



HAL
open science

Étude du comportement d'interface d'une barrière environnementale sur composite à matrice céramique

Pierre Bertrand

► **To cite this version:**

Pierre Bertrand. Étude du comportement d'interface d'une barrière environnementale sur composite à matrice céramique. Matériaux. Université Paris-Saclay, 2024. Français. NNT : 2024UPAST125 . tel-04880443

HAL Id: tel-04880443

<https://theses.hal.science/tel-04880443v1>

Submitted on 10 Jan 2025

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.

Etude du comportement d'interface d'une barrière environnementale sur composite à matrice céramique

*Study of the interface behaviour of an environmental barrier coating on a
ceramic matrix composite*

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. Référent : ENS Paris-Saclay

Thèse préparée dans le **Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay** LMPS (Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS) et à l'**ONERA** dans l'unité de recherche Modélisation et Caractérisation des Matériaux Composites (MC²), sous la direction de **François HILD**, directeur de recherche au CNRS, le co-encadrement de **Cédric HUCHETTE** et de **Thibaut ARCHER**, ingénieurs de recherche à l'ONERA ainsi que de **Thomas VANDELLOS**, ingénieur de recherche à Safran Ceramics

Thèse soutenue à Châtillon le 5 décembre 2024, par

Pierre BERTRAND

Composition du Jury

Membres du jury avec voix délibérative

Zoheir ABOURA

Professeur des universités,
Université de Technologie de
Compiègne

Président & Examineur

Vincent MAUREL

Directeur de recherche, Centre des
Matériaux - Mines ParisTech

Rapporteur & Examineur

Jean-Noël PÉRIÉ

Professeur des universités, Institut
Clément Ader Université Fédérale
Toulouse Midi-Pyrénées

Rapporteur & Examineur

Éric MARTIN

Professeur des universités,
ENSEIRB-MATMECA

Examineur

Remerciements

Les travaux présentés dans ce manuscrit sont le fruit de trois années passées entre l'ONERA, le LMPS et Safran Ceramics. Au cours de ce parcours, j'ai eu la chance de rencontrer de nombreuses personnes qui m'ont beaucoup appris, aussi bien sur le plan scientifique qu'humain.

Je souhaite tout d'abord remercier les membres de mon jury de thèse. Ainsi, je remercie Zoheir Aboura d'avoir accepté de présider le jury et d'avoir examiné mes travaux. Je souhaite également remercier Vincent Maurel et Jean-Noël Périé d'avoir pris le temps de rapporter mes travaux. Je remercie aussi Éric Martin d'avoir examiné ces travaux. Par leurs qualités scientifiques, tous les membres de ce jury ont su apporter une critique objective et constructive, qui a rendu la soutenance de cette thèse particulièrement vivante.

Dans un second temps, j'aimerais remercier mes encadrants qui m'ont accompagné durant cette thèse. Les mots ne sont pas assez forts pour remercier Cédric Huchette et Thibaut Archer, mes encadrants à l'ONERA, qui m'ont fait confiance depuis le début et qui m'ont énormément appris tout au long de ces trois ans. Je suis extrêmement reconnaissant d'avoir pu compter sur Thomas Vandellos, qui a joué le rôle d'encadrant industriel à Safran mais aussi de support et de soutien au jour le jour. Je réalise la chance que j'ai eue d'avoir pu être encadré par François Hild, pour sa disponibilité, son accessibilité et son expertise scientifique. Je n'aurais pas pu rêver meilleur directeur de thèse. Ce quatuor, qui se complète à merveille, m'a permis d'appréhender tous les aspects de la recherche scientifique, et j'espère avoir l'occasion, dans la suite de ma carrière, de travailler de nouveau avec vous.

Tout au long de cette thèse, j'ai eu la chance d'évoluer dans un environnement particulièrement propice à la bonne marche de la recherche. Aussi, je tiens à remercier François-Xavier Irisarri de m'avoir accueilli dans l'équipe MC2 à Châtillon et également pour tous les bons moments passés à l'escalade. Je remercie aussi Jean-François Maire pour tous les conseils qu'il m'a donnés et pour m'avoir fait découvrir le judo, un moyen de se défouler qui m'a beaucoup apporté. Plus généralement, merci à toute l'équipe du DMAS de créer cet environnement aussi stimulant et enrichissant pour les doctorants.

Cet environnement ne serait pas ce qu'il est sans les nombreux collègues thésards que j'ai rencontrés. Merci pour tous les footings du midi dans la forêt de Meudon avec une sacrée équipe : Mathieu, Zoé, Loïc, Jean, Manon. Cette thèse aurait été beaucoup moins agréable sans mon co-bureau Gaspard, mon coach d'escalade Enrico, mon partenaire de conférence Valentin et mon colocataire Lander, avec qui j'ai passé de supers

moments.

Sans la contribution essentielle d'Anne Mavel, de Sarah Boukobza et de Katia Denis, la partie expérimentale de ce travail ne serait pas ce qu'elle est. J'ai énormément appris à leurs côtés, et leur gentillesse est un plus indéniable au bon déroulement d'une thèse. Merci pour tout ce que vous faites pour les doctorants de l'ONERA. Qu'elles trouvent dans ces quelques lignes ma profonde reconnaissance.

Merci également à tous les membres du workshop CMC/EBC pour toutes les discussions enrichissantes que nous avons eues. En particulier, un grand merci à ma marraine non officielle Inès, qui m'a beaucoup aidé avec ses nombreux conseils, ainsi qu'à Louane et Lallie.

Je tiens aussi à remercier mes potes Adrien, Émilien, Théo et Max, qui ont fait le déplacement. Certains sont venus de très loin pour assister à ma soutenance. Et tous les autres, bien sûr, qui m'ont accompagné durant ces trois ans.

Merci infiniment à Manon de m'avoir épaulé et soutenu durant ces derniers mois compliqués. Tu sais à quel point ta présence à mes côtés a compté, et je suis sûr que, sans toi, je n'aurais pas vécu aussi bien les moments difficiles.

Je remercie enfin ma famille, en particulier mon oncle et ma tante, ainsi que mes grands-parents, qui ont fait le déplacement pour assister à ma soutenance. Et pour finir, merci à mes parents et à ma sœur pour leur soutien indéfectible durant toutes mes études et tous mes projets.

Table des matières

Nomenclature	vii
Introduction	1
1 État de l'art sur la caractérisation de la fissuration interfaciale de systèmes revêtus	7
1.1 Système d'étude	8
1.1.1 Substrats en Composites à Matrice Céramique	8
1.1.2 Revêtements barrière thermique et environnementale	10
1.2 Mécanismes d'endommagement des systèmes revêtus	12
1.2.1 Fissuration du revêtement	12
1.2.2 Fissuration de l'interface	13
1.3 Adhérence et éléments de mécanique de la rupture interfaciale	15
1.3.1 Définition de l'adhérence	15
1.3.2 Taux de restitution d'énergie	16
1.4 Essais de caractérisation de la fissuration de l'interface de systèmes revêtus et exploitation	20
1.4.1 Essais d'amorçage	22
1.4.2 Essais de propagation	25
1.4.3 Essais d'adhérence à haute température	40
1.5 Bilan	42
2 Intérêt de l'essai de flexion 4 points pour la caractérisation de la ténacité d'interface du système CMC/EBC	45
2.1 Matériaux de l'étude	46
2.2 Essais de flexion 4 points à température ambiante	47
2.2.1 Montage et instrumentation	47
2.2.2 Résultats et scénario d'endommagement	49
2.3 Analyses post-mortem de la fissuration de l'interface sur les éprouvettes testées en flexion 4 points à température ambiante	52
2.3.1 Observation de la fissuration en surface	52
2.3.2 Observation des fronts de fissure	54
2.3.3 Observation des faciès de rupture	57
2.4 Essais de flexion 4 points à haute température	59
2.4.1 Principe et dispositif	59
2.4.2 Validation du montage à température ambiante	60
2.4.3 Résultats et scénario d'endommagement	63

2.5	Génération d'une préfissure à l'interface	66
2.6	Bilan	67
3	Suivi des essais de flexion 4 points par corrélation d'images	71
3.1	Corrélation d'images numériques instantanée et spatio-temporelle . . .	72
3.2	Procédure d'étalonnage des caméras	76
3.3	Mesure cinématique par stéréocorrélation	79
3.4	Analyse des essais à température ambiante par stéréocorrélation	80
3.4.1	Paramètres d'acquisition et de mesure	80
3.4.2	Mise en évidence de la présence de macro-fissures par CIN	82
3.4.3	Quantification des déplacements hors plan	85
3.5	Analyse des essais à haute température par CIN	86
3.5.1	Réalisation d'un mouchetis résistant à haute température	86
3.5.2	Mise en évidence de la présence de macrofissures à l'interface . . .	87
3.5.3	Mise en évidence de brume de chaleur	90
3.5.4	Prise en compte de la caméra en face arrière	92
3.6	Bilan	93
4	Identification du comportement d'interface par dialogue essai/calcul à température ambiante	95
4.1	Identification de la ténacité d'interface à température ambiante	96
4.2	Comparaison de la méthode d'identification de la longueur de fissure proposée avec des méthodes par seuillage direct des champs cinématiques	117
4.2.1	Seuillage du saut de déplacement	117
4.2.2	Seuillage du résidu de corrélation	119
4.3	Compléments sur le calcul de la ténacité de l'interface	120
4.3.1	Intégrale J	120
4.3.2	Méthode VCCT et mixité de mode	121
4.3.3	Comparaison de la ténacité calculée sur le modèle global et local	123
4.4	Effet du vieillissement sur la ténacité d'interface	125
4.5	Prise en compte de l'endommagement du CMC	128
4.5.1	Présentation du modèle d'endommagement ODM	128
4.5.2	Prise en compte de l'endommagement du CMC dans le modèle local	129
4.5.3	Prise en compte de l'endommagement du CMC dans le modèle global	131
4.6	Bilan	134
5	Identification du comportement d'interface par dialogue essai/calcul à haute température	137
5.1	Identification de la ténacité d'interface à 1000 °C	138
5.2	Vers une approche intégrée pour l'identification de la longueur de fissure à l'interface	161
5.2.1	Construction de la base réduite	161
5.2.2	Résultats et comparaison avec la méthode de dialogue essai/calcul	164
5.3	Effets de l'environnement sur la ténacité d'interface à 1000 °C	169
5.4	Bilan	172

6	Caractérisation de la phase d’amorçage	175
6.1	Essais d’amorçage au banc laser	176
6.1.1	Protocole	176
6.1.2	Résultats	178
6.2	Modélisations de l’essai BLAG	185
6.2.1	Modèle thermomécanique et hypothèses associées	185
6.2.2	Identification des paramètres du chargement thermique	186
6.3	État de contrainte à l’interface	192
6.3.1	Sensibilité au chargement thermique	193
6.3.2	Prise en compte de la sous-couche de silicium	196
6.3.3	Comparaison entre deux essais	197
6.4	Bilan	199
	Conclusion et Perspectives	201
	Bibliographie	222

Nomenclature

Abréviations

ABS	Acrylonitrile Butadiène Styrène
CIN	Corrélation d'Images Numériques
CIN-INST	Corrélation d'Images Numériques Instantanée
CIN-ST	Corrélation d'Images Numériques Spatio-Temporelle
CMC	Composite à Matrice Céramique
CND	Contrôle Non Destructif
COD	« Crack Opening Displacement », saut de déplacement des lèvres de fissure
EA	Emission Acoustique
EBC	Environmental Barrier Coating, barrière environnementale
EF	Eléments Finis
LVDT	Linear Variable Differential Transducer
MEB	Microcopie Electronique à Balayage
MELR	Mécanique Élastique Linéaire de la Rupture
MVCCT	Modified Virtual Crack Closure Technique
RMS-GL	Moyenne quadratique du résidu de corrélation (scalaire exprimé en niveaux de gris)
résidu-GL	Champ du résidu de corrélation (matrice de taille (nombre de pixels en $x \times$ nombre de pixel en y) dont chaque terme est exprimé en niveaux de gris)
TBC	Thermal Barrier Coating, barrière thermique
TGO	Thermally Grown Oxide
VCCT	Virtual Crack Closure Technique

Symboles et notations

α	Mixité de mode
x	Vecteur
Ψ	Fonctions de forme éléments finis
$[K]$	Matrice intrinsèque
$[M]$	Matrice hessienne du problème de CIN
$[N]$	Matrice hessienne du problème de CIN spatio-temporelle
$[P]$	Matrice de projection
$[x]$	Matrice
$[RT]$	Matrice extrinsèque
ϕ	Fonctions de forme temporelles
Π	Energie potentielle

Nomenclature

$\{b\}$	Second membre du problème de CIN
$\{\beta\}$	Second membre du problème de CIN spatio-temporelle
f	Image de référence
G	Taux de restitution d'énergie
g	Image déformée
G_C	Taux de restitution d'énergie critique
G_I	Taux de restitution d'énergie en mode I
G_{II}	Taux de restitution d'énergie en mode II
L	Longueur de fissure
v	Amplitudes inconnues à identifier avec la CIN
W_e	Energie de déformation
W_f	Energie de fissuration
W_p	Travail des forces extérieures
x	Scalaire

Introduction

Contexte de l'étude

Le changement climatique causé par les activités humaines est devenu, selon l'Organisation Mondiale de la Santé, « la plus grande menace pour la santé mondiale » [OMS, 2021]. Pour répondre à cette urgence, la France s'est fixée pour objectif d'atteindre la neutralité carbone à l'horizon 2050 en suivant la feuille de route définie par la Stratégie Nationale Bas Carbone (SNBC) [SNBC, 2020]. Tous les secteurs d'activité sont concernés par la mise en oeuvre de stratégies de réduction des émissions de gaz à effet de serre. C'est le cas notamment du secteur du transport aérien dont l'un des principaux enjeux consiste à réduire l'impact environnemental du trafic aérien. Selon une étude de l'Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME), le secteur du transport aérien a émis en 2019 24.2 millions de tonnes de CO₂ ce qui représente 5.3 % des émissions globales de la France [Ademe, 2022]. Selon cette même étude, il existe trois leviers particulièrement intéressants pour faire baisser les émissions de CO₂ du secteur. Le premier levier consiste à tout simplement réduire le trafic aérien. Le deuxième levier consiste à baisser l'intensité carbone de l'énergie utilisée par les avions via le recours aux Carburants d'Aviation Durable (CAD) et l'hydrogène. Enfin, le troisième levier consiste à améliorer l'efficacité énergétique des avions de manière globale.

Les industriels de l'aéronautique consacrent une grande part de leurs investissements à la recherche et au développement pour activer ces leviers. Ainsi, plusieurs axes d'amélioration sont envisagés comme, par exemple, l'amélioration de l'efficacité des moteurs, la diminution de la masse ou l'optimisation de la forme et de l'architecture des aéronefs. Le domaine de la science des matériaux est donc au cœur des technologies de rupture qui peuvent émerger de ces axes d'amélioration. Ainsi, le développement de nouveaux matériaux doit répondre à deux objectifs : d'une part, un allègement des structures afin de réduire la quantité d'énergie requise pour faire voler un avion, et, d'autre part, une amélioration des performances c'est-à-dire du rendement énergétique de l'avion. A ce titre, l'introduction de Composites à Matrice Organique (CMO), plus légers que les pièces métalliques, a été l'une des premières solutions mises en place. Cela a permis une diminution des masses structurales des avions comme c'est le cas, par exemple, pour l'Airbus A350 composé à plus de 50 % en matériaux composites. Les motoristes ont également un rôle important à jouer dans cet effort de transition. Ils sont en première ligne pour proposer aux avionneurs des solutions technologiques de plus en plus économes en carburant. Là encore, les matériaux composites CMO ont été utilisés, par exemple, pour les aubes de soufflantes dans les moteurs LEAP de CFM

International (coentreprise regroupant General Electric et Safran Aircraft Engines), qui intègrent des CMO à tissage tridimensionnel.

Un des axes majeurs de développement concerne les parties chaudes des moteurs d'avion. En effet, les développements réalisés sur les alliages et superalliages métalliques montrent aujourd'hui leur limite en termes d'augmentation des températures de fonctionnement afin d'accroître le rendement. L'ajout de systèmes de refroidissement et le développement de revêtements de protection jouant le rôle de barrière thermique ont permis de repousser les limites de températures maximales admises. Cependant, la masse volumique de ces systèmes reste relativement élevée et la volonté d'augmenter toujours plus les températures de fonctionnement ont poussé les motoristes à s'intéresser à une nouvelle classe de matériaux pour les futures générations de moteurs, les Composites à Matrice Céramique (CMC). Les CMC présentent deux avantages : une faible masse volumique et de bonnes propriétés mécaniques à haute température. Parmi les applications aéronautiques en CMC, on peut citer notamment la réalisation de tuyères (projet CLEEN de Boeing) et de mélangeurs (Passport20 de GE) réalisés en CMC oxyde/oxyde. En revanche, pour les parties plus proches de la chambre de combustion et donc plus chaudes comme les turbines haute pression, les motoristes ont dû se tourner vers les CMC à base de carbure plus coûteux mais résistants à plus haute température. Ces évolutions sont illustrées sur la Figure 1.

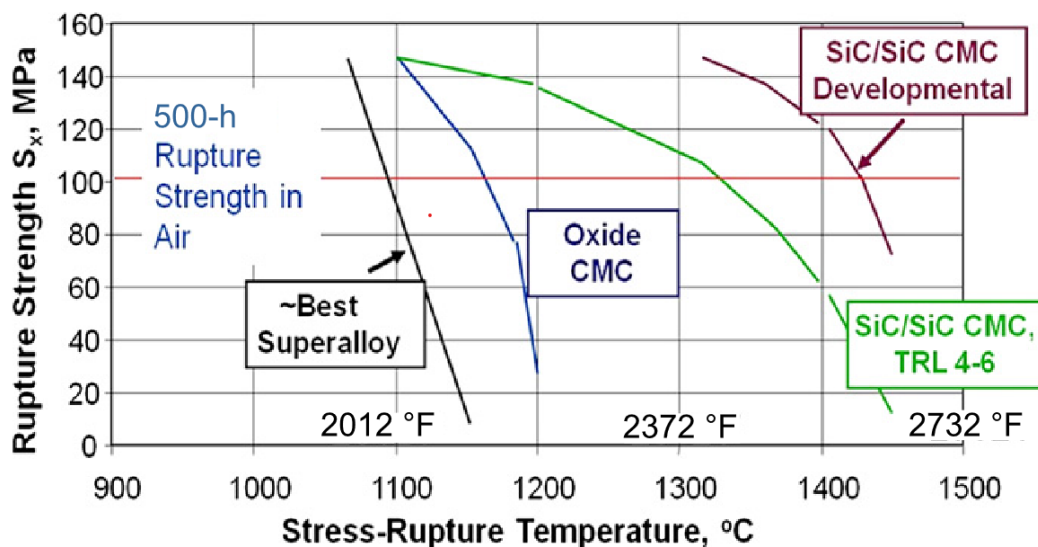


FIGURE 1 – Résistance mécanique en fonction de la température d'utilisation pour différentes gammes de matériaux développées par la NASA en collaboration avec l'U.S. Air Force pour des applications aérospatiales [Dever *et al.*, 2013]

C'est le cas, par exemple, dans les moteurs de dernière génération tels que le LEAP (Figure 2(a)). Dans ces moteurs, les CMC de type SiC/SiC (carbure de silicium) sont particulièrement intéressants pour des applications dans les turbines haute pression (Figure 2(b)). Cependant, les pièces présentes dans cette zone sont soumises à des conditions d'opération sévères. En effet, l'environnement moteur impose des chargements de nature thermomécanique (gradients de température importants et sollicitations mécaniques fortes) et physico-chimique (espèces oxydantes, corrosion) pouvant entraîner des mécanismes d'endommagement impactant la durée de vie des pièces.

Les CMC utilisés pour ces applications sont revêtus d'une couche protectrice appelée EBC pour Environmental Barrier Coating (barrière environnementale) afin d'éviter les phénomènes de récession, correspondant successivement à son oxydation en surface puis à la volatilisation de la silice créée [Opila *et al.*, 1999].



FIGURE 2 – (a) Moteur Leap-1A [Safran, 2017]. (b) Anneau de turbine réalisé en CMC SiC/SiC [3Dadep media, 2021]

Afin d'accroître le niveau de maturité technologique des pièces fabriquées en CMC revêtu d'une EBC, des études ont été menées pour améliorer la compréhension, la caractérisation et la modélisation des mécanismes de dégradation de ce système afin de participer à la prévision de la durée de vie des pièces. En particulier, cette thèse, qui s'inscrit dans le cadre du projet ATLAAS (Advanced Techniques for the Life Assessment of Aerospace Structures) cofinancé par la DGAC, l'ONERA et le groupe SAFRAN, a pour enjeu d'améliorer la prévision de la tenue du revêtement sur le substrat en CMC dans des environnements représentatifs des conditions d'opération moteur. Comme nous le verrons dans l'état de l'art, les travaux précédents menés sur les systèmes revêtus pour les applications moteur ont montré qu'un des mécanismes d'endommagement les plus sévères est l'écaillage du revêtement [Richards *et al.*, 2015a]. En effet, le substrat se retrouve alors exposé à l'environnement moteur, ce qui réduit considérablement sa durée de vie [Opila *et al.*, 1999]. Le phénomène d'écaillage est relié aux propriétés des interfaces entre le substrat et les revêtements. De nombreux travaux sur la caractérisation de l'interface ont été faits sur les systèmes alliages métalliques revêtus d'une barrière thermique [Théry, 2008; Vaunois, 2013]. Toutefois, peu de travaux portent sur la caractérisation de l'interface CMC/EBC. De plus, la plupart des résultats concernant l'interface CMC/EBC sont des études de caractérisation effectuées à température ambiante. C'est ce qui justifie cette étude. Elle consiste à caractériser le comportement à rupture de l'interface du système CMC/EBC à température ambiante et à haute température.

Objectifs de la thèse et organisation du manuscrit

L'objectif de cette thèse est de caractériser les propriétés d'adhérence à l'interface du système CMC/EBC en température en s'appuyant sur la compréhension des mécanismes d'endommagement aux interfaces. Pour répondre à cet objectif, la démarche proposée est organisée de la façon suivante.

Le chapitre 1 commence par une revue de l'état de l'art afin, dans un premier

temps, de présenter les systèmes revêtus utilisés pour des applications haute température dans les moteurs aéronautiques. Les rôles de chaque constituant sont détaillés et une comparaison succincte permet de différencier les systèmes alliages métalliques revêtus des CMC revêtus. Dans un deuxième temps, la notion d'adhérence et des éléments de mécanique de la rupture interfaciale sont rapportés. Ces notions seront utilisées dans la suite de la démarche. Dans un troisième temps, les essais de caractérisation de l'adhérence sont présentés afin de choisir l'essai le plus adapté dans le cadre de cette étude en fonction des contraintes associées. Une distinction est faite entre les deux phases d'évolution d'une fissure à savoir son amorçage et sa propagation. Enfin, les exploitations de ces essais sont décrites afin d'introduire des méthodes qui seront utilisées dans la suite de la démarche afin de remonter aux quantités d'intérêt caractéristiques de l'endommagement de l'interface.

Cette revue de l'état de l'art a permis d'identifier l'essai de flexion 4 points comme une option intéressante pour faire propager des fissures de manière stable à l'interface du système étudié. Le chapitre 2 concerne l'étude expérimentale de la propagation d'une fissure à l'interface par la réalisation et la validation de cet essai sachant qu'il répond à des critères inhérents à la problématique de cette étude tels que :

- résister à des températures élevées
- être compatible avec les moyens disponibles à l'ONERA
- être adapté aux CMC revêtus qui se déforment peu avant rupture par rapport à d'autres classes de matériaux telles que les composites à matrice organique.

Dans un premier temps, l'idée a été de mettre en place un essai de flexion 4 points réalisable à haute température sachant que les essais de la littérature sur ces systèmes sont réalisés à température ambiante. Ceci a été effectué en adaptant la préparation et la géométrie des éprouvettes pour répondre aux exigences de la haute température. Par la suite, l'objectif a été d'utiliser cet essai pour analyser la fissuration de l'interface à température ambiante afin de localiser la fissure et de vérifier que cet essai permettait la propagation stable de cette fissure à l'interface. Une fois l'essai mis en place et validé à température ambiante, l'idée a été de réaliser un essai similaire dans un four en conditions de température isothermes à 1000 °C. Les comportements observés à haute température et à température ambiante sont comparés.

Pour caractériser la fissuration de l'interface, une instrumentation des essais s'est avérée nécessaire. Le chapitre 3 se concentre sur l'instrumentation par corrélation d'images numériques (CIN) associée aux essais de flexion 4 points. Ce chapitre permet de décrire les méthodes de CIN qui seront utilisées dans les chapitres suivants pour exploiter les essais. Une première analyse des champs cinématiques mesurés sur les essais à température ambiante et à haute température est effectuée. Cette analyse a permis de mettre en évidence la détection des fissures à l'interface ainsi que les difficultés liées à la mesure de champs à haute température et les stratégies employées pour y faire face. Les outils mis en place dans le chapitre 3 nous permettent alors d'exploiter plus finement les essais de flexion 4 points, ce qui fera l'objet des chapitres 4 et 5.

L'objectif du chapitre 4 a été d'exploiter l'essai mis en place à température ambiante pour caractériser la phase de propagation de la fissure le long de l'interface. Cette étape se déroule en deux temps : l'identification de la longueur de fissure au cours de l'essai et le calcul du taux de restitution d'énergie critique à l'interface du sys-

tème CMC/EBC à température ambiante. Pour cela, l'idée a été de suivre la longueur de fissure durant sa propagation à partir des champs de déplacements expérimentaux mesurés par CIN sachant que la longueur de fissure est une donnée essentielle pour le calcul d'une énergie d'adhérence. Pour cela, une boucle de dialogue essai/calcul a été mise en place afin d'évaluer l'influence de la fissure sur le champ de déplacement. Dans un deuxième temps, la pertinence de cette méthode d'identification de la longueur de fissure à l'interface a été validée. Pour cela, une comparaison entre les forces simulées et expérimentales est effectuée. Dans un troisième temps, l'énergie d'adhérence de l'interface est estimée en calculant le taux de restitution d'énergie lors de la phase de propagation stable. Pour cela des méthodes numériques basées sur la mécanique de la rupture ont été mises en oeuvre avec des modélisations par les éléments finis de l'essai. Ces méthodes sont utilisées sachant qu'il n'y a pas de norme associée à l'essai permettant de calculer cette valeur d'intérêt.

Dans le chapitre 5, la méthode d'exploitation mise en place dans le chapitre 4 a été étendue pour des essais réalisés à haute température. L'objectif est d'estimer les propriétés à rupture de l'interface du système CMC revêtu dans des conditions plus représentatives de l'environnement moteur. Pour cela des essais de flexion 4 points sont menés dans un four à 1000 °C et exploités par CIN. Les problématiques liées à la haute température telle que la présence de brume de chaleur ont été prises en compte. Ces adaptations ont permis de mettre en place la boucle de dialogue essai/calcul et de caractériser la propagation de fissure à l'interface à chaud. Ces résultats sont comparés à ceux obtenus précédemment à température ambiante.

L'objectif du chapitre 6 a été de caractériser la phase d'amorçage d'une fissure à l'interface en plus de la phase de propagation décrite dans les chapitres précédents. Cet amorçage a été étudié grâce à un essai sous banc laser permettant de créer un gradient thermique dans le système. L'exploitation de ces essais a consisté à évaluer l'impact de différents paramètres sur l'état de contrainte à l'interface. Pour cela, des modélisations thermomécaniques des essais ont été réalisées en utilisant les données issues des caméras thermiques. Des études supplémentaires sont proposées pour poursuivre ces travaux et accroître la compréhension du phénomène d'amorçage de fissure dans le système CMC/EBC.

Chapitre 1

État de l'art sur la caractérisation de la fissuration interfaciale de systèmes revêtus

Dans ce chapitre, une revue de l'état de l'art sur la caractérisation de la fissuration interfaciale des systèmes revêtus est proposée. Elle s'articule, dans un premier temps autour de la présentation des matériaux qui constituent le système de l'étude. Ensuite, l'adhérence est définie en s'appuyant sur les concepts de mécanique de la rupture. Cette propriété est accessible grâce à des essais mécaniques. Il est évoqué, tout d'abord, les essais permettant de caractériser la phase de propagation d'une fissure à l'interface, puis, ceux permettant de caractériser la phase d'amorçage et, enfin, ceux réalisés à haute température permettant de caractériser l'adhérence du revêtement. L'objectif est d'exposer les différents essais existants et de montrer leur intérêt dans le cadre de cette étude avec les contraintes sous-jacentes.

Sommaire

1.1	Système d'étude	8
1.1.1	Substrats en Composites à Matrice Céramique	8
1.1.2	Revêtements barrière thermique et environnementale	10
1.2	Mécanismes d'endommagement des systèmes revêtus	12
1.2.1	Fissuration du revêtement	12
1.2.2	Fissuration de l'interface	13
1.3	Adhérence et éléments de mécanique de la rupture interfaciale	15
1.3.1	Définition de l'adhérence	15
1.3.2	Taux de restitution d'énergie	16
1.4	Essais de caractérisation de la fissuration de l'interface de systèmes revêtus et exploitation	20
1.4.1	Essais d'amorçage	22
1.4.2	Essais de propagation	25
1.4.3	Essais d'adhérence à haute température	40
1.5	Bilan	42

1.1 Système d'étude

1.1.1 Substrats en Composites à Matrice Céramique

Les Composites à Matrice Céramique (CMC) sont des matériaux dont l'attrait repose sur leurs bonnes propriétés mécaniques et physiques ainsi que sur leur capacité à conserver ces propriétés dans des conditions de température élevée, qui leur confèrent l'appellation de composites thermostructuraux [GDR, 2020a]. Ces matériaux sont avant tout des composites puisqu'ils sont constitués d'au minimum deux composants différents dont les propriétés conjointes sont plus intéressantes que les propriétés des constituants pris individuellement. Dans cette famille des composites, les plus connus sont les Composites à Matrice Organique (CMO) qui se sont largement imposés dans de nombreux secteurs de la vie économique et industrielle [Nouvelle, 2023]. Toutefois, le domaine d'application des CMO est limité à des températures relativement faibles. Les CMO à matrices polymères thermostables ne conservent leurs propriétés mécaniques que quelques minutes à 500 °C [Chaussoy, 2021]. Pour des applications à hautes températures (entre 1000 °C et 1500 °C), les CMC sont plus adaptés. Les CMC sont constitués de plusieurs matériaux céramiques fragiles qui, une fois assemblés, permettent d'obtenir de bonnes performances mécaniques à hautes températures ainsi qu'une tolérance à l'endommagement. Cette classe de matériaux présente un intérêt certain pour le monde académique et industriel de divers secteurs. Historiquement, la première application des CMC en France a été la fabrication d'une tuyère de propulseur à ergol solide à la fin des années 1960 [Bouillon, 2021]. Les propriétés des CMC ont ensuite intéressé les acteurs du secteur spatial qui ont développé des systèmes de protection thermique pour les phases de rentrée atmosphérique [Cavalier *et al.*, 2006]. Progressivement, les CMC ont fait leur apparition dans le secteur aéronautique et notamment au sein des moteurs, mais également, au niveau des systèmes de freinage qui représentent aujourd'hui le plus gros marché des CMC [Fitzer et Manocha, 1998]. Ces performances de freinage dans l'aéronautique ont été par la suite transférées dans le domaine du transport terrestre, notamment en formule 1 ou pour des voitures de type supercars [GDR, 2020b]. De plus, les CMC présentent l'avantage de résister plus efficacement aux phénomènes de corrosion/oxydation que les métaux. Cet avantage combiné à une bonne résistance aux neutrons est également mis à profit dans les centrales nucléaires où les CMC sont employés pour le gainage de combustible. Un spectre des applications des CMC est illustré sur la Figure 1.1 avec les temps caractéristiques et les températures d'utilisation.

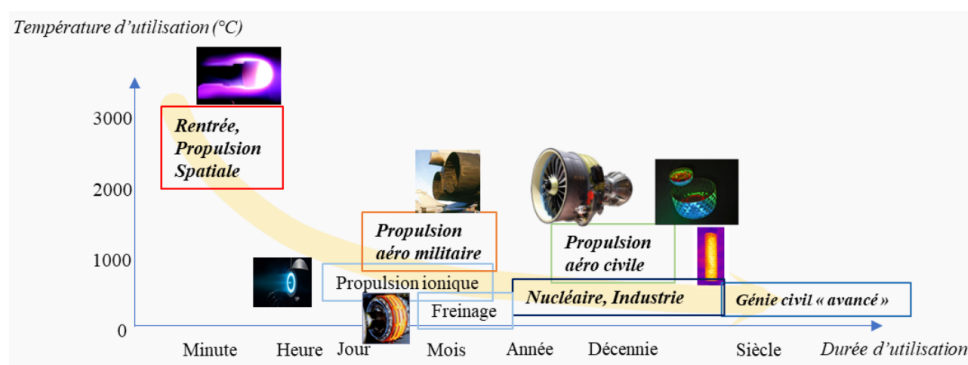


FIGURE 1.1 – Principaux domaines d'application des CMC [GDR, 2020a]

Les principaux CMC sont des systèmes fibre/matrice constitués de C/C, C/SiC, SiC/SiC, oxyde/oxyde (par exemple alumine). Les matériaux privilégiés pour les applications de turbines de moteurs aéronautiques sont des composites SiC/SiC. La fabrication de ces derniers repose sur une architecture textile. Cette dernière peut s'appuyer sur un empilement de plis composés chacun de fibres orientées selon une direction. Ce choix se retrouve notamment dans les structures développées par Général Electric (GE) [DiCarlo et Van Roode, 2008]. Une autre architecture textile possible est l'utilisation d'une préforme tissée, selon 2 ou 3 directions. Pour créer le composite à matrice céramique, la préforme textile est consolidée puis densifiée en s'appuyant sur quatre procédés différents qui peuvent être combinés : pyrolyse, infiltration chimique par voie gazeuse (CVI) ou liquide (MI), dépôt chimique en voie gazeuse (CVD). Le taux volumique de fibre atteint dans les CMC SiC/SiC est de l'ordre de 40 à 45% [Christin, 2002]. Généralement, un traitement de surface est réalisé sur les fibres pour faciliter l'adhésion avec la matrice avec l'ajout d'une interphase en pyrocarbone (PyC) ou en Nitrure de Bore (BN) [Naslain et Christin, 2003] et en utilisant les mêmes procédés que ceux listés précédemment. Les fibres SiC sont fabriquées exclusivement par la société japonaise NGS Advanced Fibers Co., Ltd qui est codétenue par Nippon Carbon, General Electric et Safran [Zonebourse, 2012]. Elles sont commercialisées sous les appellations Nicalon et Hi-Nicalon.

Dans le cadre de cette étude, le substrat en CMC est un composite tissé 3D développé par Safran Ceramics. Le comportement mécanique de ce substrat est qualifié de non linéaire endommageable. Une courbe typique contrainte/déformation réalisée à la suite d'une campagne d'essais de traction est présentée en Figure 1.2.

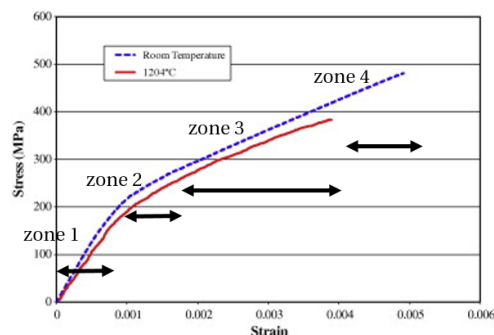


FIGURE 1.2 – Courbe contrainte/déformation du substrat CMC avec mise en évidence du comportement endommageable [Gowayed et al., 2010]

Cette courbe montre une zone linéaire en début de chargement (zone 1) puis une perte de rigidité, liée à la fissuration perpendiculaire au chargement au sein de la matrice inter-torons et intra-torons transversaux à l'échelle mésoscopique, est observée (zone 2). Avec l'augmentation du chargement, la fissuration matricielle entraîne une reprise d'effort par les fibres longitudinales (zone 3). Dès lors que le niveau de sollicitation dépasse le seuil de déformation à rupture des fibres, on observe une rupture du CMC (zone 4). Si les propriétés mécaniques des CMC SiC/SiC sont intéressantes à haute température, ces matériaux sont toutefois sensibles aux phénomènes d'oxydation et de corrosion en présence de vapeur d'eau. Le principal mécanisme de dégradation des CMC SiC/SiC dans cet environnement est la croissance d'une couche d'oxyde en surface qui va se volatiliser à haute température et entraîner une récession en surface du matériaux [Opila et al., 1999] comme illustré sur la Figure 1.3.

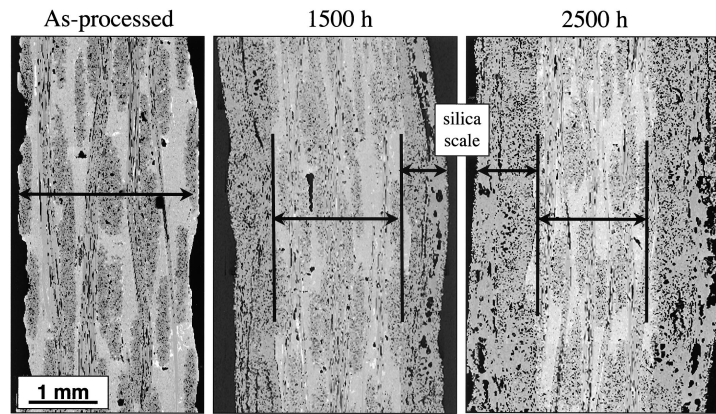


FIGURE 1.3 – Récession de surface d'un CMC SiC/SiC à 1200 °C en présence de vapeur d'eau [More *et al.*, 2003]

Le deuxième mécanisme de dégradation est la corrosion à chaud, qui se caractérise par la formation de cavités dans la céramique à base de silicium en raison de silicates liquides formés en présence de sels alcalins couramment présents dans les atmosphères de combustion [Jones, 1997]. Ces résultats suggèrent qu'il est indispensable de protéger le CMC par l'ajout d'un revêtement jouant le rôle de barrière environnementale.

1.1.2 Revêtements barrière thermique et environnementale

Face à l'environnement oxydant des moteurs d'avion, il est très vite apparu essentiel d'utiliser des revêtements pour protéger les matériaux utilisés pour les pièces de turbines. Il s'agit de la partie en contact direct avec l'environnement extérieur. Dans un premier temps, avec les substrats en alliages métalliques, les revêtements jouant le rôle de barrière thermique ou « Thermal Barrier Coating » (TBC) ont été utilisés pour augmenter les températures de fonctionnement. Ces revêtements sont composés de céramiques réfractaires qui présentent une bonne tenue à haute température. Toutefois, les températures toujours plus élevées des moteurs ont conduit à l'apparition de nouveaux phénomènes de dégradation [Evans *et al.*, 2001]. En premier lieu, le phénomène d'attaque des silicates en fusion est l'un des mécanismes de défaillance les plus importants des TBC à des températures élevées [Mercer *et al.*, 2005]. Les dépôts en minéraux siliceux, couramment composés de silicate d'aluminium-magnésium-calcium amorphe (CMAS), pénètrent dans les turbines à gaz sous forme de sable, de poussière et de débris de piste. Ces dépôts ingérés fondent et s'infiltrent dans la microstructure poreuse des TBC, ce qui entraîne leur défaillance prématurée en raison de la dégradation de la microstructure et de la perte de tolérance aux contraintes. Plus précisément, les CMAS infiltrés déstabilisent la composition résistante en zircon stabilisée à l'yttrium (YSZ) par des réactions thermochimiques, induisant la transformation de phase du YSZ [Levi *et al.*, 2012]. En refroidissant, les CMAS infiltrés se solidifient et augmentent la rigidité des TBC, rendant le revêtement moins tolérant aux contraintes et donc plus susceptible de se détacher par écaillage. C'est à partir de ces observations qu'une nouvelle fonctionnalité des revêtements a été considérée, celle de barrière environnementale ou « Environmental Barrier Coating » (EBC). Le rôle d'une EBC au sens large est de former une protection à la diffusion d'espèces oxydantes ou corrosives et, ainsi, de limiter la dégradation du substrat. Un revêtement peut jouer à la fois le rôle de barrière environnementale et de barrière thermique, on parle alors de T/EBC. Pour

les substrats métalliques, cette double fonctionnalité a été développée par des moyens chimiques et/ou structuraux [Qin *et al.*, 2024]. Malgré cette protection supplémentaire, la résistance des alliages métalliques à haute température sous gradients thermiques importants reste inférieure par rapport à celle des CMC, ce qui limite les températures de fonctionnement des moteurs. Dans le cas des substrats CMC, la fonctionnalité du revêtement recherchée est principalement la protection contre l'environnement comme expliqué dans la partie 1.1.1.

Dans tous les cas, on considère que les revêtements doivent satisfaire à deux contraintes pour accroître la durée de vie du système, à savoir, (i) avoir une bonne adhérence et donc une bonne compatibilité avec le substrat et (ii) une dilatation thermique proche de celle du substrat pour éviter l'apparition de contraintes internes d'origine thermique lors d'une chauffe ou d'un refroidissement. En prenant en compte ces contraintes pour les composites SiC/SiC, les revêtements utilisés sont majoritairement à base de silicates dont le plus connu et répandu est la mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). Des programmes de la NASA se sont ensuite intéressés aux aluminosilicates de baryum et de strontium (BSAS). Les études les plus récentes se concentrent sur les disilicates de terres rares et les oxydes de terres rares. Ces matériaux présentent des coefficients de dilatation proche du SiC, une faible constante de perméabilité à l'oxygène et un faible taux de volatilisation [Zhu *et al.*, 2017]. Pour la protection contre la corrosion dans un environnement humide, les zircons stabilisées ou partiellement stabilisées (YSZ, FSZ) ou les grenats d'yttrium et d'aluminium (YAG) sont privilégiés. Ce type de revêtements est déposé par projection plasma sous vide (VPS) ou sous air (APS), dépôt physique en phase vapeur par faisceau d'électron (EBPVD), dépôt chimique en phase vapeur à partir de précurseurs organo-métalliques (MO-CVD) ou pulvérisation par magnétron [Prioux *et al.*, 2020]. Dans le cadre de cette étude, le revêtement est une EBC en disilicate d'yttrium (DSY) déposée par projection thermique qui présente une microstructure en forme d'empilement sous forme de « splats » avec la présence de porosités. Afin d'assurer la compatibilité chimique et mécanique entre le substrat et le revêtement, une couche d'accroche (également appelée « bond coat ») est déposée sur le substrat. La couche d'accroche est constituée de silicium. Ensuite, une fine couche d'oxyde se forme lors du procédé de dépôt de la couche supérieure au contact de l'air et donc de l'oxygène. Cette couche d'oxyde est appelée TGO pour « Thermally Grown Oxide ». Le système multicouche est illustré Figure 1.4. Notons que dans l'ensemble du manuscrit, les notions de revêtement et d'EBC seront confondues.

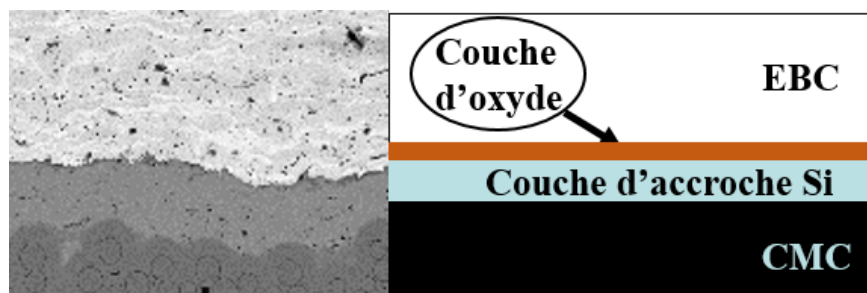


FIGURE 1.4 – Système multicouche de l'étude [Bertrand *et al.*, 2024]

1.2 Mécanismes d'endommagement des systèmes revêtus

Les principaux modes d'endommagement des EBC associés à différents cas de chargement des systèmes CMC revêtus sont illustrés sur la Figure 1.5.

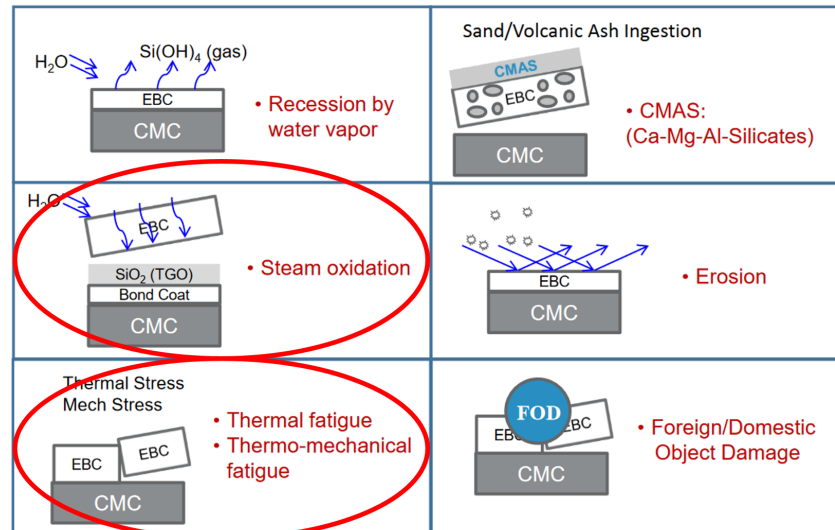


FIGURE 1.5 – Principaux cas de chargement conduisant à une dégradation de l'EBC [Lee *et al.*, 2017]. Dans cette étude, on se concentre sur les chargements mécanique et thermomécanique et dans une moindre mesure les effets de l'oxydation

On peut distinguer parmi ces conditions de chargements, conduisant à une dégradation de l'EBC, deux sources principales qui peuvent entraîner l'écaillage ou l'endommagement progressif de l'interface : l'oxydation et les chargements thermomécaniques. L'érosion et la récession sont uniquement des phénomènes de surface. Les impacts (FOD) entraînent des endommagements a priori soudains et importants. L'infiltration des CMAS au travers de l'EBC entraîne un écaillage progressif de l'EBC mais pas nécessairement à l'interface. De manière générale, la ruine de l'EBC résulte d'une combinaison de ces différents mécanismes multiphysiques [Lee *et al.*, 2017].

1.2.1 Fissuration du revêtement

Des précédents travaux menés à l'ONERA se sont intéressés aux phénomènes de fissuration en surface et à l'intérieur du revêtement [Archer, 2019; Hamadouche, 2024]. Dans ces études, les cas de chargement correspondant à l'oxydation par vapeur d'eau (induisant une croissance de la TGO) et la fatigue thermique/thermomécanique de la Figure 1.5 ont été investigués. Les mécanismes de dégradation rapportés sont une fissuration de la surface de l'EBC sous la forme d'un réseau de faïençage lors des premiers cycles d'un essai de fatigue thermique sous chauffe laser. L'apparition de ces fissures avec des ouvertures de l'ordre du micromètre est due à la présence de gradients thermiques, dans l'épaisseur et en surface. L'ajout d'un chargement mécanique de flexion, en plus du chargement thermique, présente un fort impact sur la forme du réseau de fissures et sa profondeur. Pour les niveaux de chargement mécaniques les plus élevés, les fissures surfaciques se propagent dans l'épaisseur du revêtement jusqu'à atteindre l'interface du système [Hamadouche *et al.*, 2024]. Ces fissures traversantes ne se sont

pas avérées être des facteurs accélérant les phénomènes d'oxydation à l'interface et en particulier la croissance de la TGO en comparaison avec des systèmes non fissurés. Il est également rapporté que certaines fissures qui atteignent l'interface grâce à l'ajout du chargement mécanique ont continué leur progression dans le CMC jusqu'à rupture complète du système. Ces fissures n'ont pas bifurqué au niveau de l'interface pour se propager dans celle-ci plutôt que dans le CMC.

Toutefois, certains travaux ont montré que des fissures présentes dans le revêtement peuvent bifurquer au sein des constituants ou à l'interface entre deux constituants [Zhu *et al.*, 2003; Richards *et al.*, 2016; Summers *et al.*, 2019; Legin *et al.*, 2023]. Ces mécanismes de dégradation conduisent à un écaillage (décohésion) de la barrière induit par la coalescence et la propagation de fissure(s) pendant les cycles de chargements vécus par les pièces (Figure 1.6).

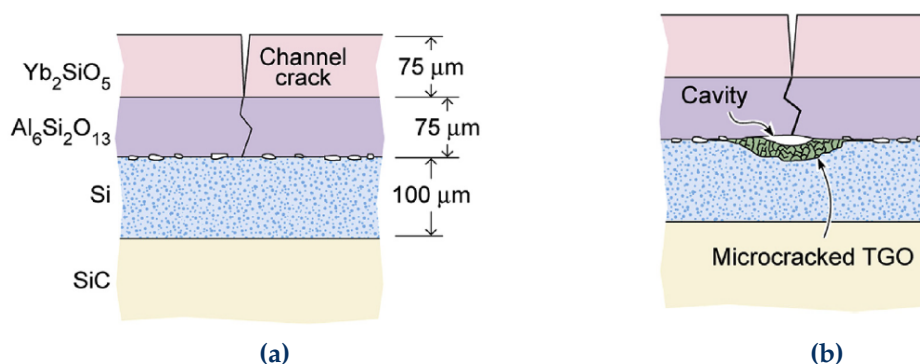


FIGURE 1.6 – Schéma illustrant la fissuration transverse d'un système SiC/Si/Mullite/MSYb avec (a) des fissures de retrait avant essai et (b) conduisant à un délaminage à l'interface Si/Mullite lié à l'oxydation du silicium [Richards *et al.*, 2016]

Ce phénomène d'écaillage expose alors le CMC à l'environnement oxydant, ce qui entraîne sa récession. Ce mécanisme aura donc un effet néfaste sur la durée de vie de la structure (partie 1.1.1). Le phénomène d'écaillage est un mécanisme d'endommagement se déroulant aux interfaces du système substrat/revêtement.

1.2.2 Fissuration de l'interface

L'interface dite « macroscopique » désigne ici tous les constituants qui se trouvent entre le substrat et le revêtement. A savoir, la couche d'accroche en silicium et la TGO pour les EBC. Pour les TBC, il est important de rajouter une zone de transition ou zone d'interdiffusion qui existe entre le substrat et la couche d'accroche, cette zone n'est pas présente sur les EBC. C'est cette échelle qui sera considérée dans la partie suivante 1.3. Si on se place à une échelle plus fine, l'interface macroscopique englobe en fait plusieurs interfaces entre les constituants cités précédemment. C'est à cette échelle fine que nous nous plaçons dans cette partie afin de décrire les mécanismes de fissuration.

Dans la littérature, les interfaces sont considérées comme des zones d'intérêt prioritaire car c'est à cet endroit que les phénomènes de décohésion et d'écaillage apparaissent en raison d'une perte d'adhérence, conduisant à la ruine du système [Evans, 2007]. Les mécanismes menant à cette perte d'adhérence ont fait l'objet de nombreux travaux dans la littérature en particulier sur des revêtements type TBC obtenus par

projection plasma [Rabiei et Evans, 2000; Schlichting *et al.*, 2003]. Ces travaux ont souligné que le phénomène de croissance de la TGO est un des principaux phénomènes à l'origine de l'apparition d'endommagements aux interfaces. Lors de la croissance de cette couche, des contraintes de compression sont générées sur l'interface en raison de l'expansion volumique de la TGO. Ces contraintes participent à un accroissement de la rugosité des interfaces. Les phénomènes de dilatation thermique ainsi que la présence de défauts sont connus pour accroître les amplitudes des ondulations au niveau des interfaces. Ces ondulations ont pour effet d'engendrer une augmentation des contraintes hors plan, favorable à des décohésions d'interface. En particulier, il est rapporté qu'à l'interface couche d'accroche/TGO, des contraintes de traction sont générées aux sommets des ondulations et des contraintes de compression au niveau des creux [Gong et Clarke, 1998] comme illustré sur la Figure 1.7.

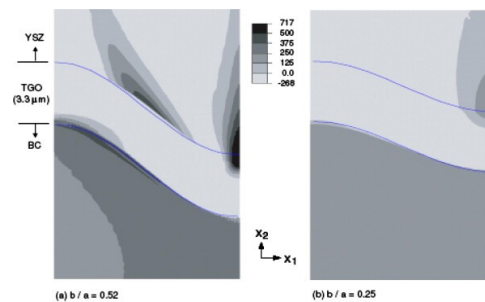


FIGURE 1.7 – Influence de la rugosité de l'interface d'un système superalliage/TBC après oxydation et croissance de la couche d'oxyde sur les contraintes hors plan à 1100 °C [Busso *et al.*, 2009]

Les premières décohésions apparaissent donc logiquement aux sommets des rugosités que ce soit à l'interface TGO/revêtement ou à l'interface couche d'accroche/TGO. La croissance de la TGO change également les écarts de coefficients de dilatation entre les différentes interfaces. Ces écarts sont à l'origine de contraintes internes qui se développent lors de cycles de chauffage/refroidissement et peuvent faire fissurer l'interface [Schlichting *et al.*, 2003]. Ces différents mécanismes sont illustrés sur la Figure 1.8.

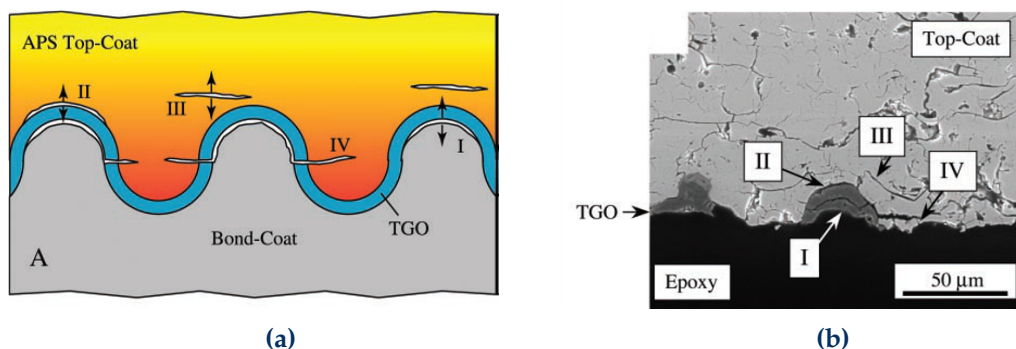


FIGURE 1.8 – Illustration (a) schématisée et (b) sur une coupe MEB des mécanismes d'endommagement aux interfaces pour les revêtements TBC obtenus par projection plasma [Padture *et al.*, 2002]

Les contraintes internes se développent aussi durant la phase d'élaboration des systèmes. En particulier, les interfaces sont les zones les plus critiques où les concentrations de contraintes sont les plus importantes sur un système TBC déposé par APS [Lee *et al.*, 2014]. De plus, il a été rapporté que les contraintes résiduelles à l'interface couche d'accroche/TBC sont plus importantes que celles de l'interface substrat/couche d'ac-

croche. Cela peut signifier que le délaminage en service peut commencer par l'interface couche d'accroche/TBC.

En se concentrant sur les matériaux constituant la couche d'accroche, une étude a montré une évolution des propriétés mécaniques du silicium en fonction de la température [Zhu, 2014]. Le silicium présente une faible ténacité à température ambiante (entre $0.8 \text{ MPa m}^{1/2}$ et $0.9 \text{ MPa m}^{1/2}$) et une transition ductile-fragile se produisant vers $750 \text{ }^\circ\text{C}$. À des températures élevées, un nouveau phénomène est à prendre en compte : le fluage. Il a été rapporté qu'à des températures supérieures à $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, dans le cas d'un silicium élaboré par APS, la déformation liée au fluage est importante à partir de $1180 \text{ }^\circ\text{C}$ et l'énergie d'activation du fluage secondaire est de l'ordre de 284 kJ mol^{-1} [Richards *et al.*, 2015b]. Ce phénomène modifie l'état de contrainte à l'interface du système mais, à notre connaissance, son influence sur la fissuration interfaciale n'est pas documentée à ce jour.

Comme expliqué précédemment, ces mécanismes d'endommagement à l'interface conduisent à un écaillage de l'EBC (une décohésion importante entre le revêtement et le substrat) en raison d'une perte d'adhérence.

1.3 Adhérence et éléments de mécanique de la rupture interfaciale

1.3.1 Définition de l'adhérence

Une interface est caractérisée par des propriétés d'adhérence qui sont définies par « la force ou l'énergie nécessaire pour séparer deux matériaux réunis par une surface commune ». Cette notion est à ne pas confondre avec l'adhésion qui correspond à « l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui se produisent lorsque l'on met en contact intime deux matériaux » [Aufroy, 2023]. Les différentes théories de l'adhésion (mécanique, électrique, thermodynamique, diffusion) prévoient l'établissement de liaisons ou d'interactions spécifiques. L'adhérence peut donc s'apparenter à un phénomène de compétition entre les mécanismes d'adhésion et des mécanismes à l'origine de la propagation d'une fissure à l'interface [Darque-Ceretti et Felder, 2003; Pons, 2016]. L'énergie d'adhérence est définie par [Dupeux, 2004]

$$G_C = W_{adh} + \Delta G \quad (1.1)$$

où G_C est exprimé en joule par mètre carré, W_{adh} est l'énergie d'adhésion et ΔG représente l'énergie dissipée de manière irréversible comme par exemple une déformation viscoplastique en fond de fissure ou encore une dissipation thermique ou acoustique lors de la propagation d'une fissure à l'interface. G_C est une propriété évaluée durant des essais d'adhérence au cours desquels une propagation stable de la fissure a lieu. Un autre critère d'adhérence peut être donné lorsque la décohésion de l'interface a lieu de manière instantanée (propagation instable), on parle alors de résistance interfaciale qui s'exprime comme une contrainte maximale admissible avant la fissuration. On distingue les ruptures cohésives, qui sont localisées dans le matériau constituant la couche, des ruptures adhésives qui sont localisées à l'interface entre deux couches [Petit *et al.*, 2005]. Les ruptures peuvent également être mixtes et passer de l'interface au matériau comme illustré sur la Figure 1.9.

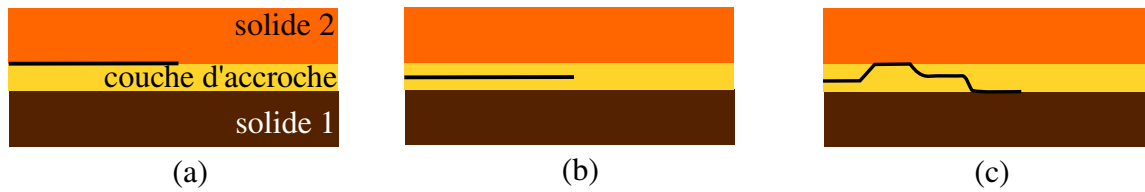


FIGURE 1.9 – Illustration d'une rupture (a) adhésive, (b) cohésive, (c) mixte

Il est intéressant de noter que l'énergie d'adhérence est intimement liée au chemin de fissuration considéré. Elle va donc dépendre de la définition de la géométrie, de la tortuosité du chemin de fissure considéré, du mode de fissuration, des interfaces rompues...

1.3.2 Taux de restitution d'énergie

Le concept de taux de restitution d'énergie est issu de la Mécanique Élastique Linéaire de la Rupture (MELR) qui comprend un ensemble de méthodes permettant de modéliser le comportement à la rupture des matériaux. La MELR comprend deux approches différentes : la première est une étude énergétique, la deuxième est basée sur le concept d'intensité de contrainte.

L'approche énergétique découle des travaux de Griffith [1921] qui stipulent qu'une fissure se propage d'une longueur finie dL uniquement si l'énergie libérée par le système durant cette phase de propagation est deux fois supérieure à l'énergie nécessaire à la création d'une nouvelle surface γ_s . Cette approche globale permet de décrire les conditions de propagation d'une fissure préexistante dans un système, en particulier, dans le cas de matériaux fragiles. En se plaçant dans ce cadre, le premier principe de la thermodynamique impose que l'énergie totale d'un système fermé est constante [Zeghloul, 2015]. Il est alors possible d'écrire

$$\Pi = -W_e + W_p - W_f = \text{constante} \quad (1.2)$$

avec :

- Π l'énergie potentielle,
- W_e l'énergie de déformation du système,
- W_p le travail des forces extérieures,
- W_f l'énergie de fissuration.

Ainsi, pour une variation infinitésimale, de ces énergies, le système est à l'équilibre lorsque

$$d\Pi = 0 \equiv dW_p = dW_e + dW_f \quad (1.3)$$

L'énergie de fissuration libérée par la création d'une nouvelle surface S unitaire (Figure 1.10(a)) est définie comme G le taux de restitution d'énergie.

$$G = \frac{\partial W_f}{\partial S} = \frac{\partial (W_p - W_e)}{\partial S} \quad (1.4)$$

Dans cette approche énergétique, suivant l'évolution de G en fonction de la longueur de fissure, trois états sont alors envisageables :

- $\frac{\partial G}{\partial S} < 0 \equiv G < G_C$ la fissure ne se propage pas,
- $\frac{\partial G}{\partial S} = 0 \equiv G = G_C$ la fissure se propage de manière stable,
- $\frac{\partial G}{\partial S} > 0 \equiv G > G_C$ la fissure se propage de manière instable.

Il est alors défini un seuil critique G_C au-delà duquel une extension de la fissure libère plus d'énergie qu'elle n'en absorbe, et la fissure est instable. Par exemple, dans le cas d'un chargement à déplacement constant u imposé (Figure 1.10(b)), le travail des forces extérieures (P) s'écrit

$$W_p = P u$$

et

$$dW_p = P du = 0$$

Nous avons donc

$$G = -\frac{\partial(W_e)}{\partial S}$$

avec dans notre exemple

$$W_e = \frac{1}{2} P u$$

qui correspond à l'aire sous la courbe de la Figure 1.10(b). En introduisant la complaisance C de notre système

$$C(S) = \frac{u}{P(S)}$$

nous obtenons l'énergie élastique interne au système

$$W_e = \frac{1}{2} C P^2 = \frac{u^2}{2C}$$

et

$$G = -\frac{\partial(W_e)}{\partial S} = \frac{u^2}{2C^2} \frac{\partial C}{\partial S} = \frac{P^2}{2} \frac{\partial C}{\partial S}.$$

Dans le cas d'un chargement à force imposée (Figure 1.10(c))

$$W_p = P u = C P^2$$

et comme précédemment

$$W_e = \frac{1}{2} C P^2$$

on a donc

$$G = \frac{\partial(W_p - W_e)}{\partial S} = \frac{P^2}{2} \frac{\partial C}{\partial S}. \quad (1.5)$$

On retrouve la même expression que pour le cas de propagation à déplacement imposé.

Cette approche énergétique peut être reliée au concept de facteur d'intensité de contrainte mentionné précédemment et introduit par Irwin [1957]. Pour un matériau homogène élastique fragile, en présence d'une fissure parfaite, une singularité de contrainte apparaît en pointe de fissure. Les champs de contraintes au voisinage de la

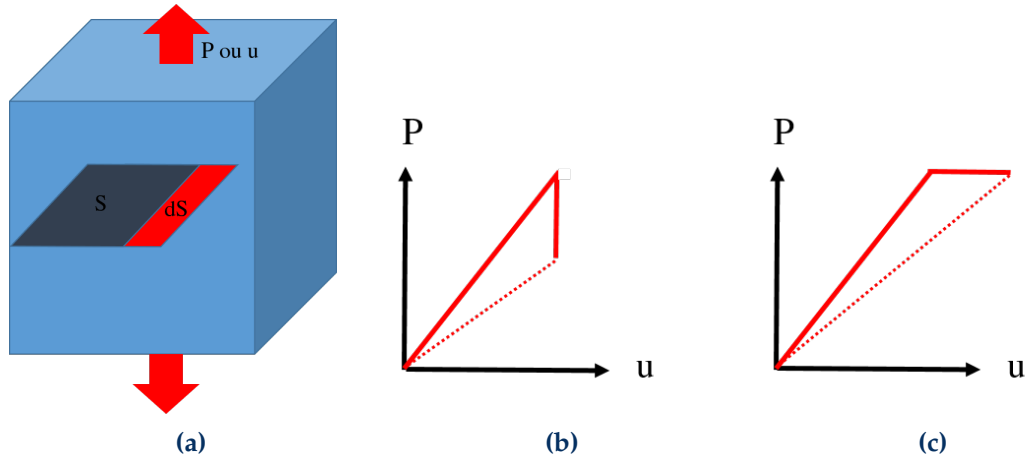


FIGURE 1.10 – (a) Schéma de propagation de fissure en théorie de Griffith pour un cas de chargement (b) en déplacement imposé et (c) en force imposée

pointe de fissure sont distribués de manière identique quelle que soit la structure étudiée ou les conditions aux limites qui lui sont appliquées mais leur intensité est différente d'où l'appellation de facteur d'intensité des contraintes noté K . Ainsi la contrainte au voisinage de la pointe de fissure (Figure 1.11) s'écrit :

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} S_{ij}^I(\theta) + \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} S_{ij}^{II}(\theta) + \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} S_{ij}^{III}(\theta) \quad (1.6)$$

avec (r, θ) les coordonnées polaires de pointe de fissure et $S_{ij}(\theta)$ des tenseurs adimensionnés traduisant la dépendance à la géométrie et au type de chargement appliqué. Cette expression met en évidence la singularité du champ de contrainte (Figure 1.11) qui tend vers l'infini quand le rayon r tend vers zéro.

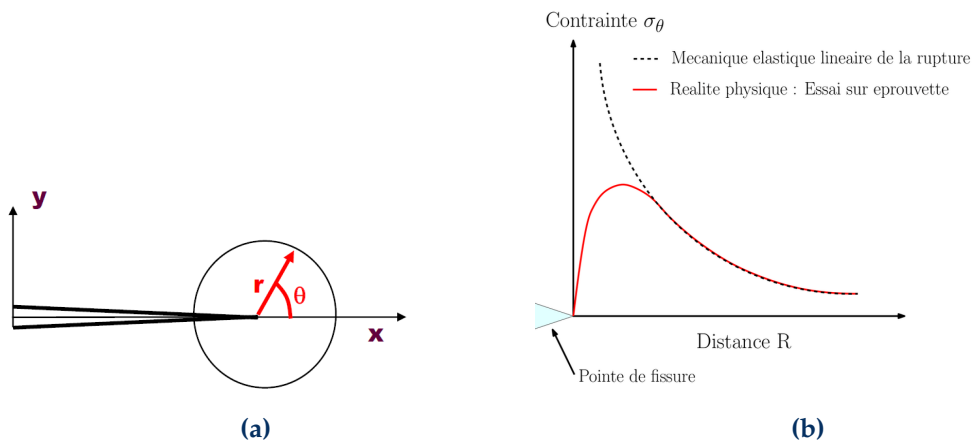


FIGURE 1.11 – (a) Notation de la solution asymptotique d'Irwin aux voisinages de la pointe de fissure [Pommier, 2017] (b) Mise en évidence de la singularité du champ de contrainte par l'approche MELR [Cuisset *et al.*, 2019]

Les composantes K_I , K_{II} et K_{III} introduites dans l'équation (1.6) permettent de rappeler qu'une fissure peut se propager selon trois modes différents qui peuvent se superposer (Figure 1.12). On distingue ainsi :

- le mode I qui correspond à l'ouverture des lèvres de la fissure par l'action d'une sollicitation normale au plan de fissuration;

- le mode II qui implique une contrainte de cisaillement dans le plan de fissuration, perpendiculairement au front de fissure ;
- le mode III qui met en jeu une contrainte de cisaillement dans le plan de fissuration, de manière colinéaire au front de fissure.

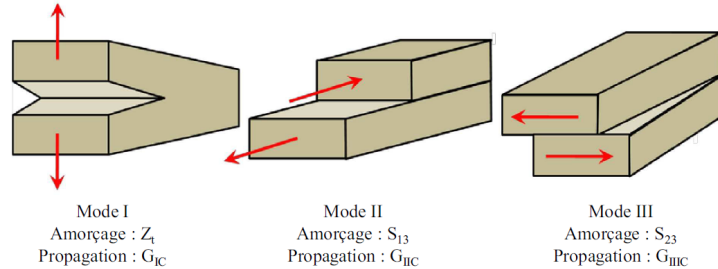


FIGURE 1.12 – Illustration des 3 modes purs de propagation d'une fissure [Vandellos, 2011]

Le facteur d'intensité des contraintes critique K_c définit un nouveau critère de propagation d'une fissure. Son équivalence avec l'approche de Griffith pour un chargement de traction pure en mode I pur est donnée par

$$G_c = \frac{K_{IC}^2}{E'} \quad (1.7)$$

avec E' le module de Young équivalent, égal à E en conditions de contraintes planes et $\frac{E}{1-\nu^2}$ en conditions de déformation plane, ν étant le coefficient de Poisson. D'abord introduite en mode I, cette équivalence facteur d'intensité des contraintes/taux de restitution d'énergie de Griffith a été étendue par la suite pour traiter les modes mixtes [Gol'dstein et Salganik, 1974].

De manière générale, une fissure se propage de manière que la pointe de fissure soit toujours soumise à des conditions de mode I pur. En effet c'est le mode qui minimise l'énergie nécessaire à l'avancée de la fissure [Amestoy *et al.*, 1979]. Cette affirmation est limitée aux cas des matériaux fragiles, isotropes et homogènes mais n'est plus valable pour un solide multicouche formé de plusieurs matériaux avec des ténacités différentes et la présence d'interfaces qui sont autant de chemins de fissuration potentiels. Si la propagation d'une fissure est restreinte au plan d'une interface, il est nécessaire de se préoccuper de la propagation continue de cette fissure en mode mixte, puisque la fissure n'est alors pas libre de bifurquer et d'évoluer sous un mode I pur tel qu'elle le ferait dans un matériau isotrope. L'angle de mixité modale Ψ est une grandeur mécanique qui permet de quantifier cette mixité de mode et, en particulier, les proportions de mode I et mode II au cours de la propagation d'une fissure (le mode III étant plus rare et sous des conditions de chargement souvent moins critiques). L'angle de mixité modale peut être défini de plusieurs manières, la plus courante s'appuie sur les facteurs d'intensité des contraintes [Hutchinson et Suo, 1991]

$$\Psi = \arctan \left(\frac{K_{II}}{K_I} \right) \quad (1.8)$$

mais il peut également être défini en termes d'énergie [Camanho, 2002] comme c'est le cas dans la communauté des modèles de zone cohésive

$$\Psi = \frac{G_{II}}{G_I + G_{II}} \quad (1.9)$$

C'est cette définition énergétique qui sera privilégiée par la suite en considérant les quantités d'intérêt que sont les énergies d'adhérence aux interfaces et qui sont considérées équivalentes au taux de restitution d'énergie critique de l'interface appelée par la suite ténacité. En effet, certains auteurs [Williams, 2001] décrivent en anglais la « fracture toughness » qui correspond à la ténacité et qui peut être donnée en terme de K_C exprimé en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ou de G_C exprimé en J m^{-2} . Ces quantités d'intérêt sont classiquement caractérisées par des essais mécaniques d'adhérence.

1.4 Essais de caractérisation de la fissuration de l'interface de systèmes revêtus et exploitation

Dans la littérature, de nombreux tests d'adhérence sont détaillés avec une variété de géométries, de configurations et de sollicitations importantes. Ashcroft et Derby [1993] classent les tests d'adhérence en cinq familles en fonction des moyens employés :

- les tests de tirage direct,
- les tests d'arrachement,
- les tests de cisaillement interfacial,
- les tests d'indentation,
- les tests de flexion.

Les essais illustrés sur la Figure 1.13 par Dupeux [2004] ont été listés (de manière non exhaustive) pour caractériser les résistances et les ténacités des interfaces. Notons que ces propriétés sont dépendantes de la mixité de mode, c'est-à-dire de la répartition entre l'état d'ouverture (mode I) et l'état de cisaillement dans le plan (mode II) et que différents essais d'adhérence permettent d'accéder à la ténacité d'interface selon différentes mixités de mode. Par exemple, l'essai Double Cantilever Beam (DCB) est connu pour solliciter l'interface en mode I tandis que l'essai End-Notched Flexure (ENF) sollicite l'interface en mode II.

Dans le cadre de notre étude, plusieurs limitations ou obstacles amènent à réduire le spectre des essais envisageables. Tout d'abord, les niveaux de déformations avant endommagement, puis rupture, sont faibles dans le cas des systèmes CMC/EBC. Ces systèmes ne peuvent résister à des niveaux de déformation relativement élevés comme c'est le cas pour les polymères ou les métaux par exemple. Il est donc important de garder à l'esprit que les tests d'adhérence impliquant des grands déplacements des supports ou des traverses ne sont pas adaptés pour ce type de matériaux comme c'est le cas par exemple pour les tests de tirage direct et d'arrachement. Par ailleurs, les tests envisagés seront effectués à température ambiante mais également à haute température pour se placer dans les conditions réelles de fonctionnement des pièces de turbine. Cette condition ajoute des contraintes supplémentaires puisque les supports doivent résister aux hautes températures et leur comportement ne doit pas influencer la réponse globale. Enfin, les valeurs données par les appareils de mesure ne doivent pas être perturbées pour de telles conditions ou *a minima* être corrigées par une méthode d'analyse *a posteriori*.

La fissuration de l'interface peut être séparée en deux phases distinctes : l'amorçage et la propagation. L'amorçage est défini par un processus dynamique instable conduisant à la formation d'une fissure de longueur finie en l'absence de toute autre fissure.

- (a) Double Cantilever Beam (DCB)
- (b) End-Notched Flexure (ENF)
- (c) End Loaded Split (ELS)
- (d) Décollement par revêtement en tension (Edge Lift-off)
- (e) Décollement par poinçon (Point-Blister Test)
- (f) Flexion 4 points en mode normal
- (g) Flexion 4 points en mode mixte
- (h) Pelage en T
- (i) Clivage en coin (Edge Test)
- (j) Pelage sur rouleau
- (k) Gonflement-décollement (Pressurized Blister Test)
- (l) Cisaillement d'interface (Pullout/Pushout Test)
- (m) Flexion 4 points asymétrique
- (n) Essai brésilien
- (o) Essai Arcan
- (p) Indentation normale
- (q) Indentation interfaciale
- (r) Décollement biaxial

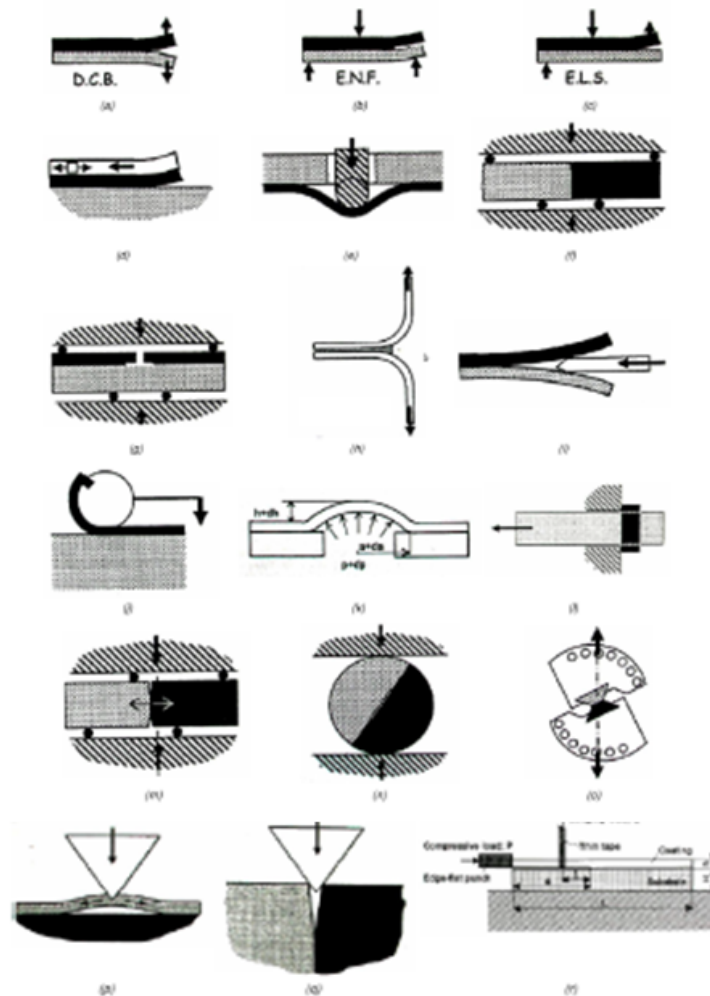


FIGURE 1.13 – Revue d'essais d'adhérence [Dupeux, 2004]

Pour les champs de contraintes à l'interface sans singularités, ce processus d'amorçage peut être décrit en termes de résistance interfaciale, comprenant (i) une résistance à la traction hors-plan (Zt), (ii) deux résistances au cisaillement hors-plan ($S13$ et $S23$), et (iii) un critère de rupture. La phase de propagation est caractérisée par une ténacité associée à chaque mode pur de rupture ainsi que par une loi de propagation spécifique. Les paragraphes suivants détaillent les essais utilisés pour caractériser ces deux aspects du phénomène de fissuration interfaciale.

1.4.1 Essais d'amorçage

L'amorçage d'une fissure est un phénomène souvent instable et brutal. L'intérêt d'un essai d'amorçage est d'évaluer un seuil de décohésion souvent défini sous forme de critères dépendant du champ local de contrainte ou de déformation pour lequel une fissure apparaît. Les travaux concernant l'adhérence des revêtements sur des substrats CMC sont relativement récents et en cours de développement. En revanche, la communauté scientifique dispose d'un recul beaucoup plus important sur l'adhérence des alliages métalliques revêtus d'une TBC.

Parmi les travaux concernant l'amorçage de fissures dans des systèmes alliage/TBC, il existe des essais faisant appel à la méthode dite LASer Shock Adhesion Test (LASAT). Cette technique dérive du processus d'écaillage laser qui a été introduit dans les années 1980 par Vossen [1978] pour créer des revêtements écaillés à partir d'ondes de choc laser. La méthode LASAT utilise un laser impulsif de très courte durée et à haute énergie pour générer un flux d'énergie intense et bref. Ce flux génère une augmentation rapide de la température due à l'absorption d'énergie ce qui crée une onde de choc mécanique qui se propage dans le revêtement et le substrat et vient solliciter les matériaux en traction ou en compression. Ces ondes de choc se propagent dans le système dont une partie est réfléchiée ou transmise à chaque interface. Les trains d'ondes interfèrent entre eux ce qui a pour effet de décupler les sollicitations mécaniques mettant ainsi à l'épreuve l'adhérence des interfaces. En fonction de l'énergie laser appliquée, les contraintes de traction générées localement peuvent alors conduire à une rupture de l'interface du revêtement quand elles sont supérieures à sa contrainte à rupture. Le principe du LASAT est explicité sur la Figure 1.14.

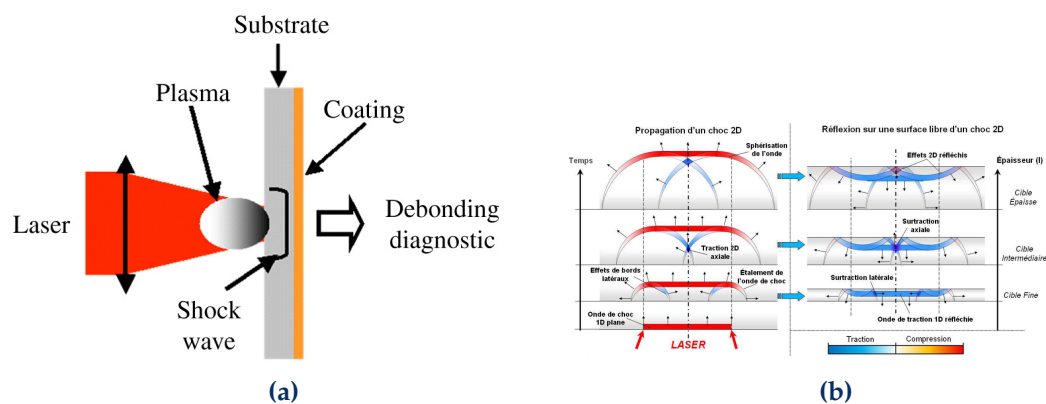


FIGURE 1.14 – (a) Principe général de la méthode LASAT [Berthe *et al.*, 2011]. (b) Schéma phénoménologique de propagation d'une onde de choc générée par laser avec génération de contraintes de traction lors de la réflexion de l'onde dans un milieu d'épaisseur finie [Cuq-Lelandais, 2010]

Le LASAT présente les avantages d'être facilement et rapidement mis en œuvre et

de pouvoir contrôler et localiser la génération de décohésions à l'interface.

Cette méthode a été appliquée à de nombreuses reprises pour l'étude de TBC pour des applications aéronautiques [Fabre, 2013; Mahfouz, 2022]. L'analyse des résultats peut inclure l'observation des défauts tels que les décollements, les fissures ou les déformations induites par les ondes de choc. Ces observations ont permis de déterminer la qualité de l'adhérence du revêtement en les associant à des techniques de caractérisation non destructives comme la thermographie infrarouge (IR) ou de profilométrie optique en mesurant la hauteur de marche [Mahfouz, 2022]. Le LASAT a également été utilisé sur des systèmes CMC/EBC [Cottin *et al.*, 2019] avec pour objectif de déterminer une résistance interfaciale du système. Les résultats ont montré que le LASAT permettait d'obtenir un écaillage dans certains cas et des petites fissures à l'interface dans d'autres. Des délaminages ont été observés par thermographie IR sur la surface supérieure des échantillons ainsi que par microscopie optique sur des coupes transversales comme illustré sur la Figure 1.15.

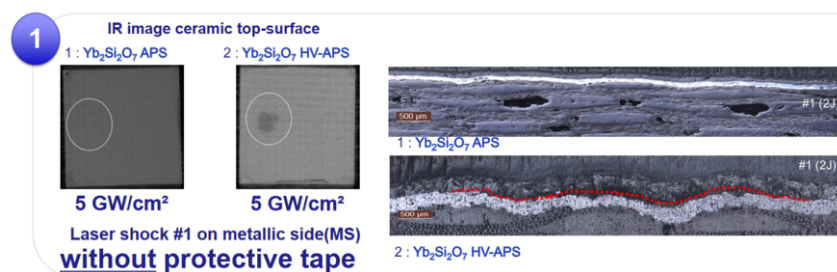


FIGURE 1.15 – Illustration des délaminages obtenus par LASAT sur système CMC/Si/DSYb [Cottin *et al.*, 2019]

Ces observations ont permis de montrer que la zone la plus sensible aux délaminages était la couche d'accroche Si, avec des ruptures de nature cohésive dans cette couche. L'essai n'a toutefois pas permis de déterminer une contrainte critique d'amorçage de délaminage et il s'est avéré peu répétable en raison notamment de la présence de porosités dans le CMC qui atténuent la propagation des ondes de choc générées par le laser [Guipont *et al.*, 2022].

Il existe également des tests plus simples, comme par exemple des essais de traction, aussi appelé arrachement normal, qui vont générer des ouvertures principalement en mode I. Ce type d'essais n'est pas adapté à des épaisseurs de revêtement trop fines et nécessite l'emploi d'un adhésif (colle) pour assurer la liaison entre le revêtement et les mors et transmettre les efforts [Chen et Bull, 2010]. Les normes européenne (EN 582), américaine (ASTM C 633) et internationale (ISO 14916) s'y rapportent. L'interprétation de ce type d'essais est difficile en raison de plusieurs modes de rupture qui peuvent apparaître simultanément. Il est également compliqué à mettre en œuvre car il impose que le système soit parfaitement aligné pour que la sollicitation en traction soit unidirectionnelle [Marot, 2007]. L'utilisation de rotules sur l'axe de chargement peut faciliter cet alignement. Il résulte de ce protocole une forte dispersion expérimentale, notamment due à la prépondérance des effets de bord induits par un fort gradient de contrainte Pons [2016].

En plus des essais de traction, des essais de compression ou compression bentaillée ont permis de mesurer une résistance d'adhérence. Différentes géométries

d'éprouvettes et différents cas de chargement ont été employés afin de solliciter l'interface plutôt en mode I (Figure 1.16(a)) ou en mode II (Figure 1.16(b)(c)). A noter qu'il est possible d'imposer un effort en traction, plutôt qu'en compression, dans la configuration illustrée sur la Figure 1.16(b) afin de réaliser un essai de cisaillement par simple recouvrement initialement destiné à la caractérisation de joints collés, mais également adapté à des systèmes substrat/revêtement par la norme ASTM F 1044.

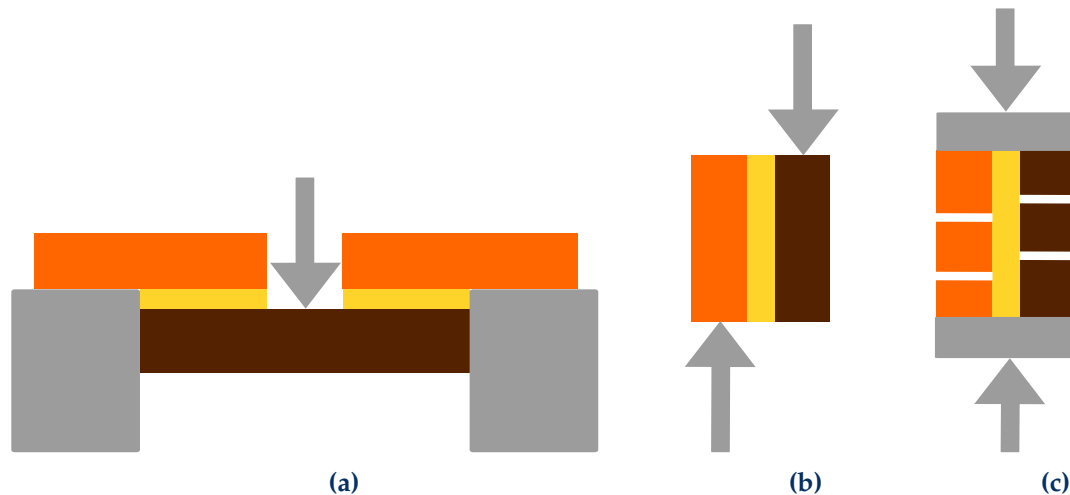


FIGURE 1.16 – Schémas d'essais d'amorçage de fissure interfaciale avec un montage de compression (a) en mode I, (b) en mode II et (c) en mode II bi-entaillé

Ces essais ont été appliqués pour solliciter des interfaces béton/acier [Berthet *et al.*, 2011] en mode II ainsi que des CMC SiC/SiC collés entre eux par un matériau vitrocéramique d'aluminosilicate d'yttrium [Malinverni *et al.*, 2024] ou de disilicate d'ytterbium [Smeacetto *et al.*, 2021]. Ce type de matériau est également rapporté comme pouvant jouer le rôle d'EBC.

Les essais de compression sont également répandus sur les systèmes alliage/TBC [Courcier *et al.*, 2011; Soullignac, 2014]. Dans ces essais, des éprouvettes, généralement vieilles en conditions d'oxydation isothermes ou cycliques, ont été soumises à un chargement de compression uniaxial piloté en déformation, par paliers successifs de 0.05 % jusqu'à rupture du revêtement par flambage. L'endommagement interfacial pour les chargements thermiques isothermes et cycliques est principalement localisé à l'interface couche d'oxyde/TBC. La déformation critique à l'écaillage, mesurée à partir d'un extensomètre à tiges d'alumine, a été utilisée pour calculer une contrainte critique d'amorçage de fissure par flambement

$$\sigma_{crit} = 1.2235 \frac{E}{1 - \nu^2} \left(\frac{h}{R} \right)^2 \quad (1.10)$$

avec h l'épaisseur de la TBC, E et ν respectivement son module d'Young et son coefficient de Poisson et R le rayon du disque susceptible de flamber.

On peut également citer les essais de rayure sous charge « scratch test » [Dupeux, 2004] qui sont plus simples à réaliser et ne nécessitent pas de forme ou de préparation particulière de l'échantillon. L'essai d'adhérence par rayure peut être réalisé sous charge constante ou croissante comme illustré sur la Figure 1.17.

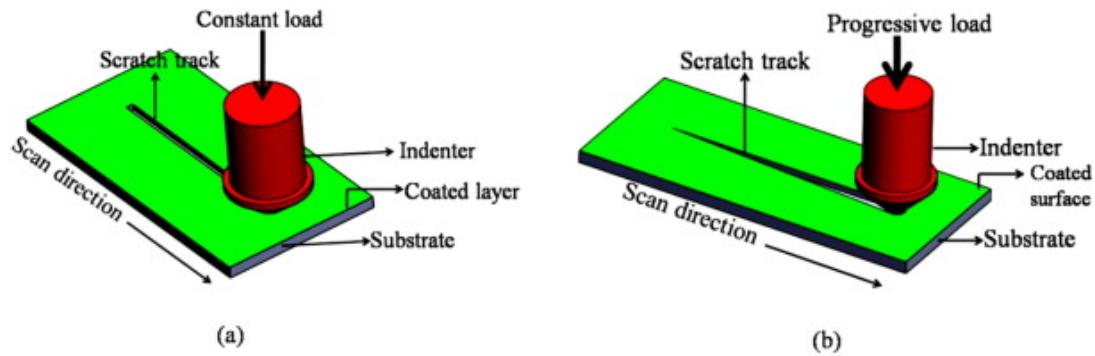


FIGURE 1.17 – Essais de rayure sous charge constante (a) ou croissante (b) [Siva Rao *et al.*, 2021]

Pour l'essai de rayure à charge constante, la charge critique peut être considérée comme normale à la rayure. En revanche, pour l'essai de rayure à charge progressive, la charge critique est celle pour laquelle le revêtement se détache de la surface de la pièce. Contrairement aux charges critiques qui sont facilement accessibles, les contraintes responsables de la rupture de la couche de revêtement ne peuvent pas être déterminées directement pendant l'essai [Bull et Berasetegui, 2006]. En effet, les contraintes autour d'un pénétrateur mobile glissant sur un système substrat/revêtement sont complexes et il n'existe pas de modèle analytique décrivant pleinement ce qui est observé. Des progrès ont été réalisés avec la modélisation par éléments finis, en particulier dans les cas où le revêtement et le substrat restent élastiques, mais ce travail est une simplification par rapport à ce qui se passe habituellement dans un essai de rayure réel.

1.4.2 Essais de propagation

Les essais présentés précédemment sont utiles pour caractériser la phase d'amorçage d'une fissure. Cependant, le phénomène de propagation de fissure est tout aussi important. L'objectif ici est d'évaluer la ténacité de l'interface c'est-à-dire sa capacité à résister à la propagation d'une fissure.

La phase de propagation de fissures a été largement étudiée sur assemblages collés et sur les problématiques de délaminage en particulier dans les matériaux composites à matrice organique. Les essais développés dans ces cadres sont des candidats potentiels pour faire propager une fissure stable à l'interface d'un CMC revêtu. Par rapport aux essais permettant de caractériser le délaminage sur les CMO, deux difficultés majeures ont été identifiées en considérant des matériaux céramiques : (i) l'insertion d'une pré-fissure, nécessaire à l'étude du réamorçage et de la propagation à l'interface, n'apparaît pas simple à mettre en oeuvre, (ii) la stabilité de la propagation de la fissure est moins aisée à obtenir avec des matériaux qui ont des rigidités plus élevées. En considérant ces contraintes, il paraît intéressant, comme pour les essais d'amorçage, de s'inspirer des travaux réalisés sur des alliages métalliques revêtus d'une couche de céramique pouvant jouer le rôle de TBC par exemple. En effet, la communauté scientifique et industrielle possède un retour d'expériences plus important pour ce type de système et en particulier pour les applications de moteurs aéronautiques [Hutchinson et Hutchinson, 2011]. Ces systèmes sont proches de ceux étudiés dans le cadre de cette thèse.

En ce qui concerne la propagation d'une fissure en mode I, l'essai de référence est l'essai DCB (ASTM E399) dans sa version la plus classique avec des éprouvettes sy-

métriques ou bien avec des échantillons asymétriques (ADCB). Il est largement utilisé dans le domaine des CMO [Brunner *et al.*, 2001; Blackman *et al.*, 2003] mais a également permis d'étudier la propagation d'une fissure pour des alliages métalliques revêtus d'une couche de céramique déposée par APS [Ostojic et McPherson, 1988; Heintze et McPherson, 1988; Lin et Berndt, 1994; Wang *et al.*, 2004]. La préparation des éprouvettes nécessite, dans un premier temps, la découpe des deux bras, puis un des bras est revêtu par la couche de céramique. Enfin, les deux bras sont collés entre eux par un adhésif de type époxyde. Durant la phase de collage, un film séparateur est inséré entre les deux bras afin de créer une préfissure. La ténacité est déterminée par le calcul du taux de restitution d'énergie grâce à la méthode de la complaisance C (équation (1.5)). La difficulté réside dans le calcul de C en fonction de l'extension de la fissure S . Pour cela, le saut de déplacement des lèvres de fissure ou COD pour « Crack Opening Displacement » est mesuré au cours de l'essai par un extensomètre. La longueur de la fissure a été déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage établie expérimentalement. L'évolution du COD en fonction de la longueur de fissure est ensuite recalculée avec une formule empirique qui permet à la fois d'extraire la longueur de fissure et $\frac{dC}{dS}$. Les auteurs n'ont pas décrit explicitement comment la courbe d'étalonnage était établie mais il est probable que, suivant la norme, un décalage de la courbe force/COD, par rapport à sa valeur originale, corresponde à une extension de la longueur de fissure d'environ 2 % de la longueur d'un bras de l'échantillon [Tilson, 2018]. L'hypothèse sous-jacente est que tous les changements de complaisance sont le résultat de l'extension de la fissure. Cette méthode de mesure de la longueur de fissure a été remise en cause en comparant les valeurs de longueur de fissure prédite par la méthode de la complaisance avec des mesures directes d'extension des fissures à l'aide d'un microscope Keyence VR- 3200 [Tilson, 2018]. Les auteurs de cette comparaison ont constaté que dans tous les cas observés, le décalage de la complaisance surestime la longueur réelle de la fissure au cours de sa propagation. La mesure de la longueur de fissure est une difficulté clairement identifiée même en mode I, qui est, a priori, le plus favorable au suivi de la fissure.

L'essai DCB n'a pas été mené sur des systèmes CMC/EBC à notre connaissance. En revanche, la communauté scientifique propose un essai de clivage en coin pour décoller l'interface avec une sollicitation en mode I. Cet essai est adapté pour les céramiques puisqu'il a été réalisé sur un système multicouche de mullite avec une couche d'accroche en silicium (Si) sur un substrat de SiC [Kakisawa et Nishimura, 2018]. La méthode consiste à positionner le système céramique revêtu à la verticale puis d'introduire une préfissure au niveau de la partie supérieure. La préfissure est créée en plusieurs étapes. Tout d'abord, plusieurs indentations Knoop sont réalisées au niveau de l'interface à intervalles réguliers entre la couche d'accroche et le substrat. La diagonale la plus longue de l'indenteur est placée parallèlement à l'interface afin que les fissures de l'indentation puissent se propager le long de l'interface. Ensuite, la partie basse de l'éprouvette est comprimée horizontalement et un coin est inséré verticalement sur l'interface indentée afin de générer une fissure dont la propagation le long de l'interface est détectable sur la courbe force/déplacement par une perte soudaine de la raideur. Cette technique permet d'introduire une préfissure tout en contrôlant sa longueur en faisant varier les efforts de compression sur la partie basse du système. La longueur moyenne de la préfissure est de 1.7 mm. Comme la préfissure est très fine et qu'il est difficile d'insérer le coin, une dernière étape de préparation est donc réalisée à

la scie à fil diamanté pour créer une encoche qui va servir de point d'insertion pour le coin. Le test d'adhérence à proprement parler débute avec l'insertion du coin puis sa descente dans l'encoche à une vitesse constante de $12 \mu\text{m min}^{-1}$ comme montré sur la Figure 1.18.

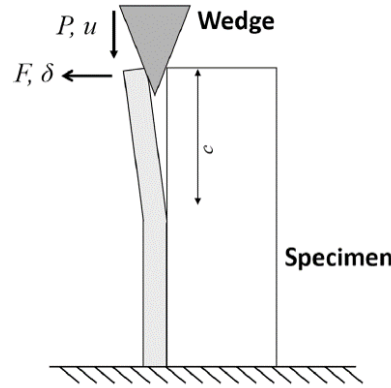


FIGURE 1.18 – Illustration du test d'adhérence avec insertion d'un coin à l'interface [Kakisawa et Nishimura, 2018]

Le comportement du système est observé par un microscope optique associé à une caméra CCD pour suivre l'ouverture de l'encoche. La descente du coin s'effectue jusqu'à atteindre un chargement nul pour avoir une décohésion complète entre le substrat et le revêtement. Les résultats de ces essais ont montré que le rapport longueur de pré-fissure/épaisseur de revêtement doit être supérieur à 5 pour obtenir des valeurs de ténacité cohérentes. La ténacité d'interface est calculée à partir des efforts et des déplacements enregistrés

$$G_c = \frac{3c^2}{2b h_2^3} \left(\frac{L^3}{h_1^3} + \frac{c^3 - L^3}{h_2^3} \right)^{-1} F_c \delta_c \quad (1.11)$$

avec c la longueur de pré-fissure, b la largeur de l'éprouvette, L la profondeur de l'encoche, h_1 l'épaisseur de revêtement au niveau de l'encoche et h_2 l'épaisseur de revêtement totale. F_c et δ_c représentent respectivement les efforts et déplacements critiques lors de la propagation de la fissure. Une autre expression a été proposée à condition de connaître le module d'Young du revêtement

$$G_c = \frac{6(1-\nu^2)c^2}{Eb^2h_2^3} F_c^2 \quad (1.12)$$

avec E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson. Les valeurs de ténacité d'interface à température ambiante ont été évaluées à 4.1 J m^{-2} avec un écart type de 0.51 J m^{-2} sur un système substrat en SiC/couche d'accroche en silicium/revêtement en mullite. Les auteurs précisent que pour certains tests, la rupture a eu lieu dans le revêtement avant de propager à l'interface. Pour éviter ces situations, deux recommandations sont proposées :

- La profondeur de l'encoche ne doit pas être trop importante si l'épaisseur de revêtement restante est fine,
- Le coin ne doit pas atteindre le fond de l'encoche avant que la fissure ne propage à l'interface.

Ce test a été repris et modifié en utilisant une plaque rigide collée au revêtement. De plus, la procédure de création de la préfissure est simplifiée en utilisant une scie pour créer une encoche plus profonde. Le coin utilisé est un couteau en acier avec un angle de lame de 16° . Les résultats de ténacité d'interface obtenus sont proches de ceux obtenus lors de l'étude précédente. Il est apparu que même si aucune préfissure n'est introduite de manière intentionnelle, l'amorçage provient certainement d'un défaut situé en fond d'encoche qui est à l'origine d'une fracture stable dans les premiers instants de chargement. Cette première fissure joue le rôle de préfissure pour la poursuite de la propagation. Cette configuration permet de simplifier la préparation des éprouvettes tout en conservant une propagation de fissure stable [Kakisawa et Nishimura, 2021]. Malgré cette simplification, cet essai reste compliqué à mettre en place. En particulier, la réalisation de l'encoche nécessite une grande précision.

Il existe également des essais de traction [Qian *et al.*, 1997] (Figure 1.19(a)) qui se basent sur la norme ASTM 633-79 réalisés sur alliage métallique (Ti_6Al_4V) revêtu d'une TBC (YSZ) avec une couche d'accroche (NiAl). Au cours du processus de pulvérisation thermique, une très fine couche circulaire de carbone (d'environ 5 mm de diamètre) est appliquée à l'intérieur du revêtement à différentes profondeurs comme illustré sur la Figure 1.19(b). Cette couche crée un défaut d'adhésion et fragilise l'interface ce qui peut s'apparenter à la création d'une préfissure. La face supérieure de l'échantillon ainsi préparé (côté revêtement) a été collée à un cylindre d'acier à l'aide d'un adhésif à base d'époxy, le cylindre du bas étant le substrat.

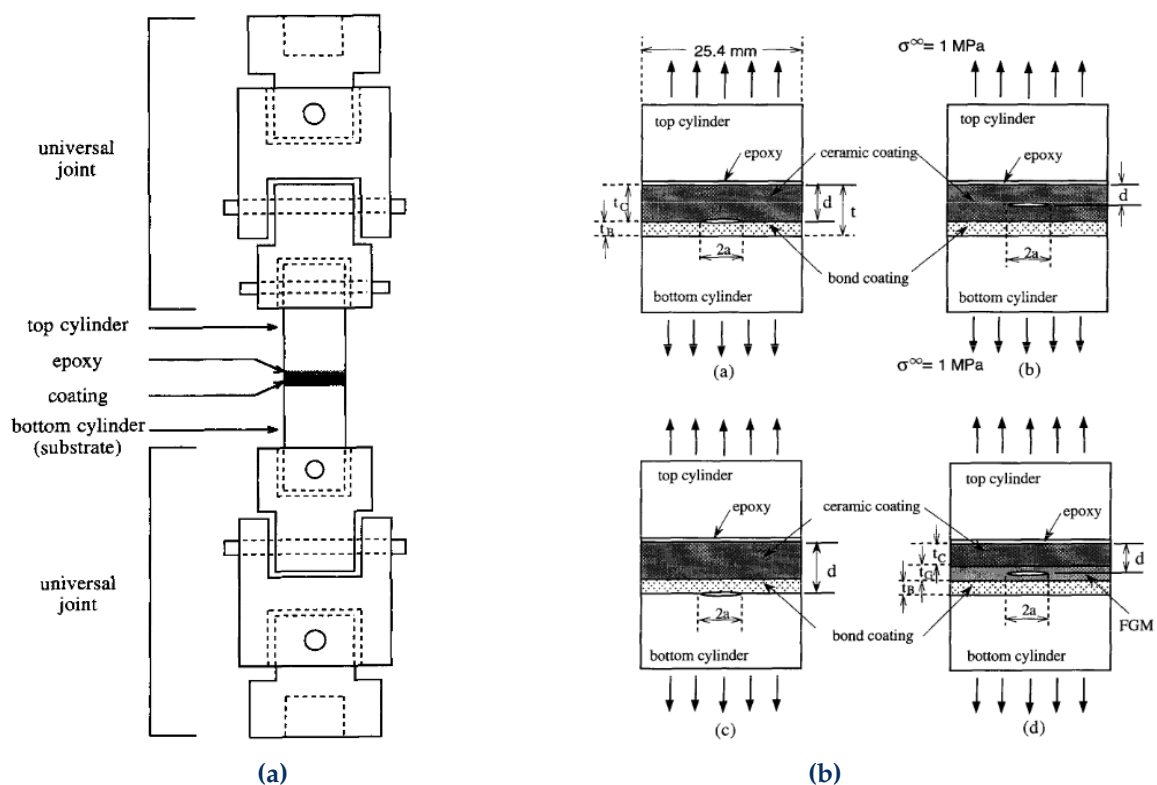


FIGURE 1.19 – Illustration (a) de l'essai de traction et (b) des différentes localisations des préfissures insérées dans le système en vue de coupe transversale [Qian *et al.*, 1997]

En raison de la complexité des géométries étudiées (notamment celle des défauts), des modélisations par Éléments Finis (EF) sont réalisées en s'appuyant sur la MELR.

L'idée est d'utiliser une méthode largement répandue qui permet de calculer le taux de restitution d'énergie en pointe de fissure par la méthode de l'intégrale J [Rice, 1968] dont le calcul est indépendant du chemin. L'intégrale J est définie selon

$$J = \int_{\Gamma} (W dy - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds) \quad (1.13)$$

avec Γ une ligne de contour entourant la pointe de fissure, W la densité d'énergie de déformation, T le vecteur contrainte défini par rapport à la normale sortante du contour $T_i = \sigma_{ij} \cdot n_j$, u_i le déplacement, x la direction de propagation et ds un élément du contour Γ comme illustré sur la Figure 1.20.

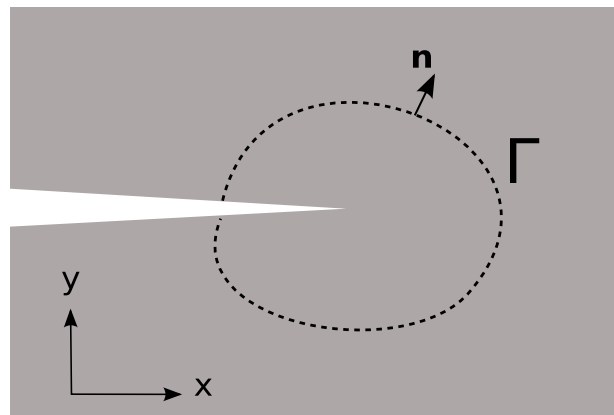


FIGURE 1.20 – Illustration de l'intégrale de contour de Rice dans un plan

Dans ses hypothèses, Rice indique que l'équation est valable en considérant un solide aux propriétés homogènes élastique linéaire ou non-linéaire. Cette approche a ensuite été étendue pour des cas de fissuration sur bimatériaux [Shih, 1991]. La méthode de l'intégrale J est aujourd'hui une méthode robuste de la mécanique de la rupture. Elle présente l'avantage d'être relativement simple à mettre en place, ne demande pas de ressources conséquentes en calcul et permet d'obtenir des solutions cohérentes avec ce qui peut être observé sur des essais. Cette méthode est généralement présente dans les solveurs éléments finis commerciaux. Dans le solveur implicite Abaqus/Standard, il est nécessaire d'indiquer le front de fissure et la direction de propagation. La méthode permet de calculer un taux de restitution d'énergie associé à la propagation de la fissure. Le calcul est effectué sur différents contours. La densité d'énergie de déformation est définie en sommant une composante élastique et une composante de dissipation plastique.

En ce qui concerne les sollicitations en mode mixte, avec prédominance du mode II, des travaux réalisés sur des substrats métalliques présentent des tests d'adhésion avec la méthode dite « barb pullout ». Ils ont été réalisés sur un superalliage de nickel avec dépôt de zircon [Guo *et al.*, 2005] en considérant deux éprouvettes identiques semi-revêtues qui sont sollicitées en même temps. Des plaques de saphir sont positionnées très précisément en contact pour transférer l'effort de la machine jusqu'à la face libre de l'EBC sans qu'il y ait de frottements avec le substrat. Cette étape est cruciale car l'épaisseur de revêtement est fine ($\approx 200 \mu\text{m}$). Avec cette méthode, les fissures se propagent majoritairement aux interfaces TGO/TBC et couche d'accroche/TGO et, selon les auteurs, de manière « plus ou moins instantanée ». Le taux de restitution d'énergie

est approximé par l'équation (1.14) en faisant les hypothèses que toute l'énergie de déformation stockée dans la TBC et le substrat avant le début du délaminage est libérée en développant une nouvelle surface pendant la propagation de la fissure, que le délaminage est uniforme le long de la pointe de la fissure sans flambage et que l'anisotropie des constituants n'est pas prise en compte

$$G \approx \frac{h_{\text{sub}} \sigma_{\text{sub}}^2}{E_{\text{sub}}} + \frac{h_{\text{TBC}} \sigma_{\text{TBC}}^2}{E_{\text{TBC}}}. \quad (1.14)$$

$E_{\text{sub/TBC}}$, $h_{\text{sub/TBC}}$ et $\sigma_{\text{sub/TBC}}$ étant respectivement les modules d'Young, les épaisseurs et les contraintes uniaxiales pour les deux constituants avec

$$\sigma_{\text{TBC}} = \frac{P}{2h_{\text{TBC}}w_{\text{TBC}}} \quad (1.15)$$

le niveau de contrainte dans la TBC et w_{TBC} la largeur de l'échantillon. La ténacité G_C est déterminée en prenant $P = P_{\text{max}}$ le pic de force maximale durant l'essai. Les ténacités calculées sont comprises entre 60 J m^{-2} et 90 J m^{-2} en supposant une sollicitation en mode II pur. Cette étude a, par la suite, été complétée par Liu *et al.* [2008] en prenant en compte les contraintes résiduelles présentes dans le revêtement et leur impact sur le taux de restitution d'énergie critique ainsi qu'une détermination précise de la mixité modale. Il est rapporté que l'ouverture de fissure ne se produit pas en mode II pur mais avec une mixité modale $\alpha = 65^\circ$. Le nouveau taux de restitution d'énergie critique est de 36 J m^{-2} comparé à 45 J m^{-2} avec $\alpha = 90^\circ$ recalculés avec les données de Guo *et al.* [2005]. Les auteurs rapportent que cette diminution du taux de restitution d'énergie critique est majoritairement liée aux contraintes résiduelles en précisant que le taux de restitution d'énergie augmente drastiquement quand $\alpha > 65^\circ$ en raison du frottement entre les surfaces délaminées. On est donc à la limite de cette hypothèse qui reste à vérifier. Cette étude a également mis en évidence l'apparition de flambement du revêtement à partir d'une certaine longueur de propagation de la fissure interfaciale.

Cet essai de « barb pullout » permettant de se rapprocher d'une caractérisation en mode II pur a été simplifié pour être adapté aux CMC revêtus par Aoki *et al.* [2017] qui ont proposé un test de chargement en cisaillement (ou SL test en anglais pour « Shear Loading ») nécessitant peu d'outillage et restant relativement simple à mettre en œuvre. Les matériaux utilisés sont des EBC de type BSAS/mullite avec une couche d'accroche en Si sur des substrats en SiC/SiC tissé 3D. Le test a consisté à solliciter en mode II l'interface au moyen d'un outillage appliquant un effort externe sur l'EBC uniquement, le CMC étant maintenu dans des mors. Le principe est illustré sur la Figure 1.21. Les éprouvettes sont donc semi revêtues. Pour obtenir de telles éprouvettes, il suffit de couvrir une partie du substrat lors de la réalisation du dépôt.

Trois phases ont été observées durant l'essai. Une première phase de montée en charge en élasticité linéaire est observée jusqu'à atteindre un pic de force marquant l'amorçage de la fissure. Ensuite, la force est quasiment constante avec l'augmentation du déplacement appliqué durant la deuxième phase. Ce plateau de force est typique de la propagation stable du délaminage. La décohérence interface/substrat a été stoppée lorsque la longueur de fissure atteint approximativement 1 mm, cette troisième phase correspond à une augmentation de l'effort avec l'accroissement du déplacement jusqu'à rupture de l'EBC. A l'échelle microscopique, la fissure interfaciale suit un chemin

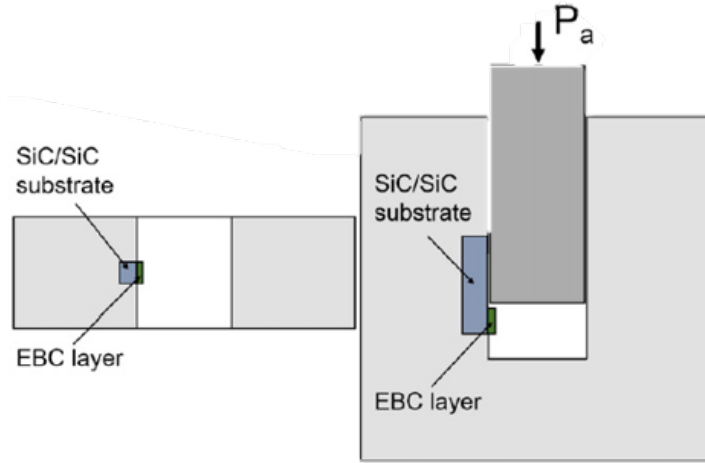


FIGURE 1.21 – Illustration du test d'adhérence SL sur éprouvette semi-revêtue [Aoki *et al.*, 2017]

de propagation complexe avec des passages à travers la couche d'accroche Si ou à l'interface entre la couche BSAS/Mullite et la couche d'accroche. L'approche utilisée par les auteurs est de considérer un comportement macroscopique pour lequel le délaminage a été considéré comme une fissure droite qui se propage entre deux entités : le substrat CMC et une couche homogène d'EBC avec des propriétés mécaniques prédites par une loi des mélanges. Cette notion d'échelle est importante et sera discutée par la suite. Avec cette approche, le module d'Young équivalent de l'EBC est donné par

$$\bar{E}_{ebc} \approx \frac{h_{BSAS}E_{BSAS} + h_{mu/BSAS}E_{Mu/BSAS} + h_{Si}E_{Si}}{(h_{BSAS} + h_{mu/BSAS} + h_{Si})} \quad (1.16)$$

en prenant en compte les épaisseurs h et les modules d'Young E de chaque constituant élémentaire. Finalement, le taux de restitution d'énergie calculé durant la phase de propagation stable s'écrit

$$G = \frac{1}{2\bar{E}_{ebc}} \left(\frac{P_1^2}{h} \right) - \frac{1}{2\bar{E}_{SiC/SiC}} \left(\frac{P_3^2}{Ah} + \frac{M_3^2}{Ih^3} \right). \quad (1.17)$$

avec A la section transversale, I le moment d'inertie et P_i et M_i les forces et moments appliqués au système comme illustré sur la Figure 1.22.

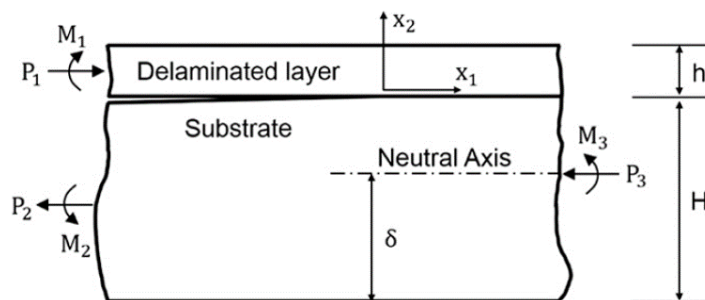


FIGURE 1.22 – Chargements appliqués au système substrat/ revêtement avec une approche macroscopique pour le calcul de G [Aoki *et al.*, 2017]

Avec cette méthode, la ténacité d'interface a été estimée de 1.2 J m^{-2} à 2.4 J m^{-2} . La préparation des éprouvettes est une étape critique, la méthode décrite par les auteurs a consisté à retirer l'EBC avec un polisseur diamant. Sur ces matériaux fragiles, le risque d'endommager un des composants avant même de commencer le test d'adhérence est important et peut ensuite avoir une influence sur les résultats. C'est pourquoi la méthode de couvrir le substrat lors du dépôt semble plus appropriée et nécessite une étape en moins. Durant l'essai, une caméra a été ajoutée afin d'observer la propagation de la fissure. Même si cette information n'est pas utilisée pour le calcul de G , elle permet d'avoir une idée de la cinétique de propagation au cours de l'essai et de montrer sa stabilité durant la seconde phase avec une incertitude sur la longueur de fissure de $100 \mu\text{m}$. Après essai, les éprouvettes ont également été examinées au Microscope Électronique à Balayage (MEB) permettant de rendre compte du chemin tortueux de la fissure à l'échelle microscopique.

Un montage similaire a été utilisé par [Kawai et al. \[2019\]](#) avec pour objectif de comparer les valeurs expérimentales de ténacité à des valeurs simulées par EF pour lesquelles les contraintes thermomécaniques résiduelles liées au procédé de fabrication sont prises en compte. Pour calculer le taux de restitution d'énergie, des fissures de différentes longueurs sont introduites dans le maillage EF. Pour chacune de ces longueurs, une énergie de déformation est évaluée numériquement et G est calculé par différenciation numérique de la manière suivante

$$G \left(L + \frac{\Delta L}{2} \right) = - \left. \frac{dW}{dL} \right|_{L+\Delta L/2} \approx - \frac{W(L + \Delta L) - W(L)}{\Delta L} \quad (1.18)$$

avec L la longueur de fissure et W l'énergie de déformation stockée dans le système. Les valeurs simulées ont été comparées aux valeurs expérimentales de ténacité déterminées avec la procédure décrite précédemment [[Aoki et al., 2017](#)]. La présence de contraintes résiduelles induites par le cyclage thermique lors de la fabrication semble avoir un impact négligeable sur la ténacité d'interface, ce qui va à l'encontre des conclusions données par [Liu et al. \[2008\]](#). Il ne semble pas y avoir de consensus dans la littérature sur l'impact des contraintes résiduelles sur la valeur de ténacité interfaciale.

On retrouve également, sur un système alliage de cobalt revêtu, un nouveau test d'adhérence basé sur une sollicitation de compression [[Zhu et al., 2015](#)]. Un défaut a été introduit à l'interface par la présence d'une fine feuille de nickel. L'essai a été instrumenté par caméra CCD et capteurs d'Émission Acoustique (EA) afin de suivre simultanément le flambement de l'éprouvette et le développement des délaminages. Le suivi par EA est réalisé à l'aide d'un ou plusieurs capteurs positionnés à la surface des échantillons. Ceux-ci enregistrent les événements acoustiques émis dans le matériau. En particulier, lors de l'apparition d'endommagements et de fissures, l'énergie est libérée sous la forme d'une onde mécanique qui se propage dans le milieu jusqu'aux capteurs. L'apparition des premiers événements acoustiques permet de déterminer les seuils d'apparition de ces mécanismes [[Racle et al., 2017](#); [Guel et al., 2020](#)]. Le suivi de l'énergie cumulée attribuée aux différents groupes offre également une estimation de la croissance des endommagements. Cette énergie cumulée est en effet généralement fortement corrélée à l'énergie dissipée par les endommagements, comme cela a été montré au cours de cet essai de compression. Les étapes qui conduisent à l'écaillage du revêtement sont (i) un flambement de l'EBC lors de la décohésion interfaciale, suivi

de (ii) l'amorçage de fissure dans l'EBC depuis l'interface conduisant à la perte de parties de l'EBC. Dans ces zones non revêtues, des fissures de bord s'amorcent puis se propagent conduisant à la ruine totale de l'interface.

Afin de calculer le taux de restitution d'énergie sur cet essai non conventionnel, de nouvelles méthodes sont introduites. Il s'agit des méthodes dites « indirectes » ou « inverses », à la différence des méthodes « directes », où le taux de restitution d'énergie est directement issu d'un calcul. Ces méthodes correspondent à l'identification des quantités d'intérêt en utilisant les données expérimentales, elles regroupent les techniques 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 à la Réciprocité (MER) et la méthode de recalage de modèle EF « Finite Element Model Updating » (FEMU) [Avril *et al.*, 2008]. Ces techniques ont été utilisées à de nombreuses reprises pour identifier des lois de comportement élastique [Kaligora *et al.*, 2017], plastique [Knitel *et al.*, 2016] ou encore de fluage [Ghasemzadeh *et al.*, 2016]. Elles ont également permis d'analyser la propagation de fissure, cet aspect sera discuté plus en détail dans les chapitres 4 et 5.

L'essai de compression décrit précédemment a été couplé à une analyse par éléments finis non linéaire incluant des modèles de zone cohésive. L'identification de la loi cohésive a été effectuée en comparant les courbes longueur de fissure/déformation appliquée obtenues expérimentalement puis par simulation. Une énergie d'adhérence de 100 J m^{-2} à 130 J m^{-2} a été rapportée sur ce système substrat en superalliage base nickel/sous couche d'accroche en $\text{NiCr}_{22}\text{Al}_7\text{Y}_{0.2}/\text{TBC}$ en $\text{ZrO}_2\text{Y}_2\text{O}_3$. Il a été observé qu'avec l'augmentation de la demi-longueur de fissuration, la propagation a tendance à devenir stable avec une sollicitation proche du mode II pur.

Dans le cadre de la fissuration des interfaces, des travaux ont montré que les modèles de zone cohésive sont une option intéressante pour décrire à la fois l'amorçage et la propagation d'une fissure en intégrant l'ensemble des mécanismes dissipatifs dans une surface appelée « process zone » [Dugdale, 1960; Márquez Costa, 2021; Huchette *et al.*, 2019; Márquez Costa, 2021]. Ils ont notamment été utilisés pour la modélisation de l'endommagement des TBC sur substrat alliage métallique avec la prise en compte d'un couplage thermomécanique [Rakotomalala, 2015]. Dans ces travaux, des éléments d'interface thermiques basés sur une formulation variationnelle en Lagrangien ont permis de simuler une interface parfaitement conductrice lorsque l'interface est mécaniquement intacte et une évolution de la conductance en fonction de l'état d'endommagement de l'interface. L'implémentation de ces modèles au sein d'un code de calcul repose sur des formulations d'éléments surfaciques aux cinématiques particulières. Ces éléments dits cohésifs représentent, à l'état initial, une interface entre deux composants dont les nœuds sont confondus. Avec l'application d'un effort, le comportement de l'interface en ouverture normale selon le mode I est défini par la loi cohésive de la manière suivante

$$\begin{cases} T_n = K[u_n]f(\lambda) & \text{si } [u_n] \geq 0 \\ T_n = \alpha_c K[u_n] & \text{si } [u_n] < 0 \end{cases} \quad (1.19)$$

avec $[u_n]$ le saut de déplacement à rupture, T_n l'effort cohésif normal, K la rigidité de l'élément en traction, $\alpha_c K$ la rigidité en compression, λ la variable définissant l'état de dégradation de l'interface et $f(\lambda)$ une fonction des effets de cet endommagement. La

process zone est définie par la région pour laquelle la variable d’endommagement λ est non nulle mais inférieure à 1, valeur pour laquelle, l’élément de zone cohésive est alors considéré comme rompu. La forme de la réponse traction/séparation de ce type de loi est régie par la définition de la loi d’endommagement et par les effets de cet endommagement.

Le principe d’une loi cohésive de type intrinsèque, c’est-à-dire ayant une rigidité initiale finie, avec une forme de loi adoucissante bilinéaire est illustré sur la Figure 1.23. Cette loi dépend de trois paramètres :

- la raideur initiale de l’élément avant apparition de l’endommagement K
- une résistance interfaciale σ_c
- une ténacité G_C qui peut s’apparenter au taux de restitution d’énergie critique et correspond à l’aire sous la courbe traction/saut de déplacement lorsque l’élément est complètement fissuré ($\delta = \delta_c$).

L’extension à une propagation en mode mixte nécessite de décrire l’évolution de la résistance et de la ténacité lorsque l’on passe d’un mode I à un mode II. Ces évolutions peuvent être pris en compte dans les modèles de zones cohésives par des critères d’amorçage et de propagation.

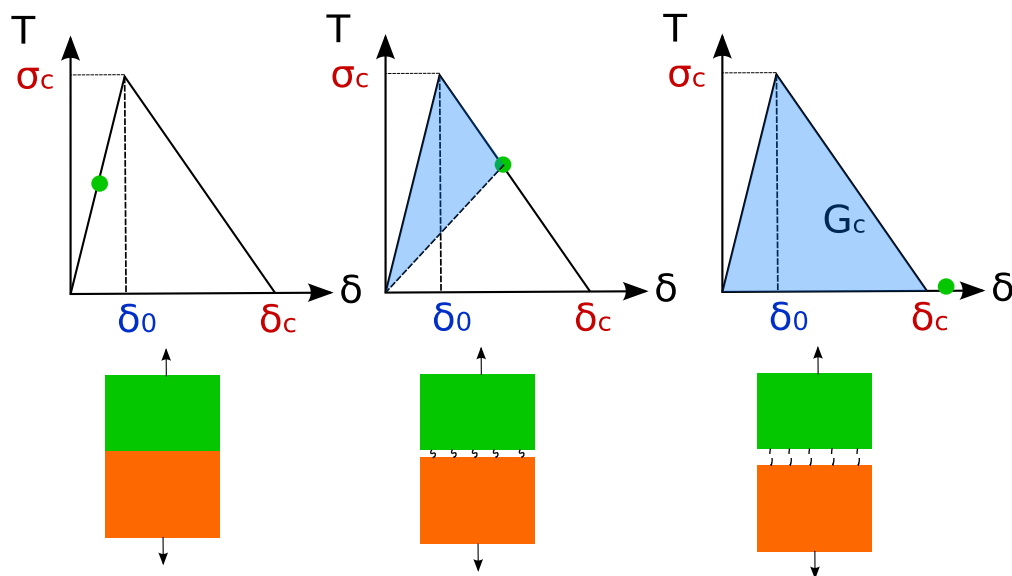


FIGURE 1.23 – Principe d’une loi cohésive sur la courbe traction/saut de déplacement

L’identification de la loi de zone cohésive par méthode inverse, et donc de ses paramètres, a été utilisée à de nombreuses reprises pour extraire l’énergie d’adhérence [Fedele *et al.*, 2009; Jaillon *et al.*, 2020; Márquez Costa, 2021; Vargas *et al.*, 2021].

Les configurations privilégiées pour la sollicitation en mode mixte sont les essais de flexion. Ce type d’essai présente aussi l’avantage de solliciter les éprouvettes dans des conditions plus proches des chargements que peuvent subir des pièces en service dans les moteurs d’avion. C’est d’ailleurs l’objet de précédentes thèses qui se sont déroulées à l’ONERA, celle de Théry [2008] puis de Vaunois [2013] qui se sont intéressés à l’adhérence de TBC sur alliages métalliques sur des éprouvettes vieillies par cyclage thermique sous environnement oxydant. Théry a rendu compte dans ces travaux de la difficulté à décoller une interface fine et fragile sans la casser [Théry *et al.*, 2009].

L'essai retenu pour caractériser l'adhérence d'une couche de zircone déposée par APS a été une flexion 4 points avec entaille perpendiculaire à la couche de revêtement (Figure 1.24 (a)).

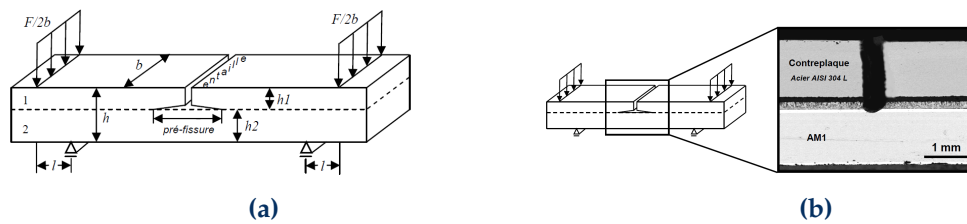


FIGURE 1.24 – (a) Essai d'adhérence par flexion 4 points avec entaille. (b) Collage d'une contre-plaque en surface des éprouvettes de l'essai d'adhérence [Théry, 2008]

Cet essai a nécessité le collage d'une contre-plaque métallique (Figure 1.24 (b)) qui a permis d'augmenter significativement l'énergie élastique stockée dans la couche supérieure de l'éprouvette pendant l'application de la charge et d'apporter un supplément de rigidité à la couche délaminée. Durant cet essai, l'énergie d'adhérence du système est obtenue à partir du plateau de force enregistrée, sans que la mesure de la longueur de la fissure n'ait été nécessaire. Le taux de restitution d'énergie est en effet indépendant de la longueur de la fissure entre les appuis intérieurs du montage. Les deux principales difficultés à la mise en place de cet essai ont été (i) de réaliser une entaille à l'aide d'une scie à fil jusqu'à l'interface (la pointe de l'entaille ne doit être ni avant ni après l'interface) et (ii) d'introduire une pré-fissure à l'interface. L'amorce de fissure interfaciale a été réalisée en introduisant un défaut (bande adhésive) au moment de l'élaboration. Le montage de flexion mis en œuvre diffère de la configuration classique puisqu'il a été modifié pour appliquer une charge rigoureusement symétrique sur l'éprouvette grâce à des liaisons pivots au niveau des mors.

En parallèle de cet essai, des modèles numériques et un modèle analytique basé sur les travaux de Charalambides *et al.* [1989, 1990] ont permis d'exploiter les résultats expérimentaux et de calculer le taux de restitution d'énergie critique. Cette solution analytique de flexion 4 points sur bi-matériau s'appuie sur la théorie des poutres de Euler-Bernoulli et un bilan énergétique. Une différence d'énergie est effectuée entre un état initial fissuré et un état final où la fissure s'est propagée d'un incrément de longueur dL comme illustré sur la Figure 1.25. Les zones hachurées sont à considérer dans le bilan énergétique entre l'état initial et l'état final.

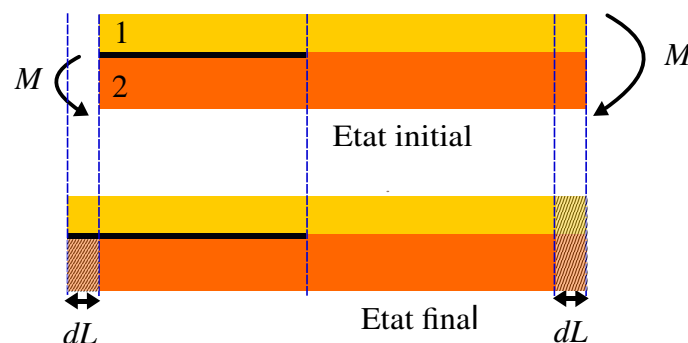


FIGURE 1.25 – Calcul analytique du taux de restitution d'énergie

La pointe de fissure se situant entre les appuis de flexion intérieurs et les fissures à l'interface se propageant de manière symétrique par rapport au centre de l'éprouvette, le système dans cette zone est soumis à un moment constant M . En se plaçant en conditions de déformation plane, l'énergie dans un état quelconque pour un matériau homogène de module d'Young E et de coefficient de Poisson ν est donnée par

$$W = \frac{M^2(1 - \nu^2)}{2EI} \quad (1.20)$$

avec M le moment linéique et I le moment quadratique de la section considérée. La différence d'énergie élastique rapportée à l'allongement de la fissure conduit au calcul du taux de restitution d'énergie. En considérant un bimatériau (1 et 2), pour prendre en compte la différence de propriétés (E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson) entre les deux constituants, un facteur λ est introduit

$$\lambda = \frac{E_2(1 - \nu_1^2)}{E_1(1 - \nu_2^2)}. \quad (1.21)$$

Le taux de restitution d'énergie est donné par

$$G = \frac{M^2(1 - \nu_2^2)}{2E_2} \left(\frac{1}{I_2} - \frac{\lambda}{I_c} \right) \quad (1.22)$$

avec

$$I_2 = \frac{h_2^3}{12} \quad (1.23)$$

et

$$I_c = \frac{h_1^3}{3} + \lambda \frac{h_2^3}{12} + \lambda h_1 h_2 \frac{(h_1 + h_2)^2}{4(h_1 + \lambda h_2)} \quad (1.24)$$

h_1 et h_2 désignant les épaisseurs respectivement des constituants 1 et 2.

Cette solution a été adaptée en y intégrant l'effet d'une contre-plaque collée sur le système substrat revêtement [Hofinger *et al.*, 1998]. C'est cette expression qui a été utilisée pour exploiter les essais de flexion avec contre-plaque décrits précédemment. L'énergie d'adhérence ne dépend pas de la longueur de fissure. Cet essai a été repris dans les travaux de Vaunois [2013] en le complétant par des essais de flexion 4 points avec une entaille sur le bord (4ENF) (Figure 1.26(a)) ainsi que des essais de flexion 4 points inversée avec entaille au centre (Figure 1.26(b)).

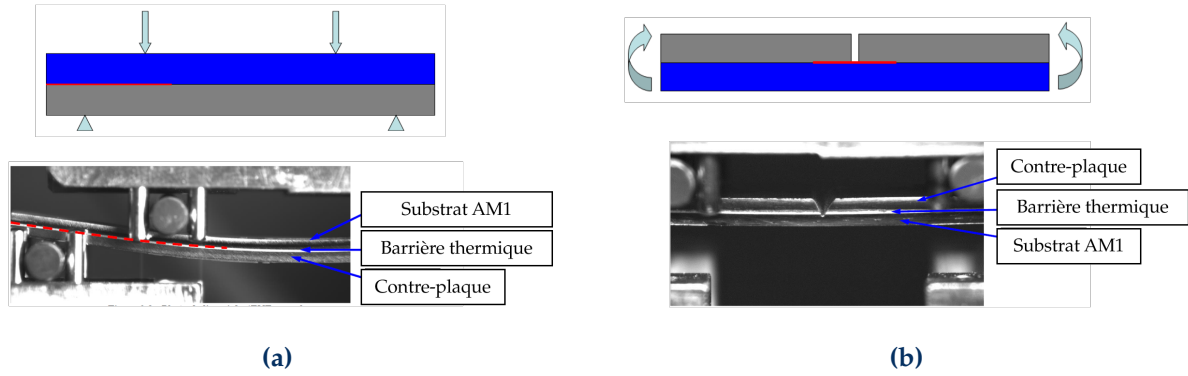


FIGURE 1.26 – Essais (a) ENF et (b) de flexion 4 points inversée pour la caractérisation de l'adhérence de TBC sur substrat superalliage AM1 [Vaunois, 2013]

L'énergie d'adhérence déterminée par la méthode analytique du bilan énergétique [Charalambides *et al.*, 1989, 1990; Hofinger *et al.*, 1998] sur ces essais a été comparé à des méthodes faisant appel à la MELR avec une modélisation par EF. Ainsi, la méthode VCCT pour Virtual Crack Closure Technique a été utilisée. Cette méthode s'appuie sur l'hypothèse selon laquelle l'énergie dissipée durant la propagation d'un incrément infinitésimal de longueur de fissure est équivalente à celle nécessaire à sa fermeture [Krueger, 2004], ce qui permet de calculer G . En particulier, en 2 dimensions, pour un matériau homogène, une partition de cette énergie en mode I et II est définie de la manière suivante

$$G_I = -\frac{1}{2\Delta a} R_Y \Delta_v \quad (1.25)$$

$$G_{II} = -\frac{1}{2\Delta a} R_X \Delta_u \quad (1.26)$$

avec respectivement Δ_u et Δ_v les sauts de déplacement horizontaux et verticaux des nœuds entre les faces supérieures et inférieures de la fissure, Δa la longueur d'extension de la fissure considérée comme infinitésimale et respectivement, R_Y et R_X , les forces de réaction verticales et horizontales aux nœuds à la pointe de fissure comme illustrés sur la Figure 1.27. Pour les bimatériaux, les modifications de la distribution des contraintes autour de l'extrémité de la fissure sont pris en compte grâce aux paramètres de Dundurs qui caractérisent la différence de comportement entre les deux matériaux [Hutchinson et Suo, 1991].

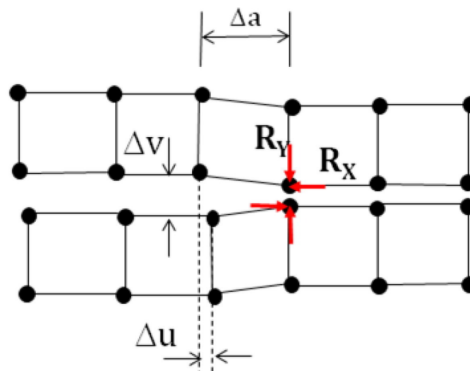


FIGURE 1.27 – Schéma de la méthode VCCT en 2 dimensions [Gliszczyński et Wiącek, 2021]

Le mode III est également accessible avec la même formule en 3 dimensions. Cette

méthode a été utilisée par Vaunois [2013] pour le calcul du taux de restitution d'énergie entre un alliage et un revêtement TBC. Elle est implémentée dans le code de calcul éléments finis Abaqus/Standard [help 3DS, 2022a]. Dans ses travaux, Vaunois aborde aussi la méthode de Parks [Parks, 1977] et la méthode par calcul du travail des efforts extérieurs pour une avancée de fissure d' $1\ \mu\text{m}$, obtenue par relâchement d'un noeud. Même si la méthode VCCT est finalement retenue, les trois méthodes numériques donnent des résultats proches et cohérents avec la méthode analytique.

L'essai de flexion 4 points de Théry [2008] présente l'intérêt certain d'obtenir une propagation stable de la fissure sur les systèmes alliage revêtu d'une TBC. Cette stabilité a été également rapportée dans les travaux de Fernandez [2020] qui a utilisé le même essai de flexion 4 points avec entaille et contre-plaque pour évaluer l'adhérence de l'interface d'un système CMC/Si/EBC. Ces travaux ont donné des valeurs de ténacité d'interface à divers degrés de vieillissement (valeurs confidentielles de Safran) et avec un vieillissement influençant directement l'épaisseur de la couche d'oxyde SiO_2 .

Si l'essai de flexion 4 points semble être plus intéressant que la flexion 3 points de par un comportement plus stable de la propagation de la fissure [Vandellos, 2011], des études d'adhérence ont également été réalisées sur ce dernier [Nie et al., 2010]. Le système est composé d'un substrat en acier inoxydable revêtu par une céramique MoB/CoCr et aucune pré-fissure n'a été introduite avant l'expérience. Bien que l'épaisseur de $200\ \mu\text{m}$ du revêtement soit relativement faible par rapport à celle du substrat de $3\ \text{mm}$, la fissure amorcée dans le revêtement, sur la face sollicitée en traction par le chargement de flexion, se propage jusqu'à l'interface dans un premier temps puis, après avoir bifurqué à l'interface, se propage de manière stable le long de l'interface au vu de la courbe force/déflexion (Figure 1.28). En effet, aucune chute brutale de la force n'est observée, chute qui traduirait une propagation instable de la fissure à l'échelle macroscopique.

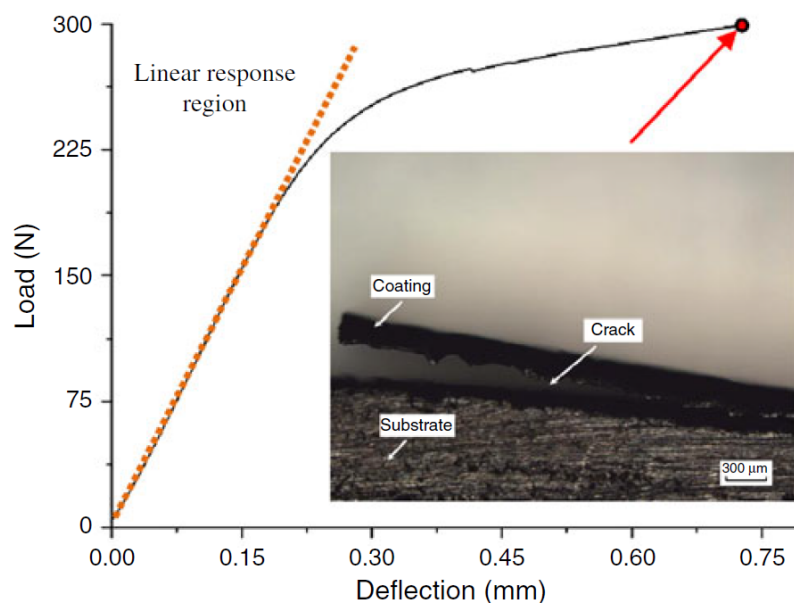


FIGURE 1.28 – Courbe force/déflexion d'un essai de flexion 3 points sur un acier revêtu d'une céramique [Nie et al., 2010]

Les auteurs ont calculé le taux de restitution d'énergie à partir de l'énergie consom-

mée pour propager la fissure à l'aide d'un bilan énergétique en considérant un comportement élasto-plastique.

$$G = -\frac{\Delta W_{el} + \Delta W_{ep}}{\Delta S} \quad (1.27)$$

avec W_{el} l'énergie élastique, W_{ep} l'énergie dissipée par déformation plastique, ΔS l'accroissement de surface fissurée.

La mixité de mode en 2D a été déterminée à partir des contraintes au voisinage de la fissure

$$\alpha = \arctan\left(\frac{\sigma_{12}}{\sigma_{22}}\right) \quad (1.28)$$

L'énergie a été calculée à l'aide d'un modèle numérique par éléments finis et l'accroissement de surface fissurée a été suivi au cours de l'essai par microscope optique. Les valeurs de taux de restitution d'énergie critique qui ont été rapportées avec cette méthode sont comprises entre 77 J m^{-2} et 87 J m^{-2} pour une valeur moyenne de mixité de mode de 36.8° .

Un essai plus original mais similaire à une flexion 3 points a été développé par [Eberl et al. \[2011\]](#). L'idée a été de réaliser un essai d'adhérence sur un système alliage/TBC avec une forme circulaire pour se rapprocher des géométries réelles des pièces présentes dans les moteurs (les aubes de turbine par exemple). Pour cela, le revêtement a été déposé par EB-PVD sur un cylindre de superalliage base nickel. La préparation des éprouvettes a consisté à enlever une section du substrat par usinage par microdécharge pour laisser un faisceau bicouche intact le long d'un arc de la surface (Figure 1.29). Le segment de faisceau est constitué du revêtement à l'extérieur et de la couche d'accroche à l'intérieur. L'échantillon a été placé dans un système d'essai de microtraction avec les charges appliquées de manière ponctuelle.

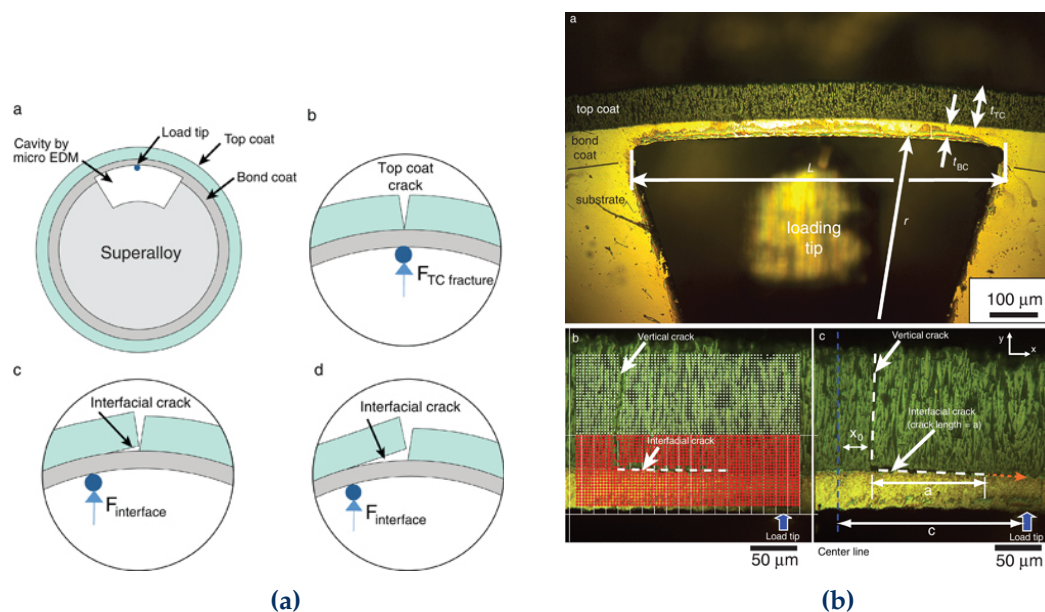


FIGURE 1.29 – Schéma et illustration de l'essai de flexion 3 points [[Eberl et al., 2011](#)]

L'essai se déroule en deux étapes. Dans un premier temps, une charge ponctuelle est appliquée pour induire une fissure verticale traversant la couche de protection en

céramique jusqu'à l'interface (Figure 1.29). Un chargement ponctuel engendre une contrainte de traction maximale à la surface de la TBC ce qui permet de localiser la fissure transverse. La position de chargement a été choisie au centre de la poutre pour toutes les expériences de pré-fissuration. Ensuite, une charge asymétrique à point unique a été utilisée pour propager la fissure de manière stable le long de l'interface (Figure 1.29). L'application du chargement a été positionnée au-delà de la pointe de fissure d'interface, à l'écart de la fissure transverse de la TBC. Cette configuration a forcé la fissure d'interface à se propager dans la direction du point d'application du chargement. Les charges auxquelles cela se produit ont fourni une mesure de la ténacité car la fissure ne s'étend que si la charge dépasse une valeur critique. Le taux de restitution d'énergie est calculé par analyse EF avec la méthode de l'intégrale J . Le chargement imposé au calcul EF doit être relié à la longueur de fissure pour *in-fine* calculer G . Pour mesurer la longueur de fissure, l'essai a été instrumenté par une caméra permettant de mesurer les déplacements par Corrélation d'Images Numériques (CIN). Le principe de cette méthode sera décrit plus en détail dans la partie 3.1. Les données issues de la CIN peuvent être utilisées pour réaliser un extensomètre virtuel, en suivant le déplacement relatif entre deux points au cours de l'essai. La CIN permet également de réaliser des jauges virtuelles qui donnent accès à la déformation moyenne en toutes zones de l'éprouvette. Elle peut également être utilisée pour la détection et le suivi des fissures en surface de l'échantillon. Plusieurs méthodes ont été proposées dans la littérature, pouvant reposer sur la détection de discontinuité des champs [Catalanotti *et al.*, 2010; Mathieu *et al.*, 2013; Affagard *et al.*, 2016; Feld-Payet *et al.*, 2020; Nicol *et al.*, 2023].

La CIN apporte des éléments de compréhension des mécanismes d'endommagement qui ne sont pas visibles en considérant uniquement les données machines. Elle a également été utilisée pour la mise en place de dialogues essai/calcul en combinant les simulations EF et les essais [Eberl *et al.*, 2011; Zhu *et al.*, 2015] afin d'extraire des quantités d'intérêt telles que l'énergie d'adhérence.

Les essais présentés précédemment que ce soit pour caractériser les phases d'amorçage ou de propagation sont réalisés à température ambiante. Dans la partie suivante, nous allons nous intéresser aux problématiques liées à la haute température pour la caractérisation de l'adhérence des systèmes revêtus.

1.4.3 Essais d'adhérence à haute température

Dans la littérature, peu d'essais sur des systèmes revêtus ont été réalisés à haute température. Pourtant, cette caractérisation à haute température semble nécessaire, car proche des conditions d'utilisation des pièces de turbines (jusqu'à 1300 °C environ).

Des études ont été menées sur des couplages dits « faibles » entre les effets de la température et la fissuration de l'interface, c'est-à-dire que des essais d'adhérence sont réalisés à température ambiante sur des éprouvettes qui sont vieillies à des températures et des temps différents. Les résultats des essais ont ensuite été comparés entre eux afin de mettre en évidence un effet de l'histoire thermique sur les propriétés d'interface [Fernandez, 2020]. Cependant, la fissuration de l'interface ne se produit pas dans des conditions de température élevée. Contrairement au couplage « faible », le couplage « fort » prend en compte l'impact des changements de propriétés des constituants du système sur l'adhérence de l'interface. Cette approche nécessite la mise en

place d'essais d'adhérence à haute température.

Parmi les essais d'adhérence réalisés à chaud, on retrouve des essais de flexion 4 points [Beghini *et al.*, 2001] sur des alliages de cobalt revêtus. Les éprouvettes utilisées pour cette étude ont la particularité d'être revêtues sur les deux faces de manière symétrique. A température ambiante, les déformations sont mesurées avec une jauge de déformation. A plus haute température, la jauge de déformation n'est plus fonctionnelle. Les déformations ont donc été enregistrées à l'aide d'un transducteur à déplacement variable linéaire situé à l'extérieur du four et relié à l'éprouvette par un barreau de quartz résistant à la chaleur. Cette expérience a permis de quantifier les modules d'Young de la couche d'accroche et de la couche protectrice en fonction de la température jusqu'à 900 °C.

Nair *et al.* [2006] ont présenté un essai de compression, avec un système anti-flambement afin de provoquer l'amorçage de la décohésion de la barrière environnementale (constituée de trois couches Si/BSAS-mullite/BSAS). Cette décohésion a été détectée par la mesure des déformations par extensométrie de contact (Figure 1.30). Ce moyen, utilisé à température ambiante et à haute température dans un four, a permis aux auteurs de caractériser la résistance interfaciale et la ténacité de l'interface entre 25 °C et 1060 °C. Entre 800 °C et 1060 °C, une chute très importante des propriétés a été observée. Les auteurs ont émis l'hypothèse d'un couplage avec l'oxydation du silicium mais aucune preuve n'est présentée dans la publication.

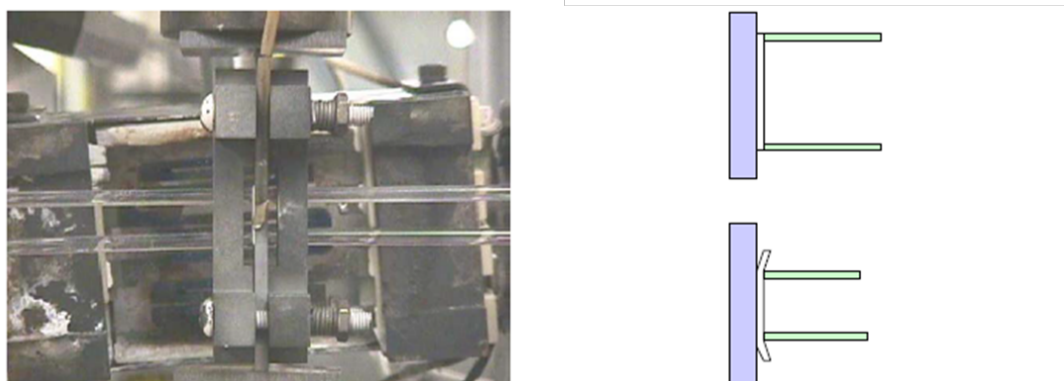


FIGURE 1.30 – Essai de compression réalisé à haute température [Nair *et al.*, 2006]

Des essais de flexion 3 points ont été menés sur un système métal/TBC jusqu'à 800 °C en conditions isothermes dans un four [Zhu *et al.*, 2020]. Ces conditions de haute température n'ont pas permis l'utilisation d'une contre-plaque (pas de colle assez résistante) pour avoir une fissure localisée à l'interface, l'épaisseur de revêtement est alors beaucoup plus importante que ce qui a déjà été présenté à température ambiante [Théry, 2008; Vaunois, 2013; Fernandez, 2020]. L'épaisseur du substrat est de 2 mm et celle du revêtement de 1 mm. Cette géométrie différente a permis de compenser l'apport d'énergie élastique de la contre-plaque par le revêtement lui-même. Cette épaisseur supplémentaire rapproche l'interface de la ligne neutre de l'essai de flexion ce qui a pour effet (i) d'éviter un endommagement prématuré du substrat soumis à des contraintes de traction moins importantes et (ii) de maximiser les contraintes de cisaillement proches de l'interface afin de faire propager la fissure dans cette zone. C'est ce qui a été observé sur les essais aussi bien à température ambiante qu'à haute

température. Une fissure a été amorcée dans le revêtement en traction (à partir d'une entaille située au centre de l'éprouvette de 0.5 mm de profondeur) puis a bifurqué au niveau de l'interface et s'est propagée de manière stable. Les résultats de cette analyse ont montré une augmentation de la ténacité d'interface avec l'accroissement de la température d'essai. Lors de ces essais, une caméra a permis de suivre la propagation de la fissure grâce à la mesure de champs de déplacements par CIN sans quoi le calcul d'une ténacité d'interface est impossible. Cette instrumentation est illustrée sur la Figure 1.31.

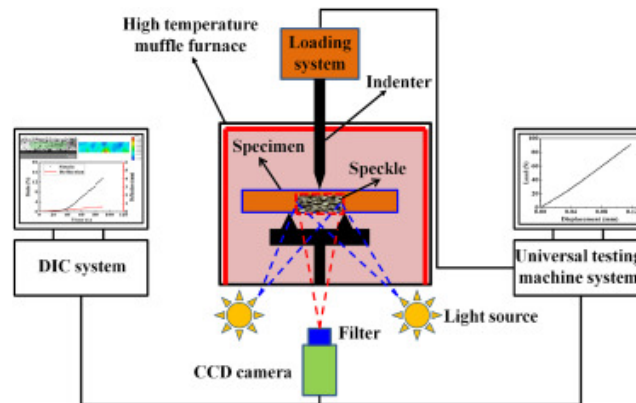


FIGURE 1.31 – Instrumentation d'un essai de flexion avec une caméra pour réaliser la CIN à haute température [Zhu *et al.*, 2020]

1.5 Bilan

Dans ce chapitre, les principaux constituants du système revêtu sont présentés ainsi que les mécanismes d'endommagement qui leur sont associés. Il apparaît que les interfaces sont des lieux où les endommagements peuvent s'avérer néfastes pour la durée de vie des pièces en CMC revêtus pour les applications dans des moteurs aéronautiques. En effet, en cas d'écaillage du revêtement dû à une perte d'adhérence entre ce dernier et le substrat, le CMC se trouve exposé à l'environnement moteur ce qui réduit considérablement sa durée de vie. Les propriétés d'adhérence à l'interface sont donc importantes à caractériser. A ce sujet, les principaux concepts de MELR et de l'adhérence des interfaces sont rappelés en mettant l'accent sur les quantités d'intérêt : le taux de restitution d'énergie critique G_C et le critère d'amorçage. Ces quantités sont déterminées grâce à des essais d'adhérence. De nombreux essais ont été réalisés dans la littérature, ils peuvent être séparés en deux catégories en fonction de leurs objectifs respectifs. Certains essais ont pour but d'amorcer une fissure à l'interface du système sain afin d'extraire un critère d'amorçage en contrainte ou en déformation. D'autres ont pour objectif de faire propager une fissure déjà présente à l'interface du système de manière stable afin d'extraire une valeur de ténacité.

Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes concentrés dans un premier temps sur l'étude de la phase de propagation des fissures interfaciales. Parmi les essais présents dans la littérature, ceux réalisés sur les systèmes alliages métalliques/TBC sont intéressants dans le cadre de cette étude, car ils sont réalisés sur des systèmes similaires aux CMC revêtus, à savoir des systèmes raides. En particulier, les essais de flexion sont la piste privilégiée car des moyens sont disponibles à l'ONERA pour réaliser ces essais

aussi bien à température ambiante qu'à haute température. Cependant, par rapport aux essais de flexion décrits dans la littérature, l'utilisation d'une contre-plaque collée au revêtement pendant l'essai le rend non réalisable à haute température. Ainsi, il a été décidé de réaliser un essai de flexion 4 points sans contre-plaque afin de pouvoir le mener à haute température. La flexion 4 points est privilégiée par rapport à la flexion 3 points en raison de la meilleure stabilité durant la propagation. Cet essai et sa mise en place à température ambiante et à haute température sont décrits dans le chapitre suivant. Avec pour objectif a ensuite été d'évaluer la pertinence de cet essai pour faire propager une fissure stable à l'interface du système CMC/EBC.

Chapitre 2

Intérêt de l'essai de flexion 4 points pour la caractérisation de la ténacité d'interface du système CMC/EBC

Comme présenté dans le chapitre 1, peu d'essais permettent de caractériser la ténacité d'une interface, de la température ambiante jusqu'à 1000 °C, dans un système CMC/EBC. Parmi ces derniers, on retrouve l'essai de flexion 4 points.

Dans ce chapitre, l'objectif est d'évaluer le potentiel des essais de flexion 4 points sans contre-plaque et sans préfissure pour mesurer une ténacité d'interface au regard des matériaux de cette étude. Les essais de flexion, mis en place dans un premier temps à température ambiante, sont présentés. Les scénarios d'endommagement observés sont décrits d'un point de vue macroscopique en s'appuyant sur l'évolution de la force et de la flèche au cours des essais. Cette analyse est ensuite complétée par des observations plus fines avec, notamment, l'observation des fronts de fissure et des faciès de rupture avec des techniques d'imagerie par microscopie optique, Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et des techniques de Contrôle Non Destructif (CND). Ces observations permettent de valider la pertinence de l'essai de flexion 4 points pour faire propager une fissure stable à l'interface d'un système CMC/EBC en améliorant la compréhension de l'endommagement de l'interface.

Le protocole d'essai à température ambiante est ensuite adapté pour être réalisé à 1000 °C. Pour cela, des essais de flexion 4 points sont réalisés dans un four. Les données expérimentales permettent une comparaison entre les scénarios d'endommagement obtenus à température ambiante avec ceux obtenus à 1000 °C. Plusieurs challenges sont soulevés concernant la caractérisation de la ténacité de l'interface du système CMC/EBC. Enfin, une tentative d'amélioration du protocole d'essai de flexion 4 points est proposée avec pour objectif d'accroître la répétabilité des essais.

Sommaire

2.1	Matériaux de l'étude	46
2.2	Essais de flexion 4 points à température ambiante	47
2.2.1	Montage et instrumentation	47
2.2.2	Résultats et scénario d'endommagement	49
2.3	Analyses post-mortem de la fissuration de l'interface sur les éprouvettes testées en flexion 4 points à température ambiante	52

2.3.1	Observation de la fissuration en surface	52
2.3.2	Observation des fronts de fissure	54
2.3.3	Observation des faciès de rupture	57
2.4	Essais de flexion 4 points à haute température	59
2.4.1	Principe et dispositif	59
2.4.2	Validation du montage à température ambiante	60
2.4.3	Résultats et scénario d'endommagement	63
2.5	Génération d'une préfissure à l'interface	66
2.6	Bilan	67

2.1 Matériaux de l'étude

Dans cette thèse, le système étudié est fabriqué par Safran Ceramics. Il s'agit d'un système multicouche illustré sur la Figure 1.4. Le substrat est un CMC 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). Le revêtement est déposé sur le substrat par projection thermique. Il est constitué d'une couche d'accroche en silicium (Si) à l'interface avec le CMC puis d'une couche de protection en disilicate d'yttrium ($Y_2Si_2O_7$), noté DSY par la suite. Lors de l'élaboration du revêtement, une couche de silice (SiO_2) appelée TGO pour « *Thermally Grown Oxide* » se forme entre la couche d'accroche et celle de protection en raison de l'oxydation de la première.

Les éprouvettes qui seront utilisées pour les essais de flexion présentés dans les parties suivantes, sont des barreaux de 10 mm de largeur avec une épaisseur de CMC de 2.8 mm et une épaisseur de DSY de 2.2 mm (Figure 2.1). Nous précisons, dans la suite du manuscrit, que les échelles ont été volontairement retirées sur certaines figures pour des raisons de confidentialité.

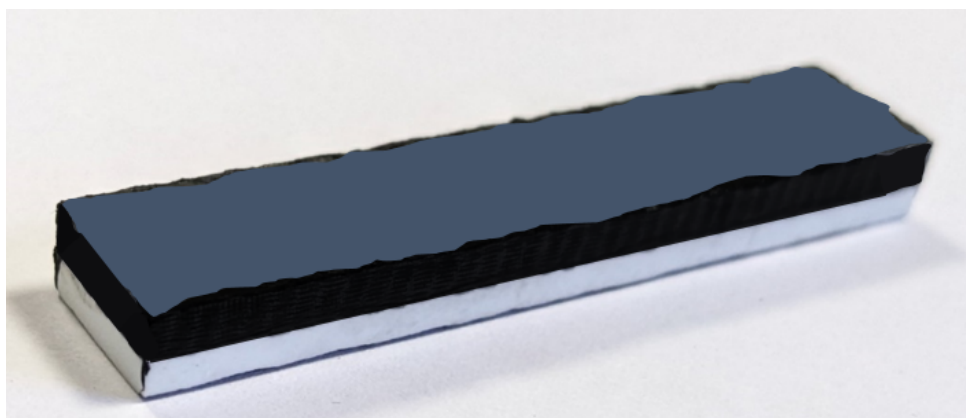


FIGURE 2.1 – Éprouvette barreau utilisée pour les essais de flexion 4 points

Les propriétés élastiques de ces deux constituants sont données dans le tableau 2.1.

Propriétés du CMC	à 20 °C
E_{11} E_{22}	292 GPa
E_{33}	139 GPa
G_{12}	105 GPa
G_{13} G_{23}	42 GPa
Coefficient de Poisson dans le plan ν_{12}	0.22
Coefficient de Poisson hors plan ν_{13} ν_{23}	0.21
Propriétés du DSY	à 20 °C
E	112 GPa
Coefficient de Poisson ν	0.22

TABLEAU 2.1 – Propriétés élastiques des constituants

Étant donné que les épaisseurs de la couche d'accroche et de la TGO sont très faibles par rapport à celles du CMC et de l'EBC, leur influence sur la réponse macroscopique du système sera négligée. Ces deux couches ne seront pas considérées dans les analyses des essais de flexion. Une illustration de l'épaisseur de TGO pour une éprouvette saine et une éprouvette vieillie est montrée Figure 2.2. Les éprouvettes ont été vieillies dans des conditions isothermes pendant 500 h, sans cyclage, avec 50 % d'H₂O à 1000 °C. Même pour les systèmes vieillies, l'épaisseur de TGO reste très faible, de l'ordre de grandeur du micromètre.

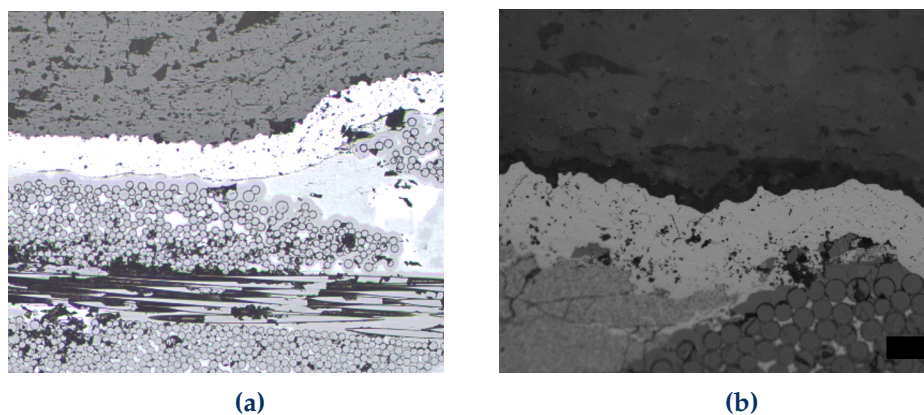


FIGURE 2.2 – Illustration de l'épaisseur de TGO sur (a) un échantillon non vieilli et (b) un échantillon vieilli 500 h à 1000 °C.

Même si les épaisseurs de TGO sont faibles sur les systèmes vieillies, des essais ont été réalisés sur ces éprouvettes afin de mettre en évidence l'impact du vieillissement sur la ténacité de l'interface CMC/EBC.

2.2 Essais de flexion 4 points à température ambiante

2.2.1 Montage et instrumentation

Les essais de flexion 4 points sont réalisés à température ambiante sur une machine hydraulique. Le chargement est piloté en déplacement de la traverse. Les dimensions du montage sont fixes, elles sont rappelées sur la Figure 2.3.

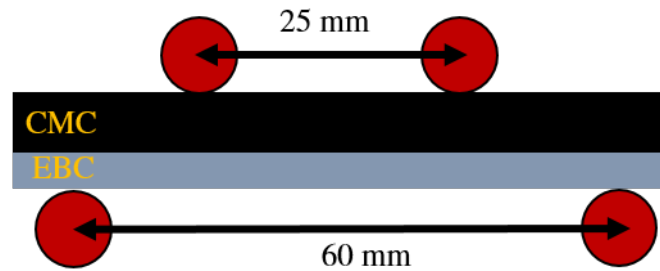


FIGURE 2.3 – Dimensions du montage de flexion 4 points à température ambiante

L'essai est instrumenté par deux caméras, positionnées avec un angle de 25° entre elles, qui observent une tranche de l'éprouvette pour déterminer, en post-traitement de l'essai, le champ de déplacement appliqué à l'éprouvette à l'aide d'une méthode de stéréocorrélation d'images. La prise d'images est effectuée à une fréquence de 1 Hz. Des mires escalier, visibles sur la Figure 2.4, sont positionnées sur l'éprouvette. Elles servent à faciliter la procédure d'étalonnage des caméras en stéréovision, cet aspect sera détaillé dans le chapitre 3. Un capteur « Linear Variable Differential Transformer » (LVDT) permet de mesurer le déplacement au centre de la face inférieure de l'éprouvette. La force appliquée au niveau des appuis de flexion est enregistrée par une cellule de force de 2 kN intégrée à la machine. Le montage et l'instrumentation sont illustrés sur la Figure 2.4.

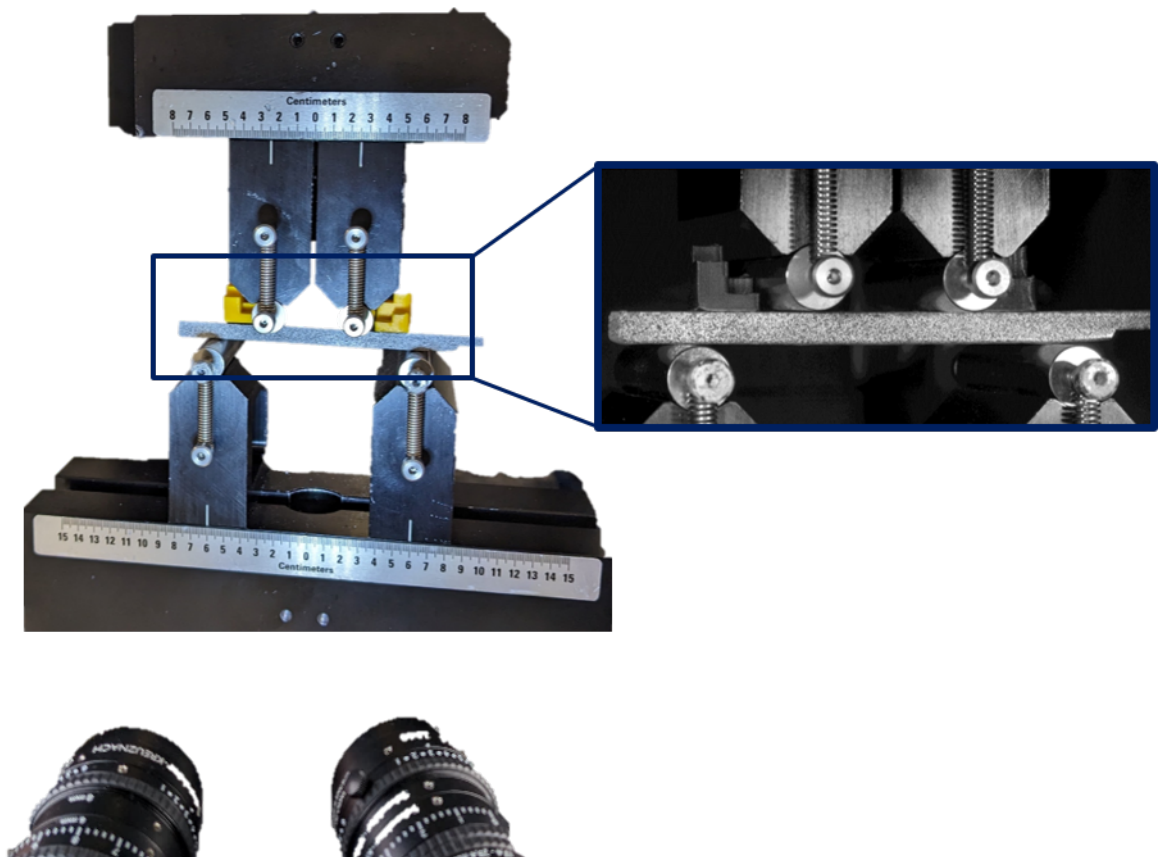


FIGURE 2.4 – Montage et instrumentation de l'essai de flexion 4 points à température ambiante avec mires escalier [Bertrand *et al.*, 2024].

Pour la préparation des éprouvettes, les barreaux bruts de CMC revêtus d'une EBC sur une face sont, dans un premier temps, découpés à une longueur de 90 mm avec une scie à disque. Les tranches des éprouvettes sont ensuite grossièrement polies (papier SiC P200) afin d'éliminer une surépaisseur de revêtement sur la tranche lors du procédé de dépôt. L'objectif est d'avoir une surface plane afin de faciliter la procédure d'étalonnage des caméras comme cela sera décrit plus en détail dans la partie 3.2. Un mouchetis est appliqué à la bombe de peinture noire et blanche afin de créer une texture aléatoire sur la face observée. Il est intéressant de noter que si la face observée est polie très finement, l'adhérence de la peinture sur l'éprouvette est défavorisée. Il faut donc veiller à conserver une certaine rugosité de surface pour favoriser l'adhésion mécanique d'où l'utilisation d'un grain grossier lors de la phase de polissage des tranches.

2.2.2 Résultats et scénario d'endommagement

Deux types d'essai sont réalisés :

- les deux premiers essais avec un chargement monotone à une vitesse constante de chargement de 0.25 mm min^{-1} .
- Les essais suivants sur des éprouvettes préalablement vieilles avec des cycles de charge/décharge. Le chargement est appliqué en augmentant de 100 N la charge maximale à chaque cycle. La montée en charge est effectuée à 0.25 mm min^{-1} au début jusqu'à atteindre une différence de 125 N avec le chargement maximal. La vitesse de montée est alors abaissée à 0.1 mm min^{-1} afin de favoriser la détection de l'amorçage et de la propagation des fissures au cours des différents cycles et d'acquies plus d'images dans ces instants. La décharge est effectuée à 0.25 mm min^{-1} jusqu'à 100 N afin de ne pas décharger complètement l'éprouvette et de maintenir le contact avec les appuis de flexion.

Les courbes force/image et force/déplacement LVDT de deux essais de flexion 4 points réalisés à température ambiante sont présentées sur la Figure 2.5.

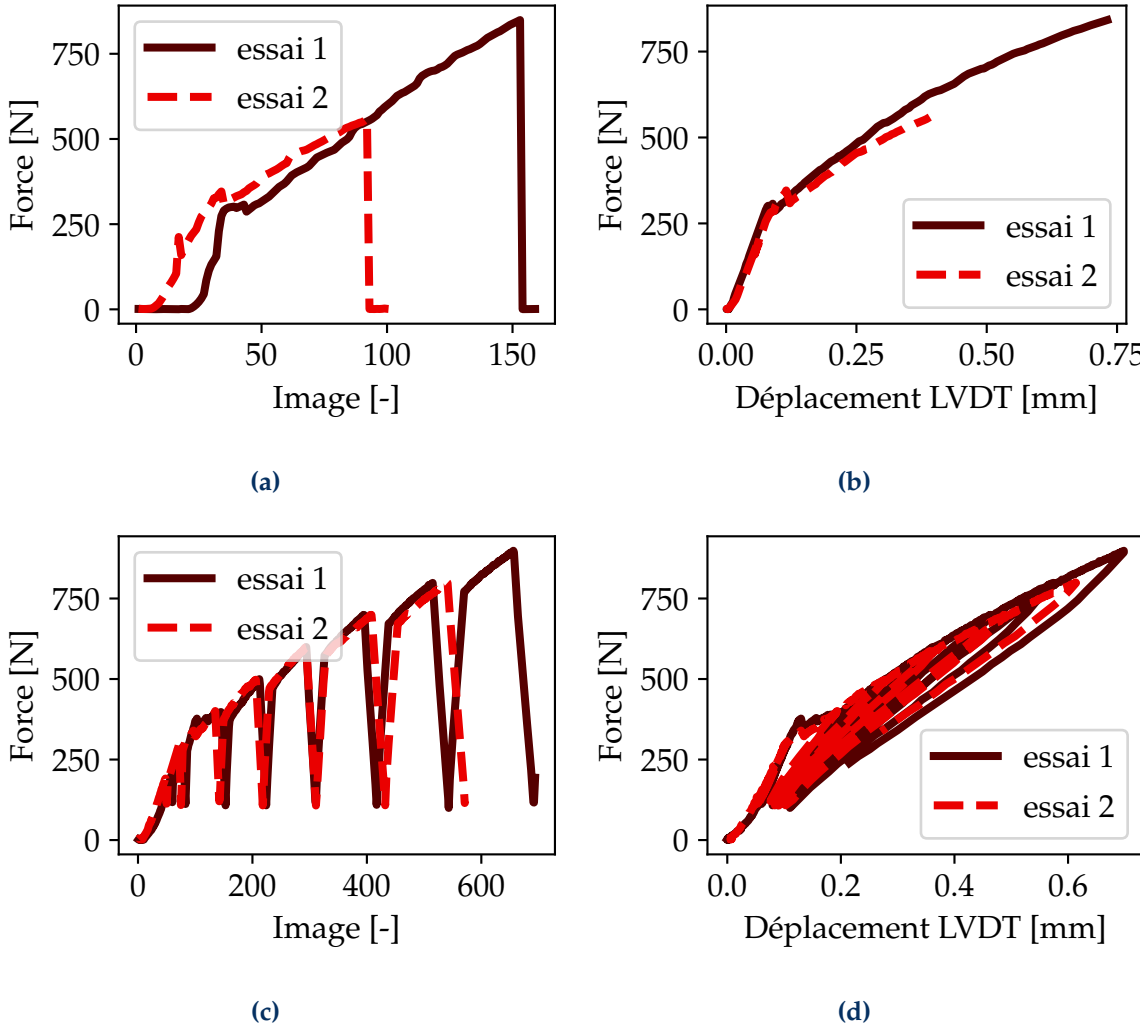


FIGURE 2.5 – Courbes force/image pour (a) les essais monotones et (c) les essais cycliques. Courbes force/déplacement LVDT pour (b) les essais monotones et (d) les essais cycliques

Des images de l'éprouvette en début d'essai (image 0) et en fin d'essai (image 150) sont montrées en Figure 2.6 pour l'essai 1.

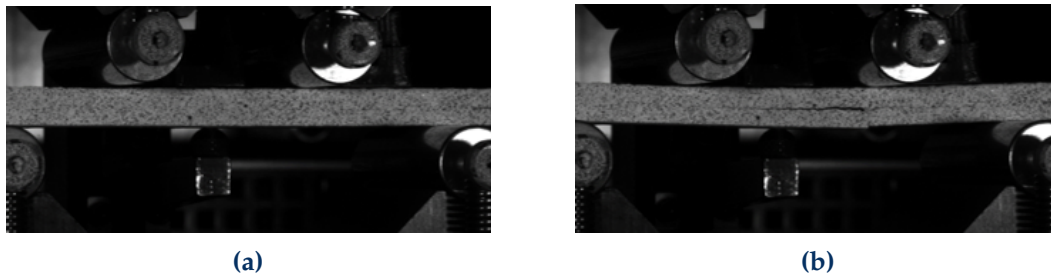


FIGURE 2.6 – Images acquises par une des caméras (a) en début d'essai et (b) en fin d'essai

A partir des images (Figure 2.6) et des courbes force/image (Figure 2.5) des essais monotones, nous pouvons distinguer quatre phases lors du déroulement des essais. Au cours de la première étape, après une réponse non linéaire due à la mise en contact des rouleaux sur la surface de l'échantillon, une réponse élastique linéaire est observée. Au cours de la deuxième phase, un plateau de force apparaît. Cette non linéarité correspond à l'amorçage d'une fissure à la surface de l'EBC et à sa propagation dans l'épaisseur du revêtement. Cette propagation est instable. Une fois l'interface atteinte, la fissure bifurque et deux fissures sont créées à l'interface. Au cours de la troisième étape, les deux fissures propagent le long de l'interface jusqu'à la rupture du substrat CMC (quatrième étape). L'étape qui nous intéresse pour caractériser la ténacité de l'interface est la troisième. La question se pose donc sur la stabilité de la propagation des fissures à l'interface durant cette étape. C'est un problème qui a déjà été soulevé sur les essais de flexion 4 points sur CMC/EBC avec une épaisseur d'EBC fine et une contre-plaque collée [Fernandez, 2020]. Si la fissure est instable, la ténacité mesurée est une ténacité apparente. Au premier abord, la propagation de fissure à l'interface semble stable. Il n'y a pas de chute brutale de la force durant la phase 3 sur les courbes de la Figure 2.5 qui traduirait une instabilité. Pour être sûr que les fissures à l'interface se propagent de manière stable, des essais cycliques ont été réalisés. L'intérêt de tels essais est de pouvoir évaluer si la fissure continue de se propager lors d'une phase de décharge d'un cycle. Durant la décharge, l'énergie du système décroît. Comme indiqué par Griffith [1921], la propagation ou l'arrêt de la fissure permet de conclure sur sa stabilité. Cette analyse peut s'établir au travers de l'étude de la variation du taux de restitution d'énergie en fonction de la surface créée $\frac{\partial G}{\partial S}$ comme expliqué dans le chapitre 1. L'analyse de la stabilité suppose que la longueur de fissure est déterminée et peut être suivie au cours de l'essai. Les méthodes utilisées pour suivre la longueur de fissure et caractériser sa stabilité seront discutées dans le chapitre 4.

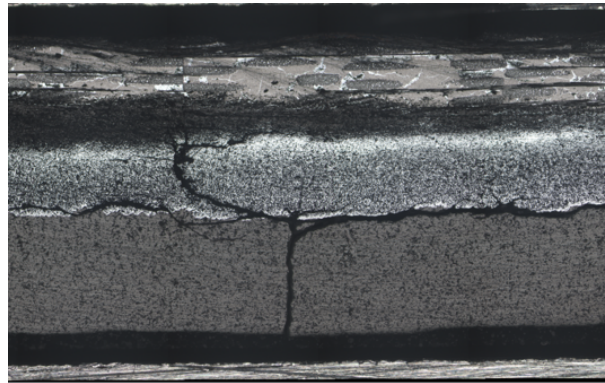
Ces premières données montrent que l'essai est répétable, un comportement similaire est en effet observé pour tous les essais. Les 4 phases décrites dans le paragraphe précédent sont observées pour tous les essais. Il apparaît que les niveaux de chargement à l'instant de l'amorçage des fissures transverses dans l'EBC sont proches d'un essai à l'autre (comprises entre 340 N et 390 N).

2.3 Analyses post-mortem de la fissuration de l'interface sur les éprouvettes testées en flexion 4 points à température ambiante

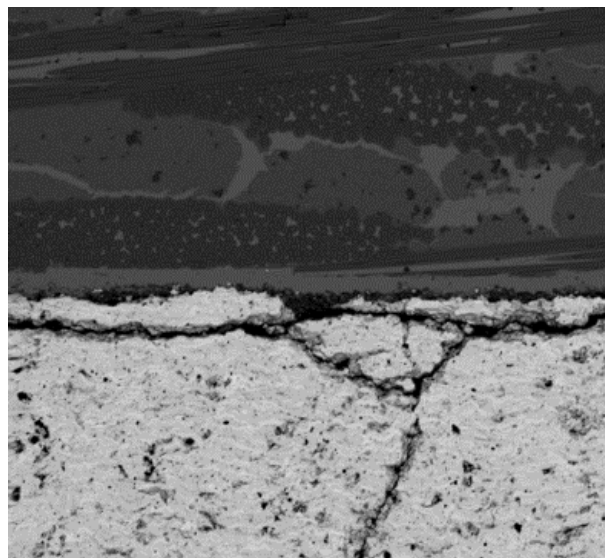
La caractérisation de la fissuration d'interface est menée en trois temps. Tout d'abord, la fissuration en surface est observée par de l'imagerie au microscope optique et au MEB sur les tranches des éprouvettes. Ensuite, le front de fissure est observé grâce à deux techniques de CND : par balayage ultrasonore et thermographie flash infrarouge. Enfin, les faciès de rupture à l'interface sont analysés par microscopie optique et MEB avec une analyse des éléments en présence par spectrométrie de fluorescence des rayons X. Cette caractérisation est une étape primordiale pour accroître la compréhension des phénomènes de fissuration de l'interface et valider l'essai de flexion 4 points destiné à faire propager une fissure à l'interface de notre système. Elle sera également utilisée dans les chapitres 4 et 5 afin de valider ou invalider certaines hypothèses (2 dimensions, extrusion dans la largeur, trajet de fissuration...) lors de la construction des modèles.

2.3.1 Observation de la fissuration en surface

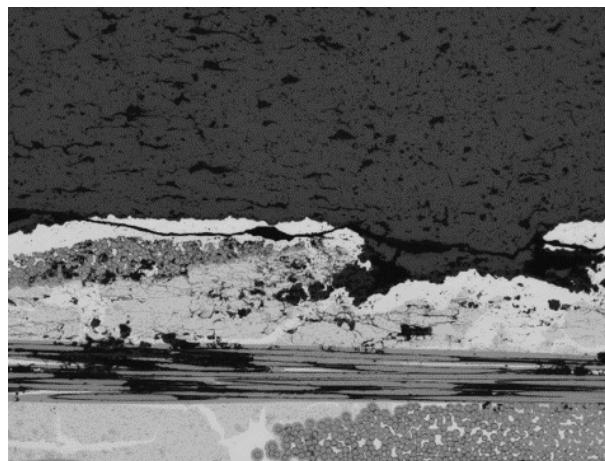
A la suite des essais, les tranches des éprouvettes sont polies à l'aide de papier abrasif SiC (grains P400) pour éliminer la peinture du mouchetis et les rugosités surfaciques afin de pouvoir observer les fissures en surface. Dans un premier temps, les éprouvettes sont observées au microscope optique. Ensuite, les tranches sont polies à l'aide de feutres lubrifiés avec une pâte diamantée de granulométrie décroissante allant de 15 μm jusqu'à 1 μm avec un nettoyage aux ultrasons à chaque changement de grain. Après l'ajout d'un dépôt de carbone nanométrique, les tranches des éprouvettes ont été observées au MEB. Ces observations permettent de confirmer la bifurcation de la fissure transverse à l'interface de manière systématique (Figure 2.7(a,b)). Les macrofissures se propagent ensuite le long de l'interface (Figure 2.7(c)). Au cours de la propagation, le chemin de la fissure en surface est tortueux. Elle passe successivement aux interfaces CMC/Si et Si/EBC avec également la présence de fissure cohésive à l'intérieur de la couche d'accroche. Pour des raisons de confidentialité, les échelles ont été supprimées des micrographies.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 2.7 – (a) Illustration de la bifurcation de la fissure au microscope optique. (b) Illustration de la bifurcation de la fissure proche de l'interface à l'aide d'un cliché au MEB en mode BSE. (c) Illustration du chemin de fissuration à l'interface observée en surface.

Il apparaît également que des fissures sont présentes dans le substrat CMC au droit de la fissure transverse comme illustré sur la Figure 2.7(a). Ces fissures conduisent à la rupture finale des éprouvettes. Il est supposé que cette fissuration du substrat apparaît lorsque la contrainte de traction dans le CMC dépasse le seuil d'endommagement de ce dernier. La fissure apparaît dans la zone où le substrat est le plus chargé, l'EBC et l'interface étant fissurées, toute la reprise de charge est assurée par le CMC. La question se pose sur la compétition qui peut se produire entre la propagation de la fissure à l'interface et l'endommagement en traction du CMC. La prise en compte de cet endommagement sera abordée dans le chapitre 4.

Les observations réalisées en surface des éprouvettes apportent des éléments de réponse sur le scénario d'endommagement durant l'essai de flexion 4 points sur éprouvettes CMC/EBC. Cependant, il est également important de comprendre ce qu'il se passe dans le volume. En effet, il faut savoir si les informations de surface données par les caméras et la stéréocorrélation au cours de l'essai sont suffisantes pour exploiter les essais. De plus, il faut vérifier la pertinence des hypothèses qui seront faites lors de l'exploitation des essais, comme par exemple celle de considérer une exploitation de l'essai par une analyse en 2D plutôt qu'en 3D. Pour cela, les fronts de fissure dans la largeur des éprouvettes sont observés dans la partie suivante.

2.3.2 Observation des fronts de fissure

Le **scan ultrasonore** (US) fait partie des nombreuses techniques de contrôles non destructifs qui permettent de déterminer la présence de défauts dans les matériaux ainsi que leur localisation. Il s'agit d'une technique particulièrement utilisée pour détecter la présence de délaminages ou de porosités, et notamment, sur des systèmes similaires à ceux étudiés durant cette thèse [Barnard *et al.*, 2004]. L'objectif de cette étude est de détecter le front de fissure d'un délaminage qui s'est propagé à l'interface CMC/EBC et de vérifier la forme de son front. Pour observer le délaminage à l'interface CMC/EBC, une éprouvette pour laquelle l'EBC n'est pas complètement écaillée est considérée. Elle présente deux fissures dans l'EBC qui ont propagé dans l'épaisseur du revêtement avant de bifurquer et de propager le long de l'interface.

Le principe du scan US repose sur les différences d'impédance acoustique entre deux milieux différents. L'impédance acoustique est exprimée par

$$Z = \rho \cdot c \quad (2.1)$$

ρ étant la masse volumique du matériau considéré et c la célérité ou vitesse de propagation de l'onde dans le milieu. Lorsqu'une onde incidente rencontre une interface entre deux milieux avec des impédances différentes, une partie de l'onde est réfléchie et une autre est transmise. C'est l'onde réfléchie qui permet de repérer les défauts. Dans notre cas, au niveau de l'interface, s'il y a une fissure, il y a présence d'une lame d'air qui a une impédance acoustique très différente du milieu solide alentour. La présence d'un signal réfléchi dans une zone, et pas dans une autre, est donc un moyen de détecter la présence de la fissure. En balayant toute l'éprouvette, il est possible de localiser théoriquement le front de fissure et, donc, d'en déterminer la forme dans la largeur. Le dispositif de contrôle du scan US est schématisé sur la Figure 2.8.

L'éprouvette est immergée dans une cuve d'eau, un système émetteur/palpeur est utilisé pour émettre et réceptionner les ondes. Le signal émis est une onde directrice

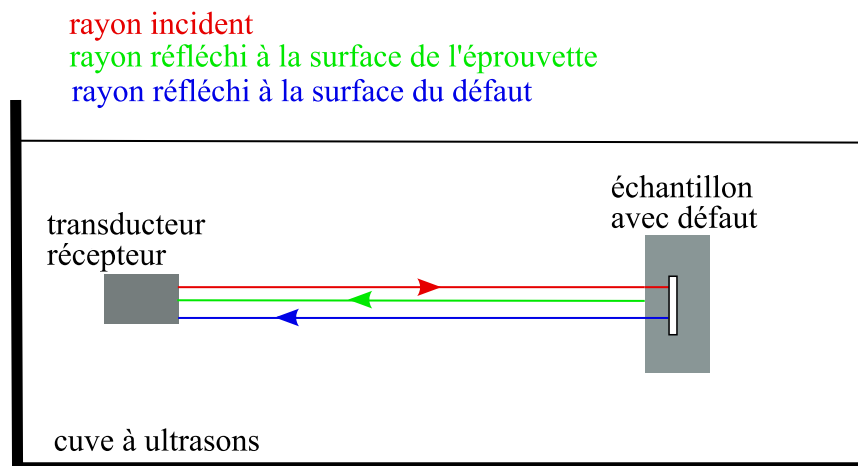


FIGURE 2.8 – Schématisation du dispositif de contrôle par C scan

de fréquence 15 MHz. Un facteur important à prendre en compte est l'atténuation. En effet, si l'onde réfléchi par la fissure est trop atténuée, il devient impossible de distinguer la présence d'une lame d'air du bruit de mesure. L'atténuation des ultrasons dépend de plusieurs facteurs tels que la fréquence des ondes ultrasonores, la distance parcourue, la densité du milieu traversé, la viscosité et l'absorption du milieu. En général, plus la fréquence des ultrasons est élevée, plus l'atténuation sera importante mais plus la résolution spatiale élevée [Blitz et Simpson, 1995].

Sur la Figure 2.9(a), une cartographie de l'intensité normalisée du signal capté est représentée sur toute la zone balayée.

Les fronts de fissure sont visibles sur les deux images au niveau des zones présentant un fort gradient. Cependant, l'atténuation est importante ce qui empêche de distinguer clairement la position du front de fissure. Malgré cela, la forme générale des fronts laisse penser que la fissure se propage sur une même longueur dans toute la largeur de l'éprouvette en ce qui concerne la fissure interfaciale qui se propage vers le haut. En ce qui concerne la fissure qui se propage vers le bas sur la Figure 2.9(a), la forme du front de fissure n'est pas droite dans la largeur. Cependant, la propagation de cette fissure est très rapidement stoppée durant l'essai. Elle ne va donc pas influencer la réponse du système durant la phase de propagation de la fissure vers le haut sur la Figure 2.9(a). A noter qu'une longueur égale des fissures est observée en surface sur les deux côtés des éprouvettes lors de l'observation des tranches. Cela vient étayer le fait que la fissure se propage de manière rectiligne dans la largeur.

Ces observations par scan US sont confirmées par une autre technique de CND, la **thermographie flash infra-rouge** (IR). Cette technique s'appuie, comme pour le scan US, sur la présence d'une lame d'air au niveau de la zone fissurée. Dans son principe, cette méthode impulsionnelle consiste à soumettre la face avant d'un échantillon plan à une impulsion de flux de chaleur de courte durée et à observer l'évolution temporelle de la température (appelée thermogramme) sur la face arrière (thermographie en transmission) ou sur la même face que la face chauffée (thermographie en réflexion) [Hay et al., 2004]. Elle est classiquement utilisée pour mesurer la diffusivité thermique des matériaux mais également employée comme technique de CND. Dans le cas où l'excitation est géométriquement uniforme et l'échantillon étudié de faible épaisseur, le

transfert peut être considéré unidirectionnel. L'étude de la réponse par une caméra thermique permet de mettre en évidence la présence de défauts tels que des fissures en fonction de leur résistance thermique et de leur profondeur. Cette méthode a été utilisée par exemple pour caractériser la taille et la profondeur de délaminages dans l'épaisseur de CMC SiC/SiC [Sun, 2007]. La thermographie IR sur éprouvettes fissurées à l'interface a été réalisée avec une lampe flash placée du côté de l'EBC et une caméra thermique positionnée face au CMC. Un exemple de cartographie obtenue est illustrée Figure 2.9(b).

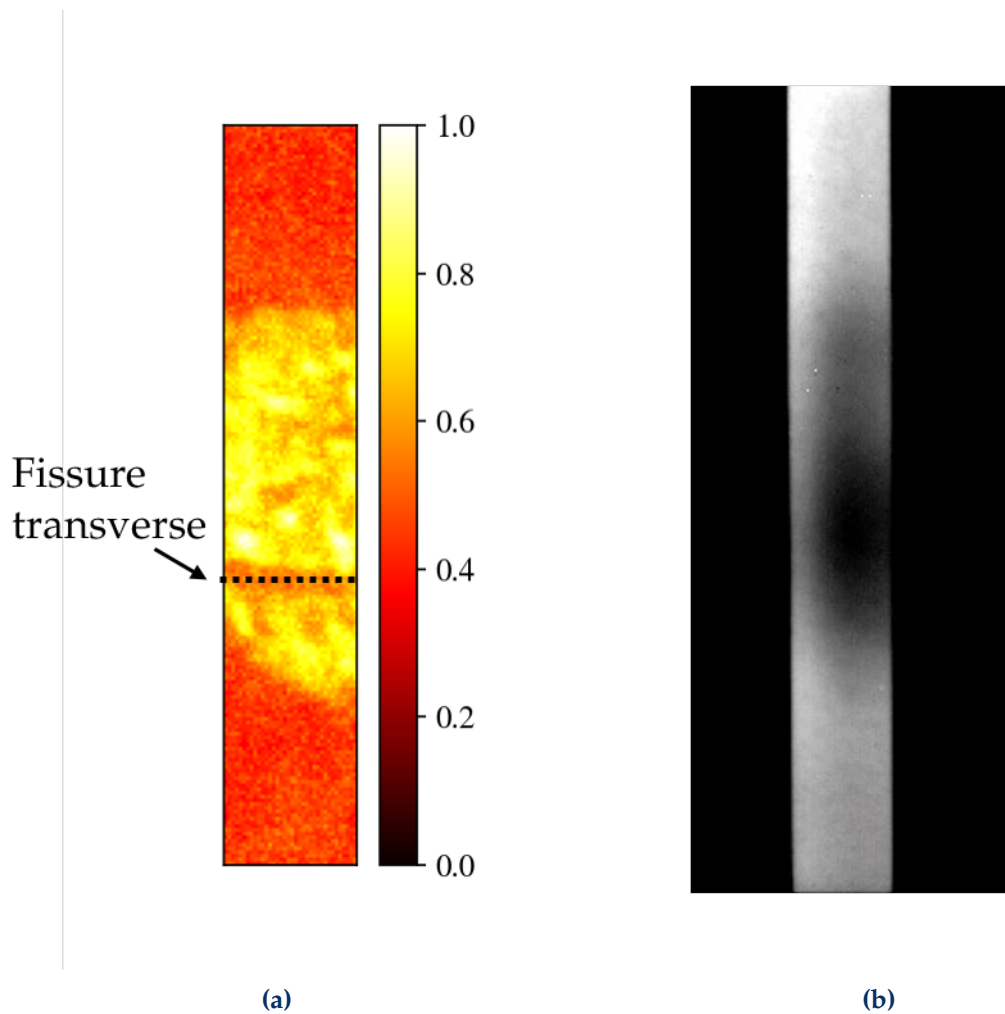


FIGURE 2.9 – (a) Intensité normée du signal capté par le palpeur du scan US sur toute la surface de l'éprouvette et localisation des fissures. (b) Thermogramme obtenu avec la thermographie IR sur une éprouvette bilame en CMC revêtue.

Les zones présentant un fort gradient marquent la position des fronts de fissure. Comme pour l'image de scan US, les fronts de fissure semblent être droits dans la largeur de l'éprouvette. La distinction de la position des fronts de fissure est plus facile avec la technique du scan US qu'avec la thermographie flash IR.

Ces observations sont qualitatives et n'ont pas pour objectif de déterminer une longueur de délaminage. La résolution des cartographies présentées (Figure 2.9) ne permet pas de déterminer précisément une longueur de fissure. Toutefois, l'hypothèse d'un front de fissure droit dans la largeur, sera utilisée par la suite, en particulier, pour simplifier l'analyse des essais dans les chapitres 4 et 5.

Nous allons maintenant chercher à observer la fissuration de l'interface à une échelle plus fine. En particulier, on souhaite localiser la position de la fissure interfaciale et identifier si elle se propage de façon adhésive à une interface de manière préférentielle ou de façon cohésive dans l'un des constituants ou encore de façon mixte. Les observations de surface (partie 2.3.1) ont montré que le chemin de fissuration à l'interface était plutôt tortueux. Afin d'avoir une information volumique, les faciès de rupture ont été observés.

2.3.3 Observation des faciès de rupture

2.3.3.1 Observations par microscopie optique et MEB

Les faciès de rupture sont observés sur des éprouvettes qui ont été complètement fissurées à l'interface, l'EBC écaillée révélant le substrat. L'objectif de cette partie est de localiser la position dans l'épaisseur de la fissure à l'interface. Il est en effet important de savoir si elle se situe à une interface préférentielle qui peut être entre le CMC et la couche d'accroche, ou entre la couche d'accroche et l'EBC ou si elle est de nature cohésive et se propage dans l'une des couches. Les faciès de rupture sont observés dans un premier temps au microscope optique Keyence puis au MEB en considérant les électrons rétrodiffusés (mode BSE). Cette technique permet de visualiser les contrastes chimiques entre les espèces présentes. Plus le contraste est clair, plus l'élément est léger c'est-à-dire que son numéro atomique est petit. Cette première analyse sur les images prises au microscope optique illustrées sur la Figure 2.10 semble montrer au moins 2 phases distinctes, ce qui signifie que la propagation de la fissure est mixte.

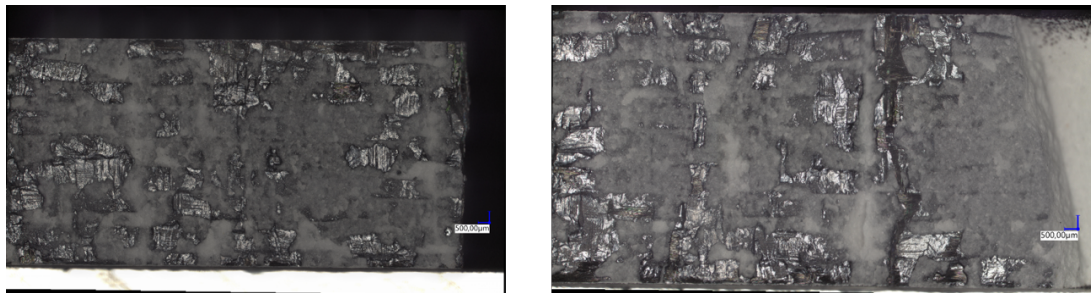


FIGURE 2.10 – Micrographie des faciès de rupture sur deux éprouvettes testées en flexion 4 points

Ces observations sont en accord avec les images de la tranche réalisées au MEB et présentées dans la partie 2.3.1 qui montrent que la fissure se propage de façon mixte. Pour pousser l'analyse plus loin, le faciès de rupture est observé au MEB par les électrons rétrodiffusés sur la Figure 2.11.

Sur cette image, les deux phases sont de nouveau mises en évidence. La phase la plus claire est constituée des éléments les plus lourds ce qui laisse penser qu'il s'agit du DSY et la phase plus sombre, plus légère, au silicium. L'imagerie BSE donne seulement des informations qualitatives sur les phases en présence. Pour confirmer les hypothèses avancées, une analyse quantitative est nécessaire, en utilisant la technique de spectrométrie de fluorescence des rayons X.



FIGURE 2.11 – Image MEB du faciès de rupture d'une éprouvette en mode BSE

2.3.3.2 Analyse par spectrométrie de fluorescence des rayons X

Afin d'identifier plus précisément la localisation de la fissure, une analyse par spectrométrie des rayons X en dispersion d'énergie (EDS) est réalisée dans le MEB. Cette analyse permet de repérer les éléments chimiques présents au niveau du faciès de rupture et repose sur l'émission de rayons X par un matériau sous l'effet d'un rayonnement électronique incident. Cette émission de rayons X est appelée fluorescence. La détection est effectuée dans une zone où l'on retrouve les 2 phases observées précédemment et les éléments analysés sont le carbone, l'oxygène, le silicium et l'yttrium. La cartographie des 4 espèces est présentée en Figure 2.12.

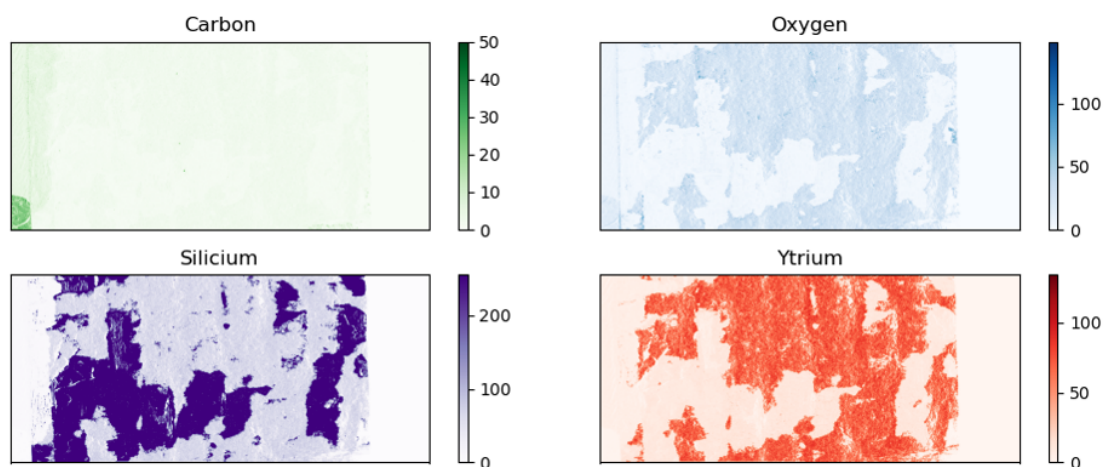


FIGURE 2.12 – Mise en évidence des différents éléments présents à l'interface fissurée par l'analyse EDS

Cette analyse met de nouveau en évidence la présence de deux phases distinctes que l'on peut identifier comme étant la couche d'accroche, qui est la partie riche en silicium, et l'EBC, qui est la partie riche en yttrium et en oxygène. L'absence de carbone laisse penser que la fissure ne s'est pas propagée à l'interface couche d'accroche/CMC. Cette analyse ne permet pas de statuer sur la localisation de la fissure à une interface préférentielle. Elle confirme les phénomènes de bifurcation observés en surface. En conclusion, le chemin de fissuration est tortueux dans toute la largeur de l'éprouvette. Il ne semble pas qu'un motif avec une périodicité liée au motif de tissage du CMC par exemple, ne se dessine au niveau des faciès de rupture. La propagation de la fissure est plutôt aléatoire et certainement due à la présence de micro-défauts comme de la porosité ainsi qu'à la rugosité des interfaces.

Au vu de ces résultats, l'essai de flexion 4 points semble être pertinent pour permettre l'évaluation de la ténacité d'interface du système CMC/EBC à température ambiante. Il présente plusieurs avantages :

- facile à mettre en oeuvre
- exploitable a priori à 1000°C du fait de l'absence de contre-plaque
- accessible pour y mettre de nombreuses instrumentations
- propagation de fissure stable à l'interface
- front de fissure a priori droit dans la largeur.

Il présente également certaines limitations :

- propagation non symétrique des fissures à l'interface
- pas de formule analytique simple pour l'exploitation
- propagation de fissure mixte entre le Si et le DSY.

Compte tenu de ces limitations, une méthode d'exploitation adaptée pour caractériser la ténacité de l'interface devra être mise en place. Il s'agit désormais de vérifier si cette pertinence est également valable à haute température.

2.4 Essais de flexion 4 points à haute température

2.4.1 Principe et dispositif

Les essais de flexion 4 points à haute température sont réalisés sur une machine hydraulique dans un four muni de deux hublots permettant d'observer l'éprouvette depuis l'extérieur. Le montage de flexion est en alumine ce qui lui permet d'être adapté à des conditions de températures élevées. Ce dispositif permet d'atteindre une température de 1000 °C. Au delà de 1100 °C, les fenêtres en quartz/saphir ne sont plus utilisées car elles ne sont pas dimensionnées pour résister à ces niveaux de température. Les dimensions caractéristiques du montage sont rappelées sur la Figure 2.13. Mise à part la longueur raccourcie à 50 mm, les dimensions des éprouvettes restent inchangées par rapport à l'essai à température ambiante.

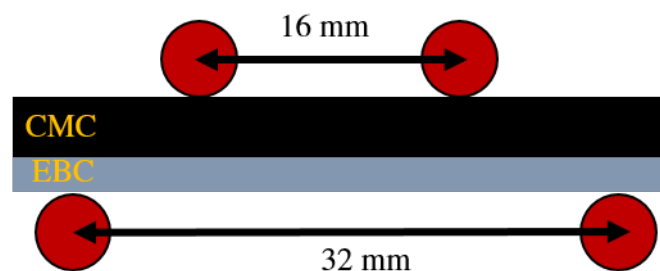


FIGURE 2.13 – Dimensions caractéristiques de l'essai de flexion 4 points dans la configuration haute température

Durant la chauffe, l'éprouvette est maintenue par une précharge de 18 N par un asservissement en effort. La chauffe est effectuée avec une rampe de 5 °C min⁻¹. Une fois la température cible de 1000 °C atteinte, l'éprouvette est maintenue durant 15 min à cette température pour homogénéiser la thermique avant de réaliser l'essai mécanique.

Un thermocouple placé dans l'enceinte du four proche de l'éprouvette permet de vérifier que la température cible est bien atteinte dans la zone de chauffe. La valeur donnée par le thermocouple est légèrement plus faible que la consigne (987 °C pour une consigne à 1000 °C). L'essai est piloté en déplacement à une vitesse de 0.1 mm min⁻¹. Comme lors des essais de flexion à température ambiante, des essais avec un chargement monotone et un chargement cyclique sont effectués. Les cycles de charge/décharge sont effectués de la même manière qu'à température ambiante, par palier de 100 N jusqu'à atteindre 800 N. Le dernier palier est un chargement monotone jusqu'à 1900 N, le montage d'alumine étant dimensionné pour ne pas dépasser un chargement supérieur à 2000 N. Deux caméras dans le domaine visible sont utilisées, une en face avant et une en face arrière du four afin d'observer les deux tranches de l'éprouvette et de déterminer les champs de déplacements par CIN. La fréquence d'acquisition est de 0.5 Hz durant la phase de chauffe et de 2 Hz durant la phase d'essai mécanique. Un filtre infrarouge est placé sur l'objectif des caméras afin de limiter le flux entrant dans l'objectif et des lumières bleues éclairent l'éprouvette à travers les fenêtres. Ce dispositif est illustré en Figure 2.14.

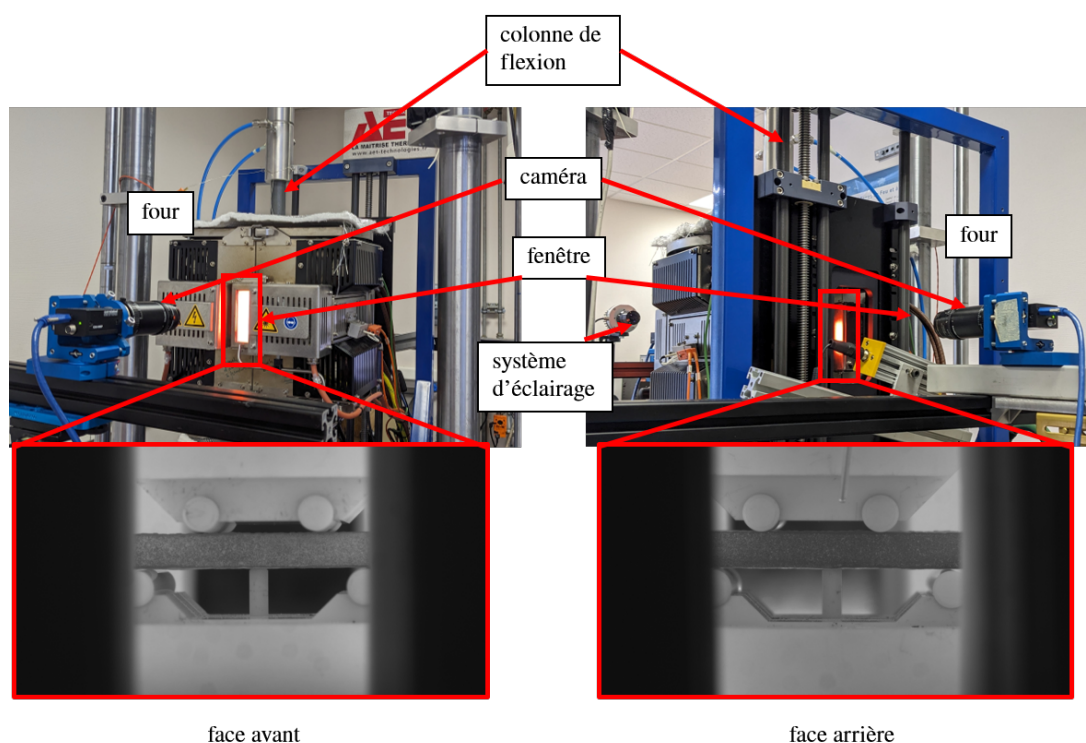


FIGURE 2.14 – Montage de l'essai de flexion 4 points à haute température

La force et le déplacement de la traverse sont enregistrés au cours de l'essai. Deux capteurs LVDT sont également présents. Le premier, situé sous un des rouleaux de flexion inférieur, permet de mesurer le déplacement vertical de l'appui. Le second, situé sous l'éprouvette, en son centre, donne une valeur ponctuelle du déplacement vertical.

2.4.2 Validation du montage à température ambiante

Étant donné que les dimensions du montage de flexion utilisé pour les essais à 1000 °C sont différentes de celles du montage utilisé à température ambiante, un es-

sai préliminaire sur le montage haute température est réalisé à température ambiante. L'objectif de cet essai préliminaire est de vérifier que le comportement des éprouvettes, c'est-à-dire la chronologie des mécanismes d'endommagement dans le système, est la même quelles que soient les distances entre les appuis de flexion, à savoir une fissure transverse dans l'EBC qui bifurque et se propage à l'interface. On souhaite également vérifier que l'on peut avoir une phase de propagation stable suffisamment importante pour mesurer la ténacité malgré une distance entre appuis intérieurs plus faible par rapport aux essais à température ambiante. La courbe force/déplacement obtenue pour cet essai est illustrée sur la Figure 2.15 (a). L'essai est interrompu lorsque la charge atteint 1000 N afin de ne pas rompre l'éprouvette et pouvoir observer les fissures créées avant rupture du système.

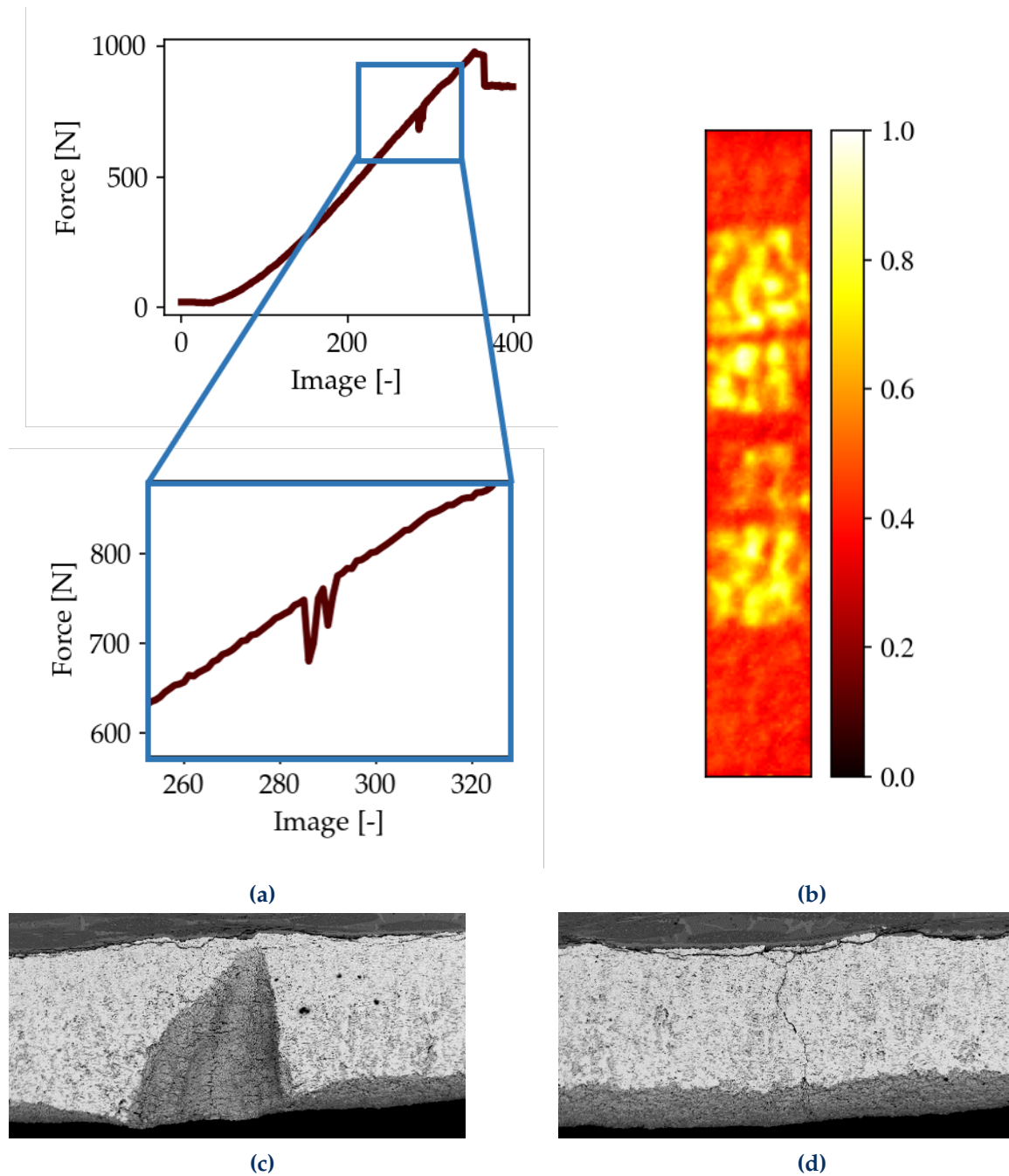


FIGURE 2.15 – (a) Courbes force/image de l'essai préliminaire réalisé à température ambiante avec le montage de la configuration haute température. (b) Observation des fronts de fissure avec le scan US. Illustration de la bifurcation à l'interface de (c) la première fissure transverse et (d) de la seconde.

Sur la Figure 2.15(a), on retrouve les 3 phases observées précédemment avec le montage à température ambiante avant la dernière phase de rupture de l'éprouvette. En effet, après la mise en place de contacts entre l'éprouvette et les appuis de flexion, et jusqu'à l'image 185 sur l'essai analysé, la réponse est linéaire, ensuite une chute de force apparaît suivie d'une deuxième. Ces événements sont similaires au moment d'apparition de la fissure transverse dans l'EBC sur le montage à température ambiante. Ensuite une reprise de charge est observée jusqu'à 1000 N avec une certaine non linéarité aux alentours de l'image 322.

En plus de la réponse force/image, une étude des fronts de fissuration a été menée par scan US (Figure 2.15(b)), ainsi qu'une observation de la tranche de l'éprouvette au MEB (Figure 2.15(c d)). Il ressort de ces observations que deux fissures transverses sont apparues dans l'EBC. L'état de contrainte homogène en surface libre de l'EBC sous une sollicitation de flexion pourrait induire un nombre plus important de fissures entre les appuis intérieurs. Néanmoins, du fait de la dissymétrie du montage et de celle des déplacements appliqués, ainsi que des variations d'épaisseurs de l'éprouvette ou encore de la présence de défauts de surface, on observe que l'amorçage d'une unique fissure est privilégiée. Une fois que cette fissure est présente dans le système, un phénomène de compétition énergétique apparaît entre la propagation de la fissure déjà présente et l'amorçage d'une nouvelle fissure dans l'EBC toujours sollicité en traction. Dans les deux cas, les fissures transverses bifurquent et se propagent à l'interface. Les fronts de fissure semblent être droits dans la largeur comme précédemment observé sur le montage en configuration température ambiante. De plus, les longueurs de fissure observées en analyse post-mortem par scan US ou au MEB sur les tranches des éprouvettes sont d'une dimension millimétrique, ce qui permet la mesure de la ténacité.

Une fois la validation du montage de flexion validé à température ambiante, les essais de flexion 4 points à chaud ont été menés avec la même géométrie d'éprouvette et dans les mêmes conditions que cet essai de faisabilité simplement avec le four fermé et une température de 1000 °C.

2.4.3 Résultats et scénario d'endommagement

Les courbes force/image et force/déplacement LVDT au centre de l'éprouvette pour deux essais monotones et deux essais cycliques réalisés à 1000 °C sont présentées en Figure 2.16

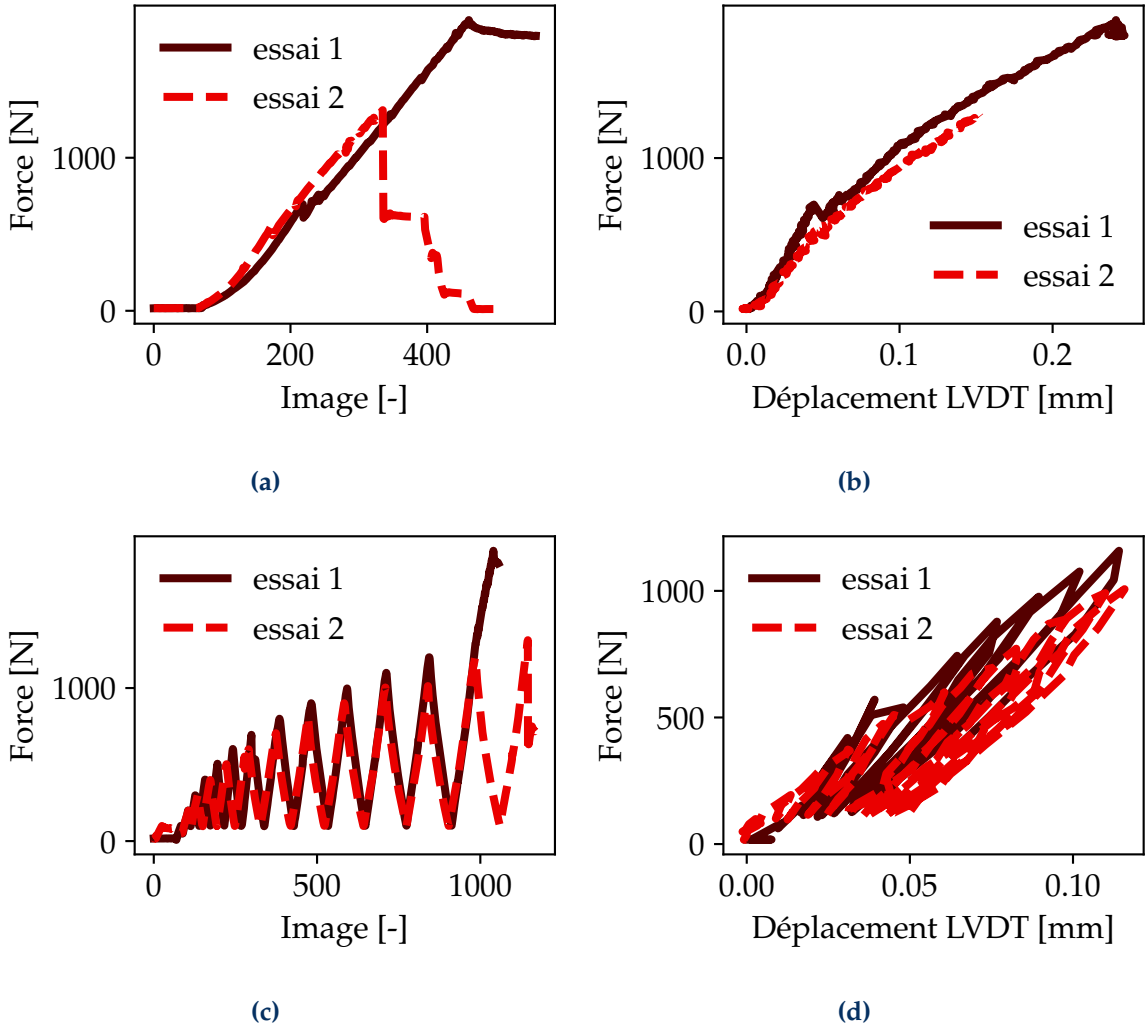


FIGURE 2.16 – Courbes force/image pour (a) les essais monotones et (c) les essais cycliques. Courbes force/déplacement LVDT pour (b) les essais monotones et (d) les essais cycliques

L'allure des courbes est similaire à celle obtenue à température ambiante (Figure 2.5). On retrouve une phase de mise en contact des appuis de flexion avec l'échantillon suivi d'une montée en charge linéaire. Ensuite, plusieurs chutes de force apparaissent sur les essais monotones et une seule chute de force sur les essais cycliques pour un niveau de force d'environ 700 N. Cette chute correspond, comme sur les essais à température ambiante, à l'amorçage d'une fissure instable en surface de l'EBC soumise à une contrainte de traction. Cette fissure se propage de manière brutale et instantanée dans toute l'épaisseur de l'EBC pour finalement bifurquer à l'interface et créer deux fissures. La reprise de charge marque le début de la phase de propagation stable des fissures le long de l'interface. Sur ces essais, l'éprouvette n'est pas complètement cassée *in fine*. En effet, la charge maximale de 1900 N n'est pas suffisante pour rompre le CMC et écailler l'EBC. Au vu des courbes (Figure 2.16), le scénario d'endommagement à 1000 °C est sensiblement le même qu'à température ambiante. Un des points soulevés par ces essais est la dispersion associée au nombre de fissures transverses amorcées dans l'EBC : une ou deux fissures sont présentes suivant les différents essais. Cette dispersion peut être liée à la géométrie de l'éprouvette (une variation de l'épaisseur de l'ordre de 100 µm est mesurée dans la longueur), à la planéité des surfaces en contact avec les appuis ou encore à la symétrie du montage. Les instants d'amorçage des deux fissures sont très proches (pour la même charge) comme en témoignent les chutes de force sur les courbes force/flèche. Les lieux d'amorçage sont systématiquement situés légèrement à l'intérieur des appuis supérieurs de flexion.

Les clichés des faciès de rupture sur deux éprouvettes testées à 1000 °C pris du côté du substrat sont montrés en Figure 2.17.

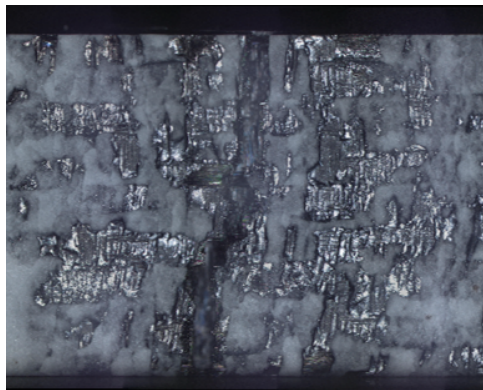


FIGURE 2.17 – Faciès de rupture observés au microscope optique sur une éprouvette écaillée à 1000 °C.

De même qu'à température ambiante, le trajet de fissure semble passer entre le silicium et l'EBC. On retrouve les deux phases présentes à température ambiante. Toutefois, la proportion de silicium visible sur les faciès de rupture est plus importante sur les essais à haute température que sur ceux réalisés à température ambiante. Dans les deux cas, nous pouvons affirmer qu'il n'existe pas de localisation préférentielle au sein du multicouche pour la propagation de la fissure interfaciale.

Afin de faciliter l'analyse des essais par la suite, il serait souhaitable d'avoir une seule fissure transverse dans l'EBC. Pour cela, une étude de pré-fissuration a été menée. La mise en place des essais et la discussion des résultats fait l'objet de la partie 2.5.

2.5 Génération d'une préfissure à l'interface

Comme nous l'avons vu au début de ce chapitre, les essais de flexion 4 points, que ce soit à température ambiante ou à chaud, conduisent à l'amorçage d'une ou deux fissures transverses dans l'EBC. Cette dispersion rend les essais peu répétables et peut compliquer l'analyse de la fissuration interfaciale par la suite. Une amélioration du protocole d'essai de flexion est donc proposée dans cette partie. Afin d'avoir une seule fissure transverse dans l'EBC, l'idée a été de préfissurer les éprouvettes à température ambiante avec un montage de flexion 3 points décentré, c'est-à-dire avec le rouleau supérieur n'étant pas à iso-distance des rouleaux inférieurs. Avec un tel montage, seule la zone située sous l'appui supérieur présente un niveau de déformation maximal (Figure 2.18). Il y a donc un seul site préférentiel d'amorçage de fissure ce qui permet de localiser précisément la position de la préfissure. L'objectif est d'amorcer une seule fissure transverse et de la faire bifurquer à l'interface sans la faire propager. Par la suite, l'éprouvette sera soumise à un chargement de flexion 4 points afin d'ouvrir la préfissure, la réamorcer et la faire propager le long de l'interface. Le montage utilisé et les dimensions caractéristiques associées sont illustrés en Figure 2.18.

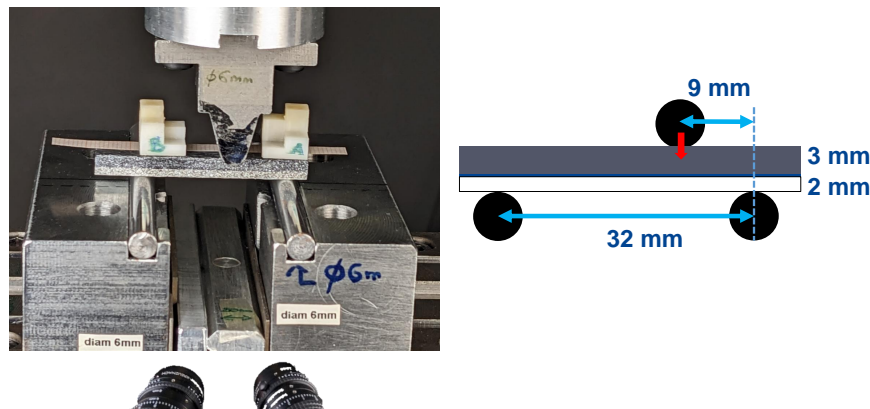


FIGURE 2.18 – Montage de flexion 3 points utilisé pour la préfissuration des éprouvettes et dimensions associées

Avec un tel montage, la préfissure est située à 9 mm d'un des appuis inférieurs ce qui signifie qu'elle se retrouve à 1 mm à l'intérieur d'un des appuis supérieurs sur le montage de flexion 4 points (Figure 2.13) c'est-à-dire à l'endroit où les fissures transverses sont amorcées lors des essais de flexion 4 points sans préfissure. Trois éprouvettes ont été ainsi préfissurées, les courbes force/déplacement des 3 essais sont reportées Figure 2.19.

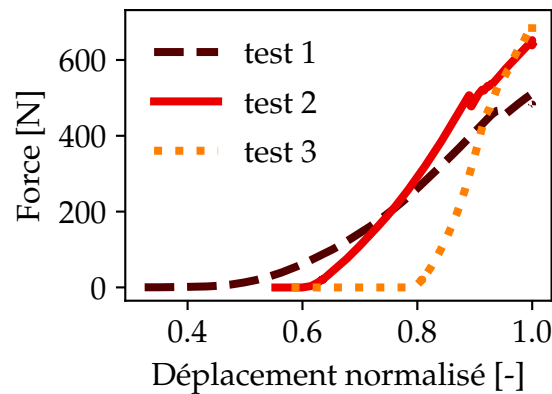


FIGURE 2.19 – Courbes force déplacement des 3 essais de préfissuration

Une bonne répétabilité est observée, sur la chute de force observée sur les 3 courbes pour une force située entre 450 N et 550 N qui marque l'amorçage de la fissure transverse. Des observations post-mortem au microscope optique (Figure 2.20) permettent d'affirmer que la préfissure est systématiquement localisée sous l'appui supérieur et qu'elle est bien localisée à l'interface et ne s'est pas propagée dans le CMC.

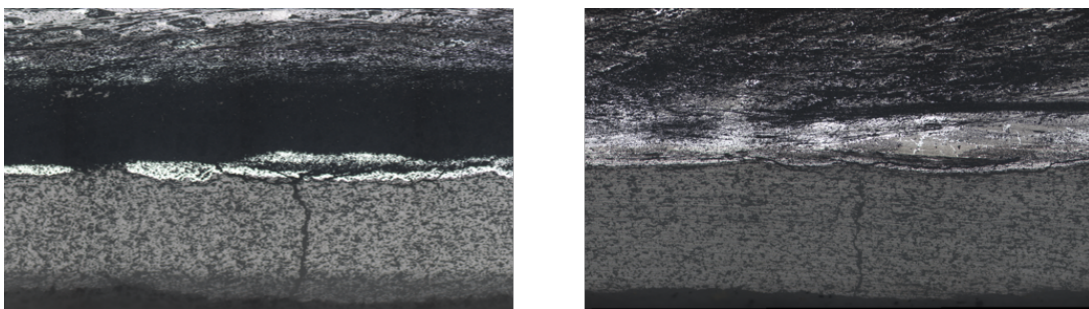


FIGURE 2.20 – Illustration de la bifurcation à l'interface des fissures transverses amorcées sur le montage de flexion 3 points

Les 3 éprouvettes ainsi fissurées ont par la suite été chargées en flexion 4 points sur le montage de la Figure 2.13. Il est apparu dans les 3 cas qu'une deuxième fissure transverse s'amorce au cours de l'essai malgré la présence de la préfissure. Cette deuxième fissure est apparue proche de l'appui de flexion intérieur gauche, autrement dit, dans la même zone que pour les essais de flexion 4 points sans préfissure. Cette tentative d'amélioration du protocole d'essai n'est donc pas satisfaisante pour accroître la répétabilité de l'essai et l'obtention d'une unique fissure transverse. Tous les autres essais de flexion 4 points ont donc été réalisés en une fois sans préfissure. La dispersion sur le nombre de fissures transverses sera prise en compte par la suite dans l'analyse de la fissuration de l'interface.

2.6 Bilan

L'objectif de ce chapitre était de mettre en place un essai de caractérisation des propriétés à rupture de l'interface du système CMC/revêtu et de valider sa pertinence. Des essais de flexion 4 points, sans préfissure et sans contre-plaque afin de pouvoir

réaliser l'essai à haute température, ont été menés avec les moyens disponibles à Safran et à l'ONERA. L'analyse de ces essais, réalisés à température ambiante et à 1000 °C dans un four, a montré qu'ils permettaient de faire propager une fissure stable à l'interface du système CMC/EBC.

Un comportement macroscopique similaire est observé entre les essais réalisés à température ambiante et à haute température. La chronologie d'événements se répète de manière systématique. Dans tous les cas, on retrouve une phase de mise en contact des rouleaux sur le barreau, une phase de mise en charge avant endommagement, l'amorçage d'une ou plusieurs fissures transverses dans l'EBC qui bifurquent à l'interface CMC/EBC et une phase de propagation des fissures jusqu'à la rupture du CMC. Il est toutefois apparu que le nombre de fissures transverses présentes dans l'EBC variait d'un essai à l'autre. La génération d'une unique fissure transverse par un essai de flexion 3 points décentré ne s'est pas avérée être une solution efficace. En effet, au cours de l'essai de flexion 4 points sur l'éprouvette contenant une fissure transverse obtenue par cet essai de flexion 3 points, une deuxième fissure transverse est apparue de manière systématique.

L'analyse de la fissuration dans la largeur des éprouvettes après essais, par des techniques de CND, a permis de montrer que le front de fissure est, de manière générale, rectiligne dans la largeur de l'éprouvette. De plus, des observations et des analyses post-mortem au MEB ont montré que la fissure n'est pas localisée à une interface préférentielle lors de sa propagation. En effet, le chemin de fissuration à l'échelle de la rugosité de la sous-couche d'accroche est tortueux mais reste confiné entre le CMC et l'EBC. Des fissures cohésives, principalement dans la couche d'accroche, et adhésives entre les interfaces sont observées au cours de la propagation. Aucun motif particulier de chemin de propagation ou de changement de régime n'est observé au cours de la propagation. Cette observation met en avant l'influence de la rugosité de l'interface sur le trajet de fissuration locale comme cela a été rapporté sur les systèmes alliage métallique/BT [Vaunois, 2013]. Avec ces informations, deux approches sont possibles. D'un côté l'analyse peut être menée à l'échelle de la rugosité, c'est-à-dire en prenant en compte toutes les couches du système (CMC/Si/TGO/DSY) et en intégrant les ondulations des interfaces dans l'analyse. Cette approche nécessite la caractérisation topologique des interfaces. D'un autre côté, une approche macroscopique permet de s'affranchir de ces contraintes en considérant l'interface comme une entité unique entre le CMC et l'EBC. L'interface inclut donc ici le comportement de la couche d'accroche et de la TGO, ainsi que les rugosités de surface et les mécanismes de bifurcation et branchement de la fissure, dans une seule entité macroscopique. Cette approche est en accord avec les attentes industrielles puisqu'elle se rapproche plus de la structure et donc du dimensionnement des pièces moteurs. C'est cette approche qui sera utilisée par la suite. Notons que les données issues de la CIN et de la stéréocorrélation au cours des essais sont compatibles avec la vision macroscopique choisie. De plus, la vérification de la forme droite du front de fissure nous permet de faire des hypothèses de deux dimensions en considérant que le comportement dans la largeur peut être extrudé par rapport aux informations acquises en surface des échantillons.

Les essais de flexion 4 points menés ont également mis en évidence une propagation dissymétrique des fissures qui bifurquent le long de l'interface. La fissure qui bifurque vers l'intérieur des appuis de flexion se propage sur une longueur plus im-

portante que celle qui bifurque vers le bord opposé de l'éprouvette. Cette dissymétrie de l'essai est exacerbée lorsqu'une deuxième fissure transverse est amorcée. De ce fait, les données issues de la machine d'essai, comme la force ou la flèche, sont insuffisantes pour extraire une énergie d'adhérence. En effet, les méthodes globales de la complaisance ou la formule analytique de [Charalambides *et al.* \[1989\]](#) décrites dans le chapitre 1 ne sont plus valides. Il apparaît donc essentiel de suivre la propagation des fissures au cours de l'essai afin de remonter à notre quantité d'intérêt : l'énergie d'adhérence interfaciale. Pour cela, comme dans la littérature, l'instrumentation intégrée aux essais avec les caméras permet de mesurer les champs cinématiques. Ces informations seront exploitées par la suite pour la caractérisation de la fissuration de l'interface.

Chapitre 3

Suivi des essais de flexion 4 points par corrélation d'images

Dans ce chapitre, l'instrumentation basée sur des caméras optiques mises en place lors de la réalisation des essais de flexion est exploitée. Les images acquises au cours des essais permettent d'alimenter un algorithme de Corrélation d'Images Numériques (CIN) afin de mesurer des champs cinématiques sur les faces des éprouvettes. Dans un premier temps, les principes généraux de la CIN sont rappelés, ainsi que l'intérêt d'utiliser une méthode globale dans le cadre de la thèse. Les essais à température ambiante instrumentés par deux caméras qui observent une face sont analysés par stéréocorrélation et les essais à chaud instrumentés par une caméra sont analysés par CIN. Une analyse de sensibilité est menée sur les résultats des mesures de champs de déplacements par rapport au maillage éléments finis de la méthode globale. L'objectif est de trouver un compromis entre incertitude de mesure et résolution de la mesure proche de la fissure. Enfin, les problématiques liées à la mesure de champ par CIN à haute température sont discutées.

Sommaire

3.1	Corrélation d'images numériques instantanée et spatio-temporelle	72
3.2	Procédure d'étalonnage des caméras	76
3.3	Mesure cinématique par stéréocorrélation	79
3.4	Analyse des essais à température ambiante par stéréocorrélation	80
3.4.1	Paramètres d'acquisition et de mesure	80
3.4.2	Mise en évidence de la présence de macro-fissures par CIN	82
3.4.3	Quantification des déplacements hors plan	85
3.5	Analyse des essais à haute température par CIN	86
3.5.1	Réalisation d'un mouchetis résistant à haute température	86
3.5.2	Mise en évidence de la présence de macrofissures à l'interface	87
3.5.3	Mise en évidence de brume de chaleur	90
3.5.4	Prise en compte de la caméra en face arrière	92
3.6	Bilan	93

3.1 Corrélation d'images numériques instantanée et spatio-temporelle

La corrélation d'images numériques est une technique d'instrumentation qui donne des informations sur le mouvement de corps (mécanique des solides) ou de fluides (mécanique des fluides) à partir d'une série d'images. Cette technique, introduite il y a plus de 40 ans, est apparue avec le développement des technologies d'imagerie et des premiers algorithmes de corrélation permettant de suivre la déformation d'un objet [Peters et Ranson, 1982; Sutton *et al.*, 1983; Chu *et al.*, 1985]. Dans la suite de ce chapitre, nous essaierons au maximum d'utiliser le vocabulaire du guide de Jones et Iadicola [2018] dans sa version française. Le principe de la corrélation d'images repose sur l'hypothèse de conservation des niveaux de gris ou équation du flot optique (3.1) en considérant deux images f et g prises à un intervalle de temps Δt constituées d'un nombre fixe de pixels pour lesquels est attribuée une valeur codée qui correspond à un niveau de gris. Le niveau de gris est une valeur numérique. Elle est codée, par exemple, sur 8 bits (0 à 255) qui correspondent à l'intensité lumineuse reçue par le capteur photosensible. L'absence de lumière renvoie la valeur 0 en niveau de gris, l'intensité maximale reçue renvoie la valeur 255. L'image f est celle de référence et l'image g est celle de la configuration déformée. Elles sont prises dans les mêmes conditions de sorte qu'en considérant un pixel situé en x , toute différence entre f et g provient uniquement de l'effet du déplacement u

$$f(x) = g[x + u(x)]. \quad (3.1)$$

Ce principe de conservation permet de remonter au déplacement $u(x)$ entre les deux images en minimisant une fonction coût qui correspond à la somme des différences quadratiques sur toute la région d'intérêt (ROI) considérée

$$\sum_{ROI} (f(x) - g[x + u(x)])^2 \quad (3.2)$$

ce qui permet d'introduire le résidu de corrélation local en niveau de gris

$$f(x) - g[x + u(x)] \quad (3.3)$$

Nous considérons ici le cas d'une seule caméra, nous parlons alors de monovision. Le suivi des déplacements en différents points est rendu possible par l'application d'une texture aléatoire de type mouchetis. De manière générale, les couleurs blanche et noire sont utilisées pour la réalisation des mouchetis afin d'avoir un contraste suffisant. La détermination de u (équation (3.1)) est un problème mal posé. Il devient alors nécessaire de faire des hypothèses supplémentaires afin de diminuer le nombre d'inconnues pour que l'information à disposition (*i.e.* les images) soit suffisante à la mesure des déplacements.

Afin de réduire le nombre d'inconnues, deux méthodes de CIN sont communément utilisées, la méthode locale, la plus ancienne, qui repose sur un découpage en

imassettes [Sutton *et al.*, 1983], et la méthode globale, une approche plus récente, qui prend en considération l'ensemble de la région pour laquelle on veut mesurer le déplacement en ajoutant des hypothèses supplémentaires [Besnard *et al.*, 2006].

La méthode locale consiste à retrouver le motif de l'imassette de référence sur l'image déformée. Pour cela, le produit d'intercorrélation est calculé sur une zone définie au préalable. La maximisation du produit d'intercorrélation pour chaque zone aboutit à l'estimation du champ de déplacement u . Avec cette approche, chaque imassette est analysée de manière indépendante. Cette procédure est illustrée sur la Figure 3.1.

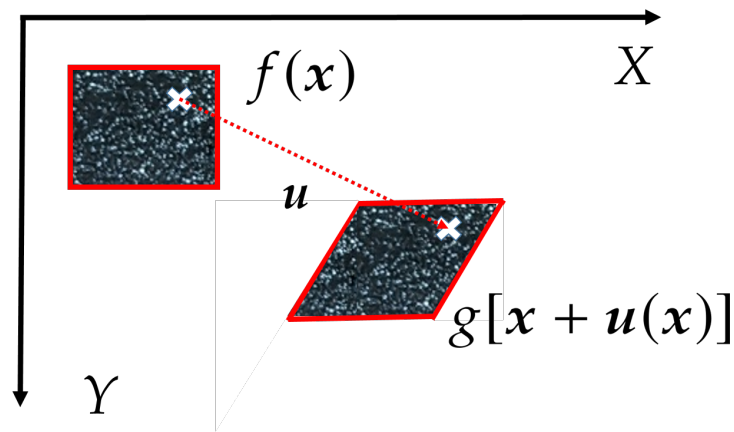


FIGURE 3.1 – Illustration de la méthode de CIN locale.

Le champ de déplacement est alors constitué de l'ensemble des déplacements moyens mesurés sur chaque imassette. Le produit d'intercorrélation ou fonction de corrélation croisée est défini par

$$C = \frac{\int_{\Delta M} f(x) \cdot g(x) dx}{\sqrt{\int_{\Delta M} f(x)^2 dx \cdot \int_{\Delta M} g(x)^2 dx}} \quad (3.4)$$

avec ΔM la surface du mouchetis sur l'imassette. Cette méthode présente l'avantage d'être rapide car le calcul du déplacement sur chaque imassette se fait indépendamment. Cependant, cette méthode de séparation implique la mesure d'un champ de déplacement discontinu. De plus, dans certains cas, comme l'apparition d'endommagement, elle peut ne pas réussir à trouver de déplacement permettant de corrélérer suffisamment les imassettes entre elles. En effet, avec l'apparition d'endommagement sur une image déformée, le principe de conservation des niveaux de gris n'est plus vérifié. On parle alors de zones non corrélées dans lesquelles le déplacement ne peut être mesuré.

L'approche globale consiste à se passer des imassettes en considérant l'ensemble de la région d'intérêt. Le problème est régularisé en ajoutant une hypothèse cinématique supplémentaire. Une des hypothèses les plus couramment utilisées est la continuité du déplacement sur la région d'intérêt. Pour cela, une discrétisation par éléments finis est considérée, on parle alors d'**approche globale basée sur les éléments finis**. Le champ

de déplacement recherché est exprimé sous la forme

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) = \sum_{i=1}^{nx} v_i \Psi_i(\mathbf{x}) \quad (3.5)$$

avec nx le nombre de nœuds, Ψ_i une fonction de forme choisie et v_i les déplacements nodaux. L'estimation du champ de déplacement $\tilde{\mathbf{u}}$ est utilisée pour reconstruire une image intermédiaire $\tilde{g}(\mathbf{x})$ à chaque itération avec

$$\tilde{g}(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \tilde{\mathbf{u}}(\mathbf{x})). \quad (3.6)$$

La résolution du système complet se présente sous la forme matricielle

$$[\mathbf{M}] \{\delta v\} = \{\mathbf{b}\} \quad (3.7)$$

avec $\{\delta v\}$ les corrections de déplacement aux nœuds du maillage, la matrice $[\mathbf{M}]$ définie par

$$M_{ij} = \sum_{ROI} (\nabla f \cdot \Psi_i)(\mathbf{x})(\nabla f \cdot \Psi_j)(\mathbf{x}) \quad (3.8)$$

et le vecteur second membre $\{\mathbf{b}\}$ incluant le résidu de corrélation

$$b_i = \sum_{ROI} (f - \tilde{g})(\mathbf{x})(\nabla f \cdot \Psi_i)(\mathbf{x}) \quad (3.9)$$

avec ∇ l'opérateur gradient. Ce système est résolu par un schéma de Gauss-Newton [Hild et Roux, 2012a]. Si le choix de la décomposition du champ de déplacement sur des fonctions de forme de type éléments finis est couramment utilisé en mécanique, de nombreux autres choix sont possibles. En particulier, lorsque le champ de déplacement de l'équation (3.5) est décomposé, non plus sur des fonctions de forme EF, mais sur un nouvel ensemble de fonctions de forme qui intègrent la cinématique spécifique de l'essai, on parle alors de **corrélation d'images intégrée** (CIN-I). Les quantités d'intérêt recherchées sont généralement introduites directement en tant que degrés de liberté de la mesure. Cette approche a été appliquée, par exemple, dans le cadre d'un essai Brésilien [Hild et Roux, 2006] ou pour une poutre console décrite par les hypothèses d'Euler-Bernouilli [Hild et al., 2009]. La CIN-I est également utilisée pour l'identification de paramètres de loi de comportement élastique [Leclerc et al., 2009] ou en présence de fissures en utilisant la série de Williams pour des tests de préfissuration de céramiques [Roux et Hild, 2006], des tests sur éprouvette CT (Compact Tension) modifiée [Grabois et al., 2018], ou des tests de fendage [Vargas et al., 2016].

Il ressort de l'étude réalisée par Hild et Roux [2012b] que la méthode globale est plus performante que la méthode locale pour deux raisons principales. Premièrement, l'approche globale permet de mesurer des champs de déplacements complexes et, deuxièmement, les mesures sur images très bruitées sont plus robustes qu'en utilisant la méthode locale. Enfin, la méthode globale se rapproche plus des modèles numériques associés, telles que les analyses par éléments finis, puisqu'elles partagent entre elles les mêmes hypothèses sur la forme du champ cinématique; il devient alors plus facile de transférer les champs cinématiques afin de valider, comparer ou identifier un modèle. Il s'agit d'un aspect essentiel dans le cas de notre étude puisque le modèle

par éléments finis fait partie intégrante du dimensionnement de l'essai. L'approche décrite ici est qualifiée de CIN **instantanée** (CIN-INST) car la procédure est répétée pour chaque image déformée (*i.e.* à chaque instant t).

La CIN globale peut également être décrite par une formulation **spatio-temporelle**. Cette approche sera utilisée par la suite pour analyser les essais à haute température dans le chapitre 5. La CIN spatio-temporelle (CIN-ST) consiste à ajouter une composante temporelle pour décrire le champ de déplacement

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}, t) = \sum_{i=1}^{nx} \sum_{j=1}^{nt} v_{ij} \Psi_i(\mathbf{x}) \phi_j(t) \quad (3.10)$$

avec, comme pour la CIN-INST, Ψ_i les fonctions de forme spatiales et ϕ_j les fonctions de forme temporelles associées à nt degrés de liberté « temporels ». Les amplitudes v_{ij} sont identifiées par une minimisation de l'écart en niveau de gris par un schéma de Gauss-Newton. Les corrections d'amplitude, qui sont rassemblées dans le vecteur colonne $\{\delta v\}$, sont mises à jour de manière itérative en résolvant le système

$$[N]\{\delta v\} = \{\beta\} \quad (3.11)$$

avec $[N]$ la matrice hessienne spatio-temporelle définie en séparant la composante spatiale de la composante temporelle

$$N_{ijkl} = M_{ik} \Phi_{jl} \quad (3.12)$$

en considérant toujours $[M]$ comme la matrice spatiale définie précédemment (équations (3.7) et (3.8)). La matrice $[\Phi]$ est définie par

$$\Phi_{jl} = \sum_{t_0}^{t_1} \phi_j(t) \phi_l(t) \quad (3.13)$$

Une décomposition modale est ensuite réalisée en diagonalisant la matrice $[\Phi]$

$$[\Phi] = [V][D][V]^T \quad (3.14)$$

ce qui permet de définir les modes temporels [Berny *et al.*, 2018]

$$[\psi] = [D]^{-1/2} [V]^T [\phi] \quad (3.15)$$

où chaque ligne k de $[\psi]$ correspond à un mode $\psi^k(t)$. Pour chacun de ces modes, on doit résoudre

$$[M]\{\delta v^k\} = \{\beta^k\} \quad (3.16)$$

avec le second membre $\{\beta\}$

$$\{\beta^k\} = \sum_t \{\mathbf{b}(t)\} \psi^k(t) \quad (3.17)$$

où $\{\delta v^k\}$ sont les corrections des degrés de liberté spatiaux associés au $k^{\text{ème}}$ mode. Cette procédure est répétée sur les nt modes temporels afin d'obtenir les corrections

des degrés de liberté spatiaux. Les résultats de CIN-ST seront présentés plus en détail dans le chapitre 5 et seront comparés avec les résultats de la CIN-INST.

La mesure de champs par CIN est conditionnée par une étape préliminaire, l'étalonnage des caméras qui est essentielle pour obtenir des mesures précises à partir d'images du monde réel. L'étalonnage de la caméra est le processus d'estimation des paramètres intrinsèques et extrinsèques d'une caméra. Ces paramètres nous aident à modéliser la relation entre un point 3D dans le monde réel et sa projection 2D dans l'image. Cette étape permet d'introduire le modèle sténopé qui ne prend pas en compte les distorsions (non linéarités) de la caméra [Pierré, 2016]. Le modèle est détaillé dans un premier temps pour une seule caméra. Par la suite, la procédure d'étalonnage utilisée dans cette thèse est décrite pour deux caméras qui observent la même scène. Dans ce cas, la stéréocorrélation est employée. La stéréocorrélation d'images est une extension de la CIN, elle permet d'avoir des informations en 3D pour observer des surfaces courbes ou mesurer un déplacement 3D de la région observée. Ces deux aspects sont discutés dans les parties suivantes.

3.2 Procédure d'étalonnage des caméras

L'étape d'étalonnage des caméras est une étape précédant le calcul de stéréocorrélation. L'objectif de cette étape est de déterminer la matrice de projection qui permet de passer de l'espace réel au plan de la caméra. Pour définir la matrice de projection, un modèle sténopé, ou modèle *pinhole* en anglais, est utilisé [Faugeras, 1993]. Dans ce modèle, le passage de l'espace réel à l'espace de la caméra se fait, dans un premier temps, en exprimant les coordonnées d'un point dans la base de l'espace réel R (X_w, Y_w, Z_w) dans une nouvelle base locale de la caméra (X_c, Y_c, Z_c). Cette transformation qui revient à effectuer un changement de base correspond à trois translations et trois rotations qui sont regroupées dans une matrice (4×4). Cette matrice est donc constituée de six paramètres dits extrinsèques. Dans un deuxième temps, le point défini dans l'espace réel est projeté sur le plan image auquel est attachée la base locale de la caméra considérée. Enfin, les coordonnées homogènes du point projeté dans le plan image sont exprimées dans le repère du capteur de la caméra ($x, y, 1$). Ces deux dernières transformations sont effectuées par le biais d'une nouvelle matrice qui dépend de quatre paramètres intrinsèques. C'est la combinaison des paramètres intrinsèques et extrinsèques qui donne la matrice de projection de la caméra. Les changements de bases successifs du modèle de caméra sténopé sont illustrés sur la Figure 3.2. La matrice de projection $[P]$ d'une caméra est définie par

$$s \cdot \begin{Bmatrix} x \\ y \\ 1 \end{Bmatrix} = [K] [RT] \begin{Bmatrix} X_w \\ Y_w \\ Z_w \\ 1 \end{Bmatrix} = [P] \begin{Bmatrix} X_w \\ Y_w \\ Z_w \\ 1 \end{Bmatrix} \quad (3.18)$$

avec s le facteur d'échelle, $[K]$ la matrice intrinsèque

$$[K] = \begin{bmatrix} f_x & 0 & c_x & 0 \\ 0 & f_y & c_y & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}$$

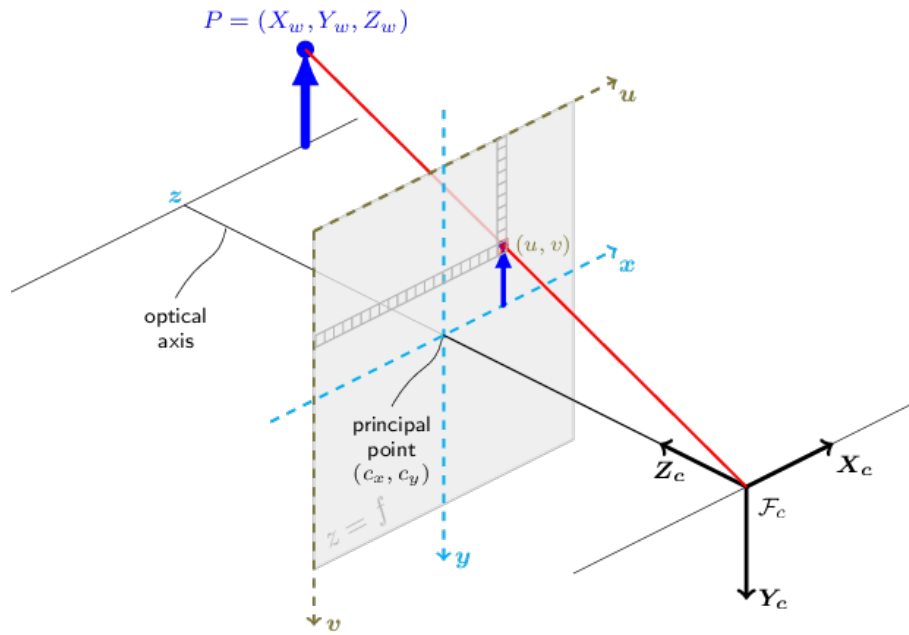


FIGURE 3.2 – Modèle sténopé de caméra [OpenCV, 2022]

relations dans lesquelles le couple f_x et f_y sont les distances focales respectivement verticale et horizontale et le couple c_x et c_y sont les coordonnées en pixels du centre optique de l'image. La matrice extrinsèque $[RT]$ peut être décomposée en une matrice de rotation (r_{ij}) et un vecteur translation (t_i)

$$[RT] = \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & r_{13} & t_x \\ r_{21} & r_{22} & r_{23} & t_y \\ r_{31} & r_{32} & r_{33} & t_z \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

Pour déterminer les matrices de projection, trois procédures d'étalonnage sont possibles : l'étalonnage par mire, l'étalonnage hybride et l'auto-étalonnage. L'étalonnage par mire repose sur l'utilisation d'un objet 2D ou 3D de géométrie bien définie, pour laquelle des images ont été acquises par la caméra. Cette mire comporte sur sa surface des points spécifiques dont les positions sont connues (intersections de lignes ou centres de cercles). L'algorithme d'étalonnage employé par cette méthode vise à déterminer les paramètres du modèle de caméra qui minimisent l'écart entre la position des points 3D projetés, via le modèle de caméra, et leur position réelle sur l'image. Ainsi, l'algorithme optimise la matrice de projection jusqu'à ce que la somme quadratique de ces erreurs de reprojection soit minimisée.

L'auto-étalonnage consiste à utiliser la pièce à tester comme objet d'étalonnage. Celle-ci est décrite par un maillage éléments finis qui sert de points spécifiques pour minimiser les erreurs de reprojection et identifier les paramètres des modèles de caméra, plutôt que d'utiliser uniquement des points particuliers d'une mire. La procédure est expliquée dans le cadre de la stéréovision où deux caméras sont utilisées pour observer la même scène. Il y a donc deux matrices de projection, une pour chaque caméra. L'algorithme d'étalonnage employé optimise le modèle de projection des deux caméras en simultané par minimisation d'une fonction coût. Le principe de minimisation sous-jacent repose sur la conservation des niveaux de gris dans les images f^1 et f^2

prises respectivement par les caméras 1 et 2, dont les matrices de projection sont $[P^1]$ et $[P^2]$. Pour simplifier les notations, nous considérerons par la suite que l'exposant c désignera la caméra 1 ou 2 ($c = 1, 2$), le vecteur $\{X\} = (X_w, Y_w, Z_w, 1)^t$ les coordonnées homogènes des points 3D et, le vecteur $\{x^c\} = (sx, sy, s)^t$, les positions en pixels dans la caméra c . La fonction coût à minimiser pour réaliser l'étalonnage des caméras se présente sous la forme

$$[P^1], [P^2] = \sum_{ROI} \left[f^1 \left(x^1 \left([P^1], X \right) \right) - f^2 \left(x^2 \left([P^2], X \right) \right) \right]^2 \quad (3.19)$$

Cette minimisation est effectuée via un schéma de Newton-Raphson modifié, qui permet d'évaluer la fonction coût par rapport à $[P^1]$ et $[P^2]$ jusqu'à atteindre un critère de convergence [Dubreuil *et al.*, 2016].

Cette procédure est couramment utilisée avec une approche globale pour le calcul de CIN qui utilise une description éléments finis pour la forme et la mesure des champs de déplacements. Elle permet d'étalonner un système de stéréovision avec une seule paire d'images tout en étant robuste au bruit grâce à la multiplicité des points d'évaluation induite par la description dense de la pièce d'essai.

Cependant, pour avoir un étalonnage robuste, la pièce observée doit présenter une géométrie suffisamment « tridimensionnelle » c'est-à-dire avec des zones observées par les caméras dans différents plans de l'espace réel et couvrant un champ de vision important. Si la pièce ne présente pas ce caractère tridimensionnel, une alternative consiste à recourir à l'étalonnage hybride qui permet dans un premier temps de déterminer les paramètres intrinsèques de la caméra grâce aux images des mires. Ces paramètres sont ensuite fixés lors de l'identification des paramètres extrinsèques par auto-étalonnage [Marchand *et al.*, 2016; Eikosim, 2021]. Cette procédure hybride semble être la plus adaptée dans le cas de notre étude étant donné que la géométrie parallélépipédique de l'éprouvette n'offre pas beaucoup de points caractéristiques dans des plans autres que la tranche observée dans le champ des caméras. Cependant, l'utilisation d'une mire va à l'encontre de la volonté de transfert de la température ambiante vers la haute température, il est en effet impossible d'intégrer une mire dans le four une fois fermé à 1000 °C et de réaliser plusieurs images d'étalonnage avec des mouvements de la mire. Compte tenu de ces contraintes, l'idée a été d'avoir une approche d'étalonnage que l'on peut qualifier de « pseudo auto-étalonnage ». Pour cela, des points caractéristiques ont été ajoutés dans le champ de vision des caméras hors du plan de la tranche de l'éprouvette. Ces points correspondent à des coins de « mires lego » qui sont positionnés sur l'éprouvette de CMC revêtu. La géométrie de ces objets ainsi que leur position dans l'espace sont connues et sont intégrées dans le modèle éléments finis avec l'éprouvette. Les sommets des mires lego sont utilisés pour faire la correspondance de points caractéristiques dans l'espace réel et dans l'espace des images des deux caméras et, ainsi, initialiser les matrices de projection. Les matrices de projection sont ensuite mises à jour durant la procédure d'étalonnage à proprement parler. Un exemple de mires utilisées à température ambiante est illustré sur la Figure 3.3(a). Ces objets sont imprimés en 3D en Acrylonitrile Butadiène Styrène (ABS). Même s'il n'y a pas de système de stéréovision utilisé à haute température, cette approche peut être reproduite dans un four en ajoutant des objets tridimensionnels résistants à haute température positionnés dans le four. Des mires lego en alumine ont été usinées afin de montrer la

faisabilité de cette méthode à chaud (Figure 3.3(b)).

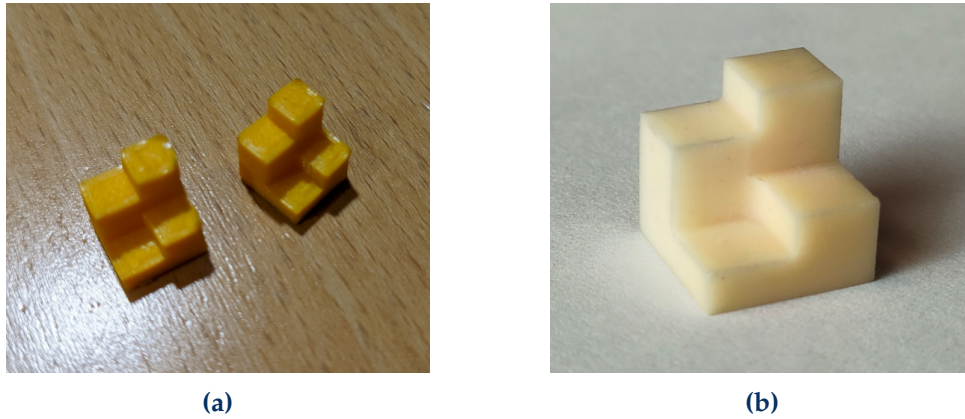


FIGURE 3.3 – Mires lego (a) imprimées en 3D pour essais à température ambiante et (b) usinées en alumine pour essais à haute température.

La procédure d'étalonnage telle qu'implémentée dans Eikotwin DIC est illustrée sur la Figure 3.4 avec la sélection des points caractéristiques sur les mires lego.

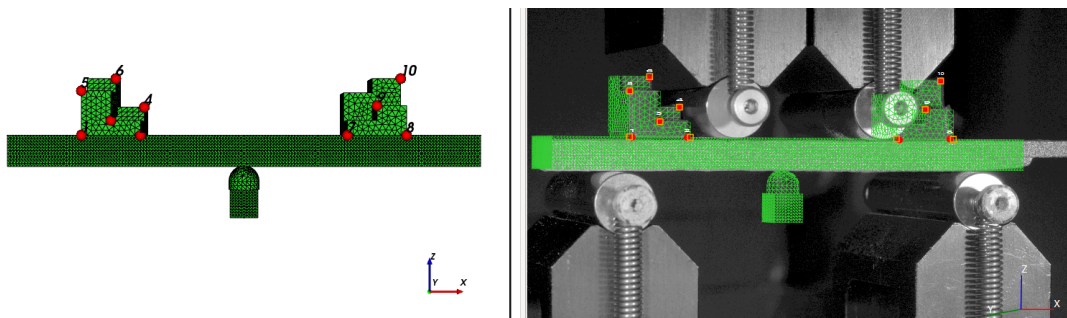


FIGURE 3.4 – Illustration de la procédure d'étalonnage dans Eikotwin DIC avec la projection du maillage sur l'image.

3.3 Mesure cinématique par stéréocorrélation

A la suite de l'étalonnage des caméras de stéréovision, il est possible de calculer les champs de déplacements sur les images obtenues durant l'essai par stéréocorrélation. On distingue le déplacement exprimé dans l'espace 3D $\mathbf{U}(\mathbf{X})$, la quantité finale recherchée, du déplacement exprimé dans l'espace des images $\mathbf{u}^c(\mathbf{x}^c, \{\mathbf{U}\})$ associé à la caméra c . Dans le cadre de la stéréovision, la fonction coût, basée sur la conservation du niveau de gris, à minimiser s'écrit

$$\sum_{c=1}^{n_c} \sum_{ROI} (f^c(\mathbf{x}^c) - g^c[\mathbf{x}^c + \mathbf{u}^c(\mathbf{x}^c, \{\mathbf{U}\})])^2 \quad (3.20)$$

où $\{\mathbf{U}\}$ regroupe les déplacements nodaux exprimés dans l'espace 3D. La minimisation de cette fonction coût est résolue par un schéma de Gauss-Newton qui consiste à mettre à jour itérativement les corrections des déplacements nodaux $\{\mathbf{U}\}$, solutions du

système global, de manière similaire à ce qui est fait en monovision (équation (3.7)) [Pierré *et al.*, 2017; Berny *et al.*, 2021]

$$\left(\sum_{c=1}^{n_c} [M^c] \right) \{\delta \mathbf{U}\} = \sum_{c=1}^{n_c} \{\mathbf{b}^c\} \quad (3.21)$$

Les termes de droite et de gauche correspondent à des sommes d'opérateurs indépendants sur chaque caméra, avec $[M^c]$ la matrice associée à la caméra c

$$M_{ij}^c = \sum_{ROI} (\nabla f^c \cdot \boldsymbol{\varphi}_i)(x^c) (\nabla f^c \cdot \boldsymbol{\varphi}_j)(x^c) \quad (3.22)$$

et le second membre

$$b_i^c = \sum_{ROI} [f^c(x^c) - g^c(x^c + \mathbf{u}^c(x^c, \tilde{\mathbf{U}}))] (\nabla f^c \cdot \boldsymbol{\varphi}_i^c)(x^c) \quad (3.23)$$

avec $\{\tilde{\mathbf{U}}\}$ l'estimation des déplacements nodaux à l'itération considérée, $\boldsymbol{\varphi}_k^c$ la sensibilité cinématique associée au $k^{\text{ème}}$ degré de liberté

$$\boldsymbol{\varphi}_k^c = \left[\frac{\partial x^c}{\partial \mathbf{X}} \right] e_k \boldsymbol{\Psi}_k(\mathbf{X}) \quad (3.24)$$

dans la direction e_k avec $\boldsymbol{\Psi}_k$ les fonctions de forme EF et $\frac{\partial x^c}{\partial \mathbf{X}}$ la « sensibilité spatiale » [Berny *et al.*, 2021].

3.4 Analyse des essais à température ambiante par stéréocorrélation

3.4.1 Paramètres d'acquisition et de mesure

Comme présenté dans le chapitre 2, les essais sont instrumentés par deux caméras observant la même face sur les essais à température ambiante afin de réaliser la stéréocorrélation. Les paramètres d'acquisition des images sont regroupés dans le Tableau 3.1.

Nombre de caméras	2 caméras sur une face (stéréocorrélation)
Angle des caméras	25°
Modèle	GOM Aramis
Objectif	Schneider Kreuznach Titanar
Définition des caméras	4096 × 3000 pixels
Distance de mesure	environ 60 cm
Taille physique d'un pixel	60 μm

TABLEAU 3.1 – Paramètres d'acquisition des images

Pour le calcul de CIN, une face complète de l'éprouvette, et pas seulement la zone au voisinage de la fissure de l'interface, est considérée. Les déplacements au niveau

des points de contact avec les appuis de flexion donnent notamment des informations nécessaires à la mise en place du dialogue essai/calcul comme cela sera présenté dans le chapitre 4. Le maillage utilisé couvre donc toute la zone de la tranche de l'éprouvette. Dans une approche de CIN globale, la mesure des déplacements dépend du maillage. En particulier, l'incertitude sur les déplacements mesurés est directement liée à la taille des éléments [Hild et Roux, 2012a]. Ainsi, plus le maillage est grossier, moins les déplacements sont incertains en raison du nombre réduit de degrés de liberté. Cependant, un maillage grossier donne un champ de déplacement avec une résolution spatiale plus faible [Forquin *et al.*, 2004]. Dans ce cas, des hétérogénéités de déplacements dans une zone localisée seront filtrées, ce qui peut être préjudiciable dans notre étude où nous allons analyser la fissuration de l'interface. Il s'agit donc de trouver un compromis entre un maillage suffisamment fin pour capter les déplacements dans les zones d'intérêt mais en veillant à ne pas avoir une incertitude trop élevée sur les déplacements mesurés.

Les maillages utilisés sont constitués d'éléments linéaires triangulaires à trois nœuds (T3) réguliers. Plusieurs tailles de mailles ont été testées pour le calcul de stéréocorrélation sur un essai à température ambiante. Pour chaque maillage, le niveau d'incertitude associé à la mesure des champs de déplacements est évalué. Pour cela, 34 images sont acquises au début de l'essai en l'absence de chargement mécanique. Ces images sont fournies au code de stéréocorrélation afin de mesurer le déplacement. La première image fait office de référence tandis que les 33 autres font office d'images déformées. La théorie implique qu'en l'absence de chargement appliqué, aucun mouvement de l'éprouvette ne doit être mesuré. Dans la pratique, le déplacement mesuré n'est strictement pas nul et traduit les incertitudes associées au mouchetis, à la précision de l'algorithme de résolution, aux conditions d'éclairage, à la qualité des optiques de la caméra et du détecteur et à la taille du maillage utilisé. La distribution des déplacements mesurés donne une idée de l'incertitude et l'écart type de la distribution fournit une quantification pertinente sur les déplacements expérimentaux. Un exemple de distribution obtenue pour une taille de maille de 0.5 mm est illustré sur la Figure 3.5.

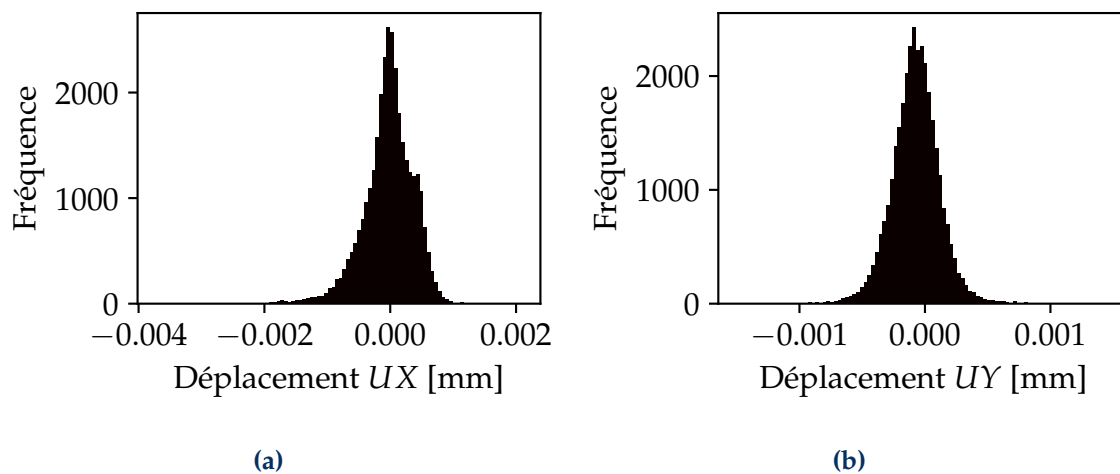


FIGURE 3.5 – Distribution (a) des déplacements horizontaux UX et (b) des déplacements verticaux UY calculés sur les 34 premières images de référence pour une taille de maille de 0.5 mm.

Il ressort de cette analyse statistique que la valeur moyenne du déplacement ho-

horizontal UX est de $-0.029 \mu\text{m}$ pour un écart type σ_{UX} de $0.41 \mu\text{m}$ tandis que la valeur moyenne du déplacement vertical UY est de $0.074 \mu\text{m}$ pour un écart type σ_{UY} de $0.2 \mu\text{m}$. Les valeurs moyennes peuvent donc être considérées négligeables par rapport aux écarts types. Il s'agit d'un résultat attendu qui confirme qu'aucun biais n'est introduit lors du calcul de CIN et que les mouvements de corps rigides sont supprimés. L'impact de la taille de maille sur l'incertitude du déplacement dans notre cas d'étude est, quant à lui, illustré sur la Figure 3.6 en considérant un maillage triangulaire régulier.

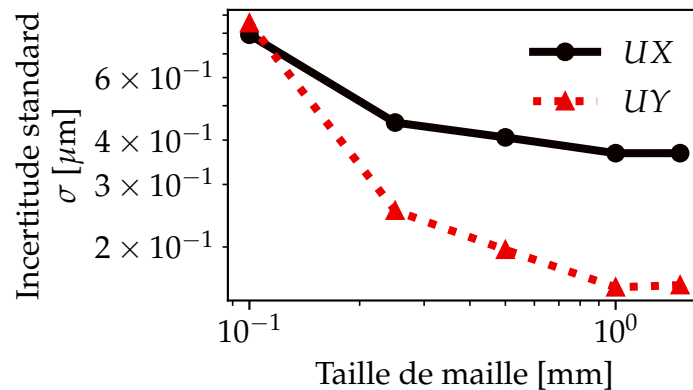


FIGURE 3.6 – Évolution de l'incertitude sur les déplacements expérimentaux issus de la CIN en fonction de la taille du maillage

Nous constatons qu'une taille de maille de 0.5 mm est un bon compromis entre un niveau d'incertitude relativement faible, une bonne résolution au voisinage de la fissure et également un temps de calcul acceptable (inférieur à 10 s sur une image). Les valeurs de déplacement moyen et d'écart type rapportées précédemment (Figure 3.5) correspondent à une taille de maille de 0.5 mm. Ces niveaux d'incertitude sont satisfaisants car largement inférieurs aux amplitudes de déplacements mesurés qui sont de l'ordre de grandeur de la centaine de μm .

3.4.2 Mise en évidence de la présence de macro-fissures par CIN

Les champs de déplacements et de résidus en niveaux de gris avec une taille de maille de 0.5 mm sont présentés sur la Figure 3.7 pour un essai à température ambiante. Les champs sont mesurés sur la dernière image avant diminution de la force de l'essai 1 sur la Figure 2.5(a). Ces champs permettent de mettre en évidence la présence de la fissure transverse sur le champ de déplacement horizontal (Figure 3.7(a)) avec une zone à forts gradients aux environs de la fissure. La présence de forts gradients dans l'épaisseur de l'éprouvette, au centre, sur le champ de déplacement vertical (Figure 3.7(b)), marque la position de la fissure à l'interface. La description des déplacements en CIN globale sur une base éléments finis impose la continuité du déplacement sur toute la région d'intérêt considérée. Or, la présence d'une fissure est caractérisée par une discontinuité de la matière. C'est pourquoi de forts gradients de déplacements ainsi que des résidus de corrélation plus élevés sont présents au voisinage des fissures. Ces données confirment la position de la fissure horizontale à l'interface et une longueur de propagation importante qui va permettre de caractériser la ténacité. Les deux fissures

(transverse et à l'interface) sont visibles sur le champ de résidu en niveaux de gris. En effet, en plus de la discontinuité de la matière, la conservation du niveau de gris n'est plus valable dans cette zone où l'ouverture de la fissure est suffisante. Le principe de conservation des niveaux de gris n'est plus valable.

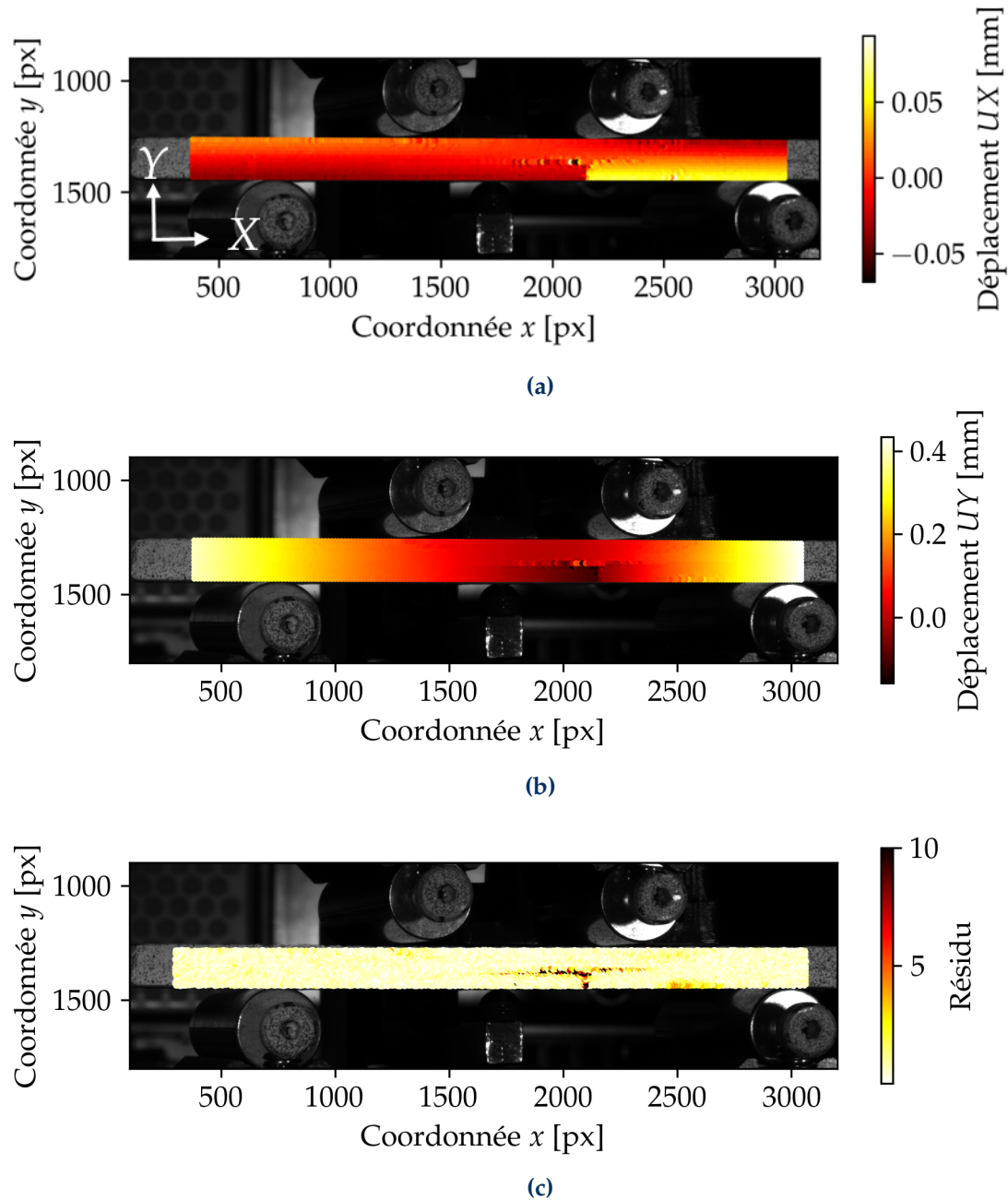


FIGURE 3.7 – Champ de déplacement (a) horizontal, (b) vertical et (c) champ de résidu en niveau de gris pour l'image 100 (550 N).

Pour illustrer l'avancée de la fissure au cours de l'essai sur la cinématique, le champ de déplacement vertical est illustré pour trois instants (Figure 3.8) sur l'essai 1 de la Figure 2.5(a,b). Le premier instant correspond au moment de la bifurcation pour une force de 280 N, le deuxième instant à 450 N et le troisième instant à 600 N.

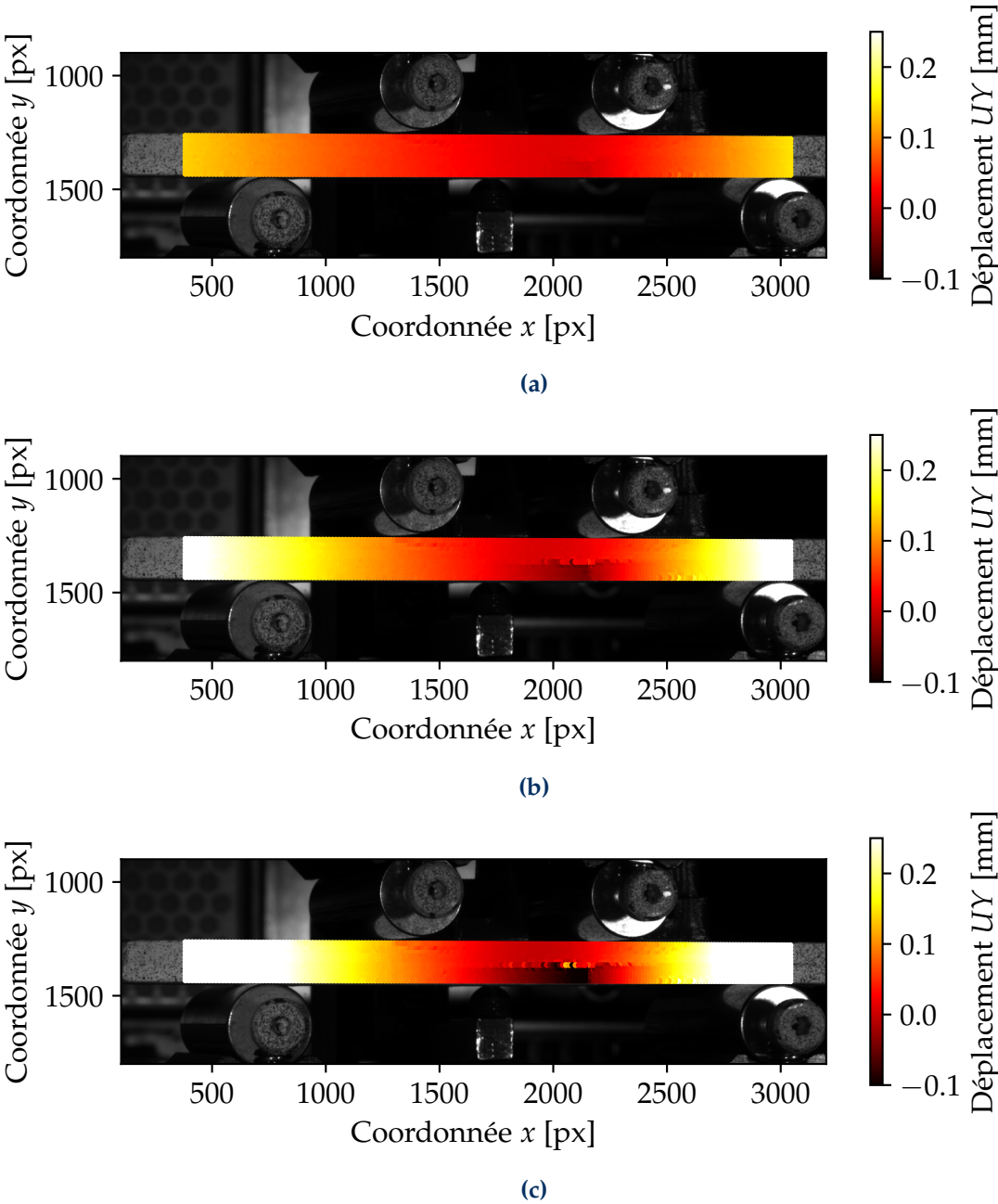


FIGURE 3.8 – Champ de déplacement vertical à (a) 280 N, (b) 450 N et (c) 600 N.

A ces différents instants, on peut observer une avancée de la fissure à l'interface à gauche et à droite dans la zone présentant un fort gradient sur le champ de déplacement. La mesure des champs cinématiques doit permettre de suivre l'avancée des fissures au cours des essais.

3.4.3 Quantification des déplacements hors plan

Comme nous l'avons vu précédemment, l'intérêt principal d'utiliser un système de stéréovision par rapport à un système monovision est de pouvoir extraire les déplacements dans le plan et hors-plan. En particulier, il s'agit de savoir si l'éprouvette peut subir une rotation suivant les axes X ou Y durant l'essai. Cette information sera utile par la suite et notamment lors de la mise en place des simulations afin de savoir si une hypothèse d'analyse en 2 dimensions est suffisamment représentative de ce qui se passe durant les essais. Le champ de déplacement hors-plan mesuré sur la dernière image avant diminution de la force de l'essai 1 (Figure 2.5(a)) est illustré sur la Figure 3.9.

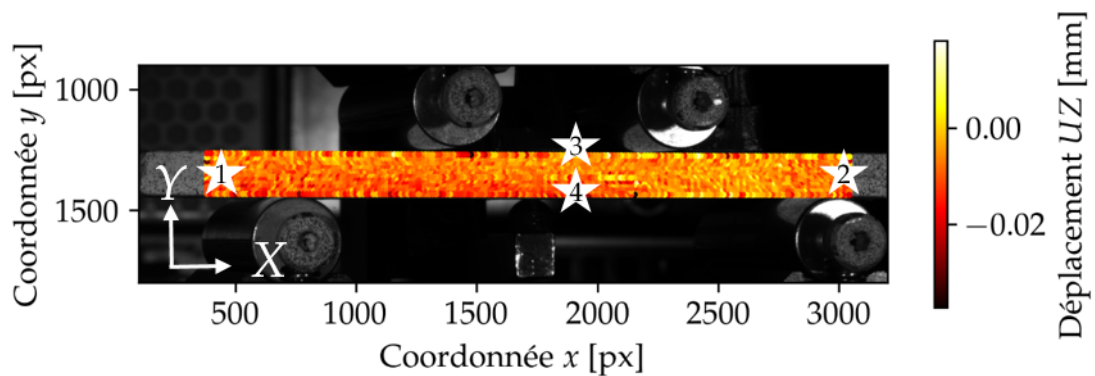


FIGURE 3.9 – Champ de déplacement hors plan sur l'image 100 de l'essai 1 (550 N)

Il apparaît que les amplitudes de déplacement hors-plan sont faibles par rapport aux déplacements dans le plan UX et UY illustrés sur la Figure 3.7 et soulignent donc que l'éprouvette n'a pas de mouvement de rotation. Pour confirmer cette tendance, quatre nœuds sont sélectionnés sur le maillage de CIN de part et d'autre de l'éprouvette dans la direction X et dans la direction Y comme illustré sur la Figure 3.9. L'évolution de ces quatre déplacements nodaux hors-plan en fonction des images est illustrée sur la Figure 3.10.

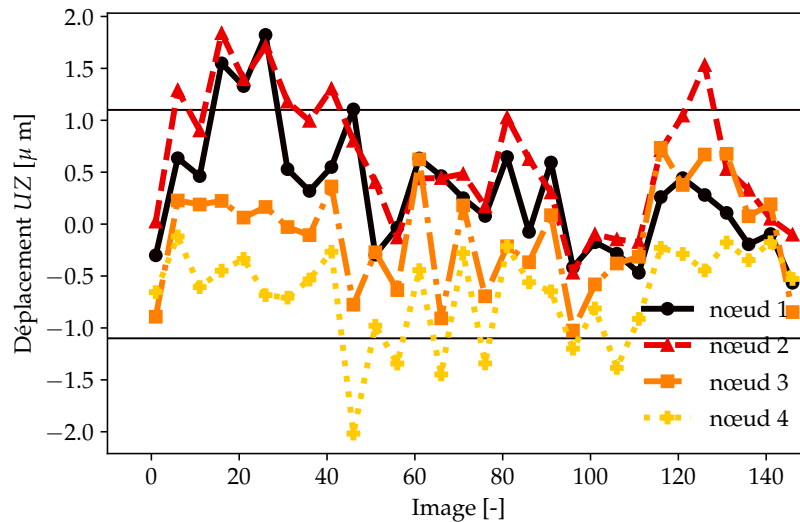


FIGURE 3.10 – Évolution des déplacements hors-plan en fonction des images sur quatre nœuds (Figure 3.9). Les deux lignes horizontales représentent l'intervalle de l'incertitude de mesure par rapport à la valeur moyenne théorique du déplacement hors-plan de 0 μm .

Cette évolution confirme l'absence de rotation de l'éprouvette, les déplacements nodaux sur les 4 nœuds oscillent autour d'une valeur moyenne proche de zéro ($0.3 \mu\text{m}$) avec un écart type de $0.7 \mu\text{m}$. Ces valeurs sont à mettre en regard de l'incertitude sur la mesure du déplacement hors-plan, évaluée sur les 34 images de référence, qui est de $1.1 \mu\text{m}$. Deux lignes horizontales représentent l'intervalle d'incertitude par rapport à une valeur moyenne centrée sur zéro. Le déplacement hors-plan est négligeable par rapport à l'incertitude. On peut donc supposer que la mesure des déplacements en stéréovision n'est pas forcément essentielle à l'exploitation des essais et qu'une instrumentation en monovision paraît suffisante.

Cette analyse des essais à température ambiante par stéréocorrélation montre que cette technique d'instrumentation permet de mesurer les mouvements des éprouvettes sollicitées en flexion et de pouvoir suivre la propagation des fissures à l'interface. La question se pose désormais sur la pertinence d'une instrumentation similaire pour l'analyse des essais à haute température.

3.5 Analyse des essais à haute température par CIN

3.5.1 Réalisation d'un mouchetis résistant à haute température

A 1000°C , la peinture classiquement utilisée pour réaliser les mouchetis nécessaires à la mesure de champ de déplacement par CIN à température ambiante n'est plus adaptée. Il est donc primordial d'utiliser des peintures résistantes à haute température pour les essais à chaud. La solution de référence à l'ONERA consiste à réaliser un fond noir avec la peinture AREMCO® 840-M qui a démontré sa tenue pour des applications haute température (four, incinérateur, chauffage infrarouge) jusqu'à 1093°C [Aremco, 2022] puis d'appliquer un motif aléatoire blanc avec une bombe de peinture au nitrure de bore [Archer *et al.*, 2020]. Afin de stabiliser la peinture noire, l'éprouvette subit ensuite un traitement thermique avec deux paliers à 100°C pen-

dant 2 h et à 250 °C pendant 2 h. Cependant, un assombrissement du mouchetis blanc est observé au delà de 900 °C sur nos éprouvettes, assombrissement qui avait déjà été constaté par Archer *et al.* [2020]. Ce changement de niveaux de gris du mouchetis peut être compensé en introduisant des méthodes de correction de brillance/contraste lors de la CIN [Mendoza Quispe, 2019; Sciuti *et al.*, 2021]. Toutefois, ces méthodes rajoutent de la complexité à l'analyse en relâchant des degrés de libertés sur la conservation des niveaux de gris. Afin de palier ce problème, un nouveau mouchetis blanc est réalisé en déposant directement de la poudre de disilicate d'yttrium sur la peinture noire [Dong et Pan, 2017].

Il est important de noter que la granulométrie de la poudre est un paramètre important à prendre en compte. En effet, il est recommandé d'avoir des taches de l'ordre de grandeur de 3 à 5 pixels [Reu, 2014] pour obtenir une résolution suffisante et éviter les effets d'*aliasing*. Dans la configuration d'essais à haute température, la taille d'un pixel correspond à 22 µm, la granulométrie de la poudre (d_{50}) est de 50 µm ce qui correspond à la taille de tache recherchée en veillant à ne pas déposer de gros amas de grains. Un exemple de mouchetis réalisé avec cette technique est illustré sur la Figure 3.11.



FIGURE 3.11 – Mouchetis haute température

Bien que le dépôt de la poudre reste une procédure délicate à réaliser, une bonne répétabilité est réalisée sur le mouchetis entre toutes les éprouvettes. On parvient à avoir une répartition homogène des particules céramiques sur la tranche de l'éprouvette sans avoir d'amas de particules.

3.5.2 Mise en évidence de la présence de macrofissures à l'interface

Pour les essais de flexion 4 points réalisés dans le four, les paramètres d'acquisition sont regroupés dans le tableau 3.2.

Nombre de caméras	1 caméra sur une face
Modèle	Flir Grasshopper 3
Objectif	Computar V0828 8mm
Définition de la caméra	4096 × 2160 pixels
Distance de mesure	50 cm
Taille physique d'un pixel	22 µm

TABLEAU 3.2 – Paramètres d'acquisition des images

La taille de la fenêtre d'observation du four a été étudiée en théorie pour placer deux caméras en stéréovision comme cela a pu être fait à température ambiante. Malheureusement, dans cette configuration, nous avons constaté que le champ de vision des caméras ne permettait pas de voir les supports extérieurs de flexion. Par conséquent, c'est la largeur de la zone observée qui a été privilégiée afin de mesurer les déplacements au niveau des quatre points de contact avec les rouleaux de flexion en

monovision plutôt que de capter les déplacements hors plan, sur une zone plus réduite, qui n'englobe pas les points d'appuis extérieurs. Ces données sont essentielles pour la mise en place du dialogue essai/calcul comme nous le verrons dans les chapitres 4 et 5.

Le calcul de CIN globale est réalisé en utilisant un maillage T3 régulier avec une taille de maille de 0.5 mm. Les déplacements et les résidus calculés sur une image en fin de chargement sur l'essai 1 (Figure 2.16(a)) sont présentés en Figure 3.12.

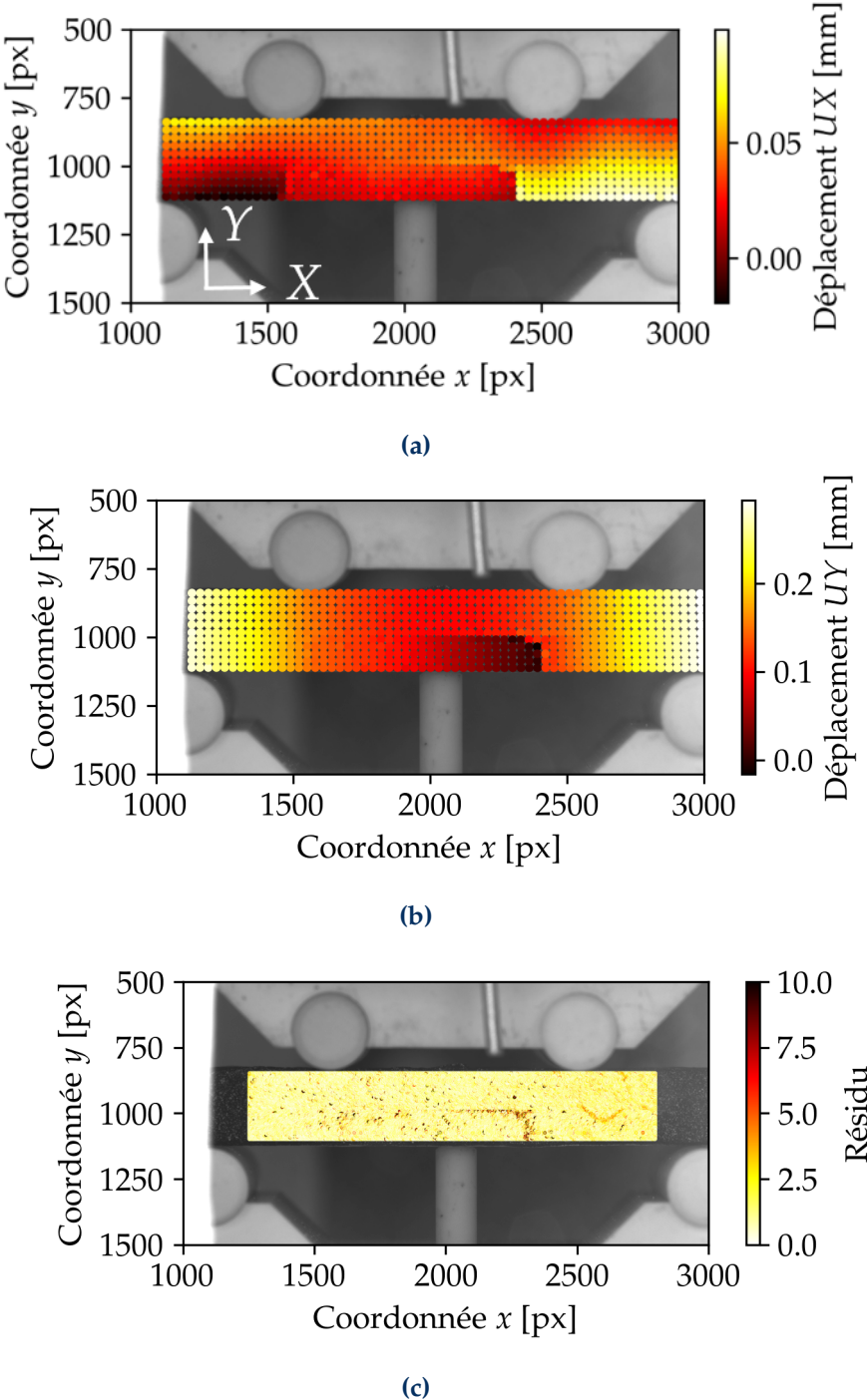
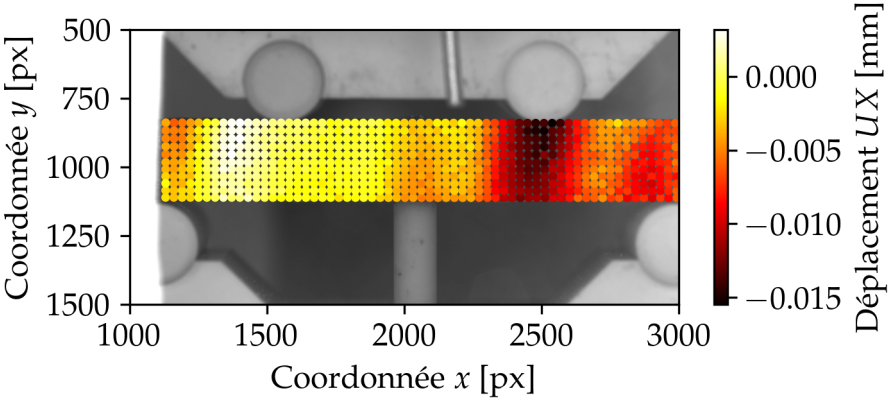


FIGURE 3.12 – Champ de déplacement (a) horizontal, (b) vertical et (c) champ de résidu en niveaux de gris

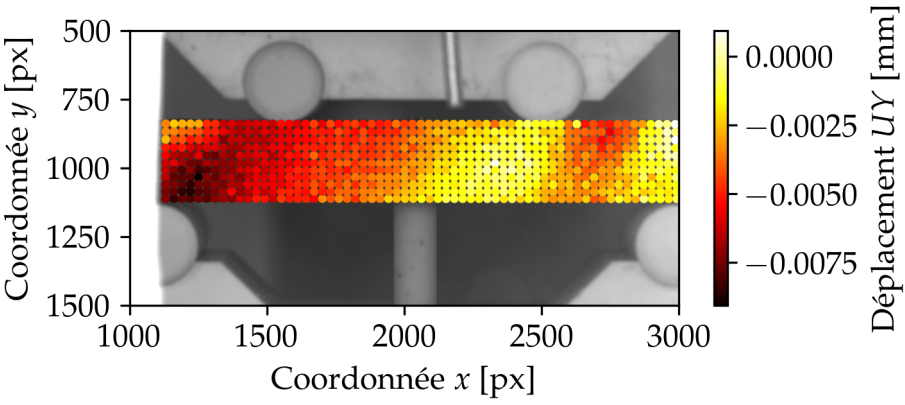
Ces champs mettent en évidence, comme à température ambiante, la présence de fissures dans l'éprouvette au niveau des zones présentant un fort gradient. Sur cet exemple, deux fissures transverses sont présentes dans l'EBC. La fissure de droite a bifurqué et a propagé à l'interface vers la gauche. En ce qui concerne les champs de résidus (Figure 3.12(c)), il est moins aisé qu'à température ambiante d'identifier clairement la position de la fissure. En effet, il a été observé durant l'essai que, lors de l'amorce brutale des fissures transverses, une partie de la poudre céramique utilisée pour la réalisation du mouchetis se détache de la surface de l'éprouvette. Cette perte se traduit par un changement de niveaux de gris très significatif dans des zones très localisées. C'est ce qui peut être observé sur le champ de résidu avec la présence de zones ponctuelles présentant des résidus élevés sur toute la surface considérée. De plus, la discontinuité, marquée par la présence de la fissure, est moins visible car l'ouverture de la fissure est moins importante en fin d'essai que pour ceux réalisés à température ambiante. La deuxième fissure transverse (à gauche) n'est pas visible sur le champ de résidu, elle n'est pas assez ouverte pour avoir un impact sur celui-ci.

3.5.3 Mise en évidence de brume de chaleur

À haute température, l'apparition de brume de chaleur est un phénomène bien connu. Il s'agit d'un phénomène optique causé par des variations de l'indice de réfraction de l'air dans l'environnement observé. Il est également appelé dans la littérature effet de mirage, ondes de chaleur ou encore oscillations de chaleur [Delmas *et al.*, 2013; Jones et Reu, 2018]. L'indice de réfraction de l'air est dépendant de sa température car relié à sa densité. Ainsi, les molécules moins denses s'élèvent et les composants plus denses tombent. Ces mouvements de convection entraînent la déviation des rayons lumineux, d'où la distorsion des formes des objets observés. Ces effets sont préjudiciables pour les techniques d'imagerie quantitative telles que la CIN. Dans la littérature, plusieurs méthodes ont été développées dans le but de supprimer ces mouvements parasites. Nous y reviendrons plus spécifiquement dans le chapitre 5. Les effets de brume de chaleur sur les champs de déplacements sont clairement visibles dès les premières images acquises. En début d'essai, alors que l'éprouvette n'est soumise à aucun chargement, des déplacements d'amplitude significative sont mesurés par CIN comme illustré sur la Figure 3.13 présentant le champ de déplacement estimé à 1000 °C entre les deux premières images espacées d'un instant de prise d'une seconde.



(a)



(b)

FIGURE 3.13 – Champ de déplacement (a) horizontal et (b) vertical mesuré sur la deuxième image en (mm).

Le déplacement mesuré entre ces deux images doit en théorie être nul, mais en pratique, il apparaît des ondes de déplacement avec une amplitude pouvant atteindre $10\ \mu\text{m}$. Ces amplitudes sont importantes au vu des déplacements relativement faibles (inférieurs à $100\ \mu\text{m}$) qui sont captés sur la dernière image (Figure 3.12). De la même manière que pour les essais à température ambiante, les incertitudes sont évaluées sur une série d'images acquises au début de l'essai avant d'imposer un chargement mécanique. Les distributions des déplacements obtenues pour 30 images sont illustrées sur la Figure 3.14.

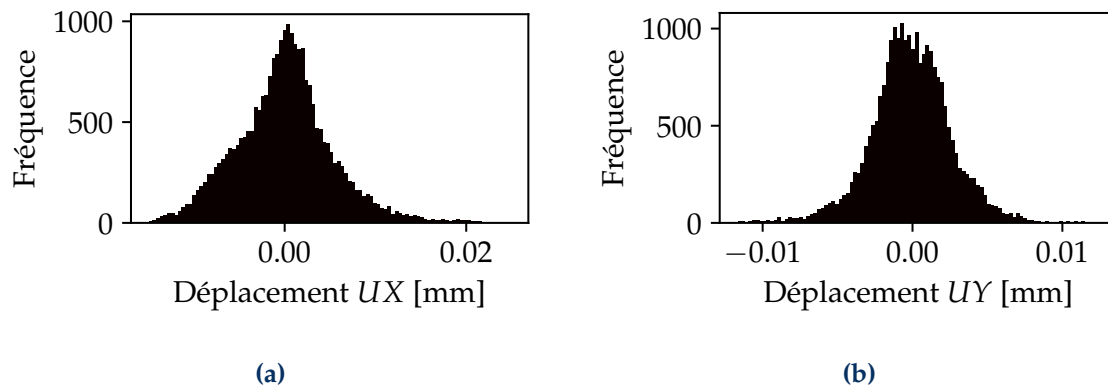


FIGURE 3.14 – Distribution (a) des déplacements horizontaux UX et (b) des déplacements verticaux UY calculés sur les 30 premières images de référence pour une taille de maille de $0.5\ \text{mm}$.

Les écarts types de ces distributions sont plus élevés que les valeurs relevées à température ambiante. L'incertitude sur le déplacement horizontal σ_{UX} est de $5.3\ \mu\text{m}$ et sur le déplacement vertical σ_{UY} de $2.7\ \mu\text{m}$, ce qui correspond à un accroissement de 13.5 par rapport aux valeurs obtenues à température ambiante. Cette augmentation du niveau d'incertitude est en partie due à la brume de chaleur mais également à la qualité du mouchetis.

3.5.4 Prise en compte de la caméra en face arrière

Comme expliqué précédemment, il n'a pas été possible d'instrumenter les essais à haute température par un système de stéréovision sous peine de perdre l'information des déplacements des points d'appuis extérieurs. La quantification des déplacements hors-plans effectuée sur les essais à température ambiante a permis d'affirmer que ces derniers restaient très faibles. Une information sur les déplacements dans le plan en monovision est donc suffisante pour exploiter les essais. En revanche, étant donné que le four dispose de deux fenêtres, une en face avant et une en face arrière, il a été décidé d'utiliser la deuxième caméra pour observer la face arrière de l'éprouvette également en monovision. Ces données sur les deux faces permettent d'avoir une information dans la profondeur de l'éprouvette. L'idée est de voir si une unique caméra sur une seule face est suffisante pour exploiter les essais. Pour cela, la courbure des éprouvettes est analysée dans un premier temps.

Le déplacement vertical UY mesuré en face avant et en face arrière est tracé sur la Figure 3.15 en fonction de la coordonnée horizontale X de chacun des nœuds. Pour cette analyse, l'image 400 de l'essai 1, dont la courbe force/image est montrée sur la Figure 2.16, est considérée. Sur cette figure, les déplacements verticaux mesurés en

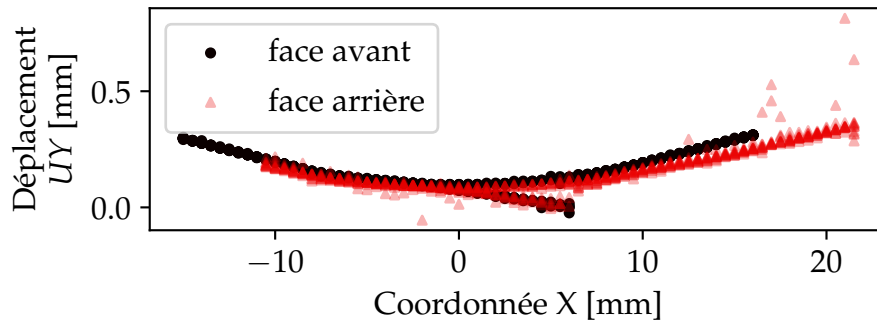


FIGURE 3.15 – Déplacements nodaux verticaux U_Y mesurés en face avant et arrière en fonction de la coordonnée horizontale X .

faces avant et arrière se recouvrent. On observe entre les coordonnées 0 mm et 7 mm un « décrochement » du déplacement. Ce décrochement est lié à la présence de la fissure à l'interface entre le CMC et l'EBC. Cette fissure est localisée au même endroit sur la face avant et sur la face arrière. Ces résultats montrent que la cinématique de l'essai est identique sur les deux faces. Ces résultats sont confirmés par la Figure 3.16 où les déplacements des appuis de flexion intérieurs mesurés par CIN en face avant et arrière sont présentés. Les déplacements sont identiques sur les deux faces aux fluctuations

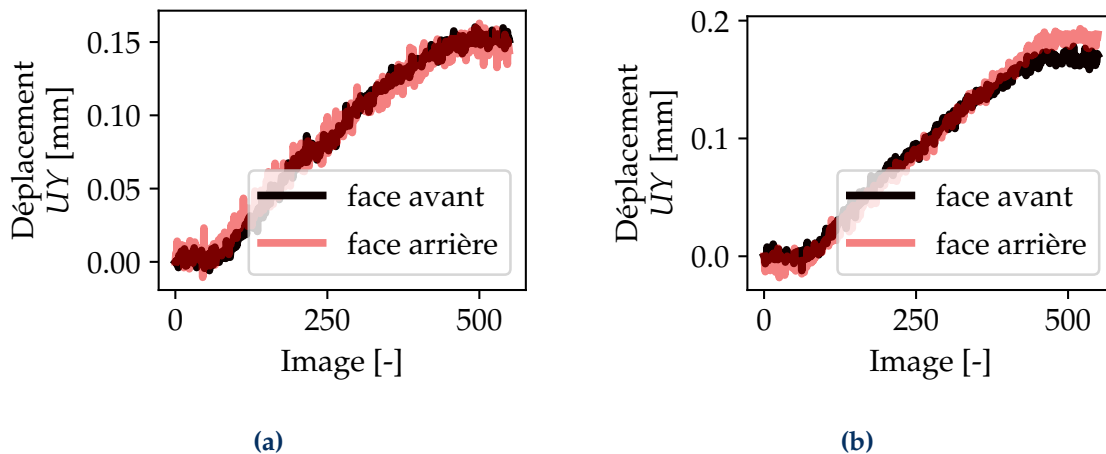


FIGURE 3.16 – Evolution du déplacement vertical mesurés par CIN sur les images acquises en faces avant et arrière au niveau des appuis de flexion intérieurs (a) côté gauche et (b) côté droit.

induites par la brume de chaleur près. On peut donc supposer que les contacts sont uniformes dans la profondeur de l'éprouvette. Tous ces résultats confirment que pour l'analyse des essais de flexion à chaud, une caméra est suffisante et une analyse en 2D est adaptée. Par la suite, la caméra en face avant sera considérée car les quatre appuis sont visibles sur les images acquises de ce côté.

3.6 Bilan

L'objectif de ce chapitre était de présenter l'intérêt d'instrumenter les essais de flexion 4 points par des caméras dans le domaine visible. Les images acquises durant les essais vont servir à alimenter un algorithme, de stéréocorrélation dans le cas

des essais réalisés à température ambiante et de CIN dans le cas des essais réalisés à haute température, afin de mesurer les champs de déplacements. La stéréocorrélation est réalisée en utilisant les informations de deux caméras qui observent la même zone. L'intérêt d'un tel dispositif est de pouvoir capter les déplacements hors plan et de pouvoir quantifier leur impact par rapport aux déplacements dans le plan. Dans le cas des essais à chaud, la taille de la fenêtre d'observation n'a pas permis de mettre en place un tel dispositif tout en assurant l'observation du déplacement des points d'appuis extérieurs. Une instrumentation par monovision a donc été retenue.

Dans le cadre de la stéréocorrélation, une étape supplémentaire est nécessaire afin d'étalonner les caméras entre elles et d'obtenir les déplacements dans un repère commun, le repère de l'éprouvette. Cette procédure est simplifiée et gagne en robustesse grâce à l'ajout de mires lego qui permettent d'obtenir des points caractéristiques et des distances facilement identifiables entre les images et la pièce. Dans les deux cas, en stéréovision à température ambiante et en monovision à 1000 °C, un algorithme global utilisant un maillage éléments finis est utilisé afin de faciliter le transfert de champs entre les essais et les simulations comme cela sera développé dans les deux chapitres suivants. Les mesures de déplacement mettent en évidence la présence de fissures transverses et de fissures à l'interface du système CMC/EBC dans les zones à forts gradients. Ces fissures sont également visibles sur les champs de résidus de corrélation, l'hypothèse de continuité des déplacements n'étant plus respectée dans ces zones en raison de l'ouverture des fissures. Ces résultats ont permis de confirmer le scénario d'endommagement et la localisation des fissures observées dans le chapitre précédent.

A haute température, plusieurs challenges se sont présentés. Dans un premier temps, une technique permettant de réaliser un mouchetis résistant à 1000 °C a été identifiée. Pour cela, de la poudre de DSY avec une granulométrie adaptée a été déposée directement sur un fond en peinture noire appliquée sur la face d'intérêt des éprouvettes. Par la suite, une autre difficulté majeure a été identifiée lors des mesures de champs à haute température. Il s'agit des effets de brume de chaleur qui viennent parasiter la mesure. Ces perturbations augmentent les niveaux d'incertitude sur les déplacements mesurés par rapport aux essais à température ambiante.

La formation de fissures ayant été démontrée et leur localisation confirmée, notre travail a consisté à exploiter les données de stéréocorrélation et de CIN afin d'analyser le comportement de l'interface et, en particulier, d'extraire sa ténacité. Pour cela, des méthodes de dialogue essai/calcul ont été mises en place et font l'objet des deux chapitres suivants.

Chapitre 4

Identification du comportement d'interface par dialogue essai/calcul à température ambiante

Nous avons vu dans le chapitre 2 que l'essai de flexion 4 points était intéressant pour caractériser le comportement d'interface du système CMC/EBC. Dans le chapitre 3, la mesure des déplacements sur une face latérale des éprouvettes par CIN et stéréocorrélation globale a prouvé son efficacité pour suivre la cinématique et la fissuration au cours de l'essai. Ces deux aspects sont exploités dans cette partie dont l'objectif est d'identifier le comportement mécanique d'interface du système CMC/EBC et en particulier la ténacité interfaciale à température ambiante. Cette quantité d'intérêt est identifiée à une échelle « système » et non à l'échelle des constituants avec une approche macroscopique. L'identification de la ténacité d'interface est conduite grâce à un dialogue étroit entre les essais et les calculs. La méthode d'identification est expliquée et les résultats sont discutés dans un article en première partie de ce chapitre. Dans un second temps, la méthode développée est appliquée à des essais réalisés sur des éprouvettes vieilles afin d'étudier l'impact de l'environnement sur les propriétés d'interface du système. Dans un dernier temps, l'endommagement du CMC durant l'essai de flexion est pris en compte et son impact sur la ténacité d'interface est évalué.

Sommaire

4.1	Identification de la ténacité d'interface à température ambiante . . .	96
4.2	Comparaison de la méthode d'identification de la longueur de fissure proposée avec des méthodes par seuillage direct des champs cinématiques	117
4.2.1	Seuillage du saut de déplacement	117
4.2.2	Seuillage du résidu de corrélation	119
4.3	Compléments sur le calcul de la ténacité de l'interface	120
4.3.1	Intégrale J	120
4.3.2	Méthode VCCT et mixité de mode	121
4.3.3	Comparaison de la ténacité calculée sur le modèle global et local	123
4.4	Effet du vieillissement sur la ténacité d'interface	125
4.5	Prise en compte de l'endommagement du CMC	128
4.5.1	Présentation du modèle d'endommagement ODM	128

4.5.2	Prise en compte de l'endommagement du CMC dans le modèle local	129
4.5.3	Prise en compte de l'endommagement du CMC dans le modèle global	131
4.6	Bilan	134

4.1 Identification de la ténacité d'interface à température ambiante

Dans cet article, publié dans *Journal of the European Ceramic Society* [Bertrand *et al.*, 2024], la méthode d'exploitation des essais de flexion 4 points réalisés à température ambiante est présentée. Elle s'appuie sur un dialogue étroit entre les essais et les calculs en combinant la mesure de champs cinématiques par stéréocorrélation et des simulations EF des essais de flexion. Pour cela, le premier objectif a été d'identifier la longueur de fissure à l'interface. Étant donné que plusieurs fissures sont présentes, comme montré dans le chapitre 2, l'identification est réalisée sur un modèle dit « local » autour de chaque fissure de manière individuelle. Dans un second temps, nous souhaitons remonter à une énergie d'adhérence à l'interface. Pour cela, les simulations EF nous ont permis de calculer cette valeur numériquement en utilisant un modèle dit « global » pour lequel les éprouvettes de flexion sont prises en compte dans leur totalité. Les résultats sont présentés et discutés avec un point d'intérêt particulier sur la quantification des incertitudes à chaque étape de la méthode.

Determination of interfacial fracture energy of an environmental barrier coating on ceramic matrix composite substrate

Pierre BERTRAND^{a,b,c}, Cédric HUCHETTE^b, Thibaut ARCHER^b, Thomas VANDELLOS^a, François HILD^c

^a*Safran Ceramics, a technology platform of Safran Tech, Le Haillan, France*

^b*DMAS, ONERA, Université Paris-Saclay, Chatillon, France*

^c*Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS, LMPS–Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, Gif sur Yvette, France*

Abstract

The present work concerns the study of the interface fracture energy between a SiC/SiC Ceramic Matrix Composite (CMC) and an environmental barrier coating. Four-point flexural tests with no precrack were conducted. These tests enable for the stable propagation of two interfacial cracks. They were carried out at room temperature and were instrumented with visible light cameras. This instrumentation allowed for the analysis of the tests thanks to digital image correlation as well as comparisons between experimental and numerical results to locate crack tips and to calculate the interface fracture energy using numerical methods based on linear elastic fracture mechanics. The limits of the method as well as the uncertainties associated with the crack length and the the fracture energy were assessed.

Keywords: Ceramic Matrix Composite, Environmental Barrier Coating, interface fracture energy, digital image correlation, crack length

Introduction

Ceramic matrix composites (CMCs) are currently considered as an attractive option to design hot section components of next generation aircraft engines [1]. Their thermo-mechanical and physical properties at high temperatures and their low density provide increased performance under such extreme environments. In particular, silicon carbide (SiC) fiber-reinforced SiC matrices have shown good stability up to 1300 °C [2]. However, in the presence of water vapor, oxidation and rapid volatilization of the SiC surface occur [3]. Furthermore, the higher the temperature, the faster the kinetics of degradation [4]. To mitigate oxidation effects and extend lifetime [5], an Environmental Barrier Coating (EBC) is required. One of the main concerns regarding CMC/EBC systems is the adhesion between both constituents. The loss of adhesion may lead to spallation of the EBC from the substrate. A good adhesion is therefore essential to extend the lifetime of the system.

To characterize the adhesion of bi-material interfaces, several types of tests exist including tension [6, 7], compression [8, 9], shear loading [10, 11], indentation [12] and flexural [13, 14, 15, 16, 17, 18] tests. Among these tests, four-point flexure appears adapted to characterize the adhesion of stiff bi-materials. It was used, for instance, to quantify the adhesion between an aluminum alloy and a polymer layer [13], metallic

alloys and ceramic thermal barrier coating (TBC) [14, 15, 16] but also on CMC/EBC systems [17]. However, because of the small thickness of the coating [14, 15, 16, 17, 18], an additional plate stiffening layer on the coated surface is needed. This additional stiffening part increases the amount of elastic energy stored in the system and prevents multiple transverse cracking of the TBC or EBC from occurring. The stiffening part must be precracked in order to ensure delamination growth at the interface between the substrate and the coating. The control of the notch depth to induce crack initiation at the interface is challenging. Moreover, delamination growth may be unstable leading to an underestimation of the fracture energy [14, 18].

To avoid these limitations, a simplified flexural test is presented hereafter. The setup is based on a four-point flexural test with no stiffening counter plate and no machined notch. To ensure that delamination is located at the interface, the EBC layer is thicker than usual [14, 18]. This new geometry was used in a three-point flexural configuration [19] where Digital Image Correlation (DIC) was utilized to estimate the interface crack length, which is key to compute the interfacial fracture energy with Irwin-Kies compliance formula [20]. In the same idea, four-point flexural tests will be exploited using full-field measurements via stereocorrelation. Stereocorrelation is an extension of DIC that exploits images acquired by multiple (in this case two) cameras to analyze a common region of interest [21]. This technique allows in-plane and out-of-plane displacement fields to be measured. Full-field measurements have proven their usefulness for the identification of relevant parameters in solid mechanics [22]. A method is proposed herein to identify the crack length based on a comparison between experimental displacement fields and computed ones using finite element models. Such identification procedure has already been used to follow crack propagation and to estimate fracture mechanics parameters on refractory materials [23], titanium alloy [24], delamination on thermoset composites [25] and silicon carbides [26]. This method is performed on a local model (*i.e.* with dimensions corresponding to a zone of interest around the crack) to identify the crack lengths during the test and then validated on a global model (*i.e.* including the full specimen geometry) by comparing reaction forces between the experiment and the simulation. Since closed form solutions cannot be utilized due to non-symmetric propagation of two cracks [27, 28], a numerical technique based on a contour integral is used to calculate the interface fracture energy from the previously identified crack lengths.

In the following, after the description of the studied multilayer system, the instrumented four-point flexural test adapted to the characterization of the CMC/EBC interface fracture energy is presented. Stereocorrelation is used to measure the displacement fields and to follow crack propagation at the interface on a local Finite Element (FE) model. The method to identify the crack length is then validated on a global model. Last, the method to compute the interfacial fracture energy is described and the results are discussed.

Materials and experimental setup

Materials and specimen geometry

The tested specimen is a parallelepipedic (100 mm × 10 mm × 4.7 mm) multilayer system. The substrate is a 2.7 mm thick SiC/SiC composite. Then, a thin layer of bond coat, made of silicon (Si), and a thick layer (2 mm) of top coat, made of rare earth Yttrium disilicate (Y₂Si₂O₇, designated as YDS in the following), are added by thermal

spray on only one surface of the CMC substrate. The aim of the bond coat is to improve the chemical and mechanical compatibility between the ceramic coating and the substrate. During fabrication, a very thin layer of silica is formed by oxidation of silicon. The system is then heated in a furnace to stabilize the coating. This multilayer system is illustrated in Figure 1.

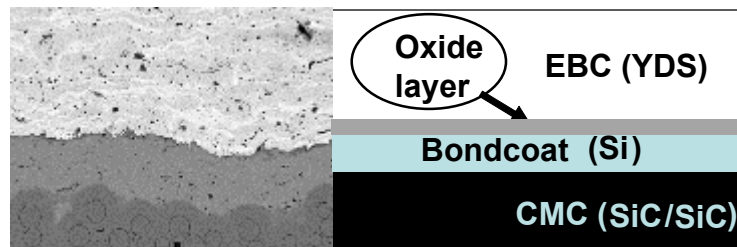


Figure 1: Studied multilayered system

As the thickness of the bondcoat is very small compared to the top coat ($40\times$), it is assumed that its effect on the macroscopic behavior is not significant. Hence, the bond coat is not considered in the following. Table 1 gathers the elastic mechanical properties of the substrate [29] and of the top coat layer.

Table 1: Elastic properties of both constituents

CMC		
E_{11}	E_{22}	275 GPa
	E_{33}	130 GPa
	G_{12}	96 GPa
	G_{13} G_{23}	87 GPa
Poisson's ratio ν		0.2
YDS		
	E	112 GPa
Poisson's ratio ν		0.22

Experimental setup and performed tests

The four-point flexural tests were performed on a servohydraulic Instron testing machine with a constant crosshead speed of 0.25 mm/min. The lateral faces of the sample were coarsely polished to eliminate the excess of EBC on the CMC surface. On one lateral side of the sample, a random speckle pattern was deposited using black paint on the YDS top coat and white paint on the CMC substrate. The tests were instrumented with two visible light cameras at an angle of 25° to acquire images at a frequency of 0.5 Hz. Two tridimensional calibration targets were positioned on the specimen top surface, in the camera field of view to calibrate the stereosystem using Eikotwin DIC software [30]. The testing machine and an example of images acquired during the test are shown in Figure 2.

The force/displacement curve is shown in Figure 3. Four different stages occurred: during the first stage, after a nonlinear response due to first contact of the rollers onto the specimen surface, a linear elastic response is observed during loading, no damage has occurred. During the second stage, a force plateau appears, corresponding to

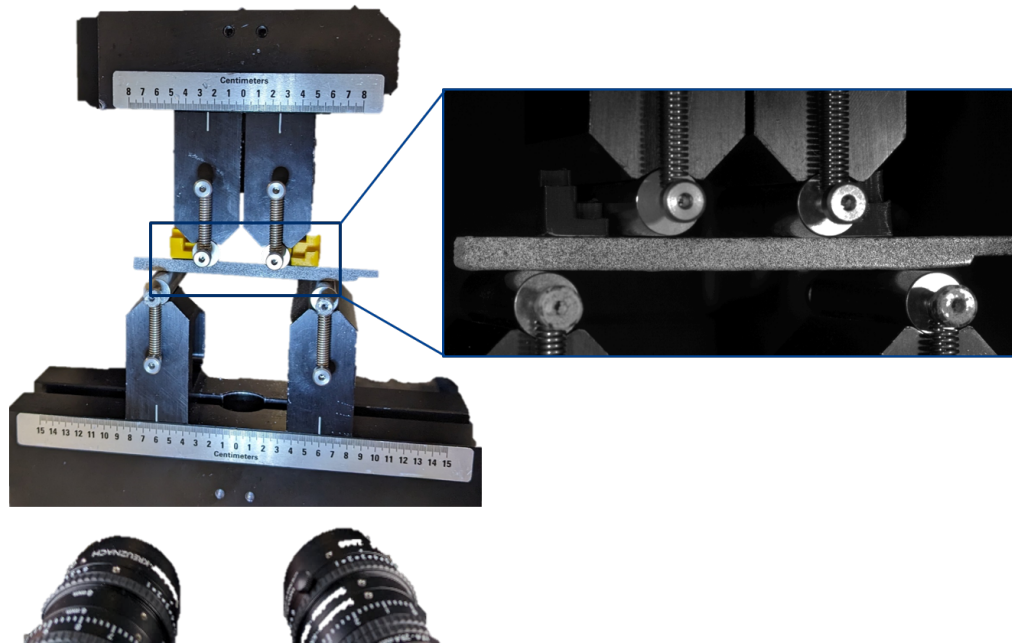


Figure 2: Flexural setup with its instrumentation

crack initiation at the surface of the YDS layer and its propagation through the top coat thickness. This propagation was unstable. Once the interface was reached, the crack bifurcated and two cracks propagated independently. During the third stage, both cracks propagated in a stable manner along the interface until the failure of the CMC substrate occurred (fourth stage). The stage of interest to characterize the interfacial fracture energy is the third one. The fracture energy of the EBC is of secondary interest in this paper. Before the third stage, the goal was to precrack the specimen to initiate cracks at the interface. Usually, this step is carried out in two separate procedures, first the specimen is precracked and then it is reloaded to have re-initiation of the already present cracks and their stable propagation [13, 14, 18]. In the present test, the procedure was conducted in one single step. The load drop observed between the first and second stage is representative of transverse EBC cracking.

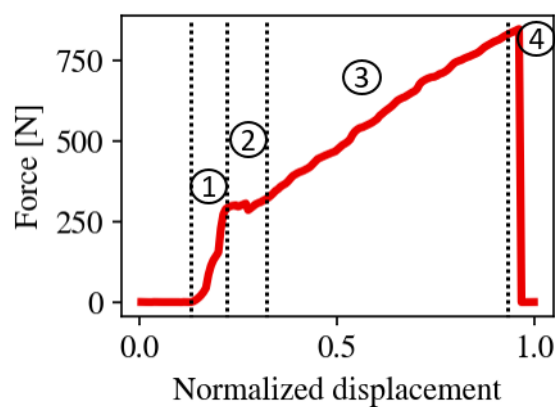


Figure 3: Force displacement curve of one four-point flexural test

Post mortem observations using Scanning Electron Microscopy (SEM) on the lat-

eral sides of the polished specimen showed the bifurcation of the crack at the interface (Figure 4(a)). The gray level residual field obtained via stereocorrelation (Figure 4(b)) confirms the location of the cracks at the interface during the test [31]. It is also observed that the propagation of the two interfacial cracks was not symmetric (Figure 4(b)). Thus, analytical formulas to evaluate the fracture energy based on a critical load are not used as the corresponding hypotheses are not verified [27]. It is worth noting that matrix damage was observed at the end of the third stage. This point will be addressed in Section c.

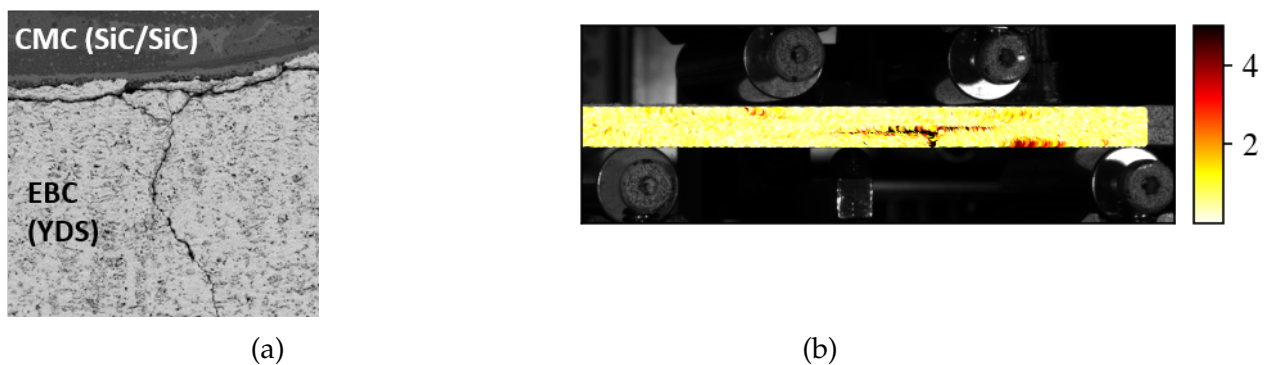


Figure 4: Illustration of crack bifurcation at the interface before final failure of the specimen via (a) SEM and (b) gray level residual field for a 750 N applied force.

The fractured surface of the specimen and spallation of the EBC are displayed in Figure 5. It is observed that the crack propagated between the DSY top coat and the Si bond coat. The crack path is rather tortuous along the specimen width. No preferential interface in the multilayered system is identified as the weakest entity where the cracks propagated. This tortuous path as well as microbranching of the interfacial cracks are shown in the SEM picture of Figure 4(a).

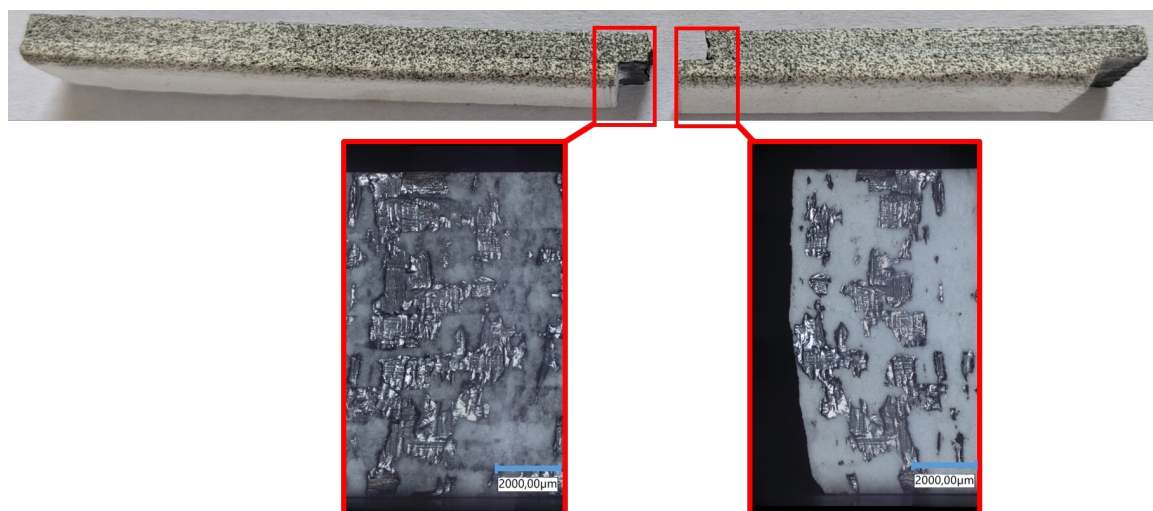


Figure 5: Fractured surface at the interface on the CMC and EBC sides.

Stereocorrelation

In this analysis, global FE based stereocorrelation [32] was used to compare experimental and simulated kinematic fields. The first step of the procedure to extract kinematic fields is the calibration of the two cameras. It is based on the pinhole camera model [33], which allows the 3D FE nodes to be projected onto 2D image planes of each camera c . This is achieved by determining the projection matrices $[M^c]$ [21].

First, a pre-calibration step was performed to initialize projection matrices using *Point and Perspective* (PnP) method [34]. 10 points were selected for each camera. This step was simplified by the presence of tridimensionnal calibration targets mentioned earlier, which gave access to characteristic points in different planes. Second, a fine tuning of the projection matrices was performed by identifying the camera parameters that minimize reprojection errors.

Once the calibration of both cameras was performed, global stereocorrelation was run to measure displacement fields over the whole lateral surface of the specimen [35]. This approach facilitates the transfer of measured displacement from experiments to simulations.

Description of the procedure and results

Methods to follow crack propagation via full-field measurements

Full-field measurements were first used to locate the crack path on the FE model, second, to isolate the left interface crack from the right one with two local models, third, to identify the crack length on the local models. As shown in Figure 4(b), the presence of cracks induced high gradients in the kinematic fields. Gray level residuals were used to locate the transverse cracks as shown in Figure 4(b).

It was assumed that the crack, which initiated in the top coat, was straight and perpendicular to the interface. Once the crack in the EBC is located, two local FE models are built, one for each interfacial crack from the transverse crack (*i.e.* one where the crack propagated to the right and the other to the left as shown in Figure 6).

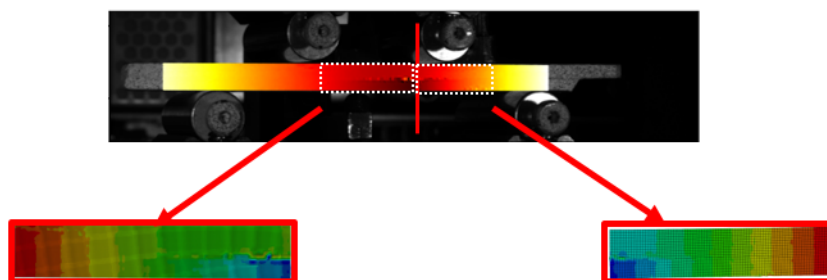


Figure 6: Local FE models to identify the crack lengths

Each model represents a part of the sample including its full thickness, starting at the transverse crack location and with a long enough length L_0 to contain the left (or right) interfacial crack length L ($L < L_0$) as shown in Figure 7. The FE analyses were performed using Abaqus Standard [36]. For the first model, an initial crack with length L was introduced in the mesh by node splitting. Boundary conditions corresponding

to the experimental displacement fields measured by stereocorrelation were applied on the exterior edges of the local model except for the free edges where no load was applied (Figure 7). The cost function to minimize

$$\chi^2(L) = \frac{1}{2N} \sum_{n=1}^N \left(\frac{(U_X^c(L) - U_X^e)^2 + (U_Y^c(L) - U_Y^e)^2}{\sigma_u^2} \right) \quad (1)$$

is written in terms of the difference between computed nodal displacements (U_X^c and U_Y^c), with X and Y respectively the horizontal and vertical directions, and experimental nodal displacements (U_X^e and U_Y^e) measured via stereocorrelation. N is the number of nodes used to evaluate the cost function and σ_u the standard uncertainty associated to experimental displacements. Then, the crack length L is increased by an incremental length and the cost function is computed again.

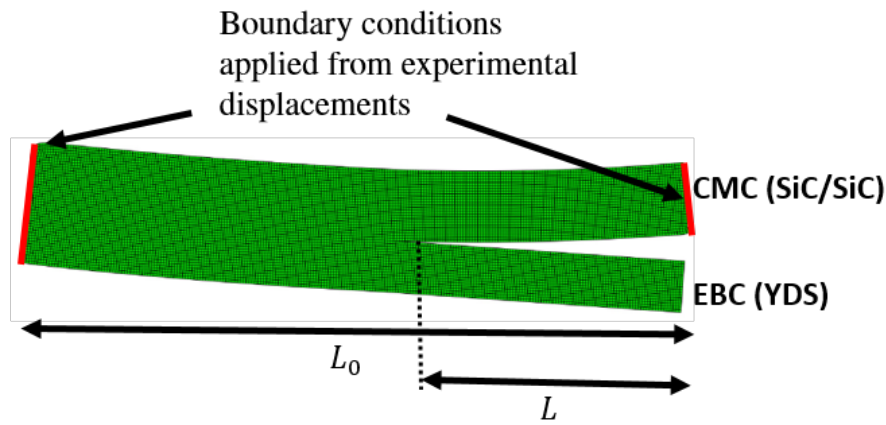


Figure 7: Local model to identify the crack length (example for the left crack)

The area close to the crack was not considered in the cost function not to take into account perturbations due to discontinuous fields. The crack length was increased by an increment of 100 μm until the minimum of the cost function was reached.

This method allows both cracks to be separated and to study them one by one. The mesh used in the simulations was refined in comparison to the measurement discretization to achieve a finer resolution for the detection of the crack tip. The mesh size used for the simulations was 0.1 mm. It is thus the minimal crack length variation over which the cost function was evaluated. To get a better resolution on the identified crack length, the cost function χ^2 was interpolated with a parabolic polynomial (Figure 8(a)).

The identified crack length corresponds to the minimum of the parabolic interpolation as shown in Figure 8(a). The evolution of both crack lengths is shown in Figure 8(b). The procedure is then repeated using nodal displacements measured via stereocorrelation on the next image. The same loop is performed on the other local model to identify the crack length on the other side of the transverse crack. With this procedure, the information on crack propagation is only provided on the surface. It is thus mandatory to make some assumptions when considering the width of the specimen. The shape and the length of the cracks were assumed to be the same through the width of the specimen. This strong assumption is discussed in the next section.

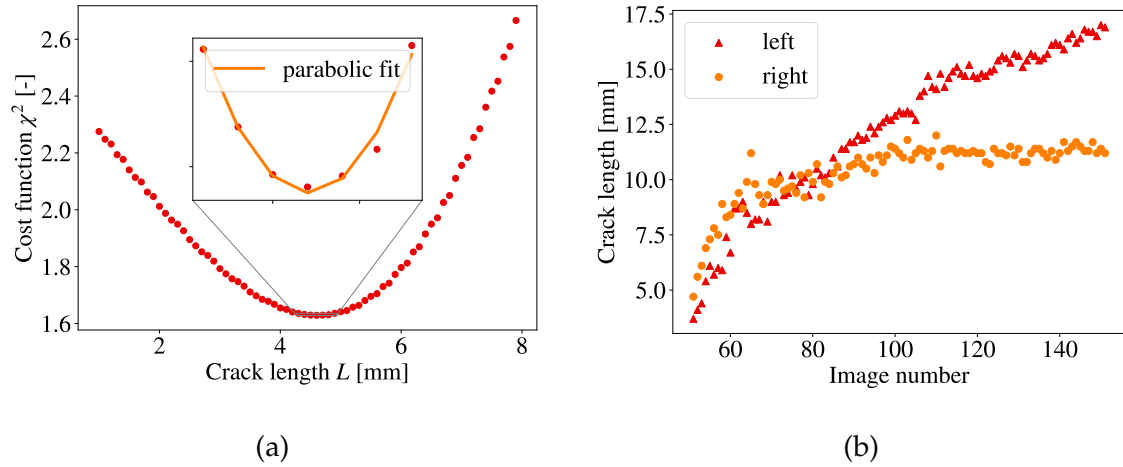


Figure 8: (a) Change of the cost function χ^2 as a function of the considered left crack length L . (b) Crack lengths identified using full-field measurements

Limit of the method to identify the crack length

The method developed to identify the crack length has been performed on two four-point flexural tests. As the identification procedure is based on experiment/simulation comparisons, the uncertainty level of the crack length is directly linked to those associated with the experimental displacement measurements. The standard uncertainty of the nodal displacement from the stereocorrelation measurement is $0.3 \mu\text{m}$. This value was obtained by performing stereocorrelations over 30 reference images (*i.e.* with no applied load). To assess the uncertainty of the sought crack length L , the kinematic sensitivities [37] of the measured data with respect to L are computed

$$\mathbf{S}_U(\mathbf{x}, L) = \frac{\partial \mathbf{U}^c(\mathbf{x}, L)}{\partial L} \quad (2)$$

where $\mathbf{U}^c(\mathbf{x}, L)$ is the computed nodal displacement. In practice, the sensitivities are computed via forward finite differences between a first simulation where the crack length is the one identified with the method previously described and a second simulation where the crack length is increased by 1% of the identified one. The sensitivities are gathered in a column vector $\left\{ \frac{\partial \mathbf{U}^c}{\partial L} \right\}$. It is now possible to compute the associated scalar Hessian H_{LL}

$$H_{LL} = \left\{ \frac{\partial \mathbf{U}^c}{\partial L} \right\}^T \left\{ \frac{\partial \mathbf{U}^c}{\partial L} \right\} \quad (3)$$

This quantity is used to determine the standard uncertainty of the crack length denoted σ_L . In this case the input data are considered unbiased, Gaussian and white [32]. Therefore the variance of the identified parameter is proportional to the inverse Hessian [38].

$$\sigma_L = \frac{\sigma_U}{\sqrt{H}} \quad (4)$$

In the present, a value of $1 \mu\text{m}$ was found.

In Section c, it was mentioned that measured boundary conditions were prescribed on the exterior edges. As the measured displacement has its own uncertainty, its contribution must be taken into account on the final value of the identified crack length L . The propagation of uncertainties was conducted by computing sensitivity vectors as

previously explained. In practice, for i nodes where experimental boundary conditions are prescribed, $2i$ simulations are run. For each simulation one nodal displacement prescribed as boundary condition was perturbed by 1 % of its initial values while the others remained equal to their initial value. The vertical and horizontal components are perturbed independently so two simulations are needed per node. The sensitivity vector (Equation (2)) becomes a rectangular matrix where each column is the sensitivity to one degree of freedom. The last column is the sensitivity associated with the crack length previously computed. As $\{\eta_U\}$ and $\{\eta_p\}$ respectively the uncertainties on the displacement fields and on the parameters p (*i.e.* boundary conditions and crack length) are related by

$$\{\eta_p\} = \left[[\mathbf{S}]^\top [\mathbf{S}] \right]^{-1} [\mathbf{S}]^\top \{\eta_U\} \quad (5)$$

To evaluate the uncertainty level on the crack length, the full covariance matrix associated to the parameters is needed

$$\left\langle \{\eta_p\} \{\eta_p\}^\top \right\rangle = \sigma_U^2 [\mathbf{H}] \quad (6)$$

because $\left\langle \{\eta_U\} \{\eta_U\}^\top \right\rangle = \sigma_U^2 [\mathbf{I}]$ and with

$$[\mathbf{H}] = [\mathbf{S}]^\top [\mathbf{S}] \quad (7)$$

where the diagonal terms are the autosensitivities where the correlations are not accounted for. The total variance of the crack length is [37]

$$\sigma_L^2 = \sigma_U^2 \sum_i \frac{V_{ki}^2}{D_{ii}} \quad (8)$$

where the matrix $[\mathbf{V}]$ gathers all column eigenvectors, and $[\mathbf{D}]$ is the diagonal matrix of eigenvalues of the Hessian matrix, k corresponds to the last column (or line) of the Hessian matrix, L being the last parameter considered to assemble the sensitivity matrix. The standard uncertainty of the crack length was equal to $30 \mu\text{m}$ with this approach. It is significantly higher than the $1 \mu\text{m}$ level reported without taking into account the boundary condition contributions on the crack length uncertainty. Yet, this uncertainty level is lower than what has been achieved with crack tip detection algorithms based on direct image processing [39] or convolutional neural networks [40]. Moreover, DIC has the advantage of acquiring kinematic information over a larger region of interest. Some studies proposed to identify the crack length based on the discontinuity in the kinematic fields computed via DIC and the uncertainty levels reported were significantly higher ($270 \mu\text{m}$) [41]. Moreover, there is a clear benefit of using this approach because it is mechanically based.

Validation of the method on a global model

The crack lengths previously identified are now used on a global model to compare the measured force by the load cell to the computed reaction forces. The global model includes cracking through the thickness of the EBC and along the interface. Boundary conditions from stereocorrelation are applied on four nodes corresponding to the contact points of the rollers onto the specimen (Figure 9). They are updated in accordance with the corresponding image (*i.e.* one simulation is run for each image).The

simulation is conducted in 2 dimensions with the assumption of plane strain states. It is worth mentioning that a strong hypothesis was made by considering that the crack lengths and the boundary conditions are identical through the width of the specimen. Such assumption has to be made considering that stereocorrelation gives surface information.

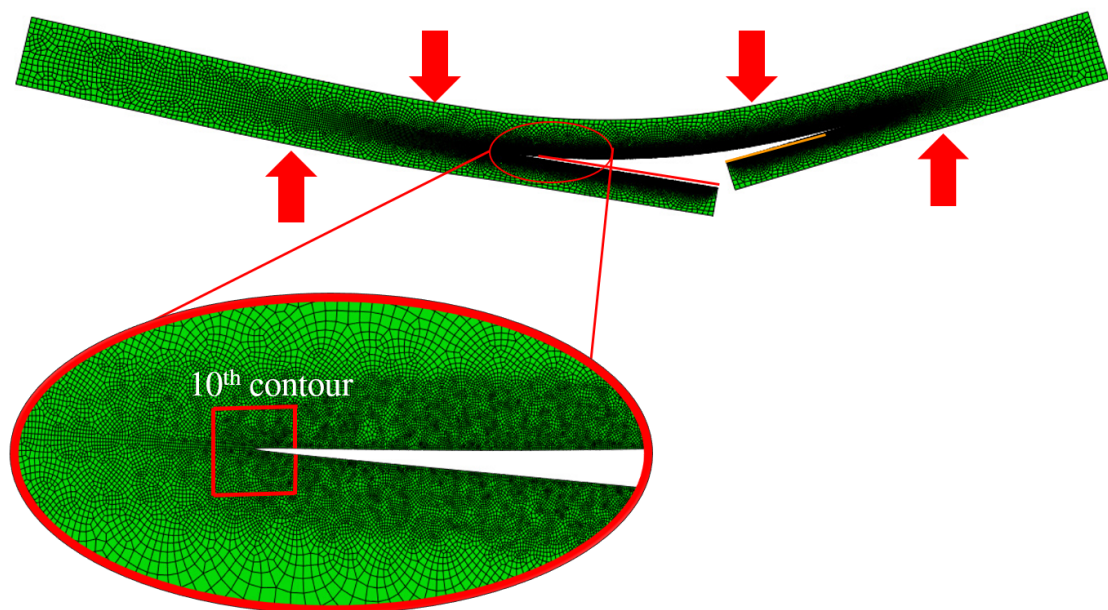


Figure 9: Global model with cracks and contour around the left crack tip used to evaluate J-integrals.

First, only the elastic stage is considered, the experimental force is compared with the sum of the vertical component of reaction forces extracted at the 2 nodes corresponding to the lower contact with the rollers. These quantities are extracted as post processing for each considered image. This pre-analysis allows for the validation of the model hypothesis (material properties, boundary conditions, 2D assumption).

The next analysis consists in introducing the cracks, identified by the procedure described in Section c in the global model to simulate the degradation of the global stiffness of the system. As for the local models, transverse and interfacial cracks are introduced by splitting the nodes in the mesh. Thus the simulation is still linear elastic. The comparison between experiment and simulation shows a very good correlation (Figure 10) until image 80. The loss of global stiffness is well described. After image 80 the simulated response starts to deviate from the experiment.

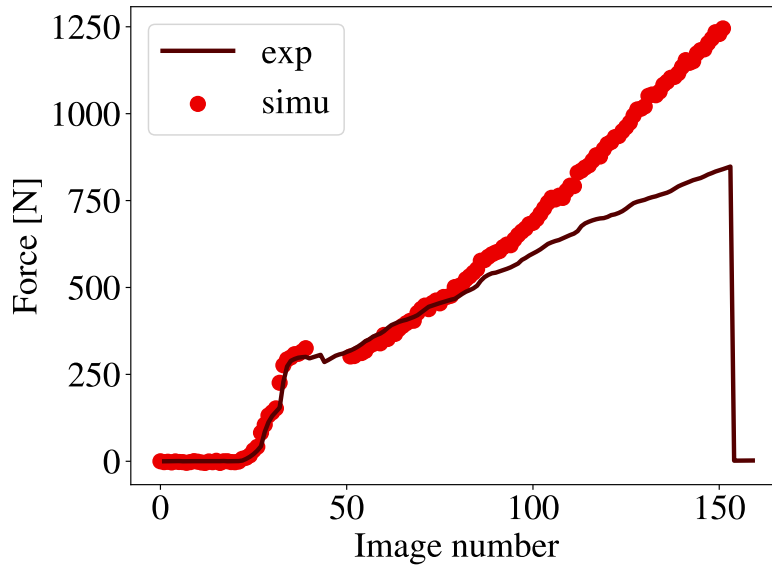


Figure 10: Comparison between simulated (simu) and experimental (exp) reaction forces.

Let us mention that this curve highlights the importance of using directly displacement fields computed via DIC as boundary conditions instead of “Ideal” boundary conditions (*i.e.* the displacement prescribed by the machine crosshead on the bottom rollers and no displacement of the top rollers) if one wants to minimize the gap between simulated response and experimental one. “ideal” boundary conditions result in a different force/displacement response as illustrated in Figure 11(b). That discrepancy is due to the fact that “ideal” boundary conditions do not take into account the displacement of the top rollers and the left/right side asymmetries as displayed in Figure 11(a).

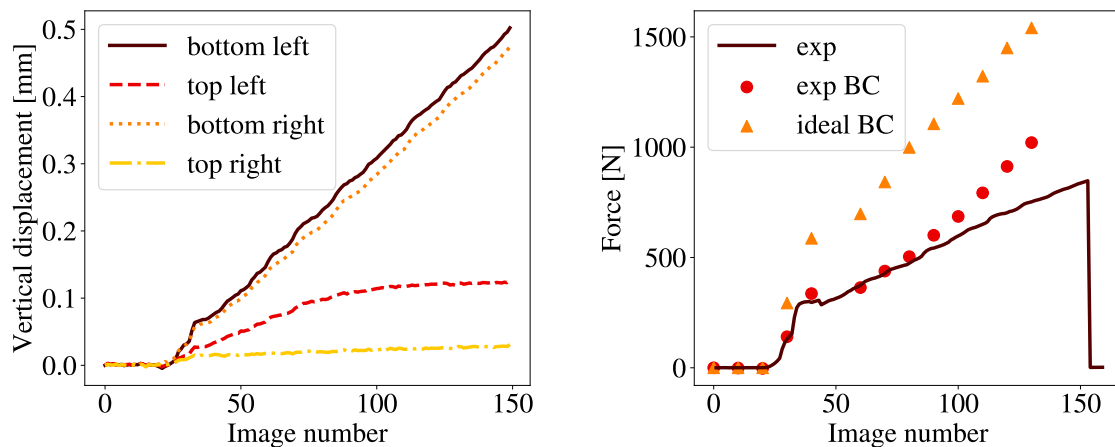


Figure 11: (a) Experimental displacement applied as boundary conditions on the four nodes corresponding to the rollers. (b) Comparison between reaction forces with “ideal” (ideal BC) and experimental (exp BC) boundary conditions with the experimental (exp) force.

This comparison allows us to validate the developed strategy to locate and identify the crack length via its effects on the kinematic fields using local FE models. Moreover the comparison between experiments and simulation for the global model (Figure 10) shows the limits of validity of this method. One may assume that after image 80 new dissipative phenomena appeared in addition to interface crack propagation, which are not taken into account in the global model (Figure 9). Among these phenomena, it is very likely that damage arose in the CMC substrate during the third stage in Figure 3 before its final failure. Some study performed on similar materials showed that as the SiC matrix of the substrate is brittle, microcracking occurs at very low tensile load [10]. In the four-point flexural test presented herein, the bottom part of the CMC is subjected to tensile stress, which is more important in the zone of debonding with the EBC. It is expected to have matrix microcracks in this zone, that is why the overall stiffness of the system is higher in simulations than in the experiment. This subject will be discussed in more details in Section c. For the moment, only the first images of the third stage (Figure 3), herein from images 50 to 80, were considered in the energy release rate computations presented hereafter.

Interfacial energy release rate

With the previously identified crack lengths, it is possible to compute the macroscopic fracture energy of the interface, in the sense that the bond coat is neglected as well as the roughness geometry of the interface. In the present case, the fracture energy corresponds to the critical energy release rate [42]. The critical energy release rate G_C was computed using an interaction integral (J-integral), which has been used for bimetals [43]. The J-integral allows for the computations of energy release rates for the prescribed boundary conditions. In the present case, as the cracks are propagating in a stable manner for the considered images, the J-integral gives access to the fracture energy G_C . The advantage of using such numerical technique is that the fracture energy G_C is computed individually around each interfacial crack, namely, the one propagating on the right and on the left. The evaluation of G_C was conducted after a stable crack propagation regime was established on both sides (*i.e.* after image 50 for both tests). It is worth mentioning that such method does not require the force or any unloading to compute the energy release rate. The force only serves to validate the approach as described in Section c. A preliminary study showed that the J-integral must be evaluated at least around 10 contours of elements around the crack tip to get a converged value of G_C . The 10th considered contour is illustrated in Figure 9. The mesh is refined around the crack tip to capture the stress singularity in this zone (Figure 9). G_C was computed on the global model previously used to validate the method.

Discussions

Evolution of the fracture energy

The fracture energy has been evaluated with the J-integral for two four-point flexural tests during the stable crack propagation phase at the interface. The change of G_C during the two tests is reported in Figure 12.

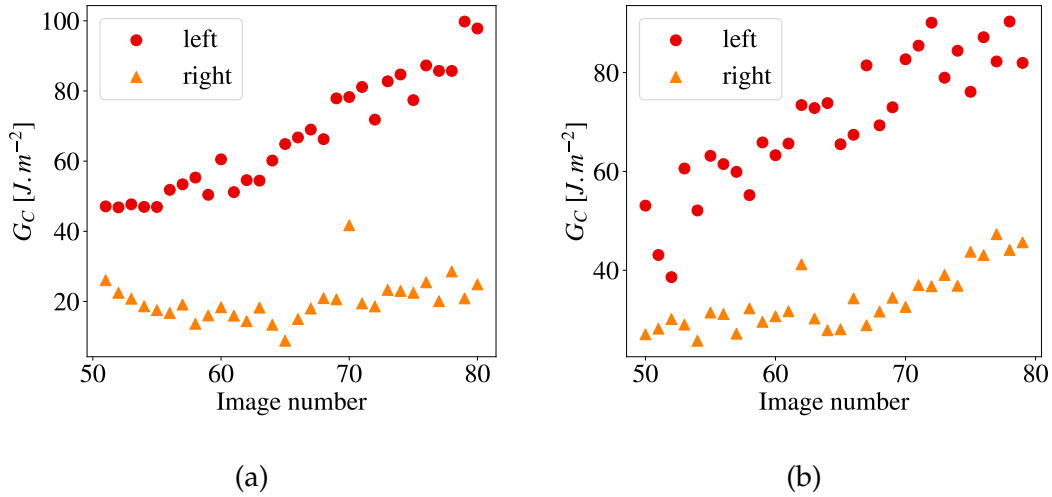


Figure 12: Evolution of G_C for (a) test 1 (b) test 2

As previously mentioned, only the part until image 80 is considered for the evaluation of G_C . For both tests, the simulation response deviated from the experimental response after image 80. There is a tendency of greater values of G_C when the crack length increases. This may be related to the change in mode mixity during crack propagation [44]. In the present case, the mode mixity α is defined as a ratio of the energy release rate in mode II G_{II} with respect to the total energy release rate

$$\alpha = \frac{G_{II}}{G_I + G_{II}} \quad (9)$$

where G_I and G_{II} components are evaluated using the Virtual Crack Closure Technique [45]. As for energy release rate evaluations with the J-integral, the VCCT is applied to the left and right cracks individually so that the mode mixity is evaluated for both cracks.

The ratio of the energy release rate in mode II G_{II} with respect to the total energy release rate is higher for the right crack for both tests. It ranges between 0.25 and 0.28 for the left crack and between 0.29 and 0.40 for the right crack (Figure 13).

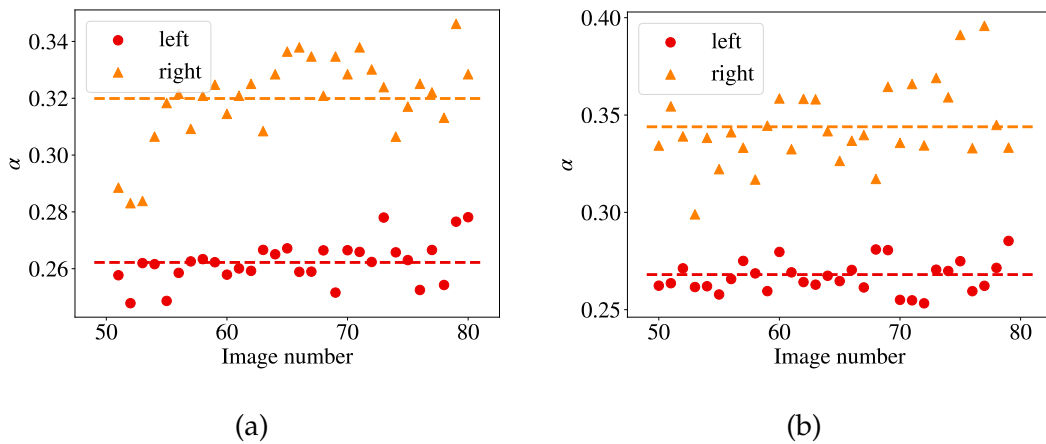


Figure 13: Evolution of α the ratio of the energy release rate in mode II G_{II} with respect to the total energy release rate for (a) test 1 (b) test 2

If each crack is considered separately, α is constant over the domain of propagation with the mean values of α being equal to 0.26 for the left crack for both tests and 0.32 (test1) and 0.34 (test2) for the right crack. Thus, the increase observed in Figure 12 was due to other phenomena. In particular as mentioned before, microcracking of the substrate may lead to an overestimation of the energy required to propagate the cracks. To analyze this phenomenon at a more local scale, maximum principal strain levels in the CMC were investigated on the global model (Figure 9). The evolution of maximum principal strain level in the CMC substrate is shown in Figure 14(a) between images 50 and 80. The zone where the maximum principal stress is the highest is located above the transverse crack in the EBC (Figure 14(b)). This region was subjected to the highest tensile stress that gives rise to matrix microcracking of the CMC substrate. In the literature, a study performed on a similar SiC/SiC CMC reported that non linearity of the stress/strain curve appeared at a level of 0.001 [29]. This threshold of principal strain is reached after image 60 for test 1 and after image 55 for test 2. Thus, the elastic assumption made in the FE simulation was valid only for the first images. For these images, before reaching the 0.001 threshold, G_C was constant (Figure 12(a)). After image 60, it starts to increase for test 1 and the same trend is observed for test 2 after image 55. This increase is due to the presence of microdamage in the CMC substrate. This microdamage does not have an impact on the macroscopic force (Figure 10) until image 80 for test 1.

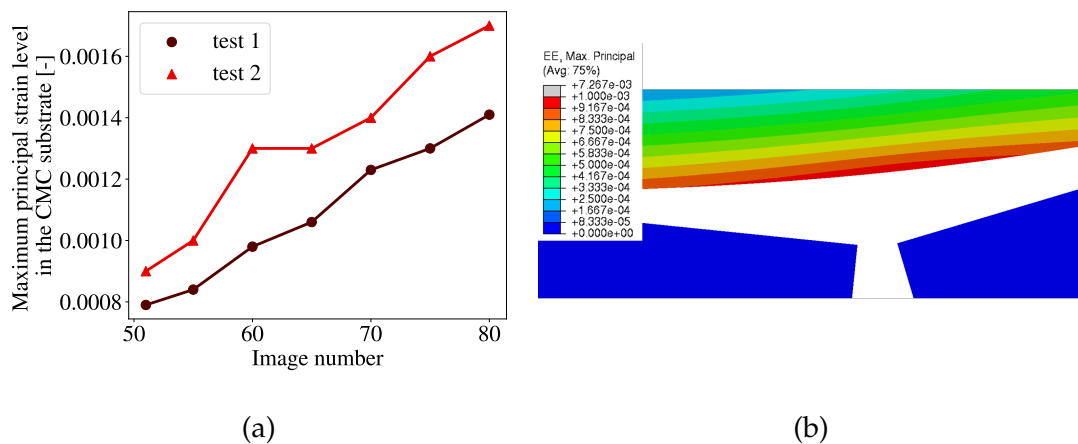


Figure 14: (a) Change of the maximum principal strain level in the CMC substrate for the two tests. (b) Maximum principal strain field around the transverse crack (image 80)

The mode mixity change does not explain the increase in fracture energy G_C with respect to the crack length. The mode mixity is slightly different between the cracks propagating on the left and on the right. However, it alone cannot explain such a difference in G_C values between the two sides. It is worth mentioning that, as shown in Figure 5, the crack at the interface is propagating between the Si bond coat and the DSY layer over the width of the specimen. Such an observation was made for the crack propagating to the right. Surface observations, on the lateral side of the specimen, showed a similar tortuous path for the crack propagating on the left. There is no major difference on the crack path location between left and right sides to explain G_C differences. A better understanding of such a gap may require an analysis at a smaller scale, such as the interface roughness. In the literature, the estimation of G_C at the

interface of CMC/EBC systems via flexural tests is not very common. Some values have been reported on the same system but after ageing the specimens, which means that the TGO thickness was higher and the interface was degraded, they range from 12 J m^{-2} to 20 J m^{-2} [18]. Those values were evaluated on 4-point flexural tests during which unstable propagation of the cracks was reported contrary to the present case for which stable propagation occurred. In the present study, a 4-point flexural configuration was chosen. However, in such a test, one has to deal with two interfacial cracks, which did not propagate symmetrically. To overcome this issue, a modified clamped beam geometry in flexure may be an interesting option since a single interfacial crack then propagates [46].

Impact of uncertainty sources on the fracture energy

To further analyze the uncertainty level associated with G_C , a sensitivity analysis is performed. Six parameters p are identified as sources of uncertainties on G_C , namely the four nodal displacements applied as boundary conditions on the four contact points and two crack lengths at the interface (right and left crack). The sensitivity of G_C with respect to these parameters was evaluated by computing the forward finite differences between the calibrated value of G_C (*i.e.* computed with initial parameters) and the perturbed value of G_C for which one of the 6 parameters is increased by 1% of its initial value (the other 5 parameters remain unperturbed). This procedure was repeated for all 6 parameters. The results are gathered in Table 2.

Table 2: Sensitivities of G_C associated to each parameter

Parameter	Sensitivity $\frac{\Delta G}{G_C}$ (%)
top right displacement	0.11
top left displacement	0.57
bottom right displacement	0.94
bottom left displacement	1.2
right crack length	0.07
left crack length	0.64

This analysis shows that the most sensitive parameters are the boundary conditions applied to the bottom nodes. The right crack has a negligible impact on the G_C value because in this example, G_C is computed for the left crack. The total uncertainty on G_C was computed with the differential of G_C

$$dG_C = \sum_p \frac{\partial G_C}{\partial p} \delta p \tag{10}$$

by taking the variance

$$\sigma_{G_C}^2 = \langle dG_C^2 \rangle = \sum_p \left(\frac{\partial G_C}{\partial p} \right)^2 \sigma_p^2 \tag{11}$$

gives the standard uncertainty σ_{G_C} on G_C . With the data reported in Table 2, the standard uncertainty on G_C is 0.5 J m^{-2} . The uncertainty level of G_C evaluated for the

right crack and the left crack are similar and varies from 0.2 J m^{-2} to 0.7 J m^{-2} . The uncertainty associated with the crack length does not have a strong impact on the final value.

Conclusion

A four-point flexural setup was successfully employed to initiate and propagate stable cracks at the interface between a CMC and its EBC. This test does not need the use of a counter plate or a machined precrack before the test. It is thus easier to prepare the specimen and put it in place in the testing machine.

Crack propagation along the interface was followed via FE based stereocorrelation, which was found very useful to compare displacement fields from experiments and finite element simulations. This comparison allowed the crack lengths to be identified during the test by their effect on the kinematic fields in the region of interest. This procedure was used to assess the crack length along the interface during the test with two local models in order to study both cracks separately. As the crack length identification was performed on a local model, the relevance and accuracy of this method was validated at a global scale taking into account the full specimen. Simulations were performed with inserted cracks in the mesh and the computed reaction forces were compared to the experimental measurements. This step highlighted the importance of applying boundary conditions from experimental displacements in order to reproduce the test kinematics in FE simulations. With the global simulation, a good correlation was observed with the experimental data, which validated the proposed method to identify the crack length up to a certain level where the two results started to deviate. This difference was attributed to a new dissipative phenomenon which corresponds to microdamage in the CMC substrate that was not taken into account in the simulations and gave the domain of validity of this method.

As soon as the crack tip position was determined, the critical energy release rate G_C was computed on the numerical model during crack propagation. The value of G_C was consistent with values found in the literature [18]. The value of G_C was influenced by uncertainties associated with the crack tip position and measured boundary conditions. The proposed method to identify the crack length and compute G_C permits to take into account these uncertainties and quantify their impact. Such method can be easily adapted to various loading conditions as long as a local model can be built around the crack without perturbations of the displacement field caused by the proximity with other cracks for instance. This method has been carried out on two flexural tests where only one transverse crack was present. However, in some cases, multiple transverse cracks initiated in the coating. In these cases, the transverse cracks bifurcated at the interface but the interfacial cracks did not propagate over a distance as long as in the cases where only one transverse crack was present. The local zones around each interfacial crack were very small because the cracks were close to each other. Hence the quantity of kinematic information used during the cost function evaluation was reduced.

Acknowledgements

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

Bibliography

- [1] E. Bouillon, Ceramic matrix composite behavior enhancement for gas turbines hot sections, Conference of NATO Science & Technology Organization, AVT-356 Research Symposium on Physics of Failure for Military Platform Critical Subsystems (2021).
- [2] J. DiCarlo, H. Yun, G. Morscher, R. Bhatt, SiC/SiC Composites for 1200°C and above, Handbook of Ceramic Composites (Dec. 2004).
- [3] K. L. More, P. F. Tortorelli, L. R. Walker, N. Miriyala, J. R. Price, M. van Roode, High-Temperature Stability of SiC-Based Composites in High-Water-Vapor-Pressure Environments, *Journal of the American Ceramic Society* 86 (8) (2003) 1272–1281.
- [4] E. J. Opila, J. L. Smialek, R. C. Robinson, D. S. Fox, N. S. Jacobson, SiC Recession Caused by SiO₂ Scale Volatility under Combustion Conditions: II, Thermodynamics and Gaseous-Diffusion Model, *Journal of the American Ceramic Society* 82 (7) (1999) 1826–1834.
- [5] K. N. Lee, Current status of environmental barrier coatings for Si-Based ceramics, *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 1–7.
- [6] M. P. K. Turunen, P. Marjamäki, M. Paajanen, J. Lahtinen, J. K. Kivilahti, Pull-off test in the assessment of adhesion at printed wiring board metallisation/epoxy interface, *Microelectronics Reliability* 44 (6) (2004) 993–1007.
- [7] T. Vandellos, M. Hautier, N. Carrere, C. Huchette, Development of a new fracture test to identify the critical energy release rate: The Tensile Flexure test on Notched Specimen, *Engineering Fracture Mechanics* 96 (2012) 641–655.
- [8] W. Zhu, L. Yang, J. W. Guo, Y. C. Zhou, C. Lu, Determination of interfacial adhesion energies of thermal barrier coatings by compression test combined with a cohesive zone finite element model, *International Journal of Plasticity* 64 (2015) 76–87.
- [9] S. V. Nair, H. E. Eaton, E. Y. Sun, Measurements of interface strength and toughness in shear of environmental barrier coatings on ceramic substrates at ambient and at elevated temperature, *Surface and Coatings Technology* 200 (18) (2006) 5175–5180.
- [10] Y. Aoki, J. Inoue, Y. Kagawa, K. Igashira, A simple method for measurement of shear delamination toughness in environmental barrier coatings, *Surface and Coatings Technology* 321 (2017) 213–218.

- [11] E. Kawai, H. Kakisawa, A. Kubo, N. Yamaguchi, T. Yokoi, T. Akatsu, S. Kitaoka, Y. Umeno, Crack Initiation Criteria in EBC under Thermal Stress, *Coatings* 9 (11) (2019) 697.
- [12] J. Yan, T. Leist, M. Bartsch, A. M. Karlsson, On cracks and delaminations of thermal barrier coatings due to indentation testing: Experimental investigations, *Acta Materialia* 56 (15) (2008) 4080–4090.
- [13] P. G. Charalambides, J. Lund, A. G. Evans, R. M. McMeeking, A Test Specimen for Determining the Fracture Resistance of Bimaterial Interfaces, *Journal of Applied Mechanics* 56 (1) (1989) 77–82.
- [14] I. Hofinger, M. Oechsner, H.-A. Bahr, M. V. Swain, Modified four-point bending specimen for determining the interface fracture energy for thin, brittle layers, *International Journal of Fracture* 92 (1998) 213–220.
- [15] Y. Zhao, A. Shinmi, X. Zhao, P. J. Withers, S. Van Boxel, N. Markocsan, P. Nylen, P. Xiao, Investigation of interfacial properties of atmospheric plasma sprayed thermal barrier coatings with four-point bending and computed tomography technique, *Surface and Coatings Technology* 206 (23) (2012) 4922–4929.
- [16] J.-R. Vaunois, M. Poulain, P. Kanouté, J.-L. Chaboche, Development of bending tests for near shear mode interfacial toughness measurement of EB-PVD thermal barrier coatings, *Engineering Fracture Mechanics* 171 (2017) 110–134.
- [17] B. T. Richards, D. Zhu, L. J. Ghosn, H. N. Wadley, Mechanical Properties of Air Plasma Sprayed Environmental Barrier Coating (EBC) Systems: Preliminary Assessments, in: *Developments in Strategic Ceramic Materials*, John Wiley & Sons, Ltd, 2015, pp. 219–237.
- [18] M. Fernandez, G. Couégnat, F. Rebillat, Relation entre oxydation et évolution de l'adhérence d'une barrière environnementale (in French), *Comptes Rendus des JNC 21 – Bordeaux INP* (2019).
- [19] Q. Zhu, W. He, J. Zhu, Y. Zhou, L. Chen, Investigation on interfacial fracture toughness of plasma-sprayed TBCs using a three-point bending method, *Surface and Coatings Technology* 353 (2018) 75–83.
- [20] G. Irwin, J. Kies, Critical energy rate analysis for fracture strength, *Weld J Res Suppl* 19 (1954) 193–195.
- [21] M. A. Sutton, J. J. Orteu, H. Schreier, *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements: Basic Concepts, Theory and Applications*, Springer Science & Business Media, 2009, google-Books-ID: AlkqMxpQMLsC.
- [22] M. Grediac, F. Hild, *Full-Field Measurements and Identification in Solid Mechanics*, John Wiley & Sons, 2012, google-Books-ID: JUawSvvgvkcC.
- [23] R. Vargas, J. Neggers, R. B. Canto, J. A. Rodrigues, F. Hild, Comparison of two full-field identification methods for the wedge splitting test on a refractory, *Journal of the European Ceramic Society* 38 (16) (2018) 5569–5579.

- [24] F. Mathieu, F. Hild, S. Roux, Identification of a crack propagation law by digital image correlation, *International Journal of Fatigue* 36 (1) (2012) 146–154.
- [25] F. Mathieu, P. Aimedieu, J.-M. Guimard, F. Hild, Identification of interlaminar fracture properties of a composite laminate using local full-field kinematic measurements and finite element simulations, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 49 (2013) 203–213.
- [26] P. Forquin, L. Rota, Y. Charles, F. Hild, A method to determine the macroscopic toughness scatter of brittle materials, *International Journal of Fracture* 125 (1) (2004) 171–187.
- [27] P. G. Charalambides, H. C. Cao, J. Lund, A. G. Evans, Development of a test method for measuring the mixed mode fracture resistance of bimaterial interfaces, *Mechanics of Materials* 8 (4) (1990) 269–283.
- [28] J. Hutchinson, Z. Suo, Mixed mode cracking in layered materials, *Advances in applied mechanics* 29 (1992) 193–195.
- [29] Y. Gowayed, G. Ojard, R. Miller, U. Santhosh, J. Ahmad, R. John, Correlation of elastic properties of melt infiltrated SiC/SiC composites to in situ properties of constituent phases, *Composites Science and Technology* 70 (3) (2010) 435–441.
- [30] Team, Eikosim, Etalonnage d’une caméra : principes et procédures, EikoSim-<https://eikosim.com/articles-techniques/etalonnage-camera-principes-et-procedures> (Mar. 2021).
- [31] Y. Chi, W. Zhao, B. Pan, Gray level residual field: an effective metric for pixel-wise matching quality evaluation in local digital image correlation, *Measurement Science and Technology* 34 (7) (2023) 075018, publisher: IOP Publishing.
- [32] F. Hild, S. Roux, Comparison of Local and Global Approaches to Digital Image Correlation, *Experimental Mechanics* 52 (9) (2012) 1503–1519.
- [33] O. Faugeras, *Three-dimensional computer vision: a geometric viewpoint*, MIT Press, Cambridge, Mass, 1993, open Library ID: OL1401278M.
- [34] V. Lepetit, F. Moreno-Noguer, P. Fua, EPnP: An Accurate $O(n)$ Solution to the PnP Problem, *International Journal of Computer Vision* 81 (2) (2009) 155–166.
- [35] F. Hild, S. Roux, Digital Image Correlation: from Displacement Measurement to Identification of Elastic Properties – a Review, *Strain* 42 (2) (2006) 69–80.
- [36] D. S. help 3DS, Simulia user assistance 2022, <https://www.3ds.com/support/documentation/user-guides> (2022).
- [37] 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* 55 (2015) 2–16.
- [38] S. Roux, F. Hild, Comprehensive full-field measurements via digital image correlation, *Preprint* 56 (15) (2023) 4080–4090.

- [39] H. L. Gao, S. S. Shen, Y. Yun, Fatigue Crack Length Real Time Measurement Method Based on Camera Automatically Tracking and Positioning, *Applied Mechanics and Materials* 130-134 (2012) 3111–3118.
- [40] C. Brooks, N. Rajic, Automated visual tracking of crack growth in coupon and component level fatigue testing using thermoelastic stress analysis, *International Journal of Fatigue* 163 (2022) 107037.
- [41] B. V. Farahani, F. Direito, P. J. Sousa, P. J. Tavares, V. Infante, P. P. M. G. Moreira, Crack tip monitoring by multiscale optical experimental techniques, *International Journal of Fatigue* 155 (2022) 106610.
- [42] A. Griffith, *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*, Royal Society of London, 1921.
- [43] C. F. Shih, Cracks on bimaterial interfaces: elasticity and plasticity aspects, *Materials Science and Engineering: A* 143 (1) (1991) 77–90.
- [44] A. G. Evans, M. Rühle, B. J. Dalgleish, P. G. Charalambides, The fracture energy of bimaterial interfaces, *Metallurgical Transactions A* 21 (9) (1990) 2419–2429.
- [45] R. Krueger, Virtual crack closure technique: History, approach, and applications, *Applied Mechanics Reviews* 57 (2) (2004) 109–143.
- [46] A. K. Mishra, S. Abbas, D. Srinivasan, S. Sampath, B. N. Jaya, Novel, high throughput interface fracture testing method for thermal spray coatings: The modified cantilever bend technique, *Journal of the European Ceramic Society* 44 (12) (2024) 7285–7295.

Cette analyse nous a permis d'identifier une énergie d'adhérence macroscopique du système CMC/EBC. En s'appuyant sur le dialogue essai/calcul, l'idée était de mettre en place des simulations les plus fidèles possibles aux essais. Cependant, la méthode d'exploitation des essais décrite dans l'article 4.1 est relativement coûteuse et complexe à mettre en place. Elle nécessite notamment un nombre important de simulations EF, en particulier, pour l'étape d'identification de la longueur de fissure. Afin de simplifier la méthode, dans un souci de gain de temps et pour répondre aux exigences industrielles, d'autres méthodes basées sur un seuillage direct des champs mesurés par stéréocorrélation ont été explorées.

4.2 Comparaison de la méthode d'identification de la longueur de fissure proposée avec des méthodes par seuillage direct des champs cinématiques

4.2.1 Seuillage du saut de déplacement

Comme cela a été montré dans le chapitre 2, la présence d'une fissure induit une discontinuité de la matière ce qui se traduit par la présence de gradients élevés sur les champs cinématiques. Il est alors possible d'estimer la position de la pointe de fissure en suivant cette discontinuité notamment par des méthodes de seuillage sur les champs de déplacements ou de déformations. Cette approche est largement utilisée dans la littérature pour suivre la propagation de fissures à partir des données issues de la CIN [Grégoire, 2008; Feld-Payet *et al.*, 2020; Chi *et al.*, 2023]. L'inconvénient de cette méthode est de devoir définir une valeur seuil à partir de laquelle la zone est considérée fissurée, à la différence de la méthode d'identification de la longueur de fissure présentée dans l'article 4.1. Pour cela, l'analyse est basée sur le saut de déplacement des lèvres de fissure appelé par la suite COD pour « Crack Opening Displacement ». Le COD est déterminé par la différence sur les valeurs de déplacement nodaux verticaux UY entre 2 lignes horizontales de part et d'autre de la fissure comme illustré sur la Figure 4.1. Un seuil est défini sur cette différence. La pointe de fissure correspond à la première coordonnée horizontale X pour laquelle la valeur seuil est dépassée.

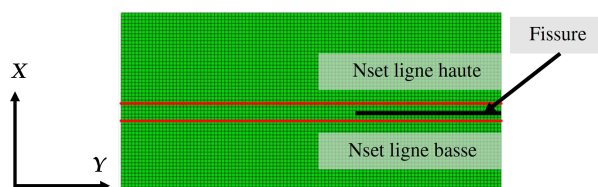


FIGURE 4.1 – Lignes de nœuds situées de part et d'autre de la fissure pour évaluer le COD.

Afin de comparer cette méthode de seuillage avec celle décrite dans l'article 4.1, nous considérons la fissure à l'interface de l'essai 1 qui se propage vers la gauche. Plusieurs valeurs seuils sont testées sur le COD, elles sont regroupées dans le tableau 4.1. Les longueurs de fissure associées à chaque valeur seuil sont rapportées pour l'image 80. Pour cette image, la longueur de fissure identifiée par la méthode de dialogue essai/calcul est de 9.8 mm. Nous constatons que pour un COD compris entre 0.1 mm et 0.005 mm les longueurs de fissure identifiées vont de 0 mm à 10.4 mm sur l'image 80.

La longueur de fissure identifiée avec la méthode de dialogue essai/calcul est comprise dans cet intervalle. Ces différences soulignent l'importance du choix de la valeur seuil.

Valeur seuil sur le COD [mm]	Longueur de fissure identifiée [mm]
0.1	0 ± 0.1
0.05	3.4 ± 0.1
0.01	9.6 ± 0.1
0.005	10.4 ± 0.1

TABLEAU 4.1 – Longueur de fissure identifiée pour différentes valeurs seuil sur le COD sur l'image 80 de l'essai pour la fissure se propageant vers la gauche.

Cette procédure est répétée sur toutes les images. Les évolutions des longueurs de fissure pour les différentes valeurs seuils en fonction des images sont illustrées Figure 4.2 et comparées avec les données précédemment évaluées par dialogue essai/calcul dans l'article 4.1.

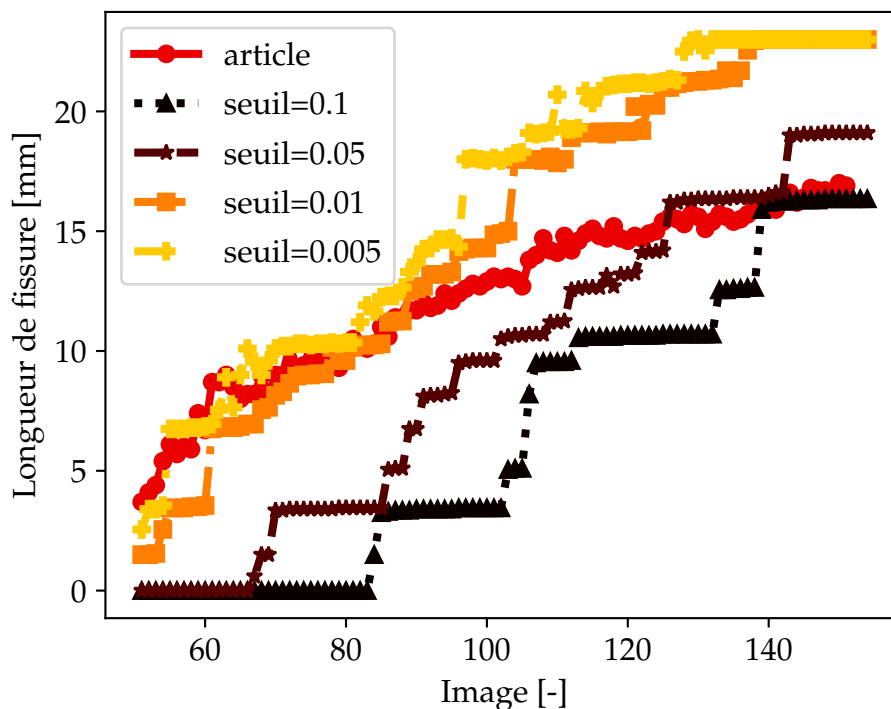


FIGURE 4.2 – Comparaison des longueurs de fissure identifiées pour différentes valeur seuil avec la longueur de fissure donnée dans l'article 4.1.

Il ressort de cette comparaison que la valeur seuil qui donne une longueur de fissure équivalente à la méthode de dialogue essai/calcul évolue avec les images. Pour une petite longueur de fissure, le seuil doit être relativement faible alors que pour les longueurs de fissure plus grandes, le seuil doit être augmenté.

4.2.2 Seuillage du résidu de corrélation

La présence de fissures se traduit également par une augmentation du résidu de corrélation comme cela a pu être mis en évidence dans la partie 3.3.2 (Figure 3.7). Une étude a donc été menée sur un seuillage de ce champ de résidu afin de déterminer la position de la pointe de fissure. Pour cela, différentes valeurs seuils sont définies. Une première approche consisterait à définir une valeur seuil et appliquer cette même valeur pour toutes les images. Cependant, le niveau de résidu moyen augmente avec les images (et donc avec la charge appliquée). Il a été décidé de définir la valeur seuil indépendamment d'une image à l'autre. Pour cela, le résidu moyen en niveau de gris est calculé pour chaque image sur toute la surface de l'éprouvette considérée pour la mesure par stéréocorrélation et il est multiplié par un facteur. La multiplication de ces deux termes donne la valeur seuil finale. Les longueurs de fissure associées à chaque facteur sur le résidu de corrélation sont rapportées pour l'image 80 dans le tableau 4.2.

Facteur appliqué sur la moyenne du résidu donnant la valeur seuil	Valeur seuil [GL]	Longueur de fissure identifiée [mm]
5	3.0	8.6
6	3.6	8.4
7	4.2	7.7
8	4.8	7.1

TABLEAU 4.2 – Longueur de fissure identifiée pour différents coefficients appliqués sur le résidu en niveau de gris moyen permettant de donner une valeur seuil en considérant l'image 80 de l'essai pour la fissure se propageant vers la gauche.

L'évolution de la longueur de fissure en seuillant le résidu de corrélation pour toutes les images considérées est reportée sur la Figure 4.3 et comparée avec la longueur de fissure obtenue par dialogue essai/calcul.

Une fois encore, la dépendance de la longueur de fissure à la valeur seuil est clairement visible. Pour les premières images jusqu'à l'image 100, la longueur de fissure donnée par le seuillage du résidu est systématiquement plus faible que celle donnée par la méthode de dialogue essai/calcul. Si le facteur est encore abaissé, à une valeur de 4 par exemple, les longueurs de fissure identifiées pour les premières images est de l'ordre de grandeur de 40 mm, cette valeur qui est largement supérieure à celle donnée dans l'article 4.1 montre que la valeur seuil choisie n'est plus sensible à la présence de la fissure mais est dans le bruit d'acquisition.

Il ressort de ces analyses que des méthodes plus simples de seuillage de champs cinématiques ou du résidu de corrélation permettent d'obtenir une longueur de fissure équivalente à celle obtenue par la méthode plus complexe décrite dans l'article 4.1, à condition d'adapter la valeur seuil choisie en fonction du chargement imposé. Le choix de cette valeur seuil conditionne grandement la longueur de fissure identifiée. C'est donc l'intérêt de la méthode de dialogue essai/calcul développée qui est mis en avant. Une des différences majeures observée en comparant ces méthodes est que le ralentissement de la croissance de la fissure après l'image 120 et sa stabilisation ne

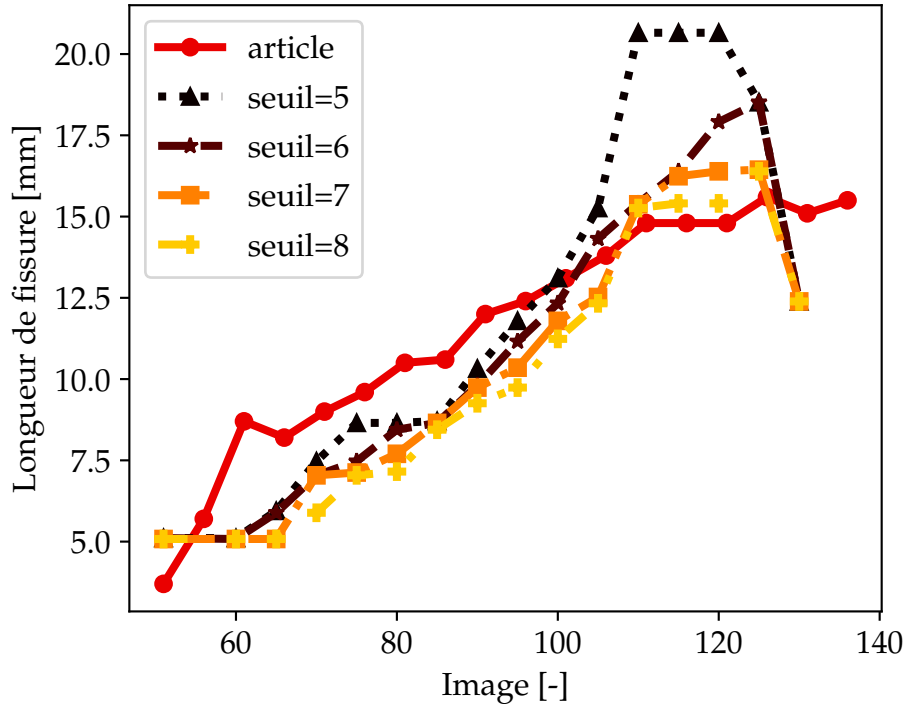


FIGURE 4.3 – Comparaison des longueurs de fissure identifiées pour différentes valeurs seuil sur le résidu de corrélation avec la longueur de fissure donnée dans l'article 4.1.

sont pas forcément bien captés avec la méthode de seuillage du COD, elle l'est plus avec le seuillage du résidu et encore plus avec la méthode décrite dans l'article 4.1. Le seuillage du résidu en niveau de gris est peu adapté pour l'identification des longueurs de fissure pour les premières images (fissures relativement courtes).

4.3 Compléments sur le calcul de la ténacité de l'interface

4.3.1 Intégrale J

Comme cela a été précisé dans l'article 4.1, l'utilisation de méthodes analytiques pour le calcul de la ténacité d'interface G_C est rendue compliquée dans notre configuration d'essai et des hypothèses trop fortes doivent être faites pour se placer dans les conditions décrites par Charalambides *et al.* [1990]. Le choix de la méthode de calcul de la ténacité d'interface s'est donc porté sur une méthode numérique, avec une intégrale de contour (intégrale J) telle qu'implémentée dans le solveur EF Abaqus [Simulia, 2022]. Le principe de cette méthode a été décrit dans la partie 1.4.2. L'intégrale J est couramment utilisée en mécanique de la rupture pour les réponses des matériaux linéaires et non linéaires. Cette méthode est particulièrement attrayante car elle est simple à utiliser, n'ajoute que peu de coût à l'analyse, et offre une excellente précision, même avec des maillages assez grossiers. Toutefois, sa précision dépend du nombre de contours définis autour de la pointe de fissure sur lesquels l'intégrale J est évaluée. Le premier contour correspond aux éléments dont l'un des nœuds correspond à la pointe de fissure, le deuxième contour correspond aux éléments adjacents aux premiers et ainsi de suite. Dans l'article 4.1, il est précisé que l'intégrale J est évaluée sur 10 contours, ce

qui correspond à une valeur convergée du taux de restitution d'énergie. Une analyse préliminaire a été menée sur l'évaluation de J en fonction du nombre de contours. Un exemple sur la fissure se propageant vers la gauche dans l'essai 1 (article 4.1) pour l'image 80 est illustrée Figure 4.4. La valeur de J est normée par rapport à la valeur évaluée sur le quinzième contour. Il ressort de cette analyse préliminaire que J n'évolue plus à partir du neuvième contour, nous conservons donc 10 contours pour évaluer l'intégrale J .

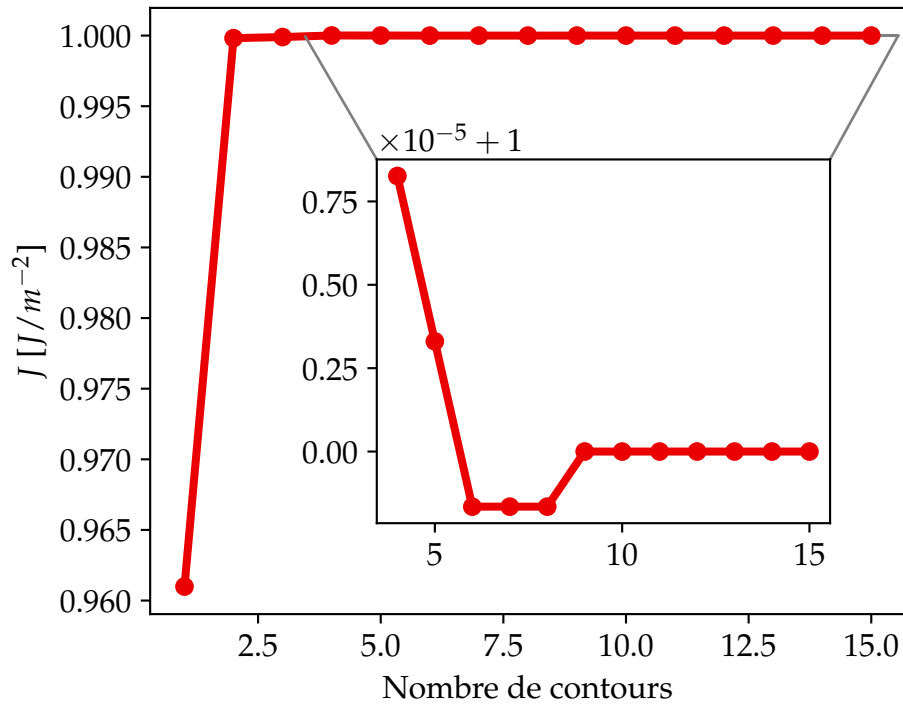


FIGURE 4.4 – Evolution de J en fonction du nombre de contours d'évaluation, une valeur convergée est obtenue après 9 contours, on retiendra 10 pour le calcul de J .

Cependant, cette méthode ne permet pas de différencier les composantes du taux de restitution d'énergie en mode I, G_I , et en mode II, G_{II} . Il est possible d'extraire les composantes de facteur d'intensité de contraintes en mode I, K_I , et en mode II, K_{II} mais en présence d'un bimatériau et avec l'anisotropie du CMC, il est difficile de relier K à G ; c'est pourquoi la méthode VCCT a été employée pour évaluer la mixité de mode α .

4.3.2 Méthode VCCT et mixité de mode

Le principe de la méthode VCCT est expliqué dans la partie 1.4.2. Cette méthode basée sur la MELR, comme l'intégrale J , permet de calculer une composante du taux de restitution d'énergie en mode I et en mode II dans nos simulations EF en 2 dimensions. La méthode VCCT est implémentée comme une interaction de contact de type surface-à-surface de part et d'autre du chemin de fissuration qui doit donc être connu au préalable dans le code de calcul Abaqus. Il s'agit donc de la version MVCCT qui évalue en une seule phase cette mixité de mode Buchholz *et al.* [1988]. Dans notre cas, la surface « maître » est définie du côté CMC et la surface « esclave » du côté EBC. La région initialement liée définit une partie de la surface esclave qui est confondue avec la

surface maître. La partie non liée de la surface esclave se comporte comme une surface de contact normale, sa longueur est définie suivant la longueur de fissure préalablement identifiée par dialogue essai/calcul. Afin d'éviter les problèmes de convergence en raison du contact entre les deux surfaces, la surface maître est maillée grossièrement. La taille de maille retenue est de 0.5 mm avec un maillage régulier, quadratique et des éléments quadrangles (CPE8). La taille de maille du côté de la surface esclave est un paramètre important qui définit notamment la proportion de G attribuée au mode I et au mode II. Cette dépendance de la mixité de mode à la taille de maille dans le cas d'un calcul de taux de restitution d'énergie sur bi-matériaux est un phénomène bien connu [Krueger, 2004; Eder et Bitsche, 2015; Li *et al.*, 2023]. Dans le cas d'un monomatériau, en approchant de la pointe de fissure, les contraintes normales et de cisaillement tendent toutes deux vers l'infini, bien que leur rapport reste constant, ce qui rend la mixité de mode unique. Cependant, les contraintes et les déplacements près de la pointe des fissures situées dans les interfaces bimatières isotropes élastiques oscillent. Les solutions analytiques montrent que l'amplitude et la fréquence de ces oscillations augmentent en approchant de la pointe de fissure. Ces oscillations sont causées par la discontinuité des matériaux (différence de propriétés), qui coexiste avec la discontinuité géométrique causée par une fissure [Williams, 1959; Rice et Sih, 1965].

Afin de prendre en compte cette dépendance de la mixité de mode à la taille de maille, il a été vérifié, dans un premier temps que le taux de restitution d'énergie calculé avec la VCCT est identique à celui calculé avec l'intégrale J pour plusieurs tailles de mailles. Trois tailles pour la surface de l'EBC sont considérées, 0.001 mm, 0.005 mm et 0.01 mm. Les valeurs de G calculées avec la VCCT pour les trois tailles de mailles sont mises en regard de l'évolution de G donnée par l'intégrale J (Figure 4.5).

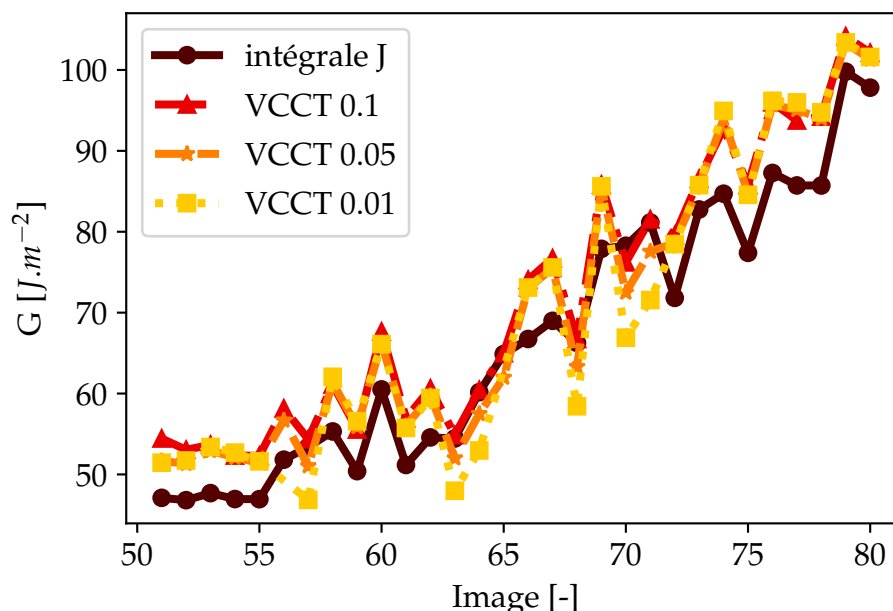


FIGURE 4.5 – Evolution des valeurs de G calculées avec l'intégrale J et la méthode VCCT pour trois tailles de maille.

Les trois maillages donnent des valeurs de G cohérentes avec celles données par l'intégrale J . Cette comparaison accroît la confiance que nous pouvons avoir dans les

valeurs de G calculées numériquement. L'influence de la taille de maille sur la mixité de mode définie par

$$\alpha = \frac{G_{II}}{G_I + G_{II}} \quad (4.1)$$

est illustrée sur la Figure 4.6.

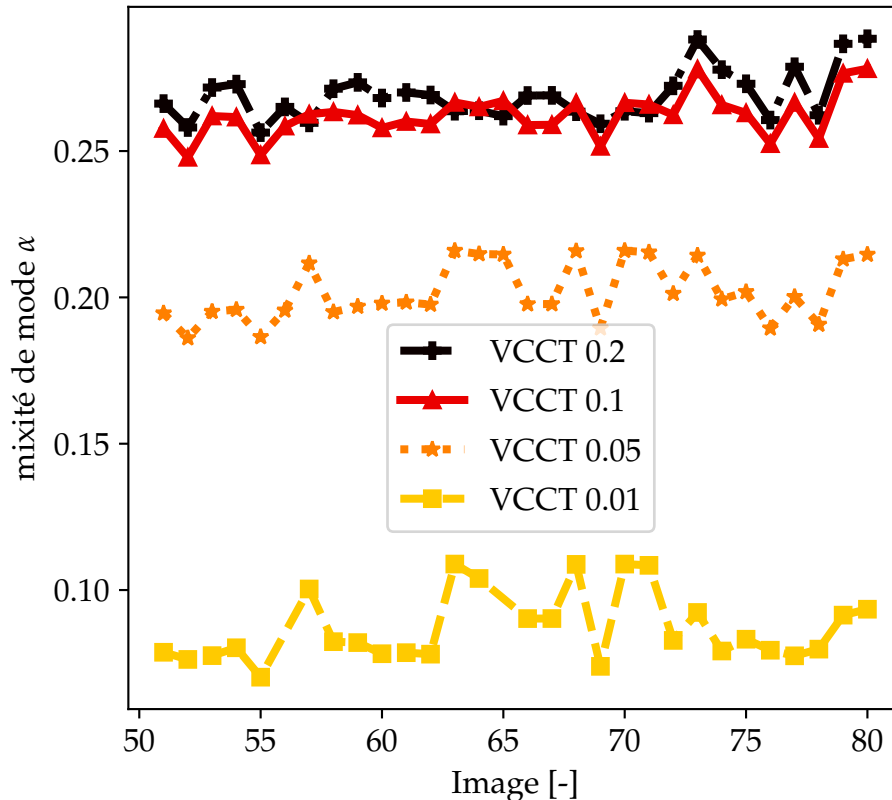


FIGURE 4.6 – Evolution de la mixité de mode en fonction de la taille de maille

Cette courbe montre que la mixité de mode reste constante au cours de la propagation quelle que soit la taille de maille. En revanche les mixités de mode sont très différentes d'une taille de maille à l'autre, entre 0.25 pour une taille de maille de 0.1 mm et 0.09 pour une taille de maille de 0.01 mm. On observe une mixité de mode constante à partir de la taille de maille de 0.1 mm. Dans l'article 4.1, une taille de maille de 0.1 mm a été utilisée pour évaluer α .

4.3.3 Comparaison de la ténacité calculée sur le modèle global et local

Il a été précisé dans l'article 4.1 que deux types de modèles sont utilisés dans l'analyse de la fissuration de l'interface par dialogue essai/calcul. Le modèle local est utilisé pour identifier la longueur de fissure alors que le modèle global est utilisé pour valider la longueur de fissure sur la réponse macroscopique du système CMC/EBC. C'est aussi sur le modèle global que le taux de restitution d'énergie G est évalué. On peut se poser la question de l'intérêt d'utiliser le modèle global pour le calcul de G et non le modèle local.

Il est expliqué dans l'article 4.1 que les conditions aux limites imposées sur les bords du modèle local à partir du déplacement mesuré par stéréocorrélation ont un impact non négligeable sur l'identification de la longueur de fissure et du niveau d'incertitude qui lui est associé. Il en va de même pour l'évaluation de G sur le modèle local. Les conditions aux limites ont un impact sur la valeur de G calculée sur le modèle local. Pour illustrer cette affirmation, trois cas de figure sont considérés par rapport au cas de référence de l'article pour lequel G est calculé sur le modèle global :

- calcul de G sur le modèle local avec les conditions aux limites en déplacement mesurées par stéréocorrélation avec le maillage de 0.5 mm (local 1)
- calcul de G sur le modèle local avec les conditions aux limites en déplacement mesurées par stéréocorrélation avec le maillage de 1 mm (local 2)
- calcul de G sur le modèle local avec les conditions aux limites en déplacement appliquées à partir du déplacement simulée sur le modèle global. Ces conditions aux limites sont appliquées sur les bords du modèle local par zoom structural (submodelling) [help 3DS, 2022b] à partir du modèle global (local 3).

Les résultats sur les valeurs de G sont illustrés en Figure 4.7.

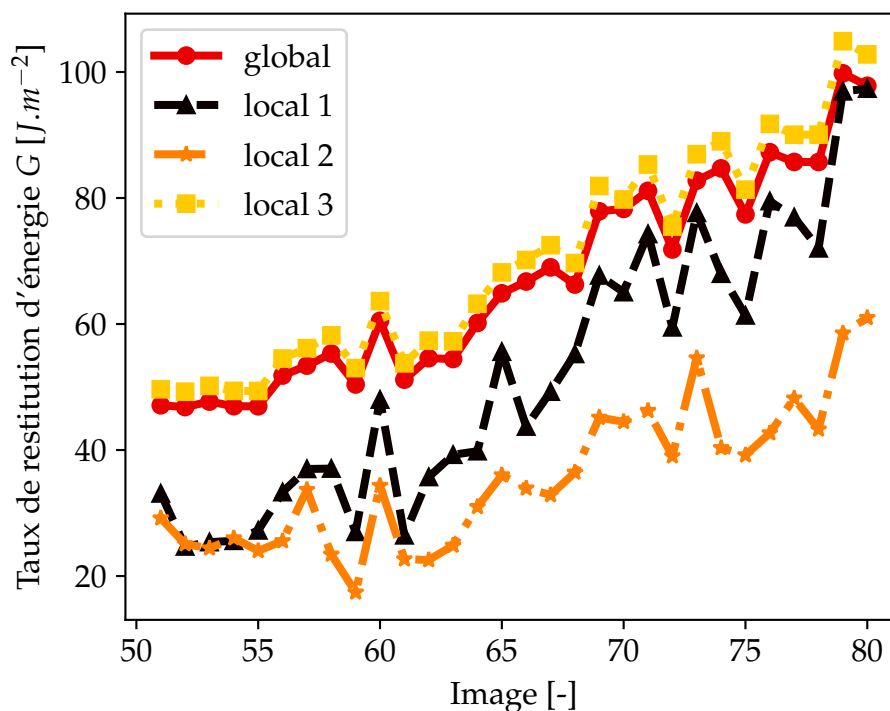


FIGURE 4.7 – Evolution de G sur le modèle local avec différentes conditions aux limites appliquées.

Nous retrouvons les mêmes valeurs de G sur le modèle local 3 que sur le modèle global. Nous constatons également des différences notables sur la valeur de G pour les trois modèles locaux, ce qui confirme que les conditions aux limites ont également un impact sur la valeur de G en plus d'avoir un impact sur la longueur de fissure. Des écarts importants sont observés si les conditions aux limites proviennent du déplacement de stéréocorrélation avec une maille de 0.5 mm (local 1) ou de 1 mm (local 2). C'est pour cette raison qu'il a été décidé de retenir la valeur de G calculée sur le modèle global dans l'article 4.1 sur lequel le comportement global a été validé. Il apparaît

que la ténacité calculée sur les modèles locaux avec les conditions aux limites de la stéréocorrélation sont plus faibles que celles calculées sur le modèle global en particulier pour les premières images (faibles longueurs de fissure).

4.4 Effet du vieillissement sur la ténacité d'interface

Afin d'évaluer l'influence du vieillissement et notamment de l'oxydation, la méthode mise en place à l'ambiante et sur des éprouvettes saines, a été conduite sur des éprouvettes préalablement vieilles. Pour cela, des éprouvettes de CMC revêtues d'une EBC épaisse ont été vieilles en four dans des conditions isothermes sans cyclage avec 50 % de H₂O pendant 500 h à 1000 °C sous pression atmosphérique. Ces conditions de vieillissement ont pour effet d'augmenter l'épaisseur de TGO entre la couche d'accroche et l'EBC en DSY. Les épaisseurs moyennes de TGO mesurées sur les éprouvettes vieilles sont de 10 µm contre 1 µm à l'état initial.

Deux éprouvettes vieilles ont été testées en flexion 4 points dans les conditions de chargement monotone décrites dans le chapitre 2.2.1, avec une instrumentation par stéréovision. Les champs de déplacements verticaux UY avant rupture des deux éprouvettes mesurés par stéréocorrélation sont illustrés sur la Figure 4.8.

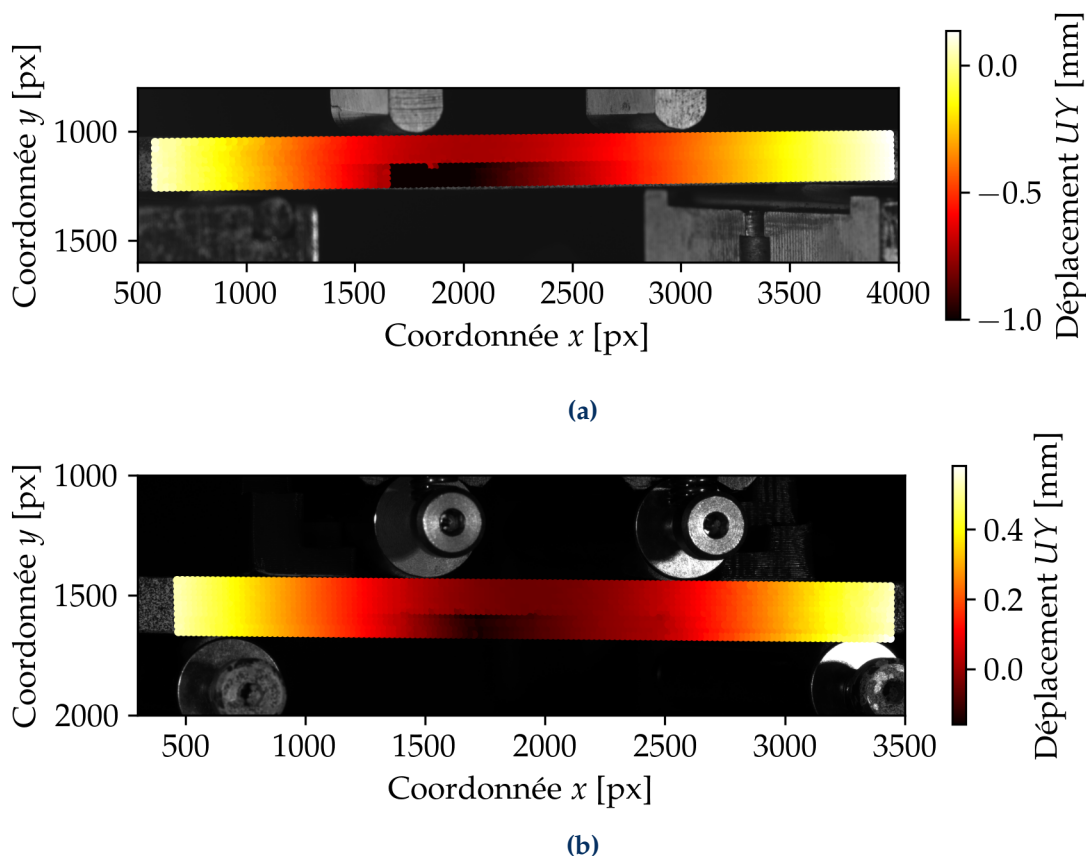


FIGURE 4.8 – Champ de déplacement vertical pour (a) l'essai 1, (b) l'essai 2.

Il apparaît sur les champs de déplacements qu'une fissure transverse a amorcé dans l'EBC et qu'elle bifurque ensuite à l'interface sur l'essai 1. La fissure à l'interface à droite se propage entre les appuis de flexion de manière stable. La fissure à l'interface

côté gauche est stoppée dans sa propagation au niveau de l'appui intérieur gauche. En effet, cette zone se retrouve en compression au niveau de l'interface, il est donc plus favorable pour la fissure interfaciale de se propager entre les appuis de flexion vers la droite. Seule la fissure de droite sera donc considérée dans l'évaluation de la ténacité d'interface. Sur l'essai 2, il apparaît sur la Figure 4.8(b) que deux fissures transverses ont amorcé dans l'EBC. La première a amorcé proche de l'appui supérieur gauche, à noter que le niveau de charge à l'amorçage de cette première fissure est quasiment le même que pour l'essai 1 à savoir 330 N et 340 N. La deuxième fissure transverse apparaît plus tard, pour un chargement de 515 N. Pour simplifier l'analyse, uniquement le début de l'essai sera considéré avant l'apparition de la deuxième fissure transverse dans le cas de l'essai 2. Un modèle local a été construit autour de cette fissure afin d'identifier la longueur de propagation pour chaque image en utilisant la méthode décrite dans l'article 4.1. Les fissures ont ensuite été introduites dans un modèle global par déboutonnage de nœuds avec les conditions aux limites appliquées sur les quatre points d'appui de flexion à partir des déplacements mesurés par stéréocorrélation. Les forces de réaction expérimentales et simulées ont été comparées sur la Figure 4.9 pour les deux essais.

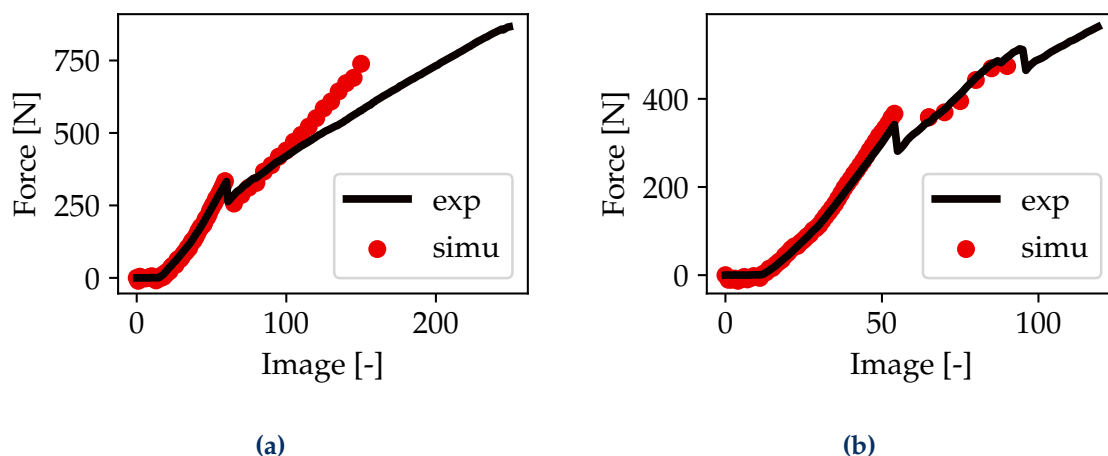


FIGURE 4.9 – Comparaison des forces de réaction expérimentales et simulées sur le modèle global pour (a) l'essai 1 et (b) l'essai 2.

La réponse simulée reste proche de l'observation expérimentale jusqu'à l'image 110 pour l'essai 1. Pour les images suivantes, un écart plus prononcé est observé. Il est supposé que, comme avec les essais sur éprouvettes non vieilles (article 4.1), cet écart est dû à l'endommagement du CMC. Seules les premières images après la fissuration transverse sont donc considérées dans le calcul de G_C . En ce qui concerne l'essai 2, la réponse simulée est proche de la réponse expérimentale sur les images considérées. Il est supposé que l'endommagement du CMC est absent ou trop faible pour avoir un impact sur la réponse globale du système. Les taux de restitution d'énergie sont calculés pour les deux essais avec la méthode de l'intégrale J sur le modèle global. Cette évolution de G_C en fonction des images est présentée sur la Figure 4.10.

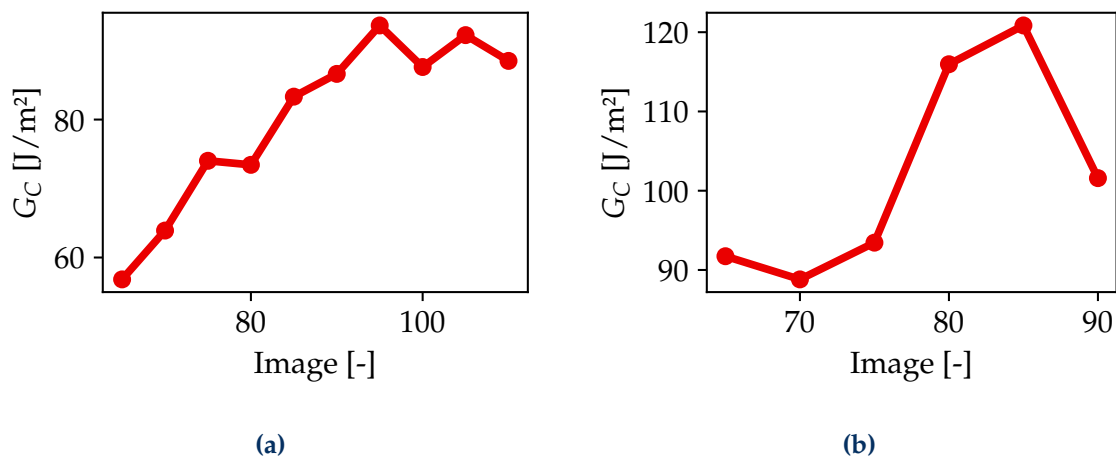


FIGURE 4.10 – Évolution de la ténacité en fonction des images pour (a) l'essai 1 et (b) l'essai 2.

Il apparaît que les évolutions de G_C sont similaires entre les deux essais avec une augmentation de la ténacité en fonction des images et donc de l'avancée de la fissure. Les ténacités moyennes calculées sur les deux essais sont de 80 J m^{-2} pour l'essai 1 et 102 J m^{-2} pour l'essai 2. Si nous comparons ces valeurs avec celles obtenues dans l'article 4.1 sur éprouvettes saines, la ténacité est plus élevée sur éprouvettes vieilles que sur éprouvettes saines. La valeur moyenne de ténacité sur les deux essais sur éprouvette saine est de 65 J m^{-2} en considérant uniquement les fissures qui se propagent vers la gauche, c'est-à-dire, à l'intérieur des appuis de flexion comme c'est le cas pour les essais sur éprouvettes vieilles.

Ces conclusions paraissent contre-intuitives et vont à l'encontre de résultats présents dans la littérature sur les systèmes alliage métallique/TBC [Vaunois, 2013] pour lesquels une baisse de l'énergie d'adhérence de l'interface avec l'augmentation du nombre de cycles subis à 1100°C est observée. Il résulte également de cette étude que la température de vieillissement a un impact sur les propriétés d'adhérence, plus la température de vieillissement est élevée, plus l'interface va s'endommager rapidement. En ce qui concerne les résultats sur la ténacité des systèmes CMC/EBC vieillis, Fernandez *et al.* [2019] ont montré une tendance à la diminution de la ténacité d'interface avec l'augmentation de l'épaisseur de TGO. Il est également rapporté que l'augmentation de l'épaisseur de TGO entraîne une différence de localisation de la fissuration qui se situe majoritairement à l'interface CMC/Si pour de faibles épaisseurs de TGO et majoritairement à l'interface TGO/EBC pour des épaisseurs de TGO plus importantes, de l'ordre de $5 \mu\text{m}$ à $13 \mu\text{m}$. Sur les éprouvettes saines, une fissuration mixte a été observée entre le silicium et l'EBC. En ce qui concerne les éprouvettes vieilles, les faciès de rupture à l'interface montrent que la décohésion a effectivement lieu majoritairement à l'interface TGO/EBC comme illustré sur la Figure 4.11 où la phase DSY blanche est présente sur le faciès côté EBC mais pas côté CMC.

Ces résultats sont des premières pistes sur l'évaluation de l'impact du vieillissement sur la ténacité d'interface. Il serait intéressant de poursuivre ces travaux en testant des éprouvettes à des degrés de vieillissement différents en temps et en température.

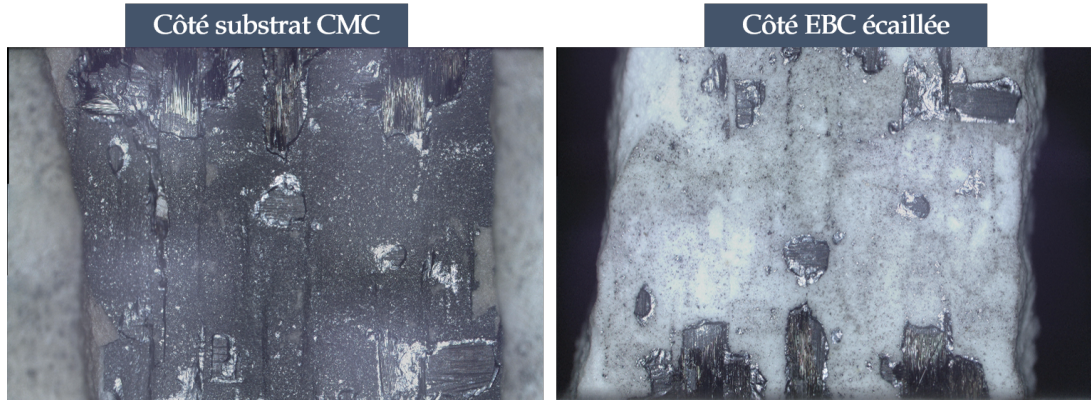


FIGURE 4.11 – Faciès de rupture sur éprouvette vieillie.

4.5 Prise en compte de l'endommagement du CMC

4.5.1 Présentation du modèle d'endommagement ODM

Comme expliqué dans l'article 4.1, à partir d'un certain niveau de chargement, après bifurcation de la fissure transverse, des micro-endommagements apparaissent dans le CMC sollicité en traction. C'est à partir de cet instant qu'un écart se creuse entre les réponses macroscopiques expérimentales et simulées sur les courbes force/image. En effet, cet endommagement n'est pas pris en compte dans les calculs EF, et implique que la perte de rigidité globale du système n'est pas prise en compte dans l'analyse et pourrait expliquer en partie la raison de cet écart. Afin de prendre en compte ces phénomènes dissipatifs d'énergie, le modèle d'endommagement continu ODM pour « ONERA Damage Model » est intégré dans les simulations EF. Ce modèle phénoménologique a pour objectif de décrire le comportement élastique et endommageable du CMC à l'échelle macroscopique. L'objectif est de voir si l'impact de l'endommagement du CMC peut être pris en compte et retranscrit lors de la comparaison essai/calcul et de quantifier son impact sur l'identification de la longueur de fissure et le calcul de la ténacité. Dans l'article 4.1, il est spécifié que les images pour lesquelles la réponse simulée s'éloigne de la réponse expérimentale ne sont pas prises en compte dans l'évaluation de la ténacité. Si l'endommagement du CMC est reproduit dans les simulations EF, il peut être intéressant d'évaluer la ténacité sur les images jusque-là non considérées.

Le modèle ODM fait partie de la grande famille des modèles d'endommagement développé à l'ONERA pour les CMC [Maire et Chaboche, 1997; Maire et Lesne, 1997; Marcin, 2010; Hémon, 2013]. La version utilisée dans cette étude a été formulée par Laurin *et al.* [2014]. Pour la nouvelle génération de CMC tissés en interlock, il est supposé que les non-linéarités observées sont uniquement dues aux mécanismes de dommage et de rupture. La présente approche est thermodynamiquement admissible et ainsi le comportement macroscopique, exprimé dans l'équation 4.2, découle directement de l'énergie libre de Helmholtz

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}}^{eff} : \left(\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{th} - \underline{\underline{\varepsilon}}^0 \right) - \underline{\underline{C}}^0 : \left(\underline{\underline{\varepsilon}}^s + \underline{\underline{\varepsilon}}^r - \underline{\underline{\varepsilon}}^0 \right) \quad (4.2)$$

avec $\underline{\underline{\sigma}}$ le tenseur des contraintes, $\underline{\underline{C}}^{eff}$ le tenseur de rigidité élastique effectif, $\underline{\underline{C}}^0$ le ten-

seur de rigidité initial, $\underline{\underline{\varepsilon}}$ le tenseur de déformation totale, $\underline{\underline{\varepsilon}}^{\text{th}}$ le tenseur de déformation thermique, $\underline{\underline{\varepsilon}}^0$ le tenseur de déformation initial, $\underline{\underline{\varepsilon}}^r$ le tenseur de déformation résiduelle, $\underline{\underline{\varepsilon}}^s$ le tenseur de déformation stockée. Le tenseur de rigidité élastique effectif est défini par

$$\underline{\underline{C}}^{\text{eff}} = \left(\underline{\underline{S}}^0 + \sum_i d_i^m \underline{\underline{H}}_i^m + \sum_j d_j^f \underline{\underline{H}}_j^f \right)^{-1} \quad (4.3)$$

avec $\underline{\underline{S}}^0$ le tenseur des souplesses élastiques initiales, $\sum d_i^m \underline{\underline{H}}_i^m$ le terme traduisant les effets de l'endommagement matriciel et $\sum d_j^f \underline{\underline{H}}_j^f$ le terme traduisant les effets de l'endommagement des fibres. L'évolution des variables d'endommagement est décrite dans un cadre thermodynamique non standard qui n'est pas reproduit ici mais dont il faut retenir qu'elle dépend de forces thermodynamiques dépendantes des contraintes vues par le matériau. Les paramètres du modèle ont été identifiés par Safran. Les valeurs de ces paramètres ne sont pas communiquées pour des raisons de confidentialité. Cependant, bien que ce modèle ait été validé en présence de concentrations de contraintes (plaques trouées habitées ou non par exemple), il n'a jamais été mis en œuvre dans des zones de singularité de contrainte induite par une fissure longue de type délaminage.

4.5.2 Prise en compte de l'endommagement du CMC dans le modèle local

Dans un premier temps, nous avons observé dans la partie 4.2 un ralentissement de l'avancée de la fissure gauche sur l'essai 1 en comparant la méthode de dialogue essai/calcul et les méthodes de seuillage du COD (Figure 4.2). En effet, les seuils définis à 0.01 et 0.005 donnent des longueurs de fissure similaires à celles de l'article pour les premières images jusqu'à ce qu'un écart apparaisse entre les images 80 et 100. Or, c'est à partir de l'image 80 qu'un écart est également observé entre les simulations et l'essai sur la force macroscopique (article 4.1). La question se pose alors sur la validité de la méthode d'identification de la longueur de fissure sur le modèle local sachant que l'endommagement n'est pas pris en compte lors de la procédure de minimisation de la fonction coût.

Afin de vérifier la validité de la méthode, la loi ODM est intégrée dans le modèle local permettant d'identifier la fissure de gauche dans l'essai 1. Les images 80 à 140 sont analysées. La loi ODM est affectée dans le CMC dans une zone restreinte. En effet, si le modèle d'endommagement est affecté à une zone trop étendue et, notamment, plus proche de la pointe de fissure à l'interface, les singularités de contraintes présentes en pointe de fissure sont largement supérieures aux seuils d'endommagement identifiés pour un CMC SiC/SiC et conduisent à des divergences du calcul non linéaire. Ces problèmes apparaissent également si le modèle d'endommagement est affecté dans une zone proche des bords où les conditions aux limites sont appliquées. Le maillage du modèle local avec la zone dans laquelle ODM est affecté et les conditions aux limites est illustré sur la Figure 4.12.

La procédure d'identification décrite dans l'article 4.1 est répétée avec les analyses ODM. La comparaison entre la longueur de fissure identifiée avec et sans prise en compte de l'endommagement est illustrée sur la Figure 4.13 entre les images 80 et 140.

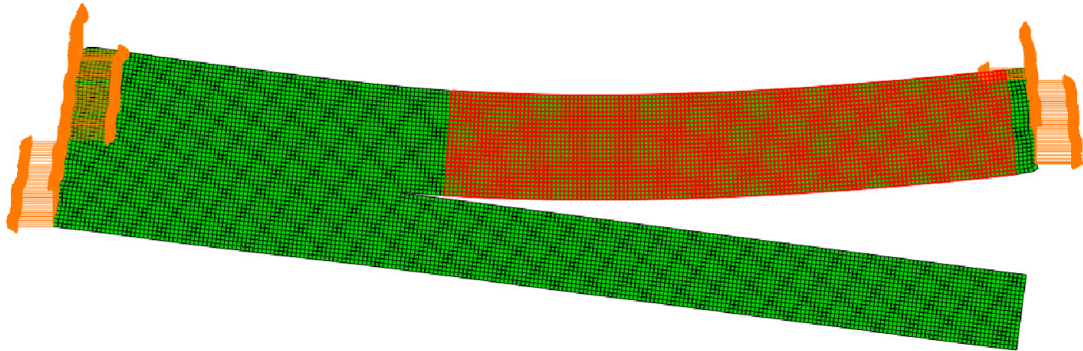


FIGURE 4.12 – Maillage local avec la zone d'affectation du modèle d'endommagement dans le CMC en rouge.

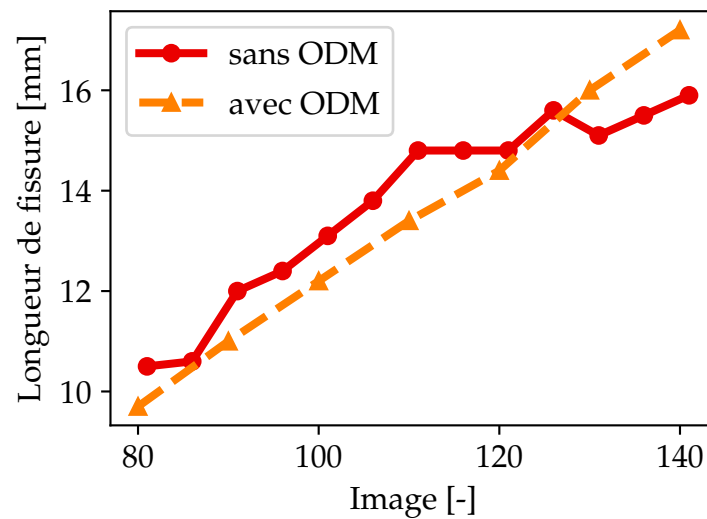


FIGURE 4.13 – Comparaison des longueurs de fissure identifiées avec la méthode de dialogue essai/calcul avec et sans prise en compte de l'endommagement du CMC sur le modèle local.

Il ressort de cette analyse que les longueurs de fissure identifiées sont proches. Il n'y a pas de différence marquée comme cela a pu être le cas avec le seuillage du COD. Ainsi, l'endommagement du CMC ne semble pas affecter la cinématique du modèle local. L'endommagement matriciel en sens 1 est activé mais dans une zone confinée sur la partie inférieure du CMC même pour les dernières images.

Bien que l'endommagement du CMC ne semble pas avoir d'impact sur l'identification de la longueur de fissure, nous avons étudié son influence en considérant la totalité de l'éprouvette dans les simulations.

4.5.3 Prise en compte de l'endommagement du CMC dans le modèle global

Le modèle est ici utilisé en 2D avec une hypothèse de déformation plane et est intégré dans le modèle global de l'essai appelé « test 1 » dans l'article 4.1. Afin de pallier les problèmes de convergence du modèle non linéaire en présence de champs de contraintes singuliers en pointe de fissure, le modèle est affecté dans une zone du CMC soumise à une contrainte de traction au niveau de la fissure transverse, comme illustré sur la Figure 4.14.

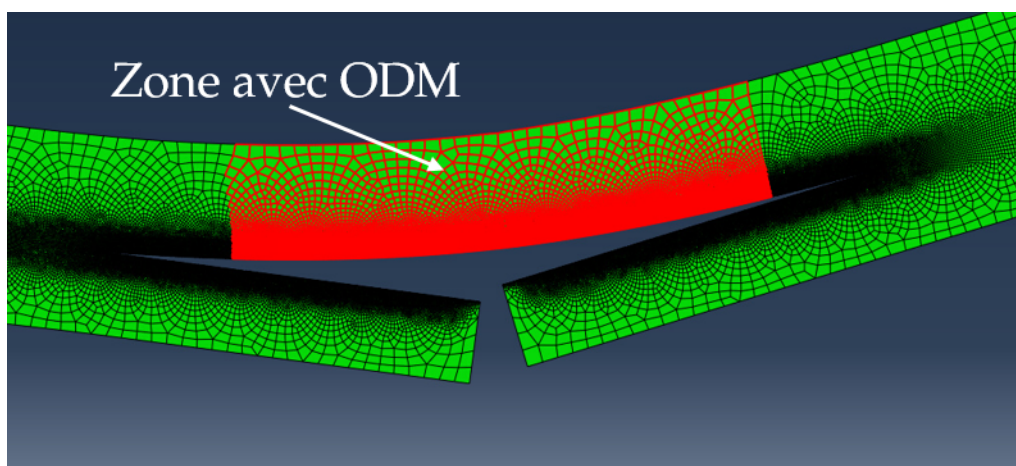


FIGURE 4.14 – Maillage EF de l'éprouvette avec zone dans laquelle le modèle d'endommagement ODM est affecté.

Comme pour le modèle local, la loi ODM ne peut être affectée dans une zone trop proche des pointes de fissure. Une analyse de sensibilité a été effectuée pour 3 tailles de zone dans laquelle ODM est affecté. Pour cette analyse, l'image 80 de l'essai 1 décrit dans l'article 4.1 est utilisée, c'est à partir de cette image qu'une déviation est observée entre la réponse expérimentale et la réponse simulée. La zone dans laquelle est affecté ODM est située à 1 mm, 2 mm et 3 mm de la pointe des fissures interfaciales. Les valeurs de la variable d'endommagement matriciel en sens 1 sont reportées sur la Figure 4.15 tandis que les forces de réaction calculées ainsi que les valeurs de G avec et sans loi ODM sont regroupées dans le tableau 4.3.

Distance à la pointe de fissure d'ODM [mm]	Force de réaction [N]	G à gauche [$J m^{-2}$]	G à droite [$J m^{-2}$]
Sans ODM	503.5	97.8	24.9
A 1 mm de la pointe de fissure	487.5	90.7	22.3
A 2 mm de la pointe de fissure	488.3	91.5	22.4
A 3 mm de la pointe de fissure	489.2	92.0	22.4

TABLEAU 4.3 – Influence de la prise en compte de l'endommagement du CMC avec la loi ODM et influence de la taille de la zone d'affectation sur la force de réaction aux appuis et sur les valeurs de G_C sur l'image 80.

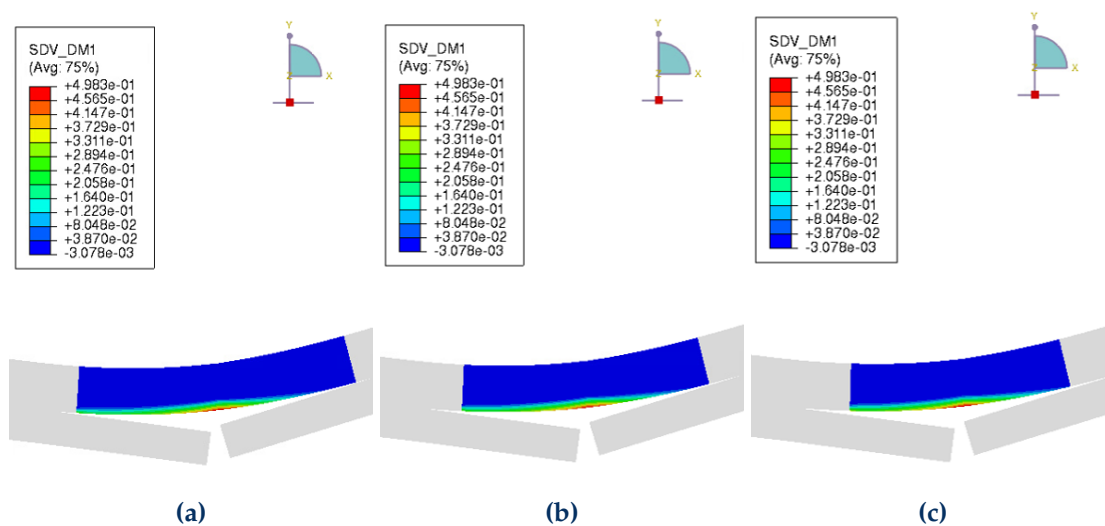


FIGURE 4.15 – Variable d'endommagement matriciel en sens 1 pour trois tailles de zone dans lesquelles ODM est affecté, à (a) 1 mm, (b) 2 mm et (c) 3 mm de la pointe de fissure.

Bien que le champ de la variable d'endommagement soit identique dans les zones communes où le matériau est décrit par ODM pour les trois cas considérés, l'estimation du taux de restitution d'énergie en est affectée, tout comme la résultante mécanique. En effet, plus la zone est étalée et plus l'abattement de la rigidité de la structure est important ce qui se retranscrit tant sur la valeur de la force de réaction que sur G . En effet, l'énergie interne du système est moindre et conduit à une énergie élastique libérée également plus faible. Ces écarts de valeurs restent toutefois faibles en regard de celles initialement calculées sans prendre en compte l'endommagement du CMC. Dans la suite, et afin d'assurer une convergence des calculs, la zone est définie à une distance de 3 mm des pointes de fissures interfaciales. L'influence de la prise en compte de l'endommagement sur la réponse macroscopique du système est illustrée sur la Figure 4.16. La perte de rigidité induite par l'endommagement du CMC n'est alors constatée qu'à partir de l'image 90 et n'est pas suffisante pour traduire l'écart de la réponse élastique de celle expérimentale.

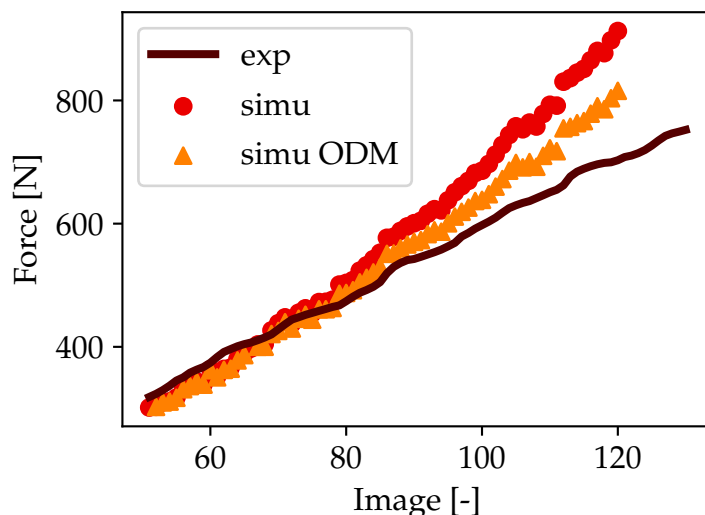


FIGURE 4.16 – Réponse macroscopique du système avec prise en compte de l'endommagement du CMC.

De même que pour la réponse macroscopique, l'impact de la prise en compte de l'endommagement du CMC sur la valeur de G , calculée avec l'intégrale J , est illustré sur la Figure 4.17 pour les fissures se propageant à droite et à gauche, toujours pour l'essai 1 de l'article 4.1.

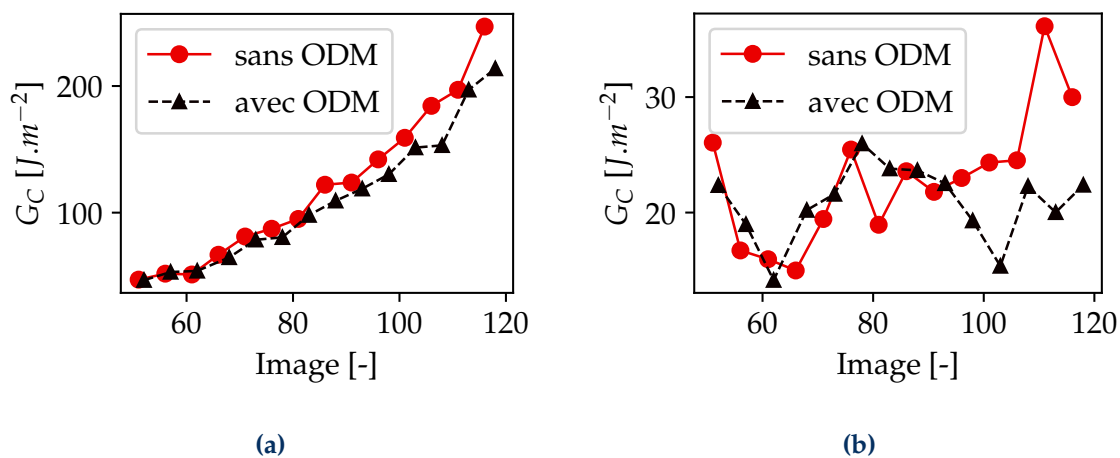


FIGURE 4.17 – Evolution de la ténacité d'interface sur l'essai 1 de l'article 4.1 avec et sans prise en compte de l'endommagement du CMC pour (a) la fissure de gauche, (b) celle de droite.

La prise en compte de l'endommagement du CMC n'a aucune influence sur la ténacité calculée sur les deux fissures pour les premières images. C'est un résultat attendu puisque la réponse macroscopique est identique sur la Figure 4.16. Après l'image 80, l'endommagement du CMC a une influence sur la raideur globale du système ce qui se traduit par une diminution de la ténacité par rapport au modèle purement élastique. Ainsi, la non prise en compte de l'endommagement du CMC a pour effet de surestimer la ténacité d'interface avec la méthode de dialogue essai/calcul mise en place dans cette analyse.

Dans l'article 4.1, un seuil d'endommagement du CMC en déformation de 0.1 %

a été proposé et soulignait alors que, pour un tel critère, toute analyse au delà de l'image 60 concernant l'estimation de la ténacité de l'interface devait être considérée comme optimiste. Cette analyse est ici confirmée puisque, pour la fissure de gauche, les effets de l'endommagement du CMC sur le G_C sont visibles dès cette même image. Bien que le modèle ODM ne permette pas dans l'état de traduire totalement la perte de rigidité macroscopique, il souligne néanmoins que l'estimation de la ténacité de l'interface est extrêmement sensible à tout mécanisme dissipatif. Un travail de modélisation et de compréhension de ces mécanismes est donc nécessaire pour pouvoir estimer les effets de courbes R de la ténacité d'interface. Cependant, une des limites de l'approche macroscopique mise en œuvre dans ce travail est également perceptible puisqu'il est alors nécessaire que les modèles d'endommagement du substrat ou voire de celui du revêtement soient en adéquation avec le modèle d'interface retenu.

4.6 Bilan

La méthode présentée dans l'article 4.1 a permis d'identifier le comportement d'interface macroscopique du système CMC/EBC à température ambiante en exploitant les essais de flexion 4 points. En particulier, la ténacité d'interface a pu être mesurée au cours de la propagation stable des fissures. Pour cela une méthode de dialogue essai/calcul en 2 temps a été mise en place.

Dans un premier temps, l'identification des longueurs de fissure par minimisation de l'écart entre déplacements simulés et mesurés par rapport à la longueur de fissure introduite dans les simulations EF, sur un modèle local, a été menée. Cette approche permet d'isoler les fissures à droite et à gauche et de les suivre individuellement. Ensuite, la longueur de fissure a été identifiée au sens « mécanique » du terme, c'est-à-dire par ses effets sur la cinématique. Ce choix rejoint l'idée de considérer l'interface d'un point de vue macroscopique et de prendre en compte tous les phénomènes ayant lieu à une échelle plus fine dans une seule entité qui va avoir un effet sur les champs de déplacements. L'intérêt de cette méthode a été montré en la comparant avec les méthodes de suivi de longueur de fissure par seuillage des champs cinématiques ou des champs de résidus de corrélation. Le principal avantage de cette méthode est qu'elle ne nécessite pas la définition d'une valeur seuil. De plus, le niveau d'incertitude associé à la longueur de fissure a pu être évalué en regard des incertitudes associées à la mesure de déplacement par stéréocorrélation.

Dans un deuxième temps, une nouvelle comparaison essai/calcul a été effectuée non plus sur les champs de déplacement mais sur les forces de réaction au niveau des points d'appuis de flexion. Cette comparaison a été faite sur un modèle global avec toute l'éprouvette modélisée et les déplacements mesurés au niveau des appuis appliqués en conditions aux limites. Elle a un double objectif, tout d'abord, elle permet de valider l'identification de la longueur de fissure qui permet de traduire une perte de rigidité globale du système. Ensuite, elle permet de calculer le taux de restitution d'énergie critique numériquement avec la méthode de l'intégrale J . A cette étape, une des limitations de cette approche a été mise en évidence, à savoir, l'hypothèse que la dissipation d'énergie est uniquement liée à l'avancée des fissures à l'interface. En effet, cette hypothèse n'est valable que jusqu'à un certain niveau de charge à partir duquel des micro-endommagements apparaissent dans le CMC sollicité en traction. Ce nou-

veau phénomène dissipatif a été pris en compte en partie avec l'ajout d'un modèle d'endommagement continu dans les simulations EF. La prise en compte de l'endommagement montre que la ténacité est surestimée avec les hypothèses initiales. Pour écarter ce problème, seuls les premiers instants de propagation ont été considérés pour l'évaluation de la ténacité d'interface avant apparition d'endommagement du substrat. Il est également important de souligner que la dispersion des valeurs de G_C entre la fissure de gauche et de droite peut être due à l'hypothèse d'un front droit de fissure dans les analyses mentionnées précédemment.

Pour finir, la méthode décrite a été utilisée pour évaluer la ténacité d'interface sur des éprouvettes préalablement vieilles. L'objectif était de mettre en avant l'impact du vieillissement et notamment de la croissance de TGO sur l'adhérence. Il ressort de ces analyses sur deux essais que la ténacité d'interface semble plus élevée sur les systèmes vieillis que les systèmes sains. Ce résultat pourrait être corrélé à l'évolution de la rugosité d'interface. Toutefois, des essais complémentaires semblent nécessaires pour consolider ce résultat.

Toute cette exploitation réalisée à température ambiante a permis de mettre en place et de valider la méthode. La suite logique consiste à se rapprocher des conditions d'opération réelles des pièces dans les moteurs et en particulier des températures plus élevées. La caractérisation de la ténacité d'interface à haute température fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 5

Identification du comportement d'interface par dialogue essai/calcul à haute température

L'objectif de ce chapitre est d'identifier le comportement mécanique d'interface du système CMC/EBC à 1000 °C. Pour cela, la méthode de dialogue essai/calcul mise en place à température ambiante dans le chapitre précédent est utilisée telle quelle dans un premier temps. Il est vite apparu qu'à haute température, la brume de chaleur qui perturbe la mesure des déplacements par CIN rend la comparaison essai/calcul plus incertaine. La régularisation spatio-temporelle décrite dans le chapitre 3.1 est utilisée pour filtrer les composantes dues à la brume de chaleur. La mise en place de cette méthode est décrite dans un article qui a été soumis. Une comparaison entre les ténacités évaluées à température ambiante et à haute température est également présentée. A la suite de ce travail, une autre méthode de régularisation, la CIN intégrée, permettant de filtrer différemment la brume de chaleur, est présentée. Les résultats donnés par cette méthode sont comparés à ceux de l'article. Enfin, l'influence du vieillissement par oxydation/corrosion sur la ténacité d'interface à haute température est évaluée avec la même méthodologie sur un essai de flexion 4 points mené sur une éprouvette préalablement vieillie.

Sommaire

5.1	Identification de la ténacité d'interface à 1000 °C	138
5.2	Vers une approche intégrée pour l'identification de la longueur de fissure à l'interface	161
5.2.1	Construction de la base réduite	161
5.2.2	Résultats et comparaison avec la méthode de dialogue essai/calcul	164
5.3	Effets de l'environnement sur la ténacité d'interface à 1000 °C	169
5.4	Bilan	172

5.1 Identification de la ténacité d'interface à 1000 °C

Dans cet article soumis, les essais de flexion 4 points réalisés à haute température sont exploités. L'idée est d'utiliser la même procédure que celle qui a été mise en place à température ambiante. Dans un premier temps, la CIN instantanée (CIN-INST) est utilisée. Avec cette technique, la mesure de déplacement est perturbée par la brume de chaleur comme nous l'avons vu dans le chapitre 3.5.3. La méthode de CIN spatio-temporelle (CIN-ST) est donc utilisée dans le but de réduire l'impact de la brume de chaleur. L'objectif est d'évaluer l'intérêt de cette méthode pour analyser les essais à haute température en identifiant les longueurs de fissure à l'interface et en calculant le taux de restitution d'énergie critique associé. Les deux méthodes, CIN-INST et CIN-ST sont comparées. Enfin, les résultats obtenus à 1000 °C sont mis en regard des résultats obtenus dans le chapitre 4 à température ambiante.

Identification of the interfacial fracture energy at high temperature of an environmental barrier coating on a ceramic matrix composite

Pierre BERTRAND^{a,b,c}, Cédric HUCHETTE^b, Thibaut ARCHER^b, Thomas VANDELLOS^a, François HILD^c

^a*Safran Ceramics, a technology platform of Safran Tech, Le Haillan, France*

^b*DMAS, ONERA, Université Paris-Saclay, Chatillon, France*

^c*Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS, LMPS–Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, Gif sur Yvette, France*

Abstract

In the present work, the interface fracture energy between a SiC/SiC ceramic matrix composite and its environmental barrier coating is assessed at 1000 °C. Four-point flexural tests with no precrack were conducted inside a furnace to propagate stable cracks at the interface. The associated instrumentation by visible light camera allowed for the analysis of the tests thanks to digital image correlation. It is reported that kinematic fields measurements are perturbed by heat haze effects, which were mitigated via spatiotemporal regularization. The measured displacement fields were then utilized for crack tip position identification and interface fracture energy quantification. The results are compared to those observed at room temperature.

Keywords: Ceramic Matrix Composite, Environmental Barrier Coating, fracture energy, high temperature

Introduction

Ceramic matrix composites (CMCs) are currently regarded as a promising option for the design of hot section components in next-generation aircraft engines [8]. Their high-temperature thermomechanical and physical properties, combined with low density, enhance performance in extreme environments. Specifically, silicon carbide (SiC) fiber-reinforced SiC matrix CMCs have demonstrated stability up to 1300 °C [12]. However, in the presence of water vapor, oxidation and rapid volatilization of the SiC surface occur. Additionally, higher temperatures accelerate the degradation kinetics [32, 29]. To mitigate oxidation effects and extend the component lifespan, an Environmental Barrier Coating (EBC) is necessary. A major concern with CMC/EBC systems is the adhesion between the two materials to prevent EBC spallation [37]. If part of the protective layer is lost, the CMC substrate is exposed to the engine environment. Therefore, strong adhesion is crucial to prolong the system lifespan.

To characterize the adhesion of stiff bi-material interfaces, the reference experiment is a four-point flexural test with a precrack and a stiffening metallic layer glued on the coated surface. The stiffening plate provides the elastic energy to drive crack propagation at the interface and allows for the interface to be closer to the neutral line of the flexural test. Such test has been used on metallic alloys coated with ceramic thermal

barrier [22, 44, 42] but also on CMC/EBC systems [38, 15]. Due to the presence of a glue between the stiffening plate and the coating, such test may be challenging to perform at high temperatures. The commonly used epoxy based glues have a glass transition temperature usually varying between 60 °C and 150 °C; above this temperature the polymeric glue is more flexible and its adhesion is reduced [25].

As the target temperature is above 1000 °C where the elastic properties of EBC [38] and SiC/SiC [46, 31, 16] start to change, some tests were developed to characterize the adhesion at high temperatures. SiC/EBC samples were subjected to axial compression using an anti-buckling fixture up to a temperature of 1060 °C [30]. This test showed that the interface toughness appeared to be relatively constant at low temperatures but experienced a rather steep drop around 1000 °C. In a more recent work, a three-point flexural test on a grooved plate, consisting of a metal/thermal barrier coating system, was conducted at high temperatures up to 800 °C using digital image correlation (DIC) [47]. The analysis of the principal strain fields highlighted the initiation and propagation of the crack at the interface between the substrate and the coating. The interfacial toughness was expressed in terms of critical energy release rate G_C using the critical load when the crack initiated at the interface and the change of compliance with respect to the crack length. The crack length was extracted from the normal strain along the interfacial crack propagation path measured via DIC. These works highlight the contribution of such instrumentation in the analysis of high-temperature tests. The results showed an increase in interface toughness with the testing temperature.

In order to avoid the additional plate used for flexural tests at room temperature, the thickness of the coating is increased to reach the same order of magnitude as that of the substrate. This new geometry provides a sufficient amount of elastic energy to the system, prevents multiple transverse cracking of the coating from occurring and moves the interface closer to the neutral axis. A previous study showed that four-point flexural tests with a thick EBC layer, with no precrack and no glued stiffening plate, was a good option to propagate stable cracks at the interface of the CMC/EBC system at room temperature [5].

In the present work, it is proposed to perform the same four-point flexural tests inside a furnace at 1000 °C and identify the interfacial fracture energy. The paper is organized as follows. First, the studied system with its material properties and the experimental set-up are introduced. This test was instrumented by a camera that allows for displacement field measurements via DIC. At this temperature, heat haze effects must be mitigated to get reliable displacement fields and to follow crack propagation. For this purpose, a method relying on spatiotemporal regularization is proposed to filter out heat haze effects and identify the crack length at the interface [6, 4]. Last, the method to compute the interfacial fracture energy is described and the results are discussed and compared to those observed at room temperature.

Materials and experimental setup

In this section, the materials constituting the system are presented, as well as the specimen geometry used for the flexural test. The experimental protocol of 4-point flexural tests at 1000 °C is described by introducing monotonic and cyclic histories. Last, the method to measure displacement fields at high temperature is introduced.

Materials and specimen geometry

The parallelepipedic tested specimen dimensions are 50 mm in length, 10 mm in width and 4.7 mm in thickness. The substrate is a 2.7 mm thick SiC/SiC composite on top of which a thick layer (2 mm) of top coat, made of rare earth yttrium disilicate ($Y_2Si_2O_7$ designated as YDS in the following), is added by thermal spray. Between the two main constituents, a thin layer of bond coat, made of silicon (Si), is present to improve the chemical and mechanical compatibility between the CMC and the top coat. As the thickness of the bondcoat is very small compared to that of the CMC and YDS layer, it is assumed that its effect on the macroscopic behavior is not significant. Hence, the bond coat is not considered in the following and the YDS top coat is designated as the EBC. The tested specimen with a focus on the interface is illustrated in Figure 1.

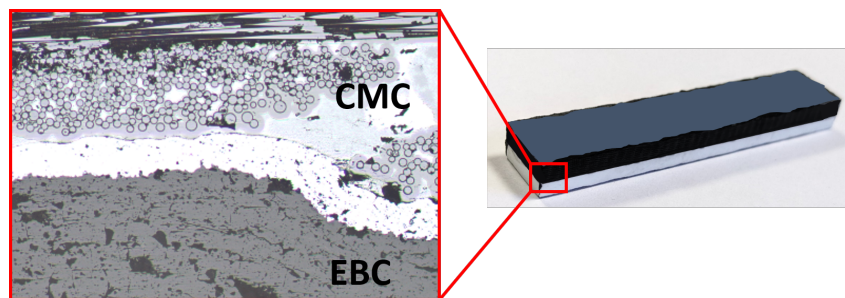


Figure 1: Studied CMC/EBC specimen

Experimental setup and performed tests

Four-point flexural tests were conducted at 1000 °C on a servohydraulic Instron testing machine inside a furnace equipped with two windows allowing for observations from the outside. The flexural fixture is made of alumina and adapted to high-temperature conditions. The characteristic dimensions of the setup are displayed in Figure 2.

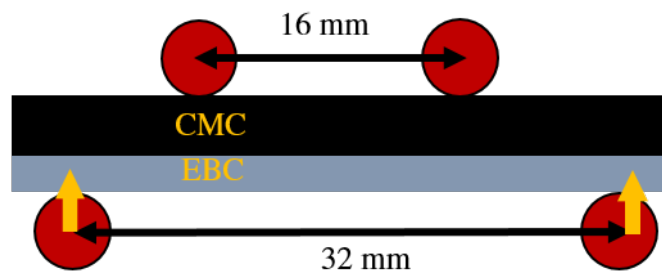


Figure 2: Characteristic dimensions of the four-point flexural setup in the high temperature configuration

During heating, the specimen was held under a preload of 18 N by force control. Heating was performed with a ramp of $5\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$. Once the target temperature of 1000 °C was reached, the specimen was held for 15 min at this temperature to homogenize the thermal conditions before conducting the mechanical test. A thermocouple placed inside the furnace near the specimen allowed for temperature control. The

value given by the thermocouple was slightly lower than the setpoint (987 °C for a setpoint of 1000 °C). The test was controlled at a steady speed of 0.1 mm min⁻¹. Monotonic and cyclic loadings were performed. The loading/unloading steps were performed in 13 cycles. At each cycle the peak load was increased by 100 N until reaching 1200 N and the unloading was a decrease until a fixed threshold of 100 N. The last step was a monotonic load up to 1900 N, as the alumina fixture was designed not to exceed 2000 N. A visible light camera was used to monitor one side of the specimen and perform digital image correlation (DIC). The acquisition frequency was 2 Hz during the testing phase. An infrared filter was placed on the camera lense to limit the incoming flux into the lens, and blue lights illuminated the specimen through the windows. This setup is illustrated in Figure 3.

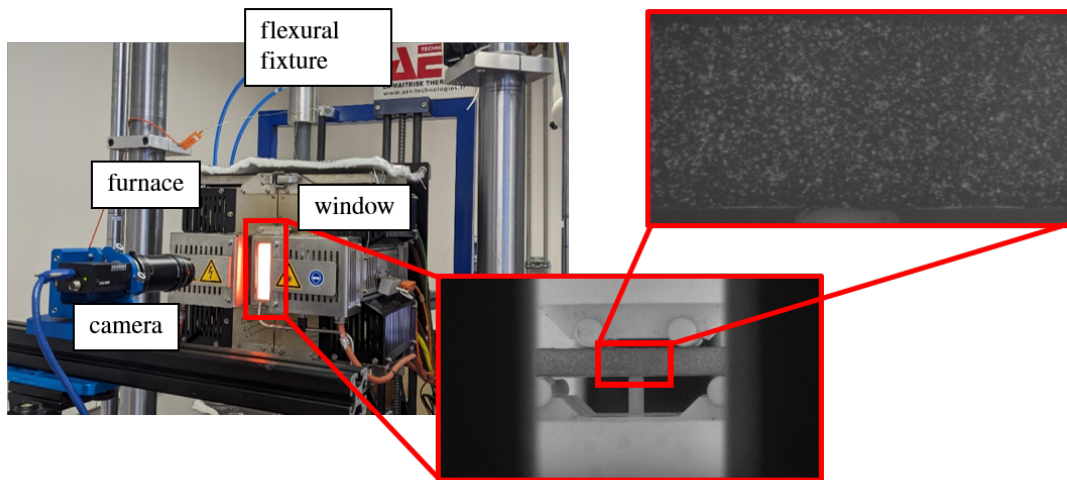


Figure 3: Flexural setup with its instrumentation, image acquired by the camera and the speckle pattern.

The lateral faces of the sample were coarsely polished to eliminate the excess of EBC on the CMC surface. On one lateral side of the sample, a high temperature resistant random speckle pattern was deposited. This speckle was obtained by applying a black background using AREMCO® 840-M paint, commonly used for high-temperature applications (ovens, incinerators, infrared heating) up to 1093 °C [2]. Then a white random pattern was created by directly spraying YDS powder onto the black paint before it dried so that the particules adhered to the background. This solution of using solid particles is the most popular to create high temperature resistant speckles for DIC purposes [14] with laser engraving methods [27]. It is important to note that the powder size is a significant parameter to consider. It is recommended to have speckles of the order of 3 to 5 pixels in diameter to ensure sufficient resolution and avoid aliasing effects [34]. In the present experimental configuration, the pixel size corresponded to 22 µm, the powder particle size (d_{50}) was about 50 µm, which matched the desired speckle size, ensuring not to spray large clusters of grains. An example of images acquired during the test with such speckle is shown in Figure 3.

The force/displacement curve for the monotonic and cyclic tests is shown in Figure 4. Four distinct stages occur:

- Initial Stage: After a nonlinear response due to the first contact of the rollers with the specimen surface, a linear response is observed during loading, with no

damage occurring.

- Second Stage: A force plateau appears, indicating crack initiation at the surface of the Environmental Barrier Coating (EBC) and its propagation through the top coat thickness. This propagation is unstable. Upon reaching the interface, the crack bifurcates, and two cracks propagate independently.
- Third Stage: Both cracks propagate stably along the interface until the failure of the Ceramic Matrix Composite (CMC) substrate occurs.
- Final Stage: The CMC substrate fails.

The third stage is of particular interest for characterizing the interfacial fracture energy. It is worth mentioning that the same scenario is observed at 1000 °C and at room temperature [5].

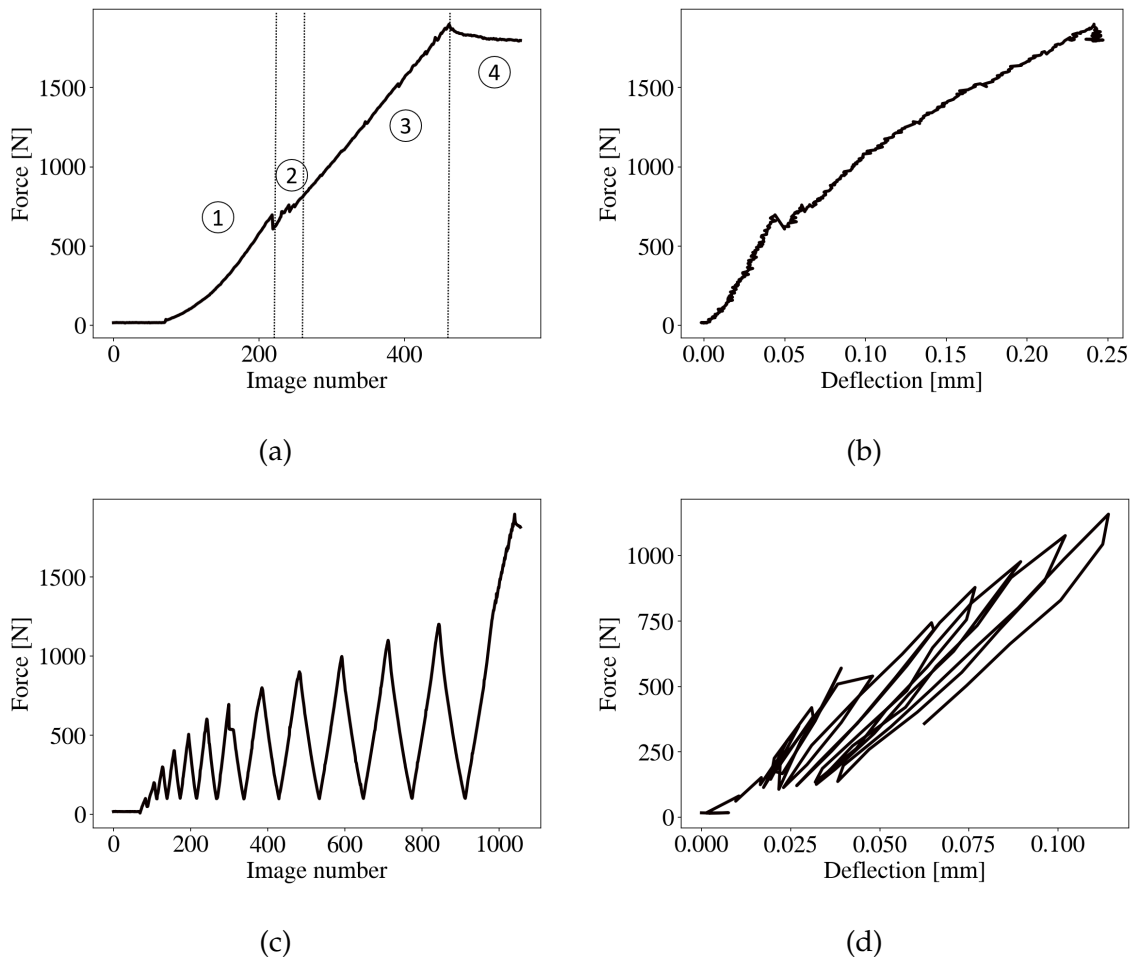


Figure 4: Force/image number curves for (a) monotonic and (c) cyclic tests. Force/deflection curves for (b) monotonic and (d) cyclic tests.

Post-mortem observations using an optical microscope of the lateral sides of the polished specimen show the bifurcation of transverse cracks at the interface (Figure 5).

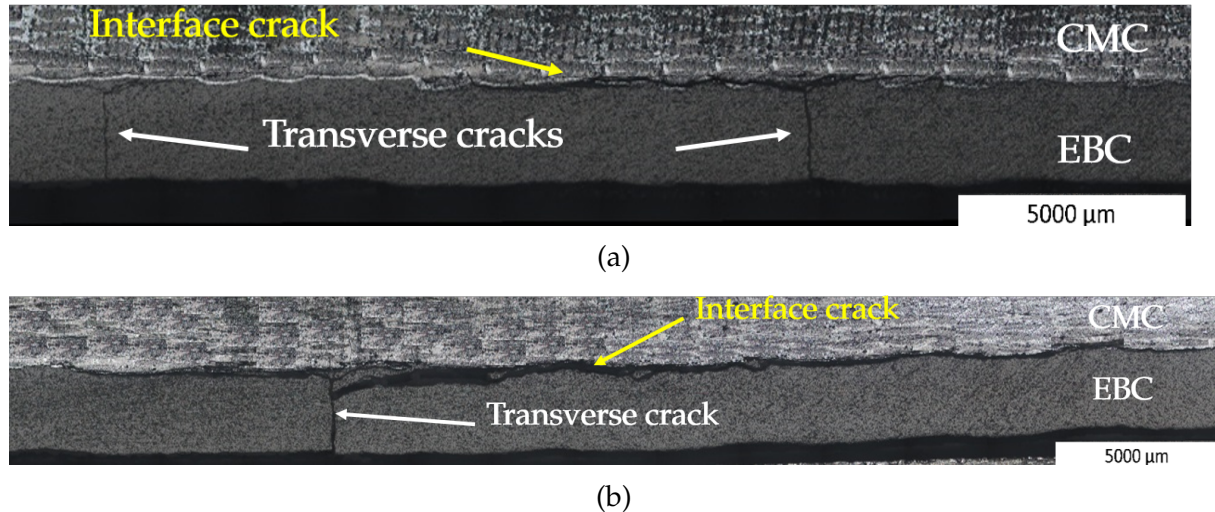


Figure 5: Illustration of crack bifurcation and propagation along the interface via optical microscopy for the (a) monotonic and (b) cyclic tests.

It is observed that two transverse cracks initiated during the monotonic test and only one during the cyclic test.

High temperature DIC

In this analysis, global FE-based DIC [21] was used to compare experimental and simulated kinematic fields. This approach facilitates the transfer of measured displacements from experiments to simulations [20]. In high temperature conditions, two main challenges arise when performing DIC [26]:

- gray level conservation becomes problematic, the speckle pattern must be stable during the test.
- Heat haze effects introduce fluctuations in measurements by creating optical artifacts.

Regarding the first challenge, solutions such as filtering thermal radiations using band-pass filters [33], applying brightness and contrast corrections in DIC procedures [1] or work with ultraviolet light to avoid any radiation [3] may be used. In this study, the issue was tackled by only considering images at stabilized high temperature. Thus the change in brightness and contrast or emissivity during the heating phase was avoided. The reference image as well as the deformed ones had the same dynamic range.

At high temperatures, the occurrence of heat haze is a well-known phenomenon [43]. It is an optical artifact caused by variations in the refractive index of the air in the observed environment. It is also referred to as mirage effect, heat waves, or heat oscillations [11, 23]. The refractive index of air depends on its temperature as it is linked to its density. These convection motions lead to the deviation of light rays, resulting in the distortion of the shapes of observed objects. Since heat haze induces spurious motions, it is detrimental to quantitative imaging techniques like DIC [43].

The heat haze effect is even more problematic with furnaces [28]. To mitigate these effects, various strategies have been used, including utilizing forced air flux with fans

or air knives [19] to homogenize the air density. One can try to reduce these distortions by creating partial vacuum inside the furnace [35]. It is also possible to adapt the acquisition of images during the test, for instance, by acquiring a large quantity of images that are then processed by grayscale-average techniques to construct one denoised image [41]. Another solution consists in using neutral density filters to increase the exposure duration so that each image is directly an average of hundreds of instants [13].

Herein, as the experimental set-up cannot be easily modified by integrating fans for instance, the choice was made to use spatiotemporal regularization in the DIC procedure (ST-DIC) [4]. The general principle behind this method is to consider global temporal interpolations over the whole time domain [6, 7] instead of performing instantaneous DIC (INST-DIC) where two pictures are correlated for each time step. In instantaneous DIC [20] the displacement field $\mathbf{u}(x, t)$ is expressed as

$$\mathbf{u}(x, t) = \sum_{i=1}^{n_x} v_i(t) \boldsymbol{\psi}_i(x) \quad (1)$$

with $\boldsymbol{\psi}_i$ the FE shape functions and $v_i(t)$ the amplitudes associated with n_x degrees of freedom. To add temporal degrees of freedom, the expression of the sought displacement field is modified as

$$\mathbf{u}(x, t) = \sum_{i=1}^{n_x} \sum_{j=1}^{n_t} v_{ij} \boldsymbol{\psi}_i(x) \phi_j(t) \quad (2)$$

where $\phi_j(t)$ are temporal shape functions with n_t degrees of freedom and v_{ij} the unknown amplitudes. For this study, linear temporal shape functions were used [4]. For monotonic and cyclic tests, different regimes were identified on the force/image curves (Figure 4) when a change in the slope was observed. Those regimes were used to build the intervals over which temporal regularization is performed. This choice led to 22 intervals for the monotonic test and 29 for the cyclic test. This discretization is shown in Figure 6 for the two tests.

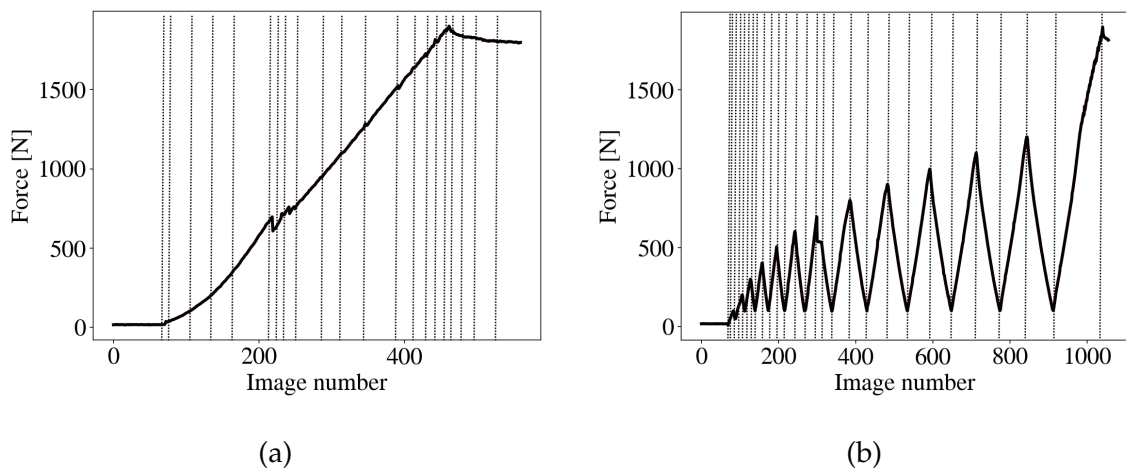


Figure 6: Temporal discretization for (a) monotonic and (b) cyclic tests

After this selection, heat haze effects are mitigated on the measured displacement field. Figure 7 shows displacement fields with INST-DIC and ST-DIC for the first two images of the monotonic test.

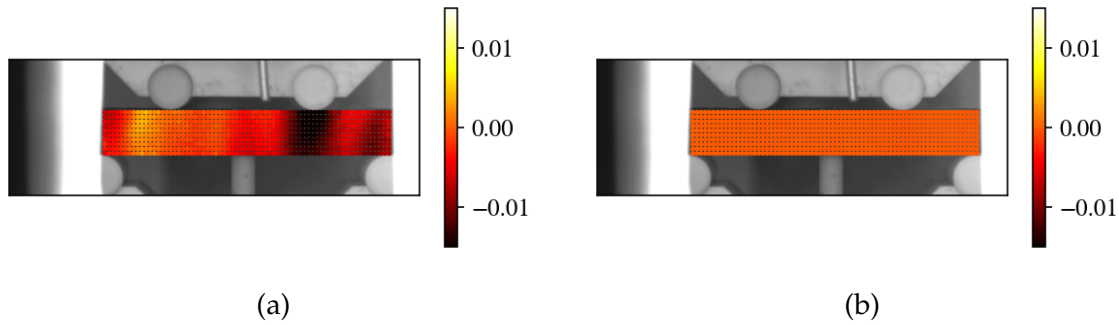


Figure 7: Horizontal displacement field (mm) measured on the second image (a) with INST-DIC and (b) with ST-DIC for the monotonic test.

Displacements fluctuations are in order of 0.01 mm with no temporal regularization and virtually no displacement are observed with the same color bar with temporal regularization. This result illustrates the added value of this approach to mitigate heat haze effects. This approach is also proven to be beneficial to reduce uncertainties on the displacement fields as illustrated in Figure 8. The distributions of nodal displacements was computed for the first 30 images where no load was applied.

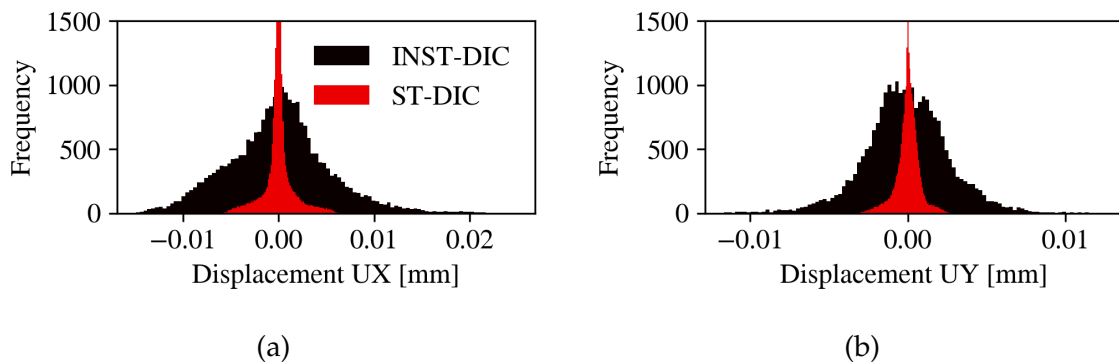


Figure 8: (a) Horizontal and (b) vertical nodal displacement distributions with and without spatiotemporal regularization.

The standard deviations of those distributions give an estimate of standard displacement uncertainty. The standard uncertainty associated with INST-DIC is 7 μm , whereas the one with ST-DIC is 2 μm which corresponds to a reduction by a factor of 3.5.

Results

In this section displacement fields measured via DIC considering instantaneous and spatiotemporal regularization are used to identify the crack length at the CMC/EBC interface. The identification is performed on a local zone around the crack by comparing experimental and simulated displacement fields. The crack length is then introduced in a global simulation taking into account the full specimen. This model is used to validate the crack length identification method and, finally, to compute the interface fracture energy.

Crack length

It has been observed that one transverse crack initiated during the cyclic test and two transverse cracks initiated during the monotonic test (Figure 5). This difference on the number of transverse cracks initiated on the same system may be related to slight differences between the 2 tests in terms of geometry (variation of the thickness, flatness of the surfaces) and load transfer from the rollers (heterogeneity of contacts with the specimen). It is assumed that every transverse crack bifurcated at the interface creating two interfacial cracks. However, not all interfacial cracks propagated as seen on the vertical displacement fields shown in Figure 9.

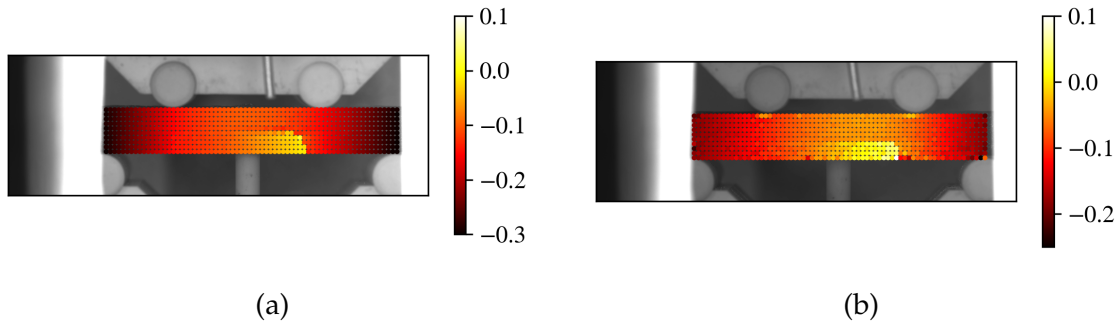


Figure 9: Vertical displacement field (in mm) measured via ST DIC for (a) the monotonic test at image 450 and (b) the cyclic test at image 1000.

For both tests, only the left interfacial crack initiated from the right transverse crack is propagating at the interface. Thus, only those crack lengths are measured in the following. The crack lengths are identified in the same way as what has been reported for tests at room temperature [5]. In that case, two local models were built around the previously mentioned cracks. Each model represented a part of the sample including its full thickness, starting at the transverse crack location and reaching the left upper flexural roller. Cracks with varying lengths were introduced in the mesh at the interface by node splitting. The FE analyses were run using Abaqus Standard [10]. Boundary conditions corresponding to experimental displacements measured by DIC were applied to the exterior edges of the local model. The cost function to minimize is written in terms of the difference between computed nodal displacements (U_X^c and U_Y^c)

$$\chi^2(L) = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \left(\frac{(U_X^c(L) - U_X^e)^2 + (U_Y^c(L) - U_Y^e)^2}{2\sigma_u^2} \right) \quad (3)$$

with X and Y respectively the horizontal and vertical directions, and experimental nodal displacements (U_X^e and U_Y^e) measured via DIC. N is the number of nodes used to evaluate the cost function, and σ_u the standard uncertainty associated with experimental displacements. The identified crack length is defined for the value of L for which the cost function (3) reaches a minimum.

Two analyses were performed for each test, first using the INST-DIC nodal displacements to evaluate the cost function and to apply boundary conditions and second, ST-DIC nodal displacements were considered. The results are shown in Figure 10 with respect to the image number. The crack length identification is perturbed by heat haze effects. For the monotonic test, the identified crack length with INST-DIC is sometimes

smaller than the crack length identified at a previous image (for instance between image 320 and 330). Physically, this trend is unlikely because the load was constantly increased with the image number over this interval, the crack was thus not supposed to close. This phenomenon is also observed in the cyclic test during a phase of load increase.

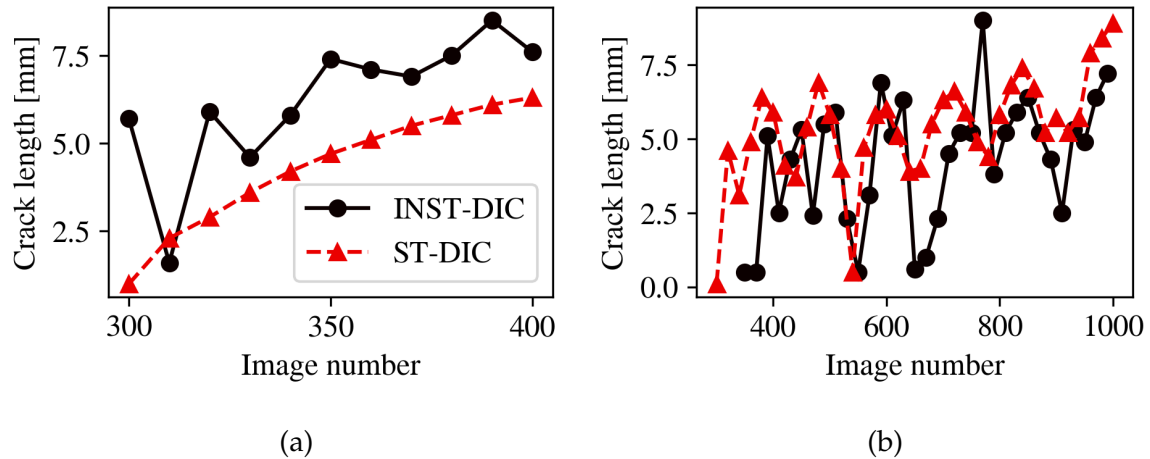


Figure 10: Change of the crack length identified by comparison between experimental and simulated displacements considering INST-DIC and ST-DIC to measure the displacement fields for the (a) monotonic and (b) cyclic tests.

For both tests, ST-DIC yields a growth of the crack length with load increases, which is more physical. For the monotonic test, the identified crack length with INST-DIC is significantly higher than that obtained with ST-DIC. For the cyclic test, both methods are giving similar orders of magnitude on the crack length even if the one identified via INST-DIC is much noisier.

Experiment/simulation comparison

In the previous section, DIC allowed for the comparison between experiments and simulations via the displacement fields on local models around the cracks. The comparison between the force, recorded by the load cell during the test, and the reaction force extracted from FE analyses is also performed. Global models taking into account the full specimen, are built for both tests. This comparison is a way to validate the relevance of the crack length identification. The local/global approach is illustrated on Figure 11.

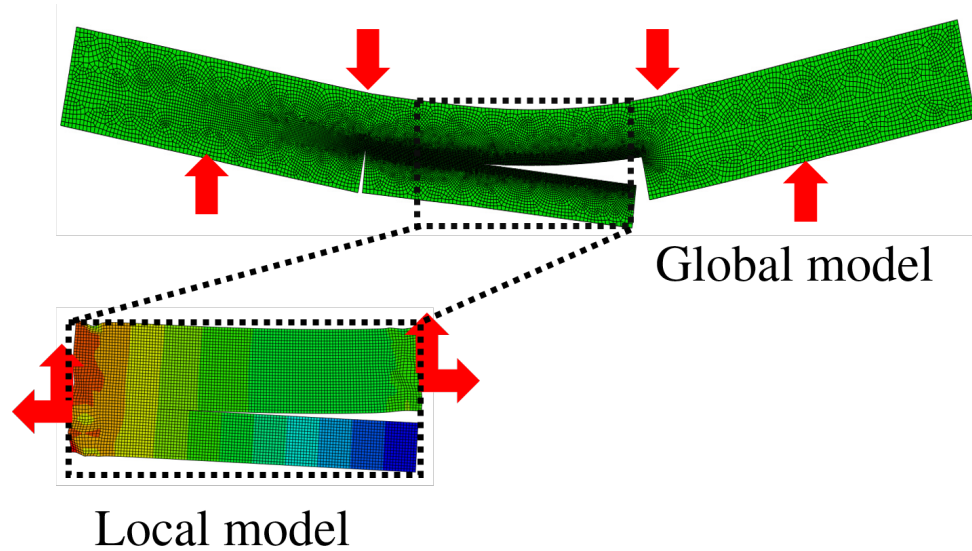


Figure 11: Local and global model with cracks inserted by node splitting and mesh refinement in the vicinity of the crack tip, boundary conditions are highlighted with the red arrows.

First, the experimental forces at the beginning of the tests were compared with simulated reaction forces with no cracks *i.e.* during the initial stage of Figure 4. Second, the cracks are inserted in the FE mesh by node splitting with the previously identified crack lengths (Figure 11). Experimental boundary conditions from INST-DIC and ST-DIC were applied to four nodes corresponding to the contact points of the rollers on the specimen. They are updated in accordance with the corresponding image (*i.e.* one simulation is run for each image).

The simulations were conducted in 2 dimensions with the assumption of plane strain states. It is worth mentioning that a strong hypothesis was made by considering that the crack lengths and the boundary conditions were identical through the width of the specimen. Such assumption had to be made considering that DIC yielded surface information. It was validated at room temperature [5].

The evolution of the vertical displacement of the four nodes corresponding to the contact points with the two DIC techniques are shown in Figure 12 for the monotonic test.

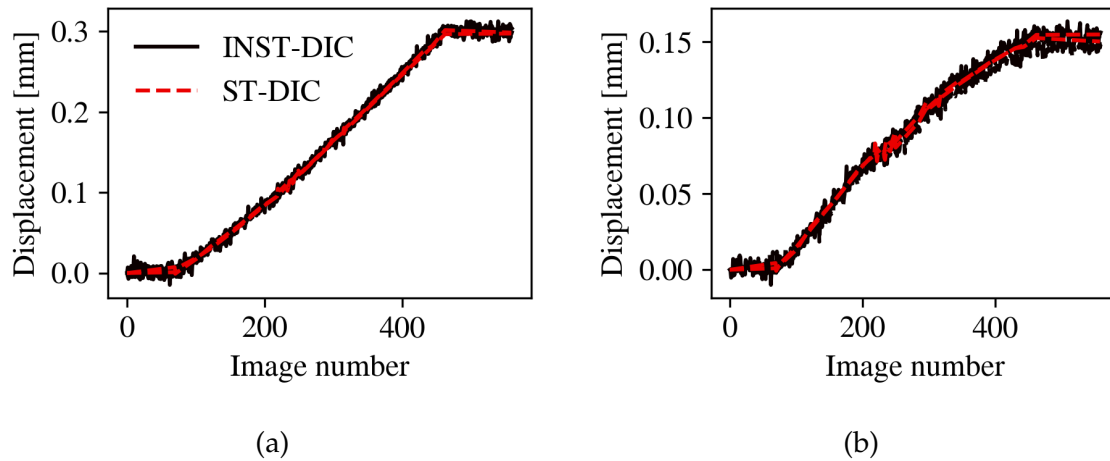


Figure 12: Evolution of the four boundary conditions applied to the FE simulations when the fields are extracted from INST-DIC or ST-DIC analyses (8 nodal displacements in total) for the (a) bottom left and right (4 nodal displacements) and (b) top left and right rollers (4 nodal displacements).

The displacement of the left and right rollers are virtually superimposed. The loading conditions are symmetric. Both INST-DIC and ST-DIC give the same tendency, the only differences are the fluctuations observed on the INST-DIC boundary conditions. Those fluctuations are filtered out with ST-DIC.

The comparison of the reaction forces on the first images in the elastic domain, with boundary conditions applied from INST-DIC and ST-DIC, is shown in Figure 13. This analysis before crack initiation highlights the effects of heat haze on the measured boundary conditions and their impact on the overall simulated response. The good correlation observed between experimental forces and simulated predictions with ST-DIC allows for the validation of the model hypothesis (material properties, boundary conditions, 2D assumption). It also enables for the validation of the temporal discretization of ST-DIC. For the monotonic test, the force change until the first drop is not linear. This non linearity may be due to the imperfection of the contact between the flexural rollers and the specimen. If the temporal discretization is too coarse, such non linearity cannot be captured in the global response. An analysis was performed to ensure that the temporal discretization, *i.e.* the number of modes, was sufficiently refined to capture the global motions but also sufficiently coarse to filter out higher frequencies and mitigate heat haze effects. To have the best discretization, the comparison in the elastic domain between experiment and simulation was used.

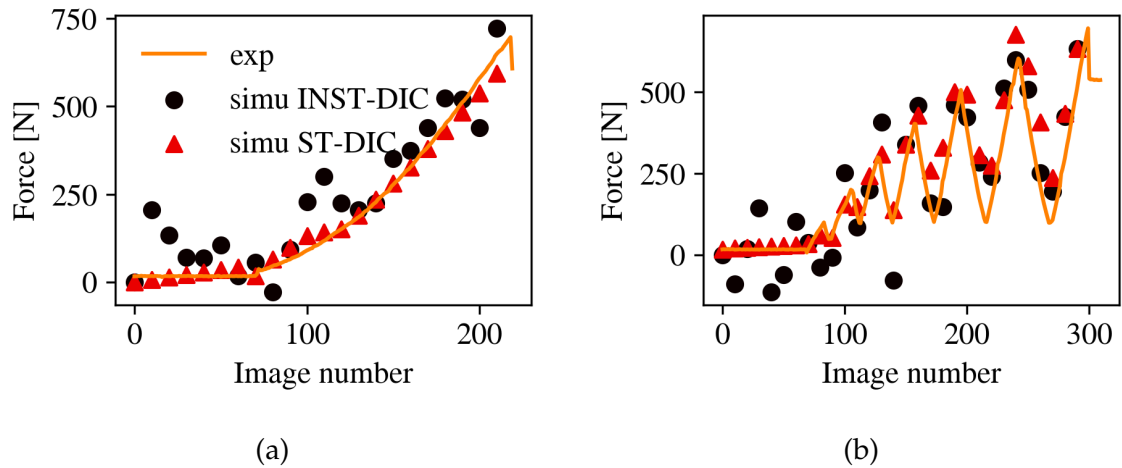


Figure 13: Comparison between experimental (exp) and reaction forces extracted from FE simulations (simu) before crack initiation for the (a) monotonic and (b) cyclic tests.

After this validation before crack initiation, transverse and interfacial cracks were inserted in the mesh as shown in Figure 11. The interfacial crack lengths were the ones previously identified for each image number. For the cracks that did not bifurcate at the interface, only the transverse crack was inserted in the mesh. As for the first comparisons, the boundary conditions were applied from experimental nodal displacements to the four contact points with the rollers. The comparison between the experimental and simulated reaction forces with cracks inserted in the mesh is shown in Figure 14.

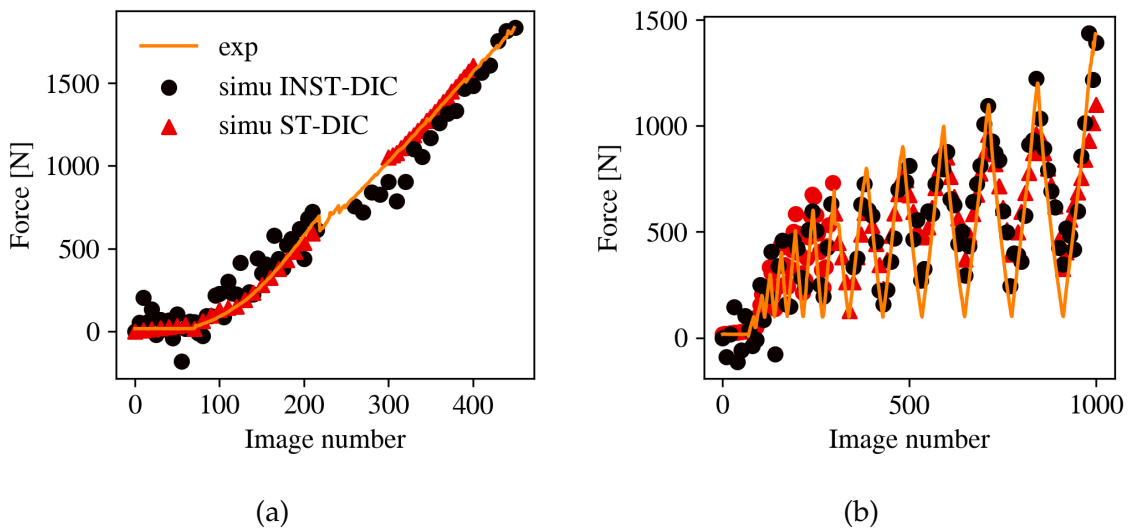


Figure 14: Comparison between the experimental and reaction forces extracted from FE simulations with cracks inserted in the meshes for the (a) monotonic and (b) cyclic tests.

A good correlation is observed between experiments and simulations with ST-DIC. It is also the case with INST-DIC where fluctuations with experimental data are significant for the first images but the gap is reduced for higher loads. The loss of stiffness due to the cracks is well described by considering straight interfacial cracks in the FE analyses. With ST-DIC, the standard deviation between experimental force and sim-

ulated reaction forces is 19 N in the elastic domain and 11 N when cracks are inserted in the mesh for the monotonic test. It is equal to 39 N in the elastic domain and 150 N when cracks are inserted for the cyclic test. This gap mainly comes from the unloading phases where the identified crack length is smaller. If only the loading phases are considered, the standard deviation between experimental and simulated reaction forces is 73 N. For the monotonic test, it is worth mentioning that the crack length can only be identified after image 300 because it was too small for the first images. With INST-DIC, the standard deviation between experimental force and simulated reaction forces is 82 N in the elastic domain and 77 N when cracks are inserted in the mesh for the monotonic test. It is equal to 100 N in the elastic domain and 123 N when cracks are inserted for the cyclic test. ST-DIC gives results closer to the experiment than INST-DIC except for the cyclic test in the presence of cracks.

Interfacial energy release rate

The macroscopic fracture energy of the interface was computed numerically from the global model in Figure 11 with cracks inserted in the meshes. To assess the fracture energy, the energy release rate G was computed using a contour integral (J -integral) [9, 36], which has been used for bimetals [40]. In the present case, the fracture energy of the interface G_C corresponds to the energy release rate when stable propagation of the crack occurred [18]. Only the images during loading phase when the crack is propagating are considered for the cyclic test to compute G_C . A preliminary study showed that the J -integral must be evaluated at least around 10 contours of elements around the crack tip to get converged values [5]. The mesh is sufficiently refined around the crack tip to capture the stress intensification (Figure 11). The change of G_C for both tests for the considered images is shown in Figure 15.

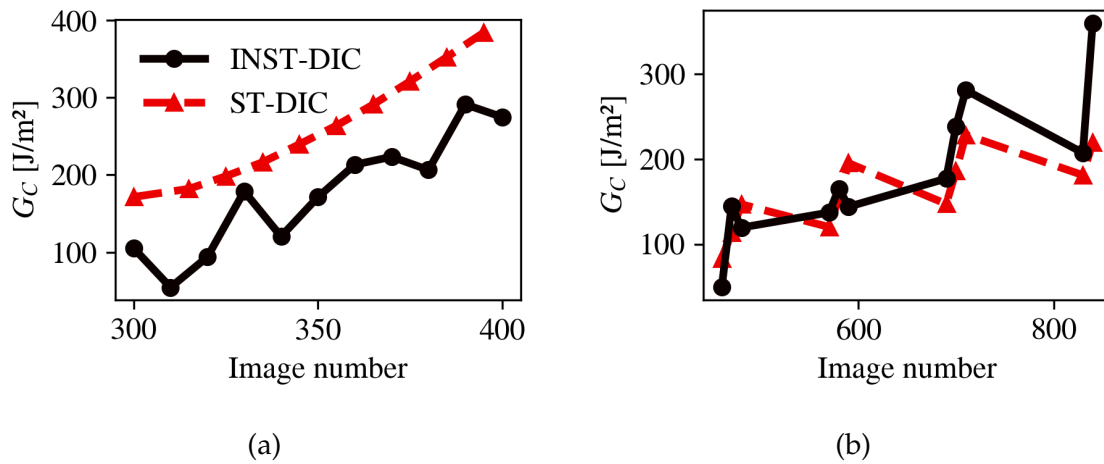


Figure 15: Evolution of fracture energy G_C for the (a) monotonic and (b) cyclic tests.

For both tests, G_C is increasing with the load and the crack length. Such evolution may be the effect of toughening mechanisms appearing during propagation. The effect of loading cycles is visible in Figure 15(b). The mean values of G_C for both tests and for the two DIC methods are reported in Table 1.

Table 1: Mean values of G_C for the two tests

Test and DIC method	mean G_C (J m^{-2})
monotonic test INST-DIC	175
monotonic test ST-DIC	205
cyclic test INST-DIC	166
cyclic test ST-DIC	161

The mean fracture energy G_C are slightly higher for the monotonic test. Both DIC methods give similar results.

Discussion

In this section, the uncertainties on the identified crack length and on G_C are discussed. The uncertainty levels are propagated from the nodal displacement measurements to the crack length and to G_C based on sensitivity analyses [5]. The uncertainty levels are compared between INST-DIC and ST-DIC. Last, the results gathered on the interface fracture energy at 1000 °C are compared to the values obtained at room temperature.

Uncertainty quantification

The method developed to identify the crack length is based on the comparison between experimental and simulated displacement fields (3). To assess the uncertainty of the crack length L , the propagation of uncertainties was conducted by computing the kinematic sensitivity vectors [17]. The simulated displacement is influenced by the inserted crack length but also by the nodal displacement on the edges where experimental boundary conditions are applied. Sensitivities are computed via forward finite differences between a first simulation where all parameters $\{p\}$ (*i.e.* the crack length and the nodal displacements applied to the edges) are fixed in a reference configuration and a second simulation where one of the parameters is increased by 1% with respect to its reference value. For instance, the sensitivity vector associated with the crack length reads

$$S_u(x, L) = \frac{\partial \mathbf{U}^c(x, L)}{\partial L} \quad (4)$$

where $\mathbf{U}^c(x, L)$ is the computed nodal displacement. The sensitivities are gathered in a rectangular matrix $[S]$ where each column is the sensitivity to one parameter. Uncertainties and sensitivities are related by [39]

$$\{\eta_p\} = [[S]^T [S]]^{-1} [S]^T \{\eta_u\} \quad (5)$$

with $\{\eta_u\}$ and $\{\eta_p\}$, respectively the uncertainties on the nodal displacements and on the parameters.

To evaluate the uncertainty level on the crack length, the full covariance matrix associated with the parameters is needed

$$\langle \{\eta_p\} \{\eta_p\}^T \rangle = \sigma_u^2 [H]^{-1} \quad (6)$$

because $\langle \{\eta_U\} \{\eta_U\}^T \rangle = \sigma_U^2 [\mathbf{I}]$, σ_U being the uncertainty associated with the measured displacements, and with the Hessian matrix

$$[\mathbf{H}] = [\mathbf{S}]^T [\mathbf{S}] \quad (7)$$

where the diagonal terms are the autosensitivities when the correlations are not accounted for. The total variance of the crack length becomes [17]

$$\sigma_L^2 = \sigma_U^2 \sum_i \frac{V_{ki}^2}{D_{ii}} \quad (8)$$

where the matrix $[\mathbf{V}]$ gathers all column eigenvectors, and $[\mathbf{D}]$ is the diagonal matrix of eigenvalues of the Hessian matrix, k corresponds to the column (or line) of the Hessian matrix where the sensitivity with respect to L are considered.

The standard uncertainty of the crack length was evaluated considering INST-DIC and ST-DIC fields. The uncertainty associated with crack length identification with ST-DIC is 150 μm , this level increased up to 530 μm with INST-DIC due to heat haze effects.

The uncertainty level associated with the crack length is used to evaluate the uncertainty related to G_C . Five parameters $\{\mathbf{p}\}$ are identified as sources of uncertainties on G_C , namely, the four nodal displacements applied as boundary conditions to the four contact points and the identified crack lengths at the interface. The sensitivity of G_C with respect to these parameters was evaluated by computing the forward finite differences between the calibrated value of G_C (*i.e.* computed with initial parameters) and the perturbed value of G_C for which one of the five parameters is increased by 1% with respect to its initial value (the other four parameters remained unperturbed). This procedure was repeated for all five parameters.

The total uncertainty on G_C was computed with the differential of G_C

$$dG_C = \sum_p \frac{\partial G_C}{\partial p} \delta p \quad (9)$$

with $\delta p = \frac{p}{100}$. Then, by taking the variance

$$\sigma_{G_C}^2 = \langle dG_C^2 \rangle = \sum_p \left(\frac{\partial G_C}{\partial p} \right)^2 \sigma_p^2 \quad (10)$$

with σ_p the uncertainty related to each parameter. The standard uncertainty on G_C with ST-DIC is 2.6 J m^{-2} and with INST-DIC is 9 J m^{-2} .

Comparison with the fracture energy identified at room temperature

The interface fracture energy between the same CMC and EBC system was investigated at room temperature with a similar four-point flexural test [5]. First, the uncertainty level is higher at high temperature than at room temperature for both the crack length and G_C . The uncertainty level associated with the crack length at room temperature was evaluated at 30 μm , which is 5 times smaller than the one evaluated at 1000 $^\circ\text{C}$ with ST-DIC and 18 times smaller than the one identified with INST-DIC. Concerning G_C , the uncertainty level was evaluated at 0.5 J m^{-2} at room temperature

which is 5 times smaller than the one reported herein at 1000 °C with ST-DIC and 18 times smaller with INST-DIC. This higher level is related to higher uncertainties on the measured displacement via DIC at high temperature, which are used to identify the crack lengths and to apply boundary conditions to FE simulations. The use of ST-DIC allows for a reduction of those uncertainty levels.

Second, the fracture energy at the interface of the system is higher at high temperature than at room temperature. The mean value of G_C at room temperature considering the cracks propagating between the inner roller was 65 J m^{-2} . The mean value of G_C at 1000 °C evaluated with the two tests presented herein is 177 J m^{-2} , which is 2.7 times higher than the mean value obtained at room temperature.

The mode mixity α during crack propagation was evaluated as the ratio of energy release rate in mode II G_{II} with respect to the total energy release rate

$$\alpha = \frac{G_{II}}{G_I + G_{II}} \quad (11)$$

where G_I and G_{II} components are evaluated using the Virtual Crack Closure Technique [24]. Even if the experimental setups were not identical, the mode mixity for both temperature conditions are similar. The mode mixity was found to be about 0.26 at room temperature, and 0.30 at high temperature. In both cases, the mode mixity was constant during propagation.

Fracture surfaces were observed for both temperature conditions after spallation of the coating. The fracture surfaces on the CMC side observed with an optical microscope are displayed in Figure 16 for both temperatures. The interfacial cracks are not located in one preferred layer, the crack propagation is mixed. The fracture surfaces are rough and the cracks bifurcated between the DSY top coat layer and the silicon bond coat layer. Damage scenarios during crack propagation throughout the width of the specimens are similar at room and high temperatures.

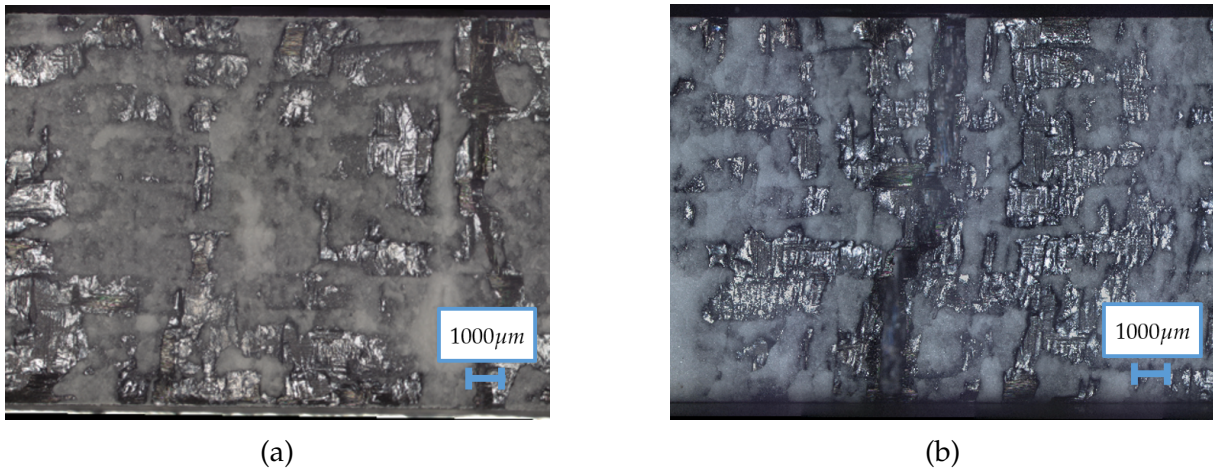


Figure 16: Fracture surfaces for a specimen tested (a) at room temperature and (b) at 1000 °C.

The higher fracture energy at 1000 °C may be related to the evolution of the mechanical properties of silicon with the increase of temperature [45]. Silicon exhibits low fracture toughness at room temperature (between $0.8 \text{ MPa m}^{1/2}$ and $0.9 \text{ MPa m}^{1/2}$) and undergoes a ductile-to-brittle transition around 750 °C. At high temperatures, a new deformation mechanism must be considered, namely, creep. It has been reported

that at temperatures above 1000 °C, for silicon produced by air plasma spray, creep deformation is significant [38]. This viscoplastic behavior changes the stress state at the interface and may increase the fracture energy. The increase in fracture energy may also be explained by residual stress relaxation taking place at 1000 °C. The residual stress state is induced during manufacturing of the CMC/EBC system especially when the EBC is projected onto the substrate [15]. This stress state is not modified at room temperature but may change when the temperature increases.

Conclusion

Four-point flexural tests were successfully performed in a furnace at 1000 °C to characterize the interface behavior of a CMC/EBC system. Similar macroscopic responses were observed at high temperature in comparison to room temperature. Cracks initiated in the EBC, then bifurcated at the interface and propagated in a stable manner along the interface. Two types of experiments were performed in the furnace, namely, a monotonic test during which two transverse cracks initiated in the EBC, and a cyclic test for which one transverse crack initiated.

Crack propagation along the interface was followed via FE-based DIC, which was found to be very useful to compare displacement fields from experiments and finite element simulations despite heat haze effects at high temperatures. To mitigate those effects, spatiotemporal regularization was successfully employed. This approach was also found useful to reduce the uncertainty level associated with the measured displacements. The regularized displacement fields were used to identify the crack length at the interface during the tests by comparing experimental displacements and FE simulations. The identified cracks were then inserted in the mesh of the full specimens and the computed reaction forces were compared to the experimental measurements. A good agreement was observed, which validated the proposed method to identify the crack length and allowed for the numerical computation of energy release rates, which correspond, under the condition of stable crack propagation, to the fracture energy G_C .

The reported fracture energy at 1000 °C was higher than that previously evaluated at room temperature. Possible explanations to this increase in fracture toughness are creep of the Si bond coat layer, the increase of toughening mechanisms at high temperature such as bifurcations or branching of the interfacial crack and the relaxation of residual stresses. The uncertainty levels were also higher at higher temperatures because the displacement measurement via DIC was more challenging. To better understand the increase in fracture energy at higher temperatures, a change of scale may be relevant. Future work will consist in identifying toughening mechanisms during crack propagation taking place at micro and meso scales.

Acknowledgements

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

Bibliography

- [1] T. Archer, P. Beauchêne, C. Huchette, and F. Hild. Global digital image correlation up to very high temperatures with grey level corrections. *Measurement Science and Technology*, 31(2):024003, 2019.
- [2] Aremco. Specialty coatings high temperature high emissivity Black Coatings HiE 840-series Product highlights. <https://www.aremco.com/high-emissivity-coatings/>, 2022.
- [3] R. B. Berke and J. Lambros. Ultraviolet digital image correlation (UV-DIC) for high temperature applications. *Review of Scientific Instruments*, 85(4):045121, Apr. 2014.
- [4] M. Berny, T. Archer, A. Mavel, P. Beauchêne, S. Roux, and F. Hild. On the analysis of heat haze effects with spacetime DIC. *Optics and Lasers in Engineering*, 111:135–153, Dec. 2018.
- [5] P. Bertrand, C. Huchette, T. Archer, T. Vandellos, and F. Hild. Determination of interfacial fracture energy of an environmental barrier coating on ceramic matrix composite substrate. *Journal of the European Ceramic Society*, 45(2):116886, 2025.
- [6] G. Besnard, S. Guérard, S. Roux, and F. Hild. A space–time approach in digital image correlation: Movie-DIC. *Optics and Lasers in Engineering*, 49(1):71–81, Jan. 2011.
- [7] G. Besnard, H. Leclerc, F. Hild, S. Roux, and N. Swiergiel. Analysis of image series through global digital image correlation. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 47(4):214–228, May 2012.
- [8] E. Bouillon. Ceramic matrix composite behavior enhancement for gas turbines hot sections. *Conference of NATO Science & Technology Organization, AVT-356 Research Symposium on Physics of Failure for Military Platform Critical Subsystems*, 2021.
- [9] G. P. Cherepanov. Crack propagation in continuous media: PMM vol. 31, no. 3, 1967, pp. 476–488. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 31(3):503–512, Jan. 1967.
- [10] Dassault, Systèmes, and help 3DS. Simulia user assistance 2022. <https://www.3ds.com/support/documentation/user-guides>, 2022.
- [11] A. Delmas, Y. le maoult, J.-M. Buchlin, T. Sentenac, and J.-J. Orteu. Shape Distortions Induced by Convective Effect on Hot Object in Visible, Near Infrared and Infrared Bands. *Experiments in Fluids*, 54:1452, 2013.

- [12] J. DiCarlo, H. Yun, G. Morscher, and R. Bhatt. SiC/SiC Composites for 1200°C and above. *Handbook of Ceramic Composites*, 2004.
- [13] A. Doitrand, R. Estevez, M. Thibault, and P. Leplay. Fracture and Cohesive Parameter Identification of Refractories by Digital Image Correlation Up to 1200°C. *Experimental Mechanics*, 60(5):577–590, June 2020.
- [14] Y. Dong and B. Pan. A Review of Speckle Pattern Fabrication and Assessment for Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 57(8):1161–1181, Oct. 2017.
- [15] M. Fernandez, G. Couégnat, and F. Rebillat. Relation entre oxydation et évolution de l'adhérence d'une barrière environnementale (in French). *Comptes Rendus des JNC 21 – Bordeaux INP*, 2019.
- [16] Y. Gowayed, G. Ojard, R. Miller, U. Santhosh, J. Ahmad, and R. John. Correlation of elastic properties of melt infiltrated SiC/SiC composites to in situ properties of constituent phases. *Composites Science and Technology*, 70(3):435–441, Mar. 2010.
- [17] R. Gras, H. Leclerc, F. Hild, S. Roux, and 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*, 55:2–16, Mar. 2015.
- [18] A. Griffith. *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*. Royal Society of London, Jan. 1921.
- [19] J. T. Hammer, J. D. Seidt, and A. Gilat. Strain Measurement at Temperatures Up to 800°C Utilizing Digital Image Correlation. In H. Jin, C. Sciammarella, S. Yoshida, and L. Lamberti, editors, *Advancement of Optical Methods in Experimental Mechanics, Volume 3*, pages 167–170, Cham, 2014. Springer International Publishing.
- [20] F. Hild and S. Roux. Digital Image Correlation: from Displacement Measurement to Identification of Elastic Properties – a Review. *Strain*, 42(2):69–80, 2006.
- [21] F. Hild and S. Roux. Comparison of Local and Global Approaches to Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 52(9):1503–1519, Nov. 2012.
- [22] I. Hofinger, M. Oechsner, H.-A. Bahr, and M. V. Swain. Modified four-point bending specimen for determining the interface fracture energy for thin, brittle layers. *International Journal of Fracture*, 92:213–220, 1998.
- [23] E. Jones and P. Reu. Distortion of Digital Image Correlation (DIC) Displacements and Strains from Heat Waves. *Experimental Mechanics*, 58(7):1133–1156, Sept. 2018.
- [24] R. Krueger. Virtual crack closure technique: History, approach, and applications. *Applied Mechanics Reviews*, 57(2):109–143, Mar. 2004.
- [25] D. Laporte. *Analyse de la réponse d'assemblages collés sous des sollicitations en dynamique rapide. Essais et modélisations*. phdthesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, Oct. 2011.
- [26] P. Leplay, O. Lafforgue, and F. Hild. Analysis of Asymmetrical Creep of a Ceramic at 1350°C by Digital Image Correlation. *Journal of the American Ceramic Society*, 98(7):2240–2247, July 2015.

- [27] P. Luong, R. Bonnaire, J.-N. Périé, Q. Sirvin, and L. Penazzi. Speckle pattern creation methods for two-dimensional digital image correlation strain measurements applied to mechanical tensile tests up to 700°C. *Strain*, 57(5):e12388, 2021.
- [28] J. S. Lyons, J. Liu, and M. A. Sutton. High-temperature deformation measurements using digital-image correlation. *Experimental Mechanics*, 36(1):64–70, 1996.
- [29] K. L. More, P. F. Tortorelli, L. R. Walker, N. Miriyala, J. R. Price, and M. van Roode. High-Temperature Stability of SiC-Based Composites in High-Water-Vapor-Pressure Environments. *Journal of the American Ceramic Society*, 86(8):1272–1281, 2003.
- [30] S. V. Nair, H. E. Eaton, and E. Y. Sun. Measurements of interface strength and toughness in shear of environmental barrier coatings on ceramic substrates at ambient and at elevated temperature. *Surface and Coatings Technology*, 200(18):5175–5180, May 2006.
- [31] R. Naslain. Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview. *Composites Science and Technology*, 64(2):155–170, Feb. 2004.
- [32] E. J. Opila, J. L. Smialek, R. C. Robinson, D. S. Fox, and N. S. Jacobson. SiC Recession Caused by SiO₂ Scale Volatility under Combustion Conditions: II, Thermodynamics and Gaseous-Diffusion Model. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(7):1826–1834, July 1999.
- [33] B. Pan, D. Wu, Z. Wang, and Y. Xia. High-temperature digital image correlation method for full-field deformation measurement at 1200 °C. *Measurement Science and Technology*, 22(1):015701, Nov. 2010.
- [34] P. Reu. All about speckles: Speckle Size Measurement. *Experimental Techniques*, 38(6):1–2, 2014.
- [35] P. L. Reu and E. M. C. Jones. Eliminating Air Refraction Issues in DIC by Conducting Experiments in Vacuum. In L. Lamberti, M.-T. Lin, C. Furlong, C. Sciammarella, P. L. Reu, and M. A. Sutton, editors, *Advancement of Optical Methods & Digital Image Correlation in Experimental Mechanics, Volume 3*, pages 85–87, Cham, 2019. Springer International Publishing.
- [36] J. R. Rice. A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. *Journal of Applied Mechanics*, 35(2):379–386, June 1968.
- [37] B. T. Richards, S. Sehr, F. de Franqueville, M. R. Begley, and H. N. G. Wadley. Fracture mechanisms of ytterbium monosilicate environmental barrier coatings during cyclic thermal exposure. *Acta Materialia*, 103:448–460, Jan. 2016.
- [38] B. T. Richards, D. Zhu, L. J. Ghosn, and H. N. Wadley. Mechanical Properties of Air Plasma Sprayed Environmental Barrier Coating (EBC) Systems: Preliminary Assessments. In *Developments in Strategic Ceramic Materials*, pages 219–237. John Wiley & Sons, Ltd, 2015.

- [39] S. Roux and F. Hild. Optimal procedure for the identification of constitutive parameters from experimentally measured displacement fields. *International Journal of Solids and Structures*, 184:14–23, 2020.
- [40] C. F. Shih. Cracks on bimaterial interfaces: elasticity and plasticity aspects. *Materials Science and Engineering: A*, 143(1):77–90, Sept. 1991.
- [41] Y. Q. Su, X. F. Yao, S. Wang, and Y. J. Ma. Improvement on measurement accuracy of high-temperature DIC by grayscale-average technique. *Optics and Lasers in Engineering*, 75:10–16, Dec. 2015.
- [42] J.-R. Vaunois, M. Poulain, P. Kanouté, and J.-L. Chaboche. Development of bending tests for near shear mode interfacial toughness measurement of EB-PVD thermal barrier coatings. *Engineering Fracture Mechanics*, 171:110–134, Feb. 2017.
- [43] L. Yu and B. Pan. Overview of High-temperature Deformation Measurement Using Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 61(7):1121–1142, Sept. 2021.
- [44] Y. Zhao, A. Shinmi, X. Zhao, P. J. Withers, S. Van Boxel, N. Markocsan, P. Nylen, and P. Xiao. Investigation of interfacial properties of atmospheric plasma sprayed thermal barrier coatings with four-point bending and computed tomography technique. *Surface and Coatings Technology*, 206(23):4922–4929, July 2012.
- [45] D. Zhu. Development and Performance Evaluations of HfO₂-Si and Rare Earth-Si Based Environmental Barrier Bond Coat Systems for SiC/SiC Ceramic Matrix Composites. In *International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films*, Nasa, 2014.
- [46] S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, and Y. Mutoh. Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composites: a review. *Composites Science and Technology*, 59(6):833–851, May 1999.
- [47] W. Zhu, Q. Wu, L. Yang, and Y. C. Zhou. In situ characterization of high temperature elastic modulus and fracture toughness in air plasma sprayed thermal barrier coatings under bending by using digital image correlation. *Ceramics International*, 46(11, Part B):18526–18533, Aug. 2020.

Afin de filtrer les fluctuations temporelles des déplacements mesurés dues à la brume de chaleur, une approche de régularisation spatio-temporelle a été mise en place dans l'article 5.1. Cette procédure s'est avérée fiable et a été validée sur le modèle global. Elle est en revanche coûteuse en ressource de calcul car elle nécessite une première mesure des déplacements par CIN instantanée sur toutes les images avant de refaire le calcul des facteurs de correction pour chaque mode n_t associé à la discrétisation temporelle dont le coup de calcul est similaire à n_t mesures par CIN instantanée [Berny *et al.*, 2018].

5.2 Vers une approche intégrée pour l'identification de la longueur de fissure à l'interface

Une alternative à cette procédure coûteuse serait de s'appuyer sur la CIN intégrée (CIN-I), dont le principe est décrit dans le chapitre 3.1, et qui présente un intérêt certain pour la mesure de champs dans des conditions de hautes températures. En effet, la cinématique très contrainte par le nombre de degrés de liberté largement réduit par rapport à une approche plus classique de CIN globale, avec une discrétisation par un maillage EF, est une option intéressante pour réduire les effets de brume de chaleur sur la mesure des déplacements. Cela a été montré par Leplay *et al.* [2015] qui ont utilisé une cinématique de poutre en flexion selon les hypothèses d'Euler-Bernouilli permettant de réduire le nombre de degrés de liberté à cinq, à savoir : une rotation, une courbure, le rapport tension/compression et 2 translations. La CIN-I a été utilisée sur un essai de flexion 4 points réalisé en four à 1350 °C pour caractériser le comportement de fluage asymétrique d'une céramique en silicate de zirconium. Cette méthode permet de diminuer le niveau d'incertitude sur les champs de déformations et permet de retrouver les mêmes résultats qu'avec une mesure de CIN globale basée EF sur des images acquises avec des temps d'intégration longs (30 s) afin de filtrer la brume de chaleur. D'autres analyses à haute température rapportent les mêmes conclusions sur l'intérêt de la CIN-I, par exemple, pour l'identification du comportement découplé thermique et mécanique d'un superalliage jusqu'à 700 °C [Dong *et al.*, 2017]. Cette étude a été poursuivie jusqu'à 1000 °C, combinée à une analyse EF permettant d'identifier les paramètres matériaux (module d'Young, coefficient de Poisson et coefficients de dilatation thermique) [Zhao *et al.*, 2023].

La mise en place d'une telle approche est décrite dans la partie suivante. Dans toutes les études citées précédemment, avant l'application de la méthode, il convient de définir la base réduite sur laquelle le champ de déplacement est décomposé. Les résultats obtenus avec la méthode de CIN-I sont ensuite comparés à la CIN-ST.

5.2.1 Construction de la base réduite

Dans ces travaux, nous nous concentrons sur l'identification de la longueur de fissure avec la méthode intégrée. Pour cela, le modèle local autour d'une fissure, considéré dans l'article 5.1, est employé. Afin de décrire au mieux la cinématique de l'essai de flexion 4 points autour de la fissure, le choix de la base réduite s'est appuyé sur une simplification des conditions aux limites appliquées sur le modèle local du dialogue essai/calcul. On considère donc que les deux lignes de nœuds verticales aux extrémités

du modèle, c'est-à-dire la ligne de nœuds sur toute l'épaisseur du système (à gauche) et uniquement dans le CMC pour la ligne à l'aplomb de la fissure transverse (à droite), vont imposer le champ de déplacement aux autres nœuds du maillage. Il s'agit des nœuds dits « maîtres ».

Dans le but de réduire le nombre de degrés de liberté par rapport aux déplacements des nœuds maîtres, des simplifications supplémentaires sont faites en considérant que tous les nœuds maîtres, appartenant à la même ligne, se déplacent de la même valeur dans le plan (déplacement UX similaire sur tous les nœuds maîtres d'une même ligne, idem pour UY). Ainsi, la base réduite est constituée de six champs élémentaires pilotés par six degrés de liberté qui seront à identifier par la procédure intégrée. Les six degrés de liberté correspondent à deux translations T_x et T_y selon X et selon Y ainsi qu'une rotation θ sur chacune des deux lignes de nœuds maîtres du modèle local. Cette base permet de prendre en compte les mouvements de corps rigide et les deux rotations imposent que les sections droites restent planes selon l'hypothèse de Navier-Bernoulli (pas de gauchissement).

Les champs de déplacement sont construits à partir de six solutions élémentaires aux éléments finis à l'aide du solveur Abaqus afin de prendre en compte les différences de propriétés entre le CMC et l'EBC ainsi que l'anisotropie du CMC. Les six solutions élémentaires sont illustrées sur la Figure 5.1 avec une longueur de fissure de 1 mm à l'interface. L'interpénétration des deux lèvres de fissure observée pour certaines conditions aux limites de la Figure 5.1 dépend du signe des six degrés de liberté. Les conditions aux limites appliquées peuvent être positives ou négatives, sur la Figure 5.1 les six degrés de liberté appliqués sont unitaires positifs.

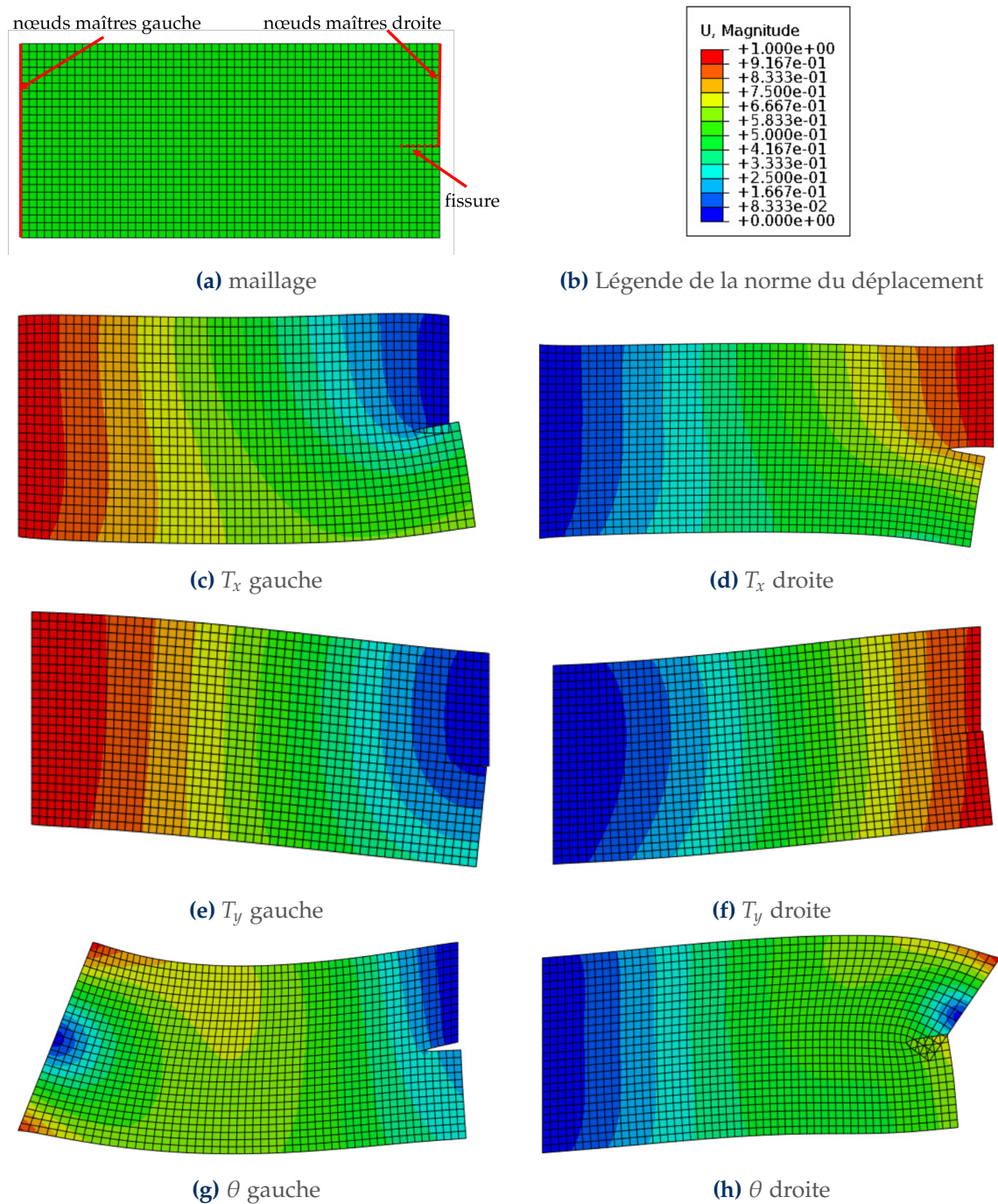


FIGURE 5.1 – Maillage et conditions aux limites donnant les six solutions élémentaires de la base réduite pour la CIN-I.

La longueur de fissure est identifiée par minimisation du résidu RMS-GL de la CIN-I en fonction de la longueur de fissure. C'est-à-dire que la CIN-I est appliquée en considérant différents maillages pour lesquels la fissure à l'interface est insérée par déboutonnage de nœuds. Pour chaque maillage, la position de la pointe de fissure est modifiée avec un pas de 100 μm . Pour chaque longueur de fissure, les six amplitudes sont identifiées et la moyenne quadratique du résidu de corrélation (résidu RMS-GL) en niveau de gris (équation (3.3)) est évaluée. L'évolution du RMS-GL en fonction de la longueur de fissure permet d'identifier la longueur de fissure qui correspond à la cinématique la plus fidèle par rapport aux images, lorsqu'un minimum est atteint. Cette procédure d'identification de la longueur de fissure s'inscrit dans la même logique que la minimisation de l'écart entre le déplacement mesuré et simulé pour différentes longueurs de fissure avec la méthode de dialogue essai/calcul mise en place dans les articles 4.1 et 5.1.

Lors de la mesure par CIN-I, les six amplitudes à identifier sont initialisées à zéro pour la première longueur de fissure considérée. Pour les longueurs de fissure suivantes, les six amplitudes sont initialisées avec les valeurs obtenues à convergence pour la longueur de fissure précédente afin d'accélérer la mesure. Il est vérifié pour chaque solution convergée que la combinaison des six solutions élémentaires avec les amplitudes associées donne un mouvement pour lequel la fissure à l'interface est bien ouverte. Cette vérification permet de s'assurer qu'il n'y a pas d'interpénétration des deux lèvres de la fissure, ce qui serait un indicateur que la mesure des amplitudes n'est pas représentative de la réalité physique de l'essai. Cette procédure est implémentée dans le code Correli 3.0 développé au LMPS dans l'environnement Matlab [Lelerc *et al.*, 2015]. Une conversion pixel/mm est effectuée afin de transférer les champs depuis Abaqus vers Correli.

5.2.2 Résultats et comparaison avec la méthode de dialogue essai/calcul

Un exemple de l'évolution du résidu RMS-GL en fonction de la longueur de fissure est illustré sur la Figure 5.2 pour l'image 350 de l'essai monotone de l'article 5.1.

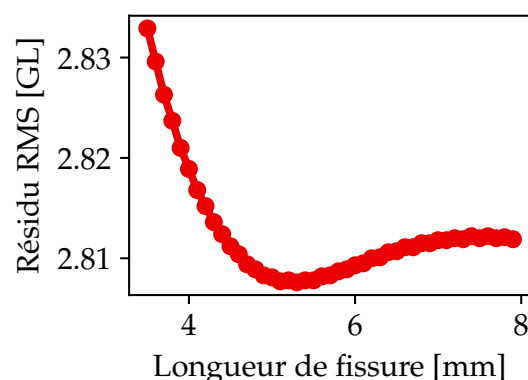


FIGURE 5.2 – Evolution du résidu RMS en fonction de la longueur de fissure insérée dans le maillage.

Pour cette image, le minimum de résidu est atteint pour une longueur de fissure de 5.3 mm. Sur cette même image, l'évolution des six amplitudes à convergence est tracée

en fonction de la longueur de fissure sur la Figure 5.3

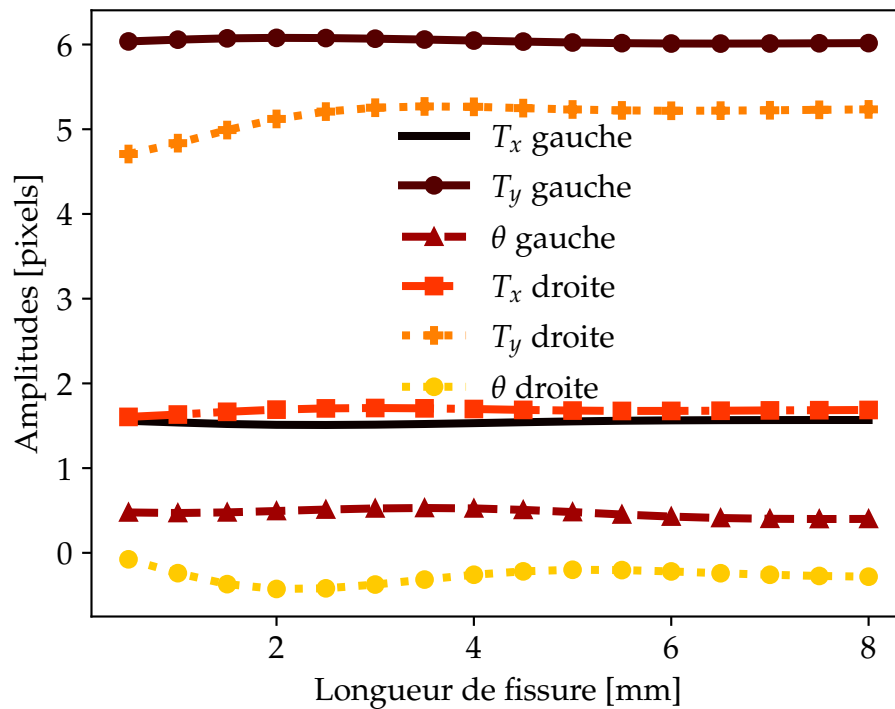
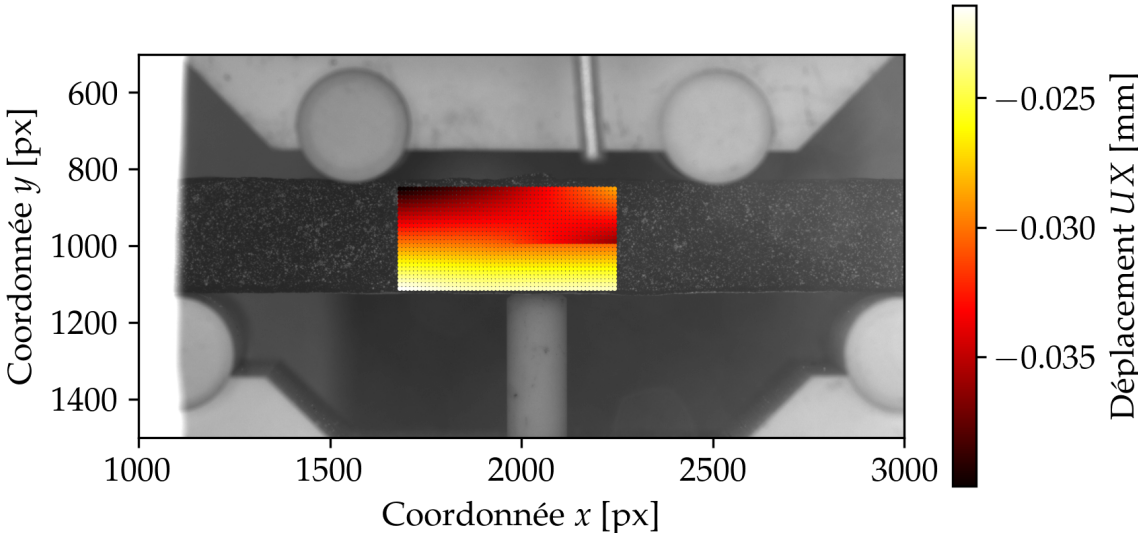


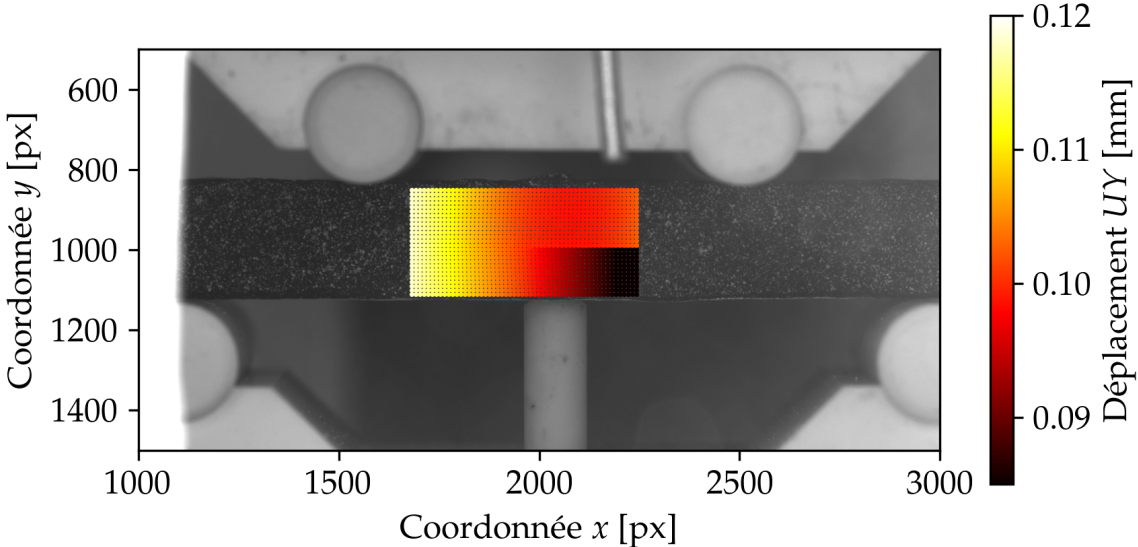
FIGURE 5.3 – Evolution des amplitudes identifiées en fonction de la longueur de fissure insérée dans le maillage.

Les amplitudes restent relativement stables quelle que soit la longueur de fissure. À noter tout de même une variation plus marquée pour T_y droite et θ droite qui impose la cinématique au voisinage de la fissure, en particulier, pour les faibles longueurs de fissure. De manière générale, nous constatons que les amplitudes les plus élevées sont les translations verticales selon Y , T_y droite et gauche. Ce sont ces amplitudes qui ont la plus grosse influence sur la cinématique, c'est un résultat attendu dans le cas d'une flexion 4 points.

Les champs de déplacements mesurés sur l'image 350 de l'essai monotone avec la longueur de fissure identifiée de 5.3 mm avec la CIN-I sont illustrés sur la Figure 5.4.



(a)



(b)

FIGURE 5.4 – Champs de déplacement (a) horizontal et (b) vertical mesurés avec la méthode intégrée sur l'image 350 de l'essai monotone pour la longueur de fissure qui minimise le résidu RMS-GL (5.3 mm).

Avec cette méthode de CIN-I, les résultats d'identification de la longueur de fissure sur les deux essais, monotone et cyclique, de l'article 5.1 sont présentés en Figure 5.5. Ces résultats sont comparés avec les longueurs de fissures identifiées par dialogue essai/calcul en utilisant les champs de CIN-ST.

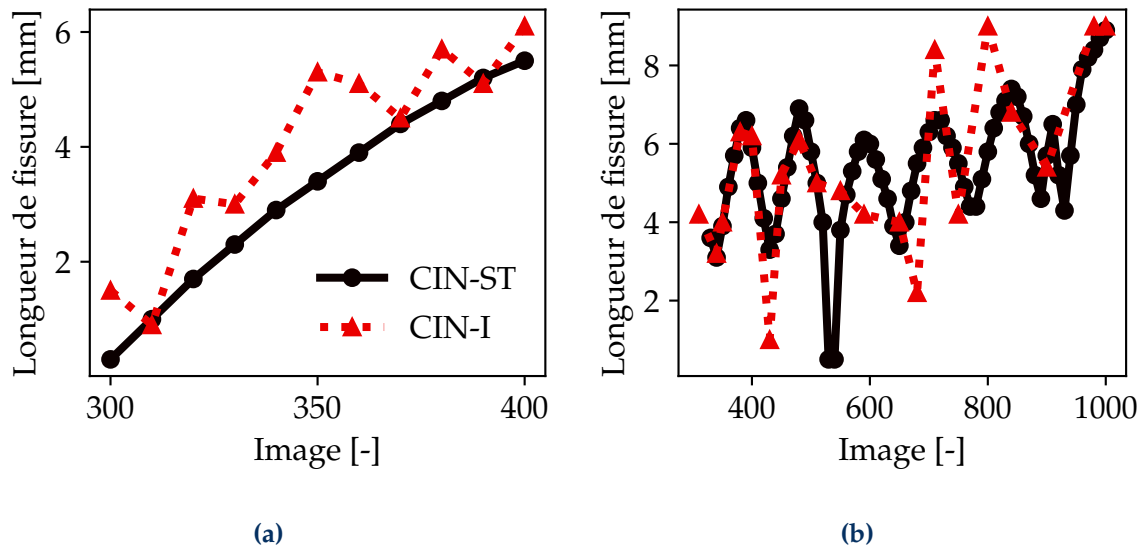


FIGURE 5.5 – Comparaison des longueurs de fissure identifiées par essai/calcul en utilisant les champs de CIN-ST et l'approche intégrée (CIN-I) pour les essais (a) monotone et (b) cyclique.

Nous observons des écarts sur les longueurs de fissures identifiées en considérant les champs de CIN-ST et les champs de CIN-I. Les longueurs de fissures identifiées par CIN-I sont plus perturbées, c'est-à-dire qu'une longueur de fissure plus faible est parfois identifiée alors que le chargement est plus important, c'est le cas par exemple entre les images 350 et 370 de la courbe de la Figure 5.5 (a). Sur l'essai monotone, il semble également qu'une tendance à identifier une fissure plus longue avec la CIN-I, par rapport à la CIN-ST se dégage. Cet écart reste toutefois inférieur avec ce qui a pu être observé en utilisant la CIN-INST (article 5.1). Pour l'essai cyclique, les cycles d'ouverture et refermeture de fissure sont bien captés avec les deux méthodes. Les longueurs de fissure sont proches pour les deux premiers cycles, en revanche la longueur de fissure identifiée avec la CIN-I est plus faible sur le troisième cycle et plus importante pour les quatrième et cinquième cycles.

Afin de comparer de manière quantitative les deux méthodes, il est intéressant d'analyser les résidus en niveaux de gris sur les images. Le résidu RMS-GL a déjà été évalué pour la CIN-I (Figure 5.2), le minimum pour les longueurs de fissures identifiées est compris entre 2.7 et 3 pour les images 300 à 400. Le résidu en niveaux de gris est évalué pour la méthode de dialogue essai/calcul (article 5.1) en utilisant les déplacements imposés par les conditions aux limites issues de la CIN-ST et la longueur de fissure identifiée avec cette méthode. Le déplacement u est donc connu et le résidu est évalué avec l'équation (3.3) par rapport à l'image de référence. Pour les deux méthodes, on considère que l'image de référence est la première acquise pendant l'essai. Cette analyse montre que le résidu de corrélation RMS-GL est plus élevé avec la méthode de dialogue essai/calcul (environ 2 fois plus élevé que le résidu RMS-GL de la CIN-I). La CIN-I permet donc de reproduire la cinématique de flexion du système avec la présence d'une fissure interfaciale malgré le nombre réduit de degrés de liberté.

Les champs de résidu-GL, en valeur absolue, en niveaux de gris pour l'image 350 de l'essai monotone, avec les longueurs de fissures identifiées par les deux méthodes introduites dans les maillages, sont comparés sur la Figure 5.6.

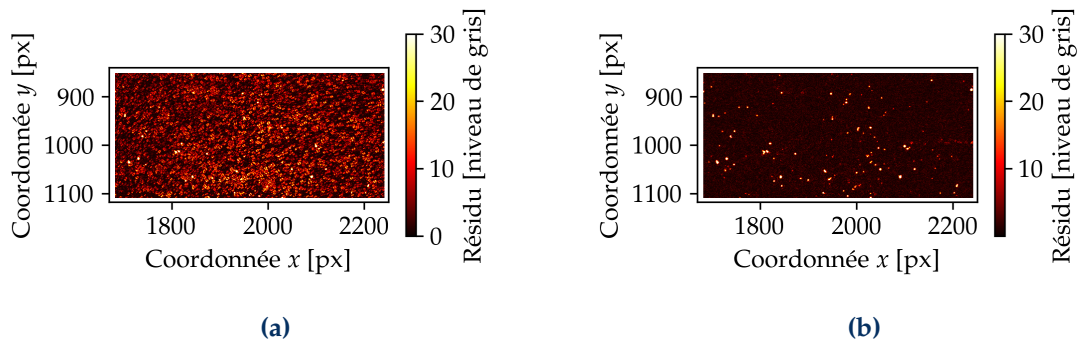


FIGURE 5.6 – Comparaison des champs de résidu en niveaux de gris en utilisant les champs de (a) CIN-ST avec une longueur de fissure de 3.4 mm et (b) CIN-I avec une longueur de fissure de 5.3 mm pour l'image 350.

Ces champs montrent que le résidu est plus important avec la CIN-ST qu'avec la CIN-I. On peut donc affirmer que la CIN-I est plus fidèle à la cinématique de l'essai et la CIN-ST est plus éloignée. Toutefois, ces résultats sont à nuancer. En effet, le résidu est évalué par rapport à la première image, sans correction. La brume de chaleur est donc présente sur cette image. Pour aller plus loin, il aurait été intéressant de construire une image de référence filtrée, par exemple, en moyennant toutes les images acquises dans l'état de référence (*i.e.* avant application de la charge) ou en l'intégrant directement comme inconnue du problème de CIN-ST [Berny *et al.*, 2018].

Ainsi, il apparaît que la CIN-I est plus sensible à la brume de chaleur notamment avec l'identification des longueurs de fissures (Figure 5.5 (a)). La CIN-ST est plus restrictive et permet de régulariser la mesure des déplacements avec un impact plus important sur le résidu. Les deux méthodes restent toutefois des options intéressantes pour mesurer des champs cinématiques lors d'essais à haute température et pour limiter l'impact de la brume de chaleur. Il serait intéressant de réaliser la CIN-I sur un modèle global en prenant en compte toute la surface de l'éprouvette afin de filtrer de manière plus efficace la brume de chaleur par rapport à ce qui a été fait sur le modèle local. Il est important de mentionner que cette méthode intégrée n'a pas été testée sur les essais réalisés à température ambiante étant donné que la méthode est implémentée dans Correli 3.0 uniquement en monovision et nous disposons uniquement d'images acquises en stéréovision à température ambiante. Les développements supplémentaires nécessaires à l'analyse des essais à température ambiante par la méthode intégrée n'ont pas pu être réalisés par souci de temps. Il serait intéressant toutefois d'évaluer l'efficacité de cette méthode en l'absence de brume de chaleur. Une perspective intéressante à ces travaux serait également d'hybrider les deux méthodes, c'est-à-dire de conserver la base réduite de la CIN-I afin de réduire les coûts de calcul et d'intégrer une composante temporelle aux six amplitudes identifiées afin de filtrer au mieux la brume de chaleur.

Par la suite, la méthode de CIN-ST a été retenue pour analyser un essai sur éprouvette vieillie, en raison des résultats plus cohérents obtenus avec celle-ci sur l'identification de la longueur de fissure par rapport à la méthode intégrée (Figure 5.5(a)).

5.3 Effets de l'environnement sur la ténacité d'interface à 1000 °C

L'objectif de cette analyse est de caractériser à la fois l'impact du vieillissement par oxydation/corrosion (croissance de TGO) et de la haute température sur les propriétés d'adhérence du système CMC/EBC. Pour cela, un essai de flexion 4 points a été réalisé sur une éprouvette préalablement vieillie à 1000 °C pendant 500 h à pression atmosphérique sous 50 % de H₂O. L'épaisseur de TGO moyenne mesurée est de 10 µm. L'essai a été réalisé en déplacement cyclique imposé en utilisant le même protocole expérimental que décrit dans l'article 5.1. La courbe force/image de cet essai est illustrée sur la Figure 5.7.

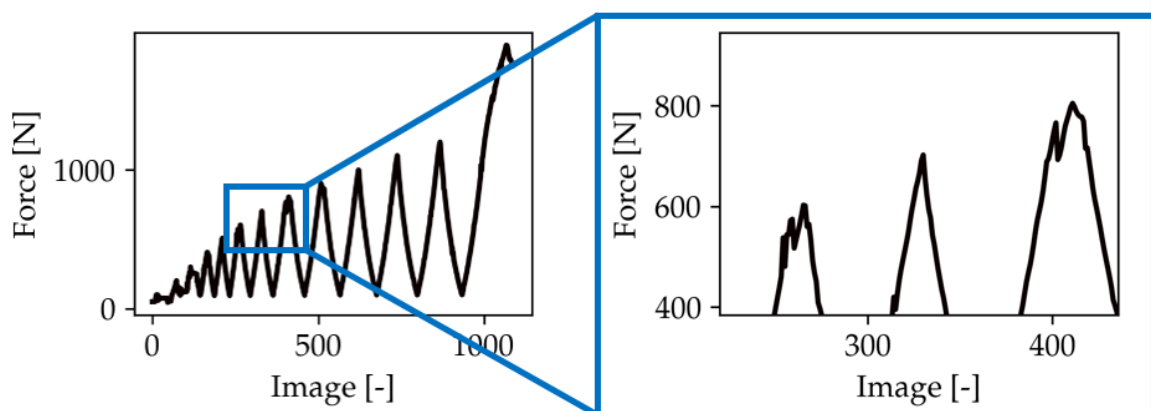


FIGURE 5.7 – Courbe force/image de l'essai de flexion 4 points sur éprouvette vieillie réalisé à 1000 °C.

Deux chutes de force sont observées sur cette courbe à l'image 255 pour une force de 550 N et à l'image 402 pour une force de 760 N. Ces deux chutes de force sont caractéristiques de l'amorçage de deux fissures transverses dans l'EBC comme cela a été mentionné dans l'article 5.1. Pour l'essai sur éprouvette vieillie, la force à l'amorçage de la première fissure est inférieure à celle rapportée pour les essais à chaud sur éprouvettes non vieillies qui était de 700 N. La dispersion due aux matériaux ou les variations d'épaisseur observées dans la longueur des éprouvettes peuvent expliquer ce niveau plus bas de force à l'amorçage.

De la même manière que dans l'article 5.1, l'essai sur éprouvette vieillie a été instrumenté par une caméra qui permet de mesurer les champs de déplacements par CIN. Dans un premier temps, la CIN instantanée est utilisée. Les champs de déplacements horizontaux UX et verticaux UY mesurés sur l'image 1030 sont illustrés en Figure 5.8

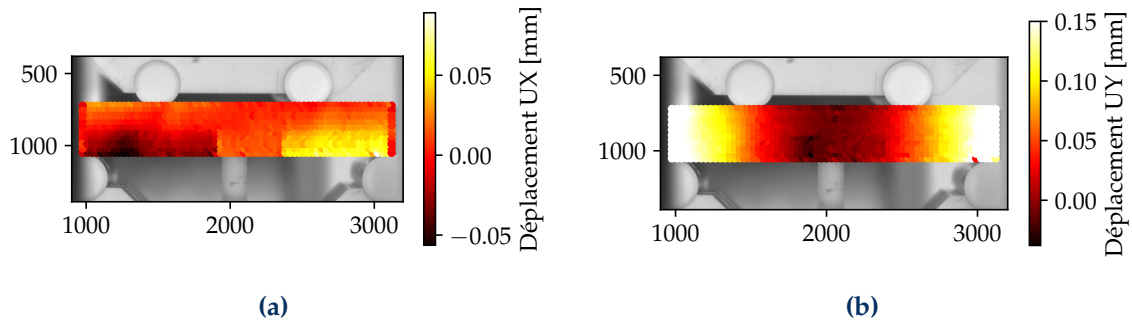


FIGURE 5.8 – Champs de déplacement (a) horizontal UX et (b) vertical UY mesurés par CIN instantanée sur l'image 1030.

Le champ de déplacement horizontal UX (Figure 5.8(a)) confirme que 2 fissures transverses ont amorcé dans l'EBC. Sur le champ de déplacement vertical UY (Figure 5.8 (b)), il apparaît que la fissure transverse côté gauche a bifurqué et a propagé à l'interface mais sur une longueur moins importante que ce qui a pu être observé sur les champs de déplacements mesurés lors des essais sur éprouvettes non vieilles (Figure 9 5.1).

Les déplacements nodaux ont également été mesurés par l'approche spatio-temporelle afin de filtrer les fluctuations dues à la brume de chaleur. La discrétisation temporelle utilisée est illustrée sur la Figure 5.9. Au total, 20 intervalles temporels sont nécessaires pour décrire chaque cycle de charge/décharge.

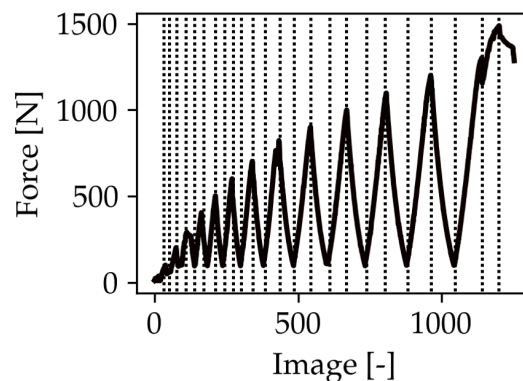


FIGURE 5.9 – Discretisation temporelle utilisée pour l'essai sur éprouvette vieillie.

La cinématique donnée par la CIN-ST est utilisée pour identifier les longueurs de fissure à l'interface par dialogue essai/calcul avec la même procédure que celle décrite dans l'article 5.1. Pour cela, deux modèles locaux sont construits de part et d'autre de la fissure transverse à gauche. Les déplacements mesurés par CIN-ST au niveau des 4 points d'appuis de flexion sont utilisés comme conditions aux limites du modèle global sur lequel les fissures sont insérées par déboutonnage de nœuds. Ce modèle global sert de référence pour le recalage de l'essai, les forces de réaction simulées et expérimentales sont comparées sur la Figure 5.10.

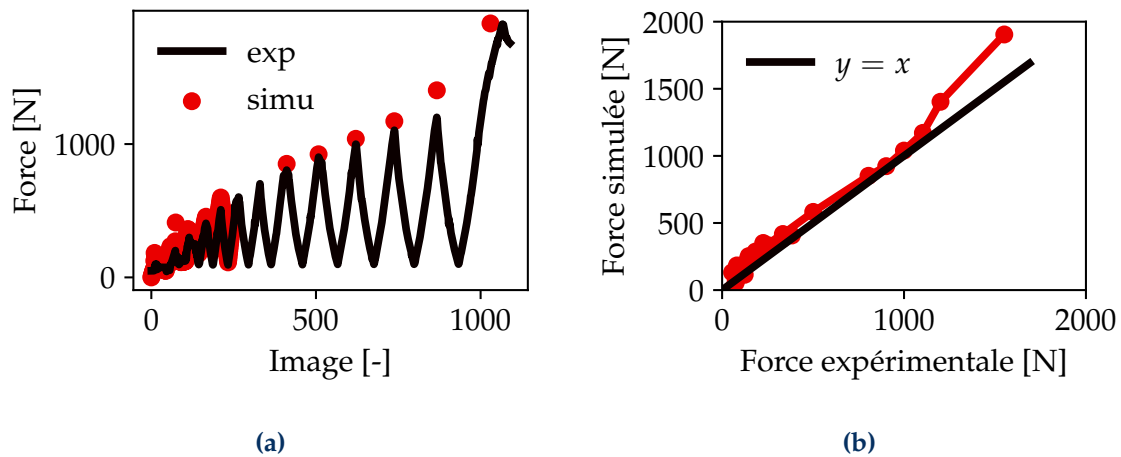


FIGURE 5.10 – (a) Comparaison de la force expérimentale (exp) et des forces de réaction des simulations (simu). (b) Corrélation entre les valeurs de force expérimentale et force simulée.

Seules les images correspondant aux pics de charge sont considérées dans cette analyse car les fissures ne propagent pas durant les phases de décharge. Nous constatons une bonne corrélation entre la réponse expérimentale et la réponse simulée jusqu'à ce qu'un écart se creuse pour les deux derniers cycles. Il est supposé que, comme à température ambiante, cet écart est dû à l'endommagement du CMC non pris en compte ici. Ces images ne sont donc pas considérées dans l'évaluation de l'énergie d'adhérence G_C par la méthode de l'intégrale J . Les valeurs de G_C calculées pour les fissures droite et gauche sont reportées sur la Figure 5.11.

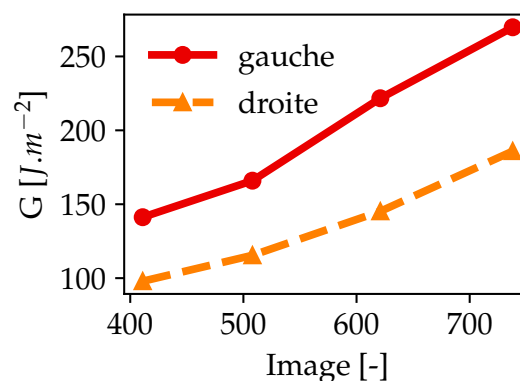


FIGURE 5.11 – Evolution de l'énergie d'adhérence G_C pour les deux fissures à l'interface évaluées sur les images correspondant aux pics de charge.

Comme pour les autres essais, un accroissement de G_C avec le niveau de charge (*i.e.* le nombre d'images) est observé sur cette éprouvette vieillie. Les valeurs de G_C pour la fissure à droite sont plus faibles que celles à gauche. Les niveaux moyens sont respectivement de $200 J m^{-2}$ à gauche et $136 J m^{-2}$ à droite. Ces valeurs sont proches de celles calculées à $1000 ^\circ C$ sur les éprouvettes non vieillies ($180 J m^{-2}$). L'effet de l'accroissement de l'épaisseur de TGO sur l'adhérence de l'interface n'est donc pas marqué à $1000 ^\circ C$ à la différence des données calculées à température ambiante où une augmentation de la ténacité a été observée sur les systèmes vieillies par rapport aux systèmes sains (partie 4.4). Ces résultats restent à nuancer en raison du faible nombre d'essais

réalisés sur éprouvettes vieilles.

5.4 Bilan

Les essais de flexion 4 points et la méthode d'exploitation développée à température ambiante pour caractériser la phase de propagation de fissures à l'interface du système CMC/EBC ont été transférés à haute température. Les essais de flexion 4 points réalisés dans un four ont permis de faire propager des fissures stables à l'interface du système à 1000 °C. Ce résultat permet de caractériser l'adhérence du système dans un environnement plus représentatif des conditions d'opération réelles des pièces. A haute température, la méthode de dialogue essai/calcul développée à température ambiante est perturbée par la présence de brume de chaleur. Cet effet provoqué par des mouvements de l'air dans le four induit des déplacements parasites sous la forme d'oscillations mesurées par la CIN avec l'approche dite « instantanée ». Afin de réduire les perturbations dues à la brume de chaleur, une approche de régularisation spatio-temporelle pour la mesure de CIN est utilisée. Une comparaison est effectuée entre la mesure par CIN instantanée et celle par CIN spatio-temporelle dans l'article 5.1. Cette méthode de régularisation a prouvé son efficacité pour réduire le niveau d'incertitude sur la mesure des déplacements ainsi que sur l'identification de la longueur de fissure et du taux de restitution d'énergie critique G_C .

La ténacité d'interface macroscopique est plus élevée à haute température qu'à température ambiante. Un facteur 3 est observé entre les deux températures sur la ténacité macroscopique de l'interface. Les faciès de rupture ainsi que la mixité modale sont proches pour les deux conditions de température. La ténacité d'interface a été évaluée à 1000 °C sur des systèmes vieillis. La croissance de TGO ne semble pas avoir d'impact significatif sur l'adhérence à haute température pour le cas étudié.

Afin d'expliquer les différences d'adhérence, il semble qu'un changement d'échelle pourrait être nécessaire afin de prendre en compte le comportement en température de la couche d'accroche en silicium [Zhu, 2014] et de la couche d'oxyde en silice. Il serait également intéressant d'évaluer plus finement l'impact de la température sur les contraintes résiduelles, même si, leur impact sur la réponse macroscopique n'a pas été observé lors de la comparaison essai/calcul aussi bien à température ambiante qu'à haute température.

Afin de compléter l'analyse sur la mesure des champs de déplacements par CIN à haute température et sur la présence de perturbations dues à la brume de chaleur, une méthode de CIN-I a été développée en reprenant la cinématique utilisée sur le modèle local pour l'identification de la longueur de fissure. Avec cette approche, le nombre de degrés de liberté à identifier est réduit à six. Ces six solutions élémentaires sont données par des analyses EF prenant en compte le contraste de propriétés entre le CMC et l'EBC et la présence d'une fissure à l'interface. Le calcul de CIN est plus rapide avec cette approche intégrée qui permet d'identifier la longueur de fissure en minimisant le résidu RMS-GL pour différentes longueurs de fissure introduites dans les maillages. Cette approche s'est révélée plus sensible à la présence de brume de chaleur que la CIN-ST mais reste une approche prometteuse pour les mesures de champs cinématiques dans des conditions expérimentales complexes comme la haute température.

Il serait notamment intéressant de combiner l'approche intégrée et la régularisation spatio-temporelle (CIN-ST-I) afin de filtrer les fluctuations de brume de chaleur tout en réduisant le temps de calcul pour la mesure des champs cinématiques à haute température.

Chapitre 6

Caractérisation de la phase d’amorçage

Dans les deux chapitres précédents, nous nous sommes concentrés sur la phase de propagation des fissures à l’interface CMC/EBC. La caractérisation de la propagation est importante dans la prévision de l’écaillage mais la phase d’amorçage des fissures l’est tout autant pour la prévision de la durée de vie des systèmes CMC/EBC. La revue de littérature du chapitre 1 n’a pas permis d’identifier un essai en particulier permettant d’amorcer une fissure à l’interface du système avec les moyens expérimentaux dont nous disposons. Un nouvel essai a donc été mis en place et s’appuie sur les travaux réalisés durant la thèse d’Ines Hamadouche sur le banc laser de l’ONERA [Hamadouche, 2024]. L’idée est de générer des contraintes à l’interface par des gradients thermiques dans le système. Dans un premier temps, l’essai et l’instrumentation associée sont décrits. Dans le but de remonter à une contrainte d’amorçage, des simulations thermomécaniques de l’essai sont ensuite présentées. Les conditions aux limites et les échelles de modélisation sont discutées pour analyser et comparer des essais avec et sans endommagement du système.

Sommaire

6.1	Essais d’amorçage au banc laser	176
6.1.1	Protocole	176
6.1.2	Résultats	178
6.2	Modélisations de l’essai BLAG	185
6.2.1	Modèle thermomécanique et hypothèses associées	185
6.2.2	Identification des paramètres du chargement thermique	186
6.3	État de contrainte à l’interface	192
6.3.1	Sensibilité au chargement thermique	193
6.3.2	Prise en compte de la sous-couche de silicium	196
6.3.3	Comparaison entre deux essais	197
6.4	Bilan	199

6.1 Essais d'amorçage au banc laser

6.1.1 Protocole

Plusieurs bancs laser ont été développés au département Matériaux et Structures de l'ONERA, permettant de solliciter thermiquement les matériaux destinés aux applications pour les parties chaudes des moteurs d'avion. L'un des intérêts du chauffage laser est d'avoir un système ouvert qui est moins sujet aux problématiques d'encombrement couramment rencontrées sur les moyens d'essais, comme c'est le cas du four par exemple. Ceci en fait un moyen d'essai facilement instrumentable (caméra infrarouge, caméra optique, pyromètre et capteurs d'émission acoustique). De plus, il est également possible de coupler ce banc à d'autres moyens d'essais (montage de flexion 4 points, enceinte environnementale) pour caractériser le comportement sous des sollicitations couplées (thermique / mécanique, thermique / oxydation) [Archer, 2019; Hamadouche, 2024]. Parmi ces bancs, le BLAG pour « Banc Laser A Gradients » permet de générer des gradients thermiques multiaxiaux (dans l'épaisseur et en surface). La sollicitation est uniquement thermique mais le chargement induit est thermomécanique dans cette configuration. Ce moyen d'essai a été utilisé lors de la thèse d'Ines Hamadouche [2024] pour accroître la compréhension des mécanismes d'endommagement du système CMC/EBC sous sollicitations multiphysiques. Afin de se rapprocher au mieux de l'environnement moteur, des essais couplant gradients thermiques et environnement humide ont été conduits. Les échantillons testés étaient des coupons carrés sains ou préalablement vieillis sous environnement oxydant. Deux conditions de chargement thermique avaient été employées, avec un faisceau laser centré dans le plan de l'échantillon en surface de l'EBC et avec un faisceau décentré, c'est-à-dire un impact laser sur un coin de l'échantillon côté EBC. Toujours dans la thèse d'Ines Hamadouche [2024], une différence majeure avait été observée entre ces deux chargements. Avec le faisceau centré, aucun endommagement n'avait été observé alors qu'avec le faisceau décentré, une fissure avait été observée à l'interface entre le CMC et l'EBC depuis le coin de l'échantillon le plus proche de la source de chaleur. Plus précisément, cette fissure s'amorçait puis se propageait dans la sous-couche de silicium avant de bifurquer dans le revêtement jusqu'à atteindre sa surface libre. Ce scénario d'endommagement avait été observé sur des échantillons sains et vieillis. Cet essai apparaît donc comme pertinent pour amorcer une fissure à l'interface du système CMC/EBC. Il a été repris durant cette thèse avec une instrumentation enrichie.

Le laser utilisé est de type CO_2 de longueur d'onde $10.6 \mu m$. Le faisceau a une forme de gaussienne dont l'étalement peut être contrôlé par l'application d'une tension variable qui permet de déformer un miroir optique présent sur le trajet du faisceau. Les échantillons testés avec ce dispositif sont des coupons carrés de CMC revêtu de dimensions $18 \text{ mm} \times 18 \text{ mm}$ avec une épaisseur de CMC de 3 mm et une épaisseur de revêtement de 1 mm . Les coupons sont positionnés sur des tiges en alumine afin de limiter les pertes thermiques par conduction avec les surfaces en contact. Des tables microcontrôles permettent de positionner le coupon par rapport au centre du faisceau laser avec une précision de $500 \mu m$. Cet essai est instrumenté en face supérieure (côté EBC) d'une caméra infrarouge MWIR munie d'un filtre passe bande monochromatique avec une longueur d'onde de mesure de $4 \mu m$ et, en face inférieure (côté CMC), d'une caméra infrarouge LWIR avec une longueur d'onde de mesure de $9 \mu m$, afin de suivre

l'évolution de la température au cours du chargement thermique. Un pyromètre monochromatique optris CTlaser G7 (8 μm de longueur d'onde) est ajouté pour fiabiliser la mesure de la température au point le plus chaud de la surface de l'EBC. Afin de détecter le moment d'apparition des premiers endommagements, un capteur d'émission acoustique est utilisé. Pour éviter de détériorer le capteur avec les températures élevées, un guide d'onde en platine est utilisé afin de déporter le capteur. Le guide d'onde est soudé à l'échantillon par une bille de verre fondue [Archer, 2019]. Le montage avec l'instrumentation associée est illustré sur la Figure 6.1.

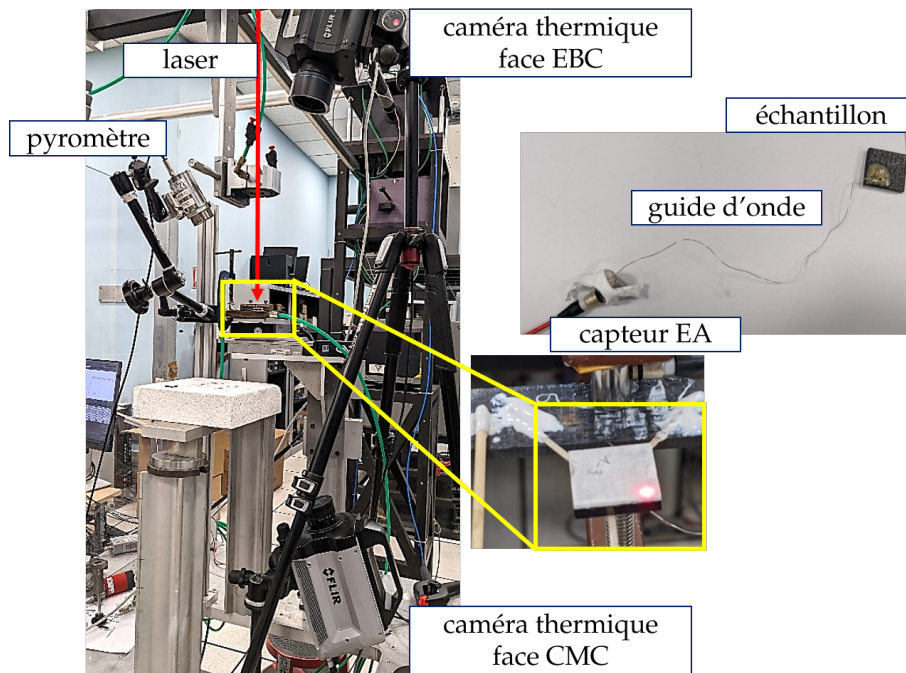


FIGURE 6.1 – Dispositif expérimental du banc BLAG avec l'instrumentation associée

Le chargement thermique est appliqué par une rampe linéaire de montée en puissance du laser à 2 W s^{-1} jusqu'à 55 W. Cette puissance est maintenue constante pendant 80 s avant d'être coupée. Un tel cycle de chauffe permet d'atteindre une température maximale de surface d'environ $1250 \text{ }^\circ\text{C}$. La puissance laser et la température de surface mesurée par le pyromètre en fonction du temps sont illustrées sur la Figure 6.2. Un exemple d'images thermiques obtenues sur les deux faces avant l'arrêt de la chauffe laser est montré sur la Figure 6.3.

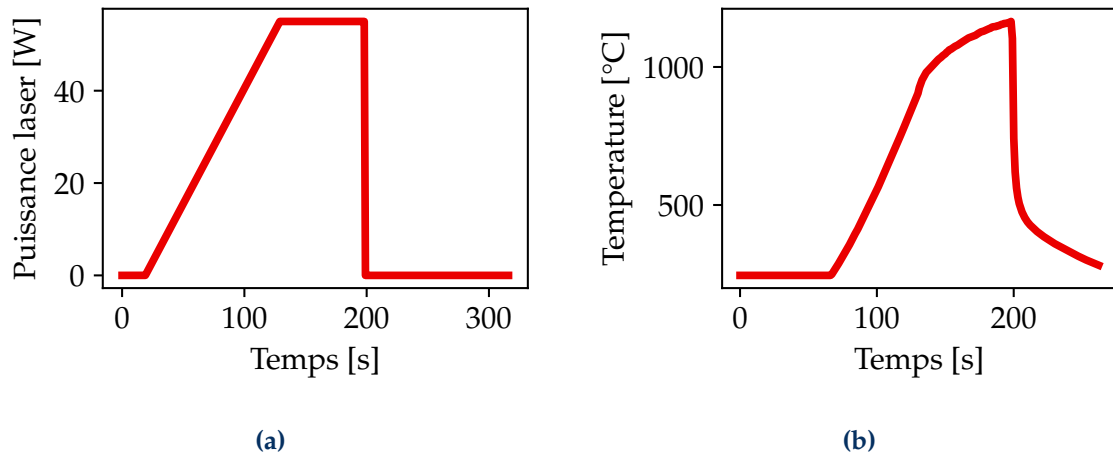


FIGURE 6.2 – (a) Puissance laser imposée et (b) température de surface mesurée dans la zone la plus chaude en fonction du temps d'essai.

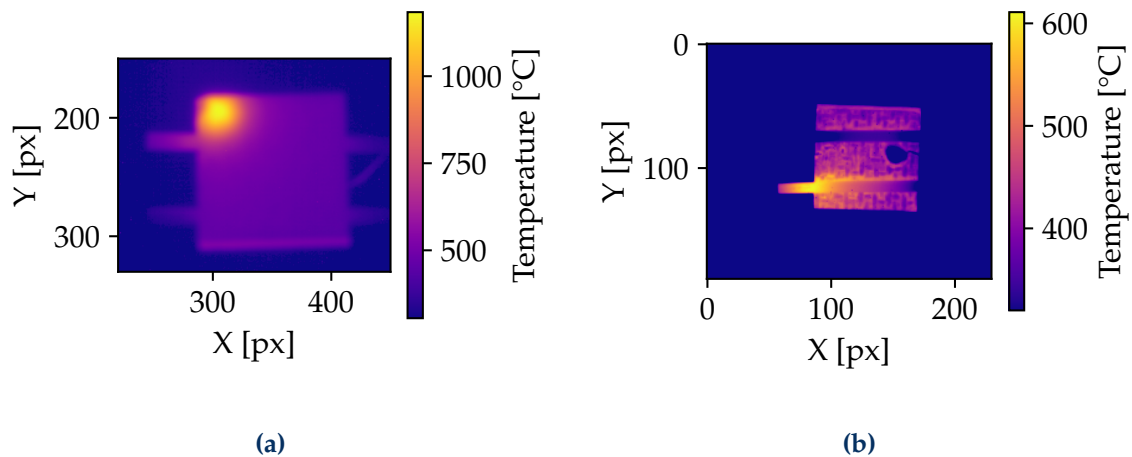


FIGURE 6.3 – Champs de température mesurés par les caméras thermiques en (a) face EBC et (b) face CMC.

6.1.2 Résultats

Sept essais ont été réalisés avec le protocole décrit précédemment, répartis sur deux campagnes. Lors de la première campagne, les échantillons ont été observés au MEB uniquement après essais au banc laser afin de voir si des fissures sont présentes à l'interface. Lors de la deuxième campagne, les échantillons ont été polis miroir avant essais et observés au MEB puis une deuxième observation a été réalisée après essais. Ce protocole permet d'éliminer les défauts de surface lors du polissage, qui sont des sites préférentiels d'amorçage de fissure et de s'assurer qu'aucune fissure n'est présente avant essais.

Des fissures ont été observées après deux essais sur les sept réalisés. Le premier échantillon fissuré (Figure 6.4(a)) est issu de la première campagne expérimentale et le second est issu de la seconde campagne (Figure 6.4(b)). Les fissures observées au MEB sur les tranches des échantillons se situent dans le coin le plus proche du point d'impact du laser et sont illustrées sur la Figure 6.4. Sur ces clichés, nous constatons

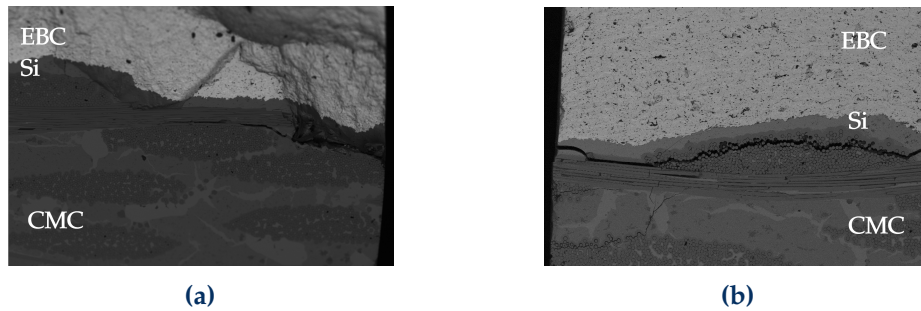


FIGURE 6.4 – Clichés réalisés au MEB au niveau de l'interface sur une tranche polie des échantillons dans l'angle exposé au laser.

sur le premier échantillon (Figure 6.4(a)) une fissure non débouchante amorcée légèrement dans le CMC mais proche de l'interface. Une partie de l'EBC a été écaillée. Pour le second échantillon (Figure 6.4(b)), la fissure s'amorce dans la couche d'accroche en Si puis bifurque dans le CMC en restant proche de l'interface. Cette fissure se propage ensuite à l'interface CMC/couche d'accroche jusqu'à finir par bifurquer dans l'EBC et se propager jusqu'à sa surface supérieure (Figure 6.5). Ce scénario d'endommagement correspond à ce qui a déjà été observé sur des essais similaires réalisés précédemment par Hamadouche [2024]. Dans la suite de ce chapitre, les échantillons non fissurés seront également analysés dans le but d'en identifier les causes possibles. De même, ces analyses permettront d'évaluer la cohérence des états de contraintes vis-à-vis de l'éventuelle fissuration présente dans les échantillons.

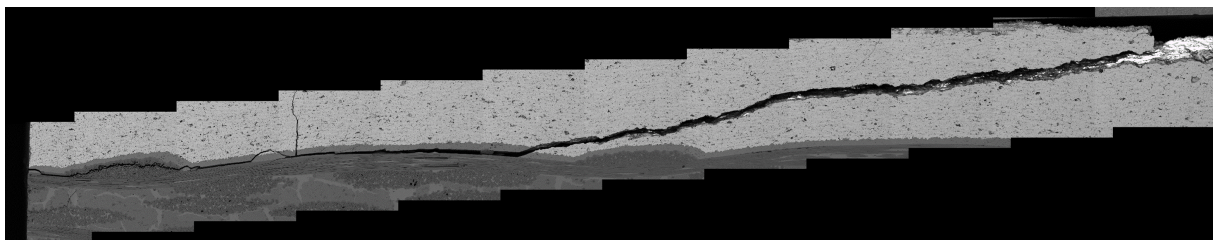


FIGURE 6.5 – Observation du trajet de la fissure partant de l'interface CMC/EBC et débouchant en surface de l'EBC par reconstruction à l'aide des clichés MEB.

Nous allons dans un premier temps nous intéresser aux résultats de la **première campagne expérimentale**. Les observations réalisées au MEB sont à corréliser avec les données expérimentales issues des capteurs d'émission acoustique (EA). Plusieurs descripteurs peuvent être utilisés pour analyser les signaux d'EA [Henry *et al.*, 2012; Hamdi *et al.*, 2021]. Il a été choisi, dans le cadre de cette étude, de se concentrer sur l'énergie d'EA cumulée captée au cours des essais, le nombre de salves et les amplitudes des signaux. Ces descripteurs d'EA sont tracés en fonction du temps d'essai sur la Figure 6.6. Une comparaison est faite entre les essais pour lesquels une fissure a été observée et les échantillons où aucune fissure n'est visible au MEB lors de la première campagne. À noter que sur certains essais, le couplage entre l'échantillon et le guide d'onde avec la bille de verre n'a pas pu être effectué.

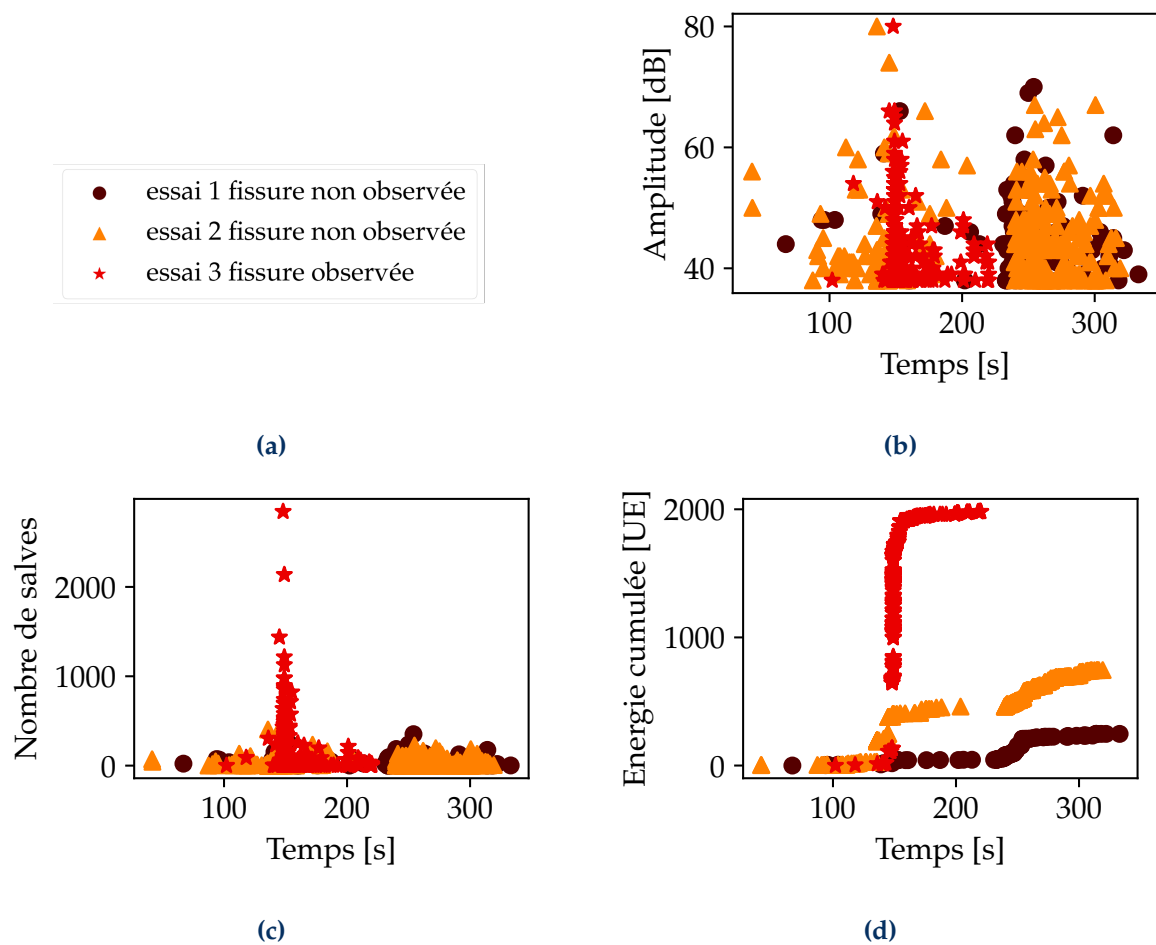


FIGURE 6.6 – Descripteur des signaux d’EA (b) l’amplitude, (c) le nombre de salves captées, (d) l’énergie cumulée, en fonction du temps lors de la première campagne expérimentale sur lesquels des observations ont été réalisées pour mettre en évidence la présence de fissures (a).

L'apparition des premiers événements acoustiques pour l'échantillon fissuré (essai 3) a lieu à 150 s ce qui correspond au plateau de puissance laser durant lequel la température de surface augmente (Figure 6.2). L'amorçage de fissure en bord a donc lieu durant la chauffe. Les descripteurs d'EA permettent de discriminer les échantillons sur lesquels des fissures ont été observées et ceux où aucune fissure n'a été révélée au MEB. Les signaux acoustiques captés sur les essais sans fissure sont moins intenses que ceux pour lequel une fissure est présente en particulier sur les amplitudes et l'énergie. Ces résultats restent toutefois à nuancer étant donné que les phénomènes d'atténuation des signaux acoustiques sont certainement différents d'un essai à l'autre en raison de la qualité du couplage du guide d'onde avec les échantillons.

Les deux caméras thermiques positionnées en face supérieure (côté EBC) et inférieure (côté CMC) permettent de mesurer les températures de surface sur les échantillons. Il est supposé que l'état de contrainte à l'interface est piloté par les gradients thermiques. Pour confirmer cette hypothèse, l'évolution de la différence de température (ΔT) entre les faces CMC et EBC au point le plus chaud (sur les deux faces des échantillons), en fonction du temps est tracé sur la Figure 6.7.

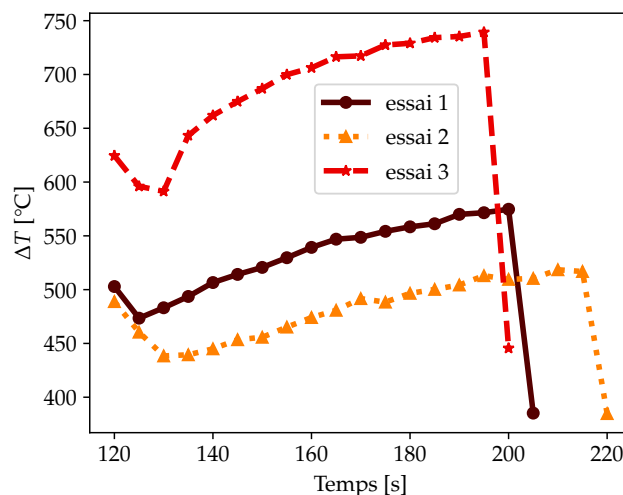


FIGURE 6.7 – Évolution de la différence de température entre les deux faces au point le plus chaud pour les essais avec et sans amorçage de fissure.

Entre 120 s et 200 s, la différence ΔT augmente jusqu'à atteindre un maximum durant le palier de chargement laser puis diminue ensuite brutalement lorsque la puissance laser est coupée. Sur cette figure, nous constatons que la différence ΔT est plus élevée sur l'échantillon fissuré que sur les deux autres. Ceci semble confirmer l'hypothèse selon laquelle cette quantité pilote l'état de contrainte à l'interface. En effet, une différence ΔT plus importante a entraîné l'amorçage d'une fissure en bord. D'après les signaux acoustiques, l'amorçage a lieu à $t = 150$ s ce qui correspond à une différence ΔT de 680°C , un niveau qui n'est pas atteint pour les deux échantillons qui n'ont pas fissurés. Ainsi la différence ΔT dans l'épaisseur semble être un paramètre important qui peut nous permettre de définir un critère d'amorçage de fissure.

Nous allons désormais nous intéresser aux résultats de la **deuxième campagne expérimentale** et les mettre en regard de ceux de la première. En ce qui concerne cette deuxième campagne, une fissure à l'interface a été observée au MEB sur une seule

éprouvette (essai 1) parmi les quatre échantillons testés. Les descripteurs de signaux acoustiques enregistrés pour les quatre essais sont illustrés sur la Figure 6.8.

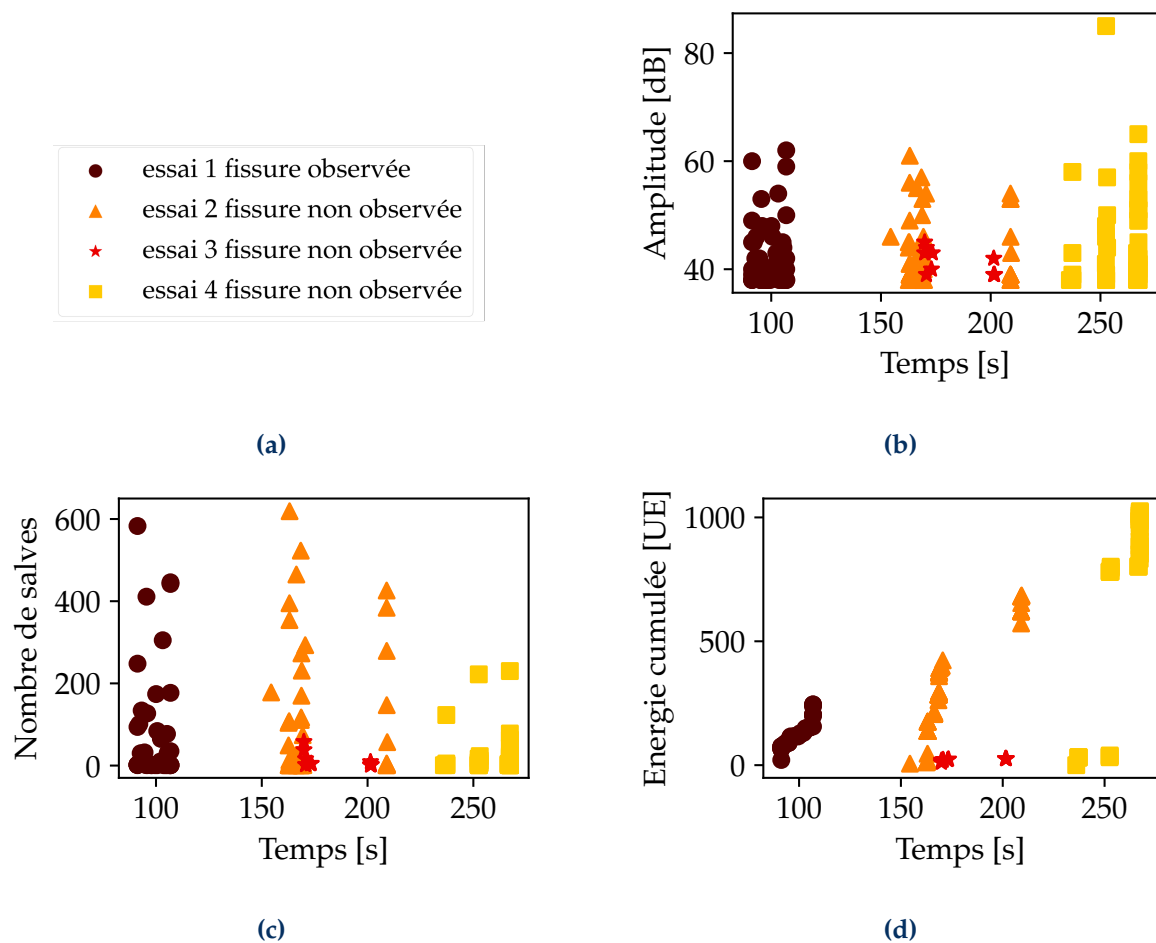


FIGURE 6.8 – Descripteur des signaux d'EA, (b) l'amplitude, (c) le nombre de salves captées, (d) l'énergie cumulée en fonction du temps pour les essais BLAG réalisés lors de la deuxième campagne expérimentale sur lesquels des observations ont été réalisées pour mettre en évidence la présence de fissures (a).

Ces données sont corrélées avec les mesures de différences ΔT dans l'épaisseur des échantillons grâce aux caméras thermiques. L'évolution de la différence de température maximale entre la face CMC et EBC est tracée sur la Figure 6.9 pour les échantillons de la deuxième campagne.

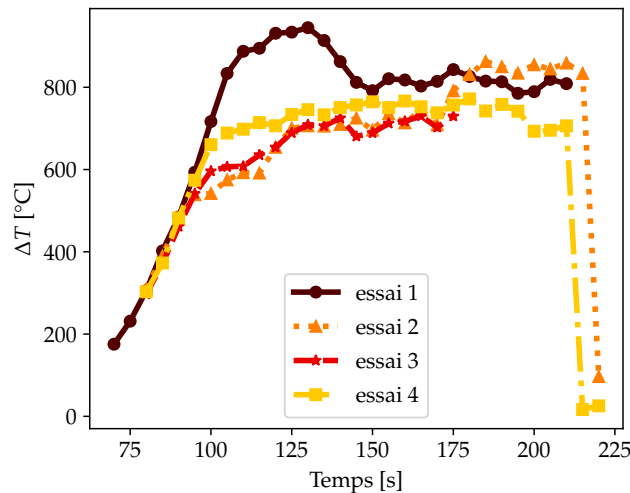


FIGURE 6.9 – Évolution de la différence de température entre les deux faces au point le plus chaud pour les essais de la deuxième campagne expérimentale.

D'après ces résultats, des événements acoustiques témoignant de l'amorçage d'une fissure se produisent à environ $t = 100$ s pour l'essai 1 et pour lequel une fissure a été observée au MEB. A cet instant, la différence ΔT mesurée dans l'épaisseur sur cet essai est de 700°C et reste cohérente avec les observations faites lors de la première campagne expérimentale. Toutefois, il apparaît qu'une différence de température de 700°C est également atteinte durant les essais 2 et 4. La différence de température dans l'épaisseur des échantillons ne peut donc pas être le seul critère retenu pour l'amorçage d'une fissure à l'interface. Par ailleurs, nous remarquons que le gradient de température en surface est différent d'un essai à l'autre et en particulier entre les deux campagnes. Cette différence s'explique par des conditions de positionnement de l'échantillon différentes entre les deux campagnes.

Pour mieux mettre en évidence cette disparité et expliquer les différences observées sur la présence ou l'absence de fissure, le profil de température en fonction de l'abscisse curviligne, ayant pour origine le coin de l'échantillon le plus chaud et passant par le centre du faisceau laser (Figure 6.10(a)), est tracé sur la Figure 6.10(b).

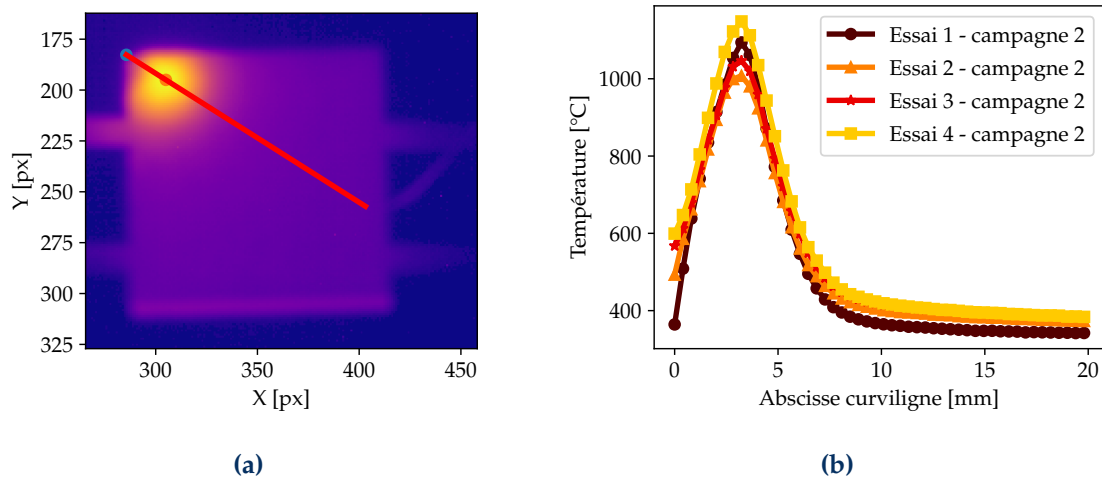


FIGURE 6.10 – (a) Ligne sur laquelle l'abscisse curviligne est définie. (b) Profil de température de surface en fonction de l'abscisse curviligne pour les essais de la deuxième campagne à $t = 100s$.

Ces profils sont similaires entre eux, ce qui ne permet pas d'expliquer l'amorçage de fissure à l'interface.

Nous observons également sur les descripteurs de signaux acoustiques un écart significatif entre l'intensité des signaux captés entre la première et la seconde campagne. Le nombre de salves et l'énergie cumulée est beaucoup plus faible sur l'échantillon qui a fissuré dans la deuxième campagne (Figure 6.8) par rapport aux mêmes descripteurs sur l'échantillon fissuré de la première campagne (Figure 6.6). Cette différence peut s'expliquer par un meilleur couplage entre l'échantillon et le guide d'onde lors de la première campagne qui implique une atténuation des signaux moindre par rapport à la seconde campagne. De plus, lors de la seconde campagne, des signaux acoustiques non négligeables par rapport à l'échantillon fissuré (essai 1) sont captés sur deux autres essais où aucune fissure n'a été observée au MEB (essai 2 et 4). En ce qui concerne l'essai 4 (illustré en jaune sur la Figure 6.8), des événements acoustiques apparaissent après $t = 200s$, ce qui correspond à l'arrêt de la chauffe laser. Des endommagements sont donc captés durant la phase de refroidissement du système. Il est probable que cet endommagement ait pour origine la fissuration de la bille de verre servant au couplage du guide d'onde. Des fissures dans le verre ont été observées après les essais, ces fissures sont certainement dues au retrait thermique du verre chaud pendant le refroidissement. Il est donc normal de ne pas avoir observé de fissure dans le système CMC/EBC sur cet essai. Des événements acoustiques sont également observés sur l'essai 2 (illustré en orange sur la Figure 6.8) à $t = 165s$. Ces événements ont lieu avant la phase de refroidissement, ils ne sont donc pas liés à la fissuration de la bille de verre. Une des premières hypothèses avancées pour expliquer la présence de ces signaux acoustiques est l'amorçage interne de fissure dans le système CMC/EBC non débouchante. C'est pour cela qu'aucune fissure n'a été révélée lors des observations MEB en surface. Cette hypothèse a été réfutée avec une analyse par scan ultrasonore (partie 2.3.2) qui n'a pas révélée la présence de décohésion à l'interface du système. Les signaux acoustiques captés n'ont donc pas pour origine une fissuration de l'interface. Comme expliqué précédemment, l'analyse des signaux d'EA est particulièrement délicate dans notre cas puisque de potentielles atténuations sont possibles et que le couplage entre les capteurs acoustiques et le matériau est particulièrement fragile.

Il ressort de cette analyse expérimentale que sans l'appui de la simulation numérique, il sera difficile de définir précisément le mécanisme principal ayant conduit ou pas à la fissuration de l'interface. Pour accroître la compréhension des phénomènes d'endommagement à l'interface, une modélisation des essais est primordiale afin d'évaluer l'état de contrainte.

6.2 Modélisations de l'essai BLAG

6.2.1 Modèle thermomécanique et hypothèses associées

Afin d'accroître notre niveau d'analyse de ces essais, des calculs thermomécaniques ont été réalisés avec le solveur EF d'Abaqus Standard [help 3DS, 2022a] sur des modèles en trois dimensions. Il s'agit de calculs couplés thermique/mécanique réalisés en régime stationnaire avec des éléments tétraédriques à 10 nœuds modifiés pour corriger l'effet sablier (C3D10MT). Avec cette procédure, les champs de contraintes/déplacements et de température sont calculés de manière simultanée ce qui permet de simplifier la mise en place des simulations. Les équations de transfert de chaleur sont intégrées à l'aide d'un schéma de différences inversées rétroactif [Gear, 1967] et le système couplé est résolu à l'aide de la méthode de Newton.

Comme dans les calculs précédemment réalisés sur les essais de flexion 4 points, l'état de contrainte initial est supposé nul en raison du manque de données de comparaison concernant cette phase de fabrication des éprouvettes. D'un point de vue thermique, un flux entrant est appliqué sur la face supérieure avec une forme de gaussienne représentative du chargement laser par une sous-routine utilisateur DFLUX

$$\varphi(x, y) = A \cdot e^{-\left(\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma_x^2} + \frac{(y-y_0)^2}{2\sigma_y^2}\right)} \quad (6.1)$$

avec A l'amplitude du flux entrant, σ_x et σ_y les écarts types correspondant à l'étalement de la gaussienne, respectivement dans les directions x et y , et (x_0, y_0) les coordonnées du centre du laser. Sur toutes les autres faces sont appliquées des conditions d'interaction surfacique représentant le phénomène de convection thermique naturelle entre la surface de l'éprouvette et l'air ambiante ainsi que les échanges par radiation. Le phénomène de convection est décrit par

$$\varphi_c = hS(T - T_\infty) \quad (6.2)$$

avec h le coefficient de convection, S l'aire de la surface de contact concernée par les échanges, T la température de surface de l'éprouvette et T_∞ la température de l'air ambiant. Dans le cadre de cette étude, le coefficient de convection h est considéré constant quelle que soit l'orientation de la face (verticale et horizontale) et indépendant de la température. Nous avons fait le choix de définir des coefficients de convection différents entre le CMC et l'EBC. Les échanges thermiques dus au rayonnement des surfaces sont gouvernés par

$$\varphi_r = \epsilon\sigma_{SB} \left[(T - T_Z)^4 - (T_\infty - T_Z)^4 \right] \quad (6.3)$$

avec ϵ l'émissivité de la surface, σ_{SB} la constante de Stefan-Boltzmann, T la température de surface de l'éprouvette, T_∞ la température de l'air ambiant et T_Z la valeur

du zéro absolu sur l'échelle de température utilisée. Une émissivité est définie pour le CMC et l'EBC. Elle est supposée constante sur toute la surface et indépendante de la température. Que ce soit pour les coefficients de convection ou pour les émissivités, des hypothèses simplificatrices fortes du point de vue thermique ont été faites. En effet, dans le cadre de ce travail, il ne s'agit pas de modéliser finement les différents mécanismes responsables des échanges thermiques mais d'obtenir des champs de température réalistes au sein du matériau, températures qui sont responsables de l'état de contraintes thermomécaniques lors des essais.

D'un point de vue mécanique, les conditions aux limites appliquées sur le solide correspondent à un maintien isostatique permettant d'éviter les mouvements de corps rigides. Ainsi, un nœud sur la face inférieure du CMC est bloqué dans les trois directions de translation, un autre nœud est bloqué dans deux directions de translation suivant Y et Z afin d'éviter les rotations autour des axes Z et X et un troisième nœud est bloqué suivant Z afin d'éviter les rotations autour de l'axe Y . Les conditions aux limites mécaniques et les chargements thermiques appliqués sur le modèle sont illustrés sur la Figure 6.11. L'origine du repère est définie au centre du carré dans le plan (X, Y) et sur la face inférieure côte CMC dans la direction Z .

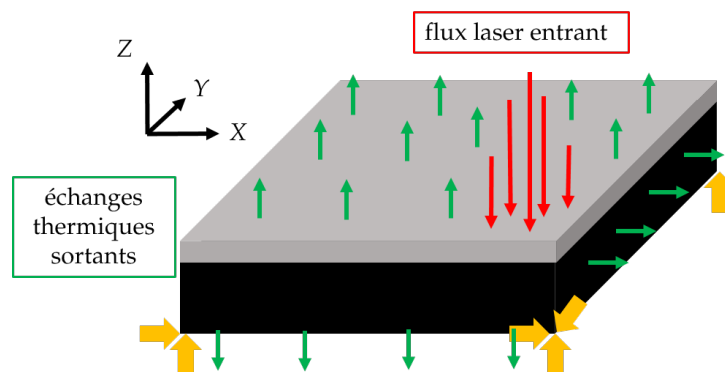


FIGURE 6.11 – Conditions aux limites et chargements thermiques appliqués au modèle EF de l'essai BLAG

6.2.2 Identification des paramètres du chargement thermique

L'identification des paramètres du chargement thermique du modèle est effectuée par la méthode FEMU introduite dans le chapitre 1. Elle se déroule en deux étapes. Dans un premier temps, une analyse de sensibilité est menée afin de comparer l'influence des différents paramètres sur le champ thermique par rapport à une configuration de référence. Dans un second temps, l'identification à proprement parler des paramètres sélectionnés à l'étape précédente est effectuée.

Comme expliqué dans la partie précédente, on considère que le champ thermique dépend du flux entrant du laser et des échanges thermiques avec l'extérieur. Plus précisément, le flux entrant laser est défini par 4 paramètres, à savoir, l'amplitude du flux qui peut être reliée à la puissance laser, l'étalement de la gaussienne et les coordonnées X et Y du faisceau. Quatre autres paramètres gouvernent les échanges avec l'extérieur, à savoir, l'émissivité du CMC et de l'EBC qui définissent les échanges par rayonnement et les coefficients de convection du CMC et de l'EBC. Ces paramètres sont consi-

dérés indépendants de la température et de l'orientation des surfaces afin de simplifier l'analyse. La température extérieure est fixée à 20 °C. La configuration de référence est décrite dans le Tableau 6.1.

Paramètre	Valeur de référence
Puissance laser	700 mW mm ⁻²
Coordonnée X laser	-7 mm
Coordonnée Y laser	-6.5 mm
Étalement de la gaussienne	10 mm ²
Émissivité CMC	0.9
Émissivité EBC	0.1
Coefficient de convection CMC	0.05 mW mm ⁻² K ⁻¹
Coefficient de convection EBC	0.05 mW mm ⁻² K ⁻¹

TABLEAU 6.1 – Valeurs de référence des paramètres considérés dans le modèle thermomécanique

La sensibilité du champ de température T à un paramètre p est définie par

$$\{S_T\} = \frac{\{T_{\text{ref}}(p) - T_{\text{perturb}}(p + \delta p)\}}{\epsilon} \quad (6.4)$$

avec $\epsilon = 10\%$ et $\delta p = \frac{10p}{100}$. Un exemple de champ de sensibilité au paramètre *Puissance laser* est illustré sur la Figure 6.12.

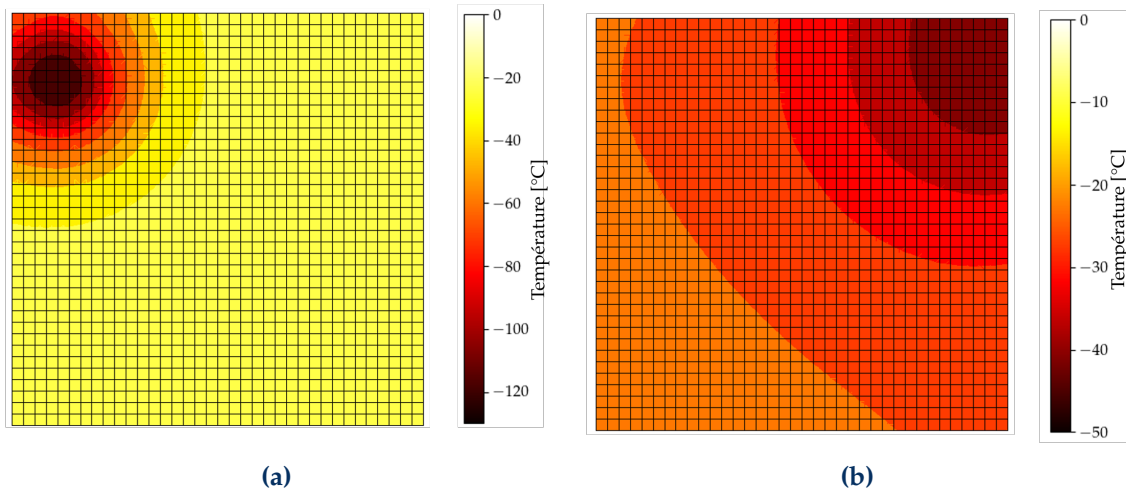


FIGURE 6.12 – Champs de sensibilité en différence de température pour le paramètre *Puissance laser* pour la (a) face supérieure EBC et (b) face inférieure CMC

La matrice de sensibilité $[S]$ est assemblée avec les différences de température calculées aux N_T nœuds du maillage de la face CMC et EBC pour tous les paramètres. La matrice hessienne $[H]$ définie par

$$[H] = \frac{1}{N_T} [S]^T [S] \quad (6.5)$$

donne des informations sur la sensibilité du champ de température aux différents paramètres. En particulier, les valeurs diagonales permettent une comparaison de l'impact

des différents paramètres sur la température. Les valeurs hors diagonales mettent en évidence les corrélations entre les paramètres. L’analyse de la matrice hessienne permet de savoir quels paramètres sont identifiables, c’est-à-dire suffisamment sensibles [Vargas *et al.*, 2023]. Pour cela, la notion de rapport signal/bruit (SNR pour « Signal to Noise Ratio ») est introduite. L’analyse du SNR consiste à normer les sensibilités par l’incertitude sur la quantité utilisée pour la FEMU, dans notre cas la température. La quantification de l’incertitude sur la température mesurée par les caméras thermiques a été effectuée dans une étude précédente [Hamadouche, 2024]. Il a été montré que l’incertitude sur la température expérimentale dépendait de celle sur l’émissivité des constituants en fonction de la température. L’incertitude de mesure est plus élevée dans les zones chaudes que dans les zones froides. Afin de simplifier l’analyse, nous avons décidé de nous placer dans le cas le plus défavorable, en considérant une incertitude homogène par rapport à la température qui est fixée à 60 °C, ce qui correspond à l’incertitude évaluée dans les zones les plus chaudes. La valeur absolue de la hessienne SNR en logarithme décimal est illustrée sur la Figure 6.13. Sur cette figure, on peut considérer que les paramètres associés aux éléments diagonaux dont la valeur est inférieure à 0 sont dits non identifiables par rapport au niveau d’incertitude.

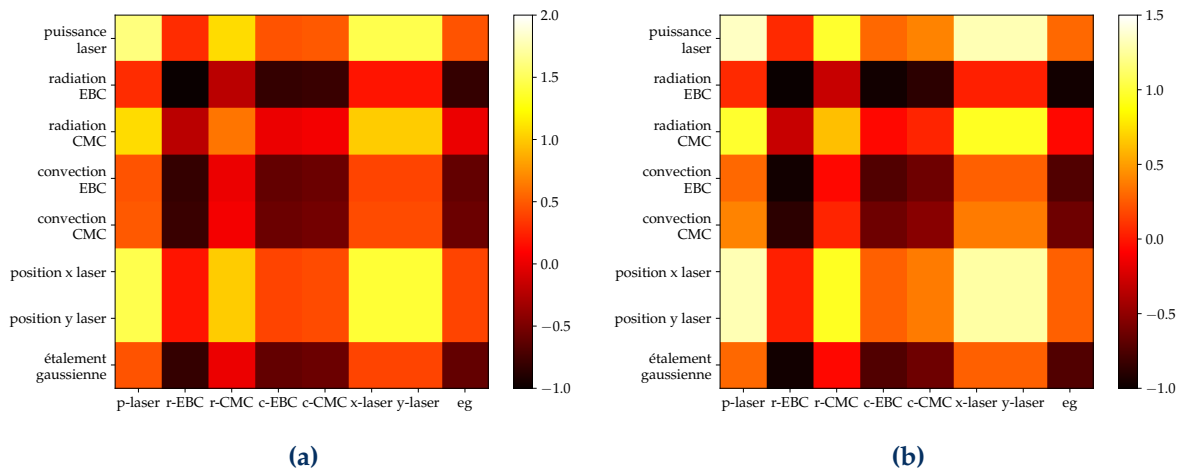


FIGURE 6.13 – Logarithme décimal de la matrice hessienne absolue (a) en face supérieure et (b) en face inférieure

Il ressort de cette analyse de sensibilité que les paramètres les plus sensibles sont ceux du chargement propre au laser à savoir la puissance et la position (x, y) . En revanche, l’étalement de la gaussienne (forme du laser) est peu sensible. Le paramètre le moins sensible est l’émissivité de l’EBC qui pilote les échanges par radiation. Étant donnée que l’EBC est directement soumise au chargement laser sur la face supérieure, c’est le laser qui va avoir la plus grande influence sur le champ de température. Les coefficients de convection, les émissivités et l’étalement de la gaussienne sont des paramètres peu sensibles par rapport aux incertitudes sur les températures mesurées. Il ne sera donc pas possible d’identifier ces paramètres avec la stratégie proposée. La procédure FEMU consiste à exécuter des calculs EF en changeant la valeur des paramètres pour chaque itération. Le choix des paramètres à tester se fait au moyen d’un algorithme de minimisation non-linéaire de Nelder-Mead [met, 2018] avec la librairie

python Scipy [sci, 2024]. La fonction coût à minimiser est définie par

$$\chi^2(\{\mathbf{p}\}) = \frac{1}{N_T} \sum_i^{N_T} (T_{\text{exp}}(i) - T_{\text{simu}}(i, \{\mathbf{p}\}))^2 \quad (6.6)$$

avec T_{exp} et T_{simu} respectivement les températures expérimentales et simulées aux nœuds du modèle. Durant les essais, des images thermiques sont acquises avec une fréquence de 2 Hz. Pour identifier les paramètres de chargement thermique, nous avons fait le choix de nous concentrer sur les images « clefs », *i.e.* les images correspondant à l'apparition des événements acoustiques et donc à l'amorçage des fissures. Par la suite, pour illustrer la procédure d'identification, nous considérons les 2 images thermiques acquises à $t = 150$ s en face CMC et EBC pour l'échantillon qui a fissuré au cours de la première campagne d'essais (cf. Figure 6.7).

La fonction coût est évaluée pour trois configurations différentes à savoir (i) en considérant uniquement le champ de température en face supérieure, (ii) uniquement en face inférieure et (iii) pour les deux faces. L'évolution du résidu de la fonction coût χ en °C ainsi que l'évolution des paramètres en fonction du nombre d'itérations sont illustrées sur la Figure 6.14 pour les trois configurations décrites précédemment. Pour cette identification, les paramètres initiaux sont ceux du tableau 6.1.

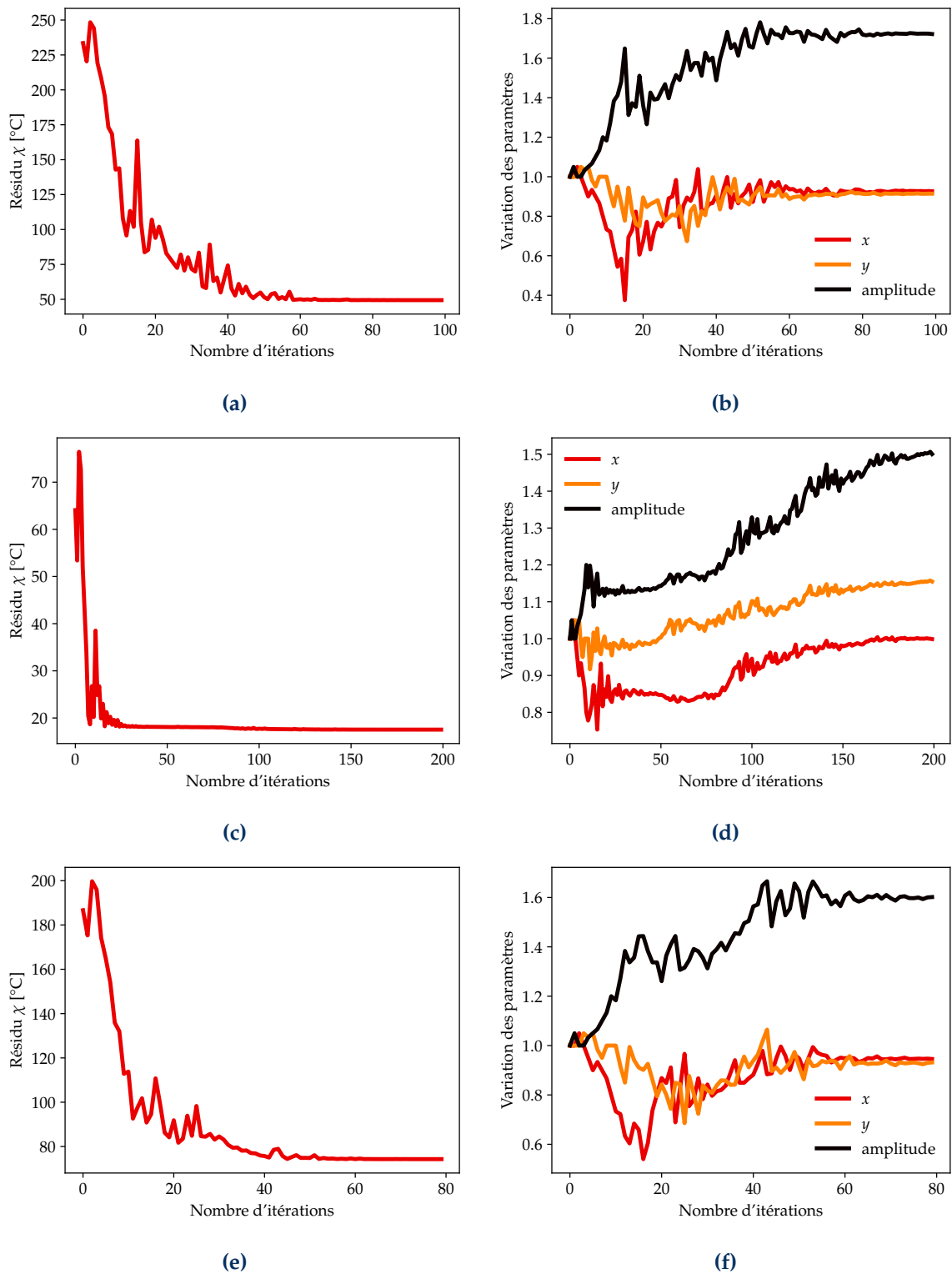


FIGURE 6.14 – Evolution du résidu en fonction du nombre d'itérations et des amplitudes des paramètres liés au chargement laser lors de l'identification du chargement thermique par FEMU en considérant (a) (b) uniquement le champ thermique en face EBC, (c) (d) uniquement en face CMC et (e) (f) pour les deux faces.

Pour les trois stratégies, une stabilisation du résidu est observée au bout d'une quarantaine d'itérations. Une différence majeure est observée si nous considérons d'un côté la face EBC ou bien les deux faces et de l'autre la face CMC. Pour l'identification avec la face EBC et les deux faces, l'amplitude laser augmente au cours des itérations jusqu'à se stabiliser à une valeur d'environ 1.6 fois la valeur initiale. A l'inverse, pour la face CMC, l'amplitude laser augmente entre les itérations 70 et 150 pour se stabiliser à une valeur d'environ 1.5 même si le résidu n'évolue plus. En ce qui concerne les positions (x, y) du laser, elles varient peu par rapport aux valeurs initiales. Le résidu final est inférieur à la valeur d'incertitude sur la température expérimentale de 60 °C lorsque les deux faces sont considérées de manière indépendante. En revanche, le résidu final est plus élevé que le niveau d'incertitude lorsque les deux faces sont considérées lors de l'identification. Les valeurs finales identifiées avec les trois méthodes sont reportées dans le tableau 6.2.

Champs de température considéré	Amplitude laser [mW mm ⁻²]	coordonnée x [mm]	coordonnée y [mm]
face EBC	1207	-6.5	-5.9
face CMC	1053	-7.0	-7.4
les deux faces	1120	-6.7	-6.0

TABLEAU 6.2 – Valeurs finales des paramètres de chargement thermique identifiés en considérant 3 champs de température.

Même si le résidu a diminué au cours de la procédure d'identification, il reste relativement élevé en particulier si les champs thermiques sur les deux faces sont pris en compte. L'identification présente des limites telles que l'incertitude sur la mesure de température ou encore les hypothèses de modélisation fortes. Une autre stratégie de modélisation consiste à appliquer directement les températures nodales expérimentales en tant que conditions aux limites. Avec cette stratégie, nous constatons que la différence ΔT dans l'épaisseur est plus élevée qu'avec les trois stratégies d'identification FEMU présentées précédemment. Le résultat des quatre stratégies sur la température du modèle est présenté dans le tableau 6.3.

Chargement thermique appliqué	Différence de température dans l'épaisseur [°C]	Température de l'interface [°C]
FEMU face EBC	683	651
FEMU face CMC	544	516
FEMU deux faces	615	607
Température nodale expérimentale	685	517

TABLEAU 6.3 – Impact du chargement thermique sur la température simulée.

Quelle que soit la stratégie de modélisation pour rendre compte du chargement thermique, il a été vérifié que les températures maximales sont localisées aux mêmes

coordonnées dans le plan (x, y) sur la face EBC et la face CMC. Il est par ailleurs logique de constater que la FEMU face EBC donne la température de surface la plus élevée par rapport à la FEMU face CMC. La FEMU deux faces conduit à une température intermédiaire entre les deux premières stratégies FEMU ce qui permet d'atteindre une température d'interface proche de celle obtenue en appliquant directement la température nodale expérimentale. Les chargements identifiés avec la stratégie FEMU face EBC et la température nodale expérimentale donnent une différence de température ΔT dans l'épaisseur très proches, pourtant, les températures d'interface sont significativement différentes. On peut affirmer, en comparant uniquement ces deux stratégies (FEMU EBC et température expérimentale), que le modèle utilisé pour l'identification du chargement laser donne une température face CMC trop élevée par rapport à l'observation expérimentale. Deux hypothèses peuvent expliquer cet écart. Dans un premier temps, il est possible que les propriétés de conduction thermique des constituants qui vont piloter le gradient dans l'épaisseur soient incertaines et puissent évoluer dans un intervalle important non pris en compte ici. Dans un second temps, les pertes thermiques en face CMC sont modélisées par des échanges par radiation et convection uniquement. Or, les supports en alumine utilisés pour maintenir les échantillons vont également engendrer des pertes thermiques par conduction ; phénomène qui n'est pas modélisé de manière explicite dans nos analyses. Nous pouvons toutefois considérer que les paramètres de convection et radiation permettent de prendre en compte en partie les effets des échanges par conduction au contact de ces supports. Cependant, il a également été montré que le champ thermique est trop peu sensible à ces paramètres (Figure 6.13) il semble donc délicat de les modifier avec la stratégie d'identification par FEMU comme expliqué dans la partie 6.2.2. Réaliser une étude plus poussée sur l'influence de ces paramètres sur la minimisation des résidus en les modifiant au travers d'un plan d'expérience aurait pu permettre de pallier à ce problème. Par souci de temps, nous n'avons pas exploré plus en profondeur cet aspect de l'identification.

Il est désormais nécessaire d'estimer l'impact de ces paramètres de chargement thermique sur le niveau de contrainte à l'interface puisqu'il s'agit de la quantité d'intérêt qui gouverne l'amorçage.

6.3 État de contrainte à l'interface

L'objectif est de déterminer les paramètres du modèle qui vont avoir un impact significatif sur l'état de contrainte à l'interface. Plus précisément, nous cherchons à savoir si ces paramètres peuvent permettre de faire une distinction entre les échantillons fissurés ou non et d'aller vers une estimation d'un critère d'amorçage. On s'intéresse en particulier aux contraintes de traction hors-plan σ_{33} , aux contraintes de cisaillement hors-plan σ_{13} et σ_{23} ainsi qu'à la contrainte maximale principale. Il est important de noter que l'état de contrainte dépend de la discrétisation du maillage utilisée. Celui-ci est raffiné dans l'épaisseur depuis les faces extérieures vers l'interface, il est également raffiné dans le plan depuis le coin opposé vers le coin de l'impact laser pour atteindre une taille de maille de $25 \mu\text{m}$ à l'interface. Cette discrétisation est un compromis entre le coût de calcul et la précision de la valeur de contrainte calculée, donnée par une analyse de convergence au maillage. Dans un premier temps, nous analyserons la sensibilité des contraintes au chargement thermique identifié dans la partie précédente, puis l'impact de l'échelle de modélisation avec la prise en compte ou non de la couche

d'accroche en Si. Enfin, les niveaux de contrainte obtenus sur un essai pour lequel une fissure a été observée seront comparés aux niveaux de contrainte obtenus sur un échantillon qui n'a pas fissuré. L'idée est d'évaluer la pertinence de cet essai et de sa modélisation pour extraire une valeur de contrainte conduisant à un amorçage de fissure à l'interface du système CMC/EBC.

6.3.1 Sensibilité au chargement thermique

Comme nous l'avons vu dans la partie précédente, plusieurs stratégies sont possibles pour appliquer le chargement thermique. Il est possible d'appliquer un flux représentatif du laser dont les paramètres sont identifiés par FEMU ou d'appliquer le champ thermique expérimental sur les faces CMC et EBC. Pour cette analyse, nous considérons l'image 150 de l'essai de la première campagne pour lequel l'échantillon a fissuré à l'interface CMC/EBC (Figure 6.7). Les niveaux de contrainte à l'interface, calculés aux points de Gauss, sont regroupés dans le tableau 6.4. Nous considérons le maximum de la contrainte pour chaque champ considéré (traction σ_{33} et cisaillement hors-plan) dans le CMC sur la couche d'élément supérieure (en contact avec l'EBC). Le cisaillement hors-plan τ est défini comme : $\tau = \max(|\sigma_{13}|, |\sigma_{23}|)$. Les valeurs sont normalisées par rapport à la valeur maximale de chaque composante. Indiquons néanmoins que la valeur maximale du cisaillement hors-plan est 1.5 fois plus grande que la valeur maximale de la contrainte de traction.

Chargement thermique	Contrainte principale maximale	traction σ_{33}	cisaillement τ
FEMU face EBC	1	0.79	0.86
FEMU face CMC	0.73	0.97	0.73
FEMU deux faces	0.89	0.76	0.80
Température nodale expérimentale	0.99	1	1

TABLEAU 6.4 – Impact du chargement thermique sur les contraintes normalisées à l'interface.

Des écarts significatifs sont observés sur les niveaux de contrainte à l'interface. Cette dispersion met en évidence les erreurs de modèle. Il apparaît que la différence ΔT influence le niveau de contrainte principale maximale et de cisaillement. Les conditions de chargement qui induisent la différence ΔT la plus élevée (tableau 6.3) conduisent également à un niveau de contrainte principale maximale supérieur. La contrainte de traction semble corrélée avec la température d'interface. La FEMU face CMC donne le niveau de contrainte de traction le plus proche de celui déterminé en imposant la température nodale expérimentale pour des températures à l'interface proches. La température d'interface est plus élevée pour la FEMU face EBC et deux faces et le niveau maximal de contrainte de traction à l'interface est plus faible dans ces deux configurations.

En ce qui concerne la localisation du maximum de contrainte, la même tendance est observée quelle que soit la stratégie utilisée pour appliquer le chargement thermique. Nous observons que le maximum de contrainte de traction σ_{33} à l'interface se situe sous

le point le plus chaud de la surface supérieure. En revanche, les contraintes de cisaillement hors-plan σ_{13} et σ_{23} sont maximales sur les bords de l'échantillon tout comme la contrainte principale maximale. Les différents champs de contraintes dans le plan de l'interface sont illustrés sur la Figure 6.15 dans le cas où le chargement thermique est appliqué directement à partir de la température expérimentale.

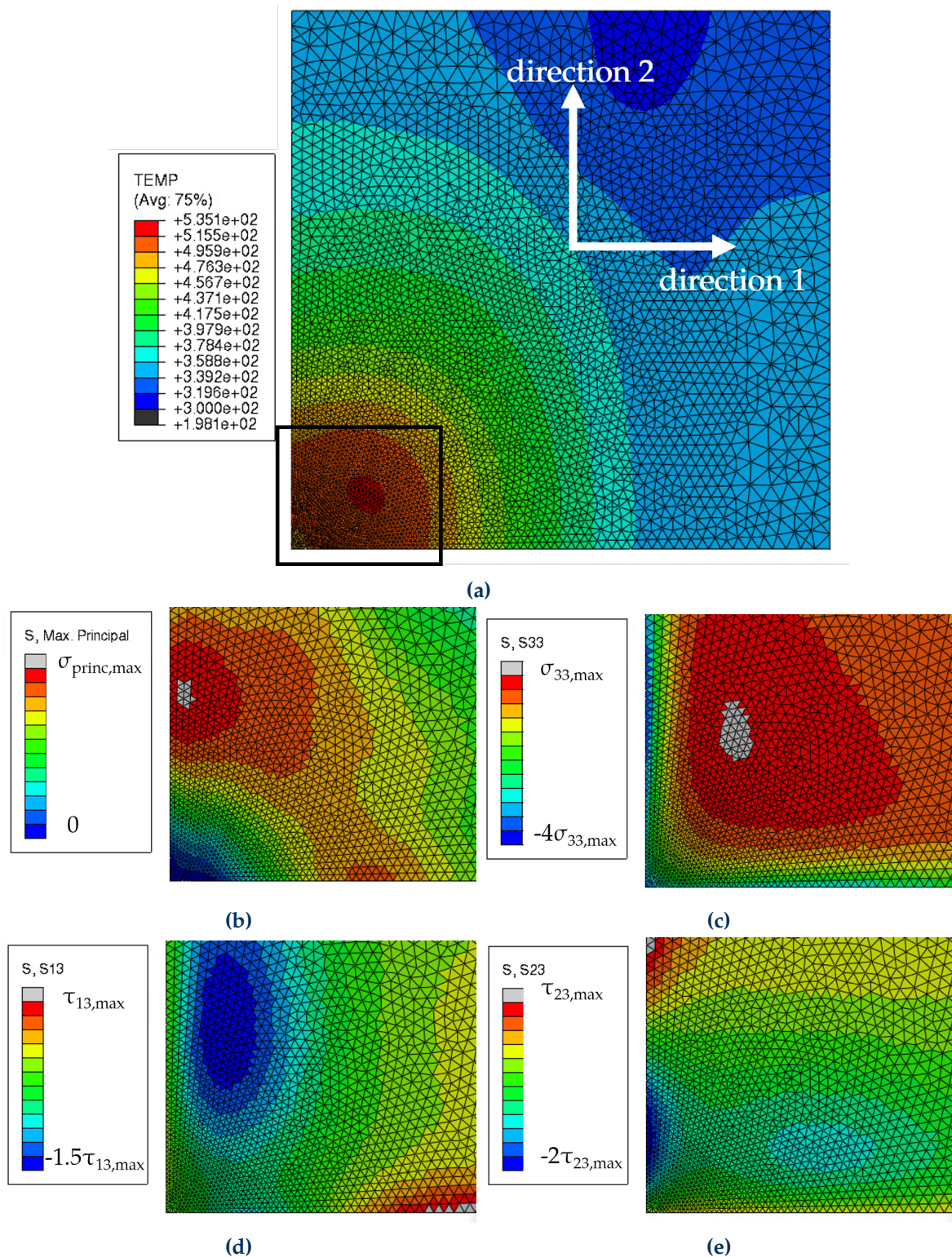


FIGURE 6.15 – (a) Champ de température [°C] à l'interface sur tout l'échantillon et illustration de la zone restreinte proche du coin le plus chaud permettant de localiser le maximum de contrainte dans le plan de l'interface pour (b) $\sigma_{\text{max princ}}$, (c) σ_{33} , (d) σ_{13} et (e) σ_{23} .

Le niveau de contrainte principale maximale est situé en bord d'échantillon légèrement à l'intérieur. La contribution majeure à cette composante principale maximale correspond à une contrainte de traction dans le plan σ_{22} . Toutefois, les niveaux de contrainte plane restent suffisamment faibles pour ne pas engendrer de fissuration transverse. Cela a été confirmé par une observation au MEB de la zone proche du laser. Les contraintes hors-plan sont responsables de l'amorçage des délaminages à l'interface. Une contrainte équivalente prenant en compte les contraintes de traction et de cisaillement est donc définie

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma_{33}^2 + \sigma_{13}^2 + \sigma_{23}^2} \quad (6.7)$$

afin de localiser les zones les plus critiques où un amorçage de fissure est susceptible de se produire. Ce champ de contrainte équivalente est estimé à l'instant $t = 150$ s de l'essai réalisé sur l'échantillon fissuré de la première campagne et tracé sur la Figure 6.16.

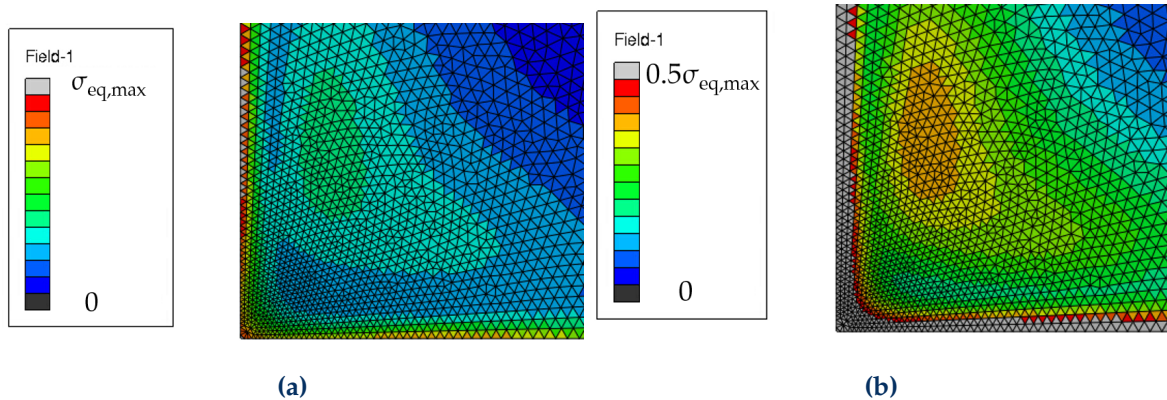


FIGURE 6.16 – Champ de contrainte équivalente σ_{eq} avec une échelle maximale à (a) σ_{eq} maximale et (b) la moitié de σ_{eq} maximale

Ces champs montrent que le maximum de cette contrainte équivalente se situe en bord de l'échantillon, là où le cisaillement interlaminaire prédomine (Figure 6.16(a)). Le lieu d'amorçage de la fissure d'interface selon ce critère serait donc en bord de l'échantillon. Néanmoins, ces bords libres peuvent être sujets à des effets de bords et à une sensibilité plus importante à la présence de défauts. Aussi, l'analyse qui a été menée dans ce paragraphe nécessiterait d'être complétée par d'autres types de modélisation comme par exemple des modélisations par critère couplé [Leguillon, 2002] ou encore par modèles de zones cohésives [Dugdale, 1960] afin d'introduire, en complément d'un critère en contrainte, un critère énergétique dans la prévision de l'amorçage du délaminage.

6.3.2 Prise en compte de la sous-couche de silicium

Jusqu'alors, nous considérons uniquement les deux constituants principaux du système lors des simulations EF, à savoir, le substrat en CMC et l'EBC en DSY. La question se pose sur les simulations des essais d'amorçage de l'échelle considérée, en particulier, si la présence de la couche d'accroche en silicium peut avoir un impact significatif sur le niveau de contrainte à l'interface. Pour le vérifier, des simulations ont

été faites en intégrant une couche de Si à l'interface, l'épaisseur totale reste constante. La température expérimentale sur les deux faces, est appliquée en conditions aux limites et le niveau de contrainte dans les éléments du CMC, en contact avec la couche d'accroche de Si, est comparé avec celui des simulations réalisées précédemment sans Si. Il apparaît que le niveau de contrainte maximale à l'interface est légèrement inférieur avec l'introduction de la couche de silicium d'environ 1 MPa par rapport aux valeurs du tableau 6.4. La couche de silicium accommode les contraintes entre le CMC et l'EBC en raison de sa souplesse plus importante par rapport aux deux autres constituants. Les profils de contrainte équivalente dans l'épaisseur pour l'image à $t = 150$ s sont tracés sur la Figure 6.17 sur deux zones distinctes : en bord libre où la contrainte équivalente est maximale (Figure 6.16(a)) et à cœur sous le point le plus chaud à la surface de l'EBC (Figure 6.16(b)).

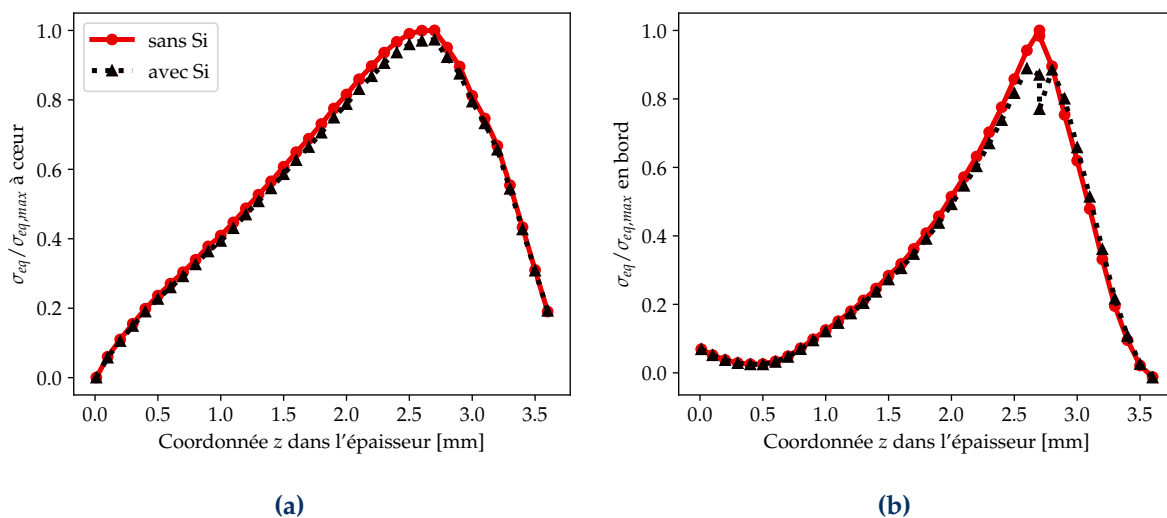


FIGURE 6.17 – Profils de contraintes équivalentes normalisées (a) σ_{eq} à cœur et (b) en bord en fonction de la coordonnées z dans l'épaisseur (en partant de la surface libre du CMC vers la surface libre de l'EBC) avec et sans prise en compte de la sous couche de Si.

De manière générale, la présence de la sous-couche diminue le niveau de contrainte équivalente à l'interface. Les deux profils de contrainte avec et sans prise en compte de la sous couche d'accroche en Si sont similaires. Il est intéressant de noter que le maximum de contrainte se situe à la coordonnée z correspondant à l'interface à 2.7 mm dans l'épaisseur à cœur. C'est également le cas en bord sans prise en compte de la couche d'accroche. Si la couche d'accroche est intégrée dans la simulation, le niveau de contrainte équivalente en bord diminue dans cette couche, le niveau de contrainte maximal en bord se situe dans le CMC proche de l'interface. Par la suite, nous avons fait le choix de considérer la même approche que pour les essais de propagation c'est-à-dire en considérant uniquement le CMC et l'EBC.

6.3.3 Comparaison entre deux essais

Les niveaux de contraintes sont comparés entre deux essais de la première campagne expérimentale. Le premier essai considéré est celui sur lequel une fissure a été observée (en rouge sur la Figure 6.6) à la fois sur les signaux d'émission acoustique et sur les observations au MEB. Le second est l'essai sur lequel l'évolution de la différence ΔT dans l'épaisseur est le plus proche de l'essai qui a fissuré (en noir sur la Figure 6.6).

Ces deux essais sont simulés en utilisant les mêmes maillages et en appliquant directement la température expérimentale en conditions aux limites. Dans cette analyse, nous considérons uniquement les images 120 à 200 qui correspondent à la phase durant laquelle la différence ΔT dans l'épaisseur augmente et la fissure a amorcé.

L'évolution du niveau de contraintes à l'interface dans le CMC est représentée sur la Figure 6.18 pour les deux essais considérés. Nous représentons ici la valeur maximale de la contrainte de traction hors-plan σ_{33} et du cisaillement hors-plan τ . Ces deux valeurs sont normalisées par rapport au maximum de contrainte sur chacune des composantes.

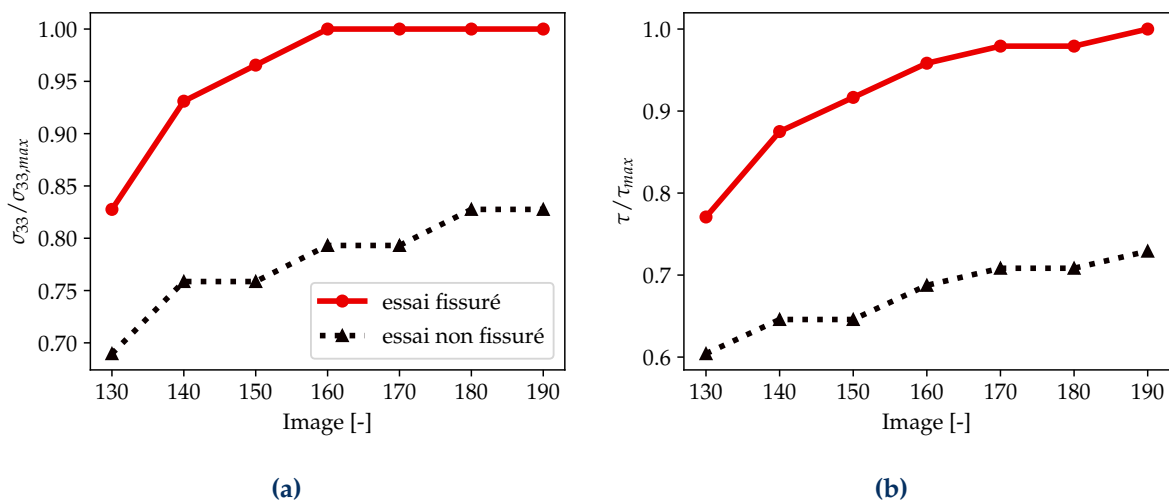


FIGURE 6.18 – Comparaison de la contrainte normalisée de (a) traction hors-plan σ_{33} et de (b) cisaillement hors-plan τ pour deux essais de la première campagne expérimentale.

Le niveau de contrainte hors-plan relevé à l'interface est plus élevé sur l'essai qui a fissuré par rapport à celui où aucune fissure n'a été observée. Cette différence est visible sur la contrainte de traction σ_{33} et sur le cisaillement τ . Pour les deux essais, la contrainte maximale augmente avec le nombre d'images donc avec la température de surface et la différence ΔT dans l'épaisseur (Figure 6.6). Ces niveaux de contraintes simulées peuvent expliquer la présence ou l'absence de fissure d'un essai à l'autre. Si nous considérons l'identification des paramètres de chargement thermique par FEMU, nous pouvons également comparer les niveaux de contraintes entre les deux essais. Les niveaux de contraintes identifiés sur l'échantillon fissuré sont les mêmes que ceux donnés dans le tableau 6.4 pour les différentes stratégies d'application du chargement thermique. Ces données sont comparées avec les niveaux de contraintes sur l'échantillon non fissuré en utilisant l'identification du chargement par FEMU comme dans la partie 6.2.2. Ces résultats sont regroupés dans le tableau 6.5.

Chargement thermique	échantillon fissuré			échantillon non fissuré		
	$\sigma_{princ.max}$	σ_{33}	τ	$\sigma_{princ.max}$	σ_{33}	τ
FEMU face EBC	1	0.79	0.86	0.87	0.69	0.68
FEMU face CMC	0.73	0.97	0.73	0.71	0.79	0.70
FEMU deux faces	0.89	0.76	0.8	0.81	0.65	0.63
Température nodale expérimentale	0.99	1	1	0.76	0.76	0.70

TABLEAU 6.5 – Impact du chargement thermique sur la contrainte à l'interface.

Les niveaux moyens de contraintes hors-plan sont plus élevés sur l'échantillon fissuré que sur celui non fissuré. En revanche, les niveaux d'incertitude de modèle associés aux contraintes maximales à l'interface ne permettent pas d'établir quantitativement un seuil d'amorçage.

6.4 Bilan

La phase d'amorçage d'une fissure à l'interface du système CMC/EBC a été caractérisée dans ce chapitre. Du point de vue expérimental, un essai original a été mis en place en s'appuyant sur des travaux précédemment menés à l'ONERA. L'idée a été de réaliser un chargement thermique avec un chauffage au banc laser permettant de générer des gradients thermiques dans l'épaisseur et dans le plan des échantillons en décentrant le faisceau laser. Avec ces gradients thermiques, des contraintes de traction et de cisaillement sont générées au niveau de l'interface ce qui a permis d'amorcer des fissures dans le coin chauffé. Les essais d'amorçage ont été instrumentés par des capteurs d'EA permettant de détecter l'instant d'apparition des premiers endommagements et des caméras thermiques en face supérieure (côté EBC) et inférieure (côté CMC) mesurant les températures de surface. Des observations des échantillons ont été réalisées au MEB après essais afin de mettre en évidence la présence de fissure dans le système.

Une première analyse des résultats expérimentaux a permis de mettre en avant une disparité importante des résultats. Sur 7 essais réalisés, des fissures ont été observées sur 2 essais. Les descripteurs des signaux EA ont montré que les événements acoustiques captés étaient d'intensité plus importantes sur les essais où des fissures ont été observées malgré des puissances laser similaires durant la chauffe des échantillons. Nous constatons également des disparités sur les champs thermiques mesurés d'un essai à l'autre. Si la température maximale de surface sous le laser est similaire, la différence ΔT dans l'épaisseur varie en raison de la position du laser qui est difficilement reproductible d'un essai à l'autre. Il semble qu'une différence ΔT dans l'épaisseur soit plus importante sur les essais pour lesquels une fissure a été observée. Cet indicateur semble être corrélé avec les signaux acoustiques au moment de l'amorçage des fissures.

Une modélisation thermomécanique à l'échelle macroscopique a permis d'accroître la compréhension de l'amorçage de fissure à l'interface sous chargement laser décentré. En particulier, cette modélisation a permis de mettre en évidence des zones à l'interface qui présentent les niveaux de contraintes les plus élevés. La première zone où

les contraintes de cisaillement hors-plan sont les plus importantes est située en bord de l'échantillon. La deuxième zone correspond à une sollicitation majoritairement en traction hors-plan et est située sous le point le plus chaud de la surface chauffée par le laser. Ces deux zones dans lesquelles un amorçage de fissure est susceptible de se produire sont présentes quelle que soit la stratégie utilisée pour appliquer le chargement thermique lors des simulations. Une comparaison entre un échantillon fissuré et un non-fissuré a permis de mettre en évidence des niveaux de contraintes hors-plan en traction et en cisaillement plus élevés à l'interface sur l'échantillon fissuré. Si des tendances encourageantes sont à noter, et malgré la montée en maîtrise de cet essai, l'analyse reste compliquée.

Ces travaux ont montré leurs limites quant à la détermination d'une valeur seuil de résistance interfaciale. En premier lieu, les essais sont difficilement répétables en ce qui concerne le positionnement des échantillons par rapport au laser. Le couplage entre le guide d'onde d'émission acoustique et l'éprouvette atténué fortement le signal s'il est mal réalisé, ce qui rend compliquée la comparaison entre les essais. Il devient alors difficile d'identifier les instants d'amorçage de fissure. Ce type d'essais semble toutefois pertinent pour faire amorcer une fissure à l'interface du système CMC/EBC. Pour la poursuite de ces travaux, il serait intéressant de mieux maîtriser la répétabilité des essais notamment en positionnant l'échantillon par rapport au laser de manière plus précise. Pour cela, la conception d'un support spécialement dédié à ces géométries serait la première étape à court terme permettant de répondre à cette problématique. Une autre option serait l'ajout d'entailles calibrées au niveau de l'interface pour exacerber les concentrations de contraintes dans cette zone.

En second lieu, l'exploitation de ces essais d'amorçage nécessite la mise en place de modélisations thermomécaniques représentatives afin de déterminer l'état de contrainte à l'interface. Cette partie présente également certaines limites. Nous ne sommes pas capables avec l'analyse menée dans ce chapitre de déterminer un seuil d'amorçage du système en raison des incertitudes associées aux composantes de contrainte hors-plan calculées lors des analyses par EF. Ces incertitudes sont liées à la stratégie utilisée lors de l'application du chargement thermique, aux données expérimentales et aux simplifications choisies. En particulier, l'échelle de modélisation « macroscopique » utilisée n'est pas forcément la plus adaptée pour définir un critère d'amorçage. La prise en compte de la rugosité interfaciale est une perspective à explorer dans la continuité de ces travaux comme cela a pu être fait sur les systèmes alliages métalliques/TBC [Vau-nois, 2013; Mahfouz, 2022]. Du fait de la présence des effets de bords, une autre approche adaptée aux problématiques d'amorçage, le critère couplé [Leguillon, 2002; Poutou, 2007; Carrère *et al.*, 2021] serait également une piste à envisager pour accroître la compréhension de l'amorçage de la fissure depuis le bord des échantillons. Enfin, la prise en compte du fluage des constituants et de la TGO sont des éléments importants à considérer pour affiner l'analyse de ces essais.

Conclusion et perspectives

Conclusion

La problématique industrielle associée à cette étude concernait la compréhension du phénomène d'écaillage entre un CMC et une EBC. L'écaillage correspond à une perte du revêtement de protection laissant ainsi le substrat exposé à l'environnement moteur, ce qui réduit la durée de vie des pièces. Ce mécanisme est relié à une perte d'adhérence à l'interface entre les deux constituants. L'objectif de ces travaux a été d'étudier le comportement d'interface du système CMC/EBC dans des conditions représentatives de l'environnement moteur, en particulier à haute température. Pour cela, la démarche proposée s'est articulée en trois temps.

Dans un premier temps, le phénomène de propagation de fissure interfaciale a été étudié à température ambiante. Cette première étape a permis de mettre en place les essais de propagation, l'instrumentation associée et l'exploitation par dialogue essai/calcul permettant d'extraire une énergie d'adhérence macroscopique. Dans un deuxième temps, la démarche mise en place à température ambiante a été transférée pour des essais réalisés à 1000 °C. A cette température, des adaptations ont dû être réalisées notamment pour la mesure de champs cinématiques par CIN. Enfin, le phénomène d'amorçage de fissure à l'interface a été étudié. Cette caractérisation a nécessité la mise en place d'un essai avec génération de gradients thermiques dans le système.

La première étape concernant la caractérisation de la phase de propagation de fissure à température ambiante a consisté à choisir l'essai le plus pertinent. Une revue de la littérature sur les essais de propagation de fissure sur bi-matériaux et les méthodes d'exploitation associées a permis de sélectionner l'essai de flexion 4 points avec un revêtement épais, sans pré-fissure et sans contre-plaque. Cet essai s'inspire de travaux menés sur les systèmes alliages métalliques/TBC et satisfait au cahier des charges fixés au préalable (réalisable à haute température, compatible avec des matériaux raides). Il présente également l'avantage d'être instrumentable en particulier avec des caméras permettant de mesurer la cinématique en surface des éprouvettes au cours des essais par CIN globale. Cet essai s'est montré pertinent pour faire propager une fissure stable à l'interface du système mais avec un contrôle limité sur le nombre de fissures transverses amorcées. Une analyse des essais par des techniques d'imagerie (microscopie optique et MEB) ainsi que des techniques de contrôle non destructif (scan US, thermographie IR) ont permis de confirmer la localisation de la fissure à l'interface après bifurcation des fissures transverses. Ces observations ont également permis de valider l'hypothèse simplificatrice de considérer le problème en 2D, en considérant que les données en surface peuvent être extrudées dans la largeur. L'instrumentation par

caméras s'est révélée précieuse pour suivre l'avancée des fissures et mesurer la cinématique sur toute la surface des éprouvettes.

Nous avons exploité ces essais en utilisant un dialogue étroit entre les essais et les simulations EF aussi bien à température ambiante qu'à haute température. Cette exploitation a permis de :

- Identifier les longueurs de fissure macroscopique par leurs effets sur la cinématique. Pour cela un modèle local est construit autour de chaque fissure afin de les suivre de manière indépendante. Cette méthode présente l'avantage de ne pas nécessiter la définition d'une valeur seuil pour localiser la pointe de fissure.
- Valider les hypothèses de calcul ainsi que les longueurs de fissures identifiées précédemment en comparant les forces de réaction expérimentales et simulées en utilisant un modèle global prenant en compte l'entièreté de l'éprouvette de flexion. Cette analyse a mis en évidence l'intérêt d'appliquer les conditions aux limites du modèle à partir des déplacements mesurés par CIN.
- Calculer numériquement une énergie d'adhérence interfaciale reliée à un taux de restitution d'énergie critique au cours de la propagation des fissures ainsi que la mixité de mode associée.

Dans cette première analyse, nous avons considéré que le seul mécanisme dissipatif était la propagation des fissures interfaciales pour l'identification. Cependant, l'endommagement du CMC est également à prendre en compte à partir d'un certain niveau de charge. Pour cela, un modèle d'endommagement continu ODM a été intégré dans les simulations. L'impact de l'endommagement du CMC a été quantifié sur la réponse globale du système et sur l'énergie d'adhérence calculée. Ceci a permis de rapprocher la réponse simulée de la réponse expérimentale, un écart est toujours observé pour les niveaux de charge les plus importants avant le rupture de l'éprouvette. Il s'agissait d'un résultat attendu en choisissant la loi ODM.

La méthode d'analyse des essais de flexion mise en place à température ambiante a ensuite été transférée sur les essais réalisés à 1000 °C. Un comportement similaire a été observé entre les essais à l'ambiante et à haute température avec une configuration de montage différente au niveau des distances entre appuis. A 1000 °C, nous avons été confrontés à la présence de brume de chaleur qui vient perturber la mesure des déplacements par CIN. Pour filtrer ces perturbations, une méthode de régularisation spatio-temporelle a été utilisée. Cette méthode a permis de réduire les fluctuations de déplacement dues à la brume de chaleur et de réduire le niveau d'incertitude sur la mesure. Une approche de corrélation d'images intégrée a également été mise en place pour filtrer les brumes de chaleur. Les deux méthodes ont été comparées et donnent des résultats similaires sur l'identification de la longueur de fissure. Ces résultats permettent d'accroître la confiance que nous avons dans l'identification de la longueur de fissure pour la suite de la procédure. Des essais de flexion 4 points ont également été réalisés sur des éprouvettes préalablement vieillies en présence de vapeur d'eau afin de caractériser l'impact de la croissance de la TGO sur les propriétés d'interface.

La comparaison des analyses de propagation de fissure à température ambiante et à 1000 °C a mis en évidence que :

- L'énergie d'adhérence est environ 3 fois supérieure à 1000 °C qu'à température ambiante.

- La mixité modale est proche sur les deux configurations d’essai et reste constante au cours de la propagation.
- De manière générale, une augmentation de l’énergie d’adhérence est observée avec l’avancée des fissures et l’augmentation du chargement.
- L’augmentation de l’épaisseur de TGO sur les éprouvettes vieilles n’a pas d’effet significatif sur l’adhérence à l’interface pour les deux températures considérées.

Nous notons que pour une analyse plus fiable, seuls les premiers stades de la propagation des fissures interfaciales devraient être considérés pour la mesure de l’adhérence. En effet, la réponse simulée est la plus fidèle à l’observation expérimentale et l’énergie d’adhérence est quasiment constante pour ces premières images. Pour les images suivantes, comme nous l’avons mis en évidence, une augmentation de l’énergie d’adhérence est observée et d’autres phénomènes dissipatifs sont activés, ces deux phénomènes sont potentiellement reliés. Nous pouvons donc affirmer que la confiance que nous avons dans la valeur de ténacité identifiée pour les premiers stades de la propagation est plus élevée que pour les stades suivants où la charge augmente.

Le phénomène d’amorçage de fissure à l’interface a été étudié grâce à un essai thermique au banc laser permettant de générer des gradients de température dans le système CMC/EBC. L’instrumentation de ces essais par des caméras thermiques et des capteurs d’émission acoustique ainsi que des observations au MEB nous ont permis d’analyser ces essais par dialogue essai/calcul. Ces essais ont permis d’amorcer des fissures en bord d’échantillon en décentrant le faisceau laser pour se rapprocher d’un angle de l’échantillon en s’appuyant sur les travaux réalisés dans la thèse de [Hamadouche \[2024\]](#). Une modélisation thermomécanique des essais a permis d’analyser les niveaux de contraintes à l’interface du système. L’impact du choix de modélisation pour appliquer les chargements thermiques ainsi que de la prise en compte de la sous-couche d’accroche de silicium sur l’état de contraintes a été évalué. Ces analyses ont permis d’identifier deux zones où l’interface est sollicitée par des contraintes hors-plan : la première en bord sollicitée en cisaillement et la seconde à cœur sollicitée en traction. Enfin, une comparaison entre un essai fissuré et un essai non fissuré a permis d’identifier des niveaux de contraintes hors plan plus importants sur l’essai fissuré ce qui est cohérent vis-à-vis de la discrimination entre les essais. L’essai BLAG est donc pertinent pour étudier l’amorçage de fissures interfaciales sur les systèmes CMC revêtus. Il présente notamment l’avantage de pouvoir être richement instrumenté ce qui est une condition indispensable à l’exploitation des essais et à la compréhension des phénomènes d’amorçage. Ces premiers travaux soulèvent de nombreuses perspectives pour tendre vers l’identification d’un critère d’amorçage de fissure tant sur le plan expérimental que sur les aspects numériques.

Perspectives

Ces travaux ont permis de mettre en évidence plusieurs perspectives afin de compléter et d’approfondir les résultats présentés précédemment.

En ce qui concerne la caractérisation de la phase d’amorçage, l’essai proposé permettant d’amorcer une fissure en bord à l’interface de notre système présente de nombreuses limites. Il s’est avéré que cet essai était difficilement reproductible. L’échantillon étant positionné à l’aide de tables micro-contrôles en se basant sur la position de

l'échantillon testé précédemment sur les images des caméras thermiques, il est compliqué d'avoir la même localisation de l'échantillon par rapport au faisceau laser tout au long de la campagne. Or, comme nous l'avons vu, la position du laser a un impact significatif sur la thermique et donc sur le niveau de contraintes à l'interface. Il serait intéressant de concevoir un porte-échantillon spécifique à la géométrie étudiée qui permettrait un positionnement précis des échantillons par rapport au laser et faciliterait cette étape du protocole. Le couplage entre l'échantillon et le guide d'onde pour l'EA est également difficilement reproductible, certains couplages n'ont pas permis de capter de signal en raison d'une trop forte atténuation et la fragilité de la bille de verre ne facilite pas la manipulation des échantillons avec le guide d'onde. Une alternative au guide d'onde pour déporter le capteur EA serait de le positionner directement sur le porte-échantillon à condition que les ondes puissent se propager entre l'échantillon et le porte-échantillon. De manière plus générale, cet essai n'est pas forcément adapté à des matériaux céramiques fragiles pour lesquels l'amorçage de fissure a lieu majoritairement sur des défauts. Le polissage des bords des éprouvettes avant essai réduit la présence de défauts de surface mais peut tout de même entraîner des micro-endommagements ou des singularités géométriques qui sont autant de sites préférentiels d'amorçage. De plus, cet essai est gouverné par les effets de bord. Il nécessite des maillages très fins lors des simulations EF pour décrire les champs de contraintes dans les zones d'amorçage ce qui augmente considérablement les ressources de calcul. On peut également envisager des modélisations thermomécaniques en régime transitoire afin de prendre en compte tout les phénomènes d'échanges de chaleur dépendant du temps. Une étude plus fine de l'amorçage avec des approches par critère couplé [Leguillon, 2002] ou modèle de zones cohésives [Dugdale, 1960] sont des travaux à poursuivre. Ils ouvrent également des premières portes vers l'intégration des données extraites durant cette thèse dans des calculs de structure et de prévision de la durée de vie des systèmes CMC revêtus.

D'un point de vue général, la prise en compte des contraintes résiduelles lors des simulations des essais, en particulier à température ambiante, serait un apport qui permettrait d'avoir des simulations plus fidèles. Nous n'avons pas observé de comportement macroscopique élastique non représentatif des observations expérimentales en négligeant la présence de contraintes résiduelles lors de la comparaison essai/calcul. Toutefois, à une échelle plus fine, les contraintes résiduelles peuvent potentiellement avoir un impact non négligeable sur le comportement au niveau des interfaces.

Cette remarque soulève un questionnement sur la notion d'échelle considérée. Il a été décidé, dans le cadre de cette étude, de se placer à une échelle macroscopique en considérant l'interface comme une entité unique entre deux constituants, le CMC et l'EBC. Cette approche découle de la volonté d'utiliser les résultats de cette étude dans des calculs de structure permettant de prévoir la durée de vie des pièces. Par la suite, les données fournies dans cette thèse pourront alimenter des simulations en utilisant, par exemple, un modèle de zone cohésive pour décrire l'interface et sa fissuration en prenant en compte à la fois l'amorçage et la propagation. L'échelle macroscopique considérée prend ici tout son sens, tous les phénomènes ayant lieu à des échelles plus fines peuvent être intégrés dans un modèle qui retranscrit le comportement global de l'interface.

Avec cette approche, les couches constituant l'interface ou la rugosité des inter-

faces n'ont pas été prises en compte. A ce sujet, des travaux ont montré l'importance des rugosités sur les niveaux de contrainte aux interfaces, leur dégradation et par extension l'adhérence du système [Vaunois, 2013]. Ainsi, considérer une échelle plus fine est une perspective intéressante pour accroître la compréhension des phénomènes de fissuration des interfaces. Une telle analyse pourrait par exemple expliquer pourquoi la propagation de la fissure est de nature mixte aux différentes interfaces lors de l'observation des faciès de rupture. Elle pourrait également apporter des éléments de réponse à l'augmentation de la ténacité d'interface avec l'avancée de la fissure. Une échelle d'analyse plus fine suppose d'adapter l'instrumentation des essais. Les caméras positionnées lors des essais ont permis de mesurer la cinématique sur toute la tranche des éprouvettes, ces informations riches ne sont toutefois pas assez résolues pour capter des bifurcations ou des branchements de fissures. On peut imaginer zoomer à l'interface avec les caméras ou réaliser la prise d'image au microscope optique sur une tranche polie de l'éprouvette. Cette instrumentation suppose de connaître la position précise des fissures pour se concentrer sur cette zone.

Une instrumentation plus riche pourrait être envisagée pour des essais de propagation similaires en utilisant la tomographie à rayons X. Des essais in-situ peuvent être réalisés avec un tel dispositif permettant d'acquérir des images en 3D au coeur de la matière [Tsitova *et al.*, 2022] ce qui pourrait permettre par exemple d'observer l'évolution du front de fissure dans la largeur des éprouvettes au cours de l'essai. Les images acquises au tomographe peuvent ensuite être analysées par Corrélation d'Images Volumiques (CIV) afin de mesurer les champs cinématiques en 3D à l'intérieur de l'éprouvette [Vargas *et al.*, 2023]. Ces données serviraient à la mise en place d'une boucle de dialogue essai/calcul avec des simulations en 3D pour étendre l'analyse faite dans ces travaux en 2D. Pour que ces analyses soient possibles il faudrait s'assurer d'un contraste suffisant dans les deux matériaux en présence.

Lors de cette thèse, les essais de propagation de fissures en four ont permis une analyse de la fissuration de l'interface avec un couplage fort entre chargements mécaniques et thermiques. Afin d'être plus représentatif de l'environnement moteur, une troisième physique doit être prise en compte, à savoir, la dégradation physico-chimique (oxydation, corrosion, attaques CMAS). Nous avons présenté des premiers résultats concernant l'impact du vieillissement physico-chimique sur les propriétés d'interface avec les essais sur éprouvettes vieilles, pour un couplage faible. Il est envisagé pour aller plus loin sur la compréhension des phénomènes de croissance de TGO sur l'adhérence de l'interface de faire des essais sur des éprouvettes vieilles à différentes températures et différentes durées. De plus, il serait intéressant de conduire les essais pour des températures différentes de 1000 °C. Enfin, dans le futur, des essais avec un couplage fort entre les trois physiques sont envisagés, c'est la vocation d'un nouveaux banc expérimental en cours d'installation à l'ONERA, le banc SIMBA.

Bibliographie

- OMS : Les 10 appels de l'OMS à lutter contre les changements climatiques pour un relèvement durable après la COVID-19, 2021. <https://www.who.int/fr/news/item/11-10-2021-who-s-10-calls-for-climate-action-to-assure-sustained-recovery-from-covid-19>.
p. 1
- SNBC : Stratégie Nationale Bas-Carbone, 2020. <https://www.ecologie.gouv.fr/strategie-nationale-bas-carbone-snbc>.
p. 1
- ADEME : Elaboration de scénarios de transition écologique du secteur aérien, 2022. La librairie ADEME <https://librairie.ademe.fr/mobilite-et-transport/5815-elaboration-de-scenarios-de-transition-ecologique-du-secteur-aerien.html>.
p. 1
- J. A. DEVER, M. V. NATHAL et J. A. DICARLO : Research on High-Temperature Aerospace Materials at NASA Glenn Research Center. *Journal of Aerospace Engineering*, 26 (2):500–514, 2013.
p. 2
- E. J. OPILA, J. L. SMIALEK, R. C. ROBINSON, D. S. FOX et N. S. JACOBSON : SiC Recession Caused by SiO₂ Scale Volatility under Combustion Conditions : II, Thermodynamics and Gaseous-Diffusion Model. *Journal of the American Ceramic Society*, 82 (7):1826–1834, 1999.
p. 3 et 9
- SAFRAN : Leap 1a. *Safran Media Library*, 2017. https://medialibrary.safran-group.com/index_fr.html.
p. 3
- 3Dadep MEDIA : Ge aviation produit et expédie son 100 000ème embout de tuyère de carburant imprimé en 3d métal. 2021. <https://3dadep.com/>.
p. 3
- B. T. RICHARDS, M. R. BEGLEY et H. N. G. WADLEY : Mechanisms of Ytterbium Monosilicate/Mullite/Silicon Coating Failure During Thermal Cycling in Water Vapor. *Journal of the American Ceramic Society*, 98(12):4066–4075, 2015a.
p. 3
- P. Y. THÉRY : *Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison Beta-(Ni,Pt)Al ou Beta-NiAl(Zr)*. Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, 2008.
p. 3, 34, 35, 38, et 41
- J. R. VAUNOIS : *Modélisation de la durée de vie des barrières thermiques, par le développement et l'exploitation d'essais d'adhérence*. Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2013.
p. 3, 34, 36, 37, 38, 41, 68, 127, 200, et 205

Bibliographie

- GDR : LES CMC : que sont-ils ? Définition, Concept & Fabrication. CMC2 : Groupe de recherche du CNRS sur les Composites à Matrice Céramique, 2020a. p. 8
- L'Usine NOUVELLE : Composites chiffres et tendances mondiales 2022-2027, 2023. Publié sur le site web du journal <https://www.usinenouvelle.com/article/composites-chiffres-et-tendances-mondiales-2022-2027.N2114316>. p. 8
- N. CHAUSSOY : *Synthèse et caractérisations de résines thermostables pour matériaux composites carbonés*. Thèse de doctorat, Université de Lyon, 2021. p. 8
- 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*, 50:153–162, 2021. p. 8
- J. C. CAVALIER, I. BERDOYES et E. BOUILLON : Composites in Aerospace Industry. *Advances in Science and Technology*, 50:153–162, 2006. Publisher : Trans Tech Publications Ltd. p. 8
- E. FITZER et L. M. MANOCHA : Applications of Carbon/Carbon Composites. In E. FITZER et L. M. MANOCHA, éditeurs : *Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites*, pages 310–336. Springer, Berlin, Heidelberg, 1998. p. 8
- GDR : A quoi servent les Composites à Matrice céramiques ? CMC2 : Groupe de recherche du CNRS sur les Composites à Matrice Céramique, 2020b. <https://gdr-cmc2.cnrs.fr/a-quoi-servent-les-composites-a-matrice-ceramiques/>. p. 8
- J. A. DICARLO et M. VAN ROODE : Ceramic Composite Development for Gas Turbine Engine Hot Section Components. pages 221–231. American Society of Mechanical Engineers Digital Collection, 2008. p. 9
- F. CHRISTIN : Design, Fabrication, and Application of Thermostructural Composites (TSC) like C/C, C/SiC, and SiC/SiC Composites. *Advanced Engineering Materials*, 4 (12):903–912, 2002. p. 9
- R. NASLAIN et F. CHRISTIN : SiC-Matrix Composite Materials for Advanced Jet Engines. *MRS Bulletin*, 28(9):654–658, 2003. p. 9
- ZONEBOURSE : SAFRAN : Safran, GE et Nippon Carbon créent une JV dans la fibre de carbure de silicium, 2012. Section action, <https://www.zonebourse.com/cours/action/SAFRAN-4696/actualite/>. p. 9
- Y. GOWAYED, G. OJARD, R. MILLER, U. SANTHOSH, J. AHMAD et R. JOHN : Correlation of elastic properties of melt infiltrated SiC/SiC composites to in situ properties of constituent phases. *Composites Science and Technology*, 70(3):435–441, 2010. p. 9
- K. L. MORE, P. F. TORTORELLI, L. R. WALKER, N. MIRIYALA, J. R. PRICE et M. VAN ROODE : High-Temperature Stability of SiC-Based Composites in High-Water-Vapor-Pressure Environments. *Journal of the American Ceramic Society*, 86 (8):1272–1281, 2003. p. 10
-

- R. L. JONES : Some Aspects of the Hot Corrosion of Thermal Barrier Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 7:77–84, 1997. p. 10
- A. G. EVANS, D. R. MUMM, J. W. HUTCHINSON, G. H. MEIER et F. S. PETTIT : Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings. *Progress in Materials Science*, 46(5):505–553, 2001. p. 10
- C. MERCER, S. FAULHABER, A. G. EVANS et R. DAROLIA : A delamination mechanism for thermal barrier coatings subject to calcium–magnesium–alumino-silicate (CMAS) infiltration. *Acta Materialia*, 53(4):1029–1039, 2005. p. 10
- C. G. LEVI, J. W. HUTCHINSON, M. H. VIDAL-SÉTIF et C. A. JOHNSON : Environmental degradation of thermal-barrier coatings by molten deposits. *MRS Bulletin*, 37(10):932–941, 2012. p. 10
- S. QIN, H. CAO, Z. GAO, J. P. MARTINS, Y. LIU, G. BREWSTER, Y. CHEN et P. XIAO : Integrating APS TBCs with a built-in Al₂O₃ protection network for superior CMAS resistance. *Corrosion Science*, 227:111724, 2024. p. 11
- D. ZHU, S. FARMER, T. R. MCCUE, B. HARDER et J. B. HURST : Environmental Stability and Oxidation Behavior of HfO₂-Si and YbGd(O) Based Environmental Barrier Coating Systems for SiC/SiC Ceramic Matrix Composites. page 23, 2017. p. 11
- M. PRIOUX, S. DULUARD, F. ANSART, G. PUJOL, P. GOMEZ et L. PIN : Advances in the control of electrophoretic process parameters to tune the ytterbium disilicate coatings microstructure. *Journal of the American Ceramic Society*, 103(12):6724–6735, 2020. p. 11
- P. BERTRAND, C. HUCHETTE, T. ARCHER, T. VANDELLOS et F. HILD : Determination of interfacial fracture energy of an environmental barrier coating on ceramic matrix composite substrate. *Journal of the European Ceramic Society*, page 116886, 2024. p. 11, 48, et 96
- K. LEE, D. WATERS, G. COSTA et B. PULEO : Current EBC Development and Testing at NASA. Rapport technique, NASA Glenn Research Center, Cleveland, OH, 2017. p. 12
- T. ARCHER : *Comportement sous gradients thermiques d'un composite à matrice céramique revêtu*. Thèse de doctorat, Université Paris Saclay, 2019. p. 12, 176, et 177
- I. HAMADOUCHE : *Etude de la durée de vie d'une barrière environnementale sur composite à matrice céramique sous sollicitations multi-physiques*. Thèse de doctorat, Université Paris Saclay, 2024. p. 12, 175, 176, 179, 188, et 203
- I. HAMADOUCHE, T. ARCHER, P. BEAUCHENE, T. VANDELLOS et F. HILD : Fracture mechanisms of an environmental barrier coating under thermomechanical loadings. *Journal of the European Ceramic Society*, Article soumis(12), 2024. p. 12
- D. ZHU, S. R. CHOI, J. I. ELDRIDGE, K. N. LEE et R. A. MILLER : Surface Cracking and Interface Reaction Associated Delamination Failure of Thermal and Environmental Barrier Coatings. In *27th Annual Cocoa Beach Conference on Advanced Ceramics and*

- Composites : A : Ceramic Engineering and Science Proceedings*, pages 469–475. John Wiley & Sons, Ltd, 2003. p. 13
- B. T. RICHARDS, S. SEHR, F. de FRANQUEVILLE, M. R. BEGLEY et H. N. G. WADLEY : Fracture mechanisms of ytterbium monosilicate environmental barrier coatings during cyclic thermal exposure. *Acta Materialia*, 103:448–460, 2016. p. 13
- W. D. SUMMERS, M. R. BEGLEY et F. W. ZOK : Transition from penetration cracking to spallation in environmental barrier coatings on ceramic composites. *Surface and Coatings Technology*, 378:125083, 2019. p. 13
- B. LEGIN, F. MAUGET, Y. PANNIER, T. REVEL et J. CORMIER : Damage characterization of ebc-sic/sic ceramic matrix composites under complex thermomechanical loading paths. *Conference paper HTCMC-11*, 2023. p. 13
- J. W. EVANS, A. G. et Hutchinson : The mechanics of coating delamination in thermal gradients. *Surface and Coatings Technology*, 201(18):7905–7916, 2007. p. 13
- A. RABIEI et A. G. EVANS : Failure mechanisms associated with the thermally grown oxide in plasma-sprayed thermal barrier coatings. *Acta Materialia*, 48(15):3963–3976, 2000. p. 14
- K. W. SCHLICHTING, N. P. PADTURE, E. H. JORDAN et M. GELL : Failure modes in plasma-sprayed thermal barrier coatings. *Materials Science and Engineering : A*, 342(1):120–130, 2003. p. 14
- X. Y. GONG et D. R. CLARKE : On the Measurement of Strain in Coatings Formed on a Wrinkled Elastic Substrate. *Oxidation of Metals*, 50(5):355–376, 1998. p. 14
- E. P. BUSSO, Z. Q. QIAN, M. P. TAYLOR et H. E. EVANS : The influence of bondcoat and topcoat mechanical properties on stress development in thermal barrier coating systems. *Acta Materialia*, 57(8):2349–2361, 2009. p. 14
- N. P. PADTURE, M. GELL et E. H. JORDAN : Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications. *Science*, 296(5566):280–284, 2002. Publisher : American Association for the Advancement of Science. p. 14
- M. J. LEE, B. C. LEE, J. G. LIM et M. K. KIM : Residual stress analysis of the thermal barrier coating system by considering the plasma spraying process. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 28(6):2161–2168, 2014. p. 14
- D. ZHU : Development and Performance Evaluations of HfO₂-Si and Rare Earth-Si Based Environmental Barrier Bond Coat Systems for SiC/SiC Ceramic Matrix Composites. *Materials Science, Engineering, Environmental Science*, www.nasa.gov, 2014. p. 15 et 172
- B. T. RICHARDS, D. ZHU, L. J. GHOSN et H. N. G. WADLEY : Mechanical Properties of Air Plasma Sprayed Environmental Barrier Coating (EBC) Systems : Preliminary Assessments. *In Developments in Strategic Ceramic Materials*, pages 219–237. John Wiley & Sons, Ltd, 2015b. p. 15

Bibliographie

- M. AUFRAY : Adhésion et Adhérence des Matériaux. *Cours ingénieur Laboratoire CIRI-MAT, Équipe Surface : réactivité, protection (SURF)*, 2023. p. 15
- E. DARQUE-CERETTI et E. FELDER : *Adhésion et Adhérence*. CNRS Editions, 2003. Pages : 388 pages, <https://minesparis-psl.hal.science/hal-00510515>. p. 15
- E. PONS : *Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives*. Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, 2016. p. 15 et 23
- M. DUPEUX : Mesure des énergies de rupture interfaciale : problématique et exemples de résultats d'essais de gonflement-décollement. *Mechanics & Industry*, 5(4):441–450, 2004. Publisher : EDP Sciences. p. 15, 20, 21, et 24
- J. A. PETIT, V. NASSIET, Y. BAZIARD et B. HASSOUNE-RHABBOUR : Facteurs de la perte d'adhérence et durabilité. *Techniques de l'Ingénieur*, 2005. <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/assemblage-des-materiaux-par-collage-42188210/durabilite-des-assemblages-collés-bm7666/>. p. 15
- A. GRIFFITH : *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*. Royal Society of London, 1921. p. 16 et 51
- A. ZEGHLOUL : Concepts fondamentaux de la mécanique de la rupture. *In doczz.fr*. Master Mécanique Matériaux Structures Procédés, Université de Lorraine, ENIM, Arts et Métiers, 2015. p. 16
- G. R. IRWIN : Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Traversing a Plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24(3):361–364, 1957. p. 17
- S. POMMIER : Basics elements on linear elastic fracture mechanics and crack growth modeling. Université Paris Saclay France, 2017. <https://hal.archives-ouvertes.fr/cel-01636731>. p. 18
- L. CUISSET, L. DEPIEDS et W. LE GOFF : *Prédiction de propagation de fissure par la méthode éléments finis - Projet méthode éléments finis - MI4*. 2019. Rapport de projet, https://www.researchgate.net/publication/349311843_Prediction_de_propagation_de_fissure_par_la_methode_elements_finis_Projet_methode_elements_finis_MI4. p. 18
- T. VANDELLOS : *Développement d'une stratégie de modélisation du délaminage dans les structures composites stratifiées*. Thèse de doctorat, École doctorale des sciences physiques et de l'ingénieur Bordeaux 1, 2011. p. 19 et 38
- R. V. GOL'DSTEIN et R. L. SALGANIK : Brittle fracture of solids with arbitrary cracks. *International Journal of Fracture*, 10(4):507–523, 1974. p. 19
- M. AMESTOY, H. D. BUI et K. DANGVAN : Déviation infinitésimale d'une fissure dans une direction arbitraire. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, t. 289(Série B):99–103, 1979. p. 19
- J. W. HUTCHINSON et Z. SUO : Mixed Mode Cracking in Layered Materials, 1991. p. 19 et 37
-

- P. CAMANHO : Mixed-Mode Decohesion Finite Elements for the Simulation of Delamination in Composite Materials. 2002. p. 19
- J. G. WILLIAMS : Kc and Gc at slow speeds for polymers. In D. R. MOORE, A. PAVAN et J. G. WILLIAMS, éditeurs : *European Structural Integrity Society*, volume 28 de *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*, pages 11–26. Elsevier, 2001. p. 20
- I. A. ASHCROFT et B. DERBY : Adhesion testing of glass-ceramic thick films on metal substrates. *Journal of Materials Science*, 28(11):2989–2998, 1993. p. 20
- J. L. VOSSEN : *Measurements of Film-Substrate Bond Strength by Laser Spallation*. ASTM International, 1978. p. 22
- L. BERTHE, M. ARRIGONI, M. BOUSTIE, J. P. CUQ-LELANDAIS, C. BROUSSILLOU, G. FABRE, M. JEANDIN, V. GUIPONT et M. NIVARD : State-of-the-art laser adhesion test (LASAT). *Nondestructive Testing and Evaluation*, 26(3-4):303–317, 2011. p. 22
- J. P. CUQ-LELANDAIS : *Etude du comportement dynamique de matériaux sous choc laser sub-picoseconde*. Thèse de doctorat, Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique, 2010. p. 22
- G. FABRE : *Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermiques EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D*. Thèse de doctorat, Paris, ENMP, 2013. p. 23
- L. MAHFOUZ : *Evolution du système barrière thermique AM1/(Ni,Pt)Al/YPSZ en conditions de fatigue thermo-mécanique*. Thèse de doctorat, Université Paris sciences et lettres, 2022. p. 23 et 200
- G. COTTIN, V. GUIPONT, V. MAUREL, E. BAKAN, R. VASSEN et D. KOCH : Development of Environmental Barrier Coatings on Ceramic Matrix Composites assisted by LASAT (Laser Shock Adhesion Test). 2019. p. 23
- V. GUIPONT, L. CHALONY, M. LE NEVÉ, V. MAUREL, E. BAKAN, R. VASSEN, D. KOCH, T. VANDELLOS et T. PHILIPPE : SiC-based/EBC coatings systems investigated by LASAT (Laser Shock Adhesion Test). *Conference Irsee Thermal and environmental barrier coatings VI*, 2022. p. 23
- J. CHEN et S. J. BULL : Approaches to investigate delamination and interfacial toughness in coated systems : an overview. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 44(3):034001, 2010. p. 23
- G. MAROT : *Modélisation de l'essai d'indentation interfaciale et confrontation aux essais normalisés pour la détermination de l'adhérence de revêtements obtenus par projection thermique*. Thèse de doctorat, Lille 1, 2007. p. 23
- J. F. BERTHET, I. YURTDAS, Y. DELMAS et A. LI : Evaluation of the adhesion resistance between steel and concrete by push out test. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 31(2):75–83, 2011. p. 24
- C. MALINVERNI, M. SALVO, M. ZIETARA, G. CEMPURA, A. KRUK, J. MAIER, C. PREN-

- TICE, M. FARNHAM et V. CASALEGNO : A yttrium aluminosilicate glass-ceramic to join SiC/SiC composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 44(6):3579–3587, 2024. p. 24
- F. SMEACETTO, F. D'ISANTO, V. CASALEGNO, P. TATARKO et M. SALVO : Ytterbium disilicate-based glass-ceramic as joining material for ceramic matrix composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 41(2):1099–1106, 2021. p. 24
- C. COURCIER, V. MAUREL, L. RÉMY, S. QUILICI, I. ROUZOU et A. PHELIPPEAU : Interfacial damage based life model for EB-PVD thermal barrier coating. *Surface and Coatings Technology*, 205(13):3763–3773, 2011. p. 24
- R. SOULIGNAC : *Prévision de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. p. 24
- S. V. V. N. SIVA RAO, T. BHAVANI, S. KUMAR GHOSH, J. DEB BARMA et R. KUMAR BOGENDRO MEITEI : Analysing the adhesion strength of Mo-WC-Cu-Si composite coated layer by using the scratch test. *Materials Today : Proceedings*, 47:3400–3406, 2021. p. 25
- S. J. BULL et E. G. BERASETEGUI : An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing. *Tribology International*, 39(2):99–114, 2006. p. 25
- R. G. HUTCHINSON et J. W. HUTCHINSON : Lifetime Assessment for Thermal Barrier Coatings : Tests for Measuring Mixed Mode Delamination Toughness. *Journal of the American Ceramic Society*, 94(s1):s85–s95, 2011. p. 25
- A. J. BRUNNER, B. R. K. BLACKMAN et P. DAVIES : Mode I delamination. In D. R. MOORE, A. PAVAN et J. G. WILLIAMS, éditeurs : *European Structural Integrity Society*, volume 28 de *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*, pages 277–305. Elsevier, 2001. p. 26
- B. R. K. BLACKMAN, A. J. KINLOCH, M. PARASCHI et W. S. TEO : Measuring the mode I adhesive fracture energy, GIC, of structural adhesive joints : the results of an international round-robin. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 23(4):293–305, 2003. p. 26
- P. OSTOJIC et R. MCPHERSON : Determining the Critical Strain Energy Release Rate of Plasma-Sprayed Coatings Using a Double-Cantilever-Beam Technique. *Journal of the American Ceramic Society*, 71(10):891–899, 1988. p. 26
- G. N. HEINTZE et R. MCPHERSON : Fracture toughness of plasma-sprayed zirconia coatings. *Surface and Coatings Technology*, 34(1):15–23, 1988. ISSN 0257-8972. p. 26
- C. K. LIN et C. C. BERNDT : Measurement and analysis of adhesion strength for thermally sprayed coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 3(1):75–104, 1994. p. 26
- W. Z. WANG, C. J. LI et F. X. YE : Effect of specimen geometry on fracture toughness measurement of plasma-sprayed ceramic coatings by the tapered double cantilever beam approach. *Vacuum*, 73(3):649–654, 2004. p. 26

- W. G. TILSON : ASTM E399 Standard Development – Analysis Method. 2018. p. 26
- H. KAKISAWA et T. NISHIMURA : A method for testing the interface toughness of ceramic environmental barrier coatings (EBCs) on ceramic matrix composites (cmcs). *Journal of the European Ceramic Society*, 38(2):655–663, 2018. p. 26 et 27
- H. KAKISAWA et T. NISHIMURA : A modified simple interface fracture test for ceramic environmental barrier coating on ceramic matrix composite. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 129(1):40–45, janvier 2021. p. 28
- G. QIAN, T. NAKAMURA, C. C. BERNDT et S. H. LEIGH : Tensile toughness test and high temperature fracture analysis of thermal barrier coatings. *Acta Materialia*, 45(4):1767–1784, 1997. p. 28
- J. R. RICE : A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. *Journal of Applied Mechanics*, 35(2):379–386, 1968. p. 29
- C. F. SHIH : Cracks on bimaterial interfaces : elasticity and plasticity aspects. *Materials Science and Engineering : A*, 143(1):77–90, 1991. p. 29
- S. Q. GUO, D. R. MUMM, A. M. KARLSSON et Y. KAGAWA : Measurement of interfacial shear mechanical properties in thermal barrier coating systems by a barb pullout method. *Scripta Materialia*, 53(9):1043–1048, 2005. p. 29 et 30
- Y. F. LIU, Y. KAGAWA et A. G. EVANS : Analysis of a “barb test” for measuring the mixed-mode delamination toughness of coatings. *Acta Materialia*, 56(1):43–49, 2008. p. 30 et 32
- Y. AOKI, J. INOUE, Y. KAGAWA et K. IGASHIRA : A simple method for measurement of shear delamination toughness in environmental barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 321:213–218, 2017. p. 30, 31, et 32
- E. KAWAI, H. KAKISAWA, A. KUBO, N. YAMAGUCHI, T. YOKOI, T. AKATSU, S. KITAOKA et Y. UMENO : Crack initiation criteria in ebc under thermal stress. *Coatings*, 9(11):697, 2019. p. 32
- W. ZHU, L. YANG, J. W. GUO, Y. C. ZHOU et C. LU : Determination of interfacial adhesion energies of thermal barrier coatings by compression test combined with a cohesive zone finite element model. *International Journal of Plasticity*, 64:76–87, 2015. p. 32 et 40
- E. RACLE, N. GODIN, P. REYNAUD et G. FANTOZZI : Fatigue Lifetime of Ceramic Matrix Composites at Intermediate Temperature by Acoustic Emission. *Materials (Basel, Switzerland)*, 10(6):658, 2017. p. 32
- N. GUEL, Z. HAMAM, N. GODIN, P. REYNAUD, O. CATY, F. BOUILLON et A. PAILLASSA : Data Merging of AE Sensors with Different Frequency Resolution for the Detection and Identification of Damage in Oxide-Based Ceramic Matrix Composites. *Materials (Basel, Switzerland)*, 13(20):4691, 2020. p. 32
- S. AVRIL, M. BONNET, A. S. BRETTELLE, M. GRÉDIAC, F. HILD, P. IENNY, F. LATOURTE,

- D. LEMOSSE, S. PAGANO, E. PAGNACCO et F. PIERRON : Overview of Identification Methods of Mechanical Parameters Based on Full-field Measurements. *Exp Mech*, 2008. p. 33
- S. KALIGORA, J. GILLIBERT, E. BLOND et N. RICHEL : Identification des propriétés mécaniques de matériaux conducteurs mixtes à structure pérovskite type $\text{La}(1-x)\text{Sr}(x)\text{Fe}(1-y)\text{Ga}(y)$. *23ème Congrès Français de Mécanique*, 2017. p. 33
- S. KNITEL, P. SPÄTIG et H. P. SEIFERT : An inverse method based on finite element model to derive the plastic flow properties from non-standard tensile specimens of Eurofer97 steel. *Nuclear Materials and Energy*, 9:311–316, 2016. p. 33
- F. GHASEMZADEH, A. MANAFPOUR, S. SAJEDI, M. SHEKARCHI et M. HATAMI : Predicting long-term compressive creep of concrete using inverse analysis method. *Construction and Building Materials*, 124:496–507, 2016. p. 33
- D. S. DUGDALE : Yielding of steel sheets containing slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 8(2):100–104, 1960. p. 33, 196, et 204
- J. P. MÁRQUEZ COSTA : *Caractérisation et modélisation des interfaces dans les composites organiques stratifiés à haute température : Application à la tenue au feu des structures aéronautiques*. Thèse de doctorat, Chasseneuil-du-Poitou, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique, 2021. p. 33 et 34
- C. HUCHETTE, V. BIASI, G. LEPLAT, J. P. MÁRQUEZ COSTA, J. RANNOU, P. LAPEYRONNIE, A. HURMANE, L. AUTEF, C. LE SING, J.-M. ROCHE et F. PASSILLY : Développement de modèles de comportement du composite. *PhyFire LOT 2 Tech. Rep. RT 9/26018 DMPE/DMAS, ONERA*, 2019. p. 33
- N. RAKOTOMALALA : *Simulation numérique de l'écaillage des barrières thermiques avec couplage thermo-mécanique*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015. p. 33
- R. FEDELE, B. RAKA, F. HILD et S. ROUX : Identification of adhesive properties in GLARE assemblies using digital image correlation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 57(7):1003–1016, 2009. p. 34
- A. JAILLON, J. JUMEL, F. LACHAUD et E. PAROISSIEN : Mode I cohesive zone model parameters identification and comparison of measurement techniques based on uncertainty estimation. *International Journal of Solids and Structures*, 191-192:577–587, 2020. p. 34
- R. VARGAS, R. B. CANTO et F. HILD : On the calibration of cohesive parameters for refractories from notch opening displacements in wedge splitting tests. *Journal of the European Ceramic Society*, 41(14):7348–7361, 2021. p. 34
- P. Y. THÉRY, M. POULAIN, M. DUPEUX et M. BRACCINI : Spallation of two thermal barrier coating systems : experimental study of adhesion and energetic approach to lifetime during cyclic oxidation. *Journal of Materials Science*, 44(7):1726–1733, 2009. p. 34
- P. G. CHARALAMBIDES, J. LUND, A. G. EVANS et R. M. MCMEEKING : A Test Specimen

- for Determining the Fracture Resistance of Bimaterial Interfaces. *Journal of Applied Mechanics*, 56(1):77–82, 1989. p. 35, 37, et 69
- P. G. CHARALAMBIDES, H. C. CAO, J. LUND et A. G. EVANS : Development of a test method for measuring the mixed mode fracture resistance of bimaterial interfaces. *Mechanics of Materials*, 8(4):269–283, 1990. p. 35, 37, et 120
- I. HOFINGER, M. OECHSNER, H. A. BAHR et M. V. SWAIN : Modified four-point bending specimen for determining the interface fracture energy for thin, brittle layers. page 8, 1998. p. 36 et 37
- R. KRUEGER : Virtual crack closure technique : History, approach, and applications. *Applied Mechanics Reviews*, 57(2):109–143, 2004. p. 37 et 122
- A. GLISZCZYNSKI et N. WIĄCEK : Experimental and numerical benchmark study of mode II interlaminar fracture toughness of unidirectional GFRP laminates under shear loading using the end-notched flexure (ENF) test. *Composite Structures*, 258:113190, 2021. p. 37
- Dassault Systèmes help 3DS : Simulia user assistance 2022. 2022a. p. 38 et 185
- D. M. PARKS : The virtual crack extension method for nonlinear material behavior. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 12(3):353–364, 1977. p. 38
- M. FERNANDEZ : *Mécanismes d'endommagement pilotant la durée de vie d'une barrière environnementale*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2020. p. 38, 40, 41, et 51
- P. NIE, H. LV, T. ZHOU, X. CAI et P; K. CHU : Interfacial adhesion measurement of a ceramic coating on metal substrate. *Journal of Coatings Technology and Research*, 7(3):391–398, 2010. ISSN 1935-3804. p. 38
- C. EBERL, X. WANG, D. S. GIANOLA, T. D. NGUYEN, M. Y. HE, A. G. EVANS et K. J. HEMKER : In Situ Measurement of the Toughness of the Interface Between a Thermal Barrier Coating and a Ni Alloy. *Journal of the American Ceramic Society*, 94(s1):s120–s127, 2011. p. 39 et 40
- G. CATALANOTTI, P. P. CAMANHO, J. XAVIER, C. G. DÁVILA et A. T. MARQUES : Measurement of resistance curves in the longitudinal failure of composites using digital image correlation. *Composites Science and Technology*, 70(13):1986–1993, 2010. p. 40
- F. MATHIEU, P. AIMEDIEU, J. M. GUIMARD et F. HILD : Identification of interlaminar fracture properties of a composite laminate using local full-field kinematic measurements and finite element simulations. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 49:203–213, 2013. p. 40
- J. S. AFFAGARD, F. MATHIEU, J. M. GUIMARD et F. HILD : Identification method for the mixed mode interlaminar behavior of a thermoset composite using displacement field measurements and load data. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 91:238–249, 2016. p. 40
- S. FELD-PAYET, G. LE BESNERAIS, V. BONNAND, D. PACOU et L. THIERCELIN : Crack

- path tracking from full field measurements : A novel empirical methodology. *Strain*, 56(2):e12333, 2020. p. 40 et 117
- M. NICOL, F. LAURIN, M. HIRSEKORN, M. KAMINSKI, S. FELD-PAYET, P. PAULMIER et W. ALBOUY : Automated crack detection in laminated composites by optical flow measurements. *Composites Part B : Engineering*, 255:110599, 2023. p. 40
- M. BEGHINI, G. BENAMATI, L. BERTINI et F. FRENDI : Measurement of coatings elastic properties by mechanical methods : Part 2. Application to thermal barrier coatings. *Experimental Mechanics*, 41(4):305–311, 2001. p. 41
- S. V. NAIR, H. E. EATON et E. Y. SUN : Measurements of interface strength and toughness in shear of environmental barrier coatings on ceramic substrates at ambient and at elevated temperature. *Surface and Coatings Technology*, 200(18):5175–5180, 2006. p. 41
- W. ZHU, Q. WU, L. YANG et Y. C. ZHOU : In situ characterization of high temperature elastic modulus and fracture toughness in air plasma sprayed thermal barrier coatings under bending by using digital image correlation. *Ceramics International*, 46(11, Part B):18526–18533, 2020. p. 41 et 42
- P BARNARD, M. B HENDERSON et N RHODES : CMC integration and demonstration for gas turbine engines (CINDERS). *Applied Thermal Engineering*, 24(11):1755–1764, 2004. p. 54
- J. BLITZ et G. SIMPSON : *Ultrasonic Methods of Non-destructive Testing*. Springer Science & Business Media, 1995. ISBN 978-0-412-60470-6. Google-Books-ID : d3WWect9zQEC. p. 55
- B. HAY, J. R. FILTZ et J. C. BATSALE : Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash. *Techniques de l'ingénieur Techniques d'analyse*, base documentaire : TIP630WEB. (ref. article : r2955), 2004. p. 55
- J. SUN : Evaluation of Ceramic Matrix Composites by Thermal Diffusivity Imaging. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 4(1):75–87, 2007. p. 56
- W. H. PETERS et W. F. RANSON : Digital Imaging Techniques In Experimental Stress Analysis. *Optical Engineering*, 21(3), 1982. p. 72
- M. A. SUTTON, W. J. WOLTERS, W. H. PETERS, W. F. RANSON et S. R. MCNEILL : Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing*, 1(3):133–139, 1983. p. 72 et 73
- T. C. CHU, W. F. RANSON et M. A. SUTTON : Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, 25(3):232–244, 1985. p. 72
- E.M.C. JONES et M.A. IADICOLA : A good practices guide for digital image correlation. *International Digital Image Correlation Society*, 2018. p. 72
- G. BESNARD, F. HILD et S. ROUX : “Finite-Element” Displacement Fields Analysis from

- Digital Images : Application to Portevin–Le Châtelier Bands. *Experimental Mechanics*, 46(6):789–803, 2006. p. 73
- F. HILD et S. ROUX : Digital Image Correlation. *Optical Methods for Solid Mechanics. A Full-Field Approach*, pages 183–228, 2012a. p. 74 et 81
- F. HILD et S. ROUX : Digital Image Correlation : from Displacement Measurement to Identification of Elastic Properties – a Review. *Strain*, 42(2):69–80, 2006. p. 74
- F. HILD, S. ROUX, R. GRAS, N. GUERRERO, M. E. MARANTE et J. FLÓREZ-LÓPEZ : Displacement measurement technique for beam kinematics. *Optics and Lasers in Engineering*, 47(3):495–503, 2009. p. 74
- H. LECLERC, J. N. PERIE, S. ROUX et F. HILD : Corrélation d’Images Numériques Intégrée pour l’identification de propriétés mécaniques. AFM, Maison de la Mécanique, 39/41 rue Louis Blanc - 92400 Courbevoie, août 2009. p. 74
- S. ROUX et F. HILD : Stress intensity factor measurements from digital image correlation : post-processing and integrated approaches. *International Journal of Fracture*, 140(1):141–157, 2006. p. 74
- T. M. GRABOIS, J. NEGGERS, L. PONSON, F. HILD et R. D. TOLEDO FILHO : On the validation of integrated DIC with tapered double cantilever beam tests. *Engineering Fracture Mechanics*, 191:311–323, 2018. p. 74
- R. VARGAS, J. NEGGERS, R. B. CANTO, J. A. RODRIGUES et F. HILD : Analysis of wedge splitting test on refractory castable via integrated DIC. *Journal of the European Ceramic Society*, 36(16):4309–4317, décembre 2016. p. 74
- F. HILD et S. ROUX : Comparison of Local and Global Approaches to Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 52(9):1503–1519, 2012b. p. 74
- M. BERNY, T. ARCHER, A. MAVEL, P. BEAUCHÊNE, S. ROUX et F. HILD : On the analysis of heat haze effects with spacetime DIC. *Optics and Lasers in Engineering*, 111:135–153, 2018. p. 75, 161, et 168
- Jean-Emmanuel PIERRÉ : *Stéréo corrélation d’images numériques éléments finis : application à la validation de modèles de structures composites sous sollicitations complexes*. phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2016. p. 76
- O. FAUGERAS : *Three-dimensional computer vision : a geometric viewpoint*. MIT Press, Cambridge, Mass, 1993. ISBN 978-0-262-06158-2. Open Library ID : OL1401278M. p. 76
- OPENCV : Open Source Computer Vision Camera Calibration and 3D Reconstruction, version 3.4. 2022. <https://docs.opencv.org/3.4/d9/d0c/>. p. 77
- L. DUBREUIL, J. E. DUFOUR, Y. QUINSAT et F. HILD : Mesh-Based Shape Measurements with Stereocorrelation. *Experimental Mechanics*, 56(7):1231–1242, 2016. p. 78
- E. MARCHAND, H. UCHIYAMA et F. SPINDLER : Pose Estimation for Augmented Rea-

- lity : A Hands-On Survey. *IEEE Transactions on Visualization and Computer Graphics*, 22(12):2633–2651, 2016. p. 78
- Team EIKOSIM : Etalonnage d’une caméra : principes et procédures. *Ei-koSim*, 2021. <https://eikosim.com/non-classe/etalonnage-camera-principes-et-procedures/>. p. 78
- J.-E. PIERRÉ, J.-C. PASSIEUX et J.-N. PÉRIÉ : Finite Element Stereo Digital Image Correlation : Framework and Mechanical Regularization. *Experimental Mechanics*, 57(3):443–456, 2017. p. 80
- M. BERNY, T. ARCHER, P. BEAUCHÊNE, A. MAVEL et F. HILD : Displacement Uncertainty Quantifications in T3-Stereocorrelation. *Experimental Mechanics*, 61(5):771–790, 2021. p. 80
- P.I FORQUIN, L. ROTA, Y. CHARLES et F. HILD : A method to determine the macroscopic toughness scatter of brittle materials. *International Journal of Fracture*, 125(1):171–187, 2004. p. 81
- AREMCO : Specialty coatings high temperature high emissivity Black Coatings HiE 840-series Product highlights. 2022. <https://www.aremco.com/high-emissivity-coatings/>. p. 86
- T. ARCHER, M. BERNY, P. BEAUCHÊNE et F. HILD : Creep behavior identification of an environmental barrier coating using full-field measurements. *Journal of the European Ceramic Society*, 40(15):5704–5718, 2020. p. 86 et 87
- A. MENDOZA QUISPE : *Image Correlation for Textile Descriptors*. Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay (ComUE), 2019. p. 87
- V.F. SCIUTI, R.B. CANTO, J. NEGGERS et 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. p. 87
- Y.L. DONG et B. PAN : A Review of Speckle Pattern Fabrication and Assessment for Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 57(8):1161–1181, 2017. p. 87
- P; REU : All about speckles : Speckle Size Measurement. *Experimental Techniques*, 38(6):1–2, 2014. p. 87
- A. DELMAS, Y. LE MAOULT, J. M. BUCHLIN, T. SENTENAC et J. J. ORTEU : Shape Distortions Induced by Convective Effect on Hot Object in Visible, Near Infrared and Infrared Bands. *Experiments in Fluids*, 54:1452, 2013. p. 90
- E.M.C. JONES et P.L. REU : Distortion of Digital Image Correlation (DIC) Displacements and Strains from Heat Waves. *Experimental Mechanics*, 58(7):1133–1156, 2018. p. 90
- D. GRÉGOIRE : *Initiation, propagation, arrêt et redémarrage de fissures sous impact*. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2008. p. 117
- Y. CHI, W. ZHAO et B. PAN : Gray level residual field : an effective metric for pixelwise

- matching quality evaluation in local digital image correlation. *Measurement Science and Technology*, 34(7):075018, 2023. p. 117
- Assistance SIMULIA, User : Contour integral evaluation. *Abaqus*, 2022. p. 120
- F. G. BUCHHOLZ, H. GREBNER, K. H. DREYER et H. KRÖME : 2D- and 3D-Applications of the Improved and Generalized Modified Crack Closure Integral Method. In S. N. ATLURI et G. YAGAWA, éditeurs : *Computational Mechanics '88*, pages 387–390, Berlin, Heidelberg, 1988. Springer. p. 121
- M. A. EDER et R. D. BITSCHKE : Fracture analysis of adhesive joints in wind turbine blades. *Wind Energy*, 18(6):1007–1022, 2015. p. 122
- G. LI, G. RENAUD et C. LI : *Simulation of Mixed-Mode I/II Debond Using VCCT and Cohesive Elements (Paper 004451)*. 2023. p. 122
- M. L. WILLIAMS : The stresses around a fault or crack in dissimilar media. *Bulletin of the Seismological Society of America*, 49(2):199–204, 1959. p. 122
- J. R. RICE et G. C. SIH : Plane Problems of Cracks in Dissimilar Media. *Journal of Applied Mechanics*, 32(2):418–423, 1965. p. 122
- Dassault Systèmes help 3DS : Simulia user assistance 2022. 2022b. <https://abaqus-docs.mit.edu/2017/English/SIMACAEANLRefMap/simaanl-c-submodeloverview.htm>. p. 124
- M. FERNANDEZ, G. COUÉGNAT et F. REBILLAT : Relation entre oxydation et évolution de l'adhérence d'une barrière environnementale. *21ème Journées Nationales sur les Composites, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Bordeaux, France*, 2019. p. 127
- J. F. MAIRE et J. L. CHABOCHE : A new formulation of continuum damage mechanics (CDM) for composite materials. *Aerospace Science and Technology*, 1(4):247–257, 1997. p. 128
- J. F. MAIRE et P. M. LESNE : A damage model for ceramic matrix composites. *Aerospace Science and Technology*, 1(4):259–266, 1997. p. 128
- 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. p. 128
- E. HÉMON : *Modèles multi-niveaux de prévision des durées de vie en fatigue des structures composites à matrice céramique pour usage en turbomachines aéronautiques*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2013. p. 128
- F. LAURIN, N. TABLEAU, M. KAMINSKI, Z. ABOURA et F. BOUILLON : Validation of the onera damage model through comparisons with multi-instrumented structural tests on interlock woven ceramic matrix composites. *16th European Conference on Composite Materials, Seville, Spain*, 2014. p. 128
- P. LEPLAY, O. LAFFORGUE et F. HILD : Analysis of Asymmetrical Creep of a Ceramic

- at 1350°C by Digital Image Correlation. *Journal of the American Ceramic Society*, 98 (7):2240–2247, 2015. p. 161
- J. DONG, Z. LIU et J. GAO : Multi-Parameter Inversion and Thermo-Mechanical Deformation Decoupling using I-DIC. *Experimental Mechanics*, 57(1):31–39, 2017. p. 161
- J. ZHAO, Y. LI, H. ZHANG, Z. LIU, H. XIE et S. LIU : Characterization of Thermo-mechanical parameters of Nickel-Based single crystal superalloys under high-temperature by modified I-DIC method. *Optics & Laser Technology*, 163:109371, 2023. p. 161
- H. LECLERC, J. NEGGERS, F. MATHIEU, F. HILD et S. ROUX : Correli 3.0 iddn.fr.001.520008.000.s.p.2015.000.31500. *Agence pour la Protection des Programmes Paris(France)*, 2015. p. 164
- J. HENRY, Z. ABOURA, K. KHELLIL et S. OTIN : Suivi de l'endommagement en fatigue d'un composite à renfort interlock carbone/époxy par émission acoustique. *Matériaux & Techniques*, 100(6-7):643–652, 2012. Number : 6-7 Publisher : EDP Sciences. p. 179
- Khalil HAMDI, Gurvan MOREAU et Zoheir ABOURA : Digital image correlation, acoustic emission and in-situ microscopy in order to understand composite compression damage behavior. *Composite Structures*, 258:113424, 2021. p. 179
- C. W. GEAR : The numerical integration of ordinary differential equations. *Mathematics of Computation*, 21(98):146–156, 1967. p. 185
- R. VARGAS, R. B. CANTO, B. SMANIOTTO et F. HILD : Calibration of cohesive parameters for a castable refractory using 4D tomographic data and realistic crack path from in-situ wedge splitting test. *Journal of the European Ceramic Society*, 43(2):676–691, 2023. p. 188 et 205
- Méthode de Nelder et Mead Modified Simplex (MS), 2018. *Techniques de l'Ingénieur*, <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-th1/qualite-au-laboratoire-42497210/methodes-directes-d-optimisation-p229/methode-de-nelder-et-mead-modified-simplex-ms-p229v2niv10001.html>. p. 188
- scipy.optimize.minimize — SciPy v1.12.0 Manual, 2024. <https://docs.scipy.org/doc/scipy/reference/generated/scipy.optimize.minimize.html>. p. 189
- D. LEGUILLON : Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 21(1):61–72, 2002. ISSN 0997-7538. p. 196, 200, et 204
- B. POITOU : *Analyse de la fissuration au voisinage d'une interface dans les matériaux fragiles. Applications aux composites à matrice céramique et aux combustibles nucléaires*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2007. p. 200
- N. CARRÈRE, A. DOITRAND, E. MARTIN et D. LEGUILLON : Theoretical study based on 2D assumptions of the influence of small pores on crack initiation in adhesively bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 111:102979, 2021. p. 200
- A. TSITOVA, F. BERNACHY-BARBE, B. BARY, S. A. DANDACHLI, C. BOURCIER, B. SMA-

NIOTTO et F. HILD : Damage Quantification via Digital Volume Correlation with Heterogeneous Mechanical Regularization : Application to an In situ Meso-Flexural Test on Mortar. *Experimental Mechanics*, 62(2):333–349, 2022. [p. 205](#)

Titre : Etude du comportement d'interface d'une barrière environnementale sur composite à matrice céramique

Mots clés : Interface, écaillage, énergie d'adhérence, haute température, corrélation d'images numériques

Résumé : Un des enjeux de l'aéronautique est de réduire l'impact environnemental des avions. Cet objectif se traduit par le développement de solutions alternatives aux matériaux métalliques comme les composites à matrice céramique. Pour les applications visées, les pièces sont soumises à des environnements thermomécaniques et physico-chimiques (oxydation/corrosion) très sévères pouvant mener à la dégradation du matériau et à une limitation de sa durée de vie. Pour protéger le composite à matrice céramique (CMC), les pièces sont revêtues de barrières environnementales (EBC) qui limitent la corrosion du CMC. La compréhension des mécanismes d'endommagement des EBC sur CMC est donc cruciale pour le développement des pièces en CMC à base carbure. Dans ce contexte, cette thèse s'est focalisée sur le comportement aux interfaces des différents constituants du système pour analyser la tenue du revêtement sur CMC. Il s'agit ainsi, d'une part, de proposer et de mettre en place des essais à l'ambiante et à haute température pour quantifier l'amorçage et la propagation de décohésions aux interfaces et de caractériser les propriétés associées, telles que l'énergie d'adhérence du revêtement sur le CMC, en

utilisant différentes méthodes expérimentales de suivi de fissuration par méthodes optiques. D'autre part, le but est de proposer un dialogue étroit entre les essais et les modélisations associées. Pour cela des essais de flexion 4 points ont été menés à température ambiante et à 1000°C afin de faire propager des fissures stables à l'interface du système. Des mesures de champs cinématiques par corrélation d'images ont permis d'alimenter des simulations éléments finis afin de suivre la propagation des fissures et d'extraire une énergie d'adhérence interfaciale à l'échelle macroscopique. Ces essais et leur exploitation ont servi à caractériser la phase de propagation pour les deux températures et de comparer l'adhérence de systèmes sains et de systèmes préalablement vieillis sous environnement oxydant. Dans un deuxième temps, des essais au banc laser avec la présence de gradients thermiques au sein du système ont permis de caractériser la phase d'amorçage. Des observations au microscope électronique à balayage, l'utilisation de caméras thermiques et de capteurs d'émission acoustique sont venus compléter la base de données expérimentales.

Title : Study of the interface behaviour of an environmental barrier coating on a ceramic matrix composite

Keywords : Interface, spallation, adhesion energy, high temperature, digital image correlation

Abstract : One of the challenges in aeronautics is to reduce the environmental impact of airplanes. This objective is pursued through the development of alternative solutions to metallic materials such as ceramic matrix composites. For the intended applications, the components are exposed to extremely severe thermomechanical and physicochemical environments (oxidation/corrosion), which can lead to material degradation and limit their lifespan. To protect the ceramic matrix composite (CMC), the components are coated with environmental barrier coatings (EBC) that mitigate the corrosion of the CMC. Understanding the damage mechanisms of EBC on CMC is therefore crucial for the development of carbide-based CMC components.

In this context, this thesis focused on the behavior at the interfaces of the different constituents of the system to analyze the adhesion of the coating on the CMC. The aim is, on the one hand, to propose and implement tests at ambient and high temperatures to quantify the initiation and propagation of delamination at the interfaces and to characterize the associated properties, such as the adhesion energy of the coating on the CMC, using

various experimental crack-tracking methods based on optical techniques. On the other hand, the goal is to establish a close interaction between the tests and the associated modeling. For this purpose, four-point bending tests were conducted at room temperature and at 1000°C to propagate stable cracks at the interface of the system. Kinematic field measurements through image correlation were used to inform finite element simulations in order to track crack propagation and extract interfacial adhesion energy at the macroscopic scale. These tests and their analysis were used to characterize the propagation phase at both temperatures and to compare the adhesion of pristine systems with systems that had been previously aged in an oxidizing environment. In a second phase, laser bench tests with the presence of thermal gradients within the system allowed for the characterization of the initiation phase. Scanning electron microscope observations, along with the use of thermal cameras and acoustic emission sensors, complemented the experimental database.
