

Comportement mécanique d'un composite oxyde/oxyde

E. Marin^{a,b}, F. Bouillon^b, O. Caty^a, E. Martin^a

a. Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS)

{marin, caty, martin}@lcts.u-bordeaux.fr

b. Safran Ceramics

florent.bouillon@safrangroup.com

Mots clés : CMC ; émission acoustique ; suivi d'endommagement

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 poster est de présenter les composites oxyde/oxyde via leur microstructure particulière, et dans un second temps d'étudier le lien architecture - endommagement - comportement mécanique. La présentation s'appuiera sur des recherches bibliographiques ainsi que sur des résultats d'essais de traction instrumentés avec capteurs d'émission acoustique et stéréo-corrélation d'images. La pertinence des moyens expérimentaux ainsi que l'objectif de recherches futures sont finalement évoqués.

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 critères 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 CO₂. Si la famille des SiC/SiC démontre des propriétés mécaniques remarquables tout en ayant atteint un niveau de maturité intéressant, leur modeste tenue à l'oxydation 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 ox/ox) est envisagé dans les arrière-corps des moteurs d'avions [1,2].

Certaines 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 qui permet la déviation des fissures matricielles au voisinage de l'interface avec le renfort 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 sont ouverts. Ces connaissances sont indispensables pour la conception de pièces structurales en composite ox/ox.

L'objectif de l'étude est de présenter le comportement mécanique en traction d'un composite à matrice alumine renforcée de fibres en alumine. L'architecture du matériau est constituée

d'empilements de plis tissés. Des observations au micro-tomographe et au MEB sont présentées afin d'évaluer la distribution de la porosité et la présence de fissures matricielles de retrait.

Les résultats d'essais de traction instrumentés en émission acoustique et par une caméra pour stéréo corrélation d'images sont utilisés pour mieux comprendre l'endommagement du matériau, et l'impact sur son comportement mécanique.

2. 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 coupe issue d'une tomographie X (Fig. 1) montre également l'existence de macropores, dont certains sont indiqués par les flèches bleues. Leur présence est principalement due 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 dans l'absorption de fissures, mais également agir comme des sites préférentiels d'initiation. Enfin, la présence de fissures matricielles à l'état initial (après mise en œuvre) sont aussi notées, dont certaines sont indiquées par les flèches blanches sur la figure 1. Ces fissures sont appelées fissures de retrait. La différence de retrait entre les fibres et la matrice lors du procédé de frittage est à l'origine de l'apparition de fissures. Dans les matériaux tissés bidimensionnels, les fissures de retrait sont principalement observées dans les zones riches en matrice, et souvent orientées perpendiculairement au plan de tissage.

Le matériau dont il est question dans cette présentation est constitué d'une matrice en alumine renforcée de plis tissés en fibres Nextel 610™.

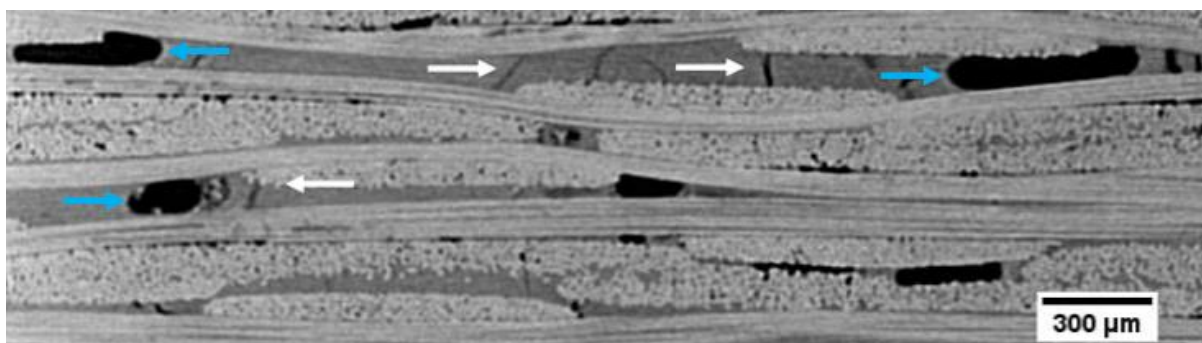


Figure 1. Coupe issue d'une tomographie X d'un CMC oxyde/oxyde après mise en œuvre [8]

3. Comportement en traction

3.1 Comportement mécanique

Dans les composites oxyde/oxyde stratifiés bidimensionnels [0°/90°], la porosité matricielle (et par conséquent sa faible rigidité) explique la faible contribution de la matrice dans la raideur du matériau. En conséquence, le matériau présente un comportement pratiquement linéaire, la dégradation de la matrice n'ayant pas d'impact conséquent 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 $fE_f/2$ (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 +/-45° indique une perte de rigidité plus importante et l'apparition de déformations inélastiques, montrant le rôle important de la matrice dans cette configuration. Les faciès de rupture démontrent également un endommagement localisé du matériau, et orienté à +/-45°, dénotant l'importance de la cohésion fibres/matrice. Dans les deux configurations, le délaminage est observé comme étant un mode de dégradation prépondérant.

Quatre essais de traction ont été effectués sur le matériau présenté dans cette étude. La figure 2a présente l'évolution de la contrainte et du module tangent au cours d'un essai. Une première partie linéaire est observée en début d'essai jusqu'à environ 20 MPa, contrainte à partir de laquelle le module tangent commence à diminuer. L'évolution du module tangent montre une diminution de la rigidité du matériau tout au long de l'essai. Cette évolution inclut différents stades, chaque stade présentant une évolution à tendance linéaire. Le faciès de rupture présenté sur la figure 2b montre un foisonnement important de l'éprouvette, traduisant des endommagements par délaminage.

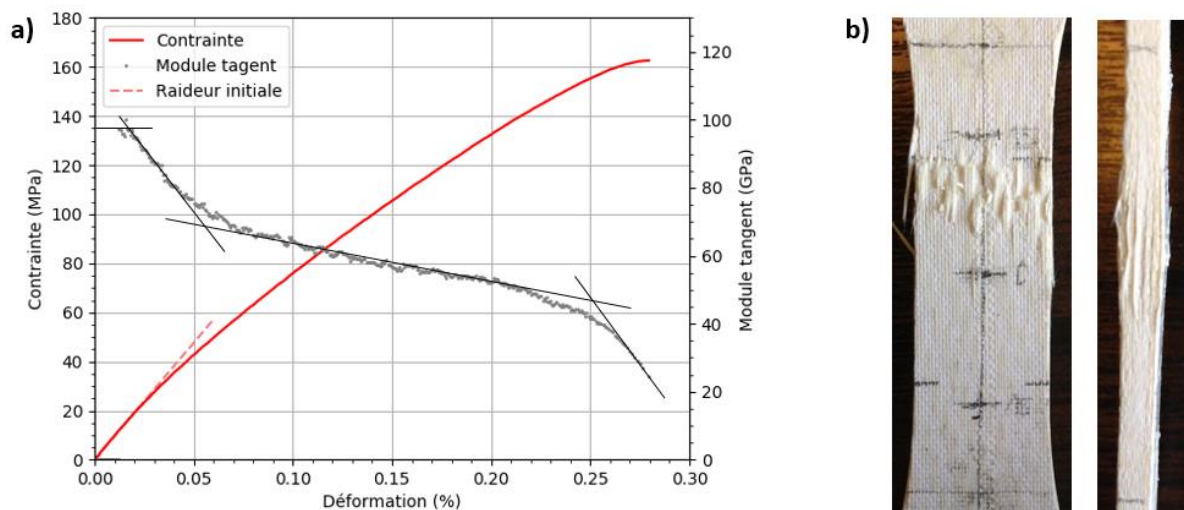


Figure 2. a) Comportement mécanique lors d'un essai de traction (évolution de la contrainte longitudinale et du module tangent en fonction de la déformation longitudinale), b) Faciès de rupture d'une éprouvette

3.2 Moyens expérimentaux & analyse d'endommagement

Il existe dans la littérature des propositions de scénario d'endommagement de CMC oxyde/oxyde, basés sur différentes méthodes 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 matricielles riches, à partir de macropores, ou par la propagation de fissures de retrait). Cette fissuration serait à l'origine de la première chute de raideur 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. Les observations de Liu [13] par microscope optique confirment ces conclusions, et précise que l'initiation et la propagation de nouvelles fissures sont des phénomènes se produisant jusqu'à la rupture du matériau, et non pas seulement en début d'essai.

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 pertinemment 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 expliquer le comportement mécanique du matériau.

Dans la majorité des scénarios d'endommagement proposés, le délaminage est le principal mode de dégradation des CMC oxyde/oxyde.

Des essais de traction instrumentés avec 4 capteurs d'émission acoustique ont été effectués. Deux capteurs piézo-électriques de type 1 (Mistras Nano30) ont été disposés sur la première face de l'éprouvette, et deux capteurs de type 2 (Mistras Pico) sur la seconde face. 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'utilisation de deux types de capteurs permet une plage de sensibilité fréquentielle plus large, afin d'augmenter le nombre de signaux détectés. L'analyse acoustique de cette présentation se base exclusivement sur les signaux localisés dans la zone de jauge.

La figure 3 a présente l'évolution de l'activité acoustique des deux types de capteurs en cours d'essai. L'activité acoustique détectée par des capteurs types 1 débute au même moment que le début la chute de module. Ces premiers signaux semblent donc pouvoir être attribués à la fissuration matricielle. Par ailleurs, si l'évolution de l'activité détectée par les capteurs de type 1 semble être linéaire, l'activité des capteurs de type 2 évolue différemment. Par exemple, une forte augmentation de l'activité est détectée par les capteurs de type 2 à environ 0.21% de déformation longitudinale, et semble coïncider avec une chute de l'évolution du module tangent (Fig. 2). 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.

Par ailleurs, une étude macroscopique de l'évolution du délaminage a été effectuée, grâce à la mesure de la déformation de la tranche de l'éprouvette par corrélation d'image numérique. La mesure de cette déformation dans l'épaisseur (ϵ_{33}) est croissante. Ce constat est dû au foisonnement de l'éprouvette créé par le délaminage. La mesure de cette déformation semble corrélérer avec l'étude de la signature acoustique des signaux localisés. En effet, les graphes présentés en figure 4 montrent l'évolution de la déformation ϵ_{33} et de l'énergie acoustique cumulée. Il semble que les différents stades dans l'évolution d' ϵ_{33} se traduisent par des sauts énergétiques, surtout en début d'essai.

Des études complémentaires pourraient permettre de caractériser des types d'endommagement par des signatures acoustiques particulières, par exemple associer des phénomènes de délaminage à des évènements acoustiques de haute énergie [10].

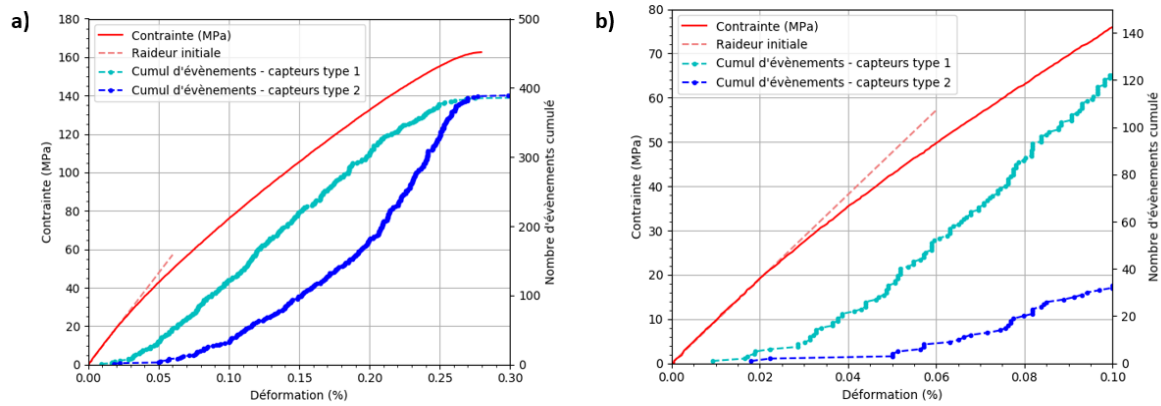


Figure 3. Evolution du nombre d'évènements acoustiques (a. Sur la totalité de l'essai, b. En début d'essai)

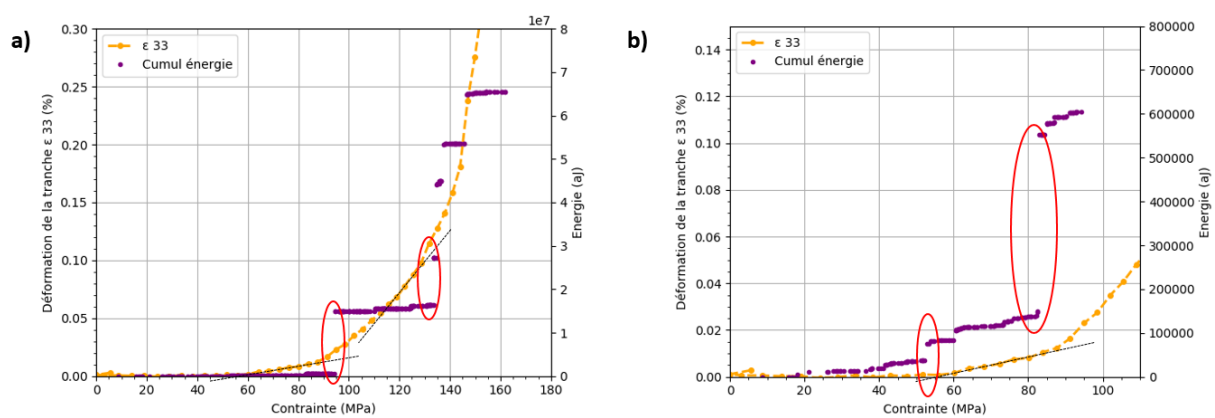


Figure 4. Evolution de l'énergie acoustique cumulée (a. Sur la totalité de l'essai, b. En début d'essai)

4. Conclusion

Cette étude présente la famille des composites à matrice céramique oxyde/oxyde tant au point de vue de leur microstructure particulière que de leur comportement mécanique. L'émission acoustique est un outil pertinent pour l'étude des endommagements dans ces matériaux. La technique permet d'établir le lien entre cinétique de l'endommagement et évolution du comportement mécanique.

L'étude de descripteurs acoustiques dans le domaine fréquentiel, proposée par Guel [10] et Kostopoulos [12], permet une analyse plus fine des signaux, et leur classification. Cela constitue une perspective intéressante pour l'étude d'autres types de CMC oxyde/oxyde et pour d'autres types de conditions de sollicitation 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, 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*, 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] Y.-M. Liu, et al., Anisotropic damage evolution in a 0°/90° laminated ceramic-matrix composite, *Acta Materiala*, 48, pp.4841-4849, 2000.