

## Comportement mécanique d'un composite oxyde/oxyde

### *Mechanical behavior of an oxide/oxide composite*

Edouard Marin<sup>1,2</sup>, Florent Bouillon<sup>2</sup>, Olivier Caty<sup>1</sup>, et Eric Martin<sup>1</sup>

1 : LCTS, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux  
UMR 5801, Université de Bordeaux  
3 allée de la Boétie, 33600 Pessac  
e-mail : marin@lcts.u-bordeaux.fr, caty@lcts.u-bordeaux.fr, et martin@lcts.u-bordeaux.fr

2 : Safran Ceramics, a technology platform of Safran Tech  
105 avenue Marcel Dassault, 33700 Mérignac  
e-mail : florent.bouillon@safrangroup.com

### Résumé

Les composites oxyde/oxyde sont des matériaux composites à matrice céramique (CMC) dont l'emploi est envisagé pour les arrière-corps de moteurs d'avion. Leur utilisation se justifie principalement par : une très bonne tenue à l'oxydation, un comportement mécanique intéressant à de hautes températures, et un faible coût de mise en œuvre. L'objectif de ce papier est de présenter les composites oxyde/oxyde via leur microstructure particulière, et d'étudier le lien entre endommagement et comportement mécanique. Le couplage plan-hors plan s'opérant lors d'une sollicitation en traction s'avère être un indicateur d'endommagement intéressant. Le poster s'appuiera sur des recherches bibliographiques ainsi que sur des résultats d'essais de traction instrumentés avec capteurs d'émission acoustique et corrélation d'images. La pertinence des moyens expérimentaux ainsi que les objectifs de recherches futures sont finalement évoqués.

### Abstract

Oxide/oxide composites are ceramic matrix composite materials (CMC) intended to be used in new generation aircraft engines. The main purposes for the use of this type of materials are : an outstanding oxidation durability, an interesting mechanical behavior up to high temperatures, and a moderate manufacturing cost. The aim of this paper is to introduce oxide/oxide composites through their particular microstructure, and the analysis of the connection between damage mechanisms and mechanical behavior. The in-plane / out-of-plane coupling occurring during tensile solicitation is an interesting damage indicator. This presentation is based on literature studies and the results of tensile tests monitored by acoustic emission and digital image correlation. The relevance of experimental techniques as well as future investigation goals will finally be mentioned.

**Mots Clés :** composite à matrice céramique, endommagement, émission acoustique

**Keywords :** ceramic matrix composites, damage mechanisms, acoustic emission

## 1. Introduction

Les matériaux composites occupent aujourd'hui une place essentielle dans les structures aéronautiques. Leur faible densité en fait un matériau de choix pour la construction de structures de plus en plus légères. Les composites à matrice céramique (CMC) sont intéressants pour leur bonne tenue mécanique à de hautes températures. Leur emploi dans les moteurs d'avion autoriserait la combinaison de deux avantages qui sont i) une faible densité et ii) l'augmentation des températures de fonctionnement afin d'améliorer le rendement des moteurs et ainsi diminuer la consommation de carburant et les émissions de CO<sub>2</sub>. Si la famille des SiC/SiC démontre une tenue en température et des propriétés mécaniques remarquables tout en ayant atteint un niveau de maturité intéressant, leur technicité et leur coût de mise en œuvre motivent l'étude d'autres types de CMC. C'est dans ce contexte que l'emploi des composites oxyde/oxyde (ou COX) est envisagé dans les arrière-corps des moteurs d'avions [1,2].

Des études se sont déjà penchées sur l'étude du comportement mécanique de ce type de matériau [3,4,5,6,7]. La microporosité de la matrice permet la déviation des fissures matricielles au voisinage

de l'interface avec le renfort. Ce mécanisme est à l'origine d'un comportement semi-fragile. L'instrumentation d'essais mécaniques grâce à la mesure de l'émission acoustique semble être une méthode intéressante dans le but d'analyser les mécanismes d'endommagement du matériau [8,9,10,11,12]. Cependant, la compréhension fine du comportement mécanique, son lien avec la microstructure du matériau, et l'étude de zones singulières demeurent des problèmes ouverts. Ces connaissances sont indispensables pour la conception de pièces structurales en COX.

La majorité des études menées sur ce type de matériau concerne des stratifications bidimensionnelles  $0/90^\circ$  ou  $\pm 45^\circ$ . L'objectif de papier est de présenter le comportement mécanique en traction d'un composite quasi-iso à matrice alumine renforcée de fibres en alumine. L'architecture du matériau est constituée d'empilement de plis tissés. Les résultats d'essais de traction instrumentés en émission acoustique et par une caméra pour la corrélation d'images sont utilisés pour mieux comprendre l'endommagement du matériau, et l'impact sur son comportement mécanique.

## **2. Présentation du matériau**

### **2.1 Microstructure d'un composite oxyde/oxyde**

Les CMC oxyde/oxyde sont des matériaux composites dont la matrice est microporeuse, ce qui impacte directement leur comportement mécanique. En effet, la microporosité de la matrice confère au matériau un comportement endommageable via un mécanisme de déviation de fissures matricielles à l'interface fibre/matrice. La déviation de fissures permet de préserver l'intégrité des fibres, et d'exploiter leurs performances mécaniques.

La matrice des composites oxyde/oxyde est obtenue par frittage de poudres. Le degré de microporosité est directement lié à ce procédé : une température trop élevée ou un temps de frittage trop long entraîne une densification de la matrice ne permettant plus d'assurer son rôle de déviation de fissures.

La microstructure de certains types de COX montre l'existence de macropores [8,10]. Leur présence est due à l'introduction d'adjuvants polymériques et à la qualité d'infiltration de la matrice lors de la mise en œuvre. Lors de la sollicitation mécanique, ces macropores peuvent à la fois jouer un rôle d'attracteurs de fissures, mais également agir comme des sites préférentiels d'initiation. L'amélioration des conditions d'élaboration a amené à la suppression de ce type de porosité et limiter les phénomènes de délaminage. Une coupe issue d'une tomographie X [10] effectuée sur un matériau similaire au matériau d'intérêt de cette étude est présentée (Fig. 1). On peut noter l'absence de macropores, et distinguer la présence de fissures matricielles à l'état initial (après mise en œuvre). Ces fissures sont appelées fissures de retrait. Leur origine provient de la différence de retrait entre les fibres et la matrice lors du procédé de frittage. Dans les matériaux tissés bidimensionnels, les fissures de retrait sont principalement observées dans les zones riches en matrice, et sont souvent orientées perpendiculairement au plan de tissage.

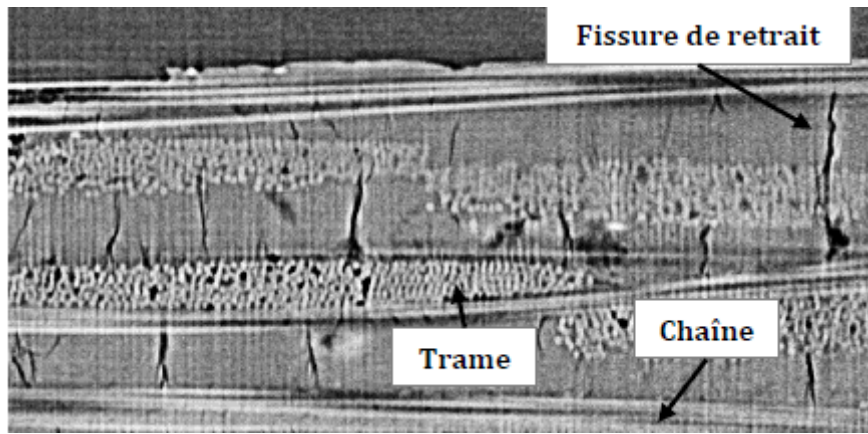


Fig. 1. Coupe issue d'une tomographie X d'un CMC oxyde/oxyde après mise en œuvre [10].

## 2.2 Comportement en traction

Dans les COX stratifiés bidimensionnels  $[0^\circ/90^\circ]$ , la présence de porosité matricielle (et par conséquent sa faible rigidité) explique la faible contribution de la matrice dans la rigidité du matériau. En conséquence, le matériau présente un comportement pratiquement linéaire en traction, la dégradation de la matrice n'ayant pas d'influence importante sur la rigidité. Heathcote [5] montre que la rigidité finale mesurée en traction est du même ordre que la contribution des fibres dans le sens de sollicitation  $\frac{f E_f}{2}$  (où  $f$  est la fraction volumique de fibres, et  $E_f$  leur rigidité dans le sens de sollicitation). L'effort est donc presque entièrement repris par les fibres longitudinales. L'étude du comportement mécanique en traction à  $\pm 45^\circ$  indique une perte de rigidité plus importante et l'apparition de déformations inélastiques, montrant le rôle important de la matrice dans cette configuration.

Il existe dans la littérature des propositions de scénario d'endommagement de CMC oxyde/oxyde, basés sur différentes observations expérimentales. Ben Ramdane [3] s'est par exemple appuyée sur des essais de traction interrompus suivis d'observations au MEB afin de tenter d'établir un lien entre endommagement et comportement mécanique du matériau. Dans le scénario proposé, la fissuration matricielle est le premier mode d'endommagement observé. Celle-ci s'effectue perpendiculairement à la direction de la charge à partir de différents sites (initiation puis propagation dans des zones plus riches en matrice, à partir de macropores, ou par la propagation de fissures de retrait). Cette fissuration serait à l'origine de la première chute de rigidité en début d'essai. Au contact des torons, les fissures se propagent ensuite autour des torons transversaux, ou le long des torons longitudinaux. Le contact fibres/matrice ne devenant à terme plus assuré par des décohésion fibres/matrice ou par délaminage.

Des scénarios d'endommagement ont également été proposés à partir d'analyse d'émission acoustique [10,11,12]. L'étude de chaque signal acoustique en fonction de descripteurs pertinents choisis permet une discrimination de l'activité acoustique en différentes classes, qui peuvent ensuite être associées à des modes d'endommagement. Les cinétiques d'apparition des différentes classes acoustiques permettent d'identifier l'apparition et l'évolution de modes d'endommagement précis, et ainsi d'expliquer le comportement mécanique du matériau.

Dans la majorité des cas, un foisonnement de l'éprouvette plus ou moins important selon la microstructure du matériau est observé. Ce constat a motivé l'étude de la déformation de la tranche de l'éprouvette (déformations hors plan) au cours des essais présentés dans ce papier.

### 3. Résultats d'essais

#### 3.1 Instrumentation et protocole expérimental

Quatre essais de traction ont été effectués sur le matériau présenté dans cette étude (Fig. 2).

L'activité acoustique est suivie au moyen de quatre capteurs d'émission acoustique, couplés au matériau avec de la graisse à vide. Deux capteurs piézo-électriques du modèle Nano30 de la marque Mistras ont été disposés sur la première face de l'éprouvette, et deux capteurs du modèle Pico (Mistras) sur la seconde face. L'utilisation de deux types de capteurs différents autorise une plage de sensibilité fréquentielle plus large, afin d'augmenter le nombre de signaux détectés et permettre une analyse acoustique plus détaillée [10]. La distance entre deux capteurs du même type est de 50mm (pour une zone utile d'éprouvette de 40mm). Le seuil d'acquisition a été réglé à 40dB, et la vitesse des ondes calculée à partir de cassés de mines. L'analyse acoustique de cette présentation se base exclusivement sur les signaux localisés dans la zone utile de l'éprouvette.

La mesure de la déformation de la tranche en cours d'essai est assurée par corrélation d'image. Le calcul des déformations est effectué sur une zone d'intérêt de longueur de 15mm située au centre de la zone utile.

Enfin, la déformation dans le sens de sollicitation est mesurée par deux extensomètres disposés sur chaque face de l'éprouvette. La différence des deux mesures permet d'évaluer une éventuelle flexion de l'éprouvette.

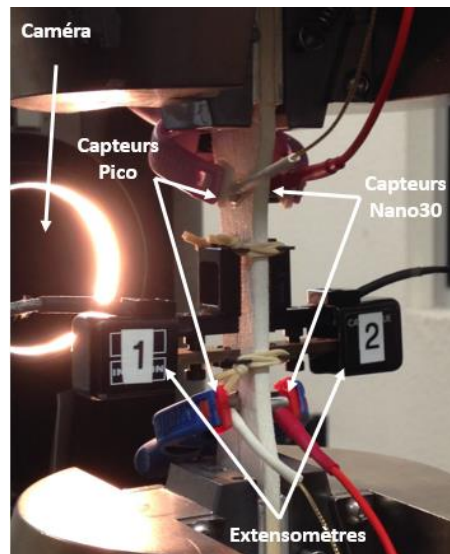


Fig. 2. Détails de l'instrumentation des essais de traction effectués

#### 3.2 Comportement mécanique

La Fig. 3a présente l'évolution de la contrainte longitudinale et du module tangent en fonction de la déformation longitudinale appliquée. L'évolution du module tangent montre une diminution de la rigidité du matériau tout au long du chargement. Cette évolution est discriminée en trois différents stades, chaque stade présentant une évolution à tendance linéaire. Une première partie montrant une diminution relativement importante est observée en début d'essai jusqu'à environ 0.06% de déformation longitudinale. Une diminution plus modérée intervient ensuite entre 0.06% et 0.21% de déformation. Le troisième stade est caractérisé par une chute brutale du module jusqu'à la rupture du matériau.

Le faciès de rupture présenté (Fig. 3b) montre un foisonnement de l'éprouvette. Ce gonflement est dû à la déviation de fissures matricielles à l'interface fibre-matrice entraînant localement des décohésions et la séparation des plis.

Le 1<sup>er</sup> stade observé est lié à la fissuration matricielle qui est le premier mode d'endommagement observé dans la littérature. Les déviations de fissure à l'interface fibre matrice entraînant un gonflement de l'éprouvette semblent apparaître lors du 2<sup>ème</sup> stade. En effet, ces décohésions s'effectuent surtout dans la direction de chargement comme observé sur le faciès de rupture, ce qui justifie que la diminution du module tangent soit plus modérée lors du 2<sup>ème</sup> stade. Enfin, la chute brutale lors du 3<sup>ème</sup> domaine serait associée à la rupture de fibres d'après la littérature.

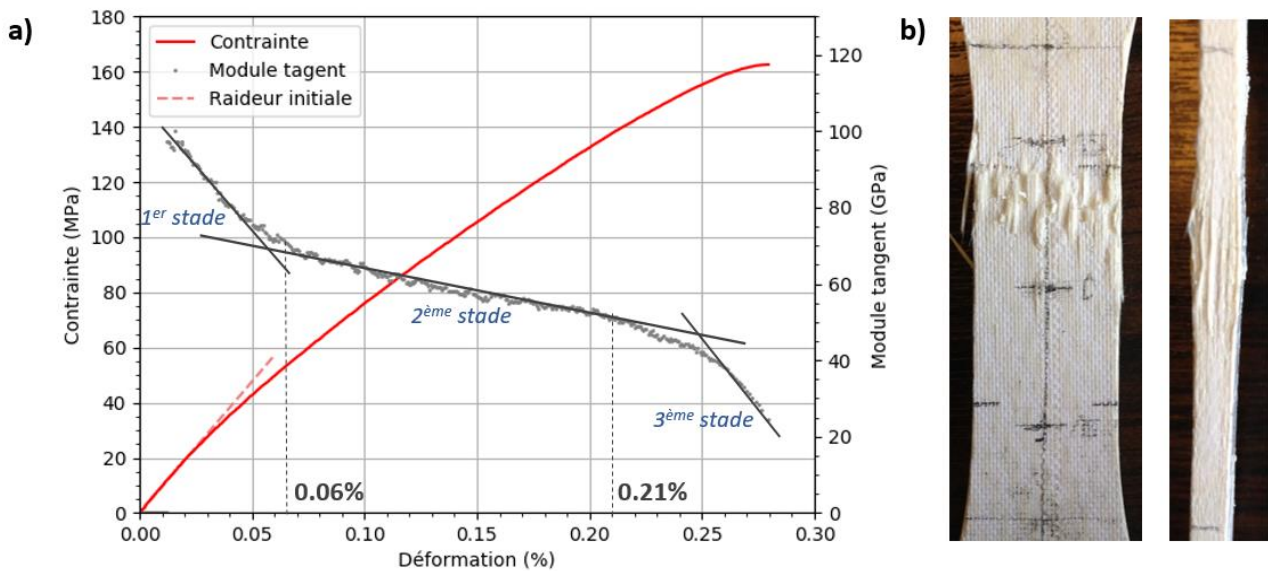


Fig. 3. a) Comportement mécanique lors d'un essai de traction (évolution de la contrainte longitudinale et identification de trois stade du module tangent en fonction de la déformation longitudinale), b) Faciès de rupture d'une éprouvette.

### 3.3 Analyse acoustique

La Fig. 4 présente l'évolution de l'activité acoustique des deux types de capteurs en cours d'essai.

L'activité acoustique détectée par des capteurs de type Nano30 débute au même moment que la chute de module. Au contraire, seulement six signaux localisés sont détectés par les capteurs Pico jusqu'à 0.06% de déformation, c'est à dire pendant le premier stade de l'évolution du module. Le mode d'endommagement en jeu dans ce stade (fissuration matricielle selon la littérature et d'après la faible énergie acoustique des signaux) semble donc générer des signaux dont la signature acoustique semble plus adaptée à la détection par les capteurs Nano30 que Pico. D'après les caractéristiques de ces deux types de capteurs, les évènements liés à la fissuration matricielle sont des signaux basse fréquence.

Par ailleurs, l'évolution de l'activité détectée par les capteurs de type Nano30 montre une tendance linéaire jusqu'à environ 0,21% de déformation longitudinale (Fig. 4a). Au contraire, c'est à cette déformation que l'activité des capteurs de type Pico augmente. Cette déformation semble également coïncider avec une chute de l'évolution du module tangent, marquant la fin du stade 2 (Fig. 3). Il semble donc qu'à ce stade de la sollicitation, l'endommagement du matériau créant la chute de rigidité entraîne l'apparition d'une nouvelle population de signaux acoustiques plus adaptés à la détection par les capteurs Pico.

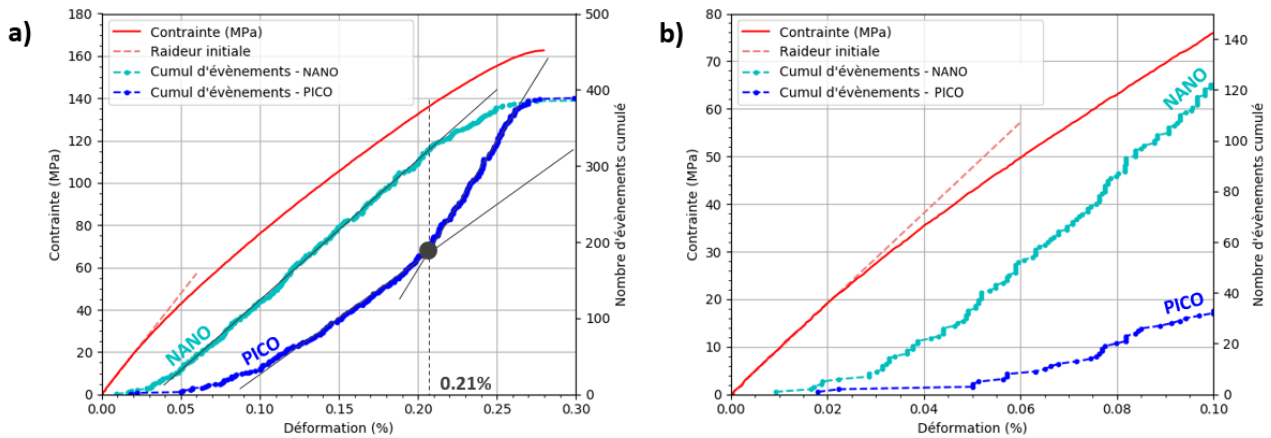


Fig. 4. Evolution du nombre d'évènements acoustiques détectés par les capteurs Nano30 et Pico (a. Sur la totalité de l'essai, b. En début d'essai).

L'apparition d'une nouvelle population de signaux a donc motivé la classification non supervisée des signaux acoustiques détectés par les capteurs Pico. Cette classification se base sur la méthode des k-moyennes, à partir de descripteurs acoustiques temporels et fréquentiels choisis à l'aide d'un dendrogramme. Les signaux ont été répartis en trois classes, selon les critères de silhouettes [13] et de Davies et Bouldin [14]. Cette méthode s'appuie sur la méthode employée dans les travaux de Guel [10].

La Fig. 5a présente l'évolution des signaux appartenant à ces trois classes tout au long de l'essai, tandis que la Fig. 5b distingue les caractéristiques acoustiques en amplitude et en fréquence de réverbération de ces trois populations.

La classe 3, identifiée en vert sur la Fig. 5 et caractérisée par des amplitudes élevées, connaît une activité importante à partir de 0.21% de déformation. Cette déformation correspond à la fin du stade 2 de l'évolution du module tangent. De plus, huit signaux sont détectés de façon quasi-simultanée à environ 0.25% de déformation, ce qui correspond au début du stade 3 dans l'évolution du module tangent. Cette population de signaux, qui représente environ 30% de la totalité des signaux classifiés en fin d'essai, semble donc être la conséquence d'un mode d'endommagement sévère entraînant la ruine du matériau. Ces observations sont cohérentes avec la bibliographie selon laquelle le mode d'endommagement prédominant à ce stade d'essai est la rupture de fibres.

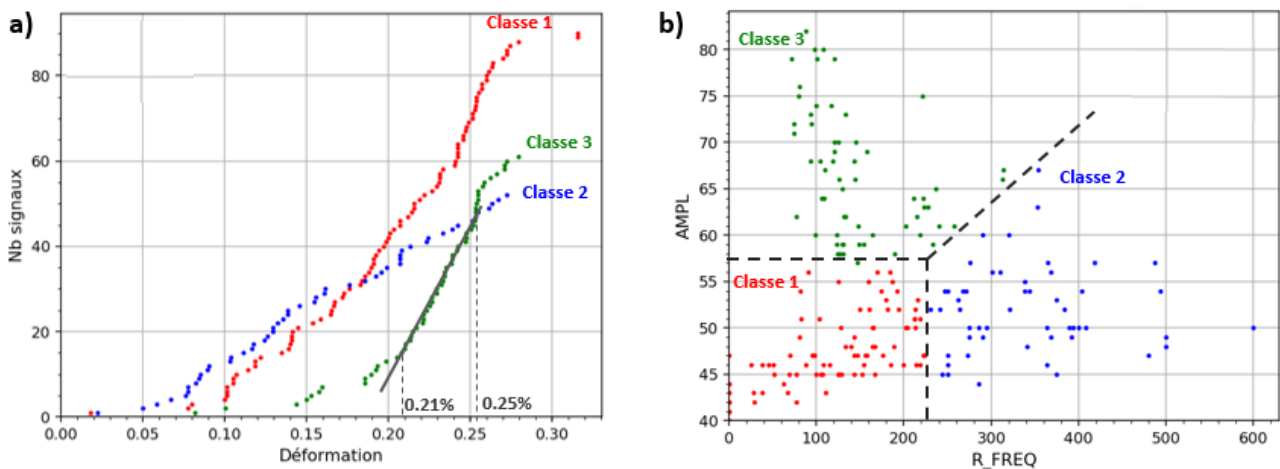


Fig. 5. Evolution du nombre d'évènements acoustiques détectés par les capteurs Pico (a. Sur la totalité de l'essai, b. En début d'essai).

### 3.4 Etude des déformations hors-plan

Par ailleurs, la déformation de la tranche de l'éprouvette  $\epsilon_{33}$  a été mesurée par corrélation d'image numérique. La Fig. 6 montre une déformation  $\epsilon_{33}$  quasi-nulle en début d'essai due à l'effet Poisson, et un début d'augmentation à environ 52 MPa. Cette observation marque le début de l'apparition de déformations hors plan (sens 3) générée par la sollicitation dans le plan (sens 1). L'endommagement du matériau entraîne donc un couplage plan-hors plan. L'évolution de cette déformation est corrélée avec celle de l'énergie acoustique des signaux localisés par les capteurs Nano30. En effet, les graphes de la Fig. 6 montrent que les différents stades d'évolution de la déformation  $\epsilon_{33}$  s'accompagnent de sauts énergétiques, particulièrement en début d'essai.

On note également que la contrainte de 52 MPa marquant le début de déformation macroscopique de la tranche correspond au début du stade 2 dans l'évolution du module tangent. La saturation de la fissuration matricielle générée lors du stade 1 entraîne les déviations à l'interface fibre/matrice et l'apparition de déformations hors plan. Ce constat semble confirmer que le stade 2 est étroitement lié à l'apparition des déformations hors plan. Le couplage plan-hors plan lors de la sollicitation en traction du matériau s'avère donc être un indicateur d'endommagement intéressant. L'étude de la Fig. 6 permet également d'associer les endommagements responsables des déformations hors plan à des évènements de forte énergie.

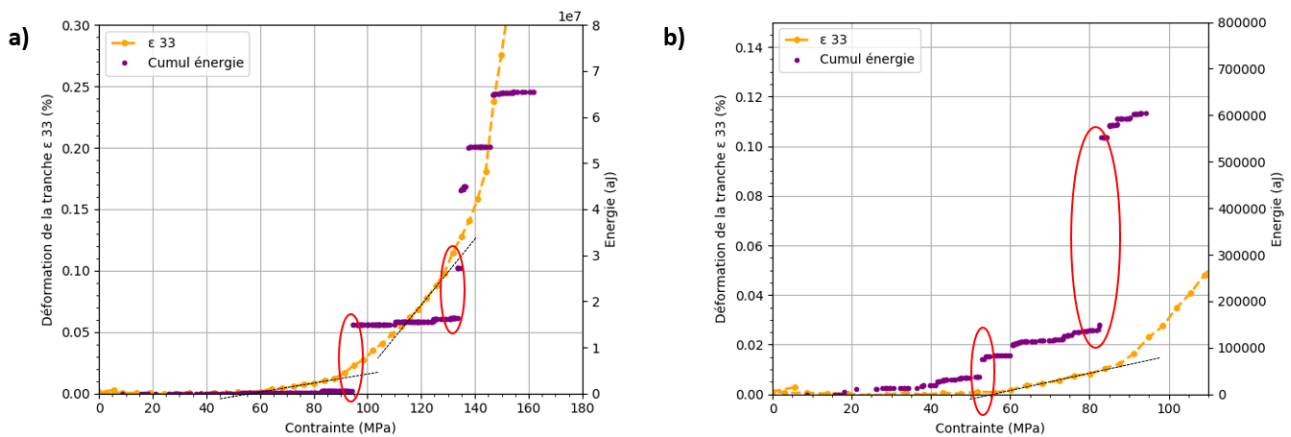


Fig. 6. Evolution de l'énergie acoustique cumulée détectée par les capteurs Nano30, et de la déformation hors plan  $\epsilon_{33}$  (a. Sur la totalité de l'essai, b. En début d'essai).

## 4. Conclusion et perspectives

L'émission acoustique est un outil pertinent pour l'étude de l'endommagement des COX. La technique basée sur l'utilisation de deux types de capteurs différents [10] permet des analyses plus riches et complémentaires des signaux acoustiques. En particulier, les signaux détectés par les capteurs Nano30 sont plus adaptés pour étudier l'évolution de l'énergie acoustique, ainsi que pour la détection des premiers signaux acoustiques de faible énergie vraisemblablement causés par l'endommagement matriciel. Au contraire, les capteurs Pico sont plus intéressants pour détecter des signaux apparaissant en fin d'essai et résultant de rupture de fibres.

L'analyse des déformations hors plan via la déformation de la tranche de l'éprouvette démontre le couplage plan-hors plan qui existe lors de la sollicitation du matériau en traction. L'apparition des déformations hors plan est corrélée avec les résultats d'émission acoustique, notamment par les sauts énergétiques observés. Ce couplage se révèle être un indicateur d'endommagement intéressant puisqu'il se traduit par un changement dans l'évolution du module tangent. L'optimisation des

paramètres de frittage lors de la mise en œuvre du matériau constitue une perspective intéressante afin de retarder l'apparition des déformations hors-plan.

Finalement, le comportement mécanique des COX est aujourd'hui de mieux en mieux compris grâce, en partie, à des essais mécaniques multi-instrumentés. Cependant, le comportement de ce type de matériau reste encore ouvert pour ce qui est de l'étude de zones singulières : zones à concentration de contraintes, reprises de plis, etc. Les travaux permettant une meilleure compréhension de techniques expérimentales pertinentes constituent donc une perspective intéressante pour l'étude d'autres types COX et pour d'autres types de conditions de sollicitation mécanique. Cette compréhension de l'endommagement du matériau est également essentielle pour de futures travaux de modélisation du comportement mécanique.

## Références

- [1] T. Steyer, « Shaping the future of Ceramics for Aerospace Applications », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 10, pp. 389-394, 2013.
- [2] R. Simon, « Progress in processing and performance of porous-matrix oxide/oxide composites », *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 2, pp. 141-149, 2005.
- [3] C. Ben Ramdane, « Etude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde », Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2014.
- [4] D.T. Di Salvo, et al., « Mechanical characterization of a fibre reinforced oxide/oxide ceramic matrix composite », *Journal of the European Ceramic Society*, 35, 4513-4520, 2015.
- [5] J. Heathcote, et al., « In-plane mechanical properties of an all-oxide ceramic composite », *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 82, No 10, 1999
- [6] E. Volkmann, et al., « Assessment of three oxide/oxide ceramic matrix composites: mechanical performance and effects of heat treatments », *Composites: Part A*, 68, pp. 19-28, 2015.
- [7] F. Zok, et al., « Mechanical properties of porous-matrix ceramic composites », *Advanced Engineering Materials*, 3, No 1-2, 2001.
- [8] N. Guel, et al., « Etude du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde : apport de l'analyse temps-fréquence des signaux acoustiques », *Journées Nationales sur les Composites*, 2017.
- [9] N. Guel, « Multi-sensor acoustic emission analysis towards the study of oxide-based ceramic matrix composites damage behavior », *ECCM18 – 18th European Conference on Composite Materials*, 2018.
- [10] N. Guel, « Comportement mécanique de composites oxydes : relations procédé-microstructure-propriétés », Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2018.
- [11] F. Kaya, « Damage assessment of oxide fiber reinforced oxide ceramic matrix composites using acoustic emission », *Ceramics International*, 33, pp. 279-284, 2007.
- [12] V. Kostopoulos, et al., « On the identification of the failure mechanisms in oxide/oxide composites using acoustic emission », *NDT&E International*, 36, pp. 571-580, 2003.
- [13] J. P. Rousseeuw, « Silhouettes : a graphical aid to the interpretation and validation of cluster analysis », *J. Comput. Appl. Math.*, 20, p. 53-65, 1987.
- [14] D.L. Davis et D.W. Bouldin, « A cluster Separation Measure », *IEEE Trans. Pattern Anal. Mach. Intell.*, 2, p. 224-227, 1979.