

# Identification des mécanismes d'endommagement d'un système Composite à Matrice Céramique/ Barrière environnementale {CMC-EBC} sous essai de traction.

## *Identification of the damage mechanisms in a ceramic matrix composite / protection {CMC-EBC} system under tensile test.*

Victor Lancrenon<sup>1,2</sup>, Olivier Caty<sup>1</sup>, Sébastien Denneulin<sup>2</sup> et Francis Rebillat<sup>1</sup>

1 : Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS),  
CNRS (UMR 5801), Safran, CEA, Université de Bordeaux  
3 Allée de la Boétie, 33600 PESSAC

e-mail : lancrenon@lcts.u-bordeaux.fr, caty@lcts.u-bordeaux.fr et rebillat@lcts.u-bordeaux.fr

2 : Safran Ceramics  
105 Avenue Marcel Dassault, 33700 MERIGNAC  
e-mail : sebastien.denneulin@safrangroup.com

### Résumé

Les Composites à Matrice Céramique (CMC) sont des matériaux pertinents pour la propulsion aéronautique civile. Ils présentent une faible densité et des propriétés réfractaires importantes. Ils sont notamment envisagés pour les parties critiques du moteur comme les aubes de turbines. Une barrière environnementale (EBC) est indispensable pour prévenir leur dégradation et allonger leur durée de vie dans l'environnement oxydant à haute température des moteurs. Malgré le fort apport en connaissance sur les CMC seuls et les EBC seules, leur couplage a été peu étudié. La création et la propagation des premiers endommagements au sein du système {CMC-EBC} sont des points essentiels pour prédire la durée de vie du système. Sous sollicitations thermomécaniques, différents facteurs entrent en jeu : la température, les morphologies du système, l'environnement oxydant... Des essais de traction à température ambiante ont été menés pour déterminer la cinétique de propagation initiale des fissures. Des instrumentations multiples ont été mises en place pour suivre la fissuration au cours de l'essai (*in-situ*). Ces travaux contribuent à la compréhension fine du système {CMC-EBC} sous sollicitations thermomécaniques.

### Abstract

Ceramic matrix composites (CMC) are used in the aeronautic field for extreme thermomechanical conditions. Their low density and high refractory properties make them relevant materials for critical parts such as turbine blades. To prevent the CMC degradation for long life duration in an oxidizing atmosphere at high temperature into the engine, the material has to be coated with an environmental barrier coating (EBC). Both are well-identified components but little researches deal with the synergic effect between the EBC and the CMC. The localization of the initiation and the propagation of cracks inside the CMC or/and the EBC are key information to predict the lifetime of the system in the engine environment. Under thermomechanical loadings, several factors have to be investigated to predict the stress distribution and damage evolution of the {CMC-EBC} : interfaces, morphologies of each component, thermal properties and oxidizing atmosphere. Experiments were carried out with tensile test at room temperature in order to establish the initial cracking scenario of the system. These tests are multi-instrumented to allow *in-situ* monitoring of the cracking behavior. This work paves the way for a full understanding of the behavior under thermomechanical loadings of a {CMC-EBC} system.

**Mots Clés :** Composite à matrice céramique – Barrière environnementale – Fissuration – Suivi *in-situ*

**Keywords:** Ceramic matrix composite – Environmental barrier – Crack initiation – *In-situ* test

## 1. Introduction

Décarboner l'aéronautique est un objectif majeur pour contribuer à la transition énergétique. Différentes briques technologiques sont actuellement développées : carburants verts, utilisation des énergies renouvelables, réduction de la masse et optimisation du moteur. Dans ce contexte, de nouveaux matériaux sont envisagés pour alléger la structure moteur et améliorer son rendement grâce

à une utilisation à plus haute température. L'introduction des composites à matrice céramique (CMC) permettrait un fonctionnement au-delà de 1300°C tout en allégeant la structure grâce à leur densité plus faible.

Les CMC sont des matériaux pertinents mais lors du fonctionnement moteur, ils sont soumis à une oxydation haute température par la présence de vapeur d'eau et d'autres espèces corrosives comme les sels fondus (CMAS). Une barrière environnementale (EBC) est indispensable pour limiter la diffusion de ces espèces et allonger la durée de vie du CMC. Il s'agit d'un matériau bicouche composé d'une couche d'accroche en silicium (Si) et d'un revêtement en disilicate de terre rare. Les CMC et les EBC sont des composants bien identifiés : méthodes d'élaboration et de déposition, principaux mécanismes d'endommagement sous divers environnements [1]. Cependant, le couplage de ces matériaux a fait l'objet de très peu de recherches [2].

La performance du système {CMC-EBC} dans un moteur est liée à la compatibilité chimique des composés, leur résistance mécanique et l'efficacité de l'EBC. En particulier, la création et la propagation des premiers endommagements au sein du {CMC-EBC} sont des points essentiels pour prédire la durée de vie du système sous contraintes. Sous sollicitations thermomécaniques, ces composants interagissent et différents facteurs doivent être investigués pour déterminer la distribution des contraintes et la cinétique d'endommagement du matériau : morphologies du {CMC-EBC}, haute température, environnement oxydant... Des premiers travaux ont été menés avec des essais de traction à température ambiante [3-4]. Les auteurs soulignent les différences de comportement entre un CMC et un {CMC-EBC} et l'impact de l'état de surface du substrat CMC.

L'objectif de ces travaux est de comprendre le comportement et la cinétique de propagation des endommagements dans un CMC  $\text{SiC}_f/\text{SiC}_m$ , revêtu d'une EBC en disilicate d'ytterbium (DSYb). Les différents paramètres thermomécaniques sont identifiés et considérés indépendamment afin de mesurer leur influence propre sur le système. De plus, des analyses directes, dites *in-situ*, sont à privilégier pour caractériser l'initiation et la propagation des premières fissures à travers le CMC et l'EBC. En effet, en l'absence de chargement, les fissures se ferment et les observations post-mortem sont limitées. Des instrumentations spécifiques sont mises en place : corrélation d'images numériques (CIN), microscopie, émission acoustique (EA).

## 2. Essai de traction à température ambiante

### 2.1. Objectif

La traction est une sollicitation mécanique simple avec des comportements identifiés pour la majorité des matériaux. Une cinétique de propagation des fissures « initiale » sera décrite avant l'introduction de paramètres complexes. L'impact des paramètres morphologiques comme la rugosité des interfaces, les défauts de l'EBC et le tissage du CMC, pourra être évalué. De plus, des essais représentatifs réalisés par le partenaire industriel soulignent une orientation des contraintes majoritairement dans le sens de traction dans les zones critiques. Enfin, ces premiers essais se rapprochent des seules recherches publiées autour des {CMC-EBC} et permettent de souligner de potentielles différences dues à la nature propre des matériaux du système.

Les articles de Panakarajupally et son équipe [3-4] développent le comportement d'un système {CMC-EBC} sous traction à température ambiante. La composition matériau est propriété de Rolls-Royce. L'accent est mis sur la différence de comportement avec un CMC nu ainsi que l'impact de la condition de surface du substrat CMC. Différentes techniques *in-situ* sont mises en œuvre pour détecter les fissures : localisation acoustique, CIN sur la tranche et la face, contrôle par ressuage fluorescent. Les conclusions suivantes sont données : fissuration préliminaire de l'EBC dans le cas d'un CMC brut et fissuration matricielle préliminaire du CMC surfacé sous l'EBC.

Parmi les méthodes d'essais envisagées, les suivis surfaciques et volumiques sont distingués. Dans un premier temps, le développement et la réalisation d'un essai de traction avec un suivi surfacique de la fissuration est décrit.

## 2.2. Matériau et méthode

Le substrat CMC est un  $\text{SiC}_f/\text{SiC}_m$  tissé 3D développé par Safran Ceramics. Des barreaux de  $10 \times 98 \times 3 \text{ mm}^3$  sont usinés à partir d'une plaque CMC. Une étape de surfacage est réalisée sur certaines faces. L'EBC bicouche (Si-DSYb) est déposée par un procédé plasma sur les deux faces des éprouvettes et présente une épaisseur de quelques centaines de  $\mu\text{m}$ .

L'essai a été adapté afin de répondre à différents objectifs. L'initiation et la propagation des fissures dans le {CMC-EBC} doit être visible pendant l'essai. Un suivi surfacique *in-situ* est mis en place à l'aide d'un microscope confocal (Keyence) orienté sur une tranche polie {CMC-EBC}. Le microscope, placé sur une platine tri-directionnelle, permet l'acquisition d'une cartographie de la tranche. Les images sont prises à un grossissement  $\times 300$  et sont assemblées sur le logiciel ImageJ. En parallèle, les faces sont observées grâce à des caméras numériques (ZWO) et des miroirs à  $45^\circ$ , pour des problématiques d'encombrements. L'observation de la tranche polie est corrélée à une analyse CIN de chaque face au cours des chargements, à l'aide d'un code interne [5]. Une dimension volumique est ainsi apportée sur la compréhension de la fissuration du système (Fig. 1). Les endommagements sont relevés par émission acoustique grâce à un capteur PICO collé sur la tranche et relié à une chaîne Mistras PCI2.

L'essai de traction est cyclé et est piloté en déformation grâce à un extensomètre fixé sur la tranche opposée de l'échantillon, de longueur initiale 25 mm. Dix cycles sont réalisés entre 0,00% et 0,12% afin de relever l'apparition et la propagation des premières fissures. Des paliers supplémentaires complètent la compréhension du matériau jusqu'à la rupture totale. La traverse se déplace à 0,02%/min pour les paliers 0,00% et 0,02% puis 0,04%/min. Les cartographies sont réalisées à un moindre déplacement ( $0,8 * \varepsilon_{\text{maxpalier}}$ ) pour limiter les effets de « dérives » du chargement et un endommagement statique pendant celles-ci.

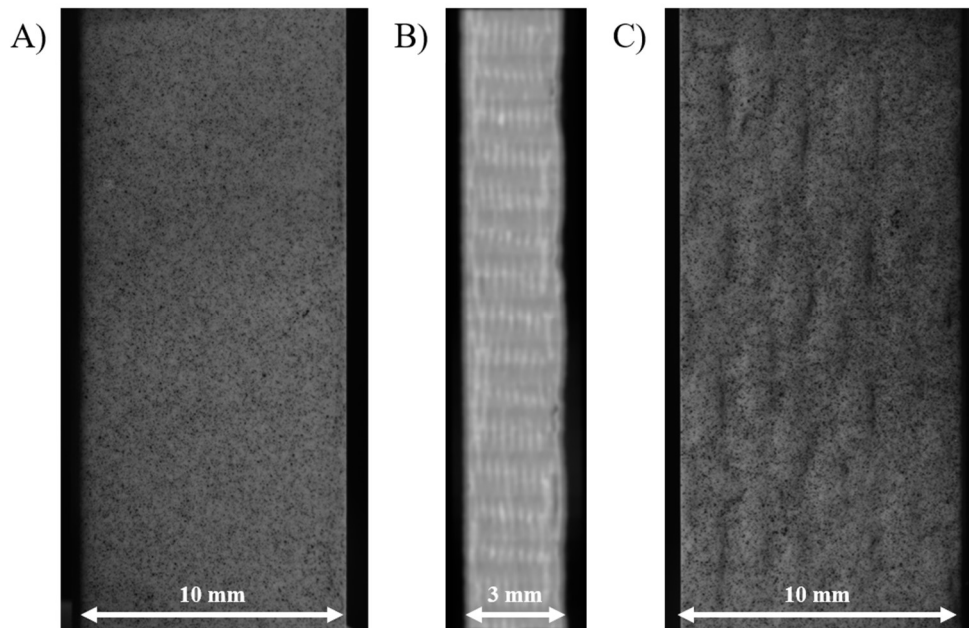


Fig. 1. Vues des éprouvettes entre les élastiques de l'extensomètre, à 0,00% : A) Face EBC sur substrat CMC surfacé observée à la caméra ZWO, B) Tranche polie {CMC-EBC}, reconstruction d'images Keyence  $\times 300$ , C) Face EBC sur substrat CMC brut observée à la caméra ZWO

### 3. Premiers résultats

#### 3.1. Comportement mécanique d'un {CMC-EBC}

Les éprouvettes {CMC-EBC} présentent un comportement mécanique global identique aux CMC nus [6-7]. La courbe contrainte-déformation est linéaire jusqu'à 0,07% de déformations. La perte de linéarité souligne la multiplication des endommagements au sein du matériau. Des boucles d'hystérésis se forment et se répètent avec les paliers jusqu'à la rupture du matériau (frottements) (Fig. 2. A). Avec l'augmentation de la déformation, une perte du module est soulignée et des contraintes résiduelles apparaissent. En parallèle, un seuil à 0,01% de l'énergie acoustique cumulée est défini pour souligner l'apparition des premières fissures dans le matériau. Ce seuil s'est avéré fiable et reproductible sur l'ensemble des éprouvettes testées. Dans le cas de l'éprouvette (Fig. 1), la fissuration démarre entre 0,05% et 0,06% de déformation (Fig. 2. B).

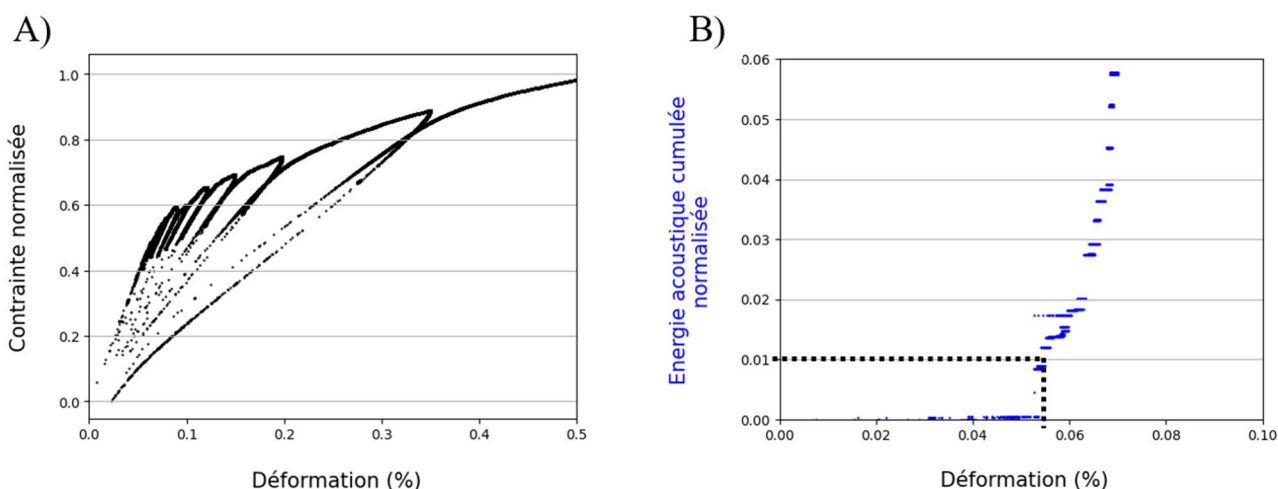


Fig. 2. A) Courbe contrainte déformation d'un {CMC-EBC}, B) Seuil acoustique des premières fissures à 0,01% de l'énergie acoustique cumulée de l'éprouvette (Fig. 1)

#### 3.2. Observations microscopiques *in-situ*

Les reconstructions microscopique Keyence permettent une observation de la microstructure en fonction du palier de déformation. Les premières fissures observées sur la tranche concordent avec l'analyse EA. Différentes configurations sont visualisées. Soit la première fissure est directement propagée dans le CMC et l'EBC, soit elle n'est visible que dans le CMC, et se propage au palier suivant. Dans le cas de l'éprouvette ci-dessus, la fissure apparaît à 0,06% dans le CMC, près de la bordure surfacée (Fig. 3). A 0,07%, la fissure est propagée dans l'EBC.

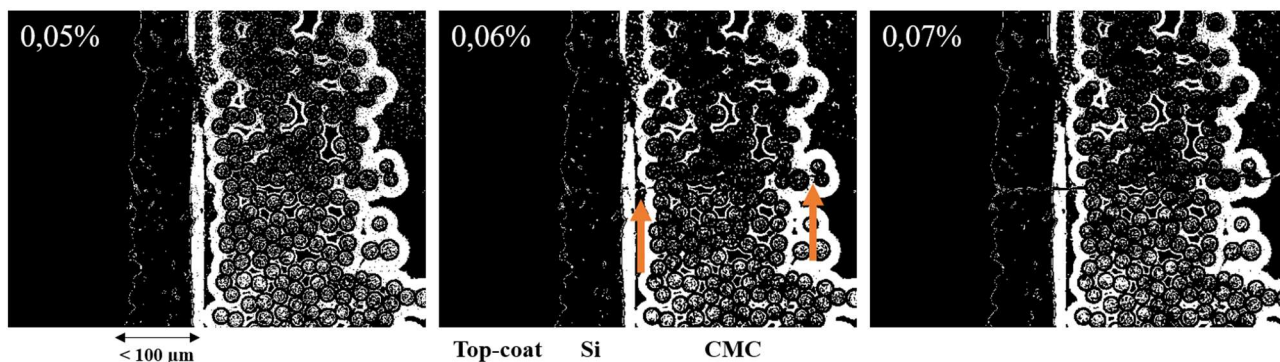


Fig. 3. Cinétique de propagation de la 1ère fissure visible sur une tranche {CMC surfacé-EBC} (les flèches oranges pointent sur l'initiation de la fissure – images en noir et blanc)

Des travaux ont montré que les chemins de propagation observés à la surface d'un CMC sont représentatifs du comportement volumique [8]. Cependant, des phénomènes comme l'initiation des premières fissures mettent en jeu un grand nombre d'incertitudes : la fissure est-elle propagée dans un autre plan ? S'est-elle refermée dans l'EBC ? Est-ce la première fissure ?

Ainsi, une analyse CIN des faces EBC va autoriser une compréhension volumique de la fissuration. Les fissures identifiées sur la tranche seront mises en relation avec les résidus de fissuration des faces pour souligner la propagation dans le volume.

### 3.3. Analyses CIN

Une méthodologie est mise en place pour comprendre la cinétique de propagation d'une fissure dans un {CMC-EBC}. La corrélation d'image numérique favorise l'analyse des champs de déplacements autour des fissures. Le code numérique [5] est utilisé pour ces travaux. Une régularisation du contraste et une régularisation mécanique sont réalisées sur les images pour identifier les fissures. Le maillage est ensuite raffiné autour des fissures pour souligner l'évolution des champs de déplacement. Pour l'éprouvette considérée, une concentration des déformations autour de la fissure à 0,06% souligne son absence dans l'EBC à cet instant (Fig. 4).

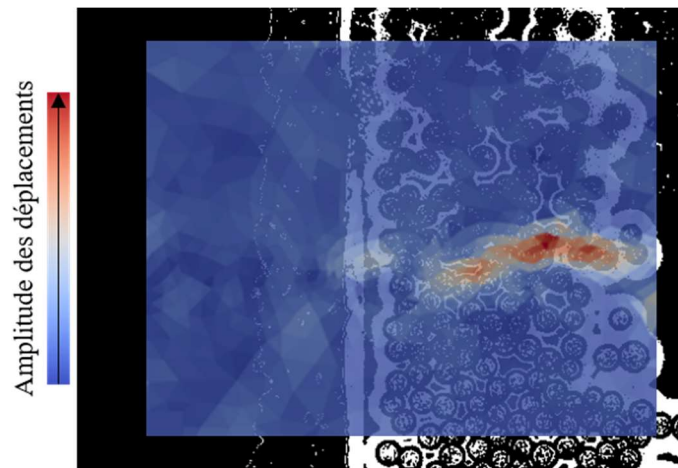


Fig. 4. Champs de déplacement autour de la 1<sup>ère</sup> fissure à 0,06% de déformation

## 4. Conclusion

Les essais de traction à température ambiante sur système {SiC/SiC-Si-DSYb} sont essentiels pour établir la cinétique de fissuration initiale du système avant l'introduction de paramètres complexes. Les observations *in-situ* couplées permettent une visualisation de l'endommagement en fonction de la microstructure du matériau. Des compléments seront apportés par des essais sous tomographe. Ils souligneront les zones préférentielles d'initiation des fissures en fonction du tissage 3D et de la rugosité des interfaces. Le degré de représentativité des surfaces sera ainsi quantifié. Une configuration particulière est nécessaire pour ces scans. En effet, la top-coat en DSYb atténue les rayons X. La morphologie dense du SiC/SiC apparaît alors très peu contrastée et l'EBC brille et masque les interfaces. L'utilisation d'un rayonnement haute énergie avec un fort contraste de phase est prévue. Enfin, des calculs numériques seront proposés pour évaluer les énergies seuils de propagation des fissures à travers le système {CMC-EBC}.

## Remerciements

Les auteurs remercient SAFRAN Ceramics pour le financement de la thèse CIFRE attribuée à Victor Lancrenon, Bruno Humez et André Ebel pour les essais mécaniques ainsi que Guillaume Couégnat pour le traitement CIN.

## Références

- [1] D. Tejero-Martin, C. Bennett, T. Hussain « A review on environmental barrier coatings: History, current state of the art and future developments », *Journal of the European Ceramic Society* Vol. 41, pp 1747–1768, 2021.
- [2] G. Fang, X. Gao, Y. Song « A review on Ceramic Matrix Composites and Environmental Barrier Coatings for aero-engine: material development and failure analysis », *coatings* Vol 13 n°2, pp. 357–384, 2023.
- [3] R. P. Panakarajupally, G. N. Morscher, J. Shi « Mechanical characterization of bi-layer Environmental Barrier Coatings under tension and bending using acoustic emission and digital image correlation », *ASME Journal of Engineering for Gas Turbines and Power* Vol.146 n°2, pp. 021008, 2024.
- [4] R. P. Panakarajupally, G. N. Morscher, J. Shi « Cracking behavior of Environmental Barrier Coatings/ Ceramic Matrix Composite system using acoustic emission and digital image correlation », *ASME Journal of Engineering for Gas Turbines and Power* Vol.146 n°12, pp. 121018, 2024.
- [5] G. Couégnat « Kintsugi », Code interne d'analyse d'images, LCTS, 2021
- [6] G. Camus, C. Lorrette, R. Pailler, F. Rebillat, B. Reignier, F. Teyssandier, « Matériaux composites à matrice céramique et à renfort par fibres longues », in : *Techniques de l'ingénieur*, 2016.
- [7] A. Vassalié « Description et modélisation de l'endommagement d'un composite à matrice céramique sous sollicitations thermomécaniques », PhD thesis, Université de Bordeaux, 2024.
- [8] L. Guillaumat « Microfissuration des CMC : relation avec la microstructure et le comportement mécanique », PhD thesis, Université de Bordeaux, 1994.