilibrées. Elle permet alors de remonter directement à une approximation des paramètres en élasticité linéaire [160, 161]. Dans ce cas, comme l'approche n'est pas itérative, la résolution est rapide. Des limitations sont cependant rencontrées pour des problématiques non linéaires [160] ou lorsqu'un grand nombre de paramètres est considéré.

La méthode MEQ repose sur la formulation de l'équilibre d'un modèle EF représentant l'essai. Le déplacement mesuré est alors imposé à chaque nœud et la résolution du problème repose sur la minimisation de l'erreur dans les équations d'équilibre. Cette méthode permet de déterminer des champs élastiques ou d'endommagement en minimisant l'écart d'équilibre [169, 170, 171].

La méthode MER [168] est basée sur le théorème de réciprocité de Maxwell-Betti et les champs adjoints. La minimisation se fait sur l'écart de réciprocité pour tout champ adjoint. Cette méthode nécessite des mesures de champ sur les surfaces externes du solide. Elle permet, par exemple, d'identifier un défaut à cœur sous l'hypothèse d'un effet sur les mesures surfaciques [154].

La méthode FEMU est une méthode des moindres carrés qui cherche les meilleurs paramètres d'un modèle en réduisant l'écart entre données mesurées et calculées par éléments finis [155, 156, 157, 158]. Cette méthode nécessite généralement des mesures de champs pour être efficace. De plus, la minimisation peut se faire sur l'effort résultant (FEMU-F), sur les

champs thermiques (FEMU-T), sur les champs cinématiques (FEMU-U) et sur les champs de déformation (FEMU- $\epsilon$ ).

Ces cinq classes de méthodes se distinguent les unes des autres d'abord par le type de mesure acceptée : les méthodes MCV et MEQ nécessitent des mesures au cœur du système considéré tandis que le méthode MER ne nécessite que des mesures surfaciques. Entre les deux, la FEMU et la méthode ERC sont applicables à tous types de données. La deuxième distinction se situe au niveau des hypothèses : la FEMU est basée sur la minimisation d'un résidu, la méthode ERC repose sur la satisfaction des équations de comportement et les trois autres méthodes sont basées sur la satisfaction des équations d'équilibre. La dernière distinction se fait sur le type de résolution : les méthodes MCV et MEQ reposent sur une résolution directe tandis que les trois autres méthodes reposent sur une résolution itérative.

Parmi l'ensemble de ces approches, la méthode FEMU permet de prendre en entrée des mesures de champs, aujourd'hui facilitées par les techniques d'instrumentation d'essais. Certains travaux ont eu recours à la méthode FEMU-F avec une minimisation sur la donnée de l'effort [154, 172] mais avec un nombre réduit de mesures ponctuelles. La majorité des travaux s'est intéressée à une minimisation sur les champs cinématiques (FEMU-U) [173] basée sur un nombre de données conséquent. L'approche FEMU-T a également été utilisée dans la littérature afin, à titre d'exemple, d'identifier des propriétés thermiques de couches minces de dispositifs électroniques (conductivité, capacité thermique) [174]. La combinaison de plusieurs natures de mesures a également été investiguée [153, 175] en additionnant les fonctionnelles sur l'effort et sur la cinématique (FEMU-FU) sans leur attribuer de poids spécifique. De plus, une stratégie FEMU-TU, couplant des mesures par caméra IR et des mesures cinématiques par CIN, a permis par exemple d'identifier des propriétés thermomécaniques gouvernant la dissipation due à la plasticité [153, 176] ou encore des propriétés de fluage [60]. Pour prendre en compte les incertitudes sur les paramètres identifiés [126], une approche bayésienne est souvent introduite [177].

Une approche proche de la FEMU, nommée CIN-intégrée, a été mise en place pour identifier les paramètres voulus directement dans le cadre du calcul CIN. Ainsi, la réduction de l'écart entre les données calculées par EF et les données mesurées par CIN se fait directement sur les images d'essais [127, 125]. Cette approche peut être couplée à la FEMU classique pour une identification sur des mesures couplées [126]. Récemment, cette approche a été utilisée pour identifier les paramètres d'une loi élastoplastique anisotrope sur un alliage d'aluminium [178].

Finalement, la méthode d'identification par FEMU semble être la plus adaptée dans le cadre de l'identification des paramètres d'un modèle de comportement non linéaire du système CMC/EBC. En effet, elle peut être appliquée à des modèles linéaires et non linéaires tout en permettant la prise en compte explicite des incertitudes de mesures qui ne sont pas négligeables dans le cas d'essais à hautes températures. Une méthode FEMU pondérée, avec une fonctionnelle basée sur l'effort, les champs thermiques et les champs cinématiques est présentée dans ce chapitre. Les premières étapes de sa mise en place pour identifier les propriétés thermomécaniques non linéaires du système CMC/EBC (loi de fluage de type Norton-Bailey) sollicité sous chargement thermomécanique seront présentées.

## 4.2 Procédure d'identification par méthode FEMU

En se donnant  $\{\mathbf{p}\}$  un jeu de paramètres d'un modèle à identifier, la méthode FEMU-FTU repose sur la minimisation globale d'une fonctionnelle notée  $\chi$  sur l'effort  $F$ , le champ de température  $T$  et le champ cinématique  $U$

$$\chi_{TFU}^2 \{\mathbf{p}\} = a\chi_T^2 \{\mathbf{p}\} + b\chi_F^2 \{\mathbf{p}\} + c\chi_U^2 \{\mathbf{p}\} \quad (4.1)$$

avec  $\chi_T$  la fonctionnelle thermique,  $\chi_F$  la fonctionnelle sur l'effort et  $\chi_U$  la fonctionnelle cinématique. Chaque fonctionnelle est pondérée par un pré facteur  $a$ ,  $b$  ou  $c$  permettant d'y mettre plus ou moins de poids et dont la somme est égale à 1.

Considérons  $X$  un champ (qui peut être  $T$ ,  $U$  ou  $F$ ),  $\{\mathbf{X}_m\}$  l'ensemble des données mesurées et  $\{\mathbf{X}_c\}$  l'ensemble des données calculées pour un jeu de paramètres  $\{\mathbf{p}\}$  et projetées spatialement sur le maillage des mesures et sur la base temporelle expérimentale. Le résidu sur le champ  $X$  peut être estimé par la différence entre  $\{\mathbf{X}_m\}$  et  $\{\mathbf{X}_c\}$ . Chaque fonctionnelle est alors pondérée par le nombre de données acquises et utilisées pour l'étape de minimisation :  $N_X$  en espace et  $N_{t,X}$  en temps. Une pondération supplémentaire est appliquée à travers la prise en compte des incertitudes de mesures sur le champ  $X$ . Ces incertitudes sont stockées dans une matrice de covariance nommée  $[\mathbf{C}_X]$ .

Ainsi, la fonctionnelle thermique s'exprime sous la forme

$$\chi_T^2 \{\mathbf{p}\} = \frac{1}{N_T N_{(t,T)}} (\{\mathbf{T}_m\} - \{\mathbf{T}_c(\{\mathbf{p}\})\})^T [\mathbf{C}_T]^{-1} (\{\mathbf{T}_m\} - \{\mathbf{T}_c(\{\mathbf{p}\})\}) \quad (4.2)$$

la fonctionnelle cinématique devient

$$\chi_U^2 \{\mathbf{p}\} = \frac{1}{N_U N_{(t,U)}} (\{\mathbf{U}_m\} - \{\mathbf{U}_c(\{\mathbf{p}\})\})^T [\mathbf{C}_U]^{-1} (\{\mathbf{U}_m\} - \{\mathbf{U}_c(\{\mathbf{p}\})\}) \quad (4.3)$$

et la fonctionnelle sur l'effort s'écrit

$$\chi_F^2 \{\mathbf{p}\} = \frac{1}{N_F N_{(t,F)}} (\{\mathbf{F}_m\} - \{\mathbf{F}_c(\{\mathbf{p}\})\})^T (\{\mathbf{F}_m\} - \{\mathbf{F}_c(\{\mathbf{p}\})\}) \quad (4.4)$$

Un schéma de Gauss-Newton permet de mettre à jour les paramètres recherchés en minimisant le résidu globale  $\{\delta\mathbf{p}\}$ , sous le système linéaire

$$\{\delta\mathbf{p}\} = (a[\mathbf{H}_T] + b[\mathbf{H}_F] + c[\mathbf{H}_U])^{-1} (a\{\mathbf{B}_T\} + b\{\mathbf{B}_F\} + c\{\mathbf{B}_U\}) \quad (4.5)$$

L'équation précédente peut être simplifiée par

$$\{\delta\mathbf{p}\} = [\mathbf{H}_{tot}]^{-1} \{\mathbf{B}_{tot}\} \quad (4.6)$$

où  $[\mathbf{H}_X]$  est la matrice Hessienne pondérée par les données spatiotemporelles sur le champ  $X$  et exprimée dans le cas de  $T$  et  $U$

$$[\mathbf{H}_X] = \frac{1}{N_X N_{(t,X)}} [\mathbf{S}_X]^T [\mathbf{C}_X]^{-1} [\mathbf{S}_X] \quad (4.7)$$

avec  $[\mathbf{S}_X]$  la matrice de sensibilité et  $\{\mathbf{B}_X\}$  le second membre pondéré par les données spatiotemporelles et exprimé dans le cas de  $T$  et  $U$

$$\{\mathbf{B}_X\} = \frac{1}{N_X N_{(t,X)}} [\mathbf{S}_X]^T [\mathbf{C}_X]^{-1} (\{\mathbf{X}_m\} - \{\mathbf{X}_c(\{\mathbf{p}\})\}) \quad (4.8)$$

$N_X N_{(t,X)}$  étant le nombre total de données qui pondèrent  $[\mathbf{H}_X]$  et  $\{\mathbf{B}_X\}$ . De plus,  $[\mathbf{H}_X]$  et  $\{\mathbf{B}_X\}$  sont également pondérées par la matrice de covariance spatiotemporelle  $[\mathbf{C}_X]$ . Dans

le cas d'une fonctionnelle cinématique, l'incertitude de mesures estimée sur les images de référence par CIN peut être utilisée [148, 147] ce qui permet de construire  $[\underline{C}_U]$  à chaque pas de temps

$$[\underline{C}_U] = 2\sigma_f^2[\underline{M}]^{-1} \quad (4.9)$$

avec  $[\underline{M}]$  la matrice hessienne de corrélation d'images et  $\sigma_f^2$  l'écart type sur le bruit d'acquisition.

Dans le cas de l'effort  $F$ , les expressions précédentes sont de la forme

$$[\underline{H}_F] = \frac{1}{N_F N_{(t,F)} \sigma_F^2} [\underline{S}_F]^T [\underline{S}_F] \quad (4.10)$$

$$\{\underline{B}_F\} = \frac{1}{N_F N_{(t,F)} \sigma_F^2} [\underline{S}_F]^T (\{\underline{E}_m\} - \{\underline{E}_c(\{\mathbf{p}\})\}) \quad (4.11)$$

où  $\sigma_F$  est l'incertitude sur l'effort appliqué expérimentalement.

Une étape importante qui permet de réduire le temps de calcul est l'analyse de la sensibilité des paramètres à identifier à travers la construction de la matrice de sensibilité  $[\underline{S}_X]$  rassemblant les vecteurs de sensibilité  $\{\underline{S}_X\}$  [134]. Cette matrice est également utilisée pour la construction de  $[\underline{H}_X]$ . Pour une variation indépendante de chaque paramètre  $p_i$ , le vecteur de sensibilité  $\{\underline{S}_{X,p_i}\}$  des données mesurées est de la forme

$$\{\underline{S}_{X,p_i}\} = \frac{\{\underline{X}_c(\{\mathbf{p}_{dist,i}\})\} - \{\underline{X}_c(\{\mathbf{p}_{ref}\})\}}{\epsilon} \quad (4.12)$$

avec  $\{\mathbf{p}_{ref}\}$  les paramètres de référence et  $\{\mathbf{p}_{dist,i}\}$  les paramètres perturbés d'un écart  $\epsilon$ . Ainsi, dans un premier temps, la solution est calculée pour le jeu de paramètres de référence puis dans un second temps comparée à la solution obtenue par différences finies avec le jeu de paramètres perturbés.

Une régularisation de type Tikhonov est ajoutée afin de faciliter la convergence [151]

$$[\underline{H}_{Tik}] = \lambda_{Tik} [\underline{I}] \quad (4.13)$$

et

$$\{\underline{B}_{Tik}\} = \lambda_{Tik} (\{\mathbf{p}^0\} - \{\mathbf{p}\}) \oslash \{\mathbf{p}^0\} \quad (4.14)$$

avec  $[\underline{I}]$  la matrice identité,  $\{\mathbf{p}\}$  le jeu de paramètres courant et  $\{\mathbf{p}^0\}$  le jeu de paramètres initial,  $\oslash$  la division de Hadamard (terme à terme) et  $\lambda_{Tik}$  le facteur de Tikhonov, de puissance négative. Ce facteur est calculé par rapport à la plus grande valeur propre de la matrice hessienne totale

$$\lambda_{Tik} = \lambda_{max,H_{tot}} \times 10^{itik} \quad (4.15)$$

avec  $itik$  une puissance (négative).

La minimisation du résidu global devient alors de la forme

$$\{\delta\mathbf{p}\} = ([\underline{H}_{tot}] + [\underline{H}_{Tik}])^{-1} (\{\underline{B}_{tot}\} + \{\underline{B}_{Tik}\}) \quad (4.16)$$

Un double critère est fixé. D'abord, les paramètres sont mis à jour pour une régularisation de Tikhonov donnée. Une fois la minimisation plus petite que le critère fixé  $\epsilon_p$ , celle-ci s'arrête. Dans un second temps, la régularisation est relaxée pas à pas en diminuant  $itik$  jusqu'à

atteindre (si possible) la plus petite valeur propre de la matrice hessienne globale [ $\underline{H}_{tot}$ ].

### 4.3 Modélisation thermomécanique

La mise en place d'une modélisation thermomécanique prenant en compte les sollicitations imposées expérimentalement est indispensable. Cette modélisation a été faite avec l'outil ABAQUS.

Le modèle s'appuie sur la géométrie suivante des éprouvettes : un parallélépipède de dimensions  $100 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times e \text{ mm}$  ( $e$  prend en compte l'épaisseur du CMC + l'épaisseur de la couche Si + l'épaisseur du revêtement en DSY et est variable en fonction de cette dernière). Des éprouvettes comportant un revêtement de 1,4 mm ont été utilisées pour la première campagne d'essais reposant sur des mesures en monovision. Suite à l'évolution du montage liée aux résultats obtenus sur le premier cas (cela sera détaillé dans la partie suivante), des éprouvettes ayant un revêtement de 1 mm d'épaisseur ont été utilisées (modification de l'épaisseur liée à la disponibilité des éprouvettes). Le substrat en CMC SiC/SiC est modélisé comme un matériau homogène au comportement élastique isotrope transverse. Le maillage utilisé est convergé et repose sur une fonction d'interpolation quadratique avec des éléments de type C3D20RT, qui permettent de modéliser des déformations résultant de variations de température et d'avoir une résolution couplée thermique/mécanique.

En ce qui concerne le chargement mécanique, ce dernier est piloté en déplacement dans le calcul. En d'autres termes, les déplacements mesurés par (stéréo)corrélation au niveau des 4 appuis de flexion, sur les deux faces latérales, sont imposés dans la modélisation. Un exemple sur le choix de ces nœuds sera illustré dans la partie suivante. Cela permet de s'affranchir des reprises de charge qui peuvent avoir lieu dans le montage. Entre les deux faces latérales, une interpolation linéaire est calculée entre les nœuds extrêmes se trouvant face à face, permettant d'appliquer des déplacements sur tous les nœuds intermédiaires.

Le chargement thermique est appliqué sur la face supérieure (face EBC) sous forme de flux gaussien  $\Phi_T(X, Y)$  dépendant de la position  $(X, Y)$  et exprimé tel que

$$\Phi_T(X, Y) = A \exp \left[ - \left( \frac{(X - X_0)^n}{B_X} + \frac{(Y - Y_0)^n}{B_Y} \right) \right] \quad (4.17)$$

avec  $A$  l'amplitude de la gaussienne,  $(X_0, Y_0)$  son centre,  $B_X$  et  $B_Y$  les largeurs de la gaussienne suivant l'axe  $X$  et  $Y$  et  $n$  la forme de la gaussienne. Dans ABAQUS, le flux thermique est appliqué par le biais d'une subroutine codée en fortran, \*DSFLUX. Pour cette première tentative d'identification des propriétés, le chargement thermique n'a pas été recalé par FEMU. Pour la procédure d'identification décrite ci-après, les paramètres de chargement thermique ont été repris d'une autre procédure d'identification FEMU-T se rapprochant de la configuration étudiée.

Des échanges thermiques sont également pris en compte dans le modèle. Une condition de rayonnement notée  $\epsilon$  dépendant de la température est appliquée sur toutes les faces externes du système. De plus, des échanges par convection sont modélisés par un paramètre de convection  $h$ , dépendant de la température, sur les faces avant et arrière. Au niveau des 4 appuis en alumine, aucune perte thermique n'est considérée.

Le comportement non linéaire du système a été pris en compte à travers le fluage. En particulier, une loi de type Norton-Bailey, communément utilisée pour décrire le fluage secondaire (figure 4.1) de ce type de revêtement [48, 63, 47, 60] a été utilisée. Cette loi relie la déformation équivalente (de von Mises) de fluage  $\bar{\varepsilon}^{cr}$  à la contrainte équivalente (de von Mises) appliquée  $\bar{\sigma}$ , la température  $T$  et le temps  $t$ . Elle est de la forme

$$\bar{\varepsilon}^{cr} = A(T) \times \bar{\sigma}^n \times t^m \quad (4.18)$$

avec  $n$  l'exposant en contrainte et  $m$  l'exposant en temps, deux paramètres liés au matériau. De plus, dans cette loi,  $A(T)$  est un coefficient de vitesse qui s'exprime suivant la loi d'Arrhenius

$$A(T) = A_0 \times \exp\left(\frac{-Ea}{RT}\right) \quad (4.19)$$

avec  $T$  la température,  $R$  la constante universelle des gaz parfaits,  $Ea$  l'énergie d'activation du fluage et  $A_0$  un facteur pré-exponentiel.

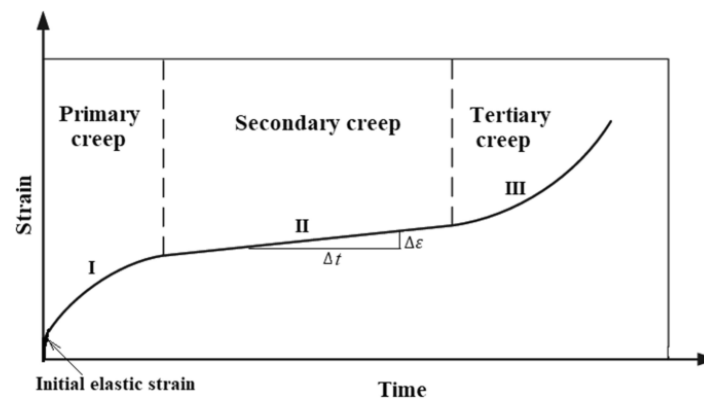


Figure 4.1 – Courbe de fluage classique représentant les trois phases du fluage [54].

Pour la modélisation, une formulation de type strain-hardening sur ABAQUS a été choisie. Elle permet d'exprimer la loi précédente sous la forme suivante :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{cr} = (A\bar{q}^n[(m+1)\bar{\varepsilon}^{cr}]^m)^{\frac{1}{m+1}} \quad (4.20)$$

avec  $\dot{\bar{\varepsilon}}^{cr}$  le taux de déformation équivalente de fluage,  $\bar{q}$  la contrainte déviatorique équivalente,  $\bar{\varepsilon}^{cr}$  la déformation équivalente de fluage. Dans ce modèle, ce sont les paramètres  $A$ ,  $n$  et  $m$ , fonctions de la température, qui sont à identifier. Cela revient alors à identifier les paramètres  $A_0$ ,  $Ea$ ,  $n$  et  $m$ . Dans cette étude, on s'intéressera principalement au fluage secondaire (figure 4.1).

Dans ce modèle, les paramètres thermomécaniques initiaux sont tous issus des données fournies par SAFRAN Ceramics.

Notons que lors de l'élaboration, après dépôt du revêtement sur le substrat, une étape de traitement thermique est requise pour fritter la couche de disilicate d'yttrium. Cette étape consiste en partie en un cycle de plusieurs heures à température homogène. Ce cycle thermique induit un état de contraintes résiduelles dans le système CMC revêtu. Toutefois, par manque de données expérimentales, l'hypothèse d'un état de contraintes nulles en fin de



palier en température a été définie. Les contraintes résiduelles de fabrication correspondent donc à celles induites par la rampe de refroidissement de ce dernier cycle thermique. Ces contraintes sont estimées à partir d'une modélisation thermoélastique. Cet état de contrainte thermomécanique est utilisé comme condition initiale pour la suite des calculs.

#### 4.4 Identification des paramètres de la loi de fluage du revêtement

Dans cette partie, la méthodologie suivie pour l'identification des paramètres de la loi de fluage est présentée. Dans un premier temps, les résultats obtenus pour une identification s'appuyant sur des mesures cinématiques acquises en monovision sont exposés. Dans un second temps, les modifications apportées et notamment le passage à deux systèmes en stéréovision ainsi que les limites rencontrées seront expliquées.

##### 4.4.1 Identification avec des mesures cinématiques en monovision

Une première campagne d'essais a été menée sur le banc BALI dans une configuration de flexion 4-points en présence de gradients thermiques. L'instrumentation utilisée pour la mesure de champs cinématiques était différente de celle présentée dans la partie 2.1.1. Ainsi au début de cette étude, un système de monovision a été mis en place. Il consistait en une caméra visible placée pour observer une face latérale en entier et une seconde caméra focalisée sur la zone centrale de la deuxième face latérale (afin de détecter des fissures transverses car la campagne avait un double objectif d'identification et d'étude de la fissuration). Les champs visualisés avec les deux caméras sont présentés sur la figure 4.2. Ce système permet de mesurer les déplacements dans le plan des 4 appuis de la face observée entièrement et ceux des deux appuis internes de la seconde face.

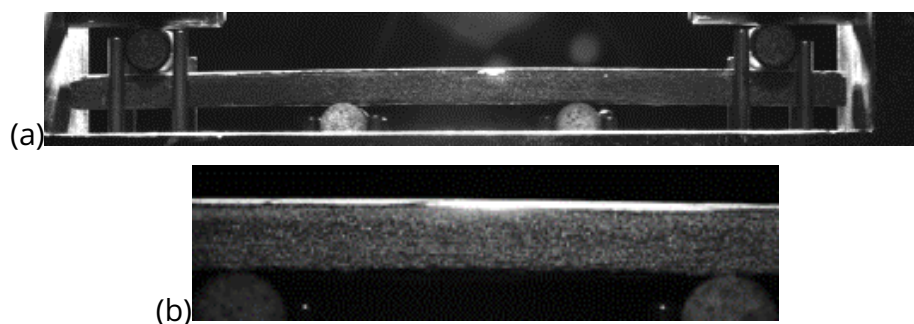


Figure 4.2 – Champs observés : (a) sur une face latérale entière (b) sur le centre d'une face latérale.

Au cours de l'essai, le chargement mécanique a été appliqué à l'aide de masses mortes en 2 étapes. 20 images initiales (sans chargement) ont été prises, puis 20 images suite à un chargement de 5 kg et enfin 20 images après avoir ajouté une masse de 10 kg. Le chargement thermique consistait en une montée en température en 600 s jusqu'à atteindre 1250°C au point le plus chaud de la surface du revêtement, et un palier de maintien de 2 h.

Pour mesurer les champs de déplacements sur la face latérale de l'éprouvette, les images acquises au cours de l'essai ont été analysées par l'algorithme de CIN, en monovision, présenté dans l'article "High temperature digital image correlation using brightness and contrast corrections" en annexe 1. Ayant rencontré des variations de brillance/contraste, la procédure

pour apporter des corrections de niveaux de gris a également été appliquée notamment au niveau des appuis hauts où il y a de l'ombre, au niveau de la zone centrale où il y a une partie plus brillante que le reste de la face et au niveau de zones intermédiaires où le mouchetis s'oxyde. La figure 4.3 illustre un exemple de résidus de corrélation avant/après BCC (Brightness and Contrast Corrections), soulignant l'apport de ces corrections.

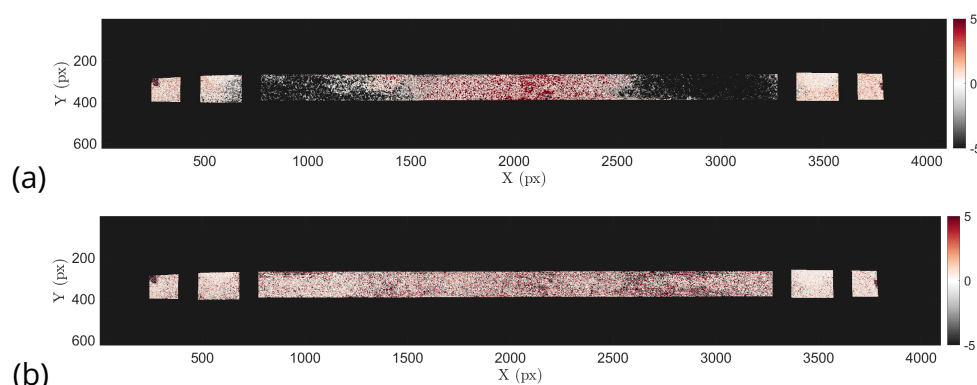


Figure 4.3 – Résidus de corrélation (en niveaux de gris) : (a) avant et (b) après corrections de brillance/contraste.

La figure 4.4 présente la différence sur les déplacements verticaux entre la fin et le début du palier de température. Ce champ de flexion illustre l'effet du fluage au cours du palier de température. Notons que les déplacements sont mesurés en pixels avec  $1 \text{ px} = 30 \mu\text{m}$ .

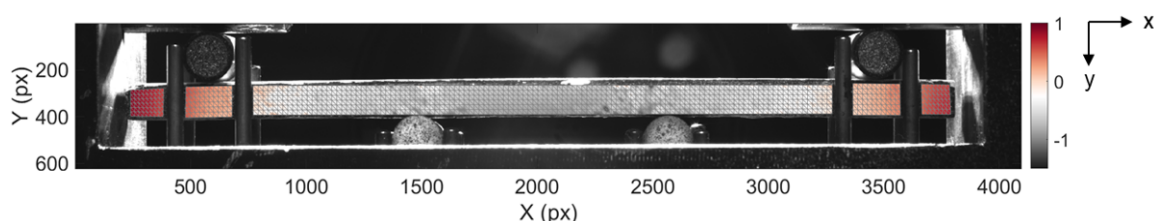


Figure 4.4 – Contribution du fluage sur la différence de champs cinématiques verticaux (en pixels) : fin palier - début palier de température.

Dans le modèle EF, les déplacements mesurés par CIN au niveau des 4 appuis de la première face ont été pris en compte en tant que conditions aux limites. Pour les appuis de la seconde face (observée par une caméra focalisée sur le centre et ne donnant pas accès aux déplacements des appuis hauts), l'hypothèse considérée consistait à appliquer les mêmes déplacements que ceux mesurés sur les appuis de la face entièrement visible. Les déplacements sont par la suite extrudés suivant la largeur de l'éprouvette afin de les appliquer sur les nœuds intermédiaires entre les deux faces. La figure 4.5 présente les déplacements verticaux imposés en conditions aux limites (mesurés par CIN) sous formes de cercles, et ceux calculés par EF en trait plein, issus de la mesure sur la face entièrement visible. Cette figure permet de souligner que le modèle prend bien en compte les conditions aux limites imposées. On observe que les déplacements des appuis internes (courbes rouge et bleue) coïncident quasi-parfaitement tout au long du cycle tandis que les déplacements des appuis externes présentent un écart.

Afin de minimiser l'écart entre les champs de déplacements mesurés et ceux calculés par EF, une étape importante consiste à calculer la matrice de projection du maillage EF sur le

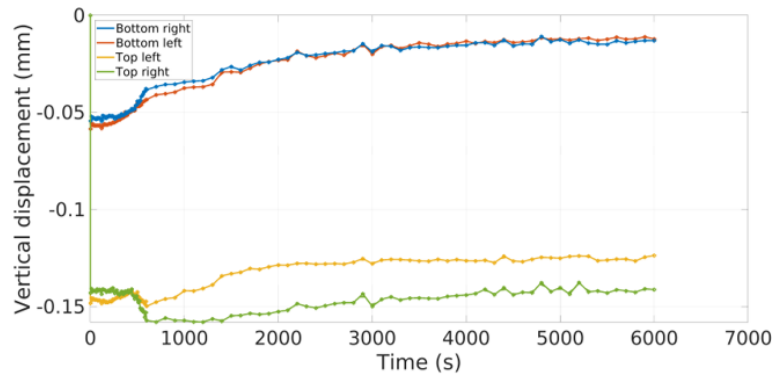


Figure 4.5 – Déplacements verticaux imposés en conditions aux limites (points) et ceux obtenus en sortie du calcul par EF (traits).

maillage CIN et inversement. La figure 4.6 présente le résultat de cette projection sur la face entièrement visible. Les deux maillages ne concordent pas parfaitement car le maillage EF est dit parfait alors que le maillage CIN est plus proche de la réalité puisque construit directement sur l'image de référence de l'éprouvette. Les nœuds choisis pour l'application des conditions aux limites (points jaunes sur la figure) doivent être choisis le plus proche possible des appuis tout en étant inclus dans les deux maillages. Le choix a été fait de n'imposer le déplacement que sur un nœud par appui afin de ne pas sur-contraindre le système.

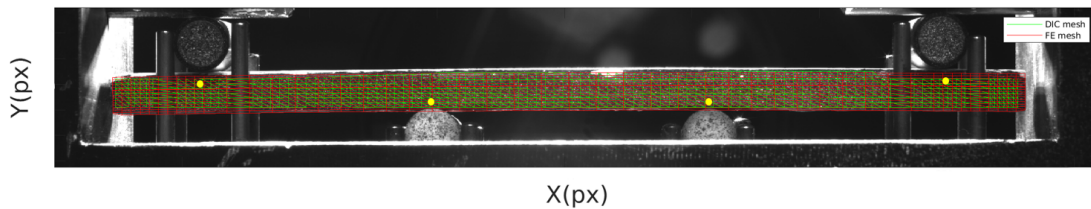


Figure 4.6 – Projection du maillage EF sur le maillage de CIN.

Dans un premier temps, afin de s'assurer des hypothèses qui ont été prises et de la robustesse des mesures, la première étape a consisté à recalibrer les propriétés élastiques (module de Young du revêtement) à température ambiante donc uniquement sous chargement mécanique. L'objectif est d'estimer l'écart entre la valeur identifiée sur cette configuration d'essai à température ambiante et le module obtenu par caractérisation chez SAFRAN. Pour cela, l'approche FEMU-F est utilisée. Elle consiste à minimiser l'écart entre la force expérimentale appliquée et la somme de la résultante de l'effort vertical calculé par EF au niveau des appuis hauts ou bas. Notons que dans ces travaux, la force expérimentale, connue à travers le produit de la masse accrochée par l'accélération de la pesanteur, est considérée bien maîtrisée avec peu d'incertitudes sur l'étalonnage des masses accrochées.

La figure 4.7(a) présente l'évolution de la force de réaction verticale en fonction du chargement mécanique. La courbe jaune représente la force de réaction  $\vec{F}$  expérimentale appliquée au montage. La courbe bleue représente la force de réaction calculée par EF avant recalage du module de Young du revêtement. Elle est obtenue en sommant les efforts verticaux des deux appuis hauts, résultant des déplacements mesurés par CIN et appliqués au système. La courbe rouge représente quant à elle la force  $\vec{F}$  calculée par EF après recalage du module de Young du revêtement. Pour la première série d'images (20 premières images), aucun chargement n'est appliqué;  $\vec{F}$  devrait alors être nulle. Les déplacements mesurés par CIN (bruit) sont tout de même appliqués au système. Les fluctuations observées constituent

le bruit de mesure qui permet d'estimer une incertitude sur  $\vec{F}$ . Avant le second palier, 5 kg ont été accrochés au montage puis 10 kg avant le dernier palier. On observe que plus le chargement mécanique est important, plus l'écart entre la force expérimentale et celle calculée par EF se creuse. En supposant que le module de Young soit le seul paramètre entrant en jeu dans la différence entre les deux courbes, son identification permet de réduire l'écart observé. Ce résultat donne la courbe rouge qui se superpose, sur les trois paliers, à la force de réaction théorique.

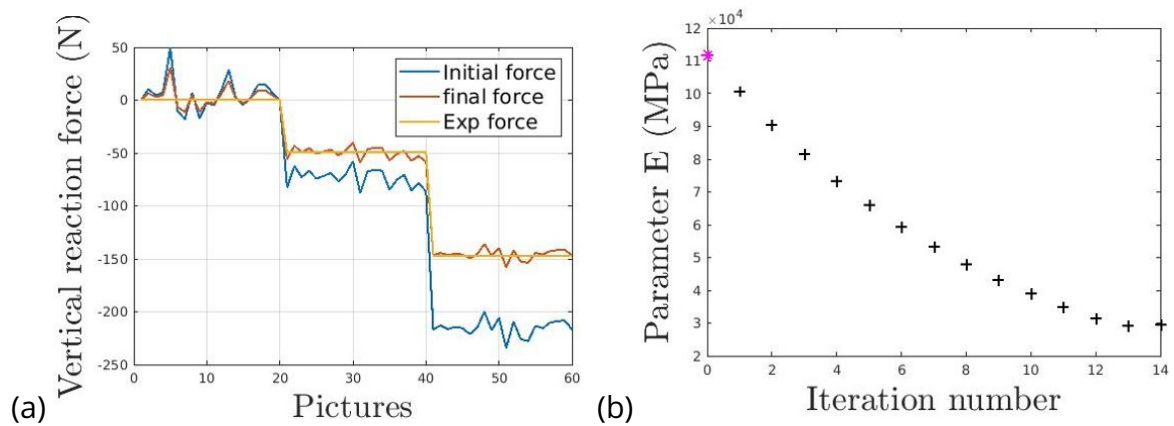


Figure 4.7 – (a) Évolution de la force de réaction verticale en fonction des paliers de chargement mécanique. (b) Évolution du module de Young du revêtement en DSY au cours de l'identification par FEMU-F.

Alors que la figure 4.7(a) met en avant un écart très réduit entre la force de réaction théorique et expérimentale, pour un module de Young identifié, la figure 4.7(b) souligne finalement que la valeur identifiée n'est pas pertinente. En effet, la valeur initiale du module était de 112 GPa. Celle identifiée est de 30 GPa ce qui constitue un écart de 82 GPa et qui indique une faible rigidité du revêtement. Ce résultat est a priori aberrant et implique de revoir les hypothèses qui ont été considérées dans le modèle mis en place.

La figure 4.8 présente les déplacements nœuds horizontaux et verticaux (après retrait des déplacements de corps rigide) au niveau des appuis bas sur les deux faces latérales (déplacements normalement équivalents) au cours des 3 étapes du chargement mécanique (référence, +5 kg, +10 kg). Notons que les nœuds rouge et noir se font face, il en est de même pour les nœuds bleu et vert. En ce qui concerne les déplacements horizontaux, on observe une symétrie entre les déplacements des nœuds rouge et noir avec ceux des nœuds vert et bleu. De plus, un niveau de déplacement équivalent entre les deux faces est mesuré même si les courbes ne sont pas complètement superposées. Cela est dû à des rotations de l'éprouvette et probablement un mouvement du montage qui n'est pas fixe. A contrario, au niveau des déplacements verticaux, il apparaît un fort saut de déplacement entre les deux faces. Notons de plus que pour la face partiellement visible, on ne détecte pas le chargement de +5 kg, les déplacements verticaux et horizontaux étant nuls sur la deuxième série de 20 images. Les déplacements liés au chargement de +10 kg sont partiellement vus par cette face (fort écart avec les déplacements mesurés sur la face entièrement visible). Cela indique que le chargement mécanique n'a pas été appliqué de façon homogène entre les deux faces. Les appuis hauts (qui permettent d'appliquer le chargement) et qui sont sous forme de rouleaux n'ont pas transmis le chargement de façon répartie sur toute la ligne de contact avec l'éprouvette. De plus, la forme des déplacements témoigne d'un mouvement possiblement hors plan de l'éprouvette que le système de mono-vision ne permet pas de capturer. Enfin, les appuis hauts

du côté de la face latérale partiellement visible ont forcément un déplacement différent de celui mesuré sur la face entièrement visible.

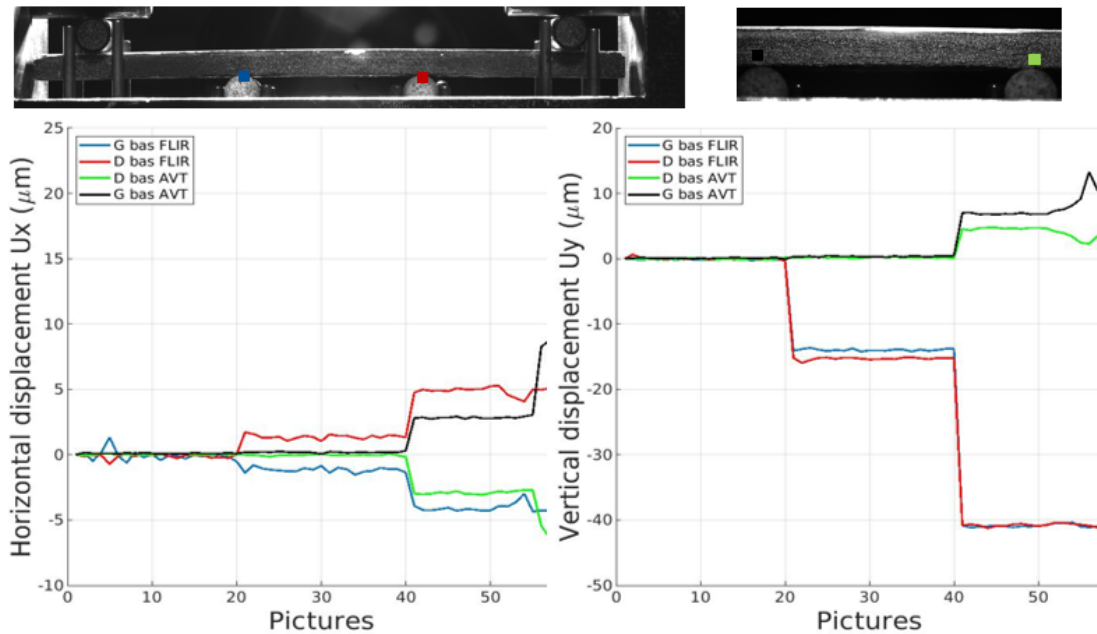


Figure 4.8 – Déplacements nodaux horizontaux et verticaux mesurés par CIN au niveau des appuis bas de la flexion sur les deux faces latérales observées.

En prenant en compte les déplacements mesurés au cours de tout le cycle de chargement thermomécanique (déplacements présentés sur la figure 4.5), la force de réaction verticale calculée par EF avant recalage a été obtenue (figure 4.9). La courbe jaune représente l'effort expérimentalement appliqué et la courbe rouge la somme des forces de réaction verticales au niveau des 4 appuis de la flexion. Ainsi, le système est bien dans un état d'équilibre mais l'évolution de l'effort de réaction n'est pas cohérent avec l'effort appliqué expérimentalement. Si à froid, l'écart est d'environ 50 N, au cours du palier à haute température, l'écart augmente et devient de l'ordre de 500 N. Cela va dans le sens de ce qui a été observé précédemment et est lié aux déplacements appliqués en conditions aux limites qui ne sont pas maîtrisés aux niveaux de tous les appuis.

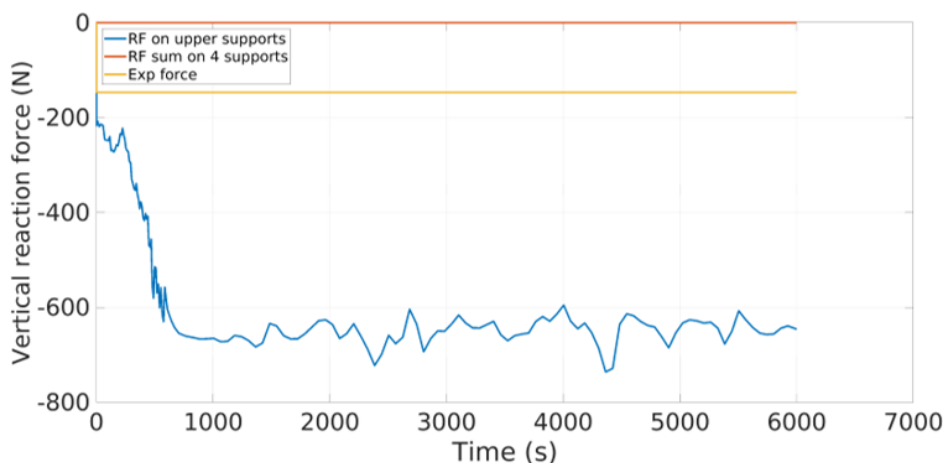


Figure 4.9 – Évolution de la force de réaction verticale au cours du cycle thermomécanique.

En résumé, la mesure du déplacement au niveau des 4 appuis de chacune des deux faces est indispensable afin de mettre en place un modèle EF le plus proche possible du chargement subi par l'éprouvette. L'hypothèse consistant à appliquer les mêmes déplacements sur les appuis de la face partiellement visible que ceux mesurés sur la face entièrement visible ne peut pas être considérée. Ainsi, cette première démarche pour l'identification a montré la nécessité de mieux maîtriser les conditions aux limites cinématiques au niveau des 4 appuis de la flexion et cela sur les deux faces latérales puisque des mouvements de l'éprouvette et les reprises de charge du montage font que les déplacements sur les deux faces ne sont pas similaires. De plus, les mouvements hors plan doivent être les plus petits possible. Cela implique un point de vigilance sur le montage et sur la mise en place de l'éprouvette entre les plots et le jeu qu'il peut y avoir. Ces mouvements hors plan doivent, dans tous les cas, être impérativement pris en compte. Le système de monovision ne permettant pas de les capter, une évolution de l'instrumentation a été menée permettant la mesure de champs cinématiques par stéréocorrélation d'images numériques. Cette mise en place expérimentale a été présentée dans la partie 2.1.1.

#### 4.4.2 Identification avec des mesures cinématiques en stéréovision

Le montage expérimental a été modifié afin de mettre en place un système de double stéréovision permettant de mesurer les champs horizontaux, verticaux et hors plan sur les deux faces latérales de l'éprouvette. Un nouvel essai a été mené dans cette configuration. Le système était composé dans ce cas d'un revêtement de 1 mm d'épaisseur. Le chargement mécanique a été fixé à 9 kg et a été appliqué en une seule fois afin d'éviter le plus possible les mouvements du montage expérimental. Le chargement thermique était identique à celui utilisé précédemment. La figure 4.10 montre les surfaces observées par le double système de stéréovision.

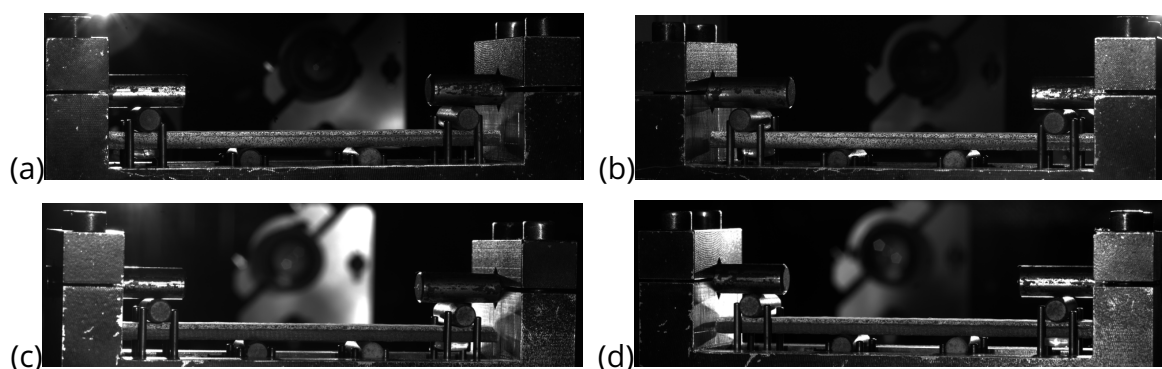


Figure 4.10 – Surfaces observées par les 4 caméras du double système de stéréovision, avec : (a) Caméra 1 du système 1, (b) Caméra 2 du système 1, (c) Caméra 1 du système 2, (d) Caméra 2 du système 2.

#### Étalonnage du système de stéréovision

L'éprouvette étant plane, une mire a été utilisée pour l'étalonnage des systèmes de stéréovision. La mire a été placée non pas à la place de l'éprouvette (par manque de place) mais au-dessus de l'éprouvette, accrochée à une table de déplacement (figure 4.11). Dans cette configuration, la distance entre la mire et l'éprouvette doit être connue. Des déplacements horizontaux et verticaux connus ont été imposés à la mire à l'aide de la table (1000  $\mu\text{m}$ , 300  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$ , 25  $\mu\text{m}$ , 10  $\mu\text{m}$ , 5  $\mu\text{m}$ , 2  $\mu\text{m}$ ). Ces déplacements peuvent être retrouvés par mesure par stéréoCIN afin d'estimer le facteur d'échelle (équation (2.1) de la partie



2.3.1) permettant d'estimer les déplacements. Cependant, lors de l'exploitation de l'essai, il a été observé un mouvement du montage entre l'étape d'étalonnage à l'aide de la mire et le début de l'essai. L'étalonnage des systèmes de stéréovision a donc reposé sur les images de référence avant chargement. Il n'a donc pas été possible d'estimer un facteur d'échelle en utilisant les images prises lors des déplacements imposés à la mire d'étalonnage.

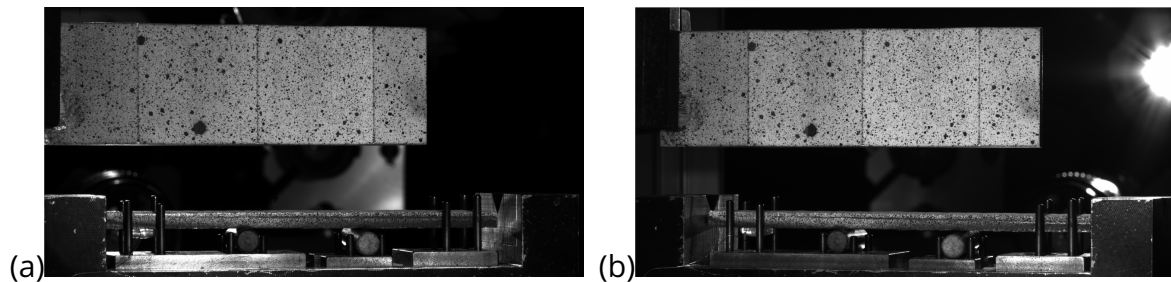


Figure 4.11 – Positionnement de la mire d'étalonnage, observée par : (a) Caméra 1 du système 1, (b) Caméra 2 du système 1.

L'étape d'étalonnage permet de déterminer la matrice de projection du maillage EF de la mire sur les images. Cette projection est présentée sur la figure 4.12 pour un système. On observe une bonne concordance.

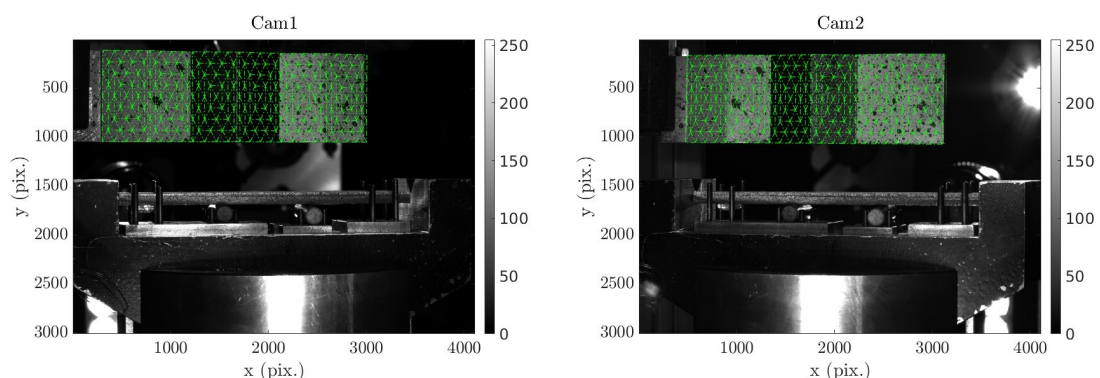


Figure 4.12 – Projection du maillage de la mire d'étalonnage sur cette dernière après étalonnage.

L'étape suivante consiste à utiliser la relation géométrique existant entre la mire d'étalonnage et l'éprouvette afin de projeter le maillage de l'éprouvette sur cette dernière. Le résultat de cette étape est présenté sur la figure 4.13, pour un seul système de stéréovision. Comme les bords de l'éprouvette ne sont pas entièrement visibles par les deux caméras, un maillage plus court a été utilisé. Un résultat satisfaisant est observé.

### Déplacements mesurés

L'algorithme de stéréocorrélation d'images numériques présenté dans la partie 2.3.1 a été utilisé pour mesurer les déplacements sur les deux faces latérales de l'éprouvette. Le maillage a été présenté dans la partie précédente. Aucune régularisation spatiotemporelle n'a été appliquée. De plus, les corrections de brillance/contraste n'étant pas implémentées dans le cas de la stéréovision, ces dernières n'ont pas été utilisées dans ce calcul. Les images analysées sont constituées d'une paire d'images de référence, d'une paire d'images suite au chargement mécanique à température ambiante, de 298 paires d'images de la montée en



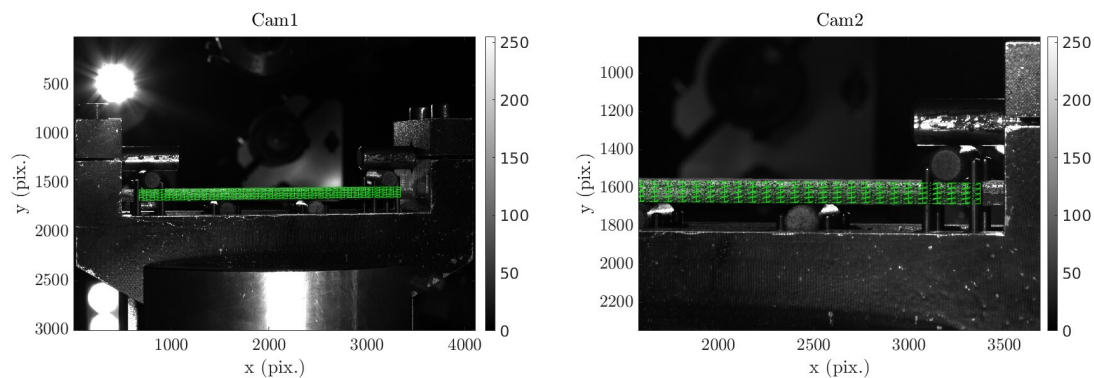


Figure 4.13 – Projection du maillage de l'éprouvette sur cette dernière après étalonnage.

température (étape transitoire nécessitant d'être décrite au mieux) et de 90 paires d'images du palier de température (étape stationnaire ne nécessitant pas beaucoup d'images, fréquence d'une image toutes les deux minutes). L'étape de refroidissement n'est pas prise en compte dans ce calcul.

Les déplacements mesurés sur les 4 appuis des 2 faces latérales ont été imposés dans le modèle EF, présenté précédemment, en tant que conditions aux limites même si le facteur d'échelle n'a pas été déterminé. Ces déplacements sont présentés sur la figure 4.14 avec prise en compte des déplacements de corps rigide. En ce qui concerne les déplacements hors-plan, on observe que ces derniers sont de l'ordre de 10 micromètres du début de l'essai jusqu'à la fin de la montée en température (image 298) soulignant probablement des rotations lors de la mise en charge de l'éprouvette. Au cours du palier de température, à partir de l'image 299, on note une augmentation des déplacements qui atteignent 20 micromètres sur une face et 60 micromètres sur la seconde face. Cela indique alors de forts mouvements de rotation de l'éprouvette. Ces niveaux de déplacements, relativement élevés, doivent être pris en considération. Les déplacements horizontaux et verticaux présentent des tendances cohérentes avec la dilatation et la flexion de l'éprouvette. Ils sont de plus de l'ordre de la centaine de micromètres. En ce qui concerne les déplacements horizontaux, nous notons un écart entre les deux faces du système. Pour les déplacements verticaux, on observe que les appuis internes se déplacent de la même amplitude sur les deux faces. Ce n'est pas le cas des appuis externes qui présentent tout de même un écart entre les deux faces. A partir de l'image 299 correspondant au début du palier de température, un fort saut de déplacement est présent. Ce saut correspond à l'activation du fluage du revêtement et au début de relaxation des contraintes dans le revêtement.

Lorsque l'ensemble de ces déplacements a été imposé au système, la résultante des efforts au niveau des appuis supérieurs récupérée à partir du calcul EF présentait une valeur de 1500 N au cours du palier de température contre 88 N imposés expérimentalement. Cela indique que le système était sur-contraint et que les déplacements imposés posent problèmes. Afin de moins contraindre le modèle et de pouvoir estimer la sensibilité des paramètres de fluage aux données mesurées, le choix a été fait de n'imposer que les déplacements verticaux sur les 4 appuis de la flexion et cela sur les deux faces de l'éprouvette. Pour pouvoir tout de même prendre en compte les déplacements de corps rigides, les déplacements dans les trois directions ont été imposés sur un seul appui et les déplacements horizontaux et verticaux au niveau d'un second appui ont été également imposés. Cette modification des conditions aux limites a permis de passer d'une résultante d'effort de l'ordre de 1500 N à 100 N. Ce résultat est plus cohérent avec l'effort imposé expérimentalement mais indique

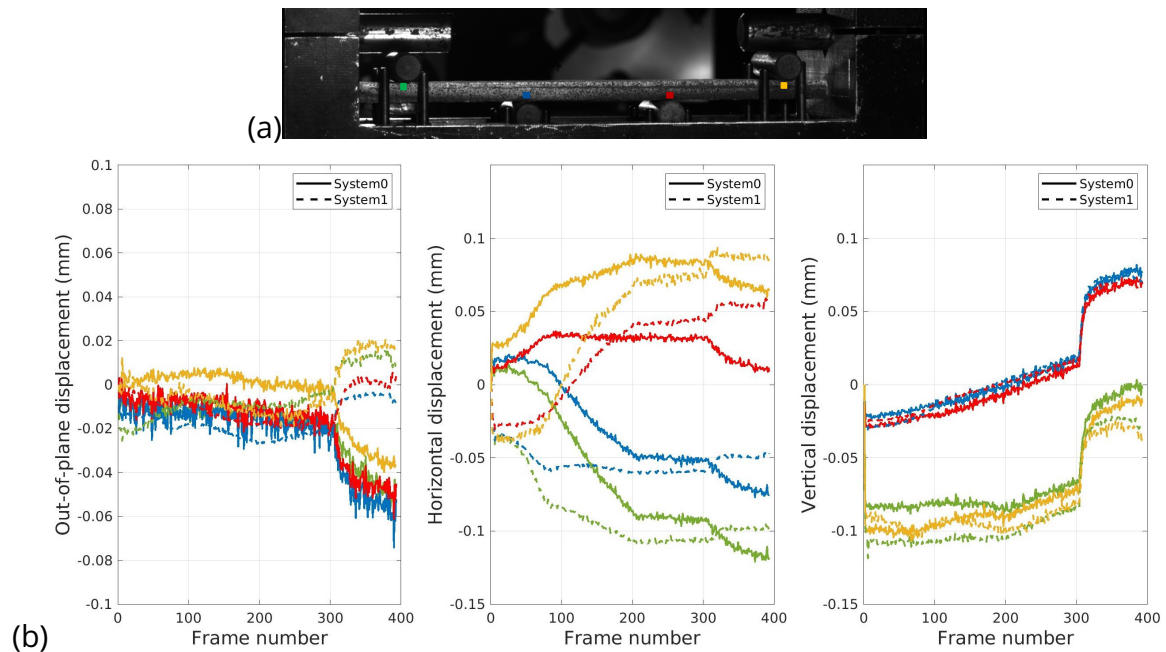


Figure 4.14 – (a) Nœuds considérés pour l’application des conditions aux limites cinématiques. (b) Déplacements mesurés au niveau de ces nœuds pour les deux systèmes de stéréovision.

tout de même un problème lié aux conditions aux limites qui ne sont pas suffisamment bien maîtrisées.

### Estimation de la sensibilité des paramètres

En imposant les déplacements mesurés par stéréovision en tant que conditions aux limites cinématiques dans le modèle EF et en menant une boucle d’itération, il a été possible d’estimer la sensibilité des paramètres de la loi de fluage, à savoir :  $n$ ,  $m$ ,  $A_0$  et  $Ea$ . Ainsi, dans cette configuration, chaque paramètre a été perturbé de 5%. La matrice hessienne regroupant les sensibilités des paramètres est présentée sur la figure 4.15, pour les données portant sur les mesures cinématiques, sur la donnée de l’effort et sur la somme des deux types de données pondérée par un facteur 0,5. On observe alors dans les deux premiers cas une sensibilité élevée de l’ensemble des paramètres, en particulier l’énergie d’activation  $Ea$ . Les paramètres étant sensibles aussi bien sur les données cinématiques que sur la donnée de l’effort, la somme des matrices hessiennes pondérée permet d’avoir une sensibilité quasi similaire. Cela souligne alors l’intérêt d’utiliser à la fois les données cinématiques et les données sur l’effort afin de mener l’identification des propriétés du système. Cela indique également que l’ensemble de ces paramètres est identifiable avec ce type de données.

### Premiers résultats

La première boucle d’itérations a été lancée dans cette configuration, avec une forte régularisation de Tikhonov. La figure 4.16 montre l’évolution des paramètres de la loi de fluage du revêtement, en fonction de l’itération. Il apparaît alors au bout de 25 itérations que l’ensemble des paramètres oscille et ne converge pas.

Les niveaux RMS sur les résidus cinématique et d’effort sont présentés sur la figure 4.17 au cours de l’identification. On observe alors que dans les deux cas, les résidus ne sont pas réduits.

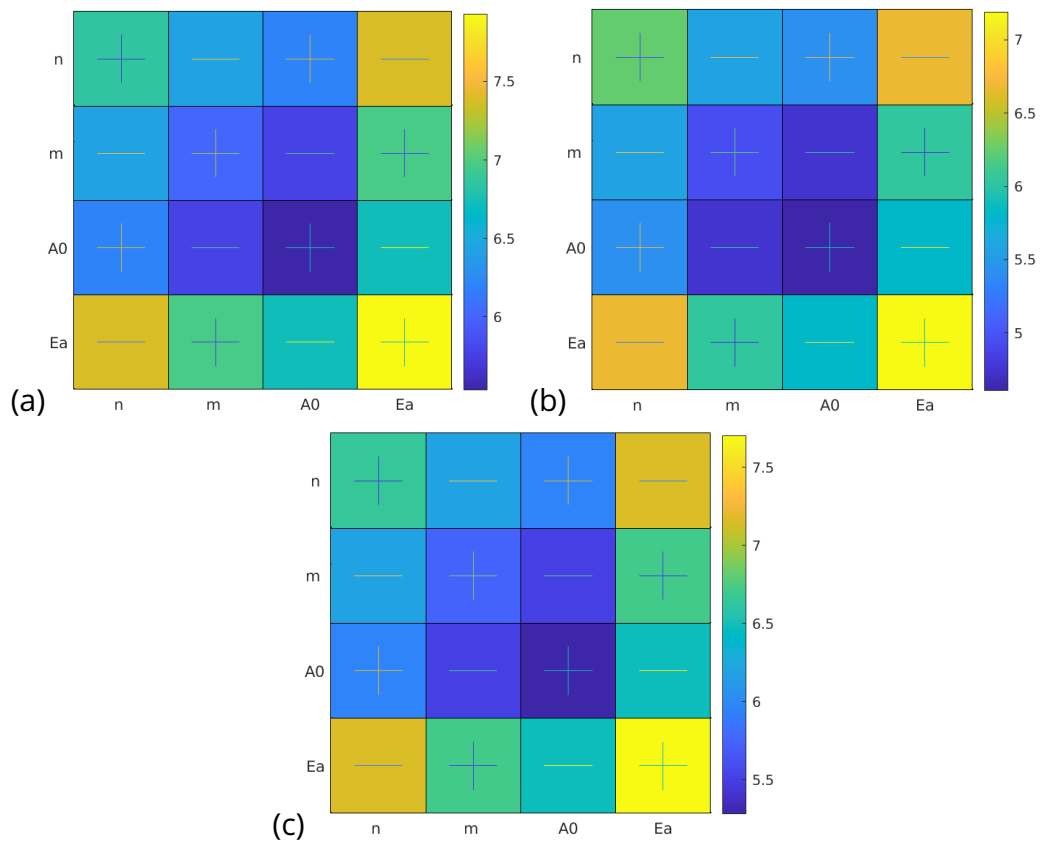


Figure 4.15 – Matrice Hessienne : (a) sur les déplacements, (b) sur l'effort, (c) totale. (Échelle logarithmique)

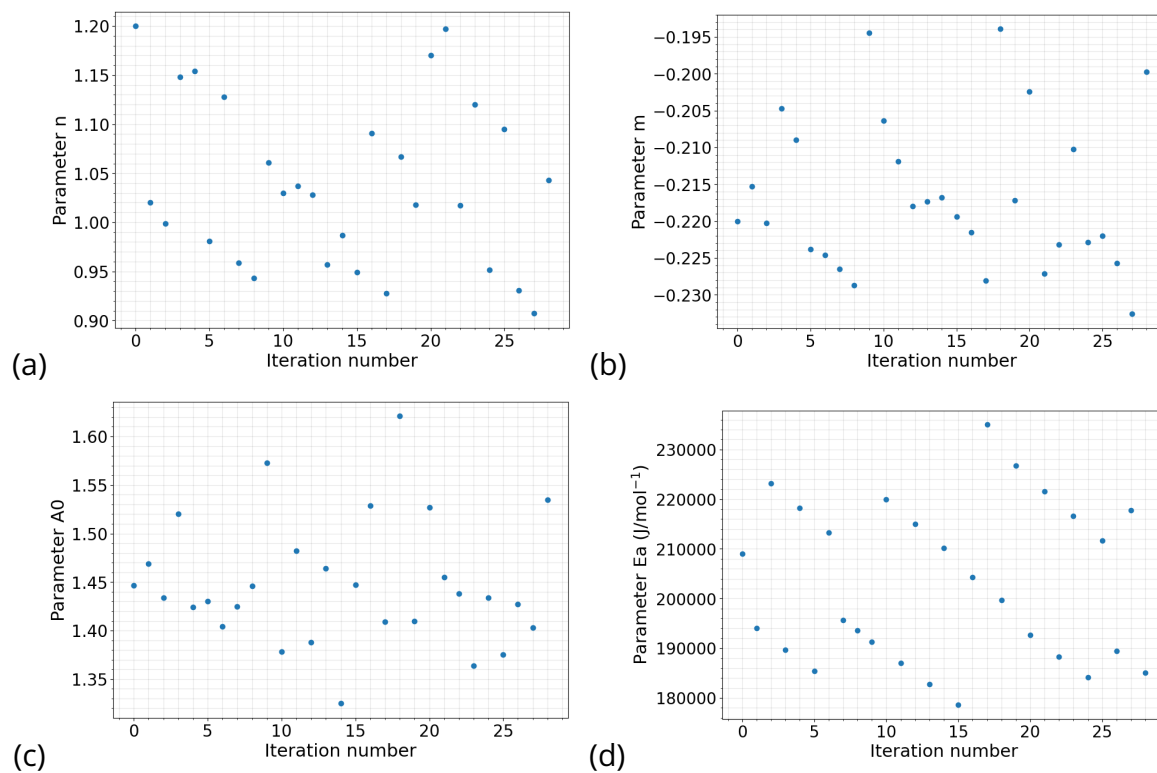


Figure 4.16 – Évolution, en fonction de l'itération, du paramètre (a)  $n$ , (b)  $m$ , (c)  $A0$ , (d)  $Ea$ .

Le calcul présenté précédemment n'a pas permis d'aboutir à des paramètres identifiés. Aussi,

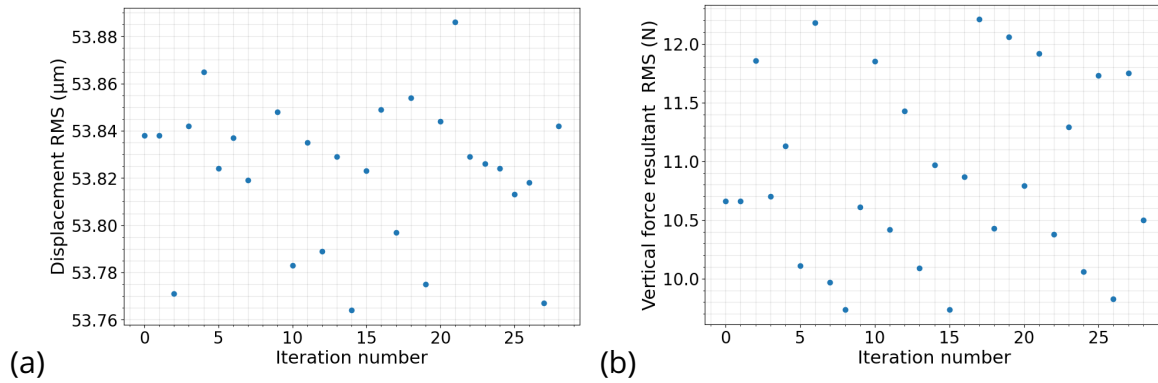


Figure 4.17 – Évolution, en fonction de l'itération, du résidu sur (a) le déplacement (en  $\mu\text{m}$ ), (b) l'effort (en N).

face (i) aux limitations liées à l'estimation du facteur d'échelle (et donc au bon niveau de déplacement), (ii) au niveau d'effort surestimé par calcul EF et (iii) à l'impossibilité de mener un nouvel essai (par manque de temps), les paramètres de la loi de fluage mis à disposition par SAFRAN Ceramics ont finalement été utilisés.

#### 4.5 Étude de la sensibilité des contraintes dans le revêtement aux paramètres de la loi de fluage

À défaut d'une identification de la loi de fluage pour l'essai mené, cette partie propose d'étudier la sensibilité du niveau de contrainte, déterminant pour une analyse quantitative de la fissuration, aux différents paramètres de la loi considérée.

Dans la suite des travaux, l'analyse portera principalement sur l'évolution des états de contraintes, par exemple la contrainte principale maximale  $\sigma_1$ , dans le revêtement en fonction du chargement thermomécanique imposé. Le fluage du revêtement menant à une relaxation des contraintes dans l'EBC et la fissuration arrivant très rapidement au refroidissement, un temps de maintien suffisant lors du palier de température doit permettre d'atteindre cette relaxation et donc de minimiser l'impact des paramètres de fluage. Pour se rassurer quant à la sensibilité du niveau de contrainte aux paramètres de la loi de comportement utilisée, des calculs reposant sur le modèle présenté dans la deuxième partie de ce chapitre ont été menés en prenant en compte une perturbation de  $\pm 10\%$  de chacun des paramètres  $A$ ,  $n$  et  $m$ . Le chargement thermique consistait en une montée en température en 10 min jusqu'à  $1250^\circ\text{C}$  au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement. Le chargement mécanique de flexion a été appliqué au niveau des 4 appuis des deux faces latérales en imposant les déplacements mesurés par CIN comme précédemment, avec une interpolation linéaire des déplacements entre les appuis deux faces latérales. Le cycle simulé est alors composé d'une montée en température et d'un palier thermique débutant à 600 s.

La figure 4.18 présente l'évolution de la contrainte principale maximale  $\sigma_1$  au cours du cycle thermomécanique, calculée au niveau de l'élément le plus chaud du centre de la surface du revêtement. La contrainte est calculée pour le cas de référence et les cas perturbés pour les trois paramètres pris en compte dans la loi de fluage. Au niveau de l'élément analysé, la montée en température, induisant des gradients thermiques dans le système, met ce dernier dans un état de forte compression. À ce stade, aucune différence n'est observée en perturbant les paramètres puisque le fluage n'a pas assez de temps pour s'activer. À partir

du début du palier thermique, le fluage s'active ce qui mène à une relaxation de la contrainte. Les paramètres  $A$  et  $m$  ne modifient que légèrement la vitesse de relaxation de la contrainte. Concernant le paramètre  $n$  qui est l'exposant en contrainte, ce dernier présente un effet plus notable. Le point le plus important concerne le niveau de contrainte atteint à la fin du palier thermique, après relaxation. Dans le cas de référence, le niveau atteint est de l'ordre de  $-30$  MPa. L'écart calculé lorsque le paramètre  $A$  est perturbé est de l'ordre de  $\pm 2,5$  MPa ce qui est négligeable. Il est de l'ordre de  $\pm 5$  MPa pour l'exposant en temps  $m$  et de l'ordre de  $\pm 10$  MPa pour l'exposant en contrainte  $n$ . Ces valeurs permettent alors de borner les niveaux de contraintes atteints et soulignent que la sensibilité de la contrainte aux paramètres de la loi de fluage reste relative.

Notons que la contrainte est très légèrement bruitée sur ces courbes du fait des conditions aux limites cinématiques imposées qui ont été mesurées expérimentalement par CIN. De plus, une analyse plus détaillée de l'évolution des contraintes sera apportée dans le chapitre suivant. L'analyse actuelle a pour seul objectif de souligner l'effet de la perturbation des paramètres de la loi de comportement sur la quantité d'intérêt.

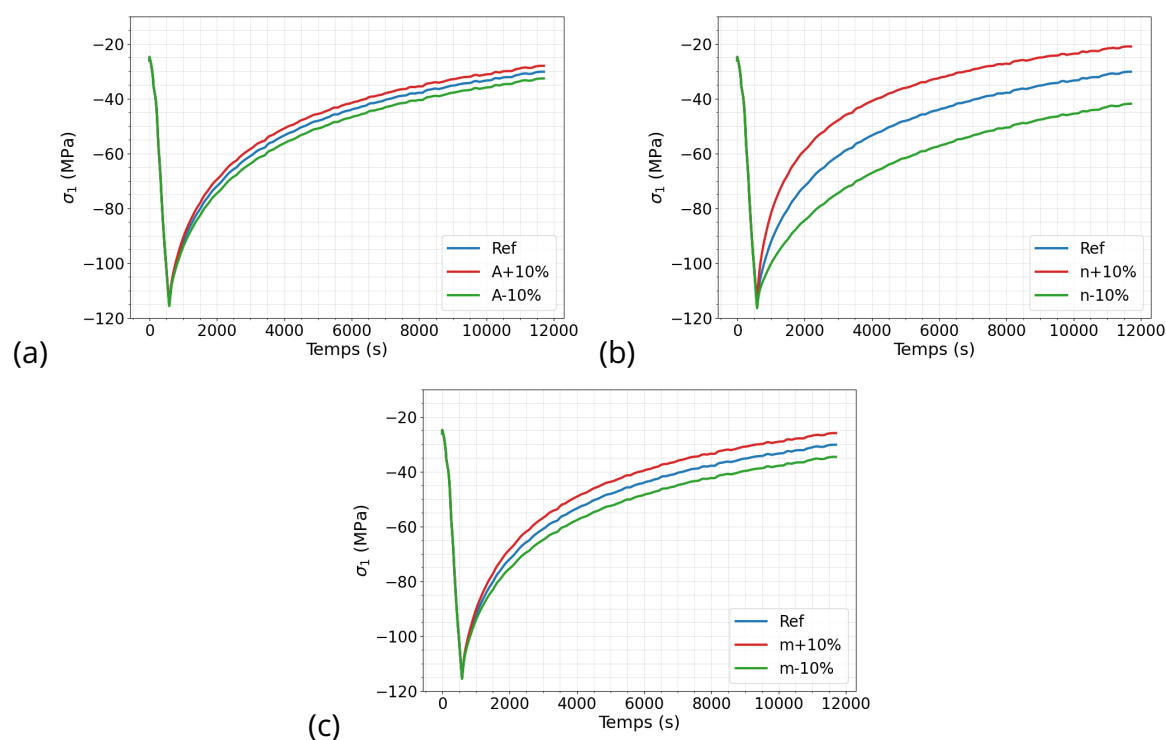


Figure 4.18 – Évolution de la contrainte principale maximale  $\sigma_1$ , à l'élément le plus chaud de la surface du revêtement, en fonction des paramètres de la loi de fluage : (a) effet du paramètre  $A$ , (b) effet du paramètre  $n$ , (c) effet du paramètre  $m$ .

## 4.6 Bilan

Dans ce chapitre, l'objectif était d'identifier les paramètres de la loi de fluage du revêtement. Pour cela, une méthode d'identification de type FEMU a été sélectionnée. Celle-ci consiste à trouver le jeu de paramètres minimisant l'écart entre données mesurées et calculées.

D'un point de vue expérimental, dans un premier temps, un essai thermomécanique a été mené, instrumenté d'un système de monovision permettant de mesurer les déplacements

verticaux et horizontaux sur l'ensemble d'une des faces latérales. Cela a permis de mesurer les déplacements aux niveaux des 4 appuis de la flexion sur la première face et des deux appuis internes de la seconde face. Numériquement, le modèle EF mis en place prend en conditions aux limites cinématiques les mesures effectuées aux niveaux des appuis des deux faces latérales. Une hypothèse forte a consisté à imposer les déplacements mesurés sur la première face et à les appliquer également au niveau de la seconde face avec une interpolation linéaire des déplacements entre ces deux faces. Or l'analyse des déplacements au niveau des appuis bas de la flexion (disponibles sur les deux faces latérales) a permis de souligner que :

- les déplacements entre les deux faces n'étaient pas équivalents, ce qui implique l'impossibilité de considérer les mêmes déplacements entre les deux faces, au niveau des appuis non visibles par la caméra,
- le chargement n'a pas été réparti de façon homogène entre les deux faces (dû aux rouleaux permettant d'appliquer le chargement ou au fait que l'éprouvette soit trop contrainte entre les piquets). De plus, l'éprouvette et/ou le montage (n'étant pas fixe) ont probablement présenté un mouvement au cours du chargement,
- l'éprouvette a présenté plusieurs rotations, pendant sa mise en place puis lors du chargement, qui n'ont pas pu être mesurées par le système de monovision.

Les limites citées précédemment n'ont pas permis de mener l'identification des propriétés dans cette configuration. Cette première partie a permis de souligner la nécessité de mesurer l'ensemble du champ cinématique, sur les deux faces latérales, y compris les mouvements hors plan de l'éprouvette. L'instrumentation a donc été modifiée pour remplacer les systèmes de monovision par deux systèmes de stéréovision de part et d'autre de l'éprouvette. Cette évolution de la mise en place expérimentale a permis de mesurer les déplacements dans les trois directions sur l'ensemble des deux faces latérales. Cependant, le montage n'étant pas fixe, des mouvements parasites ont eu lieu entre l'étape de prise d'images pour l'étalonnage de la stéréovision et l'essai en lui-même. Cela n'a pas permis d'estimer le facteur d'échelle permettant de remonter aux valeurs des déplacements. De plus, des incohérences dans le modèle ont été observées. En imposant l'ensemble des déplacements mesurés, dans les trois directions, sur les 4 appuis de la flexion, le système se retrouve sur-contraint et le niveau de la résultante de l'effort vertical estimée par calcul EF se révèle être trop élevé par comparaison à l'effort appliqué expérimentalement. La boucle d'identification a tout de même été testée pour évaluer la pertinence de la procédure d'identification proposée. Néanmoins, du fait des limites indiquées précédemment, l'identification des paramètres de la loi de fluage n'a pas pu être menée jusqu'à son terme. Ainsi, dans la suite de ces travaux, les paramètres de la loi de fluage considérés sont ceux communiqués par SAFRAN Ceramics.

Même si les paramètres de la loi de fluage n'ont pas pu être identifiés, deux études de sensibilités ont pu être menées. La première étude de sensibilité, à travers la construction de la matrice hessienne, a permis de souligner que l'ensemble des paramètres était assez sensible pour être identifiés par une minimisation à la fois de l'effort et du déplacement. La seconde a permis d'évaluer la sensibilité du niveau de contrainte à une variation de  $\pm 10\%$  de chaque paramètre de la loi de fluage utilisée dans ces travaux.

# Chapitre 5 - Analyse numérique de l'effet du couplage gradients thermiques et chargement mécanique sur la tenue du système CMC/EBC

Afin de consolider la compréhension des mécanismes de fissuration mis en jeu lors d'un chargement couplé gradient thermique/mécanique sur un CMC revêtu, le chapitre qui suit présente les résultats des modélisations par éléments finis mises en œuvre pour les principaux cas de chargement présentés dans la partie 3.1. Ainsi, la première partie porte sur l'analyse numérique de deux cas de chargement permettant de distinguer l'apport d'un chargement mécanique de celui d'un chargement thermique, au cours d'un premier cycle thermique. La deuxième partie s'intéresse aux différents cas de chargements présentés dans la partie 3.1 pour expliquer la fissuration observée expérimentalement en fonction des paramètres d'essais. Enfin, la dernière partie met en évidence l'effet de la fissuration du revêtement sur le comportement du système au cours du second cycle de chargement thermique à travers un calcul prenant en compte l'endommagement dans le revêtement (par abaissement du module de Young).

## Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Analyse numérique des champs de contraintes . . . . .</b>	<b>126</b>
5.1.1	Hypothèses et conditions aux limites du calcul . . . . .	126
5.1.2	Estimation des contraintes résiduelles dans le système . . . . .	127
5.1.3	Évolution de l'état de contraintes dans le système sous chargement thermique seul . . . . .	128
5.1.4	Évolution de l'état de contraintes dans le système sous chargement thermomécanique . . . . .	132
5.1.5	Sensibilité de l'état de contraintes dans le revêtement aux variations des paramètres de la loi de fluage . . . . .	137
<b>5.2</b>	<b>Discussion sur l'effet des paramètres d'essais du chargement thermomécanique et de l'épaisseur du revêtement sur le comportement du système . . . . .</b>	<b>139</b>
5.2.1	Impact du chargement mécanique . . . . .	140
5.2.2	Impact du chargement thermique . . . . .	141
5.2.3	Impact de la durée de refroidissement . . . . .	143
5.2.4	Impact de l'épaisseur du revêtement . . . . .	145
<b>5.3</b>	<b>Influence de la fissuration du revêtement sur le comportement du système . . . . .</b>	<b>147</b>
<b>5.4</b>	<b>Bilan . . . . .</b>	<b>150</b>

---



## 5.1 Analyse numérique des champs de contraintes

Afin de comprendre la fissuration du revêtement observée expérimentalement dans plusieurs configurations de chargement, des calculs EF sont nécessaires pour analyser l'évolution des contraintes et des déformations thermomécaniques au cours des essais. Dans un premier temps, on s'intéressera à l'analyse de deux cas permettant de comprendre l'apport de chacune des sollicitations (thermique et mécanique) sur l'état de contraintes et de déformations dans le système, à plusieurs instants du chargement. Plus précisément, il s'agit de 5 étapes avec (1) les contraintes résiduelles, (2) le chargement mécanique, (3) le chauffage, (4) le palier en température et (5) le refroidissement. Dans un premier cas, la charge mécanique n'est pas prise en compte. Le second cas permettra de souligner l'apport du chargement mécanique en prenant en compte l'étape (2). Dans les deux cas, la géométrie des éprouvettes et les paramètres du chargement thermique sont identiques.

### 5.1.1 Hypothèses et conditions aux limites du calcul

Le modèle thermomécanique, reposant sur la méthode des éléments finis, utilisé pour cette analyse est proche de celui présenté dans la partie 4.3. Comme le chargement thermique est supposé centré sur la face EBC, le chargement mécanique est dans une configuration de flexion 4 points et le repère du CMC étant superposé au repère de l'éprouvette, des plans de symétrie suivant les directions  $\vec{x}$  et  $\vec{y}$  ont été définis et uniquement un quart d'éprouvette a été modélisé (50 mm  $\times$  5 mm  $\times$  e mm, e étant l'épaisseur du système) comme présenté en figure 5.1. L'épaisseur du système dépend de l'épaisseur du revêtement. En effet, 3 cas ont été considérés : 1, 4 mm, 1 mm et 0, 3 mm d'épaisseur de revêtement. Les 3 couches du système CMC/Si/DSY sont modélisées. La couche SiO<sub>2</sub> étant très fine (de l'ordre du micromètre après traitement thermique avec peu d'évolution sous air) et l'objectif étant d'analyser le comportement macroscopique, le choix a été fait de ne pas la modéliser. Le substrat SiC/SiC est considéré comme un matériau homogène au comportement élastique isotrope transverse.

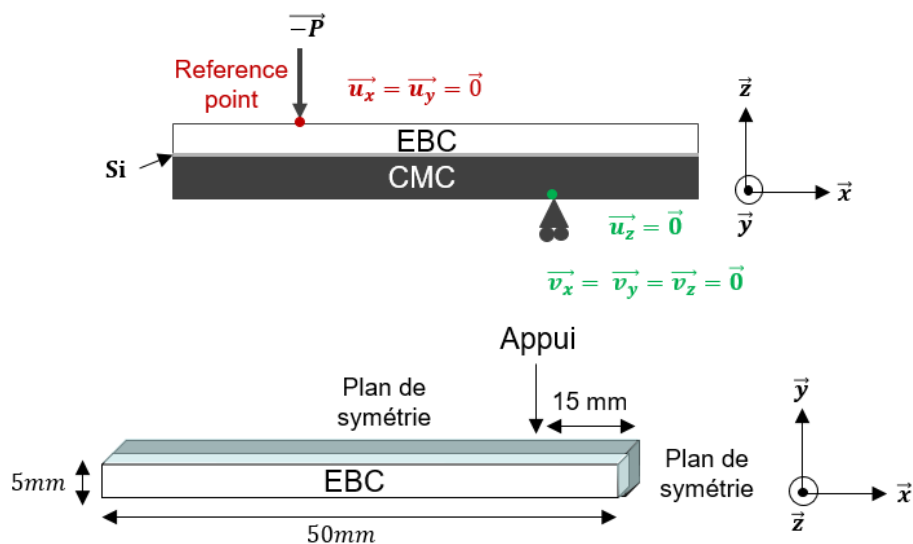


Figure 5.1 – Géométrie d'étude et conditions aux limites.

Dans cette modélisation, le chargement mécanique n'est pas piloté en déplacement mais en effort. Ainsi, un "reference point" est attribué à la ligne de nœuds correspondant à l'appui haut (appui sur lequel le chargement mécanique expérimental est appliqué). L'effort est alors appliqué au niveau de ce "reference point" et distribué de façon homogène sur toute la ligne de nœuds (hypothèse). Au niveau de l'appui bas, les rotations ainsi que le déplacement vertical sont bloqués afin d'éviter les mouvements de corps rigide.

D'un point de vue thermique, la modélisation est semblable à celle présentée dans la partie 4.3. Le chargement thermique est appliqué sur la face supérieure (EBC) sous forme de flux gaussien (équation (4.17)) et des échanges thermiques de type rayonnement et convection sont pris en compte. La convection est appliquée sur les faces avant-arrière de l'éprouvette. Le rayonnement est appliqué sur toutes les faces externes CMC et EBC. Ces coefficients d'échange sont présentés dans l'annexe 2.

Le comportement thermoelastoviscoplastique du revêtement et le comportement thermoélastique isotrope transverse du CMC ont été pris en compte. Pour ces deux couches, la loi de fluage considérée est celle présentée dans le chapitre 4 (Norton-Bailey). Notons également que le repère est défini similaire au repère global (1 selon la direction  $\vec{x}$ , 2 selon la direction  $\vec{y}$  et 3 selon la direction  $\vec{z}$ ).

Le maillage utilisé est convergé et repose sur une fonction d'interpolation quadratique avec des éléments de type C3D20RT. Ce choix d'élément permet de modéliser des déformations importantes résultant de variations de température et d'avoir une résolution couplée thermique/mécanique. Un exemple de maillage, pour un revêtement de 1 mm, est présenté sur la figure 5.2. L'analyse des différentes modélisations a permis de mettre en évidence un faible niveau de contrainte dans les éléments du maillage situés loin du point le plus chaud et des appuis de flexion (contrainte principale maximale  $\sigma_1$  entre 0 et 30 MPa). Ainsi, dans la suite du chapitre, seuls les éléments situés dans la zone centrale ( $L < 18$  mm) seront analysés.

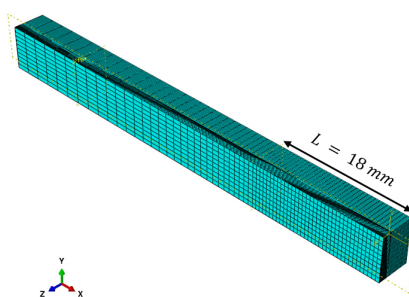


Figure 5.2 – Maillage d'un quart d'éprouvette CMC/EBC avec un revêtement de 1 mm.

### 5.1.2 Estimation des contraintes résiduelles dans le système

La dernière étape d'élaboration du système correspond au traitement thermique du revêtement. Ce dernier est réalisé à l'aide d'un cycle thermique. Dans ce travail, les contraintes sont supposées nulles à l'issue du palier thermique. Les contraintes résiduelles de fabrication correspondent donc à celles induites par la rampe de refroidissement de ce dernier cycle thermique. Ces contraintes sont estimées à partir d'une modélisation thermoélastique. Le profil de contraintes principales maximales obtenu est présenté sur la figure 5.3, pour les trois épaisseurs de système (de la surface de l'EBC vers la surface du CMC). L'évolution de la contrainte est présentée en fonction de la position dans l'épaisseur du système. Dans les trois cas, l'EBC est en compression à l'interface, tout comme le CMC est en traction proche de l'interface. Cet état de contrainte thermomécanique s'explique par le fait que l'EBC se dilate moins que le CMC. Il sera utilisé comme état de contrainte initial pour les calculs présentés dans la suite du chapitre.

Dans la suite de ce chapitre, l'analyse des champs de contraintes et de déformations dans le CMC montre que nous sommes en dessous des niveaux induisant un endommagement dans cette couche (sauf dans un cas qui sera présenté dans la partie 5.1.4). Cela a d'ailleurs

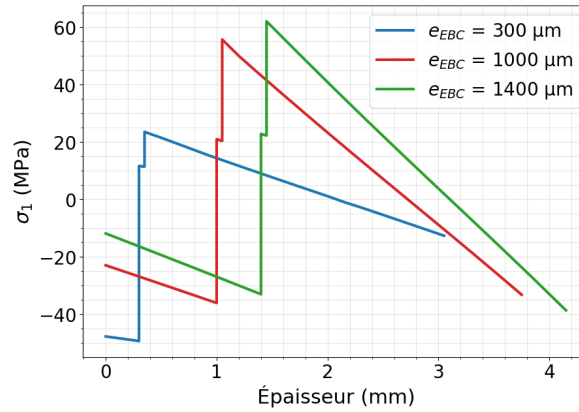


Figure 5.3 – Évolution de la contrainte principale maximale  $\sigma_1$  en fonction de la position dans l'épaisseur du système, suite à l'étape d'estimation des contraintes résiduelles pour 3 épaisseurs de revêtement.

été confirmé expérimentalement puisque pour l'ensemble des essais menés, l'endommagement s'est amorcé dans le revêtement et non dans le CMC. Ainsi, l'analyse présentée portera uniquement sur l'état de contraintes/déformations dans le revêtement. De plus, au niveau du revêtement, la contrainte hors-plan suivant l'épaisseur  $\sigma_{33}$  ainsi que les contraintes de cisaillement  $\sigma_{12}$ ,  $\sigma_{23}$  et  $\sigma_{13}$  sont négligeables (entre 0 et  $\pm 20$  MPa durant tout le cycle de chargement thermomécanique). Elles ne seront donc pas présentées. Enfin, pour des considérations relatives à la visualisation sur Abaqus, les trois couches du système ne sont pas distinguées les unes des autres sur les figures et toutes les figures de champs sont présentées suivant la même perspective.

### 5.1.3 Évolution de l'état de contraintes dans le système sous chargement thermique seul

Dans cette partie, l'objectif est d'analyser l'impact du chargement thermique sur l'état de contraintes dans le système. Ainsi, aucun chargement mécanique n'est appliqué. Le chargement thermique consiste en une montée en température en 10 minutes, un palier thermique de 3 heures et un refroidissement instantané. Deux niveaux de température maximale au point le plus chaud du revêtement sont considérés : 1100°C et 1250°C. L'épaisseur du revêtement a été fixée à 1,4 mm.

Le champ de température stabilisé obtenu au cours du palier thermique est présenté sur la figure 5.4 pour les deux niveaux de température étudiés. Une zone plus étendue à la surface mais également dans l'épaisseur du revêtement dépasse 1000°C dans le cas (b) en comparaison du cas (a). Pour rappel, le fluage des constituants est activé par une température supérieure à 1000°C et un niveau de contrainte suffisamment élevé (la figure 5.5 présente l'évolution de la déformation de fluage à 1100°C et 1250°C). De plus, la différence de température induite entre la face supérieure du DSY et la face arrière du CMC au niveau de la zone centrale est de l'ordre de 410°C pour  $T_{max} = 1100^\circ\text{C}$  et environ 510°C pour  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$ .

Dans un premier temps, afin de souligner le rôle du fluage des constituants sur l'état de contraintes dans le système, une analyse a été menée sur l'éprouvette chauffée à 1250°C au point le plus chaud de la surface du revêtement, à l'aide d'une modélisation thermoélastoviscoplastique d'une part et thermoélastique d'autre part (en désactivant le fluage des constituants dans le modèle EF).

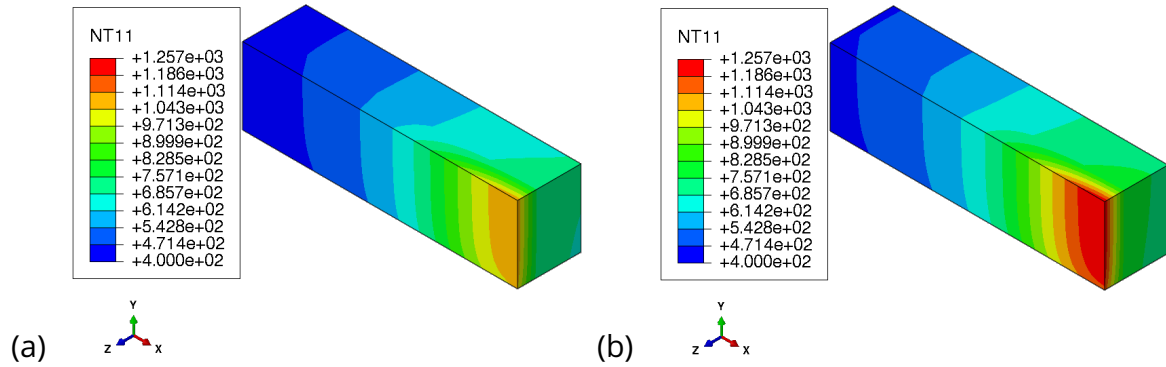


Figure 5.4 – Champ de température (en °C) induit pendant le palier stabilisé, pour une température maximale de : (a) 1100°C, (b) 1250°C.

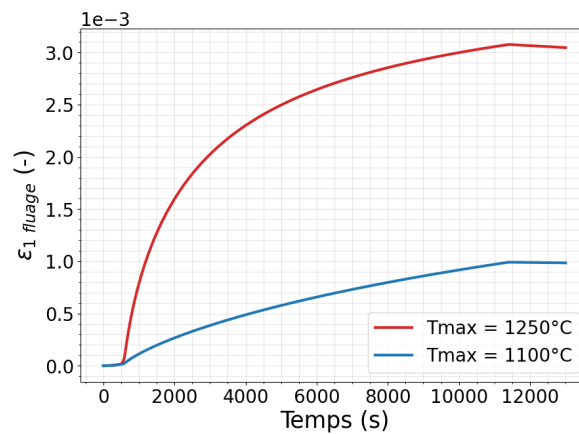


Figure 5.5 – Évolution de la déformation de fluage principale maximale dans l'élément le plus chaud de la surface du revêtement, au cours du cycle thermique et pour les deux températures maximales.

L'évolution de la contrainte principale maximale calculée dans l'élément le plus chaud de la surface du revêtement est présentée sur la figure 5.6, avec et sans fluage. Le niveau de contrainte initiale, avant chargement, correspond à celui des contraintes résiduelles. Il est strictement le même (environ  $-12$  MPa) en surface du revêtement donc négligeable sur la zone en question. Cela n'est pas le cas ailleurs dans le système (figure 5.3). Au cours de la montée en température, le centre du revêtement se dilate de façon plus importante du fait du gradient thermique. Ainsi, par dilatation contrariée, cette surface est mise en forte compression. Lorsque la température maximale est atteinte (début du palier thermique à 600 s), le niveau de contrainte en compression est de l'ordre de 170 MPa dans les deux cas, ce qui met en évidence que ce niveau de contrainte s'explique uniquement par le comportement thermoélastique du système. A partir de ce stade, la température est maintenue constante durant 3 heures.

Dans le premier cas, le fluage des constituants n'est pas pris en compte dans le modèle. Ainsi, la contrainte reste constante jusqu'à la fin du palier thermique. Lors du refroidissement (à partir de 11400 s), ici considéré instantané, le revêtement repasse dans un état de traction avec un niveau de contrainte maximal d'environ 2 MPa. Une partie de ce saut de contrainte s'explique par l'inversion du gradient thermique : le revêtement devient plus froid que le CMC dans les premiers instants du refroidissement (figure 5.6(b)). Dans ce cas élastique, la contrainte revient au niveau de contrainte obtenu après traitement thermique (*i.e.* contraintes résiduelles). Toutefois, il n'y a aucune raison qu'au cours du refroidissement l'his-

toire du chargement évolue de façon strictement inverse à la chauffe. En effet, il ne s'agit pas d'une réduction progressive des températures mais plutôt d'une inversion de gradient.

Dans le cas où le fluage des constituants est pris en compte dans le modèle, ce mécanisme s'active au début du palier thermique et induit une redistribution de la contrainte de compression qui atteint une valeur de  $-20$  MPa à la fin de cette étape. Lors du refroidissement, le niveau de contrainte maximal atteint est de l'ordre de 190 MPa. De plus, en considérant un seuil de contrainte à rupture pour le revêtement de l'ordre de 112 MPa (pour un seuil d'endommagement moyen en déformation principale maximale d'environ 0,1%), ce cas est favorable à un endommagement/fissuration du revêtement dû à un niveau de contrainte de traction dépassant ce seuil. Cette analyse permet alors de souligner que la relaxation des contraintes par fluage au cours du palier de température est une condition nécessaire pour obtenir un état de traction admissible dans le revêtement au cours du refroidissement. Le niveau de contrainte en traction, pour un système avec une épaisseur importante de revêtement, dépasse le seuil d'endommagement.

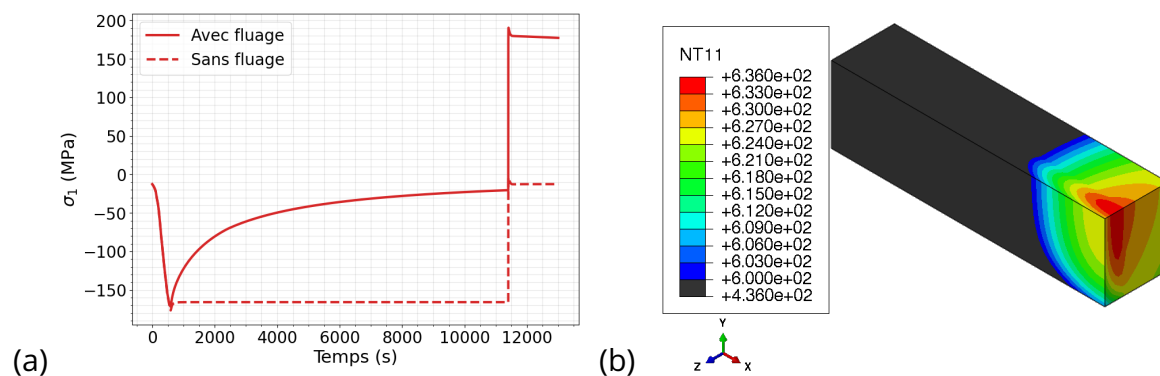


Figure 5.6 – (a) Impact du fluage sur l'évolution de la contrainte principale maximale  $\sigma_1$  au cours du chargement thermique au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement. (b) Champ de température (en °C) dans le système après 4 secondes de refroidissement correspondant au niveau maximal de la contrainte principale maximale. (Épaisseur de revêtement = 1400  $\mu\text{m}$ )

Les analyses précédentes mettent ainsi en avant :

- la compression du revêtement lors de la chauffe qui s'explique essentiellement par la thermoélasticité,
- la relaxation de l'état de contrainte par fluage lors du palier de température,
- la mise en traction du revêtement lors du refroidissement induit par le gradient de température inversé (dans les premiers instants du refroidissement la température du revêtement est plus froide que celle du CMC),
- le niveau de contrainte de traction qui dépasse le seuil de d'endommagement pour cette épaisseur de revêtement.

Ces résultats sont en accord avec les travaux de T.Archer [51]. Dans la suite de l'étude, le fluage des constituants est systématiquement pris en compte dans le modèle.

On s'intéresse à présent au rôle de la température sur les niveaux de contraintes dans le revêtement. La figure 5.7 présente l'évolution de la contrainte principale maximale au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement pour les deux températures maximales 1250°C et 1100°C. Au début du palier thermique (600 s), le niveau de contrainte de compression atteint est proche dans les deux cas : environ -170 MPa pour  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$  et -155 MPa pour  $T_{max} = 1100^\circ\text{C}$ . Les niveaux de température et de contrainte étant suffisamment élevés dans les deux cas, le fluage s'active et induit une relaxation des contraintes qui ne se fait pas à la même vitesse pour les deux températures. En effet, pour  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$  le niveau de contraintes en compression atteint est à -20 MPa tandis que pour le second cas, le niveau atteint est à -92 MPa. La valeur maximale de la contrainte de traction induite au centre de la surface du revêtement, lors du refroidissement, est à environ 190 MPa pour  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$  et 70 MPa pour  $T_{max} = 1100^\circ\text{C}$ . Cette différence s'explique d'une part par l'amplitude de contraintes relaxées au cours du palier thermique. Plus les contraintes sont relaxées, plus le niveau de contraintes en traction au refroidissement est élevé. D'autre part, elle s'explique par le gradient thermique dans le système (qui est moins important pour 1100°C). De plus, ce niveau de contrainte atteint au refroidissement peut générer de la fissuration dans le revêtement lorsqu'un niveau seuil est atteint (c'est le cas pour  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$ ). Ainsi, cette analyse de l'évolution de la contrainte principale maximale au cours d'un cycle thermique permet de mettre en évidence l'impact de la température. Plus le chargement thermique est élevé, plus l'amplitude de contrainte relaxée par fluage au cours du palier thermique est importante et plus le niveau de la contrainte de traction au refroidissement est important. En somme, plus le niveau de température est élevé, plus le risque de fissurer le revêtement au refroidissement est élevé, après un temps de maintien suffisant pour relaxer les contraintes.

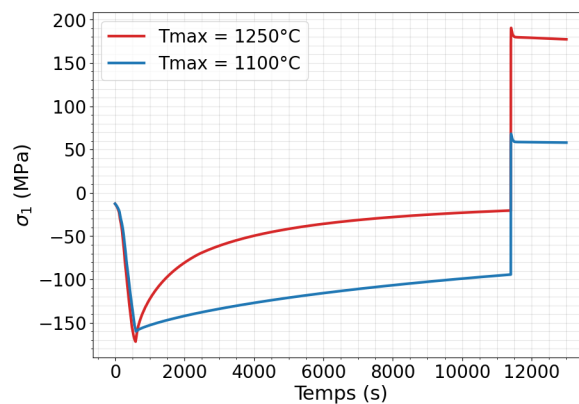


Figure 5.7 – Impact de la température sur l'évolution de la contrainte principale maximale  $\sigma_1$  au cours du chargement thermique au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement. (Épaisseur de revêtement = 1400  $\mu\text{m}$ )

En présence de gradients thermiques, il convient d'analyser également l'évolution du champ de contrainte principale maximale à la surface du revêtement au cours du cycle thermique et pour chaque niveau de température. Au début du palier thermique (à 600 s, figure 5.8(a)), le champ de contrainte présente une zone hétérogène au milieu de l'éprouvette, correspondant à la zone d'application du laser. Dans les deux cas, cette zone est dans un état de compression avec un niveau de contrainte proche. Cependant, le deuxième cas ( $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$ ) présente une zone en compression plus étendue que le premier ( $T_{max} = 1100^\circ\text{C}$ ). Cela s'explique par le niveau de température élevé sur une plus grande zone dans le deuxième cas. En dehors de la zone centrale, l'éprouvette est dans un état de traction mais avec un niveau faible (environ 10 à 15 MPa).

A la fin du palier thermique, la zone centrale à la surface du revêtement (figure 5.8(b)), correspondant à la zone de chauffe (initialement dans un état de compression au début du palier thermique), est encore dans un état de compression quand  $T_{max} = 1100^{\circ}\text{C}$ . Toutefois, le niveau moyen de contrainte de compression est moins important (comme cela a été observé pour le point central le plus chaud, figure 5.7). Dans le second cas, les contraintes ont été redistribuées au niveau de quasiment toute la zone centrale à l'exception d'une zone légèrement décalée du centre (située entre 2,6 mm et 4,5 mm du centre de l'éprouvette) qui reste encore dans un état de contrainte en compression, ce qui s'explique probablement par la température (qui varie de  $1120^{\circ}\text{C}$  à  $950^{\circ}\text{C}$ ).

Lors du refroidissement (figure 5.8(c)), il apparaît qu'une partie de la zone ayant été sollicitée par le laser (zone grise), quand  $T_{max} = 1250^{\circ}\text{C}$ , est dans un état de traction dépassant le seuil de rupture du revêtement considéré (environ 112 MPa) ce qui induit un endommagement/une fissuration du revêtement. Cet état de traction dépassant le seuil d'endommagement est lié à la température. Notons que cette zone est aussi étendue selon la longueur que la largeur. Sur le champ de température, la même zone présente une température homogène de l'ordre de  $700^{\circ}\text{C}$ . Dans le cas où  $T_{max} = 1100^{\circ}\text{C}$ , la zone centrale ne présente pas d'état de contrainte significativement élevé par rapport au reste de la surface du revêtement.

L'analyse de l'évolution de tout le champ de contrainte principale maximale à plusieurs étapes du chargement thermique a permis de mettre en évidence que ce qui a été observé au niveau de l'élément central le plus chaud à la surface du revêtement pouvait être étendu à une partie de la zone centrale chauffée à la surface du revêtement. Le niveau de température maximal a un impact sur l'état de contrainte en traction au moment du refroidissement. En effet, lorsque la température maximale à la surface du revêtement est plus élevée, la relaxation des contraintes par fluage est plus importante. Le niveau de contrainte relaxée à la fin du palier thermique conditionne le niveau de contrainte en traction atteint lors du refroidissement. Ainsi, plus la température est élevée sur une zone étendue à la surface du revêtement, plus la relaxation des contraintes et le niveau de contrainte en traction au refroidissement sont importants sur une zone étendue.

#### **5.1.4 Évolution de l'état de contraintes dans le système sous chargement thermomécanique**

La partie précédente a mis en évidence l'impact du chargement thermique sur l'état de contraintes du système pour deux niveaux de température. Dans cette partie, on s'intéressera à l'effet de l'ajout d'un chargement mécanique sur cet état de contraintes. Pour ce faire, le niveau du chargement mécanique est fixé à 15 kg de sorte à maximiser son effet sur les niveaux de contraintes tout en restant en dessous du seuil d'endommagement du CMC. La température maximale retenue est  $T_{max} = 1250^{\circ}\text{C}$ . Le refroidissement se fait instantanément. L'épaisseur de revêtement est fixée à 1,4 mm, comme dans le cas du chargement thermique seul. En présence d'un chargement couplé faisceau laser gaussien et flexion 4 points, on analysera dans cette partie l'impact du chargement mécanique sur la contrainte dans les directions du plan  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  afin de distinguer l'apport de chaque chargement.

La figure 5.9 montre une comparaison des évolutions des contraintes dans le plan en fonction du temps pour un cycle de chargement sous gradient thermique, pour la courbe rouge, et sous couplage gradient thermique/chargement mécanique, pour la courbe verte. Le niveau de contrainte initial est lié aux contraintes résiduelles (identiques dans les deux cas).



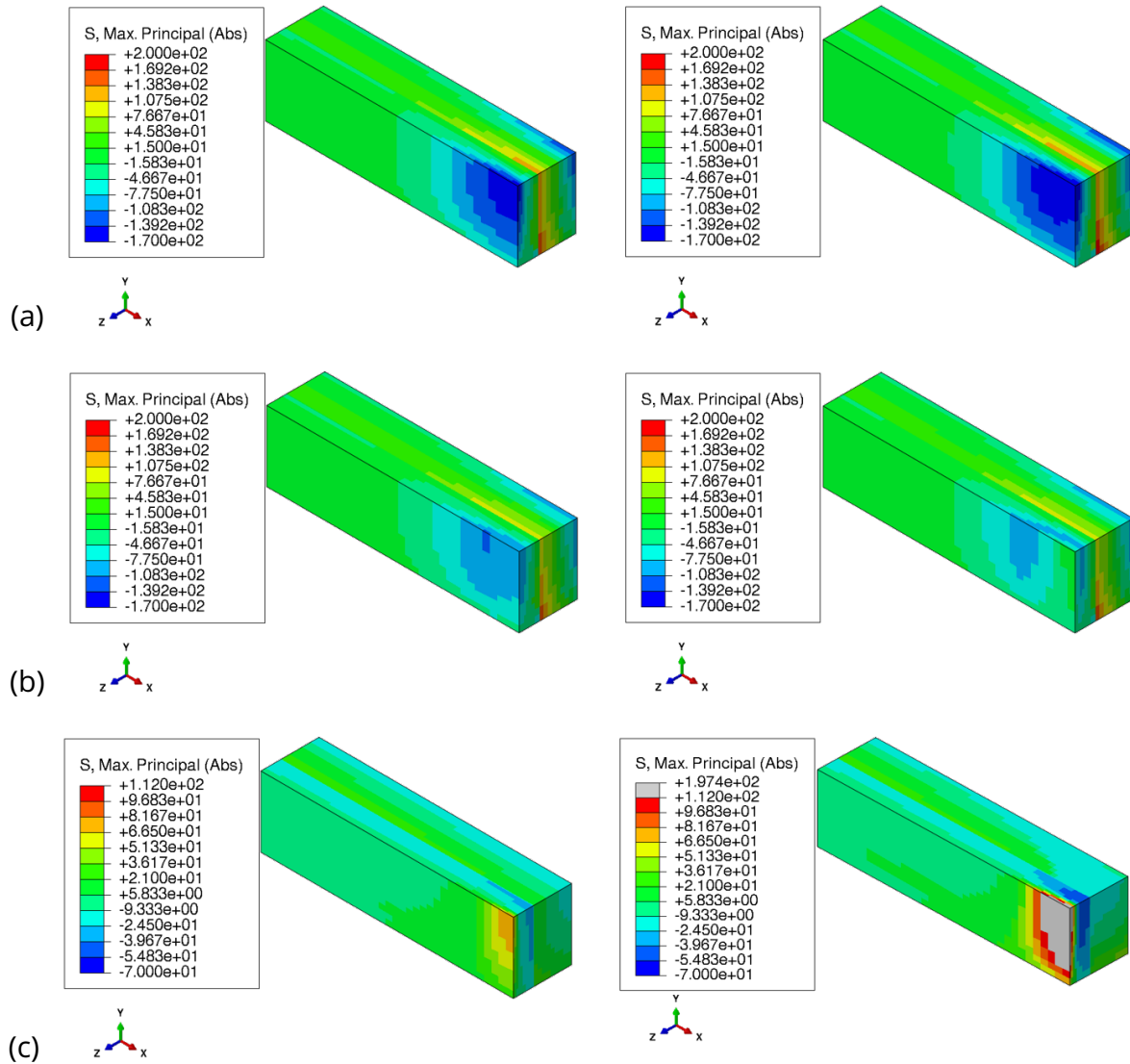


Figure 5.8 – Champ de contrainte principale maximale (en MPa) pour une température maximale de 1100°C à gauche et 1250°C à droite : (a) début palier thermique, (b) fin palier thermique, (c) refroidissement à l’instant où la contrainte principale maximale est la plus élevée.

L'évolution de la contrainte longitudinale,  $\sigma_{11}$ , est présentée sur la figure 5.9(a). On constate un écart sur le niveau de contrainte au début du palier thermique. En effet, le niveau de contrainte mécanique imposé par la flexion 4 points induit un niveau de contrainte en traction dans le revêtement avant le chargement thermique (environ 38 MPa). De ce fait, à l'issue de la chauffe, la contrainte de compression est réduite, de l'ordre de  $-110$  MPa contre  $-150$  MPa sous chargement thermique seul. L'activation du fluage permet de relaxer en grande partie la contrainte de compression dans les deux cas. De plus, cela permet de réduire l'écart entre les deux niveaux de contraintes à la fin du palier thermique (5 MPa à la fin du palier thermique contre 40 MPa au début du palier thermique). Au refroidissement, l'écart entre le niveau de contrainte de traction des deux cas de chargement est similaire à celui sur le niveau de contrainte de compression de la fin du palier thermique. De plus, le niveau atteint au refroidissement est légèrement plus important pour l'éprouvette chargée mécaniquement (160 MPa contre 150 MPa pour l'éprouvette sans chargement mécanique). Ce résultat indique qu'au point de Gauss analysé, les deux cas sont quasiment similaires. Ainsi, le niveau de chargement mécanique ne semble pas impacter le niveau de la contrainte  $\sigma_{11}$  au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement, pour un palier ther-

mique de 3 h.

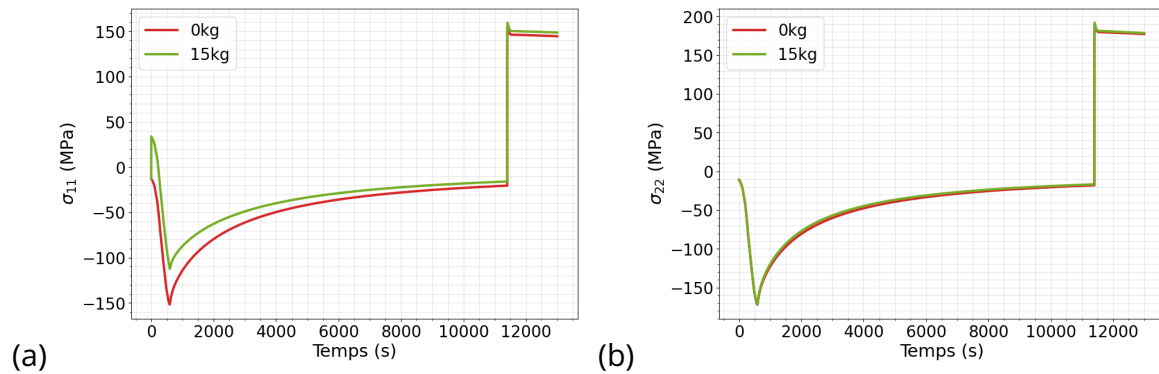


Figure 5.9 – Comparaison de l'évolution au cours du chargement thermomécanique de : (a)  $\sigma_{11}$  et (b)  $\sigma_{22}$ , au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement en fonction du chargement mécanique imposé.

Notons tout de même que cela n'aurait pas été le cas si le refroidissement était intervenu au bout de 3600 s ou moins par exemple. A cette durée, l'écart de contraintes est plus important entre les deux analyses et pourrait mener à un résultat différent : un cas sous chargement thermomécanique qui dépasserait le seuil d'endommagement au refroidissement et mènerait donc à une fissuration du revêtement et un cas sous chargement thermique seul qui resterait en-dessous du seuil d'endommagement au refroidissement (sans fissuration).

La contrainte transverse suivant la largeur,  $\sigma_{22}$  (figure 5.9(b)) est quant à elle pilotée uniquement par le chargement thermique. L'évolution de la contrainte est similaire dans les deux cas. En effet, le niveau de contrainte mécanique n'étant pas pris en compte, ce dernier n'impacte pas le niveau de contrainte en compression au début du palier thermique. De plus, le niveau de contrainte au refroidissement est plus important pour  $\sigma_{22}$  (190 MPa) en comparaison avec  $\sigma_{11}$  (150 MPa sans chargement mécanique et 160 MPa avec 15 kg).

En somme, l'ajout d'un chargement mécanique n'impacte que très légèrement la contrainte longitudinale  $\sigma_{11}$ . Il convient tout de même d'analyser l'ensemble du champ de contrainte et non pas uniquement l'élément central le plus chaud. Ainsi, la figure 5.10 présente le champ  $\sigma_{11}$  pour trois moments-clés du cycle de chargement. Au début du palier thermique (figure 5.10(a)), on constate que toute la zone centrale de chauffe à la surface du revêtement est dans un état de compression moins important pour le cas du chargement couplé en comparaison avec un chargement thermique seul. Cela s'explique par ce qui a été observé pour l'élément central : l'ajout d'un chargement mécanique à froid met le revêtement dans un état de traction au centre. L'introduction de gradients thermiques lors de la montée en température met le système en compression. Comme le niveau de contrainte de départ est plus élevé pour le chargement couplé, le niveau de contrainte en compression atteint est moins important. Cela est donc généralisé à la zone de chauffe.

A la fin du palier thermique (figure 5.10(b)), le niveau de contrainte a été relaxé sur une plus grande zone pour le chargement couplé en comparaison du chargement thermique seul. L'analyse de l'élément central avait mis en avant un niveau de contrainte presque similaire pour les deux chargement (avec un écart d'environ 5 MPa) à cette étape. Cela ne peut être généralisé à toute la surface du revêtement. En particulier, la zone située entre 1 et 3 mm du centre de l'éprouvette est dans un état de compression situé entre -90 et -100 MPa pour l'éprouvette chargée thermiquement contre une contrainte variant entre -30 et -40 MPa

pour l'éprouvette avec chargement couplé.

Les champs de contrainte  $\sigma_{11}$  sont présentés sur la figure 5.10(c) pour les deux cas, au refroidissement; à l'instant où la contrainte est la plus élevée. D'une part, on constate une zone centrale dépassant le seuil d'endommagement du revêtement dans les deux cas. Cette zone est plus étendue sous chargement couplé par rapport à un chargement thermique seul. Cela s'explique par l'étendue de la zone où la contrainte a été relaxée à la fin du palier thermique (figure 5.10(b)), plus importante dans le cas couplé. D'autre part, on observe qu'en dehors de la zone centrale, et en particulier proche d'un bord, l'éprouvette subissant un chargement couplé présente un niveau de contrainte de traction allant jusqu'à 70 MPa tandis que l'éprouvette sans couplage est dans un état de très faible traction (environ 6 MPa) voire compression (jusqu'à -6 MPa). Cela suggère alors :

- une fissuration du revêtement au niveau de la zone centrale dépassant le seuil d'endommagement, dans les deux cas,
- cette fissuration peut être plus étendue dans le cas du chargement couplé,
- une fois le centre de l'éprouvette déchargé par fissuration, il pourrait y avoir une reprise de charge en dehors de la zone centrale de l'éprouvette sous chargement couplé. Cela pourrait mener à une fissuration s'amorçant au bord de l'échantillon,
- l'éprouvette sous chargement thermique seul ne risque pas de présenter une seconde fissuration en dehors de la zone centrale.

On note tout de même que le CMC, au niveau de l'interface et de la face arrière, est plus contraint dans le second cas et cela aux trois étapes présentées. La face arrière est dans un état de compression tout au long du cycle ce qui ne présente pas de risque de fissuration. L'interface (côté CMC) est quant à elle dans un état de traction important (jusqu'à 250 MPa) qui pourrait induire un endommagement. Cela n'a cependant pas été observé expérimentalement. De plus, dans l'épaisseur de l'EBC, au niveau de la zone centrale, on constate dans le cas sous chargement thermique seul un état de compression (entre -30 et -45 MPa) supérieur au cas avec chargement mécanique. Sous chargement couplé, l'EBC est, proche de l'interface, dans un état de compression moins important (allant de -3 MPa à -13 MPa). Cela suggère alors que le chargement mécanique augmente les contraintes au niveau de l'interface.

Le champ de contrainte  $\sigma_{22}$  (figure 5.11) aux trois étapes considérées précédemment est sensiblement le même dans les deux cas tout comme l'évolution de  $\sigma_{22}$  au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement (figure 5.9). Au refroidissement, toute la zone centrale est dans un état de traction important entre 100 MPa et 200 MPa. Soulignons que la zone dépassant 112 MPa est légèrement plus étendue sous chargements couplés que sous chargement thermique seul.

On peut observer par l'étude de ces différents champs de contraintes que le CMC est fortement sollicité proche de l'interface CMC/Si. Aussi, avec l'apparition de l'endommagement dans le revêtement, on peut s'attendre à une augmentation du niveau de contrainte dans le CMC (du fait d'une reprise du chargement par le CMC, puisque le revêtement aura perdu, en partie, sa rigidité). De plus, pour des masses imposées élevées (ici 15 kg), il serait intéressant de mener une étude investiguant le report de charge dans le CMC et son endommagement

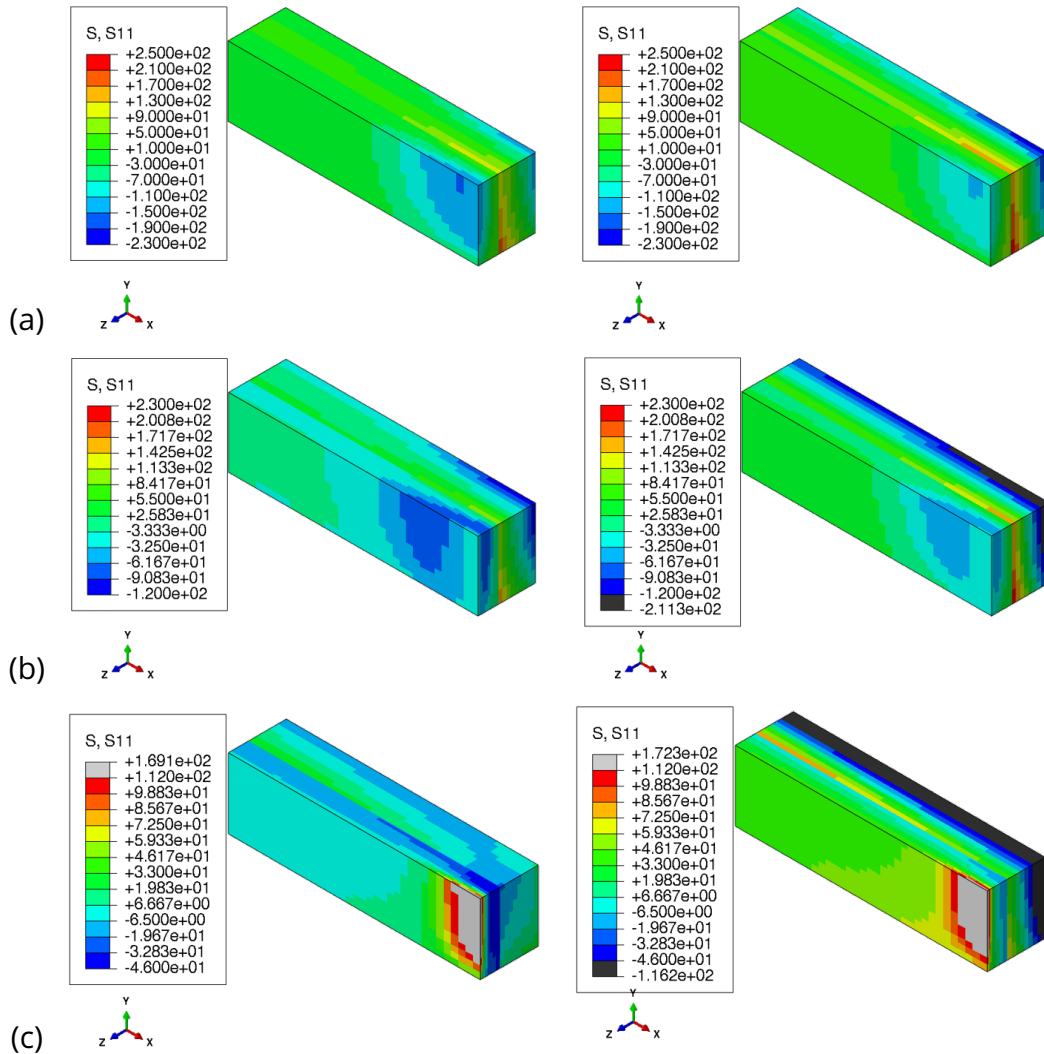


Figure 5.10 – Champ de contrainte  $\sigma_{11}$  (longitudinale en MPa), sans chargement mécanique à gauche et avec chargement mécanique à droite : (a) début palier thermique, (b) fin palier thermique, (c) refroidissement à l'instant où la contrainte est la plus élevée. (Épaisseur de revêtement = 1400  $\mu\text{m}$ )

(via le modèle ODM (Onera Damage Model) par exemple [179, 180]) après endommagement du DSY.

Finalement, l'ajout d'un chargement mécanique a induit un impact sur l'état de contrainte du système au cours du cycle de chargement. Cela est difficilement visible au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement. L'analyse des différents champs de contrainte a alors permis de souligner l'apport du chargement mécanique sur l'état de contrainte longitudinale  $\sigma_{11}$  en zone centrale, zone impactée par le fluage, et en dehors de cette zone. Cela suggère la possibilité d'amorcer un endommagement différent sous chargement thermo-mécanique et sous chargement thermique seul. La contrainte  $\sigma_{22}$  est quant à elle pilotée uniquement par le chargement thermique. L'impact de l'ajout d'un chargement mécanique n'est donc pas observable sur cette grandeur.

Cette analyse numérique des champs de contrainte sous chargement thermique seul puis sous chargement couplé a permis de souligner l'impact d'un chargement mécanique en plus d'un chargement thermique. Les états de contraintes calculés par EF sont cohérents avec les endommagements observés expérimentalement. L'endommagement est situé dans le

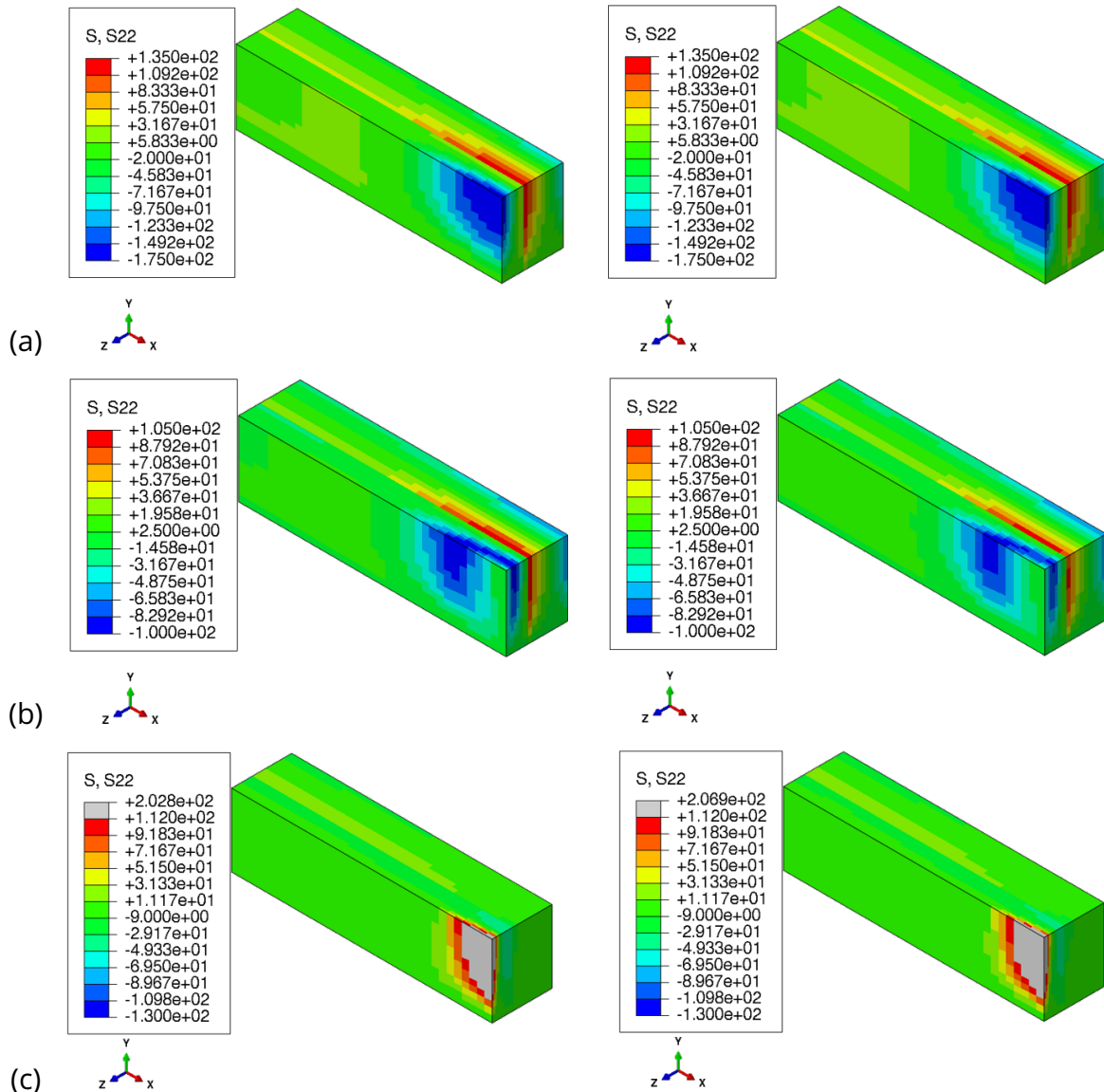


Figure 5.11 – Champ de contrainte transverse  $\sigma_{22}$  (en MPa) sans chargement mécanique à gauche et avec chargement mécanique à droite : (a) début palier thermique, (b) fin palier thermique, (c) refroidissement à l’instant où la contrainte est la plus élevée. (Épaisseur de revêtement = 1400  $\mu\text{m}$ )

revêtement et est localisé au centre de l’éprouvette, au niveau de la zone sollicitée par la chauffe laser. Cela est cohérent avec les observations expérimentales. De plus, l’ajout d’un chargement mécanique (ici 15 kg) mène à un réseau de fissures plus étendu et présentant une forme orientée par le chargement mécanique. En effet, le cas du chargement couplé étudié ici a mené expérimentalement au réseau de fissures présenté sur la figure 3.5(b).

### 5.1.5 Sensibilité de l’état de contraintes dans le revêtement aux variations des paramètres de la loi de fluage

A l’instar de ce qui a été fait dans le chapitre précédent pour estimer la sensibilité des contraintes aux paramètres de la loi de fluage, les mêmes calculs ont été menés dans cette partie, sur le modèle EF quart d’éprouvette. Ainsi, ces calculs prennent en compte une perturbation de  $\pm 10\%$  de chacun des paramètres A, n et m et sont comparés à un cas de référence. Dans ce calcul, le revêtement pris en compte présente une épaisseur de 1 mm. Le chargement méca-

nique a été fixé à 9 kg et le chargement thermique consistait en une montée en température en 10 min jusqu'à 1250°C au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement, suivi d'un palier de température de 3 h et d'un refroidissement instantané.

La figure 5.12 présente l'évolution de la contrainte principale maximale  $\sigma_1$  au cours du cycle thermomécanique, calculée au niveau de l'élément le plus chaud du centre de la surface du revêtement. Ainsi, en distinguant le cycle en trois phases :

- au cours de la montée en température, aucun effet n'est observé sur la contrainte et cela pour les trois paramètres,
- au cours du palier de température, la relaxation des contraintes est impactée par la variation sur l'exposant en contrainte n. L'effet est négligeable sur les autres paramètres. De plus, à la fin du palier de température, on observe un écart de l'ordre de 11 MPa au maximum entre le cas +10% sur le paramètre n et le calcul de référence. Dans les autres cas, l'écart est de l'ordre de  $\pm 2$  MPa ce qui est négligeable.
- lors du refroidissement, cet écart est conservé puisqu'il ne s'agit que de la réponse thermoélastique du système (le fluage n'ayant pas le temps de se réactiver). L'effet est donc négligeable, même dans le cas le moins favorable où l'écart est de l'ordre de 10 MPa.

Ces valeurs soulignent que la sensibilité de la contrainte aux paramètres de la loi de fluage reste faible.

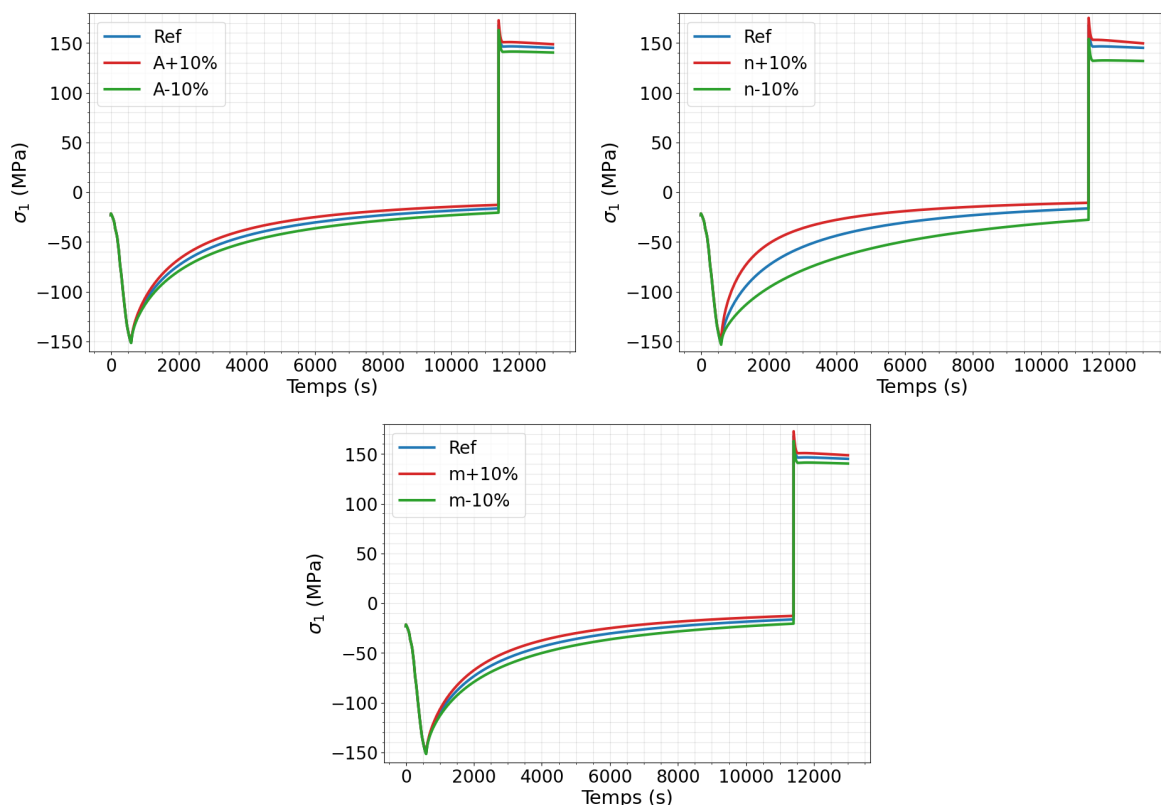


Figure 5.12 – Évolution de la contrainte principale maximale  $\sigma_1$  en fonction des paramètres de la loi de fluage.

La figure 5.13 présente l'évolution de la déformation de fluage principale maximale au cours du cycle complet, pour les variations sur les trois paramètres de la loi de fluage. On observe alors que la variation sur les paramètres A et m n'a que très peu d'influence sur l'évolution de la déformation de fluage au cours du palier de température. A contrario, la variation sur l'exposant en contrainte présente tout de même un effet sur la déformation de fluage. Plus le paramètre est élevé, plus la vitesse de déformation est élevée. Cependant à la fin du palier de température, l'écart est tout de même moins important. L'écart maximal est de l'ordre de 0.0003. Cela va donc dans le sens de ce qui a été observé précédemment et permet de souligner le fait que la variation sur les paramètres de la loi de fluage reste négligeable.

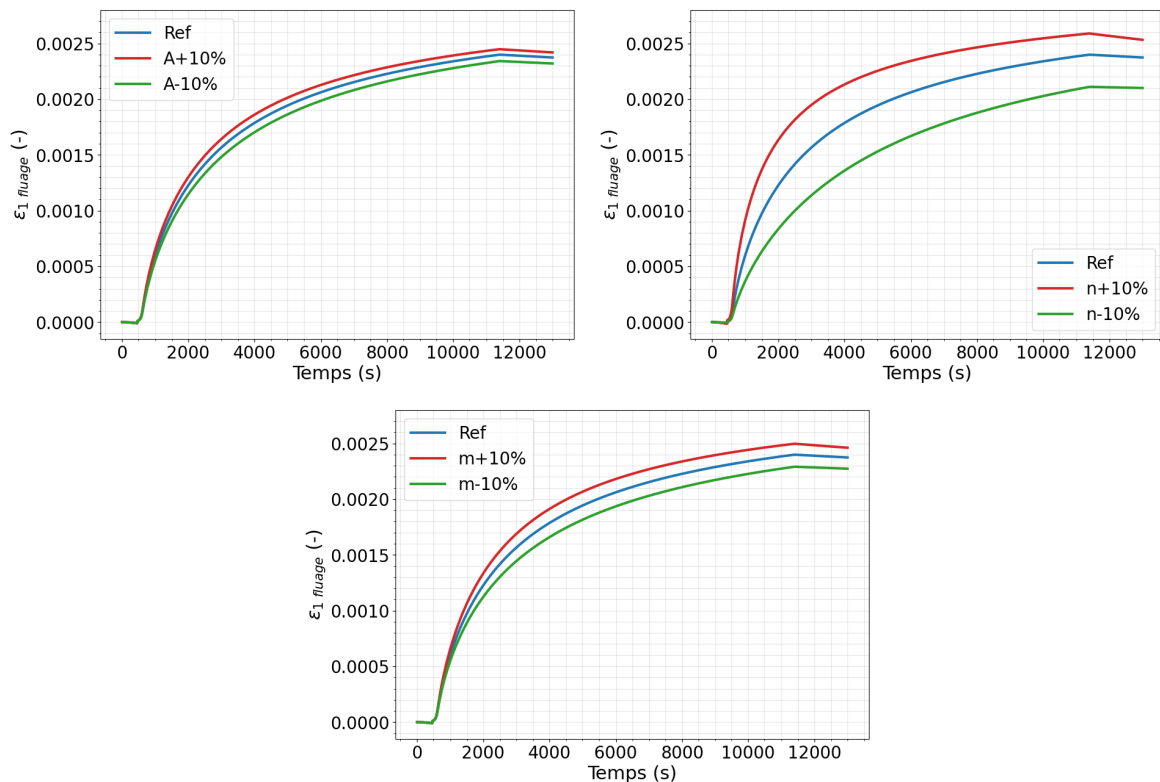


Figure 5.13 – Évolution de la déformation de fluage principale maximale en fonction des paramètres de la loi de fluage.

## 5.2 Discussion sur l'effet des paramètres d'essais du chargement thermo-mécanique et de l'épaisseur du revêtement sur le comportement du système

L'impact du chargement thermique seul puis d'un couplage thermique-mécanique sur l'état de contraintes dans le système ayant été explicité dans la partie précédente, on s'intéressera ici à l'effet de plusieurs paramètres de chargement (niveau de chargement mécanique, niveau de température maximale à la surface du revêtement et vitesse de refroidissement) ainsi qu'à l'effet de l'épaisseur du revêtement sur le comportement du système. Ainsi, une analyse numérique est menée en regard des résultats expérimentaux présentés dans la partie 3.1. On se focalisera sur les contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  afin de différencier les effets de la charge mécanique de ceux de la charge thermique.

### 5.2.1 Impact du chargement mécanique



L'impact du niveau de chargement mécanique sur la fissuration du revêtement a été investigué expérimentalement pour trois masses : 0 kg, 9 kg, 11 kg pour un revêtement de 1 mm d'épaisseur. La température maximale à la surface du revêtement a été fixée à 1250°C dans le but de maximiser le fluage du revêtement (comme cela a été montré sur la figure 5.7). Un refroidissement instantané a été considéré.

L'évolution des contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement est présentée sur la figure 5.14 pour les trois cas de chargement. La contrainte longitudinale (figure 5.14(a)) est pilotée par le chargement mécanique tandis que la contrainte transverse suivant la largeur (figure 5.14(b)) est pilotée par le chargement thermique. Au niveau de la contrainte longitudinale, la distinction entre les trois cas de chargements se fait lors du chargement mécanique de 9 et 11 kg qui induit un niveau de contrainte de traction (de l'ordre de 8 MPa pour 9 kg et 15 MPa pour 11 kg) tandis que l'éprouvette non chargée mécaniquement présente un état de contrainte en compression qui n'est dû qu'aux contraintes résiduelles (environ -23 MPa). Ainsi, cet écart induit un écart de contrainte en compression à la fin de la montée en température. En effet, l'éprouvette la moins chargée mécaniquement (0 kg) se retrouve la plus contrainte (-149 MPa contre environ -120 MPa pour 9 et 11 kg). Cependant, une fois les contraintes de compression relaxées par fluage, le niveau atteint à la fin du palier thermique est le même dans les trois cas (environ -20 MPa). Au moment du refroidissement, le pic de contrainte atteint est identique, de l'ordre de 152 MPa dépassant le seuil d'endommagement du revêtement (112 MPa). Ainsi ce niveau de contrainte atteint au refroidissement justifie la formation du réseau de fissures observé dans les 3 cas et présenté dans la partie expérimentale de ce chapitre. Cependant, cette analyse ne permet pas d'expliquer l'impact du chargement mécanique sur la forme du réseau de fissures.

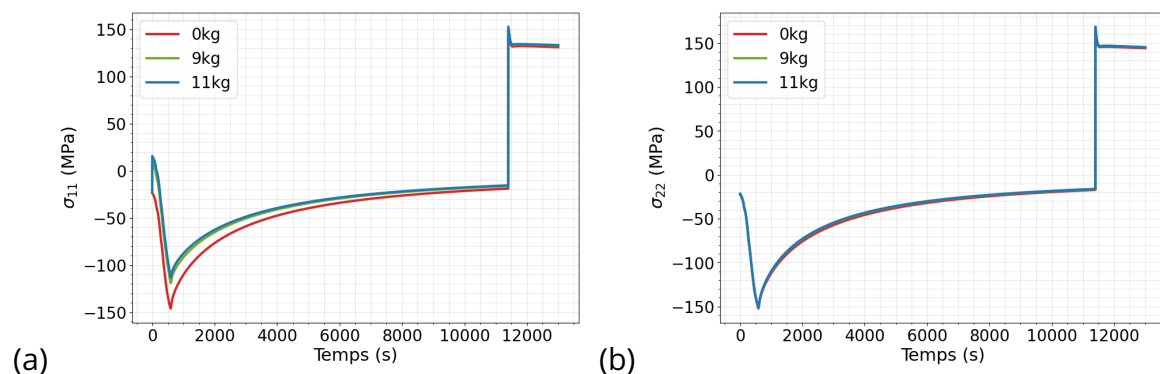


Figure 5.14 – Comparaison de l'évolution au cours du chargement thermomécanique de : (a) la contrainte longitudinale  $\sigma_{11}$ , (b) la contrainte transverse  $\sigma_{22}$ , au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement, pour trois masses différentes imposées (0 kg, 9 kg et 11 kg).

Il convient alors d'analyser la répartition de l'ensemble du champ de contrainte à la surface du revêtement. La figure 5.15 présente le champ de contrainte longitudinale à l'instant donnant le niveau maximal de contrainte lors du refroidissement, pour le cas avec chargement mécanique nul et le cas avec chargement mécanique de 11 kg. Un seuil de 112 MPa relatif à l'endommagement du revêtement a été fixé afin de mettre en évidence la zone dépassant ce seuil (en gris). Il apparaît alors dans les deux cas que la zone centrale sollicitée directement par le chargement thermique dépasse ce seuil. De plus, le cas le plus chargé présente la zone la plus étendue dépassant ce seuil d'endommagement. En dehors de la zone centrale sollicitée par le chargement thermique, il apparaît que le revêtement est plus sollicité avec 11 kg

qu'avec 0 kg. Le chargement mécanique a donc une influence à la fois sur la zone centrale contrainte aux plus hautes températures mais également sur la zone située en dehors de la zone centrale qui se retrouve plus chargée.

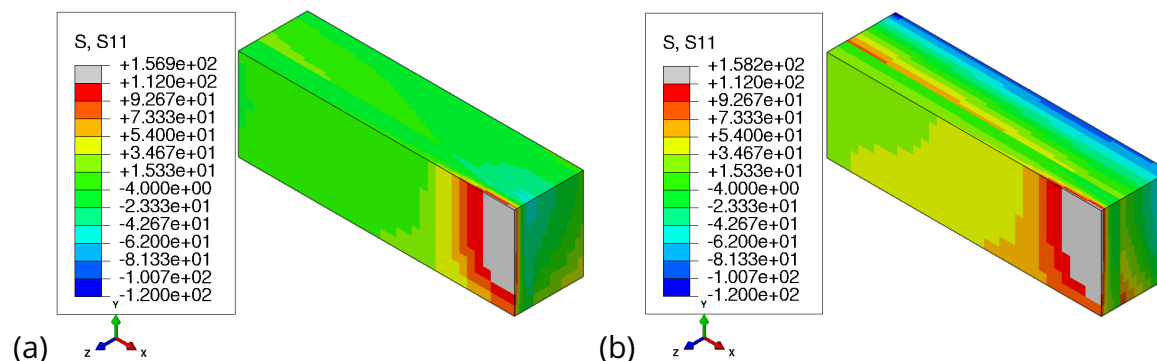


Figure 5.15 – Champ de contrainte longitudinale  $\sigma_{11}$  (en MPa) au cours du refroidissement, pour : (a) 0 kg et (b) 11 kg.

### 5.2.2 Impact du chargement thermique

Afin d'estimer l'impact du niveau de température sur l'endommagement du revêtement sous couplage thermomécanique, une étude d'influence a été menée sur le niveau de la température maximale à la surface du revêtement. Ainsi, le chargement mécanique a été fixé à 9 kg, l'épaisseur du revêtement à 1 mm et le refroidissement considéré était instantané. Deux températures maximales ont été testées expérimentalement :  $T_{max} = 1100^{\circ}C$  et  $T_{max} = 1250^{\circ}C$ . Pour rappel, l'observation des échantillons post-mortem (au MEB) a permis de mettre en évidence un réseau de fissure incomplet dans le cas d'une température maximale de  $T_{max} = 1100^{\circ}C$  et un réseau de faïençage complètement formé dans le second cas (figure 5.16).

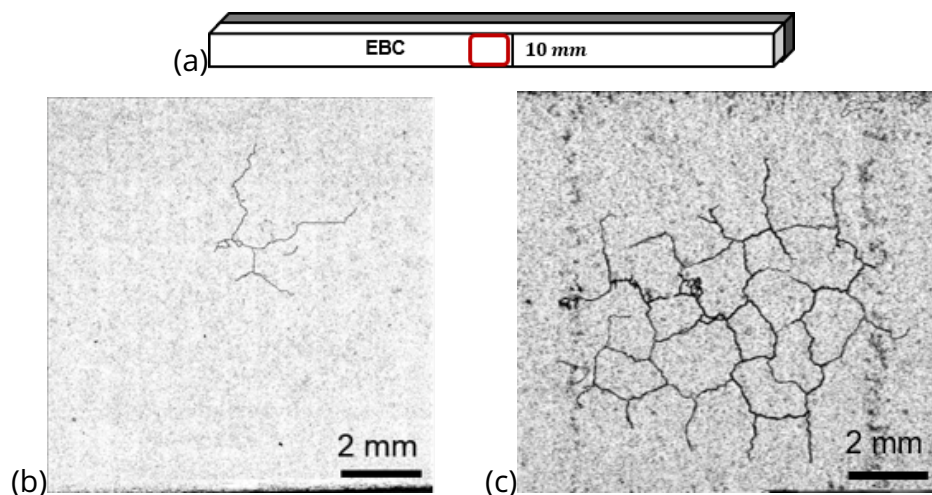


Figure 5.16 – (a) Zone centrale observée par MEB à la surface de l'EBC, suite au premier cycle de chargement thermomécanique, pour une température maximale de : (b)  $1100^{\circ}C$  et (c)  $1250^{\circ}C$  et une durée de palier identique.

Afin d'expliquer ces observations expérimentales, la figure 5.17 présente l'évolution des contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  au niveau de l'élément le plus chaud à la surface du revêtement, pour les deux températures maximales considérées. On observe que le niveau de température impacte

la vitesse de relaxation des contraintes par fluage au cours du palier thermique. Même si le niveau de contrainte en compression au début du palier thermique est relativement proche pour les deux températures (par exemple pour  $\sigma_{22}$  :  $-138$  MPa pour  $T_{max} = 1100^\circ\text{C}$  et  $-152$  MPa pour  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$ ), à la fin du palier thermique, l'écart est plus important (par exemple pour  $\sigma_{22}$  :  $-81$  MPa pour  $T_{max} = 1100^\circ\text{C}$  et  $-16$  MPa pour  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$ ). Au refroidissement, l'écart sur le pic de contrainte en traction est plus important avec un niveau de  $65$  MPa pour  $T_{max} = 1100^\circ\text{C}$  et  $168$  MPa pour  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$ .

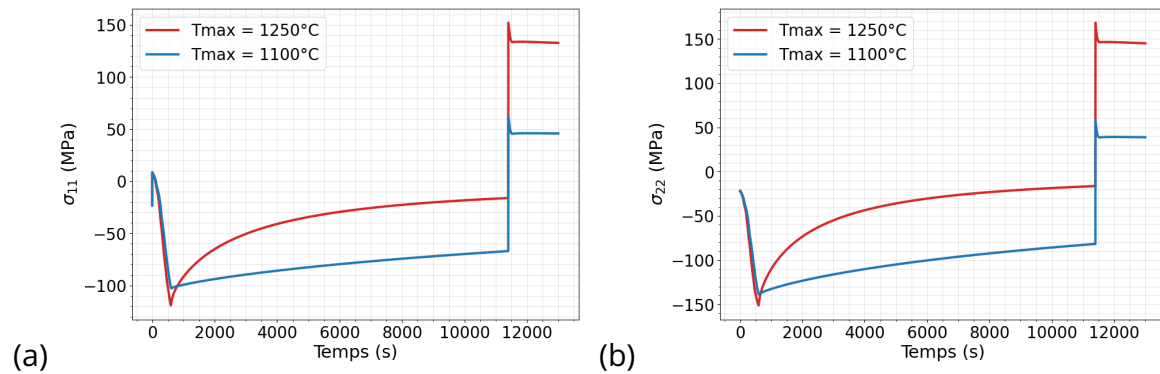


Figure 5.17 – Comparaison de l'évolution au cours du chargement thermomécanique de : (a) la contrainte longitudinale  $\sigma_{11}$ , (b) la contrainte transverse  $\sigma_{22}$  (en MPa), au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement pour 2 niveaux de températures maximales.

La figure 5.18 permet de confirmer la tendance observée précédemment. Au cours du refroidissement, la température maximale la plus élevée mène à un dépassement du seuil d'endommagement du revêtement, sur toute la zone centrale située sous le faisceau laser. Cela permet d'expliquer la formation d'un réseau de fissures complet dans le cas de  $T_{max} = 1250^\circ\text{C}$ . La température maximale la plus basse ne mène pas à un dépassement de seuil. Or, un réseau de fissures incomplet a été observé à la surface du revêtement.

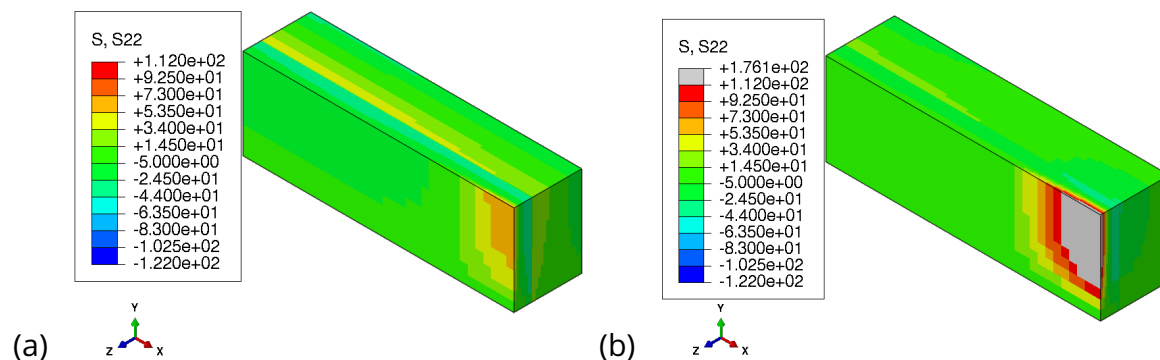


Figure 5.18 – Champ de contrainte transverse  $\sigma_{22}$  (en MPa) au refroidissement, pour une température maximale de : (a)  $1100^\circ\text{C}$  et (b)  $1250^\circ\text{C}$ .

Plusieurs hypothèses peuvent expliquer la fissuration du revêtement alors que le seuil d'endommagement en contrainte n'a pas été atteint. D'abord, le gradient thermique simulé dans l'épaisseur peut avoir un impact. La variabilité des propriétés mécaniques et en particulier la rigidité des constituants entrent en jeu. Les modules des disilicates de terres rares peuvent varier entre  $80$  GPa et  $180$  GPa [192, 64]. Ensuite, la loi de fluage identifiée et utilisée dans ce modèle ne serait peut-être pas suffisamment pertinente pour rendre compte de l'état de

contrainte dans le revêtement. Enfin, une variabilité du seuil d'endommagement pourrait également expliquer cette incohérence entre la prévision du modèle et l'observation expérimentale. Pour consolider le recalage entre le modèle et les résultats d'essais, des essais supplémentaires seraient nécessaires.

### 5.2.3 Impact de la durée de refroidissement

L'impact de la durée de refroidissement (passage d'une puissance induisant la température maximale au centre du revêtement à une puissance nulle) sur l'endommagement du revêtement a également été investigué. En effet, expérimentalement, l'instrumentation des essais par émission acoustique a permis de montrer que l'endommagement se produisait systématiquement durant le refroidissement (aucun endommagement détecté au cours du chargement mécanique ni au cours du palier thermique aux plus hautes températures, pour toutes les éprouvettes testées dans cette configuration). Numériquement, l'analyse de l'évolution de l'état de contraintes dans le revêtement pour différents cas de chargements a permis de mettre en évidence le rôle de la relaxation des contraintes par activation du fluage ainsi que l'inversion du gradient thermique sur l'état de contraintes de l'EBC au refroidissement, menant à une fissuration. Ainsi, pour comprendre l'effet de ce paramètre, les essais ont été menés sous un chargement mécanique de 9 kg, à une température maximale de 1250°C et sur un système composé d'un revêtement de 1 mm comme les deux cas précédemment abordés. Les durées de refroidissement appliquées sont les suivantes : instantanée, 15 min et 2 h. Expérimentalement (résultats présentés dans l'article de la partie 3.1), l'émission acoustique a permis de détecter des événements avec une arrivée décalée dans le temps lorsque la durée de refroidissement était longue. De plus, l'observation post-mortem des échantillons (au MEB) a montré qu'à la surface du revêtement, le réseau formé était sensiblement le même. Cependant, la profondeur du réseau était modifiée par la durée de refroidissement : plus le refroidissement était rapide, plus le réseau de fissures était profond.

La figure 5.19(a) présente l'évolution de la température maximale au cours du cycle thermique pour les trois durées de refroidissement. Dans l'analyse qui suit, on s'intéressera uniquement à la partie refroidissement du cycle thermique. En analysant l'évolution de la contrainte principale maximale  $\sigma_1$  pour chaque durée (figure 5.19(b)), on constate que le niveau de traction atteint au refroidissement est proche dans les trois cas mais pas strictement le même. En effet, dans le cas d'un refroidissement instantané, la contrainte atteint 168 MPa. Elle est de l'ordre de 150 MPa et 140 MPa pour respectivement 15 min et 2 h de refroidissement. Cet écart s'explique par une évolution du gradient thermique qui est différente dans les trois cas.

De plus, pour les trois cas, la figure 5.20 souligne qu'il n'y a pas d'augmentation de la déformation de fluage au cours du refroidissement. Cela s'explique, en partie, par un niveau de contrainte quasiment nul à la fin du palier thermique. Ainsi, cela confirme que le niveau de contrainte atteint au refroidissement est piloté par l'évolution du gradient thermique.

La figure 5.21 présente le champ de contrainte principale maximale à l'instant du refroidissement où la contrainte est la plus élevée. On observe que la zone surfacique ayant dépassé le seuil d'endommagement du revêtement n'est pas la même dans les trois cas. Expérimentalement, un réseau similaire a été observé pour les 2 durées de refroidissement. De plus, en s'intéressant aux éléments dépassant le seuil mais cette fois-ci dans l'épaisseur du système, on observe une tendance qui concorde avec les résultats expérimentaux (un réseau de fissures profond lorsque la durée du refroidissement est rapide). Cependant, cette tendance

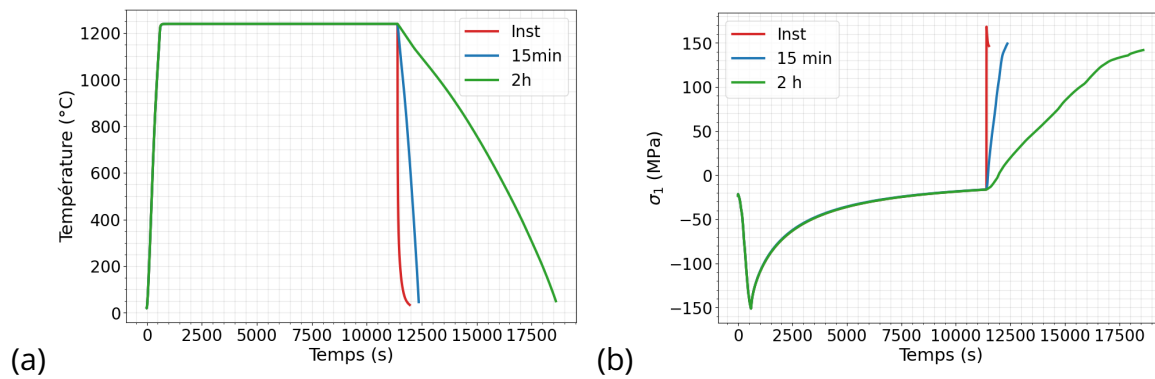


Figure 5.19 – Évolution : (a) de la température et (b) de la contrainte  $\sigma_1$  au point le plus chaud de la surface du revêtement, au cours du cycle thermique, pour plusieurs durées de refroidissement.

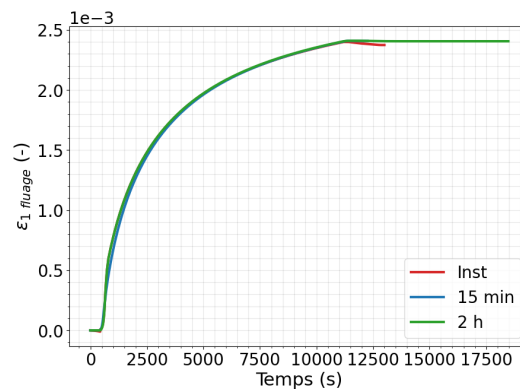


Figure 5.20 – Évolution de la déformation de fluage principale maximale au point le plus chaud de la surface du revêtement, au cours du cycle thermique, pour plusieurs durées de refroidissement.

n'est pas suffisamment marquée entre les différents cas, contrairement à la profondeur des réseaux observée expérimentalement.

Les observations précédentes s'appuient sur un modèle qui ne prend pas en compte l'endommagement du revêtement. Or l'analyse des événements acoustiques témoignant des instants d'arrivée de l'endommagement (présentée dans la partie 2.3.3) souligne que l'endommagement s'est amorcé à partir de 700 s dans le cas du refroidissement de 15 min et à partir de 40 min dans le cas du refroidissement de 2 h. Finalement, cela correspond à un niveau de contrainte de l'ordre de 130 MPa dans le cas d'un refroidissement de 15 min et de l'ordre de 65 MPa pour un refroidissement de 2 h. Dans le premier cas, le niveau atteint dépasse le seuil de contrainte et permet d'expliquer la fissuration observée. Pour le second cas, le niveau atteint est en-dessous du seuil de contrainte menant à de l'endommagement. Comme une fissuration du revêtement a quand même été mise en évidence pour un refroidissement de 2 h, deux hypothèses permettent d'expliquer ce faible niveau de contrainte : soit l'éprouvette présente des singularités ou des défauts d'élaboration qui auraient abaissé le module de Young du revêtement par exemple, soit l'émission acoustique n'a pas été performante dans ce cas à cause de problématiques de couplage (cela a été rencontré sur plusieurs essais pour lesquels de l'endommagement a été observé au MEB mais non détecté par EA). Enfin, concernant le refroidissement instantané, il est difficile de distinguer l'instant exact d'arrivée, la montée en contrainte étant très rapide. Soulignons également la présence d'incertitudes. La première incertitude provenant de la loi de fluage utilisée dans ce modèle

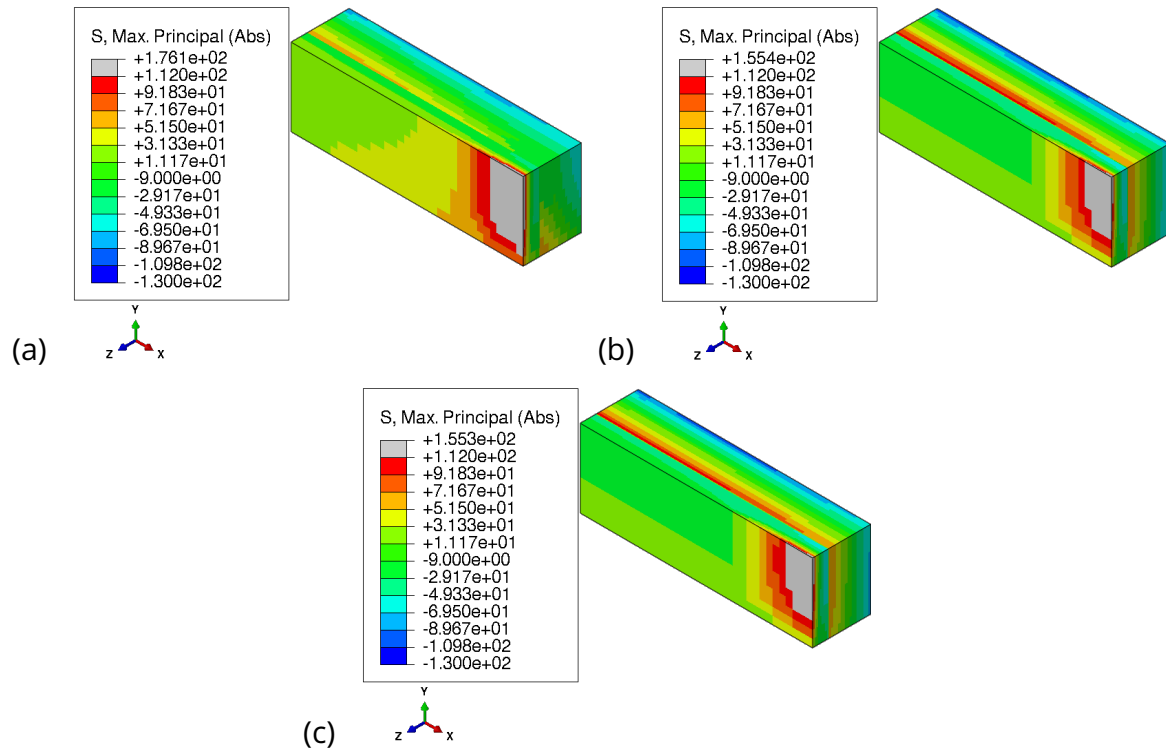


Figure 5.21 – Champ de contrainte principale maximale (en MPa) à l’instant du refroidissement où la contrainte est la plus élevée, pour un refroidissement : (a) instantané, (b) de 15 min et (c) de 2 h.

et qui a été identifiée dans une configuration où le revêtement était en traction. Or, dans cette étude, le revêtement est en compression. La seconde incertitude provient des pertes thermiques considérées. En effet, elles ont été estimées dans le cadre des travaux de T. Archer [51]. Dans ces travaux, le montage utilisé est différent et les conditions de rayonnement peuvent donc différer.

#### 5.2.4 Impact de l’épaisseur du revêtement

Après avoir déterminé l’impact de chacun des paramètres du chargement thermomécanique sur l’état de contraintes et de ce fait sur l’endommagement du revêtement, nous nous sommes intéressés à l’impact de l’épaisseur de revêtement dans le système en menant des essais couplés sur une éprouvette revêtue de 300  $\mu\text{m}$  et de 1000  $\mu\text{m}$  de revêtement. Pour cela, trois chargements mécaniques ont été pris en compte : 6 kg, 9 kg (dont les résultats expérimentaux ont été présentés dans la partie 3.1) et 11 kg. La température maximale à la surface du revêtement a été fixée à 1250°C afin de maximiser le fluage des constituants. Enfin, un refroidissement instantané a été considéré.

L’évolution de la contrainte longitudinale au niveau de l’élément le plus chaud de la surface du revêtement est présentée sur la figure 5.22 pour un chargement mécanique de 9 kg et pour deux épaisseurs de revêtement : 300  $\mu\text{m}$  et 1000  $\mu\text{m}$  (présenté précédemment). A l’étape initiale, le niveau de contrainte résiduelle induit un écart entre les deux systèmes :  $-23$  MPa pour  $e_{EBC} = 1000$   $\mu\text{m}$  et  $-47$  MPa pour  $e_{EBC} = 300$   $\mu\text{m}$ . Lors du chargement mécanique, le revêtement le plus épais est en traction (avec un niveau de contrainte de l’ordre de 10 MPa) tandis que le plus fin reste en compression (environ  $-11$  MPa). Suite à la montée en température, l’état de chargement (en compression) du revêtement le plus épais est beaucoup plus important ( $-120$  MPa) que le plus fin ( $-68$  MPa). Cela s’explique par le gra-

dient thermique qui est plus important dans l'épaisseur du système avec 1 mm de revêtement. La relaxation de la contrainte par fluage induit une réduction de l'écart entre les deux contraintes à la surface du revêtement à la fin du palier thermique (environ 10 MPa d'écart). Lors du refroidissement, dans les deux cas, le revêtement est dans un état de traction au niveau de l'élément analysé. Cependant, le revêtement qui était le plus chargé en compression lors du palier thermique (1000  $\mu\text{m}$  de DSY), est le plus chargé en traction au refroidissement (151 MPa pour 1000  $\mu\text{m}$  ce qui dépasse le seuil d'endommagement de 112 MPa, contre 106 MPa pour 300  $\mu\text{m}$  ce qui reste en dessous du seuil d'endommagement de l'EBC). Cela s'explique également par le gradient thermique qui est plus important dans l'épaisseur du système avec 1 mm de revêtement. De plus, l'écart de fin de palier est augmenté et passe à 45 MPa. Expérimentalement, le revêtement épais présentait un réseau de faïençage thermique tandis que le revêtement fin ne présentait aucun endommagement visible en surface. Ces observations s'expliquent par les niveaux de contraintes atteints au refroidissement, dans les deux cas. Les observations expérimentales et l'estimation de l'état de contrainte dans le revêtement par calcul EF sont cohérents.

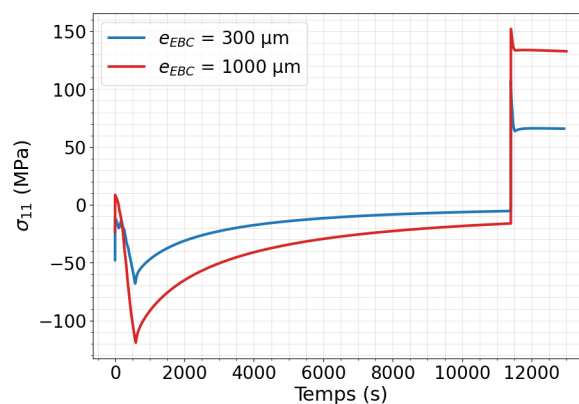


Figure 5.22 – Impact de l'épaisseur du revêtement sur l'évolution de la contrainte longitudinale  $\sigma_{11}$  au cours d'un chargement thermomécanique.

La figure 5.23 présente le champ de température à la fin du palier thermique, au moment où le refroidissement est appliqué, pour les deux épaisseurs de revêtement. Il apparaît à travers cette figure que la différence de température est plus élevée dans le système le plus épais par rapport au système le plus fin. Ainsi, le gradient thermique induit dans le revêtement le plus fin est moins important que celui dans le revêtement le plus épais, et cela aussi bien suivant la longueur de l'éprouvette que dans l'épaisseur du système. Cette différence de déformation conduit à une différence sur le niveau de contrainte de traction atteint au refroidissement (figure 5.22).

Plusieurs niveaux de chargement mécanique ont été appliqués à l'éprouvette constituée d'un revêtement de 300  $\mu\text{m}$ . Dans les trois cas testés expérimentalement, aucun endommagement n'a pu être détecté par analyse post-mortem au MEB. La figure 5.24 présente l'évolution de la contrainte longitudinale  $\sigma_{11}$  au niveau de l'élément le plus chaud de la surface du revêtement. Nous constatons que le chargement mécanique impacte le niveau de contrainte lors de son application. Cela induit un écart minime entre les trois cas au début du palier thermique. Au bout de 3000 s de palier thermique, les trois niveaux de contraintes sont similaires et mènent au même niveau de contrainte à la fin de ce palier. De ce fait, le niveau de contrainte de traction atteint au refroidissement est strictement le même (106 MPa). Ce niveau reste en dessous du seuil d'endommagement du revêtement ce qui justifie l'absence d'endommagement visible en surface dans les trois cas. Cela permet également de souligner



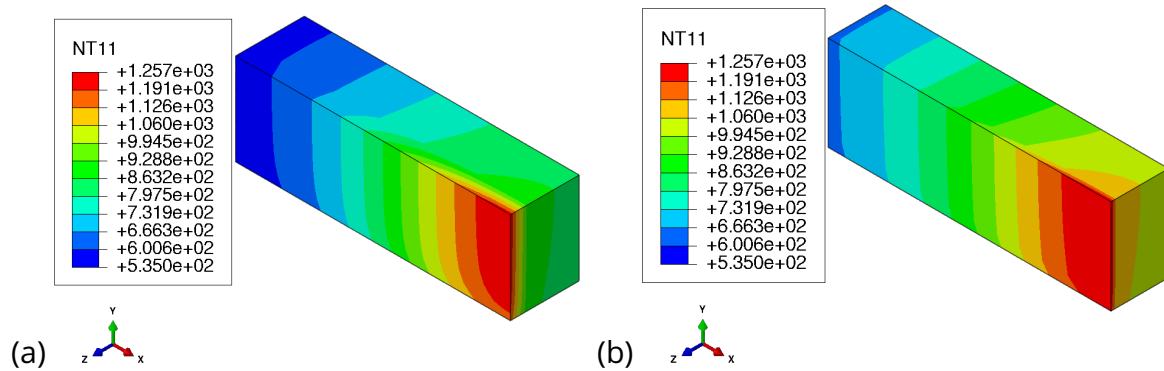


Figure 5.23 – Champ de température (en °C) à la fin du palier thermique, au début du refroidissement, pour une épaisseur de revêtement de : (a) 1000  $\mu\text{m}$  et (b) 300  $\mu\text{m}$ .

que le chargement mécanique n'impacte pas l'état de contrainte dans l'EBC (mis à part lors du chargement mécanique), dans le cas d'un revêtement fin.

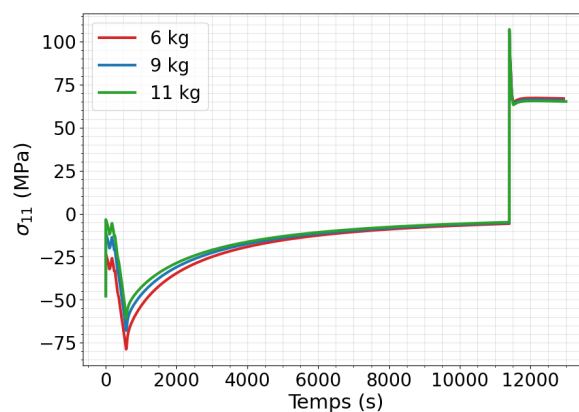


Figure 5.24 – Impact du chargement mécanique sur l'évolution de la contrainte longitudinale  $\sigma_{11}$  pour un revêtement de 300  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

### 5.3 Influence de la fissuration du revêtement sur le comportement du système

Comme l'endommagement par fissuration du revêtement a lieu lors du refroidissement au cours du premier cycle présentant un palier thermique suffisamment long pour activer le fluage, nous nous sommes questionnés sur l'impact de cette fissuration sur des cycles de chargements thermomécaniques supplémentaires. En particulier, nous nous sommes intéressés à l'impact de la fissuration du revêtement sur le fluage du système au cours de cycles supplémentaires. L'analyse des déplacements mesurés par CIN dans la partie 3.3 montre un impact de la fissuration sur le comportement du système. Cette investigation numérique permettra alors de souligner s'il faut cumuler le fluage dans les calculs EF au cours des cycles thermomécaniques ou s'il faut au contraire l'adapter à partir du second cycle.

L'essai considéré est celui présenté dans la partie 3.2. L'échantillon était revêtu de 1,4 mm de DSY. Le chargement mécanique à température ambiante était de 15 kg et le chargement thermique était composé d'une rampe de 10 min jusqu'à 1250°C, un temps de maintien et un refroidissement instantané. 2 cycles thermiques ont été appliqués à cet échantillon. Le

réseau de fissures formé à la surface du revêtement suite au refroidissement est rappelé sur la figure 5.25.

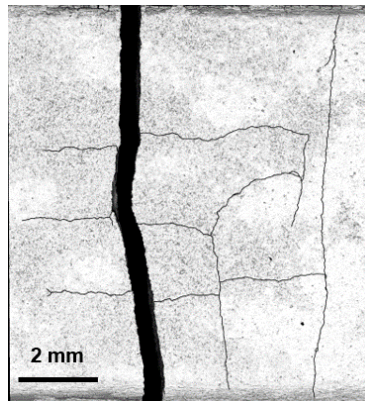


Figure 5.25 – Cartographie au MEB du réseau de fissures formé à la surface du revêtement pour le cas ayant subi un chargement mécanique de 15 kg.

Une modélisation de l'essai a été effectuée en prenant en compte les 2 cycles du chargement thermique. Pour cela, le modèle utilisé est le même que celui présenté dans la partie 5.1.1. Cependant, afin d'investiguer numériquement l'impact de la fissuration du revêtement sur le comportement du système, l'endommagement de l'EBC a été pris en compte dans ce modèle. Pour cela, une zone centrale correspondant au volume fissuré observé au MEB (figure 5.25) a été définie (toute la largeur de l'éprouvette et environ 8 mm de longueur). Cette zone comprend toute l'épaisseur de l'EBC puisque dans le cas considéré, des fissures traversantes ont été observées. Ainsi, trois cas ont été modélisés. Le premier cas correspond à celui présenté dans la partie 5.1.4, sans prise en compte de l'endommagement. Le deuxième cas prend en compte l'endommagement du revêtement sous la forme d'un abattement du module de Young au cours du premier refroidissement avec un passage à 25 GPa ce qui signifie une perte de rigidité partielle sur la zone considérée et enfin un troisième cas avec un passage à un module de Young de 1 GPa ce qui correspondrait à une perte de rigidité totale sur la zone concernée.

La figure 5.26 présente l'évolution de la contrainte principale maximale au cours des deux cycles thermomécaniques, avec et sans abattement du module de Young sur la zone centrale. En s'intéressant au second cycle thermique (début de la seconde montée en température à partir de 13000 s), on observe que lorsque le revêtement est considéré sain, ce dernier se remet en compression suite à la montée en température. Le niveau atteint reste relativement faible (environ  $-20$  MPa) et s'explique par le niveau élevé atteint au premier refroidissement. Lors du palier thermique, le niveau de température combiné avec ce faible niveau de contrainte sont tout de même suffisant pour activer le fluage (passage de  $-20$  MPa à  $-10$  MPa à la fin du palier thermique). Lors du second refroidissement, le niveau de contrainte en traction dépasse le seuil d'endommagement du revêtement. Or expérimentalement, aucun événement acoustique n'a été détecté au cours du second refroidissement.

Lorsque l'endommagement est pris en compte dans le modèle, on constate que plus l'abattement est important, moins le système se remet dans un état de compression suite à la montée en température. Cela s'explique par le fait qu'il n'y ait pas ou peu de reprise de charge dans cette zone du revêtement. De ce fait le fluage ne s'active pas pour le cas à 1 GPa puisque le niveau de contrainte est nul et s'active pour le cas à 25 GPa mais avec très peu de relaxation. Au refroidissement, aucune élévation du niveau de contrainte n'est constatée sur la

zone en question pour le cas à 1 GPa et un niveau de contrainte en traction faible est atteint dans le second cas (environ 47 MPa ce qui reste très largement inférieur au seuil d'endommagement du revêtement). Dans les deux cas, cela concorde avec l'absence d'événements acoustiques constatée au cours du second cycle. Cela confirme donc la non évolution du réseau de fissures au cours du second cycle thermique.

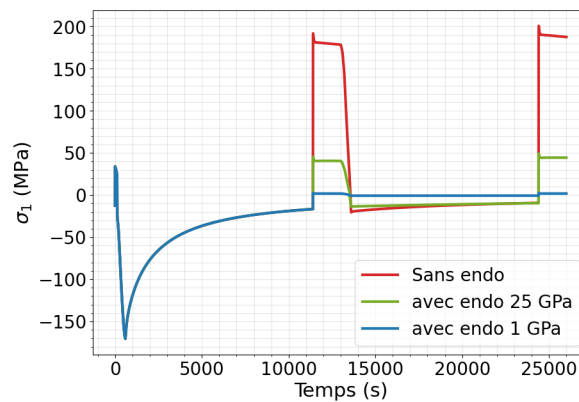


Figure 5.26 – Comparaison de l'évolution de la contrainte principale maximale à l'élément le plus chaud de la surface du revêtement, au cours de deux cycles thermomécaniques.

En analysant l'évolution de la déformation de fluage principale maximale (figure 5.27) pour les trois cas étudiés, on constate qu'à partir du second cycle, il n'y a aucun changement de la déformation pour le cas le plus endommagé. Pour les deux autres cas, une évolution est observable mais elle est moins importante pour le cas endommagé que pour le cas non endommagé.

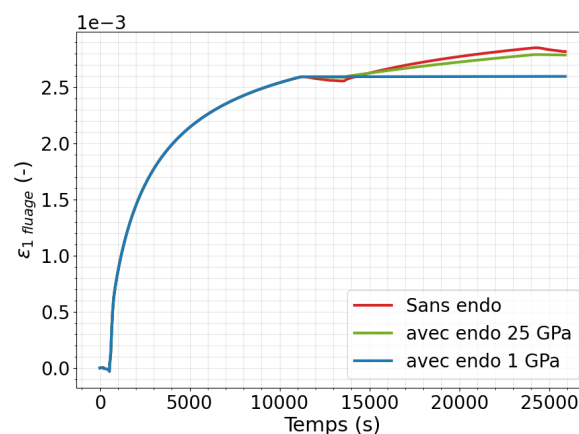


Figure 5.27 – Comparaison de l'évolution de la déformation de fluage principale maximale à l'élément le plus chaud de la surface du revêtement au cours de deux cycles thermomécaniques.

Les résultats précédents concernent l'élément le plus chaud de la surface du revêtement, qui est situé au niveau de la zone endommagée. Il convient alors d'analyser l'état du champ de contrainte principale maximale afin de constater les différences au niveau global (figure 5.28). Le cas endommagé considéré est celui avec un abattement de module à 1 GPa afin d'accentuer les différences. On observe, pour le cas sans endommagement, que toute la zone centrale située sous le faisceau laser dépasse le seuil d'endommagement du revêtement suggérant une fissuration. Cela n'est pas en accord avec l'observation expérimentale

puisque aucun événement acoustique n'est détecté au cours du second cycle thermique. Pour le cas prenant en compte l'endommagement, la zone centrale est entièrement déchargée. Cependant, on note une reprise de charge considérable dans le CMC, proche de l'interface (environ 140 MPa) qui n'est pas observée dans le premier cas.

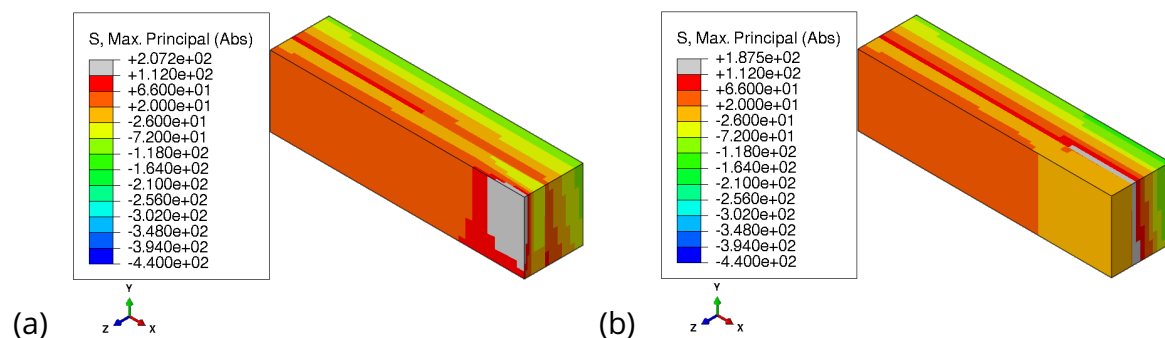


Figure 5.28 – Champ de contrainte principale maximale (en MPa) à l'instant du refroidissement où la contrainte est la plus élevée pour le cas : (a) sans abattement de module de Young (112 GPa), (b) avec abattement de module de Young (1 GPa) au cours du premier refroidissement.

## 5.4 Bilan

Dans ce chapitre, l'objectif était d'investiguer numériquement l'effet du couplage thermomécanique sur la tenue du système CMC/EBC.

L'étude expérimentale a permis de mettre en évidence l'impact des paramètres de chargement et de géométrie sur la fissuration du revêtement. L'analyse par calculs EF de chaque cas d'essai a permis d'expliquer la fissuration ou la non fissuration observée expérimentalement. En particulier, il a été possible de montrer que :

- le chargement thermique est un paramètre clé dans la fissuration du revêtement. Le niveau de température maximale conditionne le niveau de contrainte de traction atteint lors du refroidissement. Plus la température est élevée au niveau de la zone centrale, plus le revêtement présente une zone d'endommagement étendue. Cela s'explique par le fluage d'une zone aussi large que celle chauffée au-dessus de 1100°C,
- l'ajout d'un chargement mécanique en plus du chargement thermique impacte la répartition globale du champ de contrainte longitudinale avec un niveau de traction élevé même en dehors de la zone de chauffe. Cela a pour conséquence de modifier l'étendue et la forme du réseau de fissures (fissures bidirectionnelles). De plus, il a été montré que sous un chargement mécanique trop important (15 kg permettant tout de même d'être en dessous du seuil d'endommagement du système à froid), les fissures traversant la largeur de l'éprouvette peuvent se propager dans l'épaisseur jusqu'à mener à la rupture complète du système. En effet, c'est ce qui a été observé pour un revêtement épais (1,4 mm),
- la durée de refroidissement mène dans les trois cas étudiés vers un réseau de fissures surfacique similaire. Cependant, plus le refroidissement est rapide plus le réseau est profond. Le croisement des données entre les événements d'EA détectés lors du re-

froidissement et le niveau de contrainte correspondant sur le calcul n'a pas permis de converger vers une valeur de contrainte seuil d'endommagement. Des essais supplémentaires sont nécessaires pour cela. L'introduction de l'endommagement dans le calcul, à l'étape du refroidissement faciliterait également la compréhension.

- l'épaisseur du revêtement joue un rôle dans sa fissuration. Plus le revêtement est fin, moins le chargement mécanique a un impact sur la forme du réseau de fissures (cas avec EBC 1, 4 mm contre 1 mm). Le revêtement le plus fin ne présente quant à lui aucun endommagement, pour tous les niveaux de chargement mécaniques investigués. Les calculs EF ont permis de souligner l'absence d'impact du chargement mécanique sur le niveau de contrainte atteint au refroidissement (qui reste en-dessous du seuil d'endommagement considéré) pour cette épaisseur. Cela s'explique par une différence de température plus faible et des gradients surfaciques plus faibles dans le système fin en comparaison avec les systèmes épais.

Enfin, l'étude de l'influence de l'endommagement du revêtement sur le comportement du système au cours de cycles supplémentaires a permis de montrer l'impact de la fissuration du revêtement sur le fluage du système. Au cours du second cycle, le fluage est abaissé dans l'EBC. De plus, nous notons une reprise de charge dans le CMC qui pourrait mener vers un endommagement ou la propagation du réseau de fissures de l'EBC vers le CMC.



# Chapitre 6 - Premières pistes d'études de la tenue du système CMC/EBC sous gradients thermiques en présence de vapeur d'eau

Après avoir identifié les mécanismes d'endommagement du revêtement sous chargement couplé thermique/mécanique dans le cadre d'essais de flexion 4 points en présence de gradients thermiques, dans ce chapitre, on investiguera le comportement du système sous chargement couplé thermique/oxydation. Le système étant soumis à de forts gradients thermiques responsables de la fissuration dans le revêtement, il est important de caractériser l'effet possible de ces endommagements sur la cinétique d'oxydation de la sous-couche d'accroche en Si. Cela justifie alors de mener des essais sous couplage fort gradient thermique/environnement. De plus, pour quantifier l'influence de l'endommagement sur la cinétique d'oxydation, il est nécessaire d'avoir le résultat sur système sain (tout en restant dans les mêmes conditions de chargement thermique).

Dans une première partie, on s'intéressera à l'épaisseur de la TGO, couche d'oxyde se formant à l'interface entre la sous-couche d'accroche en silicium et le revêtement en disilicate de terres rares. Cette étude sera menée pour un système sain (*i.e.* post-traitement thermique et ne présentant aucun endommagement) placé sous gradients thermiques. Ces résultats seront comparés à la référence obtenue à température homogène à l'aide d'un four d'oxydation. Ils permettront ainsi d'étudier l'influence de la nature du chargement thermique (température homogène ou gradient thermique) sur l'épaisseur d'oxyde formée. Dans une seconde partie, on s'intéressera à un couplage entre endommagement, chargement thermique et environnement humide. En particulier, l'impact de la fissuration du système sur sa tenue à haute température et sous atmosphère oxydante sera abordé. Pour tous les essais considérés dans ces travaux, le CMC est revêtu ce qui permet de ralentir la volatilisation de la silice formée. De plus, les mesures de la TGO ne sont pas corrigées de l'épaisseur initiale de la silice formée lors du traitement thermique. Enfin, dans ce chapitre, l'ensemble des coupes micrographiques sont sans échelle pour des considérations de confidentialité.

## Sommaire

---

<b>6.1</b>	<b>Croissance de la TGO dans un système CMC/Si/DSY sain sous couplage entre la thermique et l'environnement humide</b>	<b>154</b>
6.1.1	En température homogène . . . . .	154
6.1.2	Sous gradients thermiques . . . . .	157
<b>6.2</b>	<b>Impact de l'endommagement du système CMC revêtu sur son oxydation . . . . .</b>	<b>163</b>
6.2.1	En température homogène . . . . .	164
6.2.2	Sous chargement laser centré . . . . .	165
6.2.3	Sous chargement laser décentré . . . . .	169
<b>6.3</b>	<b>Bilan . . . . .</b>	<b>173</b>

---



## 6.1 Croissance de la TGO dans un système CMC/Si/DSY sain sous couplage entre la thermique et l'environnement humide

Pour rappel, le revêtement déposé par projection thermique est initialement amorphe. Une étape de traitement thermique est alors conduite afin de le cristalliser. Durant cette étape, la sous-couche d'accroche en Si s'oxyde par  $O_2$  et forme une couche passivante de  $SiO_2$  (TGO) qui est protectrice vis-à-vis de l'oxydation sous  $O_2$ . Cette couche d'oxyde présente une épaisseur moyenne de  $1 \mu m$  à cette étape. Notons que cette couche est cristallisée et subit une transformation allotropique passant d'une phase  $\beta$ -cristobalite à une phase  $\alpha$ -cristobalite (passage de la phase cubique à la phase tétragonale) aux alentours de  $220^\circ C$  lors du refroidissement [38]. Lorsque le système est placé en environnement humide à haute température, la couche de silicium réagit avec la vapeur d'eau pour former de la silice. Notons que la première couche de TGO formée ralentit la diffusion des espèces oxydantes vers l'interface. Ainsi, plus celle-ci devient épaisse, plus il faut de temps pour faire croître la couche d'oxyde à l'interface Si/TGO.

Dans cette première partie, l'objectif est d'estimer l'épaisseur de cette TGO dans un système sain placé sous atmosphère oxydante à haute température. Les pièces en CMC étant soumises à de forts gradients thermiques, on s'intéressera ainsi à comparer des mesures de la silice formée à température homogène (classiquement retrouvées dans la littérature mais aussi reproduites dans le cadre de ces travaux) avec des mesures sur des échantillons sollicités sous chargement laser.

### 6.1.1 En température homogène

Afin de se constituer une base de comparaison avec les mesures sous gradients thermiques, des essais ont été menés à température homogène, dans un four d'oxydation. Le moyen d'essai utilisé a été présenté dans la partie 2.2.1. L'ensemble des essais a été mené à une température homogène de  $1100^\circ C$ . Une montée et une descente en température de  $150^\circ C$  par heure ont été systématiquement appliquées. Cette température a été choisie pour permettre la comparaison des cinétiques d'oxydation obtenues respectivement en température homogène et sous gradients thermiques. En effet, comme indiqué dans la section suivante (6.1.2), durant les essais sous gradients thermiques, la température maximale à l'interface du système CMC/EBC (pour une épaisseur de revêtement de  $300 \mu m$ ) est proche de  $1100^\circ C$ .

Dans un premier temps, l'épaisseur de la TGO a été mesurée pour plusieurs durées d'exposition : 500 h, 1000 h et 2000 h. Ces durées ont été choisies suffisamment longues afin de favoriser la croissance de la couche d'oxyde; la cinétique d'oxydation de la sous-couche étant dépendante à la fois de la température et du temps d'exposition [188, 189]. Les essais se sont déroulés sous pression atmosphérique avec 50% massique d'air et 50% massique de vapeur d'eau. Ces mesures ont été effectuées sur un revêtement de  $1400 \mu m$  d'épaisseur et sont présentées sur la figure 6.1. A 240 h (durée d'exposition qui sera utilisée dans la deuxième partie de ce chapitre), la mesure de l'épaisseur de la TGO repose sur celle effectuée par L. Quemeras [185]. Les épaisseurs mesurées sont comparables avec celles obtenues dans les travaux de M. Fernandez [195] et celles obtenues par SAFRAN Ceramics (pour les durées les plus courtes, les durées d'exposition de 1000 h et de 2000 h n'ayant pas été testées). On remarque alors que l'évolution de l'épaisseur de silice formée semble linéaire.

Pour ces longues durées d'exposition, l'interface du système présente un endommagement important. La figure 6.2 présente une image obtenue au microscope électronique à balayage, après 2000 h de vieillissement. La diminution de la ténacité des interfaces au fur et à mesure

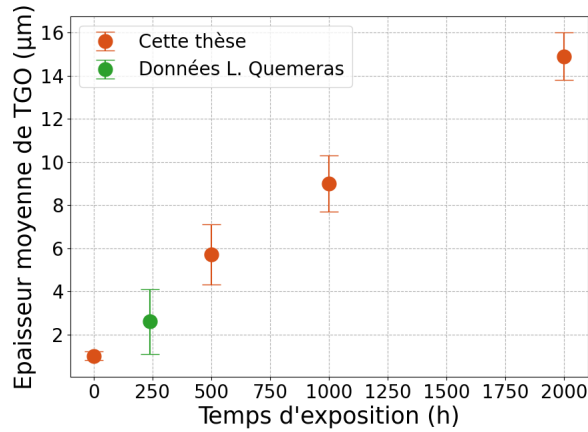


Figure 6.1 – Silice formée après plusieurs durées de vieillissement à 1100°C sous 50 kPa de H<sub>2</sub>O et 50 kPa d'air.

du vieillissement [195] couplée à la forte croissance de la TGO qui induit un état de contrainte important, a mené à des décohésions (entourées en rouge sur la figure) au niveau de l'interface faible SiO<sub>2</sub>/EBC sur les sommets de la TGO. De plus, la silice formée présente des fissures verticales le long de l'interface. Cela indique qu'il s'agit d'une silice cristallisée qui s'est formée à 1100°C. Au cours du refroidissement, lors du passage à 220°C, la silice cristallisée passe d'une phase  $\beta$ -cristobalite à une phase  $\alpha$ -cristobalite qui induit une différence d'au moins un facteur 10 sur le coefficient de dilatation thermique [75]. Comme la silice est retenue au refroidissement par le revêtement et la sous-couche Si alors qu'elle cherche à retrouver son état initial, elle se retrouve en traction et de ce fait fissure. Cette fissuration a été observée pour l'ensemble des échantillons oxydés à 1100°C.

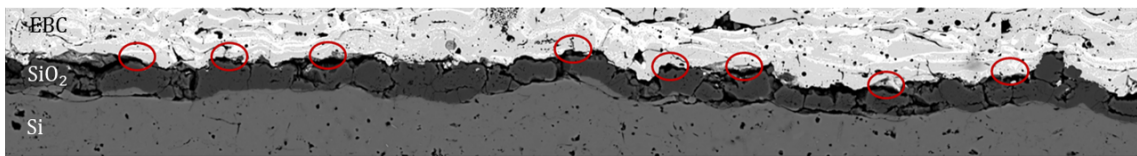


Figure 6.2 – Interface Si/SiO<sub>2</sub>/DSY après 2000 h de vieillissement à 1100°C sous 50 kPa H<sub>2</sub>O/50 kPa d'air.

Dans un second temps, l'impact de l'épaisseur du revêtement sur la cinétique d'oxydation de l'interface a été investigué. Trois systèmes présentant des épaisseurs différentes de revêtement : 300 µm, 1000 µm et 1400 µm ont alors été oxydés à 1100°C durant 1000 h. L'environnement oxydant était composé de 90 kPa de vapeur d'eau et de 10 kPa d'air à pression atmosphérique. Notons que l'augmentation de la pression partielle modifie fortement la cinétique d'oxydation [190]. Les échantillons ont été placés et retirés en même temps du four, ils ont alors subi exactement les mêmes conditions thermiques et environnementales.

La figure 6.3 présente une micrographie de l'interface Si/SiO<sub>2</sub>/DSY après 1000 h de vieillissement pour deux épaisseurs de revêtement (les deux figures sont à la même échelle). Dans les deux cas, la couche de TGO ne présente pas de fissures. La présence de H<sub>2</sub>O accélère de façon importante les vitesses d'oxydation : en effet, H<sub>2</sub>O entraîne la formation de liaisons Si – OH, qui fragilisent la structure de la silice et limite sa cristallisation. Cette fragilisation est à l'origine d'une augmentation de la solubilité et du transport des espèces oxydantes dans la couche. Cependant, la cristallisation est aussi fortement dépendante de la température, c'est donc un paramètre majeur à prendre en compte pour la cristallisation de la silice qui inter-

vient aux alentours de 1100°C sous air humide [196]. Ainsi, sous cette proportion de vapeur d'eau, la couche de silice n'est pas entièrement cristallisée et reste en partie amorphe, ce qui explique sa non fissuration. On observe tout de même quelques décohésions localisées au niveau des sommets, à l'interface SiO<sub>2</sub>/DSY. Enfin, à isorugosité de surface, l'épaisseur semble plus importante dans le cas d'un revêtement fin en comparaison avec un revêtement épais.

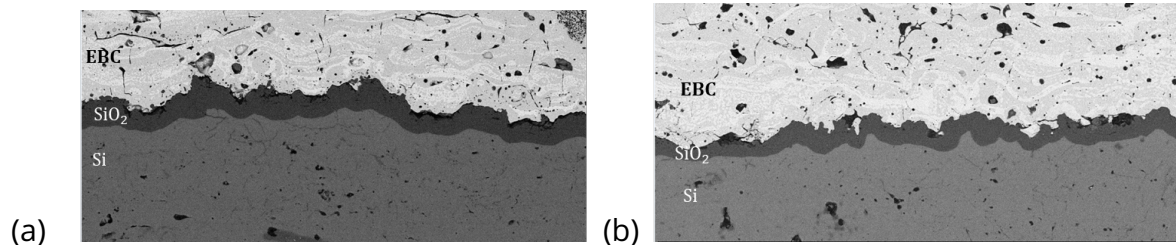


Figure 6.3 – Micrographies après 1000 h d'oxydation à 1100°C, sous une proportion de 90% kPa de vapeur d'eau et 10% kPa d'air, pour deux épaisseurs de revêtement en DSY : (a) 300 µm, (b) 1000 µm.

L'épaisseur de la TGO a donc été mesurée post essai et est présentée sur la figure 6.4 pour les deux épaisseurs de revêtement. En moyenne, elle est de l'ordre de 10,4 µm avec un écart-type de 1,9 µm pour le revêtement de 300 µm et de l'ordre de 8,1 µm avec un écart-type de 1,3 µm pour le revêtement de 1000 µm. Ce résultat montre que l'épaisseur du revêtement a un impact sur la cinétique d'oxydation du silicium, ce qui indique également que dans le système étudié et sous ces conditions environnementales, le mécanisme limitant l'oxydation est la diffusion des espèces à travers l'épaisseur du revêtement et de la silice déjà formée. Notons qu'un troisième échantillon (avec un revêtement de 1400 µm) faisait partie de la campagne d'essai. Cet échantillon s'est écaillé post oxydation ce qui n'a pas permis de mesurer l'épaisseur de TGO. Il est alors nécessaire de compléter cette courbe en menant d'autres essais d'oxydation avec d'autres épaisseurs de revêtement.

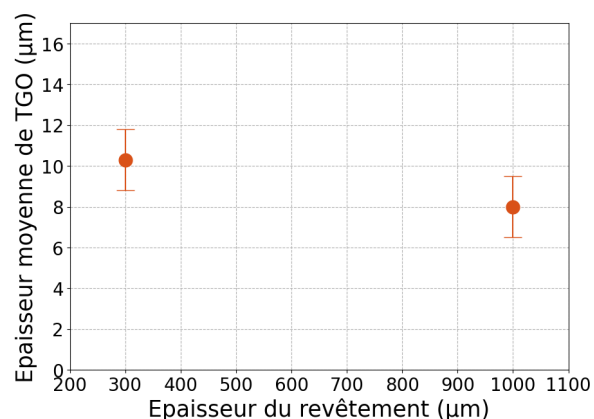


Figure 6.4 – Épaisseur de la TGO après 1000 h d'oxydation à 1100°C, sous une proportion de 90% kPa de vapeur d'eau et 10% kPa d'air, pour deux épaisseurs de revêtement en DSY.

Ainsi cette première partie a permis :

- d'établir une courbe d'épaisseur de la TGO, à une température homogène de 1100°C et sous une proportion de 50 kPa de vapeur d'eau et 50 kPa d'air, pour plusieurs durées

d'exposition. Cette courbe constitue une référence à température homogène qui sera comparée aux mesures sous gradients thermiques.

- de mettre en avant dans certains cas une forte dégradation de la TGO avec une fissuration et des décohésions. Cela peut affecter la tenue du revêtement [7],
- de souligner que l'épaisseur du revêtement a un impact sur l'épaisseur d'oxyde formée.

### 6.1.2 Sous gradients thermiques

Afin de se rapprocher au mieux de l'environnement moteur, des essais couplant gradients thermiques et environnement humide ont été conduits. La mise en place de ces essais a été présentée dans la partie 2.2.2. En particulier, on s'intéressera à un essai sur un système revêtu de 300  $\mu\text{m}$  de DSY. Cette épaisseur a été choisie pour atteindre une température d'interface suffisamment élevée afin de favoriser l'oxydation de la sous-couche tout en ayant une température maximale en surface du revêtement inférieure à 1300°C.

Le chargement thermique consistait en une montée en température en 10 min jusqu'à atteindre une température maximale de 1290°C au point le plus chaud de la surface du revêtement. Le champ de température induit à la surface du revêtement est présenté sur la figure 6.5. Le faisceau utilisé est très focalisé (il s'agit du plus petit faisceau atteignable dans cette configuration dans le moyen d'essai BLOX) et permet de maximiser les gradients surfaciques et dans l'épaisseur. Cela permet alors de mesurer l'épaisseur de la TGO sur une large gamme de températures d'interface en un seul essai. L'enceinte étant fermée, le champ de température à la surface de l'EBC a été acquis à travers un hublot ce qui explique la vue de biais. On observe que le faisceau était légèrement décentré ce qui induit des gradients thermiques très légèrement asymétriques. La température varie de 1290°C au point le plus chaud à 855°C aux bords de l'échantillon.

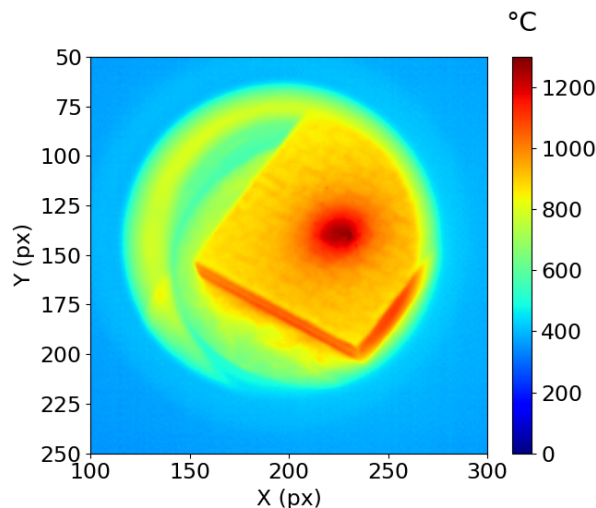


Figure 6.5 – Champ de température stabilisé à la surface du revêtement avant l'ajout de la vapeur d'eau.

Comme la mesure de la température d'interface est impossible expérimentalement, le champ de température acquis par la CIR à la surface du revêtement est utilisé pour estimer, par recalage, le champ de température induit à l'interface au niveau de la couche de silicium. Le recalage mené dans cette partie n'est pas par FEMU-T mais "manuel". En effet, comme les bords de l'échantillon ne sont pas tous visibles, il est difficile de projeter le maillage éléments

finis sur l'image de la CIR pour optimiser les paramètres de chargement. Ainsi, le recalage mené a consisté à fixer les paramètres du chargement thermique gaussien manuellement (paramètres de l'équation (4.17) présentée dans la partie 4.3), de sorte à se rapprocher le plus possible du champ mesuré à la surface du revêtement, sur la zone centrale. Pour cela, un carré de dimension 18 mm × 18 mm a été modélisé et les trois couches du système ont été prises en compte. Des conditions de rayonnement (sur les faces externes CMC et EBC) et de convection (sur les faces avant et arrière du système) ont été appliquées en utilisant les coefficients présentés en annexe 2. La température d'échange a été fixée à 130°C car l'enceinte est chauffée afin que la vapeur d'eau ne recondense pas.

La figure 6.6 présente le champ de température calculé par éléments finis à la surface du revêtement ainsi que le champ de température induit sur la sous-couche en silicium. On observe alors que la température d'interface varie de 1065°C à 870°C.

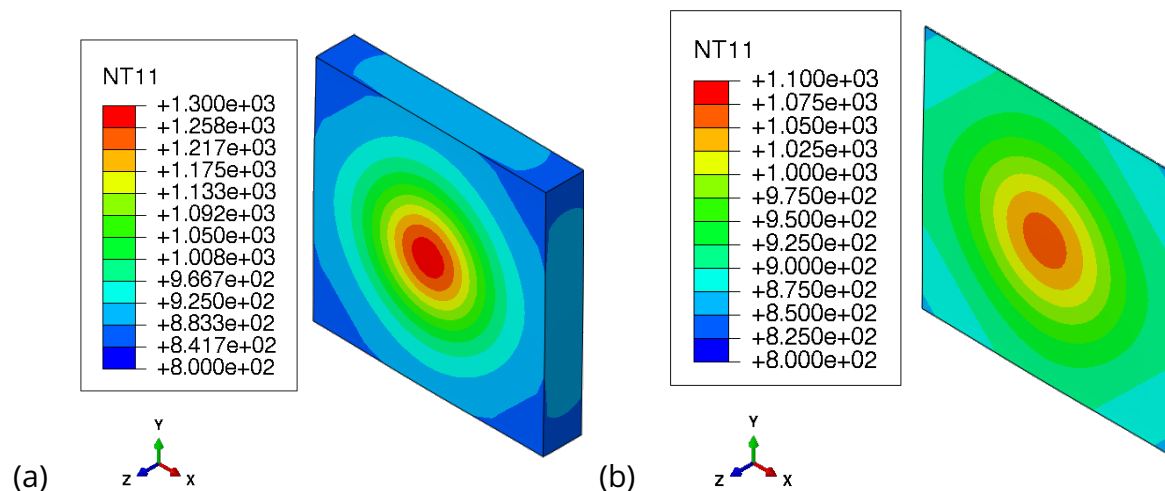


Figure 6.6 – (a) Champ de température (en °C) surfacique recalé par calcul EF, (b) champ de température (en °C) estimé par EF à la surface de la sous-couche Si.

Post-essai, l'échantillon a été enrobé et coupé suivant sa diagonale afin de quantifier l'épaisseur de la TGO sur la zone présentant la plus grande gamme de température. Les micrographies au MEB ont été analysées en suivant la procédure présentée dans la partie 2.3.4 afin de mesurer l'épaisseur de la TGO. L'évolution de l'épaisseur de la TGO est présentée sur la figure 6.7 en fonction du profil thermique sur la diagonale, ce qui donne des points de mesure qui couvrent une large gamme de température. Afin de visualiser une tendance, l'épaisseur de TGO a été moyennée sur chaque image acquise puis une moyenne par paquet de 10 images a été faite. De plus, une fonction d'interpolation d'ordre 2 est utilisée (courbe verte). On rappelle que la valeur affichée est l'épaisseur totale mesurée (comprenant l'épaisseur de TGO initiale, obtenue post-élaboration, additionnée à l'épaisseur d'oxyde formée pendant l'essai). Le graphe obtenu présente une cohérence quant à l'évolution de l'épaisseur de la TGO suivant la position sur la diagonale de l'échantillon. En effet, cette épaisseur varie entre 2,5 µm et 5,7 µm. Cependant, on note certaines contradictions. Certes, l'épaisseur d'oxyde augmente avec la température (allure globale de la courbe) mais on retrouve une épaisseur plus importante sur des zones où la température est moins importante. Cela est probablement lié au léger décentrage du faisceau laser, qui n'est pas suffisamment pris en compte dans le recalage thermique du modèle EF. Notons tout de même que sur ce graphe il faudrait décaler le faisceau laser de 4 mm pour avoir une meilleure cohérence sur les résultats. Or, sur le champ de température, le décentrage du faisceau n'est pas aussi marquée que cela.

La formation d'oxyde étant dépendante à la fois du temps et de la température d'exposition, on s'intéressera en particulier aux températures supérieures à 1000°C menant à une épaisseur importante et mesurable de la TGO. On note alors qu'à une température de 1000°C, l'épaisseur moyenne de la TGO en four est de l'ordre de 3,8  $\mu\text{m}$  avec un écart-type de 0,7  $\mu\text{m}$  (données de L. Quemeras [185]). Sous gradients thermiques, cette valeur moyenne est comparable à celle obtenue par la fonction d'interpolation (entre 4,1 et 4,5  $\mu\text{m}$ ) mais une forte dispersion est mesurée (sans compter l'écart-type) là où en four la valeur atteinte en prenant en compte l'écart-type est de l'ordre de 4,5  $\mu\text{m}$  au maximum. Les mesures sont donc comparables mais l'épaisseur formée sous gradients thermiques semble plus importante que celle formée sous température homogène.

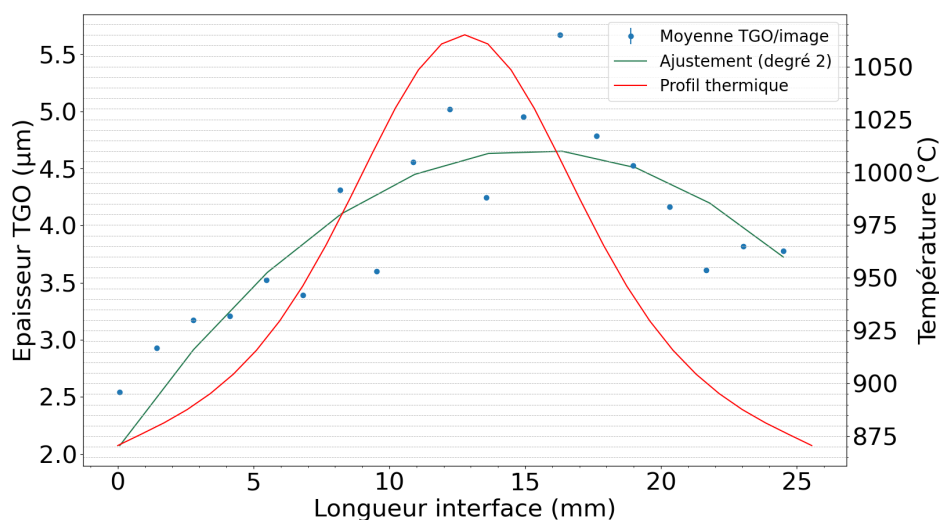


Figure 6.7 – Évolution de l'épaisseur de TGO le long de la diagonale de l'échantillon et en fonction du profil thermique estimé par modèle EF recalé.

Ainsi, à travers ces résultats, nous pouvons observer un impact des gradients thermiques sur l'épaisseur de la TGO. En effet, on observe une variation de l'épaisseur de l'oxyde sur la diagonale de l'échantillon. Avec un seul essai, il est alors possible de mesurer une tendance sur plusieurs niveaux de température. Cependant, pour une meilleure cohérence entre l'évolution de la température de l'interface et l'évolution de l'épaisseur de la TGO et pour pouvoir comparer ces résultats à ceux obtenus en four (thèse L. Quemeras ou données SAFRAN Ceramics), il serait nécessaire de mener des essais complémentaires avec une meilleure maîtrise de la température imposée à la surface du revêtement. Cela s'est révélé être compliqué lors de cette campagne car n'ayant accès à l'échantillon qu'à travers un hublot, il est difficile de mesurer le champ de température sur toute la surface de l'échantillon.

Il convient de souligner le point suivant : le traitement des images acquises au MEB pour la mesure de l'épaisseur de TGO le long de la diagonale de l'échantillon est automatisé (cela a été présenté dans la partie 2.3.4). Sur certaines images, il arrive de rencontrer des zones présentant une/des fissure(s) reliant deux sommets de la TGO par exemple, que le code détecte comme étant de la TGO. Deux exemples sont présentés sur la figure 6.8, entourés en bleu. Dans ces cas, au lieu de mesurer la vraie TGO, le code mesure l'épaisseur d'ouverture de fissure. Cela a pour conséquence d'abaisser les moyennes d'épaisseur calculées. Le choix a alors été fait de ne pas intervenir manuellement sur les images (environ 250 images) en



gommant à la main ces zones afin de garder l'aspect automatisé de la mesure pour un gain en temps. La solution choisie a été d'appliquer un filtre sur les mesures effectuées. Dans les résultats présentés sur la figure 6.7, seules les épaisseurs supérieures à  $0,5 \mu\text{m}$  ont été conservées pour le calcul des moyennes. Cette valeur a été choisie compte tenu de l'épaisseur initiale de TGO post élaboration, qui est de l'ordre de  $1 \mu\text{m}$  en moyenne. La figure 6.9 présente l'évolution de la TGO mesurée avec un filtre de  $0 \mu\text{m}$  et de  $1 \mu\text{m}$ . On constate alors que dans le premier cas, on a une différence de  $-0,5 \mu\text{m}$  par rapports aux mesures de la figure 6.7 tandis que dans le second cas, on a une différence de  $+0,5 \mu\text{m}$ .

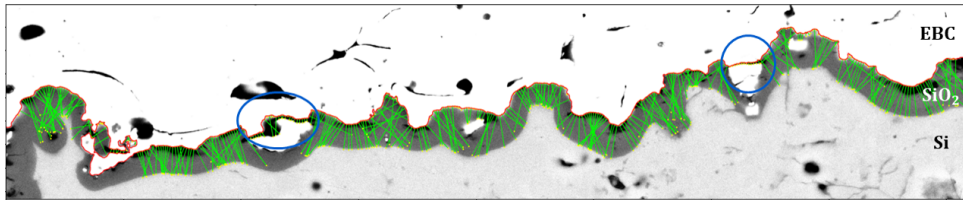
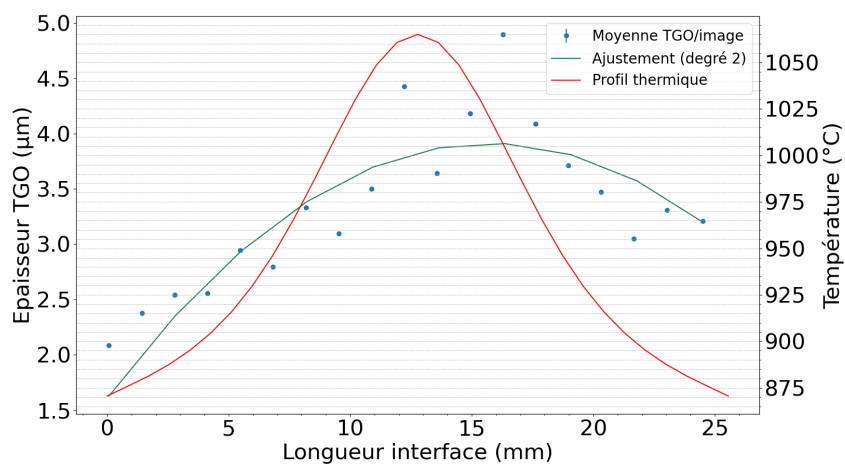
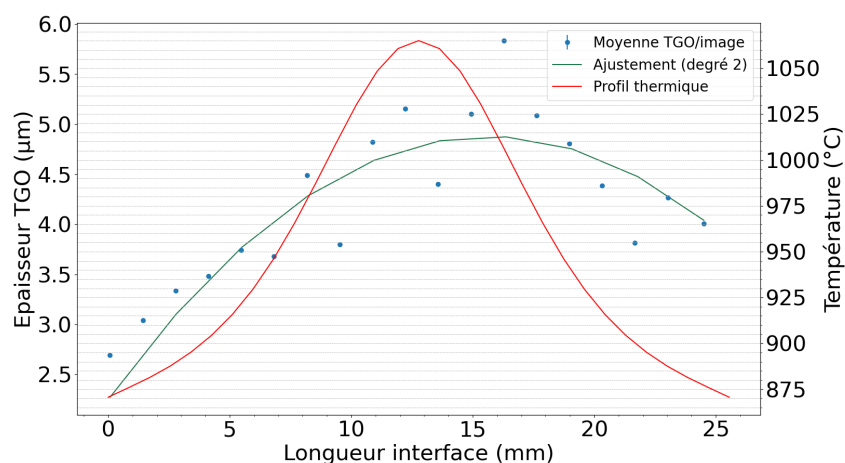


Figure 6.8 – Exemple d'image avec mauvaise détection de la TGO.



(a)



(b)

Figure 6.9 – Évolution de l'épaisseur de la TGO le long de la diagonale de l'échantillon et en fonction du profil thermique estimé par modèle EF recalé, avec un filtre de : (a)  $0 \mu\text{m}$ , (b)  $1 \mu\text{m}$  sur l'épaisseur de TGO.



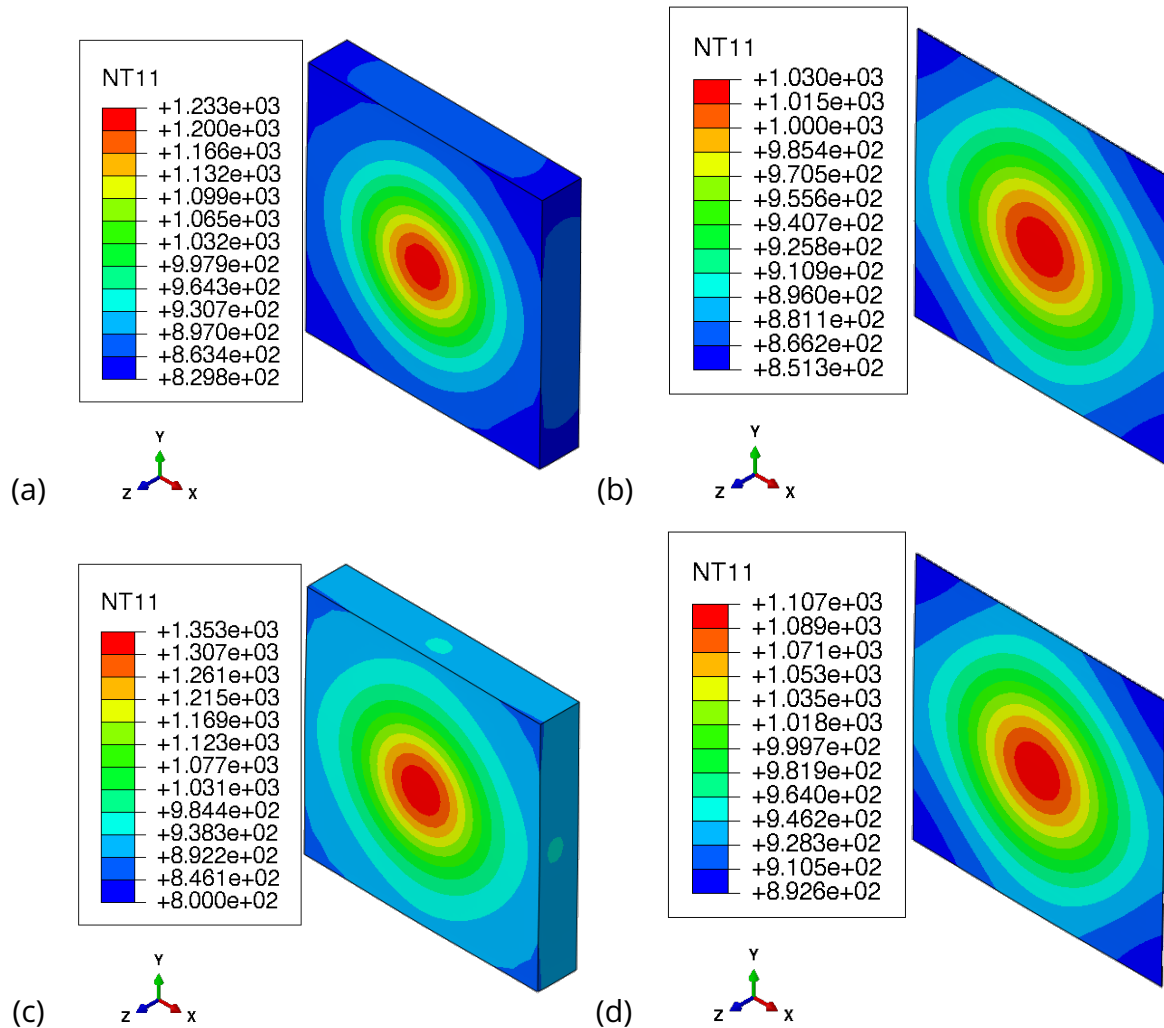
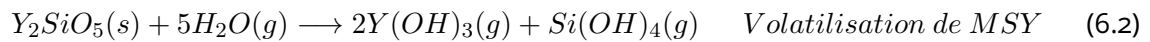
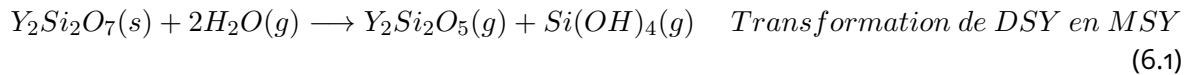


Figure 6.10 – Champ de température (en °C) calculé par EF avec : (a)  $-60^{\circ}\text{C}$  en surface, (b) températures induites à l'interface avec  $-60^{\circ}\text{C}$  en surface, (c)  $+60^{\circ}\text{C}$  en surface, (d) températures induites à l'interface avec  $+60^{\circ}\text{C}$  en surface.

Notons également que sous gradients thermiques, il n'a pas été possible, pour ce système CMC/Si/DSY, de mesurer une épaisseur de TGO pour une température supérieure à  $1065^{\circ}\text{C}$  dû au gradient thermique imposé et à l'épaisseur du revêtement. Il faut tout de même prendre en compte les incertitudes de mesure sur la température (figure 6.10). L'incertitude de mesure de la température surfacique dans le BLOX est de l'ordre de  $60^{\circ}\text{C}$ . Cette valeur comprend l'incertitude liée à la mesure avec la CIR sous air (de l'ordre de  $40^{\circ}\text{C}$ ) à laquelle il faut rajouter l'incertitude sur la mesure de la température à travers un hublot et en présence de vapeur d'eau. L'incertitude totale est donc augmentée d'où cette valeur de  $60^{\circ}\text{C}$ . Comme la température de l'interface est estimée par calcul EF, l'incertitude sur la température surfacique induit une incertitude sur cette température d'interface. Ainsi, lorsqu'on retire  $60^{\circ}\text{C}$  à la température maximale visée en surface, on se retrouve à l'interface avec une température allant de  $1030^{\circ}\text{C}$  à  $850^{\circ}\text{C}$ . Lorsqu'on rajoute  $60^{\circ}\text{C}$  à la température maximale visée en surface, on estime à l'interface une température allant de  $1107^{\circ}\text{C}$  à  $890^{\circ}\text{C}$ . Cela équivaut alors à une incertitude d'environ  $40^{\circ}\text{C}$  sur la température maximale d'interface et  $20^{\circ}\text{C}$  sur la température aux bords de l'interface.

Les micrographies présentées sur la figure 6.11 ont été acquises au niveau de la zone centrale (la plus chaude, à une température de surface de  $1290^{\circ}\text{C}$  correspondant à  $1065^{\circ}\text{C}$  à

l'interface). Au niveau du CMC et de la sous-couche de silicium, aucune modification microstructurale n'a été observée. Au niveau du revêtement, on observe une zone surfacique de disilicate d'yttrium ayant réagi pour se transformer en monosilicate d'yttrium (MSY). Dans la littérature, ce mécanisme a été observé dans de nombreux travaux [5, 33, 38] sur un revêtement en disilicate d'yttrium mais aussi sur un système analogue avec un revêtement en disilicate d'ytterbium. Il est piloté par la réaction suivante :



Ainsi, la volatilisation du  $Si(OH)_4$  par vapeur d'eau mène à un départ de matière [38]. Cela induit une surface poreuse de monosilicate de terre rare car la conversion du disilicate d'ytterbium en monosilicate d'ytterbium, par exemple, entraîne une réduction volumique de l'ordre de 26%. De plus, contrairement aux travaux de Maier et son équipe [187] qui observent que cette couche reste adhérente, Richards et son équipe [38] mettent en évidence une fissuration au cours de cyclage thermique. Cette fissuration semble favoriser l'écaillage de cette fine couche de monosilicate d'ytterbium lors du refroidissement.

Dans le cas de notre étude, la couche de monosilicate d'yttrium formée présente une épaisseur d'environ 40  $\mu\text{m}$ . Cette modification ne change pas la cinétique de croissance de la TGO à l'interface puisqu'ici cette couche ne représente que 13% de l'épaisseur du revêtement. Il est alors considéré que la température d'interface n'est pas impactée par cette modification. On observe également la formation de fissures s'amorçant à la surface supérieure de la couche poreuse formée et se propageant jusqu'à plus de la moitié de l'épaisseur du revêtement. Ces fissures ont été induites par l'utilisation d'un faisceau laser très focalisé (employé afin d'accentuer les gradients thermiques). Ce faisceau a favorisé un début de faïençage thermique. Pour confirmer cela, un essai complémentaire, sur le même banc, utilisant la même taille de faisceau mais sans présence de vapeur d'eau devra être mené. Enfin au niveau de la TGO, une épaisseur hétérogène est observée aussi bien dans la zone centrale que sur les bords. Cette épaisseur hétérogène apparaît donc à tous les niveaux de température.

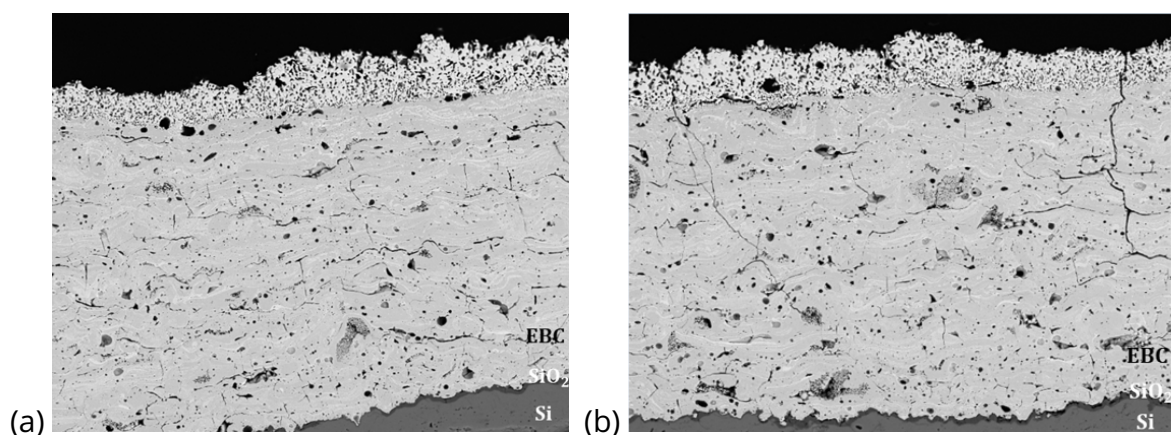


Figure 6.11 – Micrographies du système au niveau de la zone la plus chaude, après 240 h sous gradients thermiques et en environnement oxydant composé de 50 kPa de  $H_2O$  et 50 kPa d'argon : (a) zone sans fissures, (b) zone avec fissures

Enfin, notons qu'un travail de comparaison des résultats et des méthodes de mesures a été mené en collaboration avec le LCTS (L. Quemeras). Les outils de mesures ont été compa-

rés en analysant un même lot d'images afin de mesurer l'épaisseur de TGO formée. Cela a permis de vérifier que les outils utilisés dans les deux laboratoires fournissent le même résultat. En particulier, les valeurs moyennes d'épaisseur de TGO calculées sont similaires. Les écart-types calculés sont quant à eux surestimés avec l'outil de l'ONERA et sous-estimés avec l'outil du LCTS. De plus, afin que l'ensemble des résultats soit comparable, trois différences majeures entre les études menées à l'ONERA et au LCTS ont été listées et sont en cours d'investigation :

- En premier lieu, les essais sous gradients thermiques se sont déroulés en environnement humide avec de l'argon comme gaz porteur. L'argon étant un gaz inerte, il ne participe pas à la réaction chimique menant à la formation d'oxyde. En revanche, comme indiqué dans le chapitre bibliographique, les caractérisations d'oxydation sont classiquement faites en four de corrosion (c'est-à-dire sous mélange vapeur d'eau/dioxygène) et les espèces oxydantes pour le système CMC/EBC sont  $H_2O$  et  $O_2$  avec une participation prépondérante de  $H_2O$ . Aussi, pour comparer les résultats d'oxydation obtenus dans ces travaux de thèse avec ceux obtenus en four d'oxydation, des essais en environnement humide contrôlé et à différentes pressions partielles d' $O_2$  sont nécessaires. Cette activité est en cours de réalisation dans les travaux de thèse de L. Quemeras au LCTS.
- Le second point est l'influence de la nature du substrat. En effet, le substrat utilisé pour les essais à température homogène est constitué de SiC fritté alors que celui utilisé pour les essais sous gradients thermiques est un CMC SiC/SiC. Afin de vérifier l'influence de la nature du substrat, un essai sur un échantillon de SiC fritté revêtu (fourni par L. Quemeras) est en cours d'oxydation dans l'enceinte BLOX.
- Enfin, le dernier point de vigilance concerne la nature du chargement thermique. A température homogène, l'état de contrainte induit n'est dû qu'à l'écart entre les coefficients de dilatation thermique du revêtement et du CMC. A température hétérogène, l'état de contrainte de l'interface est aussi dû à la contrainte thermomécanique imposée par le gradient thermique surfacique. Or, dans la littérature [193, 194], on peut retrouver pour certains systèmes un lien possible entre l'état de contraintes locales et les cinétiques d'oxydation. Il serait donc nécessaire d'aller plus loin dans l'analyse afin d'évaluer l'effet du gradient thermique sur la cinétique d'oxydation.

## 6.2 Impact de l'endommagement du système CMC revêtu sur son oxydation

Après avoir estimé l'épaisseur de la TGO dans le cas d'un système sain placé à haute température sous environnement oxydant, cette partie porte sur le couplage entre fissuration et oxydation du système. Pour rappel, dans le chapitre 3, nous avons mis en avant un mécanisme d'endommagement par fissuration du revêtement sous chargement couplé thermique mécanique, durant lequel nous avons supposé l'épaisseur de TGO identique à l'état initial (puisque sous air). Une fois ce mécanisme étudié pour plusieurs paramètres de chargement, nous nous sommes questionnés concernant la tenue du système en environnement humide après avoir été préalablement fissuré par chargement thermomécanique. En effet, la présence de fissures débouchant sur l'interface peut créer une oxydation préférentielle et donc impacter la durée de vie du système [64]. Ainsi, le couplage entre fissuration et oxydation sera abordé dans cette partie, à température homogène dans un premier temps et sous gradients thermiques ensuite.

### 6.2.1 En température homogène

Afin d'étudier l'impact de la fissuration du revêtement sur l'oxydation de l'interface, un essai à température homogène a été conduit. Ce type d'essai a été présenté dans la partie 2.2.1. Il s'est déroulé à 1100°C, pendant 1000 h et sous une proportion de 90 kPa de vapeur d'eau et de 10 kPa d'air à pression atmosphérique. Ces paramètres d'essai ont été choisis de sorte à maximiser l'épaisseur de la TGO.

L'objectif de cet essai est de comparer l'épaisseur de la TGO formée pour trois états de revêtement : un revêtement sain, un revêtement comportant des fissures confinées à sa surface (en particulier le cas d'un réseau de faïençage thermique qui ne se propage que jusqu'au premier quart de l'épaisseur de l'EBC) et un revêtement présentant une fissure traversante qui atteint les interfaces du système (induite par un chargement couplé thermique-mécanique). Cette comparaison pourra indiquer si la présence de fissures accélère la diffusion de la vapeur d'eau jusqu'à l'interface ce qui aurait pour effet de mener à une épaisseur plus importante au niveau de l'interface située en dessous des zones fissurées.

L'échantillon choisi pour ce vieillissement est un barreau issu des essais de fluage en configuration de flexion 4 points en présence de gradients thermiques. Le système est revêtu de 1,4 mm de DSY. Le chargement thermomécanique a conduit à une rupture de l'échantillon (cas 2 présenté dans la partie 3.2 et dont le réseau de fissures formé à la surface est présenté sur la figure 3.4). Ainsi, une moitié d'échantillon est utilisée. Celle-ci comporte une fissure traversante. De plus, sur ce demi-échantillon, un second chargement, uniquement thermique, est appliqué en dehors de la zone déjà fissurée afin de générer une zone avec faïençage thermique. En dehors de ces deux zones, le revêtement ne présente pas d'endommagement observable au MEB. L'échantillon vieilli comporte donc 3 zones présentées sur la figure 6.12.

Suite aux 1000 h de vieillissement sous atmosphère oxydante, l'échantillon a été coupé suivant sa longueur afin de faire des observations et des mesures à cœur ce qui permet de s'affranchir des effets de bord (figure 6.13). Il est à noter que l'état de l'interface, qui apparaît endommagée par endroit, est dû à l'étape de polissage sur une TGO ayant subi une croissance importante ce qui mène à un arrachement de matière par endroit.

L'épaisseur de TGO a été mesurée sur toute la longueur de l'échantillon et son épaisseur est présentée sur la figure 6.14 pour les trois zones d'intérêt (fissures thermiques correspondant à la zone avec des fissures non traversantes et fissure thermomécanique correspondant à la zone avec une fissure atteignant les interfaces du système). Il apparaît alors que l'épaisseur de  $\text{SiO}_2$  formée est sensiblement la même dans les trois cas. Cela indique alors que la présence de fissures, qu'elles soient confinées dans le revêtement ou traversante jusqu'aux interfaces, n'accélère pas la formation de  $\text{SiO}_2$  à l'interface dans le cas d'un vieillissement à température homogène.

Ce premier résultat sur le couplage entre fissuration du revêtement et cinétique d'oxydation de l'interface peut être lié au taux de porosité du revêtement. En effet, la croissance de la TGO est directement liée à la diffusion des espèces oxydantes (ici  $\text{H}_2\text{O}$ ) à travers l'EBC. L'EBC dans notre cas est poreuse. Ainsi, les espèces oxydantes diffusent majoritairement au sein du matériau et la présence de réseaux de fissures induits par le chargement thermique/thermomécanique ne constitue pas un chemin privilégié. Cela suggère que la crois-

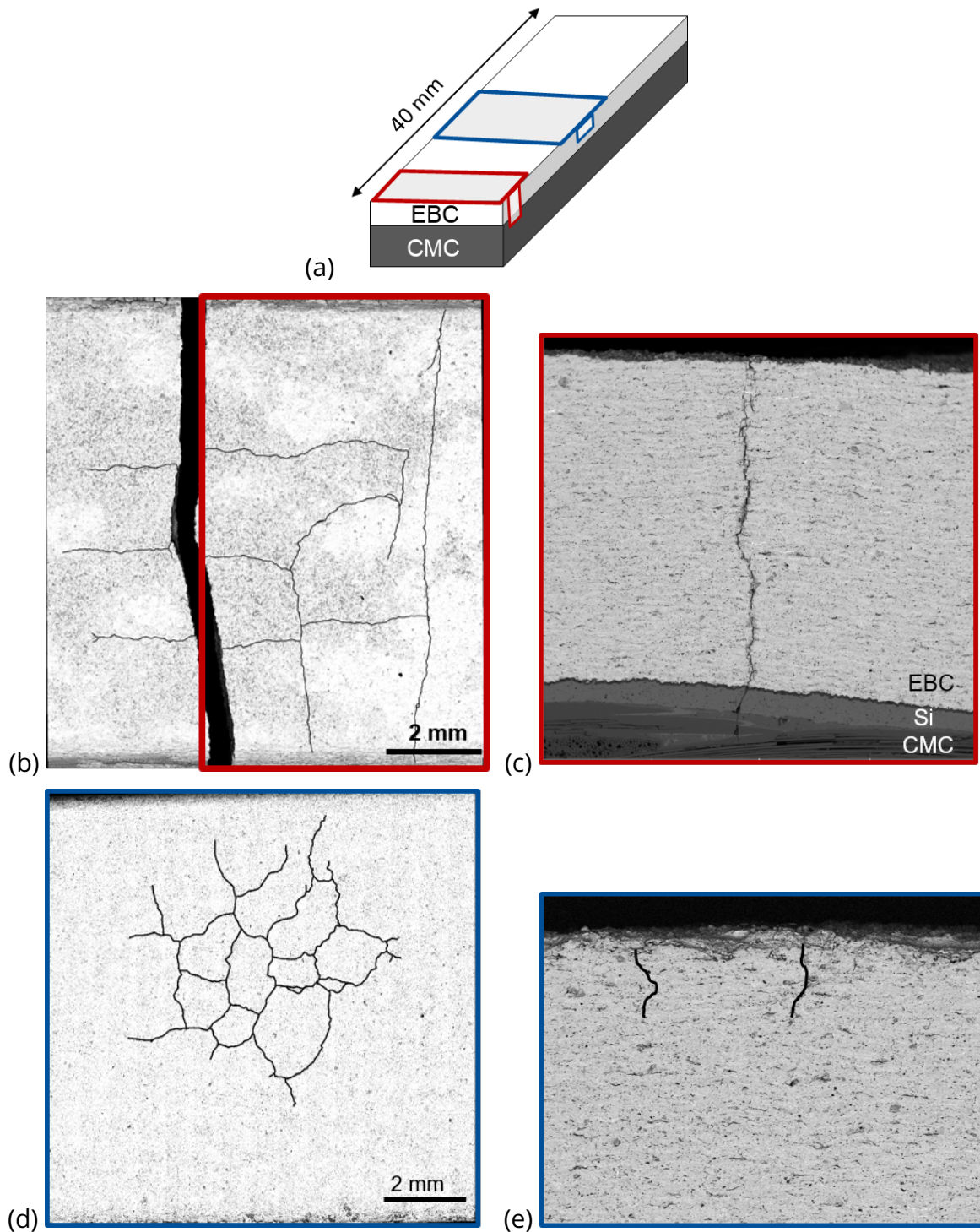


Figure 6.12 – (a) Vue de face et en coupe d'un échantillon utilisé pour vieillissement thermique et comportant une zone : (b) et (c) fissurée par chargement thermomécanique, (d) et (e) fissurée par chargement thermique seul et en dehors de ces zones, une zone non fissurée.

sance de la TGO serait pilotée par une diffusion moléculaire de  $H_2O$  plutôt qu'une diffusion ionique des espèces.

### 6.2.2 Sous chargement laser centré

Après avoir étudié la croissance de la TGO en présence de fissures sous chargement thermique homogène (four), nous nous sommes intéressés au couplage entre fissuration du re-



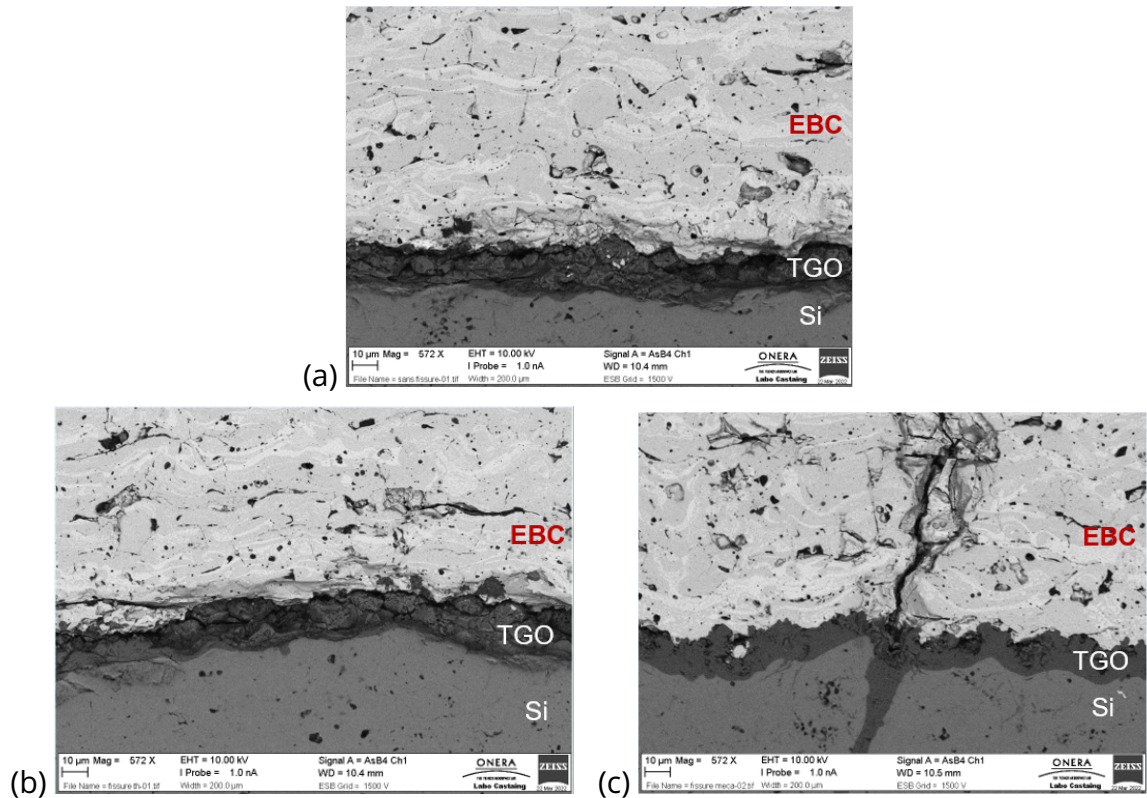


Figure 6.13 – Micrographies de l’interface après 1000 h d’exposition à 1100°C sous 90 kPa de vapeur d’eau et 10 kPa d’air, au niveau de la zone : (a) sans fissures (b) avec fissures confinées dans le revêtement et (c) avec fissure traversante.

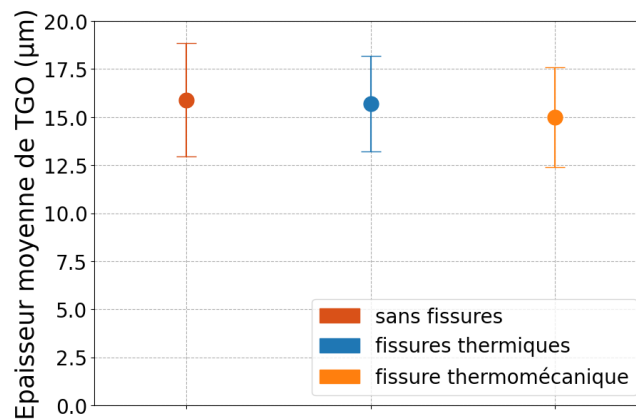


Figure 6.14 – Épaisseur de la TGO formée après 1000 h d’exposition à 1100°C sous 90 kPa de vapeur d’eau et 10 kPa d’air, pour trois états de fissuration du revêtement .

vêtement, gradients thermiques et atmosphère oxydante. L’objectif était de vérifier le résultat précédent mais avec l’ajout de gradients thermiques qui introduisent un état de contraintes, en surface au niveau des fissures et à l’interface, différent de celui induit par un chargement thermique homogène.

Pour mener cette étude, un échantillon de dimensions 18 mm × 18 mm × 3,75 mm a été sélectionné. Ce choix de dimension était motivé par la taille du porte échantillon du banc BLOX (présenté dans la partie 2.2.2). De plus, le revêtement considéré avait une épaisseur de 1 mm. Ce choix d’épaisseur est justifié par 2 aspects : d’une part le revêtement de 1,4 mm est trop épais pour permettre d’atteindre une température d’interface suffisamment impor-

tante pour induire une croissance de TGO et, d'autre part, il est difficile expérimentalement, par chargement laser, de parvenir à générer un réseau de fissures à la surface du revêtement de 300  $\mu\text{m}$  (cela a été présenté dans le chapitre 3 pour les éprouvettes barreaux) et n'a pu être obtenu qu'une seule fois avec un faisceau laser très focalisé.

Dans un premier temps, le choix a été fait de centrer le chargement laser et le réseau de fissures afin de s'affranchir des effets de bord. Ainsi, l'échantillon a été faïencé thermiquement à l'aide d'un chargement laser centré à la surface du revêtement. Le réseau de fissures généré est présenté sur la figure 6.15. Il est circulaire, sans présence de fissures traversantes puisque obtenu par chargement thermique seul.

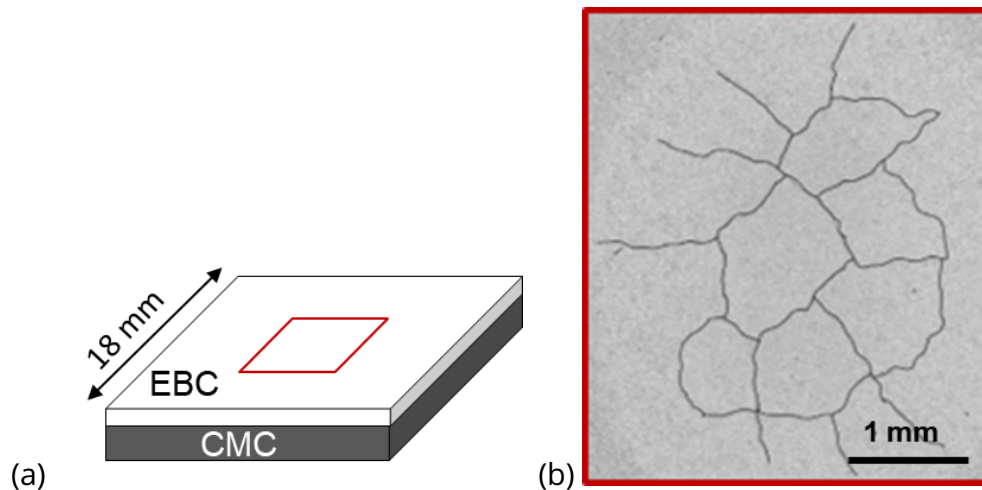


Figure 6.15 – (a) Localisation de la zone faïencée en surface du revêtement et (b) micrographie du réseau de faïençage généré par gradient thermique.

Une fois l'échantillon fissuré, ce dernier a été oxydé pendant 240 h. Cette durée a été choisie de sorte à maximiser le temps d'exposition afin d'avoir une épaisseur mesurable de TGO tout en assurant un fonctionnement en continu du BLOX (des durées supérieures pouvant mener à un arrêt du laser ce qui peut influencer l'état de fissuration à la surface du revêtement). L'échantillon a donc été sollicité sous gradients thermiques sous une atmosphère oxydante composée de 50 kPa de vapeur d'eau et de 50 kPa d'argon. Le chargement thermique appliqué à la surface du revêtement est présenté sur la figure 6.16(a). Le champ de température induit à l'interface n'étant pas accessible expérimentalement, un recalage manuel du champ de température surfacique par un calcul éléments finis a permis de l'estimer (figure 6.16(b)). Ainsi, la température surfacique varie de 1250°C au centre à 770°C au bord de l'échantillon. À l'interface, au niveau de la sous-couche, la température maximale induite en-dessous de la zone fissurée du revêtement est de l'ordre de 920°C (figure 6.16(c)), les gradients thermiques étant importants dans ce cas puisqu'un revêtement épais a été testé.

Des mesures d'épaisseur de la TGO ont par la suite été effectuées à cœur, au niveau de la zone située sous le réseau de fissures. Sous gradients thermiques, une épaisseur de 1,27  $\mu\text{m}$  avec un écart-type de 0,94  $\mu\text{m}$  a été mesurée. En se référant à la figure 6.7 qui présente l'épaisseur de la TGO formée sous gradients thermiques et environnement humide pour plusieurs températures d'interface, on note une épaisseur d'environ 2,5  $\mu\text{m}$  avec un écart-type de 1,1  $\mu\text{m}$  pour une température se situant entre 880°C et 920°C. Ce résultat suggère alors, en prenant en compte les écarts-types, que la présence d'un réseau de faïençage thermique non traversant a induit quasiment la même épaisseur de TGO qu'un échantillon non fissuré.



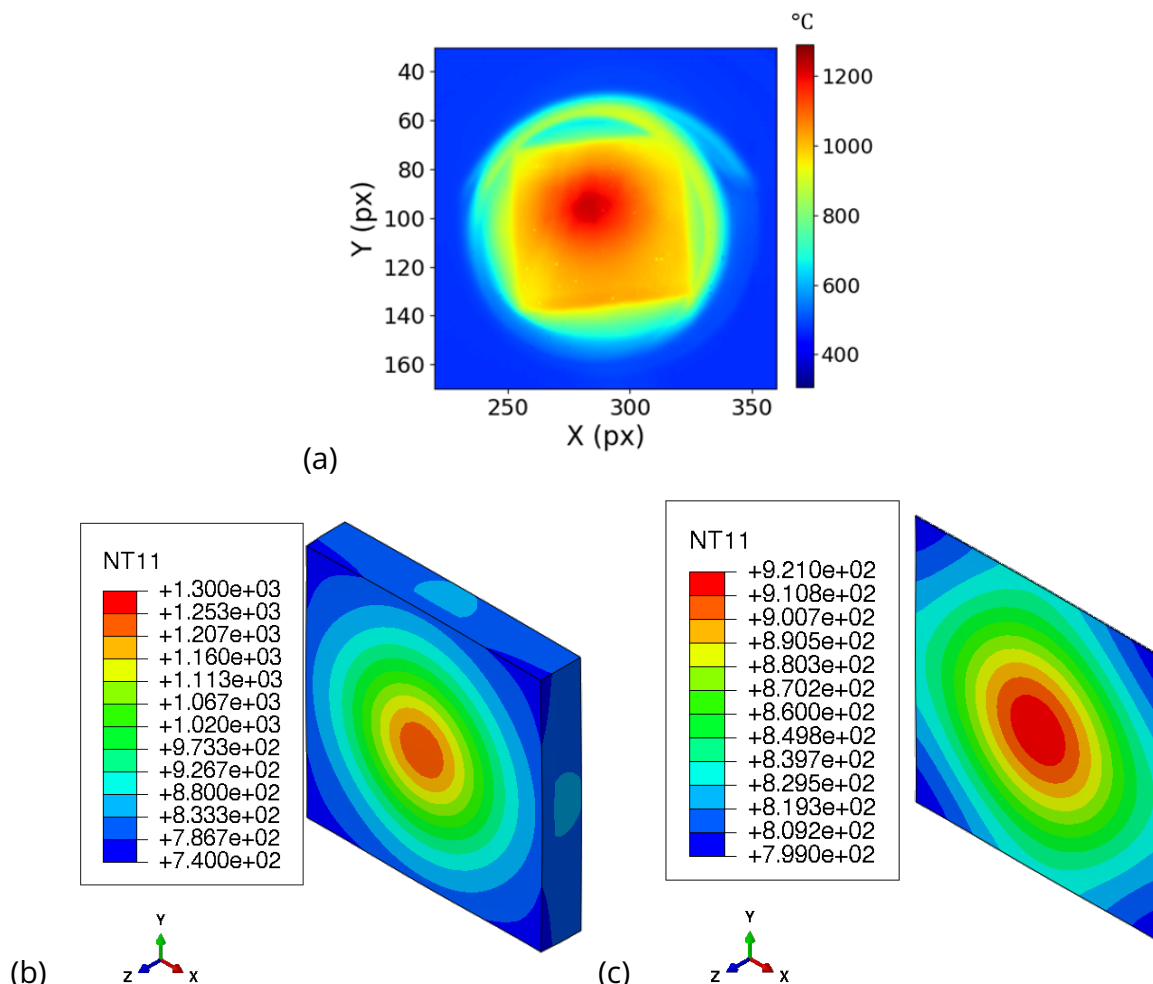


Figure 6.16 – (a) Champ de température (en °C) au cours du palier thermique à la surface de l'échantillon placé sous gradients thermiques et atmosphère oxydante, (b) champ de température surfacique recalé par calcul EF, (c) champ de température calculé par EF à la surface de la sous-couche de silicium.

Comme le réseau de fissures n'impacte pas l'épaisseur de la TGO à température homogène (résultat obtenu précédemment pour 3 états de revêtement) et puisque dans ce cas d'étude, quasiment la même épaisseur de TGO a été mesurée avec et sans réseau de fissures, nous pouvons conclure que la présence du réseau de fissures ne semble pas impacter l'épaisseur de la TGO lorsque des gradients thermiques sont appliqués.

Il est cependant important de souligner que cet essai (sous gradients thermiques) présente deux limites :

- l'incertitude sur la température surfacique est de l'ordre de 60°C. Cela implique une incertitude sur la température d'interface (environ 30°C en température maximale d'interface, figure 6.17).
- la température d'interface "subie". En effet, à ce jour, nous ne parvenons pas à générer de réseau de fissures sur un revêtement fin et cela même sous chargement thermomécanique. Or un revêtement fin permettrait d'atteindre des niveaux de températures plus élevés à l'interface. Ici, autour de 880 à 900°C, l'épaisseur de TGO formée est proche de celle post-fabrication.

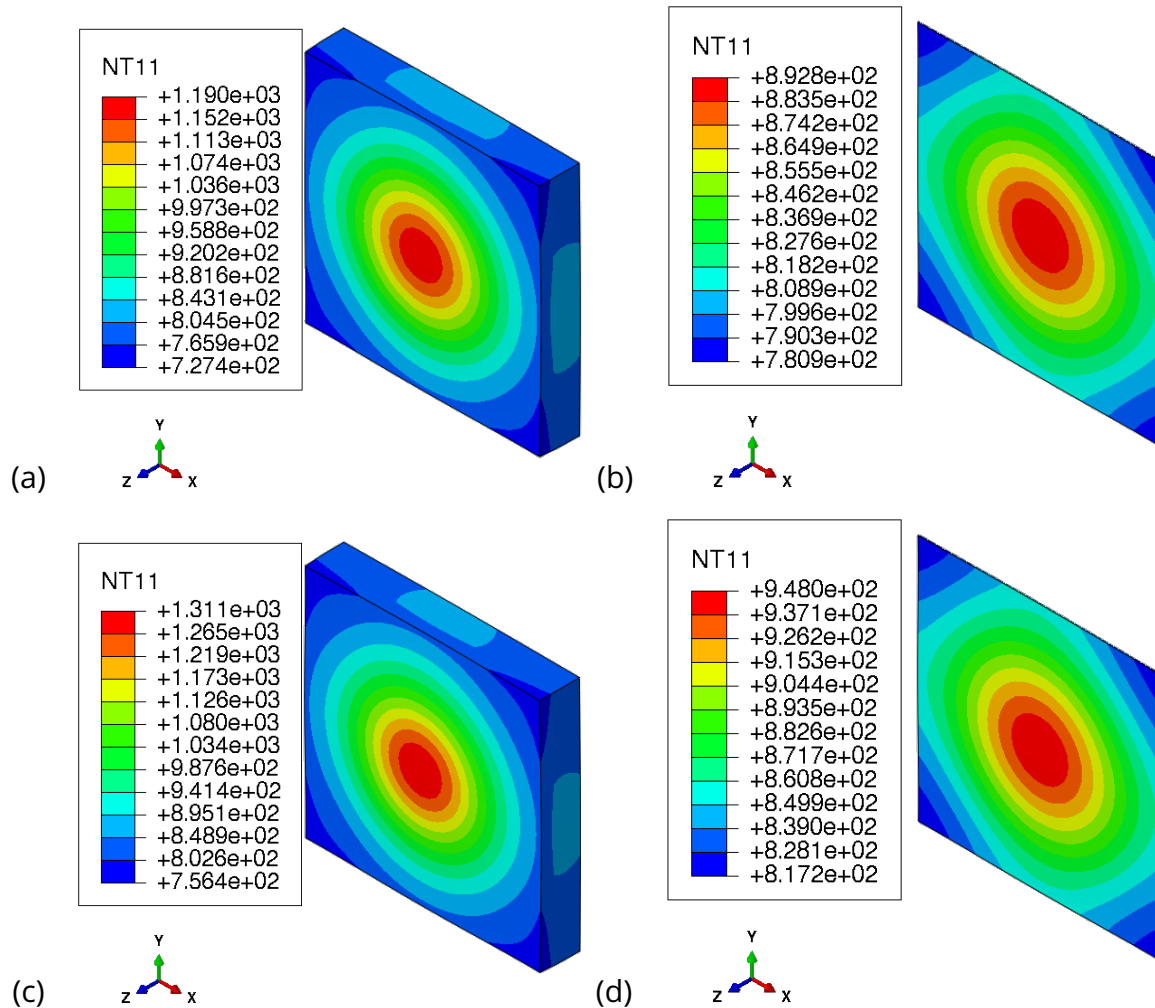


Figure 6.17 – Champ de température (en °C) calculé par EF avec : (a)  $-60\text{ °C}$  en surface, (b) températures induites à l'interface avec  $-60\text{ °C}$  en surface, (c)  $+60\text{ °C}$  en surface, (d) températures induites à l'interface avec  $+60\text{ °C}$  en surface.

Compte tenu de ces deux limites, ce résultat doit être nuancé.

### 6.2.3 Sous chargement laser décentré

Les résultats obtenus précédemment ne montrent pas de lien entre fissuration transverse du revêtement et oxydation de l'interface, que ce soit à température homogène ou sous gradients thermiques. Pour d'autres formes de fissuration, et en particulier dans le cas d'une fissuration au niveau de l'interface, les travaux de Richards et son équipe [38] soulignent un lien entre ce type de fissuration et l'oxydation de l'interface. En effet, dans cette étude, les auteurs s'intéressent à un système analogue, revêtu de disilicate d'ytterbium.

Afin d'investiguer ce mécanisme de délaminage en bord, des essais sous air ont été menés dans un premier temps. Pour cela, des échantillons de dimensions  $18\text{ mm} \times 18\text{ mm} \times 3,75\text{ mm}$  ont été choisis (dimensions compatibles avec le banc laser d'oxydation). Le revêtement sélectionné présentait une épaisseur de  $300\text{ }\mu\text{m}$  pour favoriser, lors de la sollicitation au banc BLOX (couplant gradient thermique et environnement oxydant), une température à l'interface supérieure à  $1000\text{ °C}$ . Le chargement thermique a été appliqué à l'aide d'un faisceau laser décentré sur la surface du revêtement. Le champ de température stabilisé induit est présenté sur la figure 6.18 en faces avant et arrière. Le chargement consiste en une rampe

de température de 240 s, un temps de maintien de 60 s et un refroidissement instantané. La température maximale au point le plus chaud de la surface du revêtement est de 1250°C. La température induite s'étend alors de 1250°C à 650°C. En face arrière, la température maximale au niveau de la zone située sous la partie chargée thermiquement est de l'ordre de 550°C. Les deux tiges visibles sur les cartographies sont des supports en alumine de sorte à ne pas perturber la thermique en face arrière. De plus, la boule visible en face arrière est un amas de colle haute température utilisée pour faire adhérer le guide d'onde (également visible sur la figure) à la face CMC afin de détecter les signaux acoustiques durant le chargement thermique. Un faisceau laser très focalisé et décentré a été utilisé afin d'accentuer les gradients thermiques.

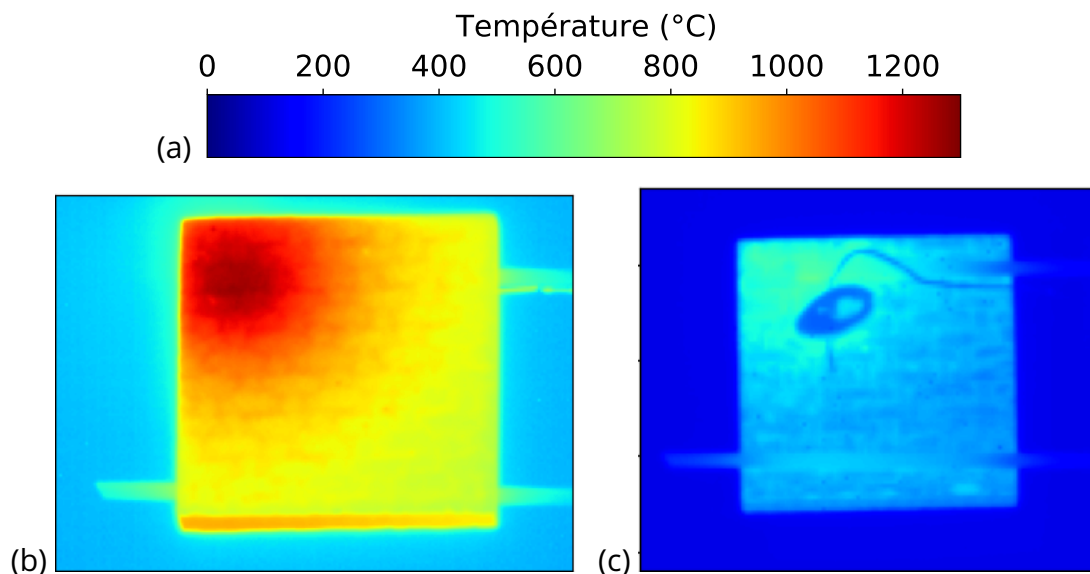


Figure 6.18 – (a) Échelle de température. Champ de température stabilisé induit par le chargement laser décentré à la surface du revêtement, sur la face : (b) avant, (c) arrière.

Suite à l'essai, l'échantillon a été enrobé et coupé suivant sa diagonale afin de faire des observations au cœur de l'éprouvette. La figure 6.19 présente une micrographie des trois couches observées au niveau de la zone la plus chaude de l'interface (située sous le revêtement sollicité par le laser). Comme attendu, aucune croissance d'oxyde n'est observée car l'essai s'est déroulé sous air. De plus, aucun endommagement de type faïençage thermique n'a été détecté dans le revêtement. Néanmoins, on observe le développement d'une fissure qui s'est formée au niveau du bord de l'échantillon, dans la sous-couche de silicium, avec un début de propagation dans cette même couche puis une bifurcation vers la couche de DSY. La fissure s'est par la suite propagée jusqu'à la surface du revêtement. La chronologie de fissuration proposée (amorçage de la fissure dans la couche de Si puis propagation dans le Si et bifurcation dans le revêtement) s'appuie sur l'observation de l'ouverture de la fissure qui est plus importante dans la couche de silicium. Ce type de mécanisme a été observé sur le système étudié par Richards et son équipe [38] puisque ces derniers mettent en évidence la formation d'une fissure à l'interface entre la sous-couche de silicium et le revêtement, suite à des cycles thermiques à température homogène (1316°C donc une température d'interface plus importante en comparaison avec notre cas).

Durant l'essai, l'échantillon était équipé d'un guide d'onde afin de détecter les événements acoustiques témoignant des instants correspondant à l'apparition de l'endommagement dans le système. La figure 6.20 montre que des signaux d'EA ont été détectés durant la

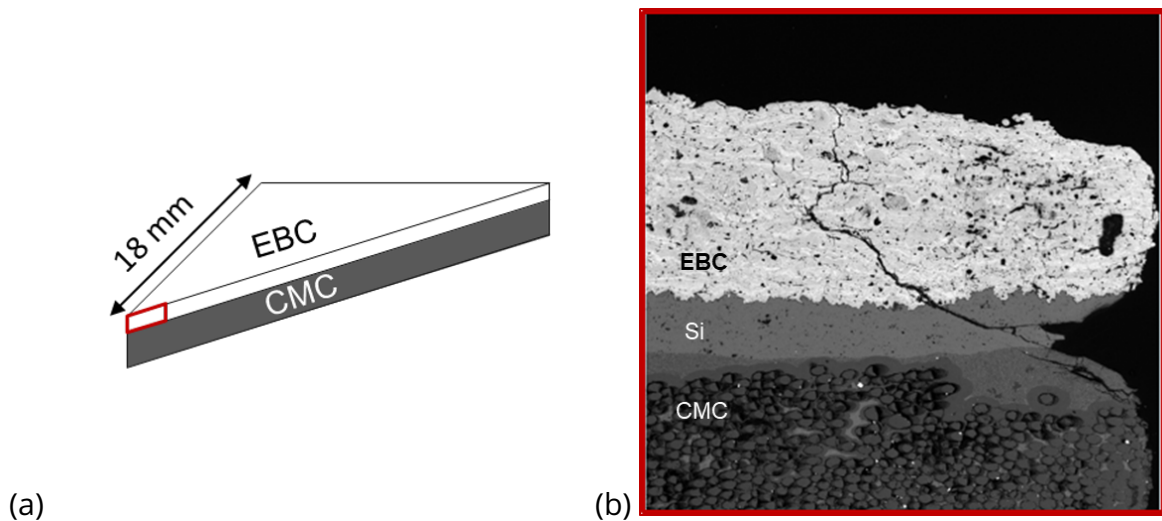


Figure 6.19 – Échantillon sollicité avec un laser décentré sur la surface du revêtement, sous air. : (a) Schéma présentant la zone observée en rouge. (b) Micrographie des trois couches du système après chargement thermique.

rampe de montée en température. De plus, notons qu'il n'y a pas eu de signaux détectés lors du maintien en température et lors du refroidissement (l'acquisition des signaux acoustiques ayant été faite durant tout l'essai). Ainsi, la fissure observée sur la figure 6.19(b) s'est formée pendant la montée en température et non pas lors du palier thermique stabilisé. Des essais complémentaires pourront permettre de confirmer ce résultat.

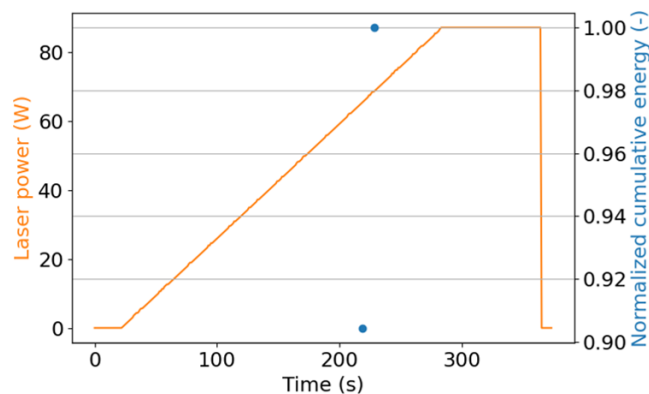


Figure 6.20 – Événements acoustiques détectés durant le chargement thermique sous air avec faisceau laser décentré.

Il est à noter que des essais dans les mêmes conditions mais avec un faisceau laser centré à la surface du revêtement ne permettent pas d'aboutir à ce type d'endommagement au bord de l'échantillon. La présence de cet endommagement pourrait mener à un écaillage d'une partie du revêtement. Aussi, la caractérisation de l'évolution de ce type d'endommagement sous un environnement oxydant en présence de gradients thermiques cyclés a été menée. Pour cela, 2 systèmes sains (sans fissures) ont été oxydés durant 35 h pour le premier et 100 h pour le second sous 50 kPa de vapeur d'eau et 50 kPa d'argon. Le chargement thermique a été appliqué à l'aide d'un faisceau laser décentré comme dans le cas présenté précédemment, avec une température surfacique maximale de 1250°C (figure 6.21). La rampe de température est également de 240 s afin de se replacer dans les mêmes conditions ayant mené à l'endommagement sous air. De par l'environnement oxydant et le positionnement

de l'échantillon, l'émission acoustique n'a pas pu être mise en place sur ces essais.

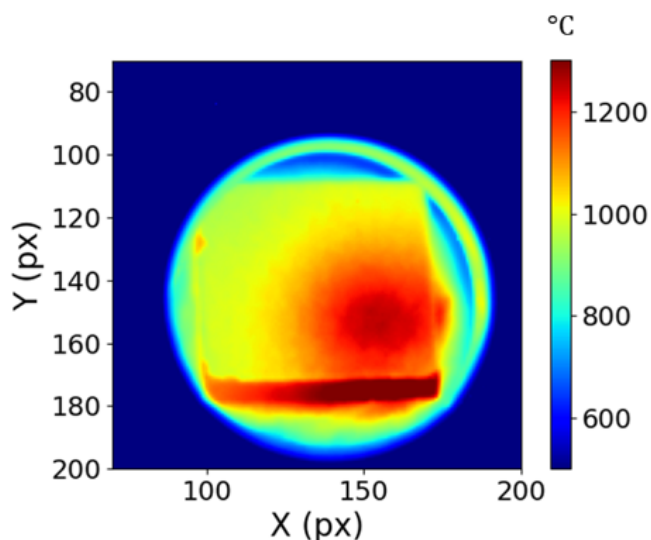


Figure 6.21 – Champ de température avec faisceau laser décentré, en présence de vapeur d'eau.

La figure 6.22 présente l'interface Si/EBC située en dessous de la zone du revêtement sollicitée par le faisceau laser, après 35 h d'exposition aux espèces oxydantes. On retrouve le même mécanisme d'endommagement que précédemment sous air : une fissure qui s'amorce au bord de l'échantillon, dans la sous-couche en Si, qui se propage dans cette sous-couche puis bifurque vers le revêtement. Cette fois, la fissure n'arrive pas tout à fait à la surface du revêtement. De plus, dans le silicium, on observe un gradient de niveau de gris au niveau des lèvres de la fissure. Ce gradient correspond à l'oxydation du silicium en silice sous exposition à la vapeur d'eau.

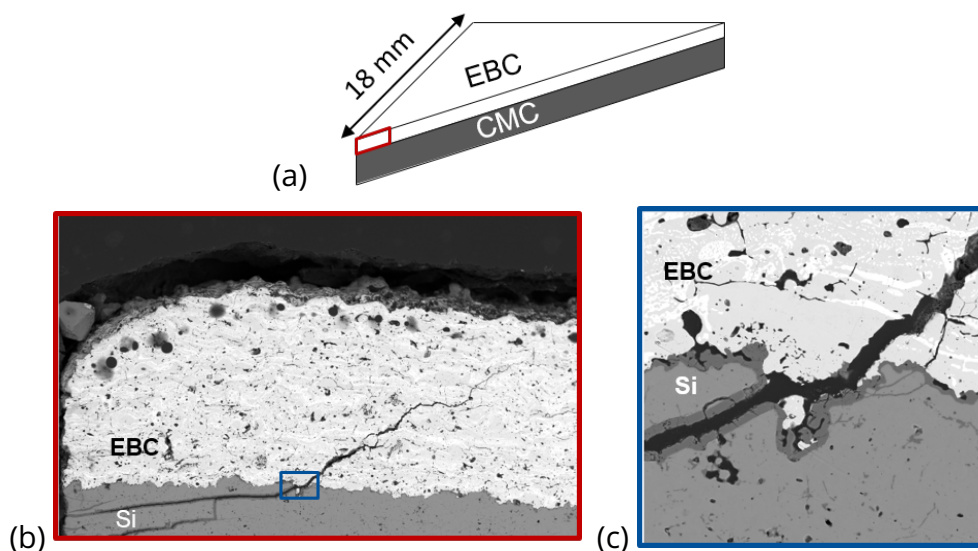


Figure 6.22 – Échantillon sollicité avec un laser décentré sur la surface du revêtement, sous atmosphère oxydante pendant 35 h. : (a) Schéma présentant la zone observée en rouge, (b) micrographie du système après oxydation, (c) zoom sur une zone.

Le second système a alors été exposé à la vapeur d'eau pendant une durée plus importante que précédemment (100 h contre 35 h). L'état de l'interface au niveau de la zone située sous

le faisceau laser (donc aux plus hautes températures) est présenté sur la figure 6.23. Dans ce cas, on observe d'abord la formation d'une fissure de délaminage dans la sous-couche de silicium puis une bifurcation de cette fissure dans le revêtement à deux endroits. La fissure se situant à droite semble moins ouverte et se propage moins dans l'épaisseur du revêtement que la fissure se situant à gauche. Une explication probable de cette différence de nombre de fissures par rapport à l'essai précédent pourrait être la localisation du faisceau laser, qui est moins décentré que précédemment. Notons que la position de la pointe de fissure gauche correspond à la zone de température maximale en surface de revêtement. On observe que la fissure présente une longueur de propagation dans la sous-couche plus importante que dans les cas précédents. De plus, on retrouve ce résultat dans les travaux de Richards [38]. Ce dernier décrit cet endommagement important par la forte oxydation ainsi que par la fissuration de la silice. La fissuration étant due aux forts gradients thermiques (puisque obtenue sous chargement laser sous air) combinés à la position du faisceau laser, ce résultat souligne que l'environnement oxydant a deux rôles majeurs. D'une part, il favorise à la fois une ouverture de fissure plus importante et une propagation de la fissure, dans la sous-couche, plus importante en comparaison avec le cas sous air et le cas à 35 h d'oxydation. Ce second point peut être lié à une ténacité de l'interface Si/EBC moins importante après une exposition à un environnement humide (ayant mené à une dégradation de l'interface) que lors d'une exposition sous air. D'autre part, les espèces oxydantes favorisent un endommagement de l'interface.

Dans les travaux de Richards [38], ce dernier met en évidence ce mécanisme de délaminage en bord. Il explique ce mécanisme par l'oxydation de la couche de liaison sur le bord des échantillons qui a provoqué des fissures de délaminage à l'interface couche de liaison-YbDS. Cet endommagement a progressé vers l'intérieur des échantillons au fur et à mesure que le nombre de cycles augmentait, en raison d'une combinaison de microfractures de la TGO et de la volatilisation par vapeur d'eau de la couche de TGO connectée à la surface. Dans son cas, la fissuration a lieu dans la couche de silice et non pas dans la couche de silicium. Bien que le chargement thermique cyclique soit homogène dans son cas, nous retrouvons la même tendance que dans notre étude (sans cyclages thermiques) : plus la durée d'exposition aux espèces oxydantes est élevée, plus la fissure s'amorçant au bord se propage dans la couche en question et plus l'interface est endommagée. Dans notre cas, cela est donc dû à la durée d'exposition et non pas au nombre de cycles thermiques appliqués. De plus, ce phénomène était accompagné dans son cas de la formation de vides dans la couche favorisée par le fluage qui, en combinaison avec les fissures, ont relaxé la contrainte de retrait significative associée à la perte de  $\text{SiO}_2$ . Cela n'a pas été observé dans notre cas car la température d'interface était plus faible.

### 6.3 Bilan

En investigant l'effet du couplage entre environnement oxydant et hautes températures, il a été possible de :

- Mesurer l'épaisseur de la TGO, à température homogène, pour plusieurs durées d'exposition. Ces résultats ont permis de souligner une croissance linéaire et ont constitué une base de données pour des comparaisons ultérieures d'épaisseurs formées sous gradients thermiques. Les durées d'exposition les plus longues n'ont cependant pas été utilisées pour les comparaisons car des limites liées à l'exploitation du banc BLOX n'ont pas permis de mener des essais de plus de 240 h.



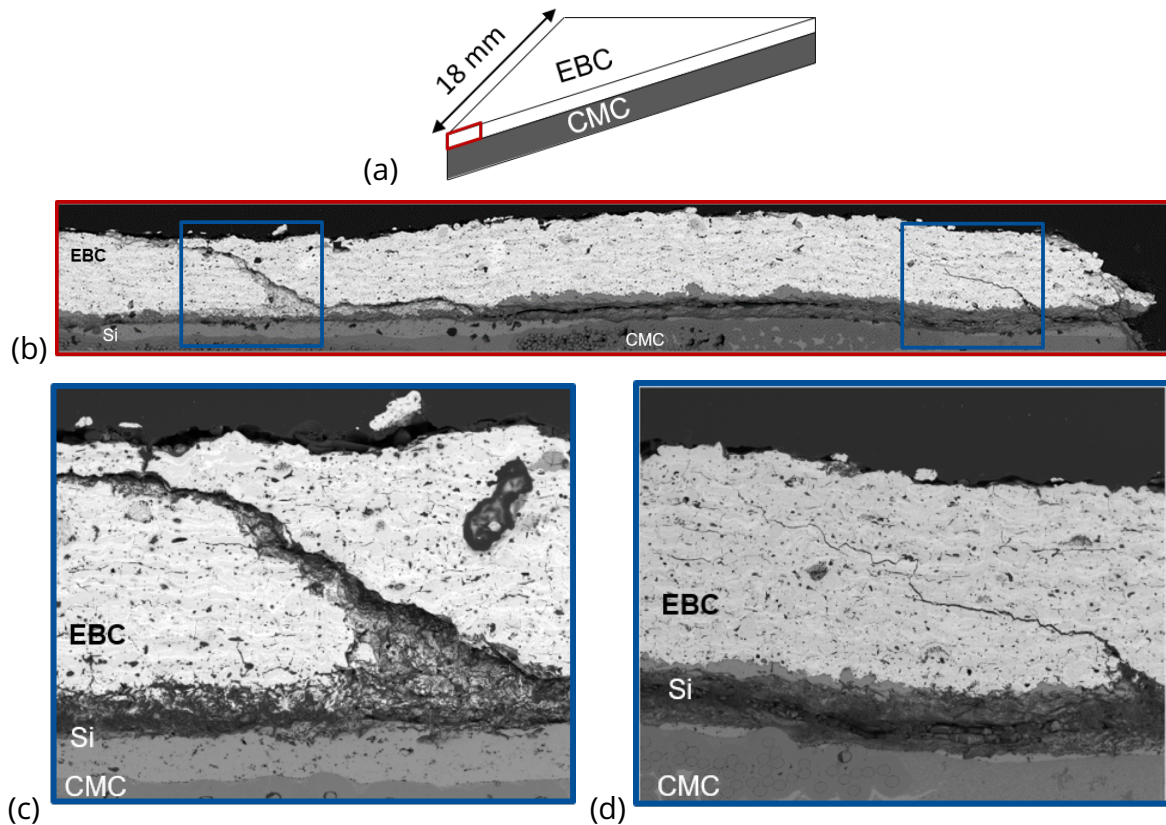


Figure 6.23 – Échantillon sollicité avec un faisceau laser décentré sur la surface du revêtement, sous atmosphère oxydante pendant 100 h. (a) Schéma présentant la zone observée en rouge. (b) Micrographie du système après oxydation, (c) zoom sur fissure gauche, (d) zoom sur fissure droite.

- Mesurer l'épaisseur de la TGO sur une interface sollicitée sous gradients thermiques qui induisent une gamme de températures variant de 850 à 1055°C. En un seul essai, il a alors été possible de se constituer une base de données concernant l'épaisseur de la TGO formée après 240 h sous gradients thermiques, pour plusieurs niveaux de température.
- Souligner que la présence d'un réseau de fissures, aussi bien à température homogène que sous gradients thermiques, ne semble pas impacter la cinétique de croissance de la TGO pour le système étudié.
- Mettre en avant un mécanisme de délaminage au bord des échantillons lorsque ces derniers sont sollicités sous faisceau laser décentré. Ce mécanisme de délaminage, induit par le chargement laser, peut être critique vis-à-vis de la durée du système lorsque ce dernier est placé en environnement oxydant. En effet, l'environnement humide aura pour conséquence de faire ouvrir et propager la fissure formée.

Les tendances mises en avant devront être confirmées à travers des essais de répétabilité et en particulier des essais à des durées d'exposition plus importantes. Cela permettra d'induire une épaisseur de TGO plus facilement mesurable. De plus, il convient de nuancer les résultats obtenus sous gradients thermiques. D'un point de vue expérimental, des améliorations concernant l'instrumentation de l'essai sont nécessaires afin de consolider les mesures



effectuées. Par exemple, il conviendrait de reconcevoir un porte échantillon qui permettrait à la fois de rehausser l'échantillon et d'y inclure de façon mieux maîtrisée des thermocouples en face arrière. En agrandissant le hublot d'accès à l'échantillon, il sera possible de mesurer tout le champ de température à la surface du revêtement. Ces améliorations pourront, à terme, faciliter le recalage du chargement thermique par calcul EF.



# Conclusion et perspectives

## Conclusion générale

L'objectif de ces travaux était de caractériser les mécanismes d'endommagement du système CMC/Si/ DSY sous des sollicitations représentatives de l'environnement multiphysique (chargement mécanique, gradients thermiques, gaz corrosifs) dans lequel évoluent les pièces de turbines de moteur d'aéronefs.

Dans la littérature, plusieurs études ont permis de mettre en évidence les principaux mécanismes d'endommagement affectant la tenue des CMC revêtus, à savoir : la récession de surface par vapeur d'eau, l'attaque par CMAS, l'érosion, l'impact par des corps étrangers, l'oxydation par vapeur d'eau (induisant une croissance de la TGO) et la fatigue thermique/thermomécanique (fluage du revêtement, fissuration du revêtement...). En particulier, l'étude a été cadrée autour de ces deux derniers mécanismes d'endommagement, pouvant fortement limiter la durée de vie du système. Ces travaux ont reposé sur des couplages forts, à savoir couplage entre thermique et mécanique, et couplage entre thermique et environnement oxydant. Un couplage faible entre ces trois sollicitations a également été abordé. Les travaux antérieurs ayant montré les limites des essais isothermes quant à la représentativité de la sévérité de l'environnement moteur, l'originalité de cette étude repose sur l'utilisation d'une chauffe laser. Ce type de chauffage permet de maîtriser le niveau de température appliqué et d'introduire des gradients thermiques à la surface et dans l'épaisseur du système qui soient représentatifs des sollicitations en service.

Les essais conduits dans une configuration de flexion 4 points couplée à des gradients thermiques avec un niveau de température dépassant 1300°C au point le plus chaud de la surface du revêtement ont été richement instrumentés. En particulier, des caméras en lumière visible ont été utilisées pour mesurer les champs cinématiques sur les deux faces latérales de l'éprouvette par CIN et stéréoCIN. Ces champs ont été par la suite utilisés pour tenter d'identifier les paramètres d'une loi de comportement en fluage pour le revêtement. Plusieurs points importants ont été mis en évidence :

- à haute température, les images acquises présentaient des variations de brillance/contraste qui s'accroissaient à certaines étapes du chargement (en particulier au cours de la montée en température). Ces variations sont liées à une dégradation du mouchetis par oxydation, de l'ombre sur certaines zones (sous les appuis hauts par exemple) ou encore une zone lumineuse due au spot laser. Une méthodologie de correction de brillance/contraste a alors été proposée. Cette méthodologie, appliquée à notre cas, a permis de réduire considérablement les résidus de corrélation tout en garantissant l'absence de problèmes de couplages entre des corrections attribuées à la variation de brillance/contraste et celles attribuées à la mesure cinématique. Cela a permis d'obtenir des champs cinématiques admissibles,
- la tentative d'identification des paramètres de la loi de fluage du revêtement, bien que n'ayant pas abouti, a permis de souligner la nécessité de maîtriser au mieux les conditions aux limites cinématiques mesurées sur les deux faces latérales, en particulier dans le cas d'un essai complexe couplant chargement mécanique de flexion mis en place manuellement sur un montage non fixe et chargement thermique en présence de gradients de température.

Les essais menés sous couplage thermomécanique ont permis de déterminer l'effet des niveaux du chargement thermique et mécanique, de la durée du refroidissement et de l'épaisseur du revêtement sur l'endommagement du système. Dans cette configuration, l'endommagement mis en évidence est la fissuration surfacique (*i.e.* faïençage thermique) et transverse (*i.e.* fissuration de surface traversant la totalité de la largeur des éprouvettes) du revêtement. Cette fissuration intervient lorsque les niveaux de température et de contrainte sont suffisamment élevés pour activer le fluage de l'EBC et que la durée du palier est suffisamment longue pour relaxer les contraintes liées aux gradients thermiques. L'analyse de l'instrumentation utilisée au cours des essais (CIN, thermographie IR et EA) et l'analyse post-mortem (MEB) couplées à la modélisation par EF de l'ensemble des cas ont permis de souligner plusieurs résultats importants :

(1) le niveau de température maximale en surface du revêtement impacte directement le niveau de contrainte de traction atteint lors du refroidissement puisqu'il conditionne l'activation du fluage et de ce fait la relaxation des contraintes au cours du palier thermique. Ainsi, plus la température est élevée au niveau de la zone centrale, plus le revêtement présente une zone d'endommagement étendue à sa surface.

(2) l'ajout d'un chargement mécanique en plus du chargement thermique présente un fort impact sur le réseau de fissures. Expérimentalement, plus le niveau de chargement mécanique est élevé, plus le réseau présente des fissures bidirectionnelles. Dans le cas du chargement mécanique le plus important sur le revêtement le plus épais, ces fissures ont mené à une rupture complète de l'éprouvette. L'absence de chargement mécanique, ou un faible chargement mécanique, conduit à un faïençage thermique, aux mailles hexagonales, confiné dans l'épaisseur du revêtement. De plus, la modélisation de l'ensemble de ces cas a permis de souligner que l'ajout d'un chargement mécanique influence la répartition globale du champ de contrainte longitudinale avec un niveau de traction élevé même en dehors de la zone de chauffe. Cela permet d'expliquer la modification de l'étendue et de la forme des réseaux de fissures (bidirectionnelles) observés.

(3) dans cette configuration d'essais, l'endommagement n'a été détecté (par EA) que durant l'étape de refroidissement du laser. Ce résultat a été confirmé par l'analyse de l'évolution des contraintes au cours des cycles de chargement. La durée de refroidissement a un impact à la fois sur l'instant d'amorçage de l'endommagement et son étendue dans l'épaisseur du revêtement. Concernant le premier effet, les essais portant sur différentes durées de refroidissement ont permis de souligner que la fissuration était décalée dans le temps lorsque le refroidissement était plus lent. Concernant le second effet, plus le refroidissement est rapide plus le réseau de fissures est profond. Ce résultat n'a cependant pas pu être expliqué par calculs car le modèle mis en place ne prend pas en compte le fluage primaire du système ni l'endommagement de ce dernier.

(4) l'épaisseur du revêtement est un paramètre géométrique important dans l'endommagement du système. En effet, il a été mis en évidence, à iso-chargement thermomécanique, que l'apparition du réseau de fissures, ainsi que sa forme, dépendent de l'épaisseur du système. Pour une épaisseur de 1400  $\mu\text{m}$ , un réseau de fissures bidirectionnelles atteignant possiblement l'interface du système a été observé. Pour une épaisseur de 1000  $\mu\text{m}$ , un réseau de faïençage thermique circulaire, avec des fissures confinées dans l'épaisseur du revêtement, a été obtenu. Enfin, en dessous d'une certaine épaisseur, le revêtement ne présente aucun endommagement observable au MEB. En effet, quel que soit le niveau du chargement méca-

nique appliqué (restant sous le seuil d'endommagement à froid des constituants), le niveau de contrainte atteint au refroidissement reste inférieur au seuil d'endommagement considéré pour cette épaisseur de revêtement. Ce mécanisme est principalement lié au niveau de température induit dans l'épaisseur du système qui participe aux dilatations thermiques différentielles de ses constituants.

Pour l'ensemble des cas ayant présenté une fissuration du revêtement, l'endommagement s'est amorcé au cours de l'étape de refroidissement du premier cycle de chargement thermique. L'analyse du second cycle thermique a permis de souligner l'influence du faïençage thermique sur le comportement macroscopique au cours des cycles suivants. De plus, en présence de fissuration, nous avons noté une reprise de charge dans le CMC qui peut mener à un endommagement ou à la propagation du réseau de fissures de l'EBC vers le CMC avec à terme une rupture de l'échantillon.

Après avoir caractérisé l'endommagement du système CMC/EBC sous chargement thermomécanique, l'intérêt s'est porté sur la caractérisation de son endommagement lors de l'ajout d'un environnement humide à un chargement thermique. Plusieurs résultats forts ont pu être obtenus.

D'une part, en sollicitant un échantillon non endommagé, il a été possible, à travers un seul essai sous gradients thermiques en présence de vapeur d'eau (pour une durée d'exposition de 240 h), de constituer une base de données de mesures de l'épaisseur de la TGO formée sur une gamme de température s'étendant de 850 à 1055°C à l'interface (températures calculées par éléments finis). Cette base de données peut être comparée à plusieurs mesures à température homogène.

D'autre part, l'impact de la présence d'endommagement dans le revêtement sur le comportement sous des sollicitations couplant un gradient thermique, à haute température, et un environnement humide a été investigué. Dans le premier cas, il a été possible de montrer que la présence de fissures (surfaciques ou arrivant jusqu'à l'interface du système) à température homogène ne menait pas à une croissance plus importante de la TGO en comparaison avec des systèmes non fissurés. Ce résultat suggère alors que la croissance de la TGO est pilotée par une diffusion moléculaire de la vapeur d'eau. Dans le deuxième cas, en sollicitant un échantillon endommagé (faïençage thermique à la surface du revêtement) sous faisceau laser centré et en environnement oxydant, il a été possible de confirmer le résultat obtenu préalablement à température homogène : la présence de fissures n'accélère pas la croissance de la TGO et cela même en présence de gradients thermiques. Enfin, le dernier résultat fort porte sur un mécanisme de délaminage au bord de l'interface. Cet endommagement s'amorce lors de la montée en température, en présence de forts gradients thermiques surfaciques proches des bords de l'échantillon. L'ajout d'un environnement humide favorise la formation de plusieurs fissures, leur propagation dans la sous-couche (indiquant une baisse de la ténacité de l'interface au cours de l'exposition sous environnement humide) ainsi qu'une ouverture de fissures plus importante et un endommagement de l'interface. A terme (temps d'exposition plus long), ce mécanisme mènerait à l'écaillage d'une partie du revêtement.

Les mécanismes d'endommagement mis en évidence dans ces travaux permettent de définir des chargements admissibles pour le système CMC/EBC et des niveaux de contrainte générant un endommagement. A travers la caractérisation de la dégradation du système sous couplages, il est possible de souligner deux limites de fonctionnement du système : le cas

d'un chargement thermomécanique avec un niveau mécanique menant à une fissuration traversante et le cas de gradients thermiques sévères proches des bords sous environnement oxydant menant à un mécanisme de délaminage du revêtement en bord. Ces deux limites doivent être prises en compte dans la conception et pour l'intégration de pièces en CMC revêtus en termes d'épaisseur de revêtement utilisé et de température limite de pièce.

En résumé, les essais mis en place pour caractériser les endommagements du système sous chargements complexes sont assez peu rencontrés dans la littérature. L'originalité de l'étude repose sur l'utilisation d'un banc laser permettant de générer des gradients thermiques 3D, couplé à un chargement mécanique ou à un environnement humide contrôlé. L'instrumentation utilisée a permis de maîtriser l'essai et d'augmenter le niveau de compréhension des mécanismes mis en jeu. Ainsi,

- l'analyse des images acquises au cours des cycles de chargement a permis de mesurer les champs cinématiques induits pour les imposer en tant que conditions aux limites cinématiques dans le modèle EF et les analyser pour étudier l'effet de la fissuration sur le comportement macroscopique du système. Les champs cinématiques n'ont cependant pas permis de détecter la fissuration transverse se propageant vers l'interface du fait de la très petite ouverture des fissures et du faible nombre de cas rencontrés,
- la mesure du champ thermique par thermographie IR a permis, au cours des essais, d'étalonner la puissance du laser permettant d'atteindre le niveau de température visé et de piloter la forme du faisceau imposé (modifiant les gradients de températures). Après essai, l'analyse du champ de température mesuré a permis d'une part de mettre en place un modèle EF le plus proche possible du chargement thermique imposé à l'éprouvette et d'autre part de comprendre l'impact de ce chargement sur la fissuration du revêtement. Il y a tout de même des améliorations à apporter sur la mesure du champ de température dans le cas d'essais en environnement (cela sera abordé dans la partie suivante).
- le recours à l'EA a permis dans de nombreux cas de détecter les instants d'amorçage de l'endommagement (selon les cas, soit lors de la montée en température pour le délaminage en bord, soit au cours du refroidissement dans le cas du couplage thermomécanique). Cependant, cette détection n'a pas toujours été possible (lié au couplage entre le guide d'onde et le CMC) ce qui n'a pas permis d'estimer finement l'instant d'amorçage de l'endommagement pour tous les cas étudiés.
- même si l'observation post-mortem de l'état du système au MEB ne peut être définie comme une instrumentation, le recours à ces observations a été d'une grande aide pour mettre en évidence les endommagements obtenus suite aux différents cas de chargements menés.

Ces essais, aidés par l'instrumentation mise en place, ont permis d'étudier les mécanismes d'endommagement du système par fissuration du revêtement, fissuration de l'interface et croissance d'oxyde.

Ces travaux ont permis de mettre en place une méthodologie de caractérisation de l'endommagement du système CMC revêtu sous chargements complexes. Dans le cas d'une évolution de la composition du système notamment une modification de la formulation du revêtement, il est indispensable de connaître les propriétés des matériaux composant le nou-

veau revêtement. En effet, les niveaux de contraintes obtenus par calculs EF dépendent en premier lieu du module d'élasticité. Les propriétés thermiques sont également nécessaires. D'une part, l'émissivité est indispensable afin de calibrer la puissance laser et atteindre le niveau de température maximal souhaité à la surface du revêtement (par mesure du champ de température). D'autre part, les propriétés de convection, de rayonnement et de conduction sont nécessaires afin de reproduire au mieux, par modélisation EF, le chargement thermique imposé expérimentalement. De plus, les coefficients de dilatation thermique permettent de remonter aux déformations du système. Ainsi, la connaissance de l'ensemble de ces propriétés dans un premier temps rend possible dans un second temps l'application de la méthodologie de caractérisation de l'endommagement employée dans ces travaux afin de caractériser les mécanismes de dégradation d'une nouvelle formulation de revêtement.

## Perspectives

Ces travaux ont permis de mettre en évidence plusieurs perspectives intéressantes afin de compléter et d'approfondir les résultats présentés précédemment. L'instrumentation mise en place lors des essais thermomécaniques avait pour objectif d'aider à la caractérisation et la compréhension des mécanismes d'endommagement du système CMC/EBC. Quelques limites ont tout de même été rencontrées.

La méthodologie mise en place pour l'identification de la loi de fluage du revêtement a été présentée mais n'a pas pu être menée jusqu'au bout pour apporter le résultat escompté. Cette partie présente plusieurs voies d'amélioration à prendre en compte dans un premier temps :

- des déplacements verticaux et horizontaux contrôlés et connus ont été imposés aux éprouvettes à l'aide d'une table micro-contrôle. Ces déplacements permettent de remonter au facteur d'échelle permettant l'estimation des déplacements. Le moyen utilisé étant ancien, le mécanisme de la table induit des vibrations pouvant perturber la bonne estimation du facteur d'échelle. De plus, contrairement à ce qui a pu être fait durant les essais, cette étape doit être menée juste avant l'essai afin d'éviter des mouvements parasites des systèmes de stéréovision qui rendraient le facteur d'échelle calculé obsolète.
- il conviendrait de modifier le pilotage du chargement mécanique. Dans ces essais, ce dernier est imposé en accrochant des masses mortes au montage. Or, le montage n'étant pas fixe, il se déplace et perturbe ainsi l'étalonnage des systèmes de stéréovision ainsi que le positionnement du faisceau laser au centre de l'éprouvette. L'installation de l'échantillon induit également un mouvement du montage. La fixation du montage de flexion et le recours à un pilotage hydraulique ou électromécanique du chargement mécanique (par exemple) permettraient d'éviter ces perturbations.

Dans un second temps, il conviendrait de repenser le type d'essais utilisé pour l'identification du fluage. Une étape intermédiaire consisterait à mener l'identification à température homogène couplée à un chargement mécanique par exemple. Une fois cette étape validée, l'étape suivante consisterait à se placer sous gradients thermiques. De plus, une épaisseur de revêtement plus importante pourrait également faciliter cette identification.

En ce qui concerne la caractérisation expérimentale de l'endommagement du système sous



chargement thermomécanique, il apparaît nécessaire de refaire une campagne d'essais afin de tester plusieurs durées de refroidissement tout en ayant un meilleur couplage du guide d'onde sur le CMC pour la mesure de l'activité acoustique. Ces essais permettront de mieux estimer l'instant d'amorçage de l'endommagement pour chaque durée de refroidissement et de lier ces instants au niveau de température atteint sur la zone centrale de la surface du revêtement et la température en face arrière.

La seconde campagne d'essais intéressante à mener dans la configuration de flexion 4 points sous gradients thermiques consiste en deux essais avec un palier de température d'une heure. Contrairement au palier de température d'une durée de trois heures appliqué jusque là dans ces travaux, un palier plus court permettrait de ne relaxer qu'une partie des contraintes. De plus, il faudrait mener cet essai pour un cas sous chargement couplé et un cas sous gradients thermiques seuls. Ces deux essais permettront de voir le type de réseau de fissures formé sous ces conditions et de mieux apercevoir l'impact de la relaxation des contraintes et du chargement mécanique sur la forme du réseau de fissures obtenue. Cela précisera les résultats obtenus dans ces travaux.

Pour compléter ces essais, d'un point de vue modélisation, il est indispensable d'introduire dans le modèle EF l'endommagement explicite du revêtement (à travers l'utilisation d'outils tels que XFEM ou Zcracks) tout en prenant en compte le fluage primaire et secondaire. Cela donnera accès à des seuils de contraintes plus réalistes que ceux déterminés sans prise en compte de l'endommagement. Il sera également possible de capter l'activation du fluage durant les refroidissements d'une durée de quelques minutes. Cette évolution de la modélisation permettra :

- de déterminer des niveaux de contraintes plus réalistes aux instants d'amorçage de l'endommagement (qui sont déterminés par suivi des événements acoustiques lors d'essais menés à plusieurs durées de refroidissement). Un lien pourra donc être établi entre instant d'amorçage, niveau de température et seuil de contrainte,
- d'étudier la phase de propagation de l'endommagement dans le revêtement afin de déterminer les cas propices à la propagation du réseau vers l'interface du système. Cette étude peut être menée en introduisant par exemple quelques fissures jusqu'à la moitié de l'épaisseur du revêtement et en analysant l'évolution de l'état de contraintes sous chargement thermomécanique dans l'épaisseur du revêtement ainsi que le taux de restitution d'énergie pour déterminer si la contrainte imposée par ces fissures favorise la propagation du réseau,
- d'étudier plus finement l'impact de cette fissuration sur le fluage des constituants au cours de cycles supplémentaires. En particulier, dans le cas d'un système fissuré subissant un deuxième cycle de chargement, la mise en compression du système a tendance à refermer (en partie, mais cela reste à quantifier) les fissures. Expérimentalement, l'analyse par CIN a souligné un comportement macroscopique différent lors du second cycle. Un modèle prenant en compte explicitement la fissuration dans le revêtement permettrait d'étudier plus finement cet aspect.

En ce qui concerne la caractérisation de l'endommagement du système sous atmosphère humide en présence de gradients thermiques, plusieurs tendances ont été mises en évidence. Il conviendrait de confirmer celles-ci à travers d'autres essais de répétabilité et plus particulièrement à des durées d'exposition plus importantes menant à une épaisseur de TGO plus

importante. Une évolution du montage devra être envisagée afin de pouvoir mieux mesurer la thermique imposée en face avant et induite en face arrière. Cela permettra alors de fiabiliser le recalage thermique sur le modèle EF et de ce fait de mieux estimer le niveau de température de l'interface.

Pour aller plus loin dans la caractérisation expérimentale de l'endommagement du système, l'étape suivante consisterait à coupler les trois sollicitations en même temps. Un banc d'essai allant dans ce sens est en cours de finalisation à l'ONERA et permettra d'étudier ces mécanismes d'endommagement dans des conditions encore plus représentatives de l'application moteur. D'un point de vue numérique, une autre perspective porte sur le développement d'un modèle capable de prévoir les effets des endommagements et les effets des éventuels couplages caractérisés, sur la durée de vie du système.



## **Annexes**

**Annexe 1 : Article : High temperature digital image correlation using brightness and contrast corrections**

# High temperature digital image correlation using brightness and contrast corrections

Ines HAMADOUCHE <sup>\*1,3</sup>, Thibaut ARCHER<sup>1</sup>, Pierre BEAUCHÊNE<sup>1</sup>, Thomas VANDELLOS<sup>2</sup>, and François HILD<sup>3</sup>

<sup>1</sup>DMAS, ONERA, Université Paris-Saclay Châtillon, France

<sup>2</sup>SAFRAN Ceramics, a technology platform of Safran Tech, Le Haillan, France

<sup>3</sup>Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS, LMPS–Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, Gif-sur-Yvette, France

**Abstract:** The characterization of materials for extreme environments involves experimental challenges such as displacement measurements at very high temperatures. Finite Element-based Digital Image Correlation (DIC) associated with gray level corrections is a useful non-contact technique to analyze very high temperature tests. For these demanding cases, non-negligible variations in brightness and contrast are observed and can be confused with displacement changes. This phenomenon thus directly impacts kinematic measurements. The benefits of brightness and contrast corrections are shown on very challenging cases consisting of a coated ceramic matrix composite heated up to 1250°C, and a hafnia based material heated up to 1860°C for which gray level inversion occurred. The procedure developed herein is detailed for each case allowing the gray level residuals to be reduced while mitigating the couplings between brightness and contrast corrections with displacement changes.

**Keywords:** Thermomechanical test, global DIC, high temperature, gray level corrections

---

\*Corresponding author: hamadouche.ines.pro@gmail.com

# 1 Introduction

The multiphysical environment encountered in aeronautics and aerospace fields requires the development of new and more efficient materials [1, 2, 3] that are compatible with extreme environments (high temperatures, corrosive gases). This requirement leads to the development of multilayered systems. Such materials have to sustain thermal stresses and call for high temperature characterizations [4, 5] to get access to essential material properties such as thermal expansion coefficients. Non-contacting techniques [6] such as Digital Image Correlation (DIC) [7, 8] are used for this purpose.

Based on the analysis of numerical images, DIC is a full-field technique that enables displacement fields to be measured on surfaces subjected to mechanical [9, 10] or thermal [11] loadings. It usually requires the surface of the tested sample to be patterned. DIC can be conducted in 2D, using one visible light (or infrared) camera to measure in-plane displacements [12, 10] or by using stereo-correlation to capture 3D-surface displacement fields [8, 13, 14] (at least two visible light cameras are required). DIC has been developed in two ways, either local [7] or global [12]. The main difference comes from the fact that the problem is solved on a subset (the image being divided into several subsets) for the first method, while the minimization is conducted on the whole Region Of Interest (ROI) for the second one.

DIC techniques are carried out at room temperature [8] as well as at high temperatures. For instance, Lyons et al. [11] have proven the feasibility of DIC for thermal expansion analysis and tensile load up to 650°C. Novak and Zok [15] were able to carry out DIC up to 1500°C, and Pan et al. [16] up to 3000°C. However, performing DIC at high temperatures induces several challenges. One of the most penalizing phenomena is the heat haze effect, which is due to variations of the refractive index caused by temperature gradients between ambient air and the hot sample surface. The easiest solution is the addition of a fan, which is mandatory in the case of tests in furnaces [17]. In more complex cases, spacetime DIC, based on a modal decomposition of the measured displacement field, allowed this effect to be mitigated [5]. Furthermore, the speckle pattern stability may bias DIC measurements. For example, elevated temperature in oxidizing environment leads to the degradation of commonly used paint [11, 18, 19], which may result in the non-conservation of the gray level distribution and thus a contrast loss. Pan et al. [20] resorted to cobalt oxide mixed with inorganic adhesive to perform tests up to 1200°C.

To deal with the previous phenomena, gray level corrections were introduced. Lighting with band pass filters [21, 20, 15], working at shorter wavelengths as suggested by Planck's law [27] allowed radiation effects due to high temperatures to be reduced. Besides the afore-mentioned hardware improvements, software solutions were also implemented very early on [9, 8]. The corrections are generally uniform over each subset [22, 23, 24]. The so-called Zero-Normalized Cross-Correlation (ZNCC) and Zero-Normalized Sum of Squared Differences (ZNSSD) criteria are two of the most popular corrections [25, 22, 8, 23, 24]. An alternative route consists in performing *explicit* brightness and contrast corrections [12, 24]. It will be shown that this formalism allows gray level inversions to be accounted for, contrary to classical criteria. Its advantages have been observed in several cases. For instance, Sciuti et al. [26] showed that the use of BCCs significantly reduced gray level residuals enabling cracks with small openings to be detected in a refractory castable placed in a climatic chamber. At very high temperatures (i.e., 1860°C), Archer et al. [27] were able to perform DIC on tests for which gray level inversion occurred.

The aim of this paper is to tailor brightness and contrast corrections to deal with very severe gray level changes on images during high temperature tests. Two cases are studied. In the first one, small displacements with low uncertainty are measured whereas for the second case, a displacement field is sought on images with large brightness and contrast variations. In the following, the framework for global (i.e. FE-based) 2D-DIC is coupled with brightness and contrast corrections. For both cases, the tested materials (a coated ceramic matrix composite heated up to 1250°C and a hafnia ceramic heated up to 1860°C) and the experimental

setups are presented. A procedure is proposed to reduce residual levels while mitigating the couplings between displacement corrections and BCCs. It is in particular achieved by convergence analyses of the DIC calculations. To this end, three indicators are introduced, namely, i) the number of iterations to convergence, ii) the root mean square gray level residuals, iii) the standard differences between displacement without and with corrections.

## 2 DIC framework with BCCs

The analysis by DIC is carried out via a global approach [12]. By considering a region of interest (ROI) and assuming the continuity of kinematic fields, global DIC is based on the minimization of the gray level residuals over the whole ROI. In the following, vectors, tensors and matrices are bold characters. Considering  $f(\mathbf{x}, t_0)$  the reference image acquired at time  $t_0$  and  $f(\mathbf{x}, t)$  that of the deformed configuration at time  $t$ , the conservation of their gray levels implies to find a displacement  $\mathbf{u}(\mathbf{x}, t)$  such that [12, 10]

$$f(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}, t), t) = f(\mathbf{x}, t_0) \quad (1)$$

with  $\mathbf{x}$  any pixel belonging to the ROI, and  $\mathbf{u}(\mathbf{x}, t)$  the sought displacement. When the conservation of gray levels is not satisfied, in particular when there are variations in brightness and contrast for example, it is possible to correct the reference image [12, 28, 29, 30]

$$\hat{f}(\mathbf{x}, t_0) = f(\mathbf{x}, t_0) + b(\mathbf{x}, t_0) + c(\mathbf{x}, t_0)f(\mathbf{x}, t_0) \quad (2)$$

where  $b(\mathbf{x}, t_0)$  is the brightness correction, and  $c(\mathbf{x}, t_0)$  the contrast correction. Correction fields can be written as power expansions of the reference image. Equation (2) leads to an affine model at the pixel level, which is commonly performed at the subset scale in local DIC [8, 9, 22, 23], yet generally not written in this form. In the present work, non-uniform corrections are considered. Various spatial approximations were proposed [12, 24, 28]. Finite element discretizations are selected herein for the sake of simplicity and adaptability. By noting  $\tilde{f}$  the deformed image corrected by the measured displacement  $\mathbf{u}(\mathbf{x}, t)$

$$\tilde{f}(\mathbf{x}, t) = f(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}, t), t) \quad (3)$$

it is then necessary to find  $\mathbf{u}$ ,  $b$  and  $c$  fields such that  $\rho$ , the squared norm of the residual  $\eta$ , is minimized over the ROI [12]

$$\rho = \sum_{ROI} \eta(\mathbf{x}, t)^2 \quad \text{with} \quad \eta(\mathbf{x}, t) = \hat{f}(\mathbf{x}, t_0) - \tilde{f}(\mathbf{x}, t) \quad (4)$$

When each pixel of the picture is considered independently, the number of unknowns is greater than the number of equations, which leads to an ill-posed problem. It is then necessary to regularize it. For this purpose, the fields  $\mathbf{u}$ ,  $b$  and  $c$  are decomposed over the following bases

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}, t) = \sum_i u_i \boldsymbol{\theta}_i(\mathbf{x}, t) \quad (5)$$

$$b(\mathbf{x}, t) = \sum_p b_p \varphi_p(\mathbf{x}, t) \quad (6)$$

$$c(\mathbf{x}, t) = \sum_p c_p \varphi_p(\mathbf{x}, t) \quad (7)$$

where  $\boldsymbol{\theta}_i(\mathbf{x}, t)$  and  $\varphi_p$  are shape functions, and  $u_i$ ,  $b_p$ ,  $c_p$  the nodal amplitudes to be determined. All displacement amplitudes are gathered in the column vector  $\{\mathbf{u}(t)\}$ , and the correction amplitudes in the column vector  $\{\mathbf{a}(t)\}$ .



The residual minimization consists in solving linear systems in terms of displacement corrections  $\{\delta\mathbf{u}(t)\}$  [12]

$$[\mathbf{H}^u] \{\delta\mathbf{u}(t)\} = \{\mathbf{b}^u(t)\} \quad (8)$$

with the use of a Gauss-Newton iterative scheme, where the Hessian matrix is written as

$$H_{ij}^u = \sum_{\Omega} (\nabla \hat{f} \cdot \boldsymbol{\theta}_i)(\mathbf{x}, t) (\nabla \hat{f} \cdot \boldsymbol{\theta}_j)(\mathbf{x}, t) \quad (9)$$

and the Jacobian vector

$$b_i^u(t) = \sum_{\Omega} (\nabla \hat{f} \cdot \boldsymbol{\theta}_i)(\mathbf{x}, t) (\hat{f} - \tilde{f})(\mathbf{x}, t) \quad (10)$$

with  $i$  and  $j$  indices associated with the shape function set describing the kinematic field. In order to mitigate couplings between the displacement and the variation of gray levels, it is important to have a pre-estimation of the displacement field. The correction field is then updated for a given displacement field by minimizing the square norm of the residuals  $\eta_a$

$$\eta_a(\mathbf{x}, t) = b(\mathbf{x}, t) + c(\mathbf{x}, t)f(\mathbf{x}, t) + f(\mathbf{x}, t) - \tilde{f}(\mathbf{x}, t) \quad (11)$$

In this case, the linear system to be solved becomes [12]

$$[\mathbf{H}^a] \{\mathbf{a}(t)\} = \{\mathbf{b}^a(t)\} \quad \text{with} \quad [\mathbf{H}^a] = \begin{bmatrix} [\mathbf{H}^{bb}] & [\mathbf{H}^{bc}] \\ [\mathbf{H}^{cb}] & [\mathbf{H}^{cc}] \end{bmatrix}, \quad \{\mathbf{b}^a(t)\} = \begin{Bmatrix} \{\mathbf{b}^b(t)\} \\ \{\mathbf{b}^c(t)\} \end{Bmatrix} \quad (12)$$

and

$$H_{pq}^{bb} = \sum_{\Omega} \varphi_p(\mathbf{x}, t) \varphi_q(\mathbf{x}, t), \quad (13)$$

$$H_{pq}^{bc} = H_{pq}^{cb} = \sum_{\Omega} \varphi_p(\mathbf{x}, t) \varphi_q(\mathbf{x}, t) f(\mathbf{x}, t), \quad (14)$$

$$H_{pq}^{cc} = \sum_{\Omega} \varphi_p(\mathbf{x}, t) \varphi_q(\mathbf{x}, t) (f)^2(\mathbf{x}, t) \quad (15)$$

$$b_p^b(t) = \sum_{\Omega} (\varphi_p(\tilde{f} - f))(\mathbf{x}, t), \quad b_p^c(t) = \sum_{\Omega} (\varphi_p f(\tilde{f} - f))(\mathbf{x}, t) \quad (16)$$

with  $p$  and  $q$  the indices associated with the set of shape functions describing the correction fields.

The global minimization is conducted alternately with kinematic corrections [30]

$$\{\mathbf{u}(t)\}^{k+1} = \{\mathbf{u}(t)\}^k + \{\delta\mathbf{u}(t)\} \quad (17)$$

then BCCs

$$\{\mathbf{a}(t)\}^{k+1} = \{\mathbf{a}(t)\}^k + \{\delta\mathbf{a}(t)\} \quad (18)$$

where  $\hat{f}$  and  $\tilde{f}$  are sequentially updated until the absolute displacement correction is less than a fixed threshold. It is worth noting that for cases when brightness and contrast variations remain limited, the sequential approach is not needed [12]. However, in the cases analyzed herein, it was important to uncouple as much as possible the two corrections. The procedure proposed in the following is based on this sequential algorithm. The number of iterations to convergence is a strong indicator of the good performance of the calculations and the absence (or mitigation) of coupling between displacements and variations of brightness and contrast.

### 3 Case 1: Ceramic Matrix Composite heated up to 1250°C

#### 3.1 Material and Setup

The material system used in this test was made by SAFRAN CERAMICS. It is in development for integration in hot areas of next generation of aircraft engines [31, 3]. It had a parallelepiped (100 mm × 50 mm × 4.1 mm) geometry. It was composed of a substrate, namely, a ceramic matrix composite (CMC CERASEP A600) based on silicon carbide (SiC/SiC). To protect this material from high temperature oxidizing environments in aircraft engines, an environmental barrier coating (EBC) made of  $Y_2Si_2O_7$  was used. In this study, only one face of the substrate was protected by the EBC. Both lateral sides of the sample were covered with a high temperature black paint<sup>1</sup> using a fine brush. After a drying time of 2 h at room temperature, white spots<sup>2</sup> were deposited using an aerosol can and used as speckle pattern for DIC purposes. The paint was then stabilized in an oven for 2 h at 100°C.

#### 3.2 Experimental Setup

The primary goal of the test was to calibrate a creep model of the CMC/EBC system in 4-point flexure under thermomechanical loading. The sample was placed in a 4-point flexural fixture composed of 4 alumina rollers used to apply dead loads (figure 1). Once the mechanical load was applied, the coating was in tension and the substrate in compression. The thermal loading was then applied using a high power CO<sub>2</sub> laser beam [5]. The use of this heating method allows 3D thermal gradients to be created (in-plane and through-thickness) and to set up an instrumentation around the sample. The laser heated the system locally on the top surface of the coating. An infrared camera (FLIR X6580sc MWIR (3 – 5 μm) with a bandpass filter of 4 μm (between 300 – 1500°C) was used to monitor the coating surface temperature.

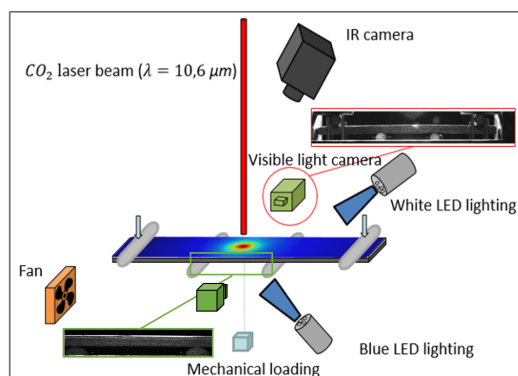


Figure 1: Instrumentation of a 4-point flexural test under thermomechanical loading.

Due to the thermal loading in 4-point flexure, the specimen expanded and deflected. Displacements were measured using two visible light cameras on both sides of the sample. The first (FLIR) camera was used to monitor the entire field on one side with a resolution of 30 μm per pixel. The second one (AVT) focused on the center of the other side, between the two internal supports, with the aim of detecting cracks with a resolution of 5 μm per pixel (table 1).

<sup>1</sup><https://www.aremco.com/high-emissivity-coatings/>, AremCO 840M: Ceramic-based, black pigmented coating for carbon and stainless steel to 1093°C

<sup>2</sup><https://www.henze-bnp.com/en/hebocoat-boron-nitride-coatings.php>, HeBoCoat 21E

Table 1: FLIR and AVT camera parameters.

Camera	FLIR Grasshoper3 12.3 Megapixels
Camera definition	4096 × 2060 pixels
Filter	Schneider Kreuznach Band pass Filter BP 465-70 HT
Gray levels amplitude	8 bits
Stand-off distance	30 cm
Camera	AVT G6600
Camera definition	6576 × 4384 pixels
Filter	None
Gray levels amplitude	8 bits
Stand-off distance	10 cm

The test procedure (figure 2) consisted in applying the mechanical load first. Then, the thermal loading was applied at the center of the coating surface using a ramp up to 1250°C in 10 min. To let the sample creep, the thermal loading was maintained for 2 h. Last, the laser was turned off instantaneously to cool down the sample.

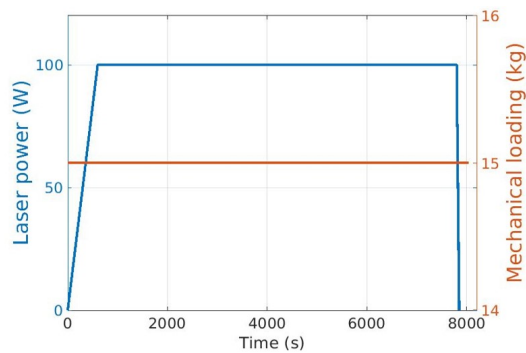


Figure 2: Procedure for a 4-point flexural test under thermomechanical loading.

### 3.3 First test: DIC results

In this first case, the analysis will focus on images acquired by the camera observing the entire field of a lateral face. Figure 3(a) shows this view. The sample was placed on two lower supports. The upper supports allowed the mechanical load to be applied. The specimen was held between vertical pins to avoid out-of-plane motions. The lateral face was covered with a speckle. The white area corresponds to a zone where the speckle did not stick after its deposition.

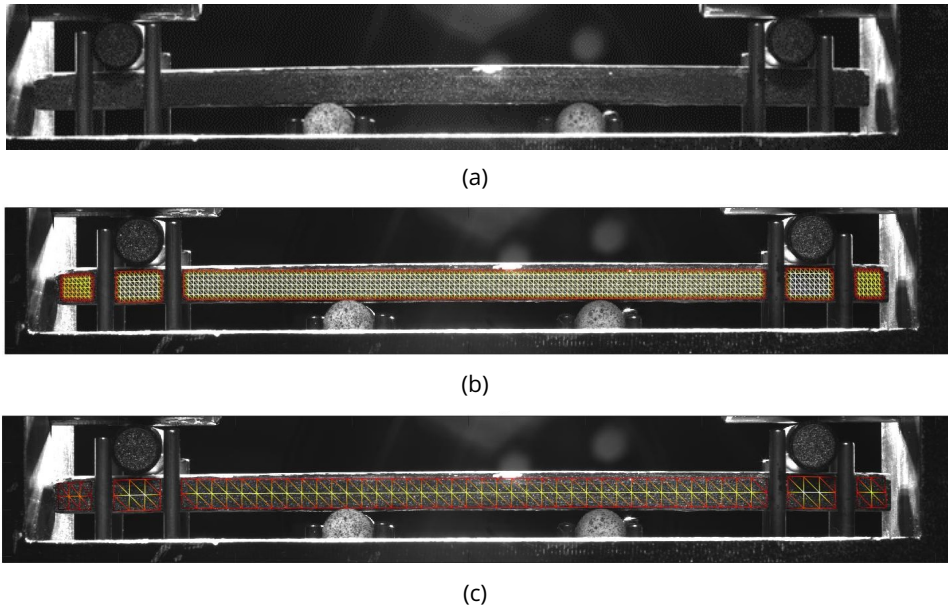


Figure 3: (a) Image of one lateral face. (b) Mesh-6 composed of 6 elements in height. (c) Mesh-2 composed of 2 elements in height.

Two meshes were tested. The first one (figure 3(b)) is a fine mesh, composed of six elements in the height (designated as mesh-6 in the following). The mean element size, which is defined as the square root of mean element surface, was equal to 18 px. The second one (figure 3(c)) was coarser. Composed of two elements in the height (designated as mesh-2 in the following), the mean element size was equal to 47 px. The region of interest was exactly the same in both cases. The use of two different meshes will allow the effect of discretization on BCCs to be studied.

### 3.3.1 No BC corrections

First, a kinematic computation was carried out with neither brightness (B) nor contrast (C) corrections. A fine discretization was necessary to capture the motions. For this purpose, mesh-6 (figure 3(b)) was used. The computation parameters are gathered in table 2.

Table 2: Computation parameters for test case 1.

Element size	15 px (Mesh-6)
Mechanical regularization	$5 \times$ element size
Convergence criterion	$10^{-4}$ px

DIC aims to measure displacements that minimize the gray level residuals (Section 2). The root mean square (RMS) residual is therefore the indicator of registration quality. It is reported in figure 4 during the thermomechanical cycle. The first part corresponds to reference images, acquired before the beginning of the test, allowing the acquisition noise to be assessed (1.3 gray levels (GL) in standard deviation). The second part corresponds to the mechanical loading. The RMS level slightly increased but remained in the same range as before loading (around 2.5 GL). As soon as the thermal loading started, the RMS level increased significantly until reaching 14.5 GL, which corresponds to more than 10 times the acquisition noise level. This large increase is directly related to the temperature rise of the surface, inducing changes in GL distribution and oxidation of the speckle pattern. On the last part of the curve, corresponding to thermal stabilization at 1250°C, the RMS residuals decreased slightly and stabilized at 13 GL.

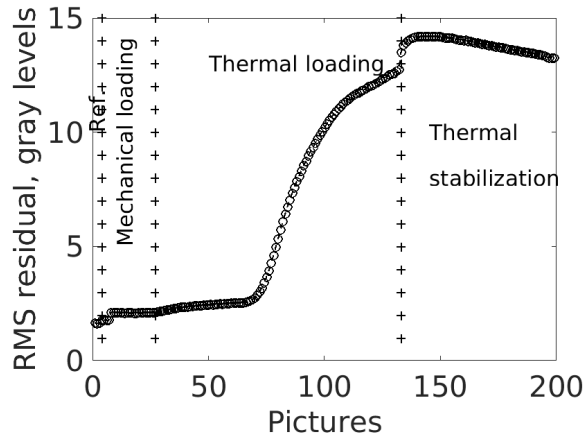


Figure 4: RMS gray level residuals during the thermomechanical cycle, with no BC correction.

This variation of RMS residuals is also visible on residual fields. Before any loading, the residuals were homogeneous over the whole lateral face, in the range of acquisition noise (figure 5(a)). After mechanical loading (figure 5(b)), the residuals were slightly higher but remained homogeneous over the whole observed area while at the end of the thermal stage (figure 5(c)), they were considerably higher in the center of the sample, close to the laser spot area due to high temperatures, and on areas around 1000 px and 3000 px, which were related to speckle degradation.

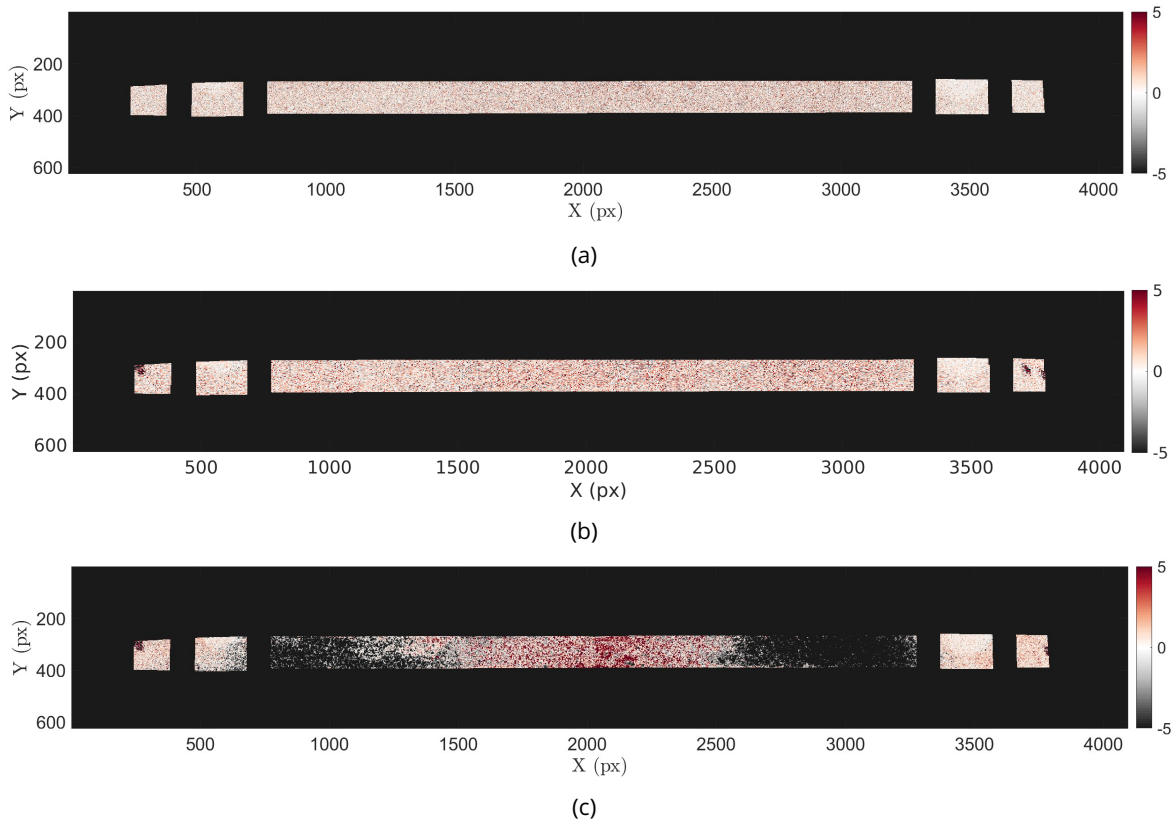


Figure 5: Gray level residual fields. (a) Before any loading, (b) at the end of mechanical loading, (c) at the end of thermal stage.

The high level of residuals in some areas is also observed on kinematic fields, which are sought to characterize the behavior of the CMC/EBC system. In this kinematic study, the horizontal displacement field at the end of the thermal stage (figure 6(a)) shows a flexural signature with many fluctuations. They are located on the areas with the highest residuals in

figure 5(b). These fluctuations are explained by a loss of contrast due to speckle degradation in these zones. The vertical displacement field (figure 6(b)) shows symmetric creep of the sample and a centered thermal loading. Fluctuations are no longer visible on this field whose amplitude is higher.

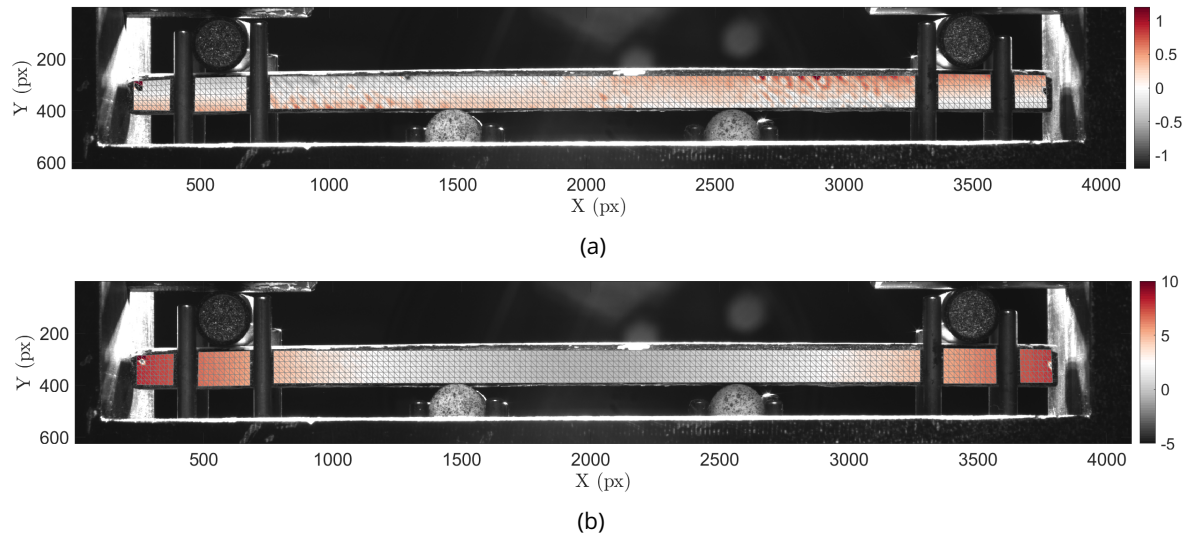


Figure 6: Displacement fields at the end of thermal stabilization. (a) Horizontal and (b) vertical components expressed in px.

The residuals being high at the end of this first registration, a second analysis accounting for brightness and contrast variations was conducted in order to reduce them.

### 3.3.2 BC corrections with the same mesh

The converged calculations obtained in Section 3.3.1 were used as initialization, and gray level corrections were performed by using the same discretization (mesh-6). Three cases were studied, namely, a combination of brightness and contrast corrections (BCCs), brightness corrections alone (BCs) and contrast corrections alone (CCs). The first objective was to evaluate the influence of the type of correction on residuals when using the same mesh for displacements and corrections.

The RMS residuals during the thermomechanical cycle are shown in figure 7 for each case. First, the benefit of gray level corrections is observed to reduce them. Regardless of the correction type, the residuals were lowered at the end of the cycle with a value less than 10 GL (in comparison to 14 GL with no correction). Second, some corrections appeared to be more appropriate than others. During mechanical loading and thermal part, the contribution of the contrast correction increased the residuals, which reached 5.5 GL while they were around 2.5 GL without any correction. This effect is related to a coupling problem between displacements and contrast corrections. On the thermal part, the three corrections allowed the residuals to be lowered, in particular BCCs, which made it possible to maintain stable residuals throughout the whole thermomechanical cycle.

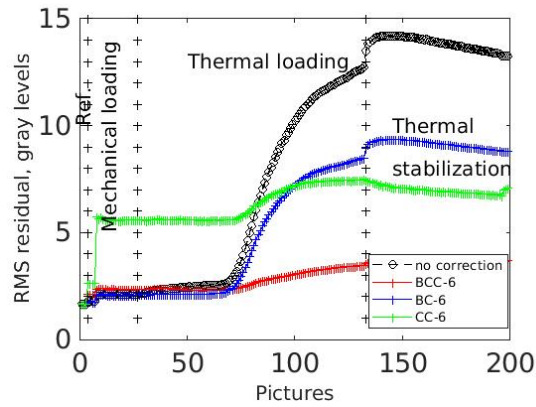


Figure 7: RMS gray level residuals during the thermomechanical cycle with B, C and BC corrections.

The total iteration number at convergence is reported for each case in figure 8. Without correction, this indicator remained stable with a very low value of about 2 iterations per picture. The addition of corrections increased the number of iterations at convergence for any type of correction. After brightness and contrast corrections, there are generally more iterations to convergence, as there are more unknowns to be determined. However, they should remain limited to mitigate coupling effects. In particular, the use of CCs led to numerical instabilities and a very large number of iterations at convergence (between 40 and 90 iterations per image, which represented 20 to 45 times the reference value). The changes of iteration number when BCs were used shows a less important instability with a value that varied between 20 and 40 iterations. In this case, BCCs were the ones that were the closest to the computation without correction, with a value around 30 iterations, and thus the most stable.

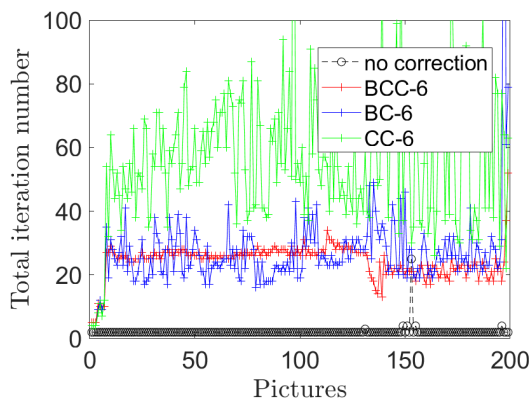


Figure 8: Change of the total iteration number during the thermomechanical cycle for different correction strategies.

The analysis of the two indicators, which are the RMS residuals and the number of iterations at convergence, shows that the use of corrections led to numerical instabilities and in some cases to coupling effects between the gray level variations attributed to displacements and those to BC corrections. Yet, the effect of the corrections is clearly visible on the RMS residuals.

The residual fields at the end of thermal stabilization with the three corrections are shown in figure 9 and should be compared to those without correction (figure 5(b)). Despite implementing BC corrections, the residuals remained high compared to the initial state before loading (figure 5(a)). BCCs seem to be the option that allows for the most significant reduction of residuals in a uniform way over the whole surface (figure 5(b)). CCs did not improve



the residuals at all, but increased them compared to the calculation with no correction, and BCs were not far from the result obtained with CCs.

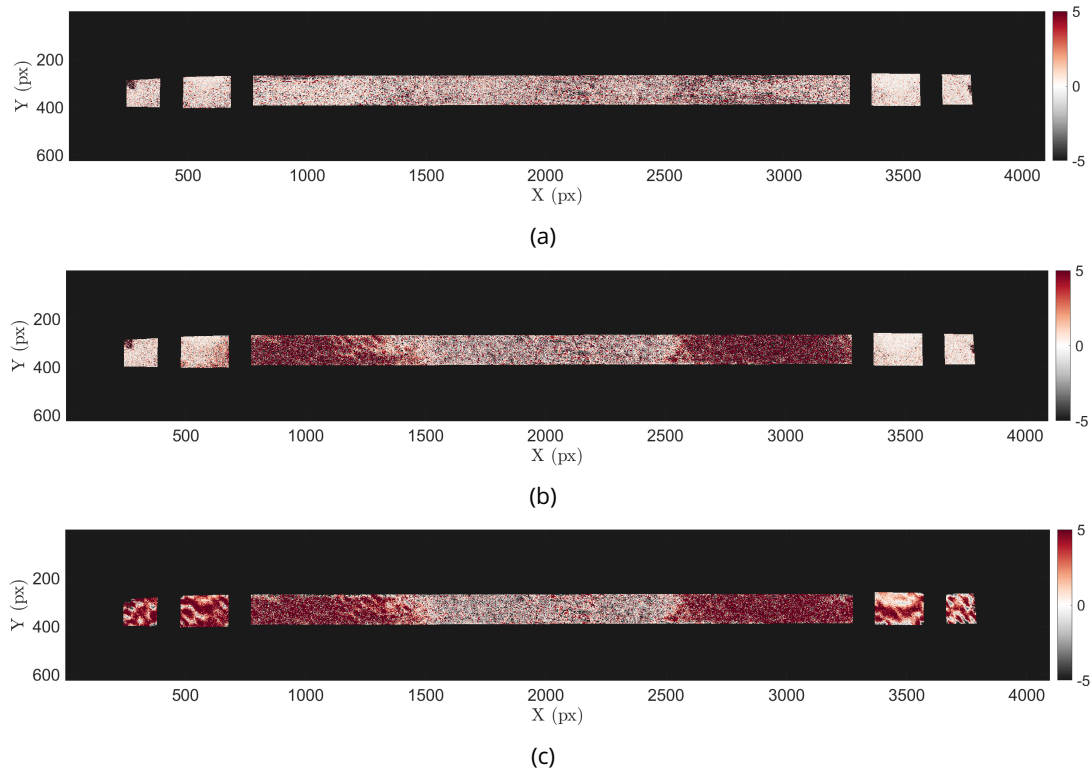


Figure 9: Final gray level residual fields at the end of the thermomechanical stage using (a) BC, (b) B, (c) C corrections.

In addition, the standard deviation (STD) of the difference between displacements with and without BCCs, for the three types of correction (figure 10) was higher than the measurement uncertainty, which was around 0.025 px (assessed on the first 10 pictures). By focusing on the part corresponding to the thermal loading starting at image 35, the STD difference was about 0.2 to 0.3 px for the two displacement components for BCCs, between 0.05 px and 0.38 px for BCs and in the interval 0.2 to 0.6 px for CCs. Therefore, the corrections induced very significant differences. Further, numerical instabilities were noted, especially for CCs. Corrections were also observed on parts of the loading history when they were not needed. For example, before the thermal loading in the case of BCC and BC. This result confirms the presence of coupling effects and numerical issues in terms of convergence.

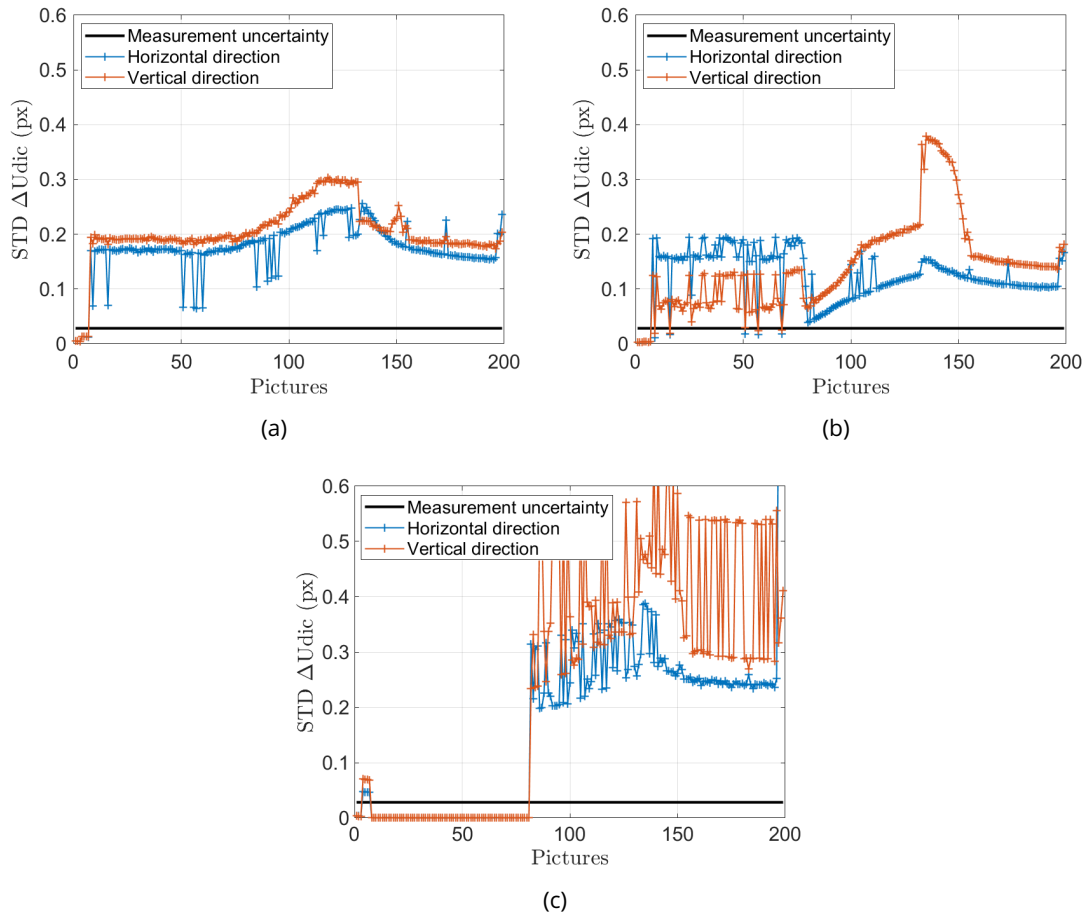


Figure 10: Standard deviation of the difference between displacements with and without correction (px) for (a) BC, (b) B, (c) C corrections.

The computations using BC or B corrections reduced the gray level residuals (figure 7). CCs did not improve the gray level residuals. On the contrary, the latter ones increased. CCs were therefore eliminated for the remainder of the study. Even though BC and B corrections allowed the residuals to be lowered, they induced numerical instabilities and couplings between displacements and BC corrections (figure 10). It is therefore necessary to find a compromise to get low residuals and at the same time mitigate the couplings mentioned above. In the present case, the BC mesh will be coarsened.

### 3.3.3 Influence of BC mesh

To improve the previous results, another series of computations was conducted using mesh-2 (figure 3(c)) for the BC corrections (mesh-6 was kept for the kinematic measurements). Mesh-6 was chosen for its number of degrees of freedom, which allows for richer estimations of displacement fields, thus better capturing gradients. The question of mesh selection only concerns brightness and contrast corrections. By reducing the number of degrees of freedom, the expected result is to mitigate the above-observed couplings. The results obtained with BCCs and BCs using both meshes are compared in this section.

Figure 11 shows the RMS residuals without any correction and with BCs and BCCs for mesh-2 and mesh-6. Before the beginning of thermal loading, which corresponds to image 35, all RMS levels were equal. Once on the thermal part, three trends emerged. The first one, for which the residuals are the highest, corresponds to the computation with no correction (which is the reference). The second one is related to BCs with the two meshes, which was less than 10 GL. The last one is linked to BCCs for both meshes, and is of the order of 4 GL. The RMS residual with BCCs was lower than with BCs for both meshes. Moreover, reducing

the number of degrees of freedom for BC corrections had very little effect on the decrease of residuals (the RMS levels are slightly higher with mesh-2 than with mesh-6 for both BCC and BC).

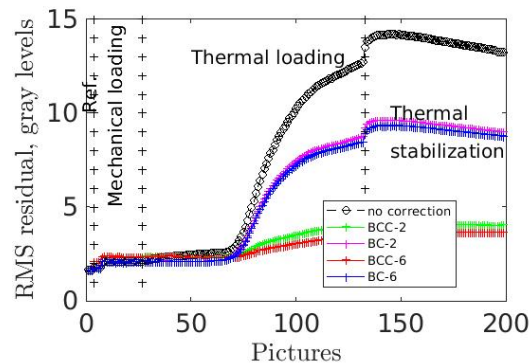


Figure 11: RMS residuals during the thermomechanical cycle with BC and B corrections using two discretizations (mesh-2 and mesh-6).

The total iteration number at convergence for the five computations (figure 12) was in line with the analysis of the previous figure. The iteration number was globally higher with B corrections (between 11 and 50 iterations per picture) than without corrections (2 iterations per picture). However, it was lower with mesh-2 than with mesh-6 especially with BCC-2. In addition, there were less numerical instabilities with BCC-2.

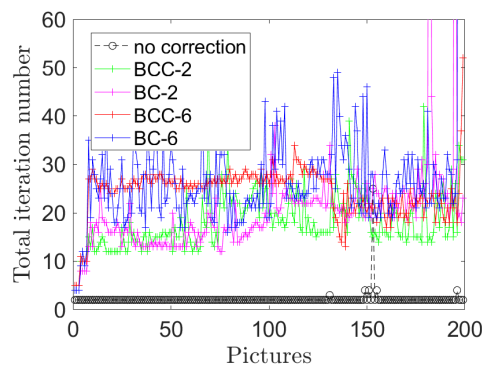


Figure 12: Total iteration number during the thermomechanical cycle with BC and B corrections using the two discretizations (mesh-2 and mesh-6).

The RMS difference between displacements with and without corrections is shown in figure 13 for mesh-2 and mesh-6. Once again, on the thermal part, the RMS was higher than the measurement uncertainty. Therefore, the corrections were significant in both cases. In addition, it shows that, globally, the results with mesh-2 are more stable than for mesh-6. Moreover, before the thermal loading, there were minimal corrections with mesh-2 (which is desirable) whereas with mesh-6 the differences were important.

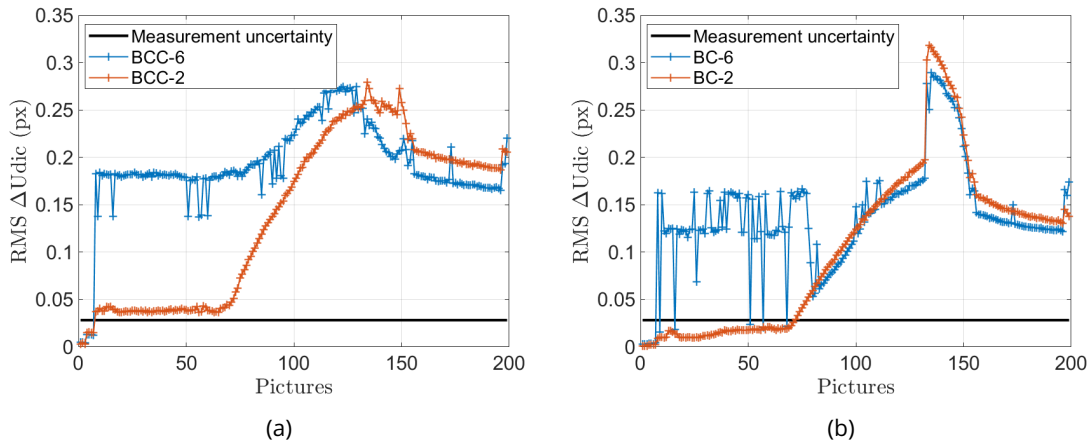


Figure 13: RMS of the difference between displacements with and with no correction (px) for (a) BC, (b) B corrections.

The two indicators show that BCCs using mesh-2 were the best compromise between low gray level residuals in addition to the elimination of couplings and numerical instabilities. Figure 14 confirms the benefit of BCCs to reduce, in a uniform way, gray level residual fields. There is a significant difference before thermal loading, although there should not be any at that stage (corrections are required at high temperature). There were also many numerical instabilities. Normally, consistency is expected in this part of the test with and without corrections. This observation indicates coupling effects (high number of iterations). This result justifies the choice of mesh-2 instead of mesh-6.

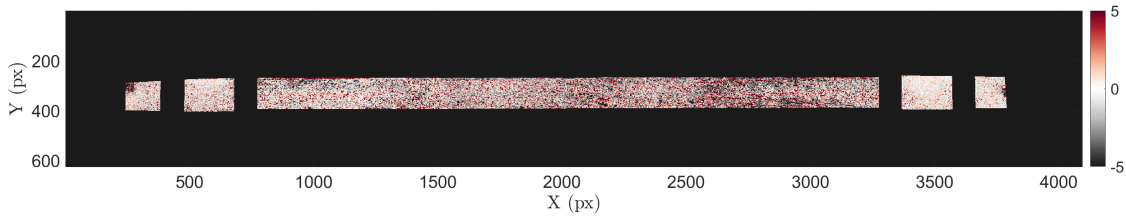
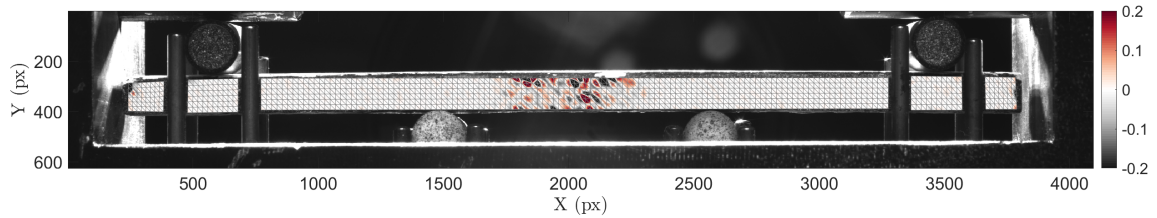
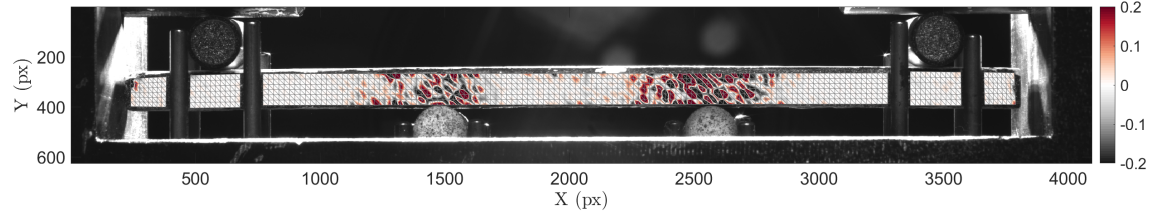


Figure 14: Final residual gray level field at the end of thermal stabilization using BCCs.

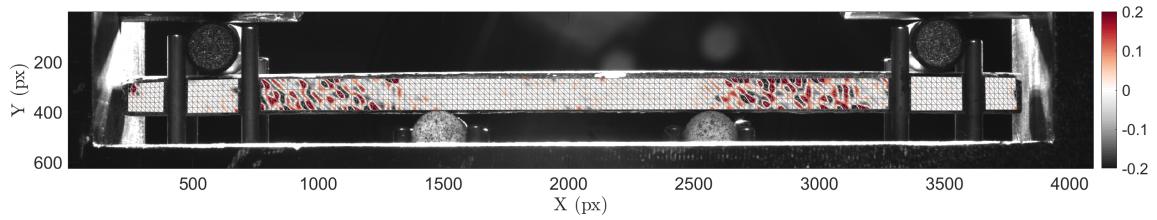
It is also important to evaluate the impact of BCCs on the kinematic fields. Figures 15 and 16 display, during the thermal part, the location of the differences in displacements. The magnitude of corrections remained small, about 0.2 px, but corrections were still present mainly in areas where displacements were not mechanically admissible because of variations in brightness and contrast.



(a)

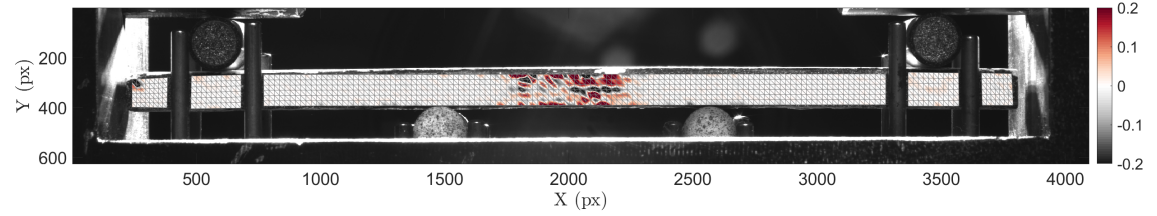


(b)

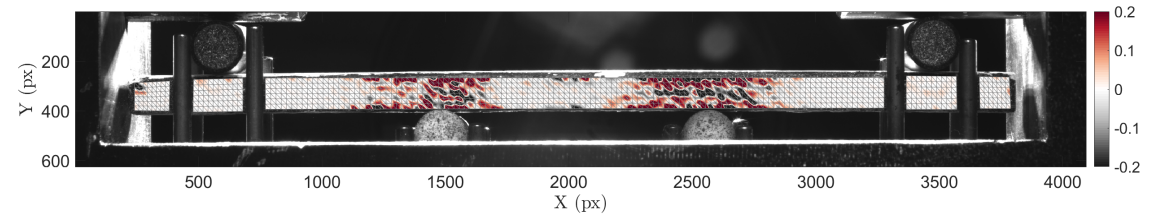


(c)

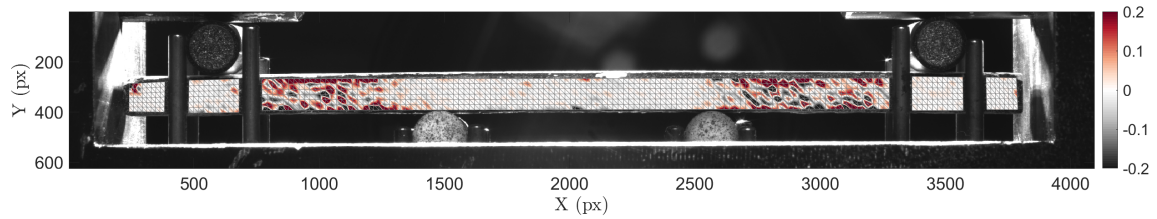
Figure 15: Difference between horizontal displacements (px) with and without BCCs. (a) During the thermal loading (picture 120), (b) at the beginning of the thermal stage (picture 140), (c) at the end of the thermal stage (picture 200).



(a)



(b)



(c)

Figure 16: Difference between vertical displacements (px) with and with no BCC. (a) During the thermal loading (picture 120), (b) at the beginning of the thermal stage (picture 140), (c) at the end of the thermal stage (picture 200).



Figure 17 shows the location of gray level corrections, performed for different images during the thermomechanical cycle. During thermal loading, the corrections were mostly concentrated in the center of the face. At the beginning of thermal stabilization, the corrections followed heat diffusion. They gradually moved away from the center and followed the degradation of the speckle pattern. At the end of the thermomechanical step, the corrections were located on the edges of the specimen and there was no correction close to the center of the specimen.

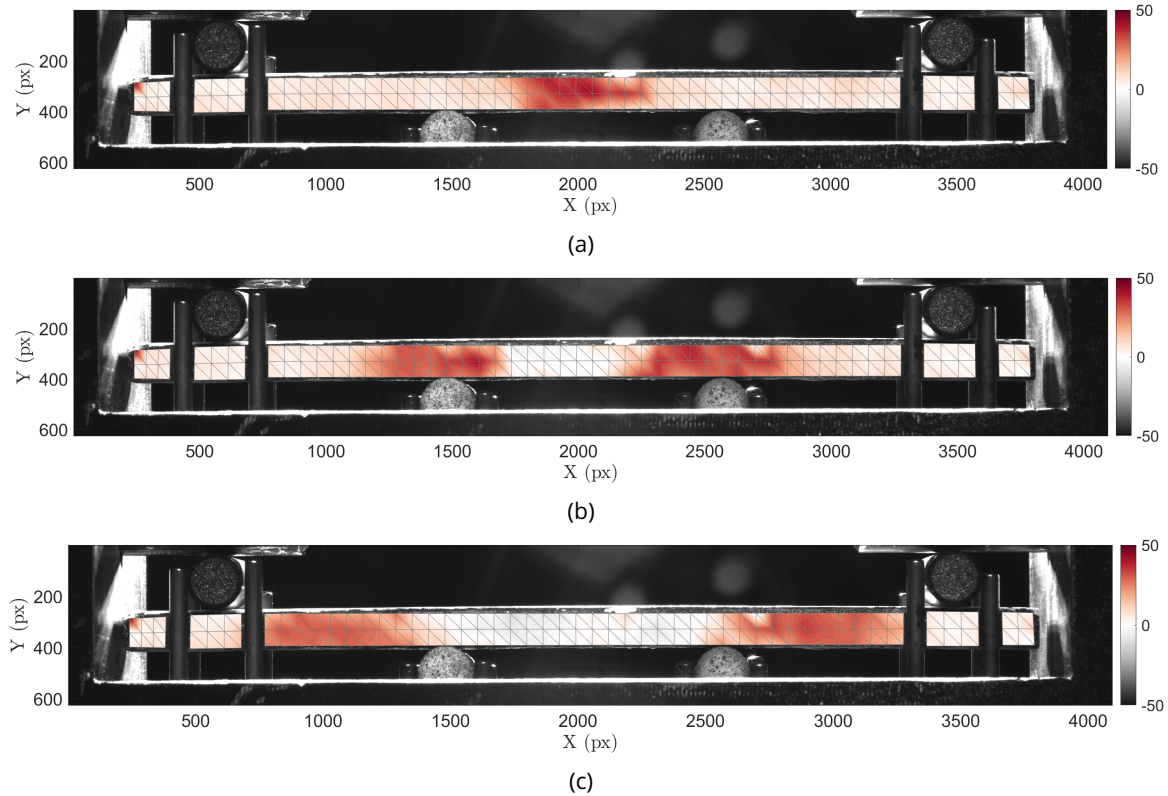


Figure 17: Gray level correction fields. (a) During thermal loading (picture 120), (b) at the beginning of thermal stage (picture 140) and (c) at the end of the stage (picture 200).

The contribution of brightness and contrast corrections on the gray level residuals was highlighted in this first case. When the same discretization was used for the kinematic analysis and the gray level corrections, the residuals were reduced by adding B or BC corrections. However, couplings between the measured displacement and the gray level corrections were identified by analyzing the number of iterations needed to achieve convergence of the Gauss-Newton scheme. BC corrections with two distinct discretizations mitigated these effects.

### 3.4 Second test: DIC results

The DIC analyses of the previous experiment turned out to be very challenging (i.e., the number of iterations to convergence was high when BCCs were considered because of the complexity of brightness and contrast fields associated with laser heating). The following test was carried out for the same experimental configuration as above. This time, the images were those acquired by the camera focusing on the center of the other lateral face. The image sequence consisted of 5 reference images, and 10 images corresponding mechanical loading at room temperature. The thermal loading ran from images 16 to 42, the thermal stabilization lasted up to image number 225 and was followed by the cooling stage (i.e., 8 additional images).

For the sake of brevity, the present DIC analyses only used a very fine kinematic mesh (figure 18(a)) and a coarse BCC mesh (figure 18(b)). This choice was based on the results of

the previous test in which it was shown that couplings occurred between kinematic and BCCs when both meshes were fine.

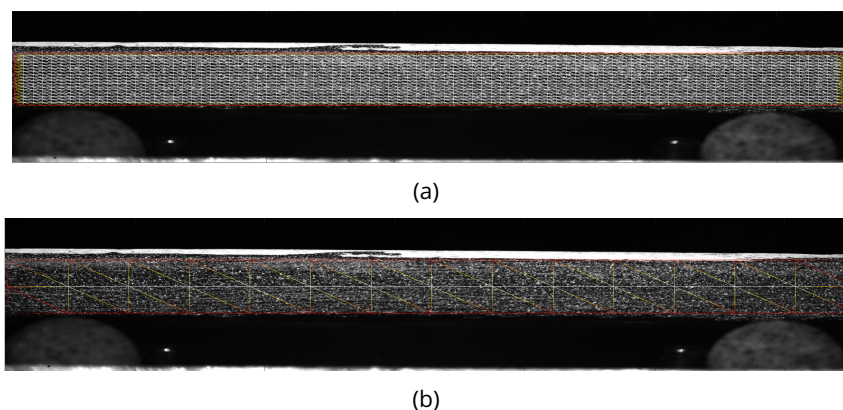


Figure 18: (a) Kinematic mesh composed of 17 elements in the height. (b) BCC mesh composed of 2 elements in the height.

Figure 19(a) shows the number of iterations for 4 different DIC analyses (i.e., no BCCs, BCs, CCs, and BCCs). Except at the very beginning of the experiment, the iteration number was very close for any considered strategy. This result is a remarkable difference with respect to the previous case. Convergence was easily reached even though BCCs were included in the cost function to be minimized. It is believed that coupling (if there were any) between displacement and BC corrections remained very limited. This result is due to the areas where the speckle had deteriorated by oxidation. In the first test, these areas were located between the internal and external supports. In the present, these areas were not in the field of view of the camera. When analyzing the RMS gray level residuals (figure 19(b)), it is observed that BCCs were effective as they managed to lower the levels in comparison to raw DIC. CCs were the second best option, which indicates that the dominant corrections were related to contrast changes. When performing BCs, the results were less satisfactory in the thermal stabilization stage. From these results, it is concluded that the best result was achieved with the full BCCs.

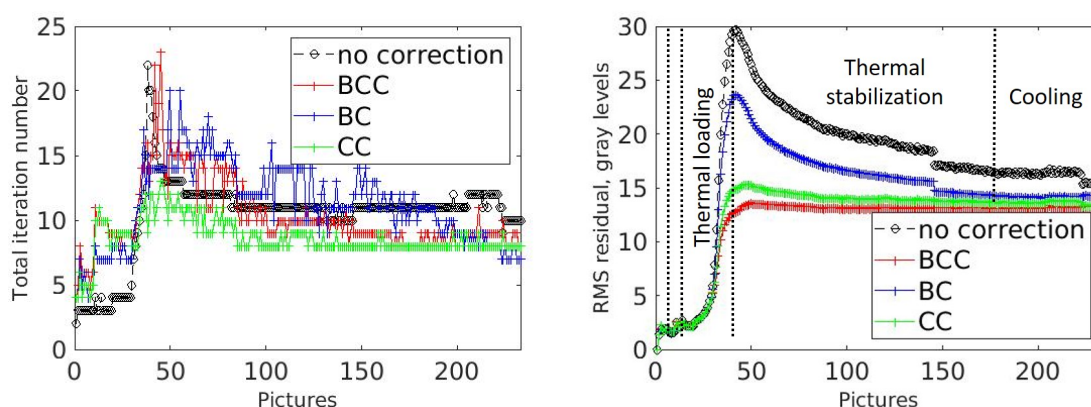


Figure 19: Change of the total iteration number during the thermomechanical cycle for different correction strategies.

The effect of these corrections is reported in figure 20 in terms of standard displacement differences. It is observed that the highest differences occurred between standard DIC and DIC in which BCCs were included. This result shows that the corrections were significant and needed to achieve better results (figure 19(b)) at virtually no computational cost (figure 19(a)). The corrections were of the same order of magnitude for CCs (as expected from the RMS gray level residuals, see figure 19(b)). Kinematic differences were lower with BCs essentially at the



beginning of thermal stabilization.

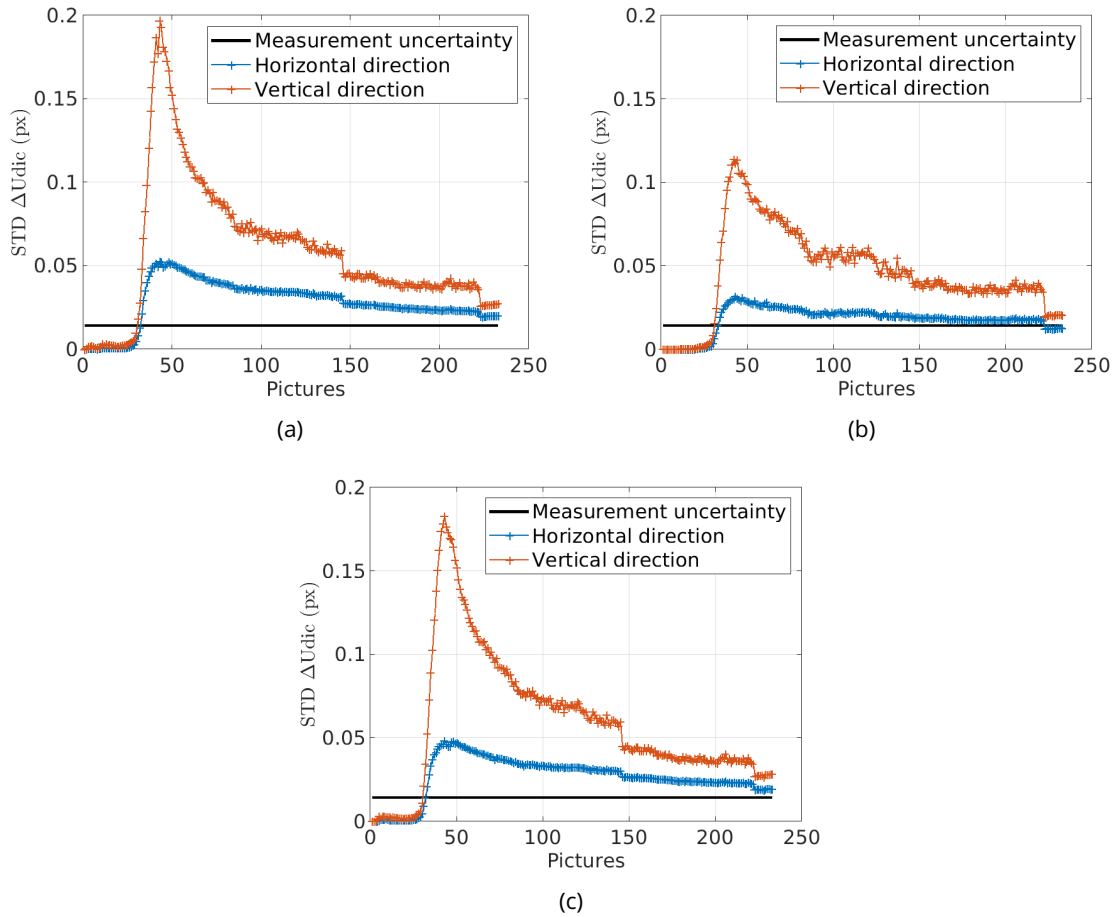


Figure 20: Standard deviation of the difference between displacements with and without correction (px) for (a) BC, (b) B, (c) C corrections.

This second test turned out to be (a lot) less challenging. It was shown that BCCs could be performed at very low computational cost in comparison to raw DIC. This case is in line with current practice in which ZNCC and ZNSSD criteria have been shown to be effective when dealing with high temperature experiments [25, 22, 8, 23, 24]. As previously mentioned, this is mainly due to the degradation areas of the speckle pattern and temperature diffusion within the specimen. For the first test, the corrections were initially located at the center of the face and moved during the test with temperature diffusion toward the areas between the inner and outer supports. Visually, these areas corresponded to the locations where the speckle pattern deteriorated the most and were outside the field of view for the second test.

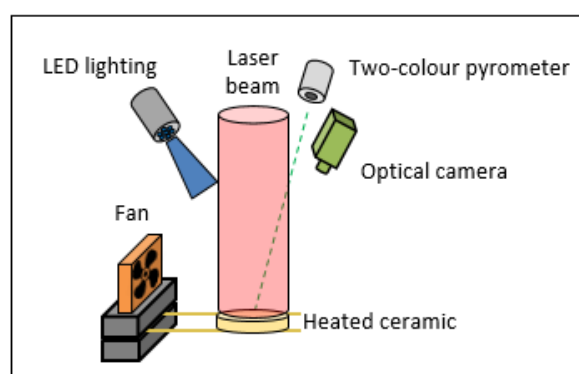
## 4 Case 2: Hafnia based material heating up to 1860°C

### 4.1 Material and setup

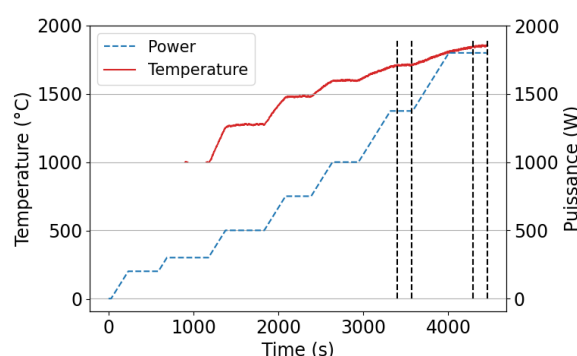
The tested sample was made of a hafnia based material [32] that is currently investigated for use in space propulsion as thermal and environmental barrier coating where the surface temperature was expected to be greater than 1800°C. The sample surface was coated with silicon carbide (SiC) powder deposited with a sieve. The SiC powder was selected to sustain temperatures greater than 1400°C.

## 4.2 Experimental setup

The main objective of the test was to characterize the thermomechanical properties of this material at very high temperatures with thermal gradients. The experimental setup is presented in figure 21(a). The sample considered hereafter was a 14 mm in diameter pellet. It was heated with the same laser beam used in the first case up to 1860°C. The laser beam induced a thermal gradient on the top face and through the thickness. A bichromatic pyrometer enabled the temperature to be monitored on the hottest point of the sample surface. An optical camera with a blue filter was utilized to measure the kinematic field on the upper surface. LED lighting allowed the acquisition quality to be improved and a fan was added to reduce heat haze effects [5].



(a)



(b)

Figure 21: (a) Schematic description of the experimental setup. (b) Temperature and power profiles during the test on a hafnia based material. The vertical lines refer to the analyzed parts.

The test procedure (figure 21(b)) was based on a succession of power steps (allowing kinematic data to be measured at several temperatures) to reach 1860°C. The pyrometer was calibrated for temperatures greater than 1000°C. On the last loading level, the temperature was not stable because of material sintering. The areas delimited by vertical lines specify the two steps that were analyzed in this study. These two steps exhibited the highest variations in GL distributions and are therefore of interest.

## 4.3 DIC results

Figure 22(a,b) shows the reference and deformed images that were acquired in the last step. There were significant changes in the gray level distribution, more precisely reversed contrast. The powder appears darker at room temperature and lighter at high temperatures [27].

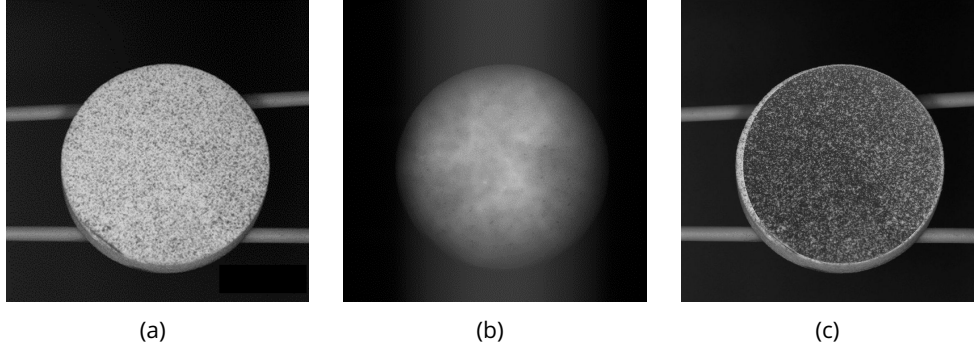


Figure 22: (a) Reference and (b) deformed images of the hafnia based specimen. (c) Reference image with full contrast inversion in the ROI to be analyzed via DIC.

#### 4.3.1 Study with no BCCs

As in the first case, DIC registrations without correction were first conducted. Figure 23 shows the mesh used hereafter (with 30 px elements). The analyzed image set was composed of 10 reference images, 10 images for the first step and 10 images for the last step (figure 21(b)). Table 3 gathers the computation parameters. Without corrections, the DIC calculation did not converge. This was to be expected from figure 22(b), namely, contrast inversions occurred.

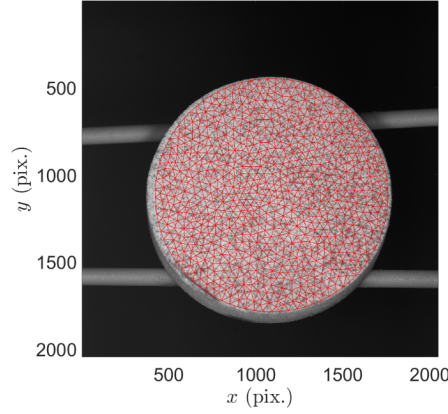


Figure 23: Mesh used for displacement measurements.

#### 4.3.2 BCCs in the presence of contrast inversion

To understand why raw DIC did not converge in the presence of contrast inversion, let us consider the following case

$$\hat{f}(\mathbf{x}, t) = D - f(\mathbf{x}, t_0) \quad (19)$$

where  $D$  corresponds to the dynamic range of the reference image. It consists in constructing a “deformed” image with full inversion (figure 22(c)) with respect to the reference image in the area corresponding to the ROI (figure 23). It follows that brightness corrections  $b(\mathbf{x}, t) = D$  and contrast corrections  $c(\mathbf{x}, t) = -2$  need to be applied to account for the considered inversion. In the present case, no displacement occurred, namely,  $\mathbf{u}(\mathbf{x}, t) = \mathbf{o}$ .

Standard procedures [25, 22, 8, 23, 24] consider zero-normalized images

$$\check{f}(\mathbf{x}, t_0) = \frac{f(\mathbf{x}, t_0) - \mu_f}{\sigma_f} \quad , \quad \check{g}(\mathbf{x}, t) = \frac{\hat{f}(\mathbf{x}, t) - \mu_{\hat{f}}}{\sigma_{\hat{f}}} \quad (20)$$

where  $\mu_f$  and  $\mu_{\hat{f}}$  are the mean gray levels of the ROI for images  $f$  and  $\hat{f}$ , respectively,  $\sigma_f$  and  $\sigma_{\hat{f}}$  the corresponding standard deviations. From this normalization, the gray level residuals  $\check{\eta}$  read

$$\check{\eta}(\mathbf{x}, t) = \check{f}(\mathbf{x}, t_0) - \check{g}(\mathbf{x}, t) \quad (21)$$

and do not cancel out (since  $\check{f}(\mathbf{x}, t_0) = -\check{g}(\mathbf{x}, t)$ )

$$\check{\eta}(\mathbf{x}, t) = 2\check{f}(\mathbf{x}, t_0) \quad (22)$$

which means that nonzero (i.e., spurious) displacements will be found to compensate for GL inversion. This result shows that zero-normalized images cannot correct for contrast inversions (as standard deviations are positive quantities, see Appendix). Conversely, with explicit brightness and contrast corrections, the gray level residuals cancel out with no displacement

$$\check{\eta}(\mathbf{x}, t) = b + (c + 1)\check{f}(\mathbf{x}, t_0) - \check{g}(\mathbf{x}, t) \quad (23)$$

when  $c = -2$  and  $b = 0$ . This reference solution is found assuming uniform corrections for subsets or slowly varying brightness and contrast corrections in finite-element based DIC.

To illustrate the previous discussion, the reference image of the present test was considered (figure 22(a)). It had a bit-depth of 8 (i.e.,  $D = 255$  GL). The “deformed” image corresponds to full contrast inversion in the considered ROI (figure 22(c)) to which white Gaussian noise was added (with a standard deviation of 1 GL). Figure 24(a,b) displays the displacement field that was determined with standard DIC when registering the corresponding zero-normalized images  $\check{f}(\mathbf{x}, t_0)$  and  $\check{g}(\mathbf{x}, t)$ . After 100 iterations, the DIC code did not converge and the corresponding RMS residual was equal to 1.33, which remained close to the initial level (i.e.,  $\sqrt{2}$ ). Very large displacement amplitudes are observed, which are not trustworthy.

The same analysis was run on  $\check{f}(\mathbf{x}, t_0)$  and  $\check{g}(\mathbf{x}, t)$  with BBCs using the same mesh as that of the displacement field (figure 23). The DIC code converged in 7 iterations and the RMS residual was equal to 0.04, which corresponds to the normalized standard deviation of acquisition noise that was added to the deformed image (i.e.,  $1/\sigma_f = 1/25$ ). This observation shows that the DIC analysis with BBCs was successful. It is confirmed by analyzing the brightness corrections, which remained very small (figure 24(c)), and the contrast field (Figure 24(d)) that was very close to  $-2$  as expected from the previous derivation. The corresponding displacement field (Figure 24(e,f)) was very small except at some parts close to the edges of the ROI. The mean nodal displacements were less than  $4 \times 10^{-4}$  px, and the corresponding standard deviations were less than  $10^{-2}$  px in both directions.

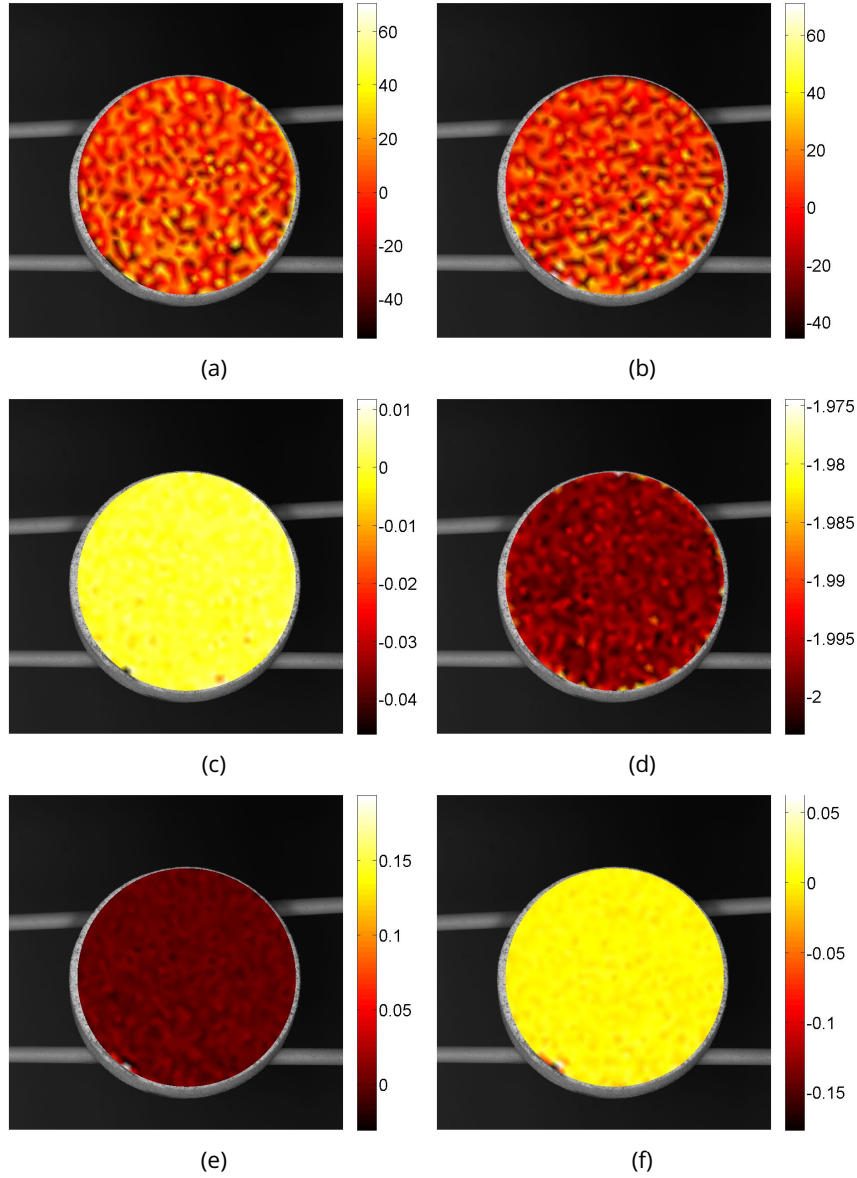


Figure 24: Horizontal (a) and vertical (b) displacement fields (expressed in px) measured via raw DIC registering the two zero-normalized images (figure 22(a,c)). Brightness expressed in GL (c) and contrast (d) correction fields when DIC with BCCs was run. Corresponding horizontal (e) and vertical (f) displacement fields (expressed in px).

### 4.3.3 BCCs with the same mesh

A second analysis was conducted taking into account brightness and contrast corrections using the same mesh for the kinematic measurement and the BCCs. Three cases were studied, BC, B and C corrections. The first objective was to evaluate the influence of the type of correction on residuals when using the same discretization for displacements and BC corrections. The computation parameters are those gathered in table 3.

Table 3: Computation parameters for test case 2.

Element size	30 px
Mechanical regularization	$5 \times$ element size
Convergence criterion	$10^{-3}$ px

Figure 25 shows the RMS gray level residuals for each investigated case. The three com-

putations converged. The acquisition noise was about 2.5 GL in terms of standard deviations and the residuals increased significantly for the three corrections. This increase was independent of the temperature level. BCs are slightly worse with the highest RMS (around 23 GL). For BCCs and CCs, there is virtually no difference on the residual level (between 22 and 20 GL). Overall, these residuals represent about 9% of the dynamic range, which is acceptable given the very severe test conditions (figure 22). In order to select between BCC and CC, it was necessary to analyze the numerical stability of the minimization scheme and the existence of couplings.

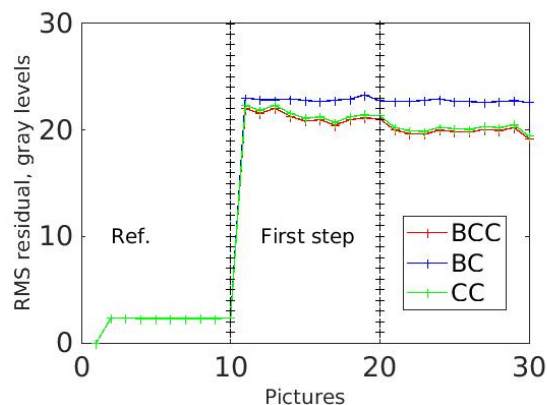


Figure 25: RMS gray level residuals with corrections.

The analysis of the iteration number at convergence (figure 26) shows that this indicator is close to what was observed in the first case with mesh-2 (figure 12). In the present case, BCCs and CCs better performed in comparison to BCs and give very close result. CCs were chosen for this case since it they had less degrees of freedom for the same result quality.

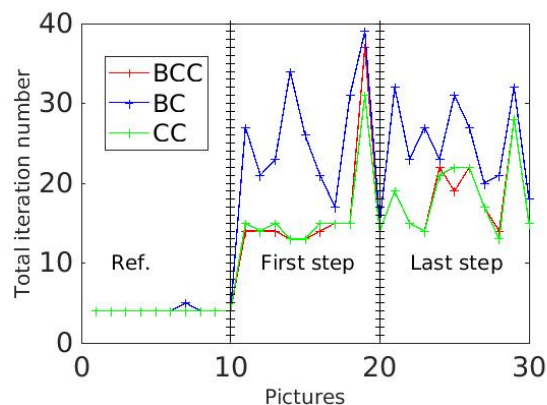


Figure 26: Iteration number at convergence.

The final residual field for CCs (figure 27(a)) was uniform and globally low. There were small deviations at the center of the field, which correspond to the area that had undergone the highest temperatures at each step. These temperatures led to SiC powder oxidation. Thus, the powder size decreased and the smallest grains disappeared. The residual field shown in figure 27(b) is consistent with figure 22(b), namely, the field is darker on edges and lighter at the center. This trend is mainly related to thermal gradients at the surface. In addition, the values are the highest (about 150 GL in absolute value) compared to the field with CCs (around 10 GL). The residual field shows the speckle signature. Thus, the correction mesh was fine enough to compensate for these variations. The radial displacement when rigid body motions were removed (figure 27(c)) indicates that the laser spot was centered. Moreover, the shape of the field corresponds to thermal expansion. The latter was the quan-

tity of interest to evaluate the coefficient of thermal expansion of coatings.

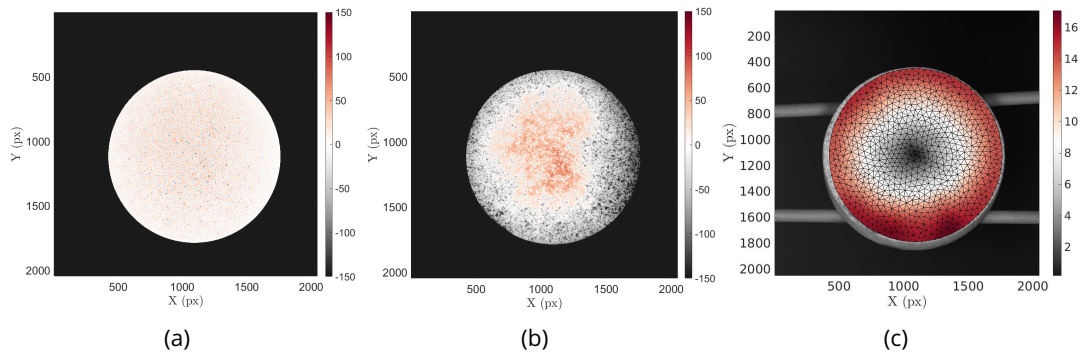


Figure 27: Gray level residual field considering (a) contrast corrections and (b) only displacement. (c) Radial displacement field (px) using contrast corrections (picture 4,300).

After having chosen CCs for their contribution to the reduction of gray level residuals while using the same mesh for displacements and BC corrections, the impact of the discretization was investigated.

#### 4.3.4 Influence of CC discretization

During the test, a crack initiated at high temperature due to edge effects. This crack was stable during thermal cycles. It was visible on the raw images (figure 28). In addition to studying the impact of the mesh size on residuals, it will also be interesting to see how it affects crack detection.

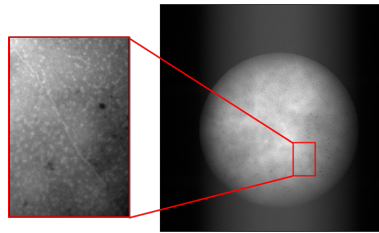


Figure 28: Deformed image (4,000) and zoom on a crack.

To address these two objectives, DIC calculations were run with 30 px elements for the kinematic mesh, and several sizes of CC meshes ranging from 30 px to 2 px (table 4).

Table 4: Computation parameters for CCs of test case 2.

Element size	30 px, 20 px, 15 px, 10 px, 5 px, 3 px, 2 px
Mechanical regularization	$2 \times$ element size
Convergence criterion	$10^{-4}$ px

Figure 29 shows the influence of the correction mesh on the RMS residuals. It indicates that finer correction meshes led to the lowest RMS residuals. With the finest discretization, it was possible to reach very low residuals (about 5 GL, which represents 2 times the level of acquisition noise). Moreover, the iteration number at convergence was analyzed as well but was not a discriminating criterion to validate or not a case as there was no link between discretization and iteration number at convergence in the present case.



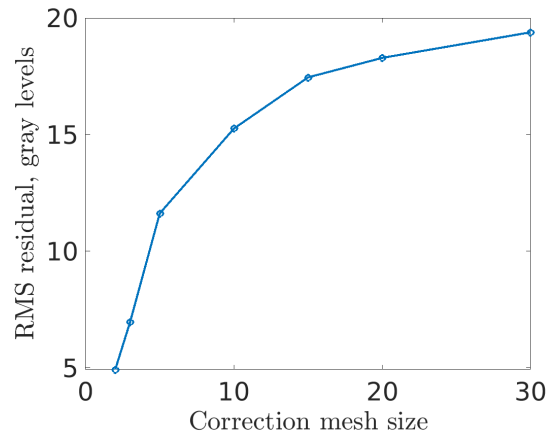


Figure 29: RMS gray level residual versus the element size of the CC mesh.

Figure 30 shows the contrast correction fields for the two extreme element sizes. The distribution of corrections was identical to what was observed on the deformed image (figure 22), namely, darker on the edges and lighter in the center. In addition, there was a strong difference in texture, which in the case of 2 px elements (figure 30(b)) described almost exactly the speckles. The size of particles varied between 30 and 50  $\mu\text{m}$  while the pixel size was about 10  $\mu\text{m}$ .

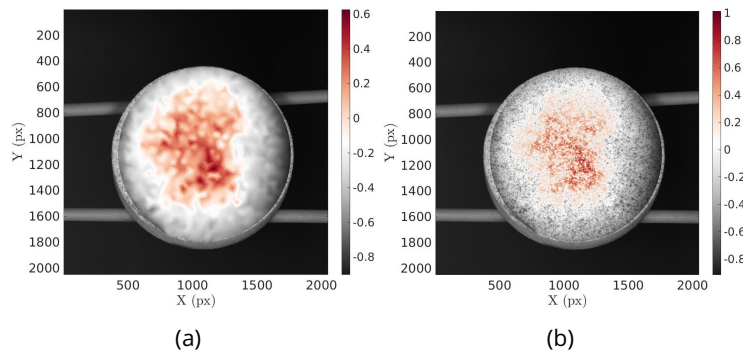


Figure 30: Gray level contrast correction fields for a mesh with an element size of (a) 30 px and (b) 2 px.

The maximum principal strain fields for the two meshes (figure 31) show that the 2 px mesh was not the best in this study, even though it reduced the gray level residuals. The 30 px element mesh allowed for a better detection of the crack. Some contrast corrections were attributed to displacements. This effect is explained by selecting too many degrees of freedom for CCs thereby inducing couplings between kinematic and CC fields.

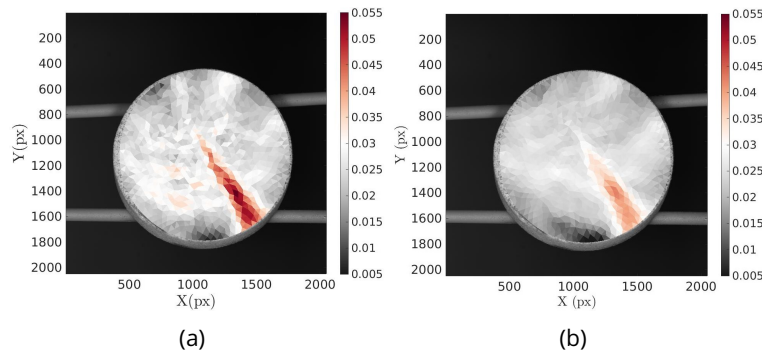


Figure 31: Maximum principal strain field for a CC mesh with an element size of (a) 30 px and (b) 2 px.

## 5 Discussion

When brightness and contrast variations remain small, DIC analyses can be run without performing any BCC or in which BCCs are coupled with kinematic measurements [12, 24]. Other pre-corrections using criteria such as ZNCC and ZNSSD converge as well and have proven to be suited for analyzing high temperature experiments [25, 22, 8, 23, 24]. In those cases, which are the most commonly encountered, even large displacement and/or rotations may occur and are trackable [33]. When BCCs are decoupled from the kinematic step, then good practice calls for an initialization where the displacements are already estimated (by a first standard DIC step [27, 26]). This was also the case for the second high temperature experiment on a CMC.

Two of the three cases discussed herein were deemed very challenging. It followed that more careful investigations had to be performed to account for brightness and contrast variations. It was proposed to perform three different corrections, namely, brightness alone, contrast alone, and both. Further, the finite element discretization was also investigated for the BC fields for a given kinematic mesh. To select the best correction field(s), two indicators were introduced, namely, the number of iterations of the minimization scheme, which allowed the couplings to be detected, and the RMS gray level residuals that probed the quality of the corrections that were performed. One last indicator was the RMS displacement difference between the raw DIC results and those after BCCs. When compared to the measurement uncertainties, it allowed the effect of corrections to be quantified on the measured displacements, in particular when BCCs were expected to yield minimal (if any) improvement. This was the case of the first experiment in which pictures were acquired for estimating measurement uncertainties at room temperature, and then when the mechanical load was applied with no temperature variations.

For the first case, because the temperature field was very heterogeneous in space and time for most of the experiment, brightness and contrast correction fields were complex. Further, a low temperature step was also monitored, which allowed BCCs to be probed not only under high temperatures but also at room temperature, which is seldom done in the literature. It was shown that corrections with brightness and contrast fields defined on a coarser mesh than that of the displacement field provided the best solution (with minimal coupling, low residuals and RMS displacement differences at low temperatures with standard DIC results).

The last test case was even more difficult since contrast inversion occurred. As a consequence, DIC analyses with no corrections did not converge. It was also shown that any of the standard procedures (i.e., ZNCC and ZNSSD) would fail in the presence of negative contrast. Conversely, the proposed framework using explicit BCCs was able to converge. Because of contrast inversion, the contrast corrections (CCs) were found to be the most relevant. Since raw DIC was not able to converge, another indicator (i.e., maximum principal strain field) was introduced to select the CC mesh. It is worth noting that convergence was possible because small (incremental) displacements occurred in the considered test. Had larger displacements arisen, another route would have been needed in which brightness/contrast pre-corrections would be required to allow displacements to be measured.

## 6 Conclusion

This paper proposed to evaluate the effect of brightness and contrast corrections in two case studies for ceramic materials tested at high temperatures using FE-based DIC. The registration robustness was assessed by comparing results with and without brightness and contrast correction. This work was carried out for 2 very challenging high-temperature tests and another one that turned out to be less difficult. With no corrections, either the residuals were too high, or the calculation could not converge at all because of gray level changes or inversion. The addition of gray level corrections solved the problem, namely, the resid-

ual levels were significantly reduced. However, this reduction depended on the type of correction used. The first two cases showed that the addition of either contrast or brightness corrections did not significantly lower the residuals and induced in one instance couplings between BC corrections and displacement measurements. For the last case, CCs turned out to be the best combination between residual reduction and fewer degrees of freedom to mitigate coupling effects. This point shows that the choice of the correction type must be adapted to each particular case and is not universal for such extreme situations (especially when contrast inversion occurs).

Furthermore, this study showed that it was not just about analyzing the residual level. The residuals could be reduced in some cases while giving rise to couplings. For instance, when the degrees of freedom of the correction mesh were too numerous and an important change in gray levels occurred (in relation with speckle changes), displacements were attributed to corrections and vice versa. There may also be cases when a crack in the material could hardly be detected because of these coupling effects. This trend was observed when the same kinematic mesh was used in the correction part. This procedure highlights the importance of differentiating the two meshes whenever possible. As DIC is intrinsically an ill-posed problem, one can never be sure that the coupling effects were mitigated. Tracking the number of iterations to convergence was a very good indicator, which should be used systematically. It is worth nothing that another option would be to consider the same meshes but introducing spatial regularization on BC fields [29] or spatiotemporal regularization [5].

The contribution of brightness and contrast corrections was highlighted in the case of high temperature studies with quantification of small displacements (in the range of a few micrometers) or the detection of cracks. When these two parameters are taken into account, FE-based DIC with BCCs is a robust approach allowing displacements/strains to be measured even at very high temperatures when the speckle degradation induces very severe changes of gray levels for which standard methods are not applicable.

## **7 Acknowledgements**

This work was supported under ATLAAS, French research project co-funded by DGAC, ONERA and SAFRAN Group, involving SAFRAN Group, ONERA and CNRS.

## References

- [1] P. Spriet, Ceramic Matrix Composites Materials, Modeling and Technology. *ch. CMC Applications to Gas Turbines*, pp. 591-608. John Wiley and Sons, Ltd, 2015
- [2] F. Zok, Ceramic-matrix composites enable revolutionary gains in turbine engine efficiency. *American Ceramic Society Bulletin*, vol. 95, pp. 22-28, 2016
- [3] E. Bouillon, Ceramic Matrix Composite behavior enhancement for Gas Turbines Hot Sections. *Conference of NATO Science and Technology Organization, AVT-356 Research Symposium on Physics of Failure for Military Platform Critical Subsystems*, November 15 - 19 2021
- [4] A. Burr, F. Hild, F. A. Leckie, The behavior of ceramic-matrix composites under thermo-mechanical cyclic conditions. *Composite Science and Technology*, vol.58, no. 5, pp. 779-783, 1998
- [5] M. Berny, T. Archer, A. Mavel, P. Beauchêne, S. Roux, F. Hild, On the analysis of heat haze effects with spacetime DIC. *Optical Laser Engineering*, vol.111, pp. 135-153, 2018
- [6] M. Grédiac, F. Hild, *Full-field measurements and identification in solid mechanics*. John Wiley and Sons, 2012
- [7] H.A. Bruck, S.R. McNeill, M.A. Sutton, W.H. Peters, Digital image correlation using Newton-Raphson method of partial differential correction. *Experimental Mechanics*, 29(3), pp. 261-267, 1989
- [8] M. A. Sutton, J. J. Orteu, H. Schreier, Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications. *Springer Science and Business Media*, 2009
- [9] T. Chu, W. Ranson, M. Sutton, W. Peters, Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, 3(25), pp. 232-244, 1985
- [10] M. A. Sutton, Computer vision-based, noncontacting deformation measurements in mechanics: A generational transformation. *Applied Mechanics Reviews*, 65(AMR-13-1009), 050802, 2013
- [11] J. Lyons, J. Liu, M. Sutton, High-Temperature Deformation Measurements Using Digital-Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 36(1), pp. 64-70, 1996
- [12] F. Hild, S. Roux, *Optical Methods for Solid Mechanics. A Full-Field Approach*, ch. Digital Image Correlation, pp. 183-228. Wiley-VCH, Weinheim (Germany), 2012
- [13] J.-E. Dufour, F. Hild, S. Roux, *Shape, displacement and mechanical properties from isogeometric multiview stereocorrelation*, *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 50(7), pp. 470-487, 2018
- [14] J.-E. Pierré, J.-C. Passieux, J.-N. Périé, Finite element stereo digital image correlation: Framework and mechanical regularization. *Experimental Mechanics*, 57(3), pp. 443-456, 2017
- [15] M. D. Novak, F. W. Zok, High-Temperature materials testing with full-field strain measurement: Experimental design and practice. *Review of Scientific Instruments*, 82(11), 115101, 2011
- [16] Z. Pan, S. Huang, Y. Su, M. Qiao, Q. Zhang, Strain field measurements over 3000°C using 3D-Digital image correlation, *Optics and Lasers in Engineering*, 127, 105942, 2020

- [17] P. Leplay, O. Lafforgue, F. Hild, Analysis of Asymmetrical Creep of a Ceramic at 1350°C by Digital Image Correlation. *Journal of the American Ceramic Society*, 98(7), pp. 2240-2247, 2015
- [18] T. Edwards, F. Di Gioacchino, H. Springbett, R. Oliver, W. Clegg, Stable Speckle Patterns for Nano-scale Strain Mapping up to 700°C. *Experimental Mechanics*, 57(9), pp. 1469-1482, 2017
- [19] R. Vargas, R. Canto, F. Hild, S. Roux, On accounting for speckle extinction via DIC and PCA. *Optics and Lasers in Engineering*, 149, 106813, 2022
- [20] B. Pan, D. Wu, Z. Wang, Y. Xia, High-Temperature digital-image correlation method for full-field deformation measurement at 1200°C. *Measurement Science and Technology*, 22(1), 015701, 2010
- [21] B..M.B Grant, H.J. Stone, P.J. Withers, M. Preuss, High-temperature strain field measurement using digital image correlation. *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 44(4), pp. 263-271, 2009
- [22] W. Tong, An evaluation of digital image correlation criteria for strain mapping applications. *Strain*, 41(4), pp. 167-75, 2005
- [23] B. Pan, Recent progress in digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 51, pp. 1223-1235, 2011
- [24] B. Peng, Q. Zhang, W. Zhou, X. Hao, L. Ding, Modified correlation criterion for digital image correlation considering the effect of lighting variations in deformation measurements. *Optical Engineering*, 51(1), pp. 1-5, 2012
- [25] J.P. Lewis, Fast template matching. *Vision Interface 95*, Canadian Image Processing and Pattern Recognition Society, Quebec City, Canada, May 15-19, pp. 120-123, 1995
- [26] V.F. Sciuti, B. Canto, J. Neggers, F. Hild, On the benefits of correcting brightness and contrast in global digital image correlation: Monitoring cracks during curing and drying of a refractory castable. *Optics and Lasers in Engineering*, 136, 106316, 2021
- [27] T. Archer, P. Beauchêne, C. Huchette, F. Hild, Global digital image correlation up to very high temperatures with grey level corrections. *Measurement Science and Technology*, 31(2), 024003, 2020
- [28] A. Charbal, L. Vincent, F. Hild, M. Poncelet, J.E. Dufour, S. Roux, et al, Characterization of temperature and strain fields during cyclic laser shocks. *Quantitative InfraRed Thermography Journal*;13(1):1-18,2016
- [29] A. Charbal, S. Roux, F. Hild, L. Vincent, Spatiotemporal regularization for digital image correlation: Application to infrared camera frames. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*;114(12):1331-49, 2018
- [30] A. Mendoza, J. Schneider, E. Parra, E. Obert, S. Roux, Differentiating 3D textile composites: a novel field of application for digital volume correlation. *Composites and Structures*, vol. 208, p. 735-743, 2019
- [31] J.A. DiCarlo, H.-M. Yun, G.N. Morscher, R.T. Bhatt, SiC/SiC Composites for 1200 C and above. *Handbook of Ceramic Composites*, N.P. Bansal (edt.), Springer US, pp. 77/98, 2005
- [32] L. Sevin, A. Jankowiak, J. F. Justin, C. Langlade, P. Bertrand, N. Pelletier, Structural Stability of Hafnia-Based Materials at Ultra-High Temperature. *Materials Science Forum*, 941, pp. 1972-1977, 2018

- [33] A. Charbal, I. Cinoglu, F. Hild, S. Roux, N. Vermaak, Stereocorrelation formalism considering brightness and contrast effects: application to torsional loadings. *Exp Mech*, vol. 60, p. 727-732, 2020

## Appendix

This appendix aims at relating explicit brightness and contrast corrections to zero-normalized images. The zero-normalized image  $\check{f}$  is defined such that its mean  $\mu_{\check{f}}$  cancels out and its standard deviation  $\sigma_{\check{f}}$  is equal to 1 over a (small) zone of interest (ZOI)

$$\check{f}(\mathbf{x}, t) = \frac{f(\mathbf{x}, t_0) - \mu_f}{\sigma_f} \quad (24)$$

where  $\mu_f$  denotes the average gray level of  $f$  over the considered ZOI, and  $\sigma_f > 0$  the corresponding standard deviation.

A brightness and contrast corrected image  $\hat{f}$  reads

$$\hat{f}(\mathbf{x}, t) = (1 + c)f(\mathbf{x}, t_0) + b \quad (25)$$

where  $b$  and  $c$  are the brightness and contrast corrections assumed to be uniform over the ZOI.

Let us assume that the previous corrections are performed under the additional conditions

$$\mu_{\hat{f}} = 0 \quad , \quad \sigma_{\hat{f}} = 1 \text{ GL} \quad (26)$$

where  $\mu_{\hat{f}}$  denotes the average gray level of  $\hat{f}$  over the considered ZOI, and  $\sigma_{\hat{f}}$  the corresponding standard deviation. It follows that

$$(1 + c)\mu_f + b = 0 \quad , \quad (1 + c)^2\sigma_f^2 = \sigma_{\hat{f}}^2 \quad (27)$$

such that  $b$  and  $c$  become

$$b = \mp \mu_f \frac{\sigma_{\hat{f}}}{\sigma_f} \quad , \quad (1 + c) = \pm \frac{\sigma_{\hat{f}}}{\sigma_f} \quad (28)$$

The zero-normalized image  $\check{f}$  is then related to  $\hat{f}$  by

$$\frac{\hat{f}(\mathbf{x}, t)}{\sigma_{\hat{f}}} = \pm \check{f}(\mathbf{x}, t) \quad (29)$$

Interestingly, Equation (29) shows that there exist *two* solutions. The first one (with the plus sign) corresponds to the standard normalization, whereas the second one (with the minus sign) is useful when contrast inversions occur (i.e., when  $(1 + c) < 0$ ).

## Annexe 2 : Valeurs des propriétés de rayonnement, de convection et d'émissivité utilisées dans les modèles

Les coefficients de rayonnement du CMC sont présentés dans le tableau suivant :

Coefficient ( $W.m^{-2}.K^{-4}$ )	Température (°C)
0.0013	20
0.0203	600
0.0637	1000
0.137	1400

Les coefficients de rayonnement de l'EBC sont présentés dans le tableau suivant :

Coefficient ( $W.m^{-2}.K^{-4}$ )	Température (°C)
0.00629	100
0.009741	198
0.014485	297
0.020275	394.5
0.026834	492.5
0.034475	589.9
0.042	694.5
0.047385	803.5
0.05349	900
0.062149	1000
0.074505	1100
0.088119	1200
0.10432	1300
0.1222	1400

Les coefficients d'échange par convection du CMC sont présentés dans le tableau suivant :

Coefficient ( $W.m^{-2}.K^{-1}$ )	Température (°C)
0.0026	100
0.0032	200
0.0036	300
0.0039	400
0.0043	600
0.0047	800
0.0049	1000
0.00517	1200
0.00537	1400
0.00547	1500

Les coefficients d'échange par convection de l'EBC sont présentés dans le tableau suivant :



Coefficient ( $W.m^{-2}.K^{-1}$ )	Température (°C)
0.00590322	100
0.00722994	200
0.00807432	300
0.0087149	400
0.00923904	500
0.00968665	600
0.0100796	700
0.0104313	800
0.0107507	900
0.0110439	1000
0.0113155	1100
0.0115688	1200
0.0118064	1300
0.0120306	1400
0.0122428	1500

Les valeurs d'émissivité (hémisphérique) de l'EBC sont présentées dans le tableau suivant :

Valeur	Température (°C)
0.25	305
0.263068	439.85
0.311939	591.85
0.382472	694.85
0.45399	903.85
0.473047	991.85
0.492912	1208.85
0.509226	1466.85
0.524032	1597.85

### **Annexe 3 : Valeurs des propriétés thermomécaniques utilisées dans les modèles**

Les propriétés thermomécaniques du CMC sont présentées dans le tableau suivant :

$E_{11}E_{22}$	275 GPa
$E_{33}$	130 GPa
$G_{12}$	96 GPa
$G_{13}G_{23}$	87 GPa
$\nu$	0,2
CDT	$4,510^{-6}C^{-1}$

Les propriétés thermomécaniques de l'EBC sont présentées dans le tableau suivant :

$E$	112 GPa
$\nu$	0,22
CDT	$4,2110^{-6}C^{-1}$



## Bibliographie

- [1] N. P. Bansal, J. Lamon, "Ceramic matrix composites : materials, modeling and technology", John Wiley & Sons, 2014.
- [2] Padture, P. Nitin, "Advanced structural ceramics in aerospace propulsion," *Nature materials*, vol. 15, no. 8, pp. 804–809, 2016.
- [3] H. Zhao, C. G. Levi, H. N. G. Wadley, "Molten silicate interactions with thermal barrier coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 251, pp. 74–86, 2014.
- [4] P. Wehrel, "Technological Level of CMC Components for Stationary Gas Turbines and Aero-Engines." 2022.
- [5] S. Ueno, T. Ohji, H.-T. Lin, "Recession behavior of Yb<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub> phase under high-speed steam jet at high temperatures", *Corrosion Science*, vol. 50, no. 1, pp. 178–182, 2008.
- [6] K. L. More, P. F. Tortorelli, L. R. Walker, N. Miriyala, J. R. Price, M. Roode, "High-Temperature Stability of SiC-Based Composites in High-Water-Vapor-Pressure Environments," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 86, no. 8, pp. 1272–1281, 2003.
- [7] D. Tejero-Martin, "A review on environmental barrier coatings : History, current state of the art and future developments", *Journal of the European Ceramic Society*, 2021.
- [8] K. N. Lee, D. S. Fox, N. P. Bansal "Rare earth silicate environmental barrier coatings for SiC/SiC composites and Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, no. 10, pp. 1705–1715, 2005.
- [9] Q. Liu, S. Huang, A. He, "Composite ceramics thermal barrier coatings of yttria stabilized zirconia for aero-engines", *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 35, pp. 2814–2823, 2019.
- [10] G.-R. Li, L.-S. Wang, G.-J. Yang, "Achieving self-enhanced thermal barrier performance through a novel hybrid-layered coating design", *Materials & Design*, vol. 167, p. 107647, 2019.
- [11] J. T. DeMasi-Marcin, D. K. Gupta, "Protective coatings in the gas turbine engine", *Surface and Coatings Technology*, vol. 68-69, pp. 1–9, 1994.
- [12] M. Gell, L. Xie, E. H. Jordan, N. P. Padture, "Mechanisms of spallation of solution precursor plasma spray thermal barrier coatings", *Surface and Coatings Technology*, vol. 188-189, pp. 101–106, 2004.
- [13] E. Bakan, R. Vaßen, "Ceramic Top Coats of Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings : Materials, Processes, and Properties", *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 26, no. 6, pp. 992–1010, 2017.
- [14] R. A. Miller, "Current status of thermal barrier coatings — An overview", *Surface and Coatings Technology*, vol. 30, no. 1, pp. 1–11, 1987.
- [15] T. D. Bennett, F. Yu, "A nondestructive technique for determining thermal properties of thermal barrier coatings", *Journal of Applied Physics*, vol. 97, no. 1, 2005.
- [16] G.-H. Meng, B.-Y. Zhang, H. Liu, G.-J. Yang, T. Xu, C.-X. Li, C.-J. Li, "Vacuum heat treatment mechanisms promoting the adhesion strength of thermally sprayed metallic coatings", *Surface and Coatings Technology*, vol. 344, pp. 102–110, 2018.
- [17] R. Darolia, "Thermal barrier coatings technology : critical review, progress update, remaining challenges and prospects", *International Materials Reviews*, vol. 58, no. 6, pp. 315–348, 2013.

- [18] N. P. Padture, M. Gell, E. H. Jordan, "Thermal *Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications*", *Science*, vol. 296, no. 5566, pp. 280–284, 2002.
- [19] L. Xie, E. H. Jordan, N. P. Padture, M. Gell, "Phase and microstructural stability of solution precursor plasma sprayed thermal barrier coatings", *Materials Science and Engineering : A*, vol. 381, no. 1, pp. 189–195, 2004.
- [20] X. Chen, Y. Zhao, L. Gu, B. Zou, Y. Wang, X. Cao, "Hot corrosion behaviour of plasma sprayed YSZ/LaMgAl<sub>11</sub>O<sub>19</sub> composite coatings in molten sulfate–vanadate salt", *Corrosion Science*, vol. 53, no. 6, pp. 2335–2343, 2011.
- [21] R. Rajendran, "Gas turbine coatings – An overview", *Engineering Failure Analysis*, vol. 26, pp. 355–369, 2012.
- [22] E. J. Opila, J. L. Smialek, R. C. Robinson, D. S. Fox, N. S. Jacobson, "SiC Recession Caused by SiO<sub>2</sub> Scale Volatility under Combustion Conditions : II, Thermodynamics and Gaseous-Diffusion Model," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 82, no. 7, pp. 1826-1834, 1999.
- [23] R. C. Robinson, J. L. Smialek, "SiC Recession Caused by SiO<sub>2</sub> Scale Volatility under Combustion Conditions : I, Experimental Results and Empirical Model," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 82, no. 7, pp. 1817–1825, 1999.
- [24] N. S. Jacobson, "Corrosion of Silicon-Based Ceramics in Combustion Environments," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 76, no. 1, pp. 3–28, 1993.
- [25] N. S. Jacobson, E. J. Opila, D. S. Fox, J. L. Smialek, "Oxidation and corrosion of silicon-based ceramics and composites", *Materials Science Forum*, vol. 251, pp. 817–832, 1997.
- [26] M. Salles, "Développement d'une barrière environnementale à tenue thermo-chimique et mécanique accrue pour des températures de fonctionnement de 2700°F". *Thèse de doctorat*, Bordeaux 1, 2021.
- [27] K. N. Lee, "Current status of environmental barrier coatings for Si-based ceramics", *Surface and Coatings Technology*, vol. 133, pp. 1–7, 2000.
- [28] S. Bose, *High Temperature Coatings*, Butterworth-Heinemann, 2017.
- [29] S. Sampath, U. Schulz, M. O. Jarligo, S. Kuroda, "Processing science of advanced thermal-barrier systems," *MRS Bulletin*, vol. 37, no. 10, pp. 903-910, 2012.
- [30] N. Curry, K. VanEvery, T. Snyder, N. Markocsan, "Thermal conductivity analysis and lifetime testing of suspension plasma-sprayed thermal barrier coatings," *Coatings*, vol. 4, no. 3, pp. 630-650, 2014.
- [31] U. Schulz, C. Leyens, K. Fritscher, M. Peters, B. Saruhan-Brings, O. Lavigne, J.-M. Dorvaux, M. Poulain, R. Mévrel, M. Caliez, "Some recent trends in research and technology of advanced thermal barrier coatings," *Aerospace Science and Technology*, 2003.
- [32] J. I. Federer, "Alumina base coatings for protection of SiC ceramics." *Journal of Materials Engineering*, vol. 12, no. 2, 1990, pp. 141-149.
- [33] Simon Arnal, "Influence de la microstructure sur la tenue à la corrosion des barrières environnementales (EBC) et évaluation de nouvelles EBCs", *Thèse de doctorat*, Bordeaux, December 2017.
- [34] J. R. Price, M. Van Roode, C. Stala, "Ceramic oxide-coated silicon carbide for high temperature corrosive environments." *Key Engineering Materials*, vol. 72, pp. 71–84, 1992.
- [35] K. N. Lee, R. A. Miller, N. S. Jacobson, "New generation of plasma-sprayed mullite coatings on silicon carbide." Technical Report, 1995.

- [36] K. N. Lee, D. S. Fox, J. I. Eldridge, D. Zhu, R. C. Robinson, N. P. Bansal, R. A. Miller, "Upper Temperature Limit of Environmental Barrier Coatings Based on Mullite and BSAS." *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 86, no. 8, pp. 1299–1306, 2003.
- [37] E. Courcot, "Protection des composites à matrice céramique (CMC) contre la corrosion à haute température dans les moteurs aéronautiques," Thèse de doctorat, Bordeaux 1, 2009.
- [38] B. T. Richards, K. A. Young, F. de Francqueville, S. Sehr, M. R. Begley, H. N. G. Wadley, "Response of ytterbium disilicate–silicon environmental barrier coatings to thermal cycling in water vapor," *Acta Materialia*, vol. 106, pp. 1–14, 2016.
- [39] B. T. Richards, H. Zhao, H. N. G. Wadley, "Structure, composition, and defect control during plasma spray deposition of ytterbium silicate coatings," *Journal of Materials Science*, vol. 50, no. 24, pp. 7939–7957, 2015.
- [40] B. T. Richards, M. R. Begley, H. N. G. Wadley, "Mechanisms of ytterbium monosilicate/mullite/silicon coating failure during thermal cycling failure in water vapor", *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 98, pp. 4066–4075, 2015.
- [41] K. Lee, D. Waters, G. Costa, B. Puleo, "Current EBC development and testing at NASA", *Techreport*, 2017.
- [42] B. Das, M. Gopinath, A. K. Nath, P. P. Bandyopadhyay, "Effect of cooling rate on residual stress and mechanical properties of laser remelted ceramic coating." *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 38, no. 11, pp. 3932–3944, 2018.
- [43] M.-J. Lee, B.-C. Lee, J.-G. Lim, M.-K. Kim, "Residual stress analysis of the thermal barrier coating system by considering the plasma spraying process," *Journal of Mechanical Science and Technology*, vol. 28, no. 6, pp. 2161–2168, 2014.
- [44] J. Qiao, R. Bolot, H. Liao, P. Bertrand, C. Coddet, "A 3D finite-difference model for the effective thermal conductivity of thermal barrier coatings produced by plasma spraying", *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 65, pp. 120–126, 2013.
- [45] W. Reimers, A. Pyzalla, M. Broda, G. Bruschi, D. Dantz, T. Schmackers, K. D. Liss, T. Tschentscher, "The use of high-energy synchrotron diffraction for residual stress analyses", *Journal of Materials Science Letters*, vol. 18, no. 7, pp. 581–584, 1999.
- [46] A. G. Evans, D. R. Mumm, J. W. Hutchinson, G. H. Meier, F. S. Pettit, "Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings", *Progress in materials science*, vol. 46, no. 5, pp. 505–553, 2001.
- [47] D. Zhu, R. A. Miller, "Influence of High Cycle Thermal Loads on Thermal Fatigue Behavior of Thick Thermal 411 Barrier Coatings", *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 86, pp. 1249–1255, 1997.
- [48] D. Zhu, R. A. Miller, "Determination of creep behavior of thermal barrier coatings under laser imposed high thermal and stress gradient conditions", *Journal of materials research*, vol. 14, no. 1, pp. 146–161, 1999.
- [49] R. A. Miller, R. G. Garlick, J. L. Smialek, "Phase distributions in plasma-sprayed zirconia-yttria," *American Ceramic Society Bulletin*, 1983.
- [50] B. T. Richards, D. Zhu, L. J. Ghosn, H. N.G. Wadley, "Mechanical Properties of Air Plasma Sprayed Environmental Barrier Coating (EBC) Systems : Preliminary Assessments," *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 1st edn. Wiley, pp. 219–237, 2015.
- [51] T. Archer, "Comportement sous gradient thermique d'un composite à matrice céramique revêtu", *Université Paris-Saclay (ComUE)*, Thèse de doctorat, 2019.

- [52] A. G. Evans, J. W. Hutchinson, "The mechanics of coating delamination in thermal gradients", *Surface and Coatings Technology*, vol. 201 N°18, pp. 7905–7916, 2007.
- [53] N. Boulay, "Modélisation des capteurs d'émission acoustique en vue de la simulation d'un contrôle", *Université Paris-Saclay*, Thèse de doctorat, 2017.
- [54] Z. Huda, "Creep Behavior of Materials," In : *Mechanical Behavior of Materials : Fundamentals, Analysis, and Calculations*, pp. 253-265, 2022.
- [55] A. H. Paksoy, P. Xiao, "Study on sintering behaviour of ytterbium disilicate and ytterbium monosilicate for environmental barrier coating applications," *Ceramics International*, vol. 48, no. 8, pp. 11238-11250, 2022.
- [56] P. Forio, A. Repellin, C. Veyne-Marti, P. Dourthe, "Traitement des Obsolescences sur les Structures Composites : Méthodologie et Exemples," *21ème Journées Nationales sur les Composites*, Bordeaux, Talence, France, 2019.
- [57] F. Traeger, R. Vaßen, K.-H. Rauwald, D. Stöver, "Thermal Cycling Setup for Testing Thermal Barrier Coatings," *Advanced Engineering Materials*, vol. 5, no. 6, pp. 429-432, 2003.
- [58] D. Zhu, B. Harder, J. B. Hurst, B. Good, G. Costa, R. Bhatt, D. S. Fox, "Development of Advanced Environmental Barrier Coatings for SiC/SiC Ceramic Matrix Composites : Path toward 2700°F Temperature Capability and Beyond."
- [59] B. D. Choules, K. Kokini, T. A. Taylor, "Thermal fracture of ceramic thermal barrier coatings under high heat flux with time-dependent behavior : Part 1. Experimental results," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 299, no. 1, pp. 296-304, 2001.
- [60] T. Archer, M. Berny, P. Beauchêne, F. Hild, "Creep behavior identification of an environmental barrier coating using full-field measurements", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 40, no. 15, pp. 5704–5718, 2020.
- [61] M. Van Roode, M. K. Ferber, D. W. Richerson, "Ceramic Gas Turbine Design and Test Experience," 2002.
- [62] D. Zhu, "Development and Performance Evaluations of HfO<sub>2</sub>-Si and Rare Earth-Si Based Environmental Barrier Bond Coat Systems for SiC/SiC Ceramic Matrix Composites", *NASA Technical Report*, 2014.
- [63] G. Thurn, G. A. Schneider, F. Aldinger, "High-temperature deformation of plasma-sprayed ZrO<sub>2</sub> thermal barrier coatings", *Materials Science and Engineering : A*, vol. 233, no. 1-2, 1997, pp. 176–182.
- [64] B. T. Richards, S. Sehr, F. de Franqueville, M. R. Begley, H. N. G. Wadley, "Fracture mechanisms of ytterbium monosilicate environmental barrier coatings during cyclic thermal exposure", *Acta Materialia*, vol. 103, pp. 448–460, 2016.
- [65] K. Hbaieb, "Blister defect formation within partially stabilized zirconia film during constrained sintering," *Journal of Advanced Ceramics*, vol. 4, no. 1, pp. 76-82, 2015.
- [66] R. Vaßen, M. O. Jarligo, T. Steinke, D. E. Mack, D. Stöver, "Overview on advanced thermal barrier coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, no. 4, pp. 938-942, 2010.
- [67] D. Chen, M. Gell, E. H. Jordan, E. Cao, X. Ma, "Thermal Stability of Air Plasma Spray and Solution Precursor Plasma Spray Thermal Barrier Coatings," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 90, no. 10, Oct 2007, pp. 3160-3166, 2007.
- [68] M. A. Helminiak, N. M. Yanar, F. S. Pettit, T. A. Taylor, G. H. Meier, "The behavior of high-purity, low-density air plasma sprayed thermal barrier coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 204, no. 6-7, 2009, pp. 793-796, 2009.
- [69] V. Lughi, V. K. Tolpygo, D. R. Clarke, "Microstructural aspects of the sintering of thermal barrier coatings," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 368, no. 1-2, 2004, pp. 212-221, 2004.

- [70] B. Siebert, C. Funke, R. Vasen, D. Stöver, "Changes in porosity and Young's Modulus due to sintering of plasma sprayed thermal barrier coatings," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 92, 1999, pp. 217-223, 1999.
- [71] H.-J. Rätzer-Scheibe, U. Schulz, "The effects of heat treatment and gas atmosphere on the thermal conductivity of APS and EB-PVD PYSZ thermal barrier coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no. 18, 2007, pp. 7880-7888, 2007.
- [72] K. L. More, P. F. Tortorelli, T. Bhatia, G. D. Linsey, "Evaluating the Stability of BSAS-Based EBCs in High Water-Vapor Pressure Environments." In : *Proceedings of the ASME Turbo Expo 2008 : Power for Land, Sea, and Air*, 2008, pp. 377-384.
- [73] K. L. More, P. L. Tortorelli, L. R. Walker, J. B. Kimmel, N. Miriyala, J. R. Price, H. E. Eaton, E. Y. Sun, G. D. Linsey, "Evaluating environmental barrier coatings on ceramic matrix composites after engine and laboratory exposures." In : *Proceedings of the ASME Turbo Expo 2002 : Power for Land, Sea, and Air*, vol. 36096, 2002, pp. 155-162.
- [74] M. A. Carpenter, E. K. H. Salje, A. Graeme-Barber, "Spontaneous strain as a determinant of thermodynamic properties for phase transitions in minerals." *European Journal of Mineralogy*, 1998, pp. 621-691.
- [75] W. Pabst, E. V. A. Gregorová, "Elastic properties of silica polymorphs—a review." *Ceramics-Silikaty*, vol. 57, no. 3, 2013, pp. 167-184.
- [76] T. M. Ricks, S. M. Arnold, B. J. Harder, "Coupled Thermo-Mechanical Micromechanics Modeling of the Influence of Thermally Grown Oxide Layer in an Environmental Barrier Coating System." In : *Proceedings of the American Society for Composites Technical Conference*, 2018.
- [77] D. Zhu, R. T. Bhatt, B. Harder, "Thermomechanical and environmental durability of environmental barrier coated ceramic matrix composites under thermal gradients." 2016.
- [78] H. Peng, L. Wang, L. Guo, W. Miao, H. Guo, S. Gong, "Degradation of EB-PVD thermal barrier coatings caused by CMAS deposits." *Progress in Natural Science : Materials International*, vol. 22, no. 5, 2012, pp. 461-467.
- [79] D. Zhu, S. R. Choi, J. I. Eldridge, K. N. Lee, R. A. Miller, "Surface Cracking and Interface Reaction Associated Delamination Failure of Thermal and Environmental Barrier Coatings." In : *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 2003, vol. 24, pp. 469-475.
- [80] K. N. Lee, "Environmental Barrier Coatings for SiCf/SiC," In : *Ceramic Matrix Composites*, 2014.
- [81] M. Fritsch, H. Klemm, M. Herrmann, B. Schenk, "Corrosion of selected ceramic materials in hot gas environment," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 26, no. 16, pp. 3557-3565, 2006.
- [82] B. E. Deal, A. S. Grove, "General relationship for the thermal oxidation of silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 36, no. 12, pp. 3770-3778, 1965.
- [83] R. H. Doremus, "Oxidation of silicon by water and oxygen and diffusion in fused silica," *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 80, no. 16, pp. 1773-1775, 1976.
- [84] W. A. Pliskin, R. P. Gnall, "Evidence for Oxidation Growth at the Oxide-Silicon Interface from Controlled Etch Studies," *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 111, no. 7, p. 872, 1964.
- [85] P. J. Jorgensen, M. E. Wadsworth, I. B. Cutler, "Effects of Water Vapor on Oxidation of Silicon Carbide," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 44, no. 6, pp. 258-261, 1961.
- [86] Y. Lu, L. Luo, J. Liu, C. Zhu, Y. Wang, "Failure Mechanism Associated with the Thermally Grown Silica Scale in Environmental Barrier Coated C/SiC Composites," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 99, no. 8, pp. 2713-2719, 2016.



- [87] Y. Okita, Y. Mizokami, J. Hasegawa, "Experimental and numerical investigation of environmental barrier coated ceramic matrix composite turbine airfoil erosion," *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, vol. 141, no. 3, p. 031013, 2019.
- [88] H. Zhao, B. T. Richards, C. G. Levi, H. N. G. Wadley, "Molten silicate reactions with plasma sprayed ytterbium silicate coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 288, pp. 151–162, 2016.
- [89] M. H. Vidal-Setif, N. Chellah, C. Rio, C. Sanchez, O. Lavigne, "Calcium–magnesium–alumino-silicate (CMAS) degradation of EB-PVD thermal barrier coatings : Characterization of CMAS damage on ex-service high pressure blade TBCs," *Surface and Coatings Technology*, vol. 208, pp. 39–45, 2012.
- [90] C. G. Levi, J. W. Hutchinson, M. H. Vidal-Sétif, C. A. Johnson, "Environmental degradation of thermal-barrier coatings by molten deposits," *MRS bulletin*, vol. 37, no. 10, pp. 932–941, 2012.
- [91] N. L. Ahlborg, D. Zhu, "Calcium–magnesium aluminosilicate (CMAS) reactions and degradation mechanisms of advanced environmental barrier coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 237, pp. 79–87, 2013.
- [92] H. Zhao, B. T. Richards, C. G. Levi, H. N. G. Wadley, "Molten silicate reactions with plasma sprayed ytterbium silicate coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 288, pp. 151–162, 2016.
- [93] N. L. Ahlborg, D. Zhu, "Calcium–magnesium aluminosilicate (CMAS) reactions and degradation mechanisms of advanced environmental barrier coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 237, pp. 79–87, 2013.
- [94] R. T. Bhatt, S. R. Choi, L. M. Cosgriff, D. S. Fox, K. N. Lee, "Impact resistance of environmental barrier coated SiC/SiC composites", *Materials Science and Engineering A*, 2008.
- [95] P. Nguyen, S. Harding, S.-Y. Ho, "Experimental studies on slurry based thermal barrier coatings", *Proceedings of the 5th Australasian Congress on Applied Mechanics*, Engineers Australia Brisbane, Qld., pp. 545–550, 2007.
- [96] L. Augustins, F. Hild, R. Billardon, S. Boudevin, "Experimental and numerical analysis of thermal striping in automotive brake discs", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 40, no. 2, pp. 267–276, 2017.
- [97] M. Fèvre, A. Finel, R. Caudron, R. Mévrel, "Local order and thermal conductivity in yttria-stabilized zirconia. II. Numerical and experimental investigations of thermal conductivity", *Physical Review B*, vol. 72, no. 10, p. 104118, 2005.
- [98] A. Abdul-Aziz, "Durability modeling review of thermal-and environmental-barrier-coated fiber-reinforced ceramic matrix composites Part I", *Materials*, vol. 11, no. 7, p. 1251, 2018.
- [99] L. Ronteix, "Caractérisation et modélisation du comportement d'un CMC revêtu sous sollicitations mécaniques, thermomécaniques et multi-physiques", *Thèse en préparation*, Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique, 2022.
- [100] F. Mauget, D. Marchand, M. Morisset, D. Bertheau, J. Cormier, J. Mendez, "Nouveau moyen de caractérisation des matériaux-Conditions extrêmes et sollicitations thermo-mécaniques proches des conditions d'usages", *Matériaux & Techniques*, vol. 100, no. 6-7, pp. 541–545, 2012.
- [101] M. Berny, "High-temperature tests for ceramic matrix composites : from full-field regularised measurements to thermomechanical parameter identification", *Thèse de doctorat*, université Paris-Saclay, 2020.

- [102] M. P. Appleby, "PhD : High Temperature Damage Characterization Of Ceramic Composites And Protective Coatings", University of Akron, 2016.
- [103] J. Kimmel, N. Miriyala, J. Price, K. More, P. Tortorelli, H. Eaton, G. Linsey, E. Sun, "Evaluation of CFCC liners with EBC after field testing in a gas turbine", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 22, pp. 2769–2775, 2002.
- [104] L. del Campo, R. B. Pérez-Sáez, X. Esquisabel, I. Fernández, M. J. Tello, "New experimental device for infrared spectral directional emissivity measurements in a controlled environment", *Review of Scientific Instruments*, vol. 77, no. 11, p. 113111, 2006.
- [105] Y. Nigara, "Measurement of the Optical Constants of Yttrium Oxide", *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 7, no. 4, p. 404, 1968.
- [106] L. Yang, T. T. Yang, Y. C. Zhou, Y. G. Wei, R. T. Wu, N. G. Wang, "Acoustic emission monitoring and damage mode discrimination of APS thermal barrier coatings under high temperature CMAS corrosion", *Surface and Coatings Technology*, vol. 304, pp. 272–282, 2016.
- [107] M. P. Appleby, D. Zhu, G. N. Morscher, "Mechanical properties and real-time damage evaluations of environmental barrier coated SiC/SiC CMCs subjected to tensile loading under thermal gradients", *Surface and Coatings Technology*, vol. 284, pp. 318–326, 2015.
- [108] S. Momon, N. Godin, P. Reynaud, M. R'Mili, G. Fantozzi, "Unsupervised and supervised classification of AE data collected during fatigue test on CMC at high temperature", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 2, pp. 254–260, 2012.
- [109] N. N. Hsu, F. Breckenridge, "Characterization and calibration of acoustic emission sensors", 1981.
- [110] J. Roget, "Essais non destructif : l'émission acoustique : mise en oeuvre et applications", Association française de normalisation, 1988.
- [111] D. G. Eitzen, H. N. G. Wadley, "Acoustic emission : establishing the fundamentals", *Journal of research of the National Bureau of Standards*, vol. 89, no. 1, p. 75, 1984.
- [112] M. Berny, T. Archer, A. Mavel, P. Beauchêne, S. Roux, F. Hild, "On the analysis of heat haze effects with spacetime DIC", *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 111, pp. 135–153, 2018.
- [113] X. Chang, C. Le Gourriérec, L. Turpin, M. Berny, F. Hild, S. Roux, "Proper Generalized Decomposition stereocorrelation to measure kinematic fields for high speed impact on laminated glass", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 415, pp. 116–217, 2023.
- [114] M. A. Sutton, J. J. Orteu, H. Schreier, "Image correlation for shape, motion and deformation measurements : basic concepts, theory and applications", *Springer Science and Business Media*, 2009.
- [115] B. Beaubier, K. Lavernhe-Taillard, G. Besnard, S. Lavernhe, F. Hild, S. Roux, "CAD-based Calibration of a 3D DIC System", *Imaging Methods for Novel Materials and Challenging Applications, Volume 3 : Proceedings of the 2012 Annual Conference on Experimental and Applied Mechanics*, 2012, pp. 227–232.
- [116] J.-E. Dufour, F. Hild, S. Roux, "Shape, displacement and mechanical properties from isogeometric multiview stereocorrelation", *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 50, no. 7, pp. 470–487, 2015.
- [117] M. Berny, T. Archer, P. Beauchêne, A. Mavel, F. Hild, "Displacement Uncertainty Quantifications in T<sub>3</sub>-Stereocorrelation", *Experimental Mechanics*, vol. 61, pp. 771–790, 2021.

- [118] J.-J. Orteu, "3-D computer vision in experimental mechanics", *Optics and lasers in engineering*, vol. 47, no. 3-4, pp. 282–291, 2009.
- [119] M. A. Sutton, "Computer vision-based, noncontacting deformation measurements in mechanics : a generational transformation", *Applied Mechanics Reviews*, vol. 65, no. 5, pp. 1–19, 2013.
- [120] J. D. Helm, S. R. McNeill, M. A. Sutton, "Improved three-dimensional image correlation for surface displacement measurement", *Optical Engineering*, vol. 35, no. 7, pp. 1911–1920, 1996.
- [121] J.-J. Orteu, V. Garric, M. Devy, "Camera calibration for 3D reconstruction : application to the measurement of 3D deformations on sheet metal parts", In *New image processing techniques and applications : algorithms, methods, and components II*, vol. 3101, 1997, pp. 252–263.
- [122] F. Hild, S. Roux, "Method of three-dimensional stereo-correlation measurements using a parametric representation of the measurement object", *Patent family FR2991448B1, EP2856424B1, US9733071B2, ES2700975T3*, 2012.
- [123] D. Etievant, Y. Quinsat, F. Thiebaut, F. Hild, "A modal approach for shape defect measurement based on global stereocorrelation", *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 128, pp. 106030, 2020.
- [124] J.-E. Pierré, J.-C. Passieux, J.-N. Périé, "Finite element stereo digital image correlation : framework and mechanical regularization", *Experimental Mechanics*, vol. 57, pp. 443–456, 2017.
- [125] H. Leclerc, J.-N. Périé, S. Roux, F. Hild, "Integrated digital image correlation for the identification of mechanical properties", In *Computer Vision/Computer Graphics Collaboration-Techniques : 4th International Conference, MIRAGE 2009, Rocquencourt, France, May 4-6, 2009. Proceedings 4*, pp. 161–171, 2009.
- [126] F. Mathieu, H. Leclerc, F. Hild, S. Roux, "Estimation of elastoplastic parameters via weighted FEMU and integrated-DIC", *Experimental Mechanics*, vol. 55, pp. 105–119, 2015.
- [127] S. Roux, F. Hild, "Stress intensity factor measurements from digital image correlation : post-processing and integrated approaches", *International journal of fracture*, vol. 140, pp. 141–157, 2006.
- [128] D. L. Poerschke, R. W. Jackson, C. G. Levi, "Silicate Deposit Degradation of Engineered Coatings in Gas Turbines : Progress Toward Models and Materials Solutions," *Annual Review of Materials Research*, vol. 47, no. 1, pp. 297–330, 2017.
- [129] J. Liu, L. Zhang, Q. Liu, L. Cheng, Y. Wang, "Calcium–magnesium–aluminosilicate corrosion behaviors of rare-earth disilicates at 1400°C," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 33, no. 15-16, pp. 3419–3428, 2013.
- [130] A. Benaarbia, A. Chrysochoos, "Proper orthogonal decomposition preprocessing of infrared images to rapidly assess stress-induced heat source fields", *Quantitative InfraRed Thermography Journal*, vol. 14, no. 1, pp. 132–152, 2017.
- [131] M. A. Sutton, "Computer vision-based, noncontacting deformation measurements in mechanics : a generational transformation", *Applied Mechanics Reviews*, vol. 65, no. 5, pp. 1–19, 2013.
- [132] Y. Wang, A. Charbal, J. E. Dufour, F. Hild, S. Roux, L. Vincent, "Hybrid multiview correlation for measuring and monitoring thermomechanical fatigue test", *Experimental Mechanics*, vol. 60, pp. 13–33, 2020.
- [133] F. Hild, S. Roux, "Digital image correlation", In *Optical methods for solid mechanics. A full-field approach*, vol. 367, pp. 183–228, 2012.

- [134] A. Tarantola, "Inverse Problems Theory, Methods for Data Fitting and Model Parameter Estimation", pp. 181-188, 1987.
- [135] A. Antoranz, A. Ianiro, O. Flores, M. García-Villalba, "Extended proper orthogonal decomposition of non-homogeneous thermal fields in a turbulent pipe flow", *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 118, pp. 1264-1275, 2018.
- [136] A. Chatterjee, "An introduction to the proper orthogonal decomposition", *Current science*, pp. 808-817, 2000.
- [137] S. R. Kalidindi, "Hierarchical materials informatics : novel analytics for materials data", 2015.
- [138] F. Chinesta, P. Ladeveze, E. Cueto, "A short review on model order reduction based on proper generalized decomposition", *Archives of Computational Methods in Engineering*, vol. 18, no. 4, pp. 395, 2011.
- [139] P. Ladevèze, "Nonlinear computational structural mechanics : new approaches and non-incremental methods of calculation", Springer Science & Business Media, 2012.
- [140] F. Chinesta, A. Leygue, F. Bordeu, J. V. Aguado, E. Cueto, D. González, I. Alfaro, A. Ammar, A. Huerta, "PGD-based computational vademecum for efficient design, optimization and control", *Archives of Computational Methods in Engineering*, vol. 20, no. 1, pp. 31-59, 2013.
- [141] J.-C. Passieux, R. Bouclier, J.-N. Périé, "A space-time PGD-DIC algorithm : application to 3D mode shapes measurements", *Experimental Mechanics*, vol. 58, pp. 1195-1206, 2018.
- [142] M. Chapelier, R. Bouclier, J.-C. Passieux, "Free-Form Deformation Digital Image Correlation (FFD-DIC) : a non-invasive spline regularization for arbitrary finite element measurements", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 384, pp. 113992, 2021.
- [143] M. Berny, C. Jailin, A. Bouterf, F. Hild, S. Roux, "Mode-enhanced space-time DIC : applications to ultra-high-speed imaging", *Measurement Science and Technology*, vol. 29, no. 12, pp. 125008, 2018.
- [144] J.-E. Dufour, B. Beaubier, F. Hild, S. Roux, "CAD-based displacement measurements with stereo-DIC : principle and first validations", *Experimental Mechanics*, vol. 55, pp. 1657-1668, 2015.
- [145] P. Ladevèze, J.-C. Passieux, D. Néron, "The latin multiscale computational method and the proper generalized decomposition", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 199, no. 21-22, pp. 1287-1296, 2010.
- [146] P. H. Boisse, P. Bussy, P. Ladeveze, "A new approach in non-linear mechanics : the large time increment method", *International journal for numerical methods in engineering*, vol. 29, no. 3, pp. 647-663, 1990.
- [147] G. Besnard, F. Hild, S. Roux, "'Finite-element' displacement fields analysis from digital images : application to Portevin-Le Châtelier bands", *Experimental mechanics*, vol. 46, pp. 789-803, 2006.
- [148] F. Hild, S. Roux, "Comparison of local and global approaches to digital image correlation", *Experimental mechanics*, vol. 52, no. 9, pp. 1503-1519, 2012.
- [149] A. Tarantola, "Inverse Problems Theory, Methods for Data Fitting and Model Parameter Estimation", 2005
- [150] J. I. Eldridge, D. Zhu, D. E. Wolfe, "Monitoring Delamination of Thermal Barrier Coatings During Interrupted High-Heat-Flux Laser Testing using Upconversion Luminescence Imaging," *Advanced Ceramic Coatings and Materials for Extreme Environments*, John Wiley & Sons, Ltd, pp. 1-13, 2011.

- [151] R. Gras, H. Leclerc, F. Hild, S. Roux, J. Schneider, "Identification of a set of macroscopic elastic parameters in a 3D woven composite : Uncertainty analysis and regularization", *International Journal of Solids and Structures*, vol. 55, pp. 2–16, 2015.
- [152] M. Grédiac, "The use of heterogeneous strain fields for the characterization of composite materials", *Composites science and technology*, vol. 56, no. 7, pp. 841–846, 1996.
- [153] T. Pottier, "Identification paramétrique par recalage de modèles éléments finis couplée à des mesures de champs cinématiques et thermiques", *Thèse de doctorat*, Université de Savoie, 2010.
- [154] S. Avril, M. Bonnet, A.-S. Bretelle, M. Grédiac, F. Hild, P. Ienny, F. Latourte, D. Lemosse, S. Pagano, E. Pagnacco, "Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements", *Experimental Mechanics*, vol. 48, pp. 381–402, 2008.
- [155] K. T. Kavanagh, R. W. Clough, "Finite element applications in the characterization of elastic solids", *International Journal of Solids and Structures*, vol. 7, no. 1, pp. 11–23, 1971.
- [156] S. Momon, N. Godin, P. Reynaud, M. R'Mili, G. Fantozzi, "Unsupervised and supervised classification of AE data collected during fatigue test on CMC at high temperature", *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 2, pp. 254–260, 2012.
- [157] R. Mahnken, "Aspects on the finite-element implementation of the Gurson model including parameter identification", *International Journal of Plasticity*, vol. 15, no. 11, pp. 1111–1137, 1999.
- [158] G. Lubineau, "A goal-oriented field measurement filtering technique for the identification of material model parameters", *Computational mechanics*, vol. 44, no. 5, pp. 591–603, 2009.
- [159] M. Grédiac, "Principe des travaux virtuels et identification", *Comptes rendus de l'Académie des sciences. Série 2, Mécanique, Physique, Chimie, Sciences de l'univers, Sciences de la Terre*, vol. 309, no. 1, pp. 1–5, 1989.
- [160] M. Grédiac, F. Pierron, "Applying the virtual fields method to the identification of elastoplastic constitutive parameters", *International Journal of Plasticity*, vol. 22, no. 4, pp. 602–627, 2006.
- [161] Y. Pannier, "Identification de paramètres élastoplastiques par des essais statiquement indéterminés : mise en oeuvre expérimentale et validation de la méthode des champs virtuels", *Thèse de doctorat*, Citeseer, 2006.
- [162] P. Ladevèze, D. Leguillon, "Error estimate procedure in the finite element method and applications", *SIAM Journal on Numerical Analysis*, vol. 20, no. 3, pp. 485–509, 1983.
- [163] P. Ladevèze, N. Moës, B. Douchin, "Constitutive relation error estimators for (visco) plastic finite element analysis with softening", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 176, no. 1-4, 1999, pp. 247–264.
- [164] S. Calloch, D. Dureisseix, F. Hild, "Identification de modèles de comportement de matériaux solides : utilisation d'essais et de calculs", *Technologies et Formations*, vol. 100, 2002, pp. 36–41.
- [165] G. Geymonat, F. Hild, S. Pagano, "Identification of elastic parameters by displacement field measurement", *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 330, no. 6, 2002, pp. 403–408.
- [166] F. Latourte, A. Chrysochoos, S. Pagano, B. Wattrisse, "Elastoplastic behavior identification for heterogeneous loadings and materials", *Experimental Mechanics*, vol. 48, 2008, pp. 435–449.
- [167] B. Blaysat, E. Florentin, G. Lubineau, A. Moussawi, "A Dissipation Gap Method for full-field measurement-based identification of elasto-plastic material parameters", *International journal for numerical methods in engineering*, vol. 91, no. 7, 2012, pp. 685–704.

- [168] S. Andrieux, A. B. Abda, "The reciprocity gap : a general concept for flaws identification problems", *Mechanics research communications*, vol. 20, no. 5, 1993, pp. 415–420.
- [169] D. Claire, F. Hild, S. Roux, "Identification of damage fields using kinematic measurements", *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 330, no. 11, 2002, pp. 729–734.
- [170] J. N. Périé, H. Leclerc, S. Roux, F. Hild, "Digital image correlation and biaxial test on composite material for anisotropic damage law identification", *International journal of solids and structures*, vol. 46, no. 11-12, 2009, pp. 2388–2396.
- [171] S. Roux, F. Hild, "Digital image mechanical identification (DIMI)", *Experimental mechanics*, vol. 48, no. 4, 2008, pp. 495–508.
- [172] E. Pagnacco, A. Moreau, D. Lemosse, "Inverse strategies for the identification of elastic and viscoelastic material parameters using full-field measurements", *Materials Science and Engineering : A*, vol. 452, 2007, pp. 737–745.
- [173] M. A. N. Hendriks, "Identification of the mechanical behaviour of solid materials [PhD thesis] : Eindhoven", *University of Technology, The Netherlands*, 1991.
- [174] S. Dilhaire, S. Grauby, W. Claeys, J.-C. Batsale, "Thermal parameters identification of micrometric layers of microelectronic devices by thermoreflectance microscopy", *Microelectronics journal*, vol. 35, no. 10, 2004, pp. 811–816.
- [175] J. L. Dournaux, Stephane Bouvier, A. Aouafi, P. Vacher, "Full-field measurement technique and its application to the analysis of materials behaviour under plane strain mode", *Materials Science and Engineering : A*, vol. 500, no. 1-2, 2009, pp. 47–62.
- [176] T. Pottier, P. Vacher, F. Toussaint, H. Louche, T. Coudert, "Out-of-plane testing procedure for inverse identification purpose : application in sheet metal plasticity", *Experimental Mechanics*, vol. 52, 2012, pp. 951–963.
- [177] E. P. Simoncelli, "14 Bayesian Multi-Scale Differential Optical Flow", *Handbook of Computer Vision and Applications : Signal processing and pattern recognition*, vol. 2, 1999, pp. 397.
- [178] J. Neggers, F. Mathieu, F. Hild, S. Roux, "Simultaneous full-field multi-experiment identification", *Mechanics of Materials*, vol. 133, 2019, pp. 71–84.
- [179] J. F. Maire, J. L. Chaboche, "A new formulation of continuum damage mechanics (CDM) for composite materials", *Aerospace Science and Technology*, vol. 1, no. 4, 1997, pp. 247–257.
- [180] L. Marcin, "Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture de matériaux composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures", *Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2010*.
- [181] Z. Tomičević, F. Hild, S. Roux, "Mechanics-aided digital image correlation", *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 48, no. 5, pp. 330–343, 2013.
- [182] A. Mendoza, J. Neggers, F. Hild, S. Roux, "Complete mechanical regularization applied to digital image and volume correlation", *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 355, pp. 27–43, 2019.
- [183] Manon Fernandez, "Mécanismes d'endommagement pilotant la durée de vie d'une barrière environnementale (EBC)", *Thèse de doctorat, Bordeaux, December 2019*.
- [184] Roy M. Sullivan, "Reformulation of oxide growth equations for oxidation of silicon bond coat in environmental barrier coating systems", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 39, no. 16, pp. 5403–5409, 2019.
- [185] Lallie Quemeras, "Comportement et modélisation d'une barrière environnementale (EBC) sous les sollicitations thermo chimiques et mécaniques des moteurs en aéronautique", *Thèse de doctorat, Bordeaux, 2024*.

- [186] K. M. Grant, S. Krämer, G. G. E. Seward, C. G. Levi, "Calcium-Magnesium Alumino-Silicate Interaction with Yttrium Monosilicate Environmental Barrier Coatings : YMS Interaction with YMS EBCs," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 93, no. 10, pp. 3504-3511, 2010.
- [187] N. Maier, K. G. Nickel, G. Rixecker, "High-temperature water vapor corrosion of rare earth disilicates (Y, Yb, Lu)  $2\text{Si}_2\text{O}_7$  in the presence of  $\text{Al}(\text{OH})_3$  impurities", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 27, no. 7, pp. 2705–2713, 2007.
- [188] R. M. Sullivan, "Reformulation of oxide growth equations for oxidation of silicon bond coat in environmental barrier coating systems", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 39, no. 16, pp. 5403–5409, 2019.
- [189] R. M. Sullivan, "On the oxidation of the silicon bond coat in environmental barrier coatings", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 41, no. 1, pp. 557–562, 2021.
- [190] Y. Lu, Y. Wang, "Formation and growth of silica layer beneath environmental barrier coatings under water-vapor environment", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 739, pp. 817–826, 2018.
- [191] J. Han, Y. Wang, R. Liu, Y. Cao, "Thermal shock behavior of mixed ytterbium disilicates and ytterbium monosilicates composite environmental barrier coatings", *Surface and Coatings Technology*, vol. 352, pp. 348–353, Oct 2018.
- [192] B. T. Richards, H. N. G. Wadley, "Plasma spray deposition of tri-layer environmental barrier coatings", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 34, no. 12, pp. 3069–3083, 2014.
- [193] D.-B. Kao, J. P. McVittie, W. D. Nix, K. C. Saraswat, "Two-dimensional thermal oxidation of silicon—I. Experiments", *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 34, no. 5, pp. 1008–1017, 1987.
- [194] D.-B. Kao, J. P. Mcvittie, W. D. Nix, K. C. Saraswat, "Two-dimensional thermal oxidation of silicon. II. Modeling stress effects in wet oxides", *IEEE transactions on electron devices*, vol. 35, no. 1, pp. 25–37, 1988.
- [195] M. Fernandez, G. Couégnat, F. Rebillat, "Relation entre oxydation et évolution de l'adhérence d'une barrière environnementale", *21ème Journées Nationales sur les Composites*, 2019.
- [196] S. Willemin, "Mécanismes de ruine d'un matériau CMC à fibres Hi-Nicalon S en oxydation/corrosion", *Thèse de doctorat*, Université de Bordeaux, 2017.