

**Titre:** Fissuration d'un composite à matrice céramique dans une application de pièce statique de turbine à gaz  
Title: application de pièce statique de turbine à gaz

**Auteur:** Larry Lebel  
Author:

**Date:** 2016

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Lebel, L. (2016). Fissuration d'un composite à matrice céramique dans une application de pièce statique de turbine à gaz [Ph.D. thesis, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/2408/>  
Citation:

## Document en libre accès dans PolyPublie Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/2408/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de recherche:** Rachid Boukhili, & Sylvain Turenne  
Advisors:

**Programme:** Génie mécanique  
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

FISSURATION D'UN COMPOSITE À MATRICE CÉRAMIQUE  
DANS UNE APPLICATION DE PIÈCE STATIQUE DE TURBINE À GAZ

LARRY LEBEL

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR  
(GÉNIE MÉCANIQUE)

DÉCEMBRE 2016

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée :

FISSURATION D'UN COMPOSITE À MATRICE CÉRAMIQUE  
DANS UNE APPLICATION DE PIÈCE STATIQUE DE TURBINE À GAZ

présentée par : LEBEL, Larry

en vue de l'obtention du diplôme de : Philosophiae Doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

M. LÉVESQUE, Martin, Ph. D., président

M. BOUKHILI, Rachid, Doctorat, membre et directeur de recherche

M. TURENNE, Sylvain, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. BATAILLY, Alain, Doctorat, membre

M. SHAFAROUDI, Abdolhamid Akbarzadeh, Ph. D., membre externe

## DÉDICACE

*À Marie-Ange et Théodore,  
qui sont des moteurs de créativité et de surpassemement personnel*

## **REMERCIEMENTS**

L'auteur tient à remercier :

- L'organisation de Recherche et technologie de Pratt & Whitney Canada (P&WC), qui a accepté d'appuyer financièrement ce projet, plus particulièrement Éric Wintgens et Joël Larose pour leur support logistique et technique,
- Le Programme de scolarisation des employés d'United Technologies Corporation (UTC), compagnie mère de P&WC, qui a permis à l'auteur de poursuivre ses études en lui accordant une partie du temps nécessaire et en défrayant la totalité des frais de scolarité, de même qu'Hayley Ozem et Walter Di Bartolomeo, de P&WC, qui ont effectué les démarches nécessaires pour obtenir ce support,
- Sri Sreekanth et Dean Carpenter, superviseurs immédiats chez P&WC, qui ont accepté les ajustements d'horaire et la réduction de la charge de travail pour accommoder les études,
- L'équipe du Conseil national de recherches du Canada (CNRC), qui a été d'un support et d'une efficacité exemplaires dans la réalisation des essais à l'aide du montage laser, plus particulièrement Bernard Harvey, Mario Lamontagne, Jean-Claude Tremblay et Rogerio Lima,
- Ingénieurs Canada et Financière Manuvie, pour une bourse qui a permis de libérer plus de temps notamment pour la préparation de l'examen de synthèse du programme de doctorat,
- Les professeurs Rachid Boukhili et Sylvain Turenne, qui ont accueilli cette idée de projet comme une opportunité intéressante et qui n'ont jamais cessé de croire en son potentiel,
- Geneviève Duquette, épouse et mère exemplaire, qui a toujours considéré la poursuite d'études supérieures comme un objectif prioritaire et tout à fait raisonnable.

## RÉSUMÉ

Une procédure expérimentale a été développée pour caractériser les mécanismes de détérioration et la durabilité de matériaux composites à matrice céramique (CMC) dans une application de pièce statique de turbine à gaz. Tandis que la plupart des essais de caractérisation publiés sur les matériaux CMC ont été réalisés sous des conditions de chargement contrôlé, la présente recherche tente de reproduire la relaxation des contraintes qui se produit normalement dans une pièce statique à haute température. Dans l'expérience proposée, un échantillon planaire de forme haltère est chauffé de façon cyclique sur une de ses faces et refroidi sur l'autre, tout en étant constraint dans ses déplacements. La contrainte de flexion résultante au centre de l'échantillon, mesurée par une cellule de charge, correspond à la contrainte de flexion qui a été préalablement prédite au centre des panneaux d'une chambre à combustion générique.

Un matériau CMC multicouche composé d'une matrice d'alumine poreuse et de fibres Nextel<sup>MD</sup> 720 a été utilisé pour développer l'expérience. Des essais de calibration ont d'abord été réalisés en utilisant un système de chauffage par lampe infrarouge, atteignant jusqu'à 1160 °C à la surface de l'échantillon. Un système laser au CO<sub>2</sub> a par la suite été utilisé pour réaliser des essais de détérioration à haute puissance, atteignant en fin d'essai des températures de surface excédant la limite de 1200 °C du matériau et des différences de température à travers l'épaisseur de plus de 1000 °C. Sous la puissance de chauffage imposée à amplitude constante, l'accumulation de dommage a fait en sorte d'augmenter la température en surface et les gradients de température à travers le matériau. Une réduction de la contrainte dans le temps a été observée à cause du fluege, de la fissuration et de la délamination du matériau sous la condition de confinement du déplacement, menant à une stabilisation du niveau de dommage à une certaine profondeur dépendant de la contrainte thermique initiale. La procédure de caractérisation développée s'avère être un outil prometteur pour développer de nouveaux types de matériaux, de même que pour comparer la durabilité de matériaux existants sous des conditions représentatives de pièces statiques de turbine à gaz.

## ABSTRACT

An experimental procedure was developed to characterize the deterioration mechanisms and the durability of ceramic matrix composite (CMC) materials in static components of gas turbine engines. While most reported CMC characterization tests have been accomplished under controlled-load conditions, the current research attempts to reproduce the stress relaxation that is typically observed in static components under high temperature. In the proposed experiment, a planar dog-bone type material specimen is cyclically heated on one face and cooled on the other while being constrained in its displacements. The resulting thermal bending stress at the specimen center, which is monitored by a load cell, simulates the bending stress that was predicted beforehand at the center of generic combustor panels.

A multilayer CMC material made of a porous alumina matrix and Nextel<sup>TM</sup> 720 fibers was used to develop the experiment. Calibration tests were first conducted using an infrared lamp heater, reaching up to 1,160 °C on the specimen surface. A high power CO<sub>2</sub> laser was then used to perform deterioration tests, reaching at the end of test temperatures well above the material limit of 1,200 °C and through-thickness temperature differences greater than 1,000 °C. Under the imposed constant-amplitude heat load, the accumulation of damage resulted in increases of the surface temperature and through-thickness temperature gradient. A stress reduction was observed over the test duration due to the material creep, cracking, and delamination, under the condition of constrained displacement, leading to a stabilization of the damage level at a certain depth depending on the initial thermal stress. The developed characterization procedure was shown to be a promising tool for developing new types of materials and for comparing the durability of existing material candidates under representative conditions of gas turbine static components.

## TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS .....	IV
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT .....	VI
TABLE DES MATIÈRES .....	VII
LISTE DES TABLEAUX.....	IX
LISTE DES FIGURES .....	X
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....	XIV
AVANT-PROPOS .....	XV
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Contexte industriel .....	1
1.2 Contexte spécifique des pièces statiques de turbines .....	3
1.3 Contexte de la présente recherche .....	4
CHAPITRE 2 REVUE CRITIQUE DE LA LITTÉRATURE.....	6
2.1 Introduction .....	6
2.2 Composition et fabrication des CMC.....	6
2.3 Modes de fissuration des CMC .....	12
2.4 Essais de durabilité en laboratoire.....	17
2.5 Essais de composantes statiques de moteurs.....	28
2.6 Conclusion.....	38
CHAPITRE 3 DÉMARCHE DE RECHERCHE .....	40
3.1 Objectifs et hypothèses de départ.....	40
3.2 Méthodologie .....	41

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : AN EXPERIMENTAL APPARATUS AND PROCEDURE FOR THE SIMULATION OF THERMAL STRESSES IN GAS TURBINE COMBUSTION CHAMBER PANELS MADE OF CERAMIC MATRIX COMPOSITES .....	46
4.1    Introduction .....	46
4.2    Combustor Panel Design and Analysis .....	48
4.3    Experiment Development.....	57
4.4    Discussion .....	70
4.5    Conclusion.....	72
CHAPITRE 5 ARTICLE 2 : DAMAGE TO AN A-N720 CMC UNDER SIMULATED GAS TURBINE STATIC COMPONENT CONDITIONS USING LASER HEATING.....	74
5.1    Introduction .....	74
5.2    Methodology .....	75
5.3    Material Description.....	81
5.4    Results .....	81
5.5    Discussion .....	98
5.6    Conclusion.....	101
CHAPITRE 6 DISCUSSION .....	103
6.1    Introduction .....	103
6.2    Concept de l'expérience .....	103
6.3    Procédure de caractérisation.....	107
6.4    Procédure de comparaison de matériaux.....	115
6.5    Étude des modes de détérioration potentiels .....	116
CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS .....	119
LISTE DES RÉFÉRENCES .....	122

## LISTE DES TABLEAUX

Table 4.1: Properties of the A-N720 oxide-oxide CMC used in panel analysis .....	50
Table 4.2: Combustor panel 1D heat transfer model .....	54
Table 4.3: Combustor panel 1D heat transfer model with no insulation.....	55
Table 4.4: Normal stresses at the center of analyzed panels and 360° ducts .....	57
Table 4.5: Comparison of the test specimen temperature in the narrow zone with the temperature in actual combustion chamber panels.....	65
Table 5.1: Basic properties of the A-N720 oxide-oxide CMC .....	81
Table 5.2: Test parameters (in approximate order of increasing target through-thickness $\Delta T$ and hot-side temperature T) .....	83
Table 5.3: Evolution of $\Delta F/\Delta T$ and $F_{avg}$ in all tests (in approximate order of increasing target $\Delta T$ and surface temperature) .....	94

## LISTE DES FIGURES

Figure 2.1: Propagation d'une fissure dans la matrice d'un CMC à son arrivée à l'interface avec une fibre.....	7
Figure 2.2: Courbe de traction bilinéaire typique de certains matériaux CMC .....	8
Figure 2.3: Modes de fissuration principaux des matériaux CMC en tension [71] .....	14
Figure 2.4: Mode de fissuration des matériaux CMC en compression [77] .....	15
Figure 2.5: Surface de rupture franche typique d'un CMC de SiC sous l'effet de l'oxydation [38] .....	18
Figure 2.6: Essais en fatigue sous une flamme continue à l'Air Force Institute of Technology [85] .....	19
Figure 2.7: Installation d'essai de fatigue thermomécanique utilisée pour la NASA [12] .....	22
Figure 2.8: Chambre à combustion cylindrique de CMC de SiC testée à la NASA [102] .....	29
Figure 2.9: Chambre à combustion de CMC de SiC testée au UTRC [3].....	30
Figure 2.10: Chambre à combustion de CMC de SiC testée par Solar Turbines [103, 104] .....	31
Figure 2.11: Cylindre extérieur d'une chambre à combustion de CMC d'oxydes testée par Solar Turbines [105] .....	32
Figure 2.12: Anneau de carénage de turbine de CMC de SiC testé par GE dans un moteur industriel [17] .....	33
Figure 2.13: Segment de carénage de turbine de CMC de SiC testé en laboratoire par IHI Corporation [107] .....	34
Figure 2.14: Aube de stator de turbine de CMC de SiC testée en laboratoire à la NASA [108] ..	35
Figure 2.15: Délamination au bord d'attaque d'une aube de stator de turbine suivant un essai de pressurisation à la NASA [109] .....	36
Figure 2.16: Aube de stator de turbine de CMC de SiC testée en laboratoire par IHI Corporation [112] .....	37

Figure 2.17: Mélangeur d'échappement de CMC d'oxydes développé par la NASA et Rolls Royce [21] .....	38
Figure 3.1: Vue en coupe du matériau A-N720 à l'état neuf par microscopie électronique à balayage.....	42
Figure 4.1: Annular straight-flow combustor.....	49
Figure 4.2: Combustor panel assembly with assumed generic boundary conditions.....	51
Figure 4.3: Temperature and stress plots over an inner liner panel .....	56
Figure 4.4: Experimental apparatus .....	59
Figure 4.5: Test specimen .....	59
Figure 4.6: Back-side air cooling system .....	60
Figure 4.7: Heating of an A-N720 CMC specimen with and without back-side impingement cooling.....	62
Figure 4.8: Test specimen thermocouple locations .....	62
Figure 4.9: Measured surface temperatures of the tested A-N720 CMC specimen and calibrated transient analysis results.....	63
Figure 4.10: Specimen temperature per calibrated steady-state analysis, with and without back-side impingement cooling (tc: thermocouple locations) .....	65
Figure 4.11: Measured reaction force of the tested A-N720 CMC specimen and calibrated transient analysis results.....	66
Figure 4.12: Measured reaction force during A-N720 specimen cycling with back-side impingement cooling.....	67
Figure 4.13: Measured reaction force during A-N720 specimen cycling without back-side impingement cooling.....	68
Figure 4.14: Specimen normal stresses per calibrated steady-state analysis, with back-side impingement cooling.....	69
Figure 4.15: Specimen shear stresses per calibrated steady-state analysis, with back-side impingement cooling.....	70

Figure 5.1: Test specimen .....	76
Figure 5.2: Schematic of the experimental apparatus (one cooling nozzle removed for clarity) .	77
Figure 5.3: Experimental apparatus .....	77
Figure 5.4: Specimen C1 temperature pattern at the end of the first heating cycle .....	78
Figure 5.5: Back-side impingement cooling installation .....	79
Figure 5.6: Definition of the three minute test cycles, with intermittent laser heating and constant back-side cooling flow .....	80
Figure 5.7: Evolution of the specimen temperature in the narrow section throughout the entire test duration (one day of testing for specimen C2, two days for C5, and three days for C6 and C8).....	86
Figure 5.8: Nominal bending stress and temperature measured at the specimen center in the first test cycle, where positive bending stress is compressive on the hot side.....	88
Figure 5.9: Early damage observed in specimens C1 and C4.....	91
Figure 5.10: Irregularities (hot spots) observed inside and close to the narrow section of specimen C1 at the onset of heating in the first cycle .....	91
Figure 5.11: Evolution of the damage during the test of specimen C3 .....	92
Figure 5.12: Force variation against through-thickness $\Delta T$ in the first test cycle for specimen C8 .....	93
Figure 5.13: Reaction force measured in the first two cycles for specimen C8.....	95
Figure 5.14: Evolution of the stiffness parameter $\Delta F/\Delta T$ throughout the entire test duration.....	96
Figure 5.15: Post-test observation of the damaged specimens (heated front face and one side face) .....	98
Figure 5.16: Observed A-N720 deterioration modes with respect to target conditions (bending stress, compressive on the hot side, and hot-side temperature at specimen center).....	99
Figure 6.1: Exemple d'échantillon en forme de croix.....	107
Figure 6.2: Schéma de la procédure de caractérisation développée.....	108

Figure 6.3: Ajustement du taux de diminution de la contrainte en fonction du dommage dans  
l'échantillon pour correspondre à l'application ..... 111

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

CMC	Composite à matrice céramique ( <i>ceramic matrix composite</i> )
CNRC	Conseil national de recherches du Canada
GE	General Electric
P&WC	Pratt & Whitney Canada
UTC	United Technologies Corporation
UTRC	United Technologies Research Center

## AVANT-PROPOS

Le présent projet de recherche a été élaboré en partenariat avec Pratt & Whitney Canada (P&WC), dans le but de mieux comprendre les limites des matériaux composites à matrice céramique (CMC) lorsqu'utilisés dans des composantes statiques de section chaude de turbine à gaz.

Plus précisément, l'objectif du projet, tel que défini dans l'entente de recherche, était de développer une procédure pour prédire les mécanismes de détérioration d'un matériau CMC soumis à des contraintes thermiques cycliques sous l'effet de variations de température contrôlées typiquement observées dans une pièce statique de turbine à gaz. Cet objectif comprenait le développement d'un banc d'essai et d'une procédure expérimentale, ainsi que la réalisation d'essais de fatigue thermique sur des échantillons contraints dans leurs déplacements en utilisant la procédure élaborée.

Les départements d'Ingénierie des matériaux et de Durabilité de la section chaude de P&WC ont été impliqués dans la définition des objectifs du projet. Le projet a été entièrement réalisé à l'École Polytechnique de Montréal et au Conseil national de recherches du Canada (CNRC) à l'aide du financement de P&WC. L'étudiant, lui-même employé de P&WC, a également bénéficié du Programme de scolarisation des employés d'United Technologies Corporation (UTC), compagnie mère de P&WC, pour la réalisation de ce projet.

## CHAPITRE 1 INTRODUCTION

### 1.1 Contexte industriel

Il y a un besoin grandissant pour les matériaux à haute température dans le secteur des turbines à gaz aéronautiques, afin d'augmenter les capacités des aéronefs tout en respectant les aspects environnemental et économique. On exige que la partie centrale des moteurs fonctionne sous des rapports de pression et des températures de plus en plus élevés pour maximiser l'efficacité thermodynamique, tout en minimisant les pertes dues au refroidissement des composantes. Dans ce contexte, maintenir la durée de vie des pièces à un niveau acceptable est un défi constant, à moins que des matériaux fonctionnant à plus haute température ne deviennent disponibles. Les possibilités d'amélioration des alliages métalliques s'amenuisant, les constructeurs de moteurs se tournent notamment vers les matériaux composites à matrice céramique (CMC), en visant d'abord leur introduction dans des composantes statiques [1, 2].

Avec les matériaux CMC, les débits d'air de refroidissement épargnés dans les parois de la chambre à combustion et les pièces de turbine peuvent être utilisés pour ajuster les niveaux de température des gaz au cœur de la chambre à combustion. Tout dépendant du besoin, il est alors permis :

- De réduire les émissions de gaz polluants  $\text{NO}_x$  en diminuant le temps de résidence à haute température des produits de combustion, tout en maintenant une puissance constante,
- D'augmenter la puissance du moteur en injectant plus de carburant, tout en gardant les niveaux de température et d'émissions de  $\text{NO}_x$  constants.

La première option a été démontrée par Bhatia et al. [3] qui ont obtenu des réductions de 30% d'émissions de  $\text{NO}_x$  en remplaçant l'alliage de nickel d'une chambre à combustion par un matériau CMC, en maintenant une puissance constante. La réduction du débit d'air de refroidissement des parois de la chambre a dans ce cas été redistribuée pour diminuer plus rapidement la température des produits de combustion, un concept généralement reconnu pour réduire les émissions polluantes [4]. Grondahl et Tsuchiya [5] ont pour leur part mis de l'avant la deuxième option, démontrant par analyse une augmentation potentielle de la puissance d'une turbine à gaz de 20 à 30% en utilisant des céramiques jusque dans les deux premiers étages de

turbine pour réduire les débits d'air de refroidissement, tout en maintenant des niveaux de température et d'émissions de NO<sub>x</sub> constants.

Les réductions des débits d'air de refroidissement peuvent aussi se traduire par une réduction de la taille du moteur et de la consommation de carburant, pour une même puissance de propulsion. En effet, parce que la consommation d'air pressurisé est moindre dans la section chaude du moteur, il est possible de réduire la taille et la puissance du compresseur, ce qui entraîne une réduction de la puissance à fournir par la turbine pour entraîner ce compresseur. L'efficacité combinée du moteur est alors augmentée, parce que moins d'énergie est perdue dans le travail de compression de l'air de refroidissement. Grondahl et Tsuchiya ont démontré une augmentation potentielle d'efficacité de leur moteur de 2 à 3% avec les céramiques, ce qui se traduirait par une réduction de consommation de carburant de 4 à 6% si la taille du moteur était réduite, pour une même puissance, considérant l'efficacité combinée de départ d'environ 50%.

Des gains de performance plus importants peuvent être atteints si on utilise les capacités accrues des matériaux céramiques pour augmenter la température maximale du cycle thermodynamique des turbines à gaz, en plus de minimiser les débits d'air de refroidissement. En effet, les moteurs modernes fonctionnent sous des rapports de pression de plus en plus élevés, avec des températures plus élevées à la fois à l'entrée et à la sortie de la chambre à combustion [6]. Dans ce cas, toutes les pièces des premiers étages de turbine doivent être conçues pour résister à des températures plus élevées, de même que celles des derniers étages du compresseur. Jimenez et al. [7] ont démontré expérimentalement une augmentation d'efficacité de plus de 10% dans une turbine à gaz en introduisant une chambre à combustion en CMC et un premier étage de turbine en céramique monolithique, en permettant à la température en entrée de la turbine d'augmenter d'environ 110 °C.

La durée de vie des CMC en environnement de turbine à gaz est difficile à prédire, compte tenu de l'hétérogénéité et de l'anisotropie de ces matériaux. Notamment, les CMC peuvent se fissurer de plusieurs façons, ce qui multiplie le nombre de modes de détérioration possibles. Par exemple, en plus de pouvoir se fissurer dans la direction perpendiculaire à l'axe de chargement, tel un alliage métallique, un CMC multicouche peut se rompre de façon interlaminaire, entre ses couches de fibres [8, 9]. Par ailleurs, l'oxydation des constituants de plusieurs matériaux CMC

peut conduire à des phénomènes de fragilisation [10], ce qui requiert l'utilisation de revêtements de protection contre l'environnement des moteurs [11].

Plusieurs institutions de recherche ont travaillé au développement et à la caractérisation de matériaux CMC pour l'utilisation dans les turbines à gaz, comme la NASA [4, 12, 13] et l'armée américaine [14-16], de même que différents constructeurs de moteurs aéronautiques, comme General Electric (GE) [17-19], Pratt & Whitney [3, 20], Rolls Royce [2, 21] et Snecma [22, 23]. À ce jour toutefois, dans le domaine de l'aviation commerciale, seulement une application de CMC semble être proche d'une entrée en production, soit les segments de carénage du moteur Leap de GE [24]. Dans le secteur militaire, des volets d'échappement fait de CMC ont été mis en service [22].

## 1.2 Contexte spécifique des pièces statiques de turbines

La recherche proposée s'intéresse particulièrement aux applications potentielles dans les pièces statiques de la section chaude des moteurs, comme les chambres à combustion et les stators de turbines. Contrairement aux pièces rotatives, dont le chargement est dominé par des contraintes mécaniques, les pièces statiques ont des modes de chargement dominés par des contraintes thermiques. Les différences de température entre les pièces ou, plus souvent encore, les variations de température à l'intérieur d'une même pièce génèrent des contraintes qui limitent la durée de vie des pièces statiques [25-28]. Dans une telle situation, les déplacements et les contraintes sont contrôlés par la température. Il peut y avoir relaxation des contraintes à haute température par fluage ou plastification, ce qui résulte en l'apparition de contraintes résiduelles lorsque la pièce retourne à la température ambiante. Chaque cycle de la vie en fatigue d'une pièce statique correspond à un vol d'avion ou d'hélicoptère, la température étant déterminée par les conditions d'utilisation de l'appareil. Évidemment, d'autres modes de chargement peuvent apparaître dans les pièces statiques, par exemple sous l'effet de la pression des gaz environnants ou des vibrations, mais ces modes de chargement seront laissés de côté ici.

L'endommagement des pièces statiques refroidies peut se produire sous différents types de cyclage thermomécanique. Basé sur l'expérience avec les alliages métalliques, des fissures se forment souvent dans les régions de haute température ou de grands gradients thermiques où les déplacements sont confinés par des éléments adjacents de la même pièce ou par des pièces

adjacentes de l'assemblage [29]. Ces régions peuvent être soumises à des contraintes compressives excessives à la surface chauffée, que ce soit par flexion ou par simple confinement compressif. On parle alors de cyclage thermomécanique hors-phase, soit un cyclage qui entraîne une diminution de la contrainte sous une augmentation de température ou dans ce cas-ci une contrainte de compression (négative) à température maximale [28]. Les contraintes de tension sont souvent présentes dans des zones de plus faible température ou sur le côté refroidi des parois. Elles sont donc moins susceptibles d'entraîner la fissuration, à cause des propriétés de matériau plus avantageuses à plus faible température. Il arrive évidemment que des zones de haute température d'une pièce statique soient soumises à des contraintes de tension, souvent à cause des interactions entre les sous-éléments d'une même pièce. Par exemple, les structures de bout d'aube d'un stator peuvent fléchir suivant des gradients thermiques qui leur sont propres et appliquer un chargement en tension sur l'aube à laquelle elles sont attachées et qui est exposée à plus haute température [29].

### 1.3 Contexte de la présente recherche

Relativement peu d'information est disponible pour permettre de prédire les modes d'endommagement et la durée de vie des matériaux CMC dans les conditions de pièces statiques décrites précédemment, basé sur la revue de littérature qui sera présentée au chapitre suivant. Il est difficile d'établir des critères de conception en termes de contraintes et de températures admissibles pour ce genre de pièces, compte tenu qu'elles fonctionnent sous un chargement de type thermique plutôt que sous un chargement de type mécanique.

La recherche proposée vise donc à trouver un moyen de prédire les modes de fissuration d'un matériau CMC dans une application de pièce statique de turbine à gaz, plus particulièrement dans une paroi de chambre à combustion, sous l'effet de contraintes thermiques cycliques. Plus précisément, une procédure d'essai a été développée et validée pour reproduire les conditions de fonctionnement en environnement de moteur, afin de pouvoir observer les modes de fissuration en laboratoire.

Ce travail de développement est ici présenté sous le format d'une thèse par articles. La procédure a d'abord été mise au point à l'École Polytechnique de Montréal, après avoir étudié les champs de contrainte et de température en présence dans des panneaux de chambre à combustion

potentiels, tel que décrit dans un premier article présenté au Chapitre 4. Dans cette première étape, un exercice de validation préliminaire a été effectué en utilisant un système de chauffage par radiation infrarouge, sans toutefois observer la détérioration d'un matériau CMC. La procédure a ensuite été mise à l'épreuve au Conseil national de recherches du Canada (CNRC), en utilisant un système laser haute puissance, tel que décrit dans un deuxième article présenté au Chapitre 5. Lors de cette deuxième étape, la procédure a permis d'observer différents modes d'endommagement d'un matériau CMC constitué d'une matrice et de fibres d'oxydes. Elle a aussi permis d'établir de façon préliminaire des relations entre ces modes d'endommagement et les paramètres de conception d'une chambre à combustion qui serait faite de ce matériau.

Suivant la présentation de ces deux articles, une discussion générale de la procédure développée sera faite au Chapitre 6. Puis, des recommandations seront formulées au dernier chapitre pour pouvoir utiliser cette procédure pour caractériser de nouveaux matériaux CMC ou pour développer de nouvelles applications dans les pièces statiques de turbines à gaz. Avant d'en arriver aux articles, une revue critique de la littérature au sujet de la durabilité des CMC et une description générale de la méthodologie de recherche seront d'abord présentées dans les deux prochains chapitres.

## **CHAPITRE 2 REVUE CRITIQUE DE LA LITTÉRATURE**

### **2.1 Introduction**

Dans un matériau CMC, à la fois la matrice et les éléments de renforts sont faits de céramique. Présentement, la plupart des matériaux considérés pour des applications dans les turbines à gaz sont des matériaux à matrice et à fibres faites à base d'oxydes d'aluminium et de silicium ou à base de carbure de silicium (SiC) [18, 30, 31]. Les fibres de carbone sont aussi considérées généralement pour renforcer des matrices de SiC [22].

La présente revue de littérature se concentre principalement sur ces compositions de CMC. Des aspects généraux concernant la composition, la fabrication et le comportement des CMC seront d'abord présentés. Puis, une recension des essais en laboratoire reliés à la durabilité des CMC à haute température sera effectuée, avant de présenter les travaux de développements et les essais réalisés jusqu'à ce jour sur des composantes statiques de turbines à gaz.

Par ailleurs, bien que plusieurs matériaux décrits dans la littérature soient renforcés de fibres discontinues et de particules, cette revue cible uniquement les composites à fibres continues, la plupart du temps obtenus par empilement de couches de tissus. La plupart des concepts et des explications présentés s'appliquent aussi aux matériaux CMC à renforts discontinus, mais une recherche ciblant plus spécifiquement ce type de composite devrait tout de même être réalisée pour pouvoir généraliser l'ensemble de la discussion présentée.

### **2.2 Composition et fabrication des CMC**

#### **2.2.1 Architecture générale et rôle des constituants**

Le principal avantage des matériaux CMC par rapport aux céramiques monolithiques est une plus grande ténacité [32-34]. Souvent, un CMC a une résistance ultime moindre que la céramique monolithique correspondant à la composition de sa matrice, pour différentes raisons, mais a une résistance plus élevée à la propagation des fissures [35]. C'est le découplage de la matrice et des fibres à leur interface qui confère aux CMC une ténacité élevée, tel que schématisé à la Figure 2.1. Pour éviter que les fissures dans la matrice se propagent directement dans les fibres et provoquent une rupture soudaine du matériau, les fibres sont séparées de la matrice par une

interface de résistance faible qui se rompt à l'arrivée d'une fissure, ce qui en quelque sorte défléchit la fissure d'un angle droit et contribue à dissiper de l'énergie. Même si la matrice est fissurée, la fibre reste intacte et peut continuer de supporter le chargement par l'entremise du frottement à l'interface [31, 36, 37]. Si l'interface ne se brise pas, c'est la résistance des fibres à la propagation des fissures qui entre en ligne de compte et non leur résistance ultime [33] et l'avantage de l'hétérogénéité de la microstructure du CMC est en partie perdue. La constitution de l'interface entre les fibres et la matrice sera discutée plus loin.

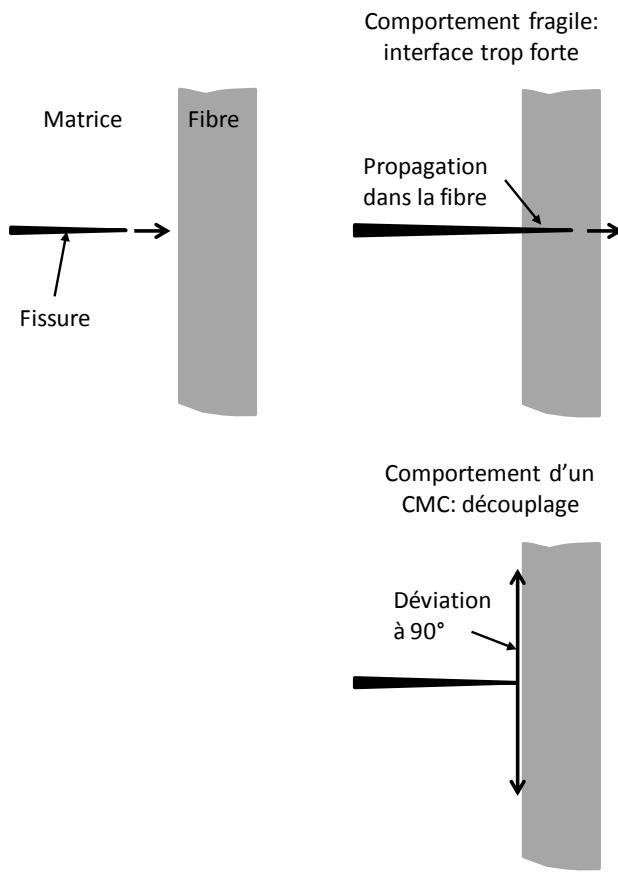


Figure 2.1: Propagation d'une fissure dans la matrice d'un CMC à son arrivée à l'interface avec une fibre

Contrairement à une matrice polymérique, la matrice céramique d'un CMC offre une faible ductilité et une rigidité du même ordre de grandeur que celle des fibres. Sous un chargement en tension, puisque sa résistance à la rupture est plus faible que celle des fibres, la matrice a

tendance à se rompre en premier, par microfissuration, ce qui peut résulter en un tracé contrainte-déformation bilinéaire semblable à celui de la Figure 2.2 [15, 38-40]. En fait, pour permettre aux fibres de se déformer jusqu'à leur pleine déformation à la rupture, il est généralement nécessaire que la matrice se rompe avant les fibres.

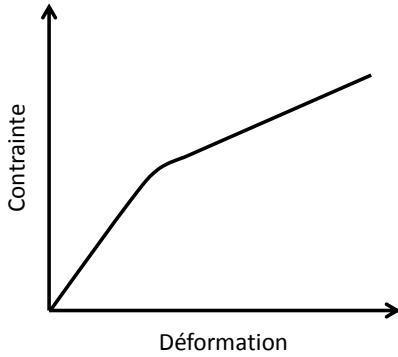


Figure 2.2: Courbe de traction bilinéaire typique de certains matériaux CMC

Sous un chargement en compression, les mêmes concepts ne s'appliquent pas. Dans ce cas, il se peut qu'une interface fibres-matrice plus résistante contribue à améliorer la résistance du matériau [41]. À moins qu'elle ne soit poreuse, la matrice a une résistance beaucoup plus élevée en compression qu'en tension, soit une résistance à la rupture comparable à celle des fibres. De plus, puisqu'elle est moins sensible au flambement que les fibres, elle tient un rôle prédominant dans la détermination de la résistance du matériau.

## 2.2.2 Procédés de fabrication

Les matrices des CMC ont des compositions et des microstructures généralement très différentes de celles des céramiques monolithiques, car leurs procédés de fabrication sont adaptés pour endommager le moins possible les fibres et le matériau d'interface [42]. Elles sont généralement poreuses et comportent une concentration de microfissures importante à l'état initial, à cause du procédé de fabrication.

Les matrices d'oxydes peuvent être synthétisées par des procédés sol-gel peu coûteux au cours desquels des suspensions visqueuses d'alumine, de silice ou de mullite sont utilisées pour imprégner les fibres, avant d'être consolidées sous vide et cuites à haute température [43]. La porosité de ces matrices peut atteindre près de 50% [41], ce qui leur confère une rigidité très faible. À titre d'exemple, pour une matrice d'oxyde avec 38,4% de porosité, Hackemann et al. [44] ont estimé une rigidité d'à peine 22% de la rigidité sans porosité. Des procédés d'infiltration et de pyrolyse d'un liquide polymère précurseur peuvent être utilisés pour réduire la porosité, mais requièrent des cycles d'infiltration supplémentaires, ce qui les rend coûteux [2, 45].

Des matrices de SiC peuvent aussi être obtenues par pyrolyse d'un polymère précurseur [46], bien que ce procédé semble conduire à une matrice contenant plus de microfissures que les autres procédés de SiC [47]. La NASA, assistée par des partenaires industriels américains, a plutôt utilisé la dispersion de poudre pour synthétiser des matrices de SiC, suivie d'une étape d'infiltration de silicium liquide pour réduire la porosité en fin de procédé [4]. La porosité de la matrice ainsi obtenue peut être aussi faible que 5% [47]. Les matériaux HyPerComp<sup>MD</sup> de la compagnie GE sont basés sur ce genre de procédé [18], de même que ceux développés par Goodrich Corporation [48]. Ces matériaux sont toutefois limités à une température d'utilisation à long terme de 1315 °C à cause du silicium libre présent dans la matrice [47]. Les matériaux de SiC du motoriste européen Snecma et ses partenaires ont pour leur part des matrices multicouches obtenues par déposition chimique en phase vapeur. Les différentes couches de la matrice ont des compositions particulières permettant notamment l'auto-scellage des fissures pendant l'utilisation [49].

La plupart du temps, au cours de son procédé de synthèse, la matrice se contracte et développe des microfissures, les fibres l'empêchant de se contracter librement. Ceci peut se produire par exemple lors du processus de conversion en céramique de précurseurs liquides ou polymériques ou lors du séchage et de l'évacuation d'un solvant [42, 47]. Ceci est particulièrement vrai dans le cas des matériaux tissés, puisque la matrice est contrainte dans deux directions ou plus par les fibres [44]. Des contraintes résiduelles sont également introduites dans le matériau CMC lors du refroidissement, après la synthèse de la matrice à haute température [50], à cause de la différence de coefficient d'expansion thermique entre la matrice et les fibres. Ces contraintes résiduelles peuvent soit accentuer la microfissuration de la matrice, soit favoriser le découplage à l'interface fibres-matrice, tout dépendant des coefficients d'expansion thermiques relatifs [33, 34].

Malgré que des précautions soient prises pour diminuer les impacts du procédé de synthèse de la matrice sur les fibres, ces dernières peuvent en sortir avec une résistance moindre, notamment à cause de l'abrasion et de l'exposition à haute température [36]. Aussi, une diminution de la déformation à la rupture de fibres a pu être observée dû à la croissance des grains lors du frittage de la matrice et à la diffusion d'éléments à partir des fibres vers la matrice [44, 51].

### **2.2.3 Particularités des matériaux d'oxydes**

Les CMC d'oxydes ont des températures de fusion qui varient de 1900 à 2300 °C et ont l'avantage de résister à l'oxydation [42]. Par contre, lorsque la résistance au fluage est importante, les matériaux d'oxydes disponibles présentement sont limités à environ 1200 °C [31], avec la fibre Nextel<sup>MD</sup> 720 de 3M. Cette limite pourrait diminuer à 1000 °C en environnement de moteur, la résistance au fluage des matériaux d'oxydes étant aussi affectée par la présence de vapeur d'eau [52, 53].

Les CMC d'oxydes ont des résistances ultimes variant entre 100 et 350 MPa et des déformations à la rupture d'environ 0,2 à 0,4% à température ambiante [41, 46, 53]. Typiquement, la résistance ultime ne varie pas beaucoup entre la température ambiante et les températures d'utilisation et chute rapidement en dépassant une température maximale d'utilisation. Par exemple, pour un matériau d'oxydes, Ruggles-Wrenn et Braun [53] rapportent une résistance relativement constante comprise entre 181 et 197 MPa à des températures entre 800 et 1200 °C, puis une baisse à 120 MPa à 1330 °C. Le même genre de comportement a aussi été observé avec le module de rigidité.

Les fibres Nextel<sup>MD</sup> 610 et 720 de 3M sont les fibres les plus utilisées dans les CMC d'oxydes. La Nextel 610 est faite d'alumine et la Nextel 720, d'alumine et de mullite. La fibre Nextel 610 démontre plus de rigidité et de résistance que la Nextel 720 à faible température, mais la Nextel 720 est plus performante en fluage à haute température, jusqu'à 1200 °C, dans l'air [54, 55].

L'alumine est beaucoup utilisée comme matrice à cause de sa polyvalence et de son faible coût [42]. La mullite ( $3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$ ) est aussi utilisée et présente l'avantage d'un coefficient d'expansion thermique plus faible qui correspond à celui de la fibre Nextel 720, pour les applications à plus haute température [31, 56].

Plusieurs CMC d'oxydes n'ont pas de matériau d'interface à proprement parler entre les fibres et la matrice, mais utilisent la porosité de la matrice pour défléchir les fissures à leur arrivée à l'interface [31, 45]. Récemment, des matériaux d'interface ont été utilisés pour améliorer les propriétés en tension des matériaux d'oxydes, comme le NdPO<sub>4</sub> [57] et le LaPO<sub>4</sub>, connu sous le nom de monazite [58].

#### **2.2.4 Particularités des matériaux de carbure de silicium**

Les matériaux à base SiC peuvent être utilisés à des températures de 1315 °C ou plus, tout dépendant de leur procédé de fabrication, comme mentionné plus haut. Ils ont démontré des vies de plus de 500 heures en fluage à 1315 °C et 100 MPa [47] et de plus de 2000 heures à 1200 °C et 165 MPa [13], dans l'air, avec des fibres de SiC quasi-stœchiométriques. Les résistances ultimes vont jusqu'à 465 MPa et les déformations à la rupture varient entre 0,3 et 1% à température ambiante [13]. La résistance diminue de façon modérée avec la température jusqu'à la température d'utilisation. Par exemple, des chutes de résistances ultimes de 31% et moins ont été observées entre la température ambiante et 1315 °C avec différents composites à matrice de SiC infiltrés de silicium liquide [59].

Les fibres de SiC quasi-stœchiométriques, soit celles qui contiennent presqu'exclusivement du SiC, sont préférées pour leur meilleure résistance en fluage et en oxydation, de même que pour leur tolérance aux procédés de fabrication à haute température. Les plus citées dans la littérature sont les fibres Hi-Nicalon<sup>MD</sup> de type S de Nippon Carbon [60], la fibre Tyranno<sup>MD</sup> SA de UBE Industries [61] et la fibre Sylramic<sup>MD</sup> de Dow Corning, maintenant produite par COI Ceramics [46]. Les meilleures propriétés en fluage ont été obtenues avec des fibres Sylramic [47, 48]. Les autres fibres de SiC (non-stœchiométriques) contiennent souvent du carbone et de l'oxygène [62]. Plus leur contenu en oxygène est élevé, plus ces fibres s'oxydent rapidement. Par exemple, la fibre Nicalon<sup>MD</sup>, qui contient 13% de masse en oxygène, commence à s'oxyder autour de 700 °C, alors que la fibre Hi-Nicalon, qui contient 0,8% d'oxygène, commence à s'oxyder à 1000 °C [63]. Les fibres de carbone, qui s'oxydent à partir de 500 °C, sont moins utilisées pour les applications à haute température où la durée de vie requise est élevée [64].

Par ailleurs, des additifs sont utilisés régulièrement dans les matrices de SiC pour augmenter la résistance à l'oxydation. Par exemple, le carbure de bore (B<sub>4</sub>C) est utilisé comme précurseur pour le B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, qui peut s'écouler et sceller les fissures à partir de 460 °C [49]. L'ajout de verre

borosilicate dans une matrice de SiC a aussi été utilisé pour augmenter la résistance à l'oxydation [12].

Dans les matériaux de SiC, le nitrure de bore (BN) est souvent utilisé sous sa forme hexagonale comme matériau d'interface entre les fibres et la matrice [4, 18, 47, 48]. Ce matériau offre une résistance, une rigidité et une dureté peu élevées et a des propriétés de lubrifiant solide [42]. Le carbone pyrolytique est aussi utilisé [49], mais est particulièrement sensible à l'oxydation. La NASA a utilisé le carbone pyrolytique dans le passé, avant de passer au BN [4, 12]. Ces matériaux d'interface sont particulièrement sensibles à l'oxydation [64]. Par exemple, le BN commence à s'oxyder à 700 °C pour former de l'oxyde de bore ( $B_2O_3$ ) liquide. Le  $B_2O_3$  a un point de fusion de 460 °C et commence à se vaporiser autour de 900 °C, ce qui résulte en la disparition progressive de l'interface à haute température lorsqu'elle est en contact avec de l'oxygène. Une interface de carbone est éliminée de la même façon en formant du  $CO_2$  ou du CO gazeux. Le remplacement progressif de l'interface par de la silice ( $SiO_2$ ) ou du verre borosilicate ( $B_2O_3-SiO_2$ ) peut conduire à la fragilisation du matériau, la matrice et les fibres devenant alors solidaires [10].

Plusieurs facteurs additionnels peuvent augmenter le taux d'oxydation et de façon plus générale la corrosion des matériaux CMC à base de SiC, comme les additifs de frittage et l'exposition à l'humidité, aux produits de combustion et aux environnements salins. Plusieurs de ces effets sont décrits par Jacobson [65].

## 2.3 Modes de fissuration des CMC

### 2.3.1 Chargement en tension longitudinale

Deux modes de fissuration principaux ont été observés en tension dans les matériaux CMC, tout dépendant du niveau de cohésion entre les fibres et la matrice [34, 36]. Comme mentionné plus tôt, la matrice se rompt en premier, puis les fibres reprennent la charge relâchée par la matrice. Ce transfert de charge de la matrice aux fibres peut se produire de deux façons différentes.

Lorsque la cohésion et le frottement à l'interface fibres-matrice sont grands, les fibres reprennent localement la charge relâchée par la matrice et se rompent tout près du front de fissure, comme illustré à la Figure 2.3a. Il y a alors propagation d'une fissure principale qui conduit

éventuellement à la rupture du matériau. Près du front de la fissure, les fibres non brisées forment des ponts qui contribuent à réduire l'intensité de la contrainte au front et la vitesse de propagation, avant de se briser au fur et à mesure que la fissure progresse [33, 66, 67]. Les fibres peuvent se briser à l'extérieur du plan de fissuration, puis se retirer de la matrice avec frottement, ce qui contribue aussi à diminuer la vitesse de propagation [36]. La fissure principale peut s'ouvrir et être affectée par l'environnement extérieur. L'oxydation généralement observée dans les matériaux de SiC peut augmenter la cohésion entre les constituants et ainsi fragiliser le matériau [14, 38, 68, 69]. On observe par ailleurs des surfaces de rupture plus plates, avec des longueurs de retrait de fibres courtes ou même nulles, lorsque le matériau subit de l'oxydation à l'endroit de la rupture. Le mode de fissuration du CMC a alors tendance à se rapprocher de celui d'une céramique monolithique. Par exemple, Worthem [12] a observé une rupture coordonnée des fibres sous des conditions de chargement à haute température et, pour le même matériau, des surfaces de rupture fibreuses sous des températures plus faibles.

Lorsque la cohésion et le frottement à l'interface sont plutôt faibles, la charge relâchée par la matrice est reprise de façon plus globale par l'ensemble des fibres du matériau. Comme illustré à la Figure 2.3b, plusieurs fissures parallèles sont générées dans la matrice, dans des plans perpendiculaires à l'axe de chargement, mais ces fissures comportent des ponts de fibres qui les empêchent de s'ouvrir. Les fissures peuvent se propager d'un plan à un autre et se séparer en deux fissures ou plus, par l'entremise de l'interface fibres-matrice faible, ce qui augmente l'énergie nécessaire pour leur propagation [34]. Dans ce cas, la rupture survient par endommagement graduel des fibres et les surfaces de ruptures sont fibreuses. Ce comportement a pu être observé lors d'essais en fluage sous vide avec un matériau à base de SiC [69] et lors d'essais sur des matériaux à base d'oxyde dans l'air [53, 70].

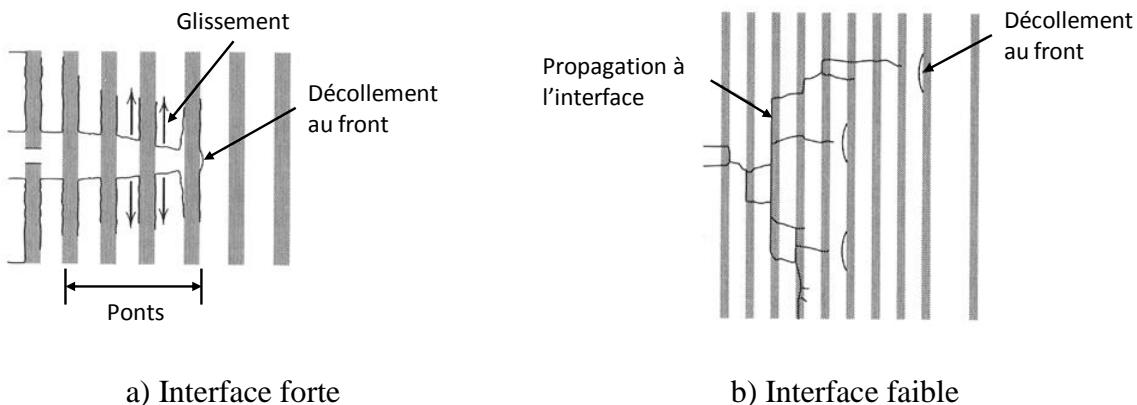


Figure 2.3: Modes de fissuration principaux des matériaux CMC en tension [71]

Par ailleurs, les surfaces de rupture varient en fonction de la disposition des fibres. Worthem [12] a observé pour des matériaux à fibres unidirectionnelles une rupture en zigzag et pour des matériaux tissés, une rupture droite. Wang et al. [72] ont élaboré sur le comportement d'un matériau tissé à 0 et 90°. Pour un matériau tissé, il y aurait d'abord délamination aux bords, puis fissuration de la matrice dans les couches à 90°, avant que la matrice et les fibres ne se fissurent dans les couches à 0°.

Il est difficile d'appliquer les concepts de la mécanique de la rupture classique aux matériaux CMC, compte tenu des multiples mécanismes internes pouvant influencer la ténacité et de la possible fragilisation sous l'effet de l'environnement extérieur. Les modèles de propagation des fissures revus par Breder [33] sont valables à température ambiante uniquement. À haute température, la ténacité peut être influencée par les différences de coefficients d'expansion thermique des constituants, par les déformations en fluage et par le ramollissement des phases vitreuses. Breder a avancé que la mécanique de la rupture ne s'appliquerait plus aux CMC au-delà d'une certaine température, à cause des déformations trop élevées. Plusieurs auteurs se sont tout de même intéressés à la question depuis [73-75].

### 2.3.2 Chargement en compression longitudinale

Sous un chargement compressif, les fibres offrent peu de résistance au flambement. Par contre, la matrice ne peut accommoder le pliage et le flambement des fibres sans être elle-même endommagée. En fait, avant qu'il y ait flambement des fibres, il y a séparation longitudinale des

constituants du matériau [76]. Dans un CMC laminé, il peut y avoir séparation dans les jonctions entre les couches de tissu et entre les câbles de fibres qui se croisent perpendiculairement dans une même couche. C'est ce qu'ont observé Wang et Laird [77], en plus de la fissuration en cisaillement de câbles à 90°, juste avant la rupture finale et soudaine par flambement des câbles longitudinaux. Les câbles longitudinaux peuvent se rompre suivant un plan de cisaillement observable sur la face transversale de l'échantillon (perpendiculaire aux couches), à un certain angle par rapport à l'axe de chargement [41, 77, 78]. Pour sa part, la matrice peut se rompre en cisaillement, en formant des fissures dans la direction du chargement [76], ou par fragmentation lorsqu'une charge dynamique est appliquée [78].

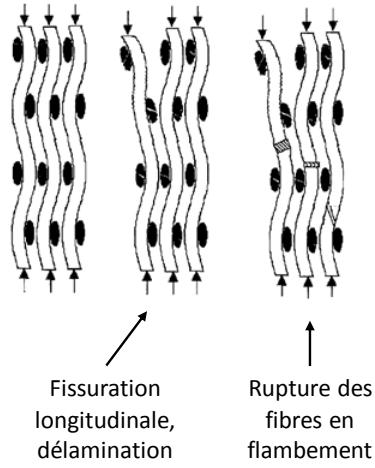


Figure 2.4: Mode de fissuration des matériaux CMC en compression [77]

La résistance de l'interface fibres-matrice joue un rôle important dans le mode de rupture en compression. Les surfaces de rupture observées par Jackson et al. [41] dans un matériau d'oxydes à matrice poreuse étaient différentes tout dépendant de si un matériau d'interface était utilisé ou non. Avec le matériau d'interface, la zone de dommage était longue dans la direction du chargement, les surfaces de rupture étaient fibreuses et une délamination significative était observée dans la zone de dommage. Sans matériau d'interface, la zone de dommage était plus courte et moins délamинée et les surfaces de rupture étaient non fibreuses, présentant une rupture des fibres coordonnée. La résistance et la rigidité du CMC en compression étaient plus élevées

sans le matériau d'interface qu'avec le matériau d'interface, bien que dans ce cas le matériau d'interface ait amélioré la résistance en tension.

On pourrait penser que les pores et les microfissures de la matrice se referment en compression, entraînant un module de rigidité plus élevé, tel que mentionné par Jackson et al. Par contre, avec le matériau d'interface, le module observé était très similaire en tension et en compression, ce qui avait aussi été observé par Wang et Laird avec un autre matériau CMC. Camus et al. [76] ont soutenu que les microfissures de la matrice se refermaient avant que le matériau ne suivent un comportement linéaire jusqu'à la rupture, sans toutefois que cette phase initiale ne soit visible dans les tracés contrainte-déformation présentés. Il se pourrait tout de même que les défauts de la matrice se referment graduellement en fluage, ce qui expliquerait les déformations importantes observées en fluage primaire par Jackson et al. en compression.

Fait intéressant, la résistance des CMC en compression a démontré une sensibilité considérable aux variations de microstructure dues au procédé. Jackson et al. [41] ont observé des résistances en compression de deux à trois fois plus faibles dans des échantillons présentant des zones de matrice non renforcée et des manques de matrice entre des fibres placées à 90° de l'axe de chargement. La fissuration à travers les couches orientées à 90° et la délamination étaient facilitées par ces défauts. Par ailleurs, Wang et Laird [77] ont observé des différences considérables de résistance en compression d'un échantillon à l'autre, selon eux attribuables au placement aléatoire des couches de tissus les unes sur les autres.

### **2.3.3 Chargement interlamininaire**

Les propriétés interlaminaires représentent une faiblesse importante des CMC. Pour un matériau de SiC à matrice infiltrée au silicium liquide, Choi et al. [79] ont obtenu des résistances en cisaillement interlaminaire d'environ 20-30 MPa à 1316 °C, alors que la résistance en tension de ce matériau était de plus de 200 MPa à 1200 °C [18] et probablement similaire à 1316 °C. Par ailleurs, Ruggles-Wrenn et Laffey [52] ont mesuré une résistance en cisaillement interlaminaire de 8,25 MPa avec un matériau d'oxydes à matrice poreuse à 1200 °C, alors que la résistance en tension de ce matériau était de 192 MPa. Il est donc possible d'obtenir des résistances en cisaillement interlaminaire d'environ 10% de la résistance en tension avec des matériaux SiC-SiC à matrice dense et de moins de 5% de la résistance en tension avec des matériaux d'oxydes à matrice poreuse.

Les problèmes de fissuration interlaminaire sont plus susceptibles d'être rencontrés aux endroits de faible densité de fibres, tout comme les fissures longitudinales rapportées lors des essais en compression [41, 79]. La tension tout comme le cisaillement interlaminaire peuvent conduire à la propagation de fissures entre les couches d'un matériau tissé et différents essais ont été mis de l'avant pour mesurer la résistance des matériaux CMC à la propagation des fissures dans ces deux cas [75].

## 2.4 Essais de durabilité en laboratoire

### 2.4.1 Essais en fatigue

Il a été avancé que le principal mécanisme d'endommagement en fatigue dans les matériaux CMC était le glissement à l'interface fibres-matrice suivant la fissuration de la matrice [80]. Effectivement, dans le cas d'un matériau d'oxydes, Mall et Ahn [81] auraient observé une augmentation de la durée de vie en fatigue en tension due à une réduction du glissement à l'interface fibres-matrice à haute température. Le matériau testé était fait de fibres Nextel 720 et d'une matrice d'alumine, sans matériau d'interface. La contrainte de seuil en fatigue aurait augmenté de 72% à 78% de la résistance ultime en passant de la température ambiante à 1200 °C. À haute température, un renforcement de l'interface fibres-matrice, causé par une réaction favorisant le collement des deux constituants, aurait fait augmenter la résistance en fatigue.

Par contre, il en va tout autrement avec les CMC faits à base de SiC, où il semble que le renforcement de l'interface par oxydation des constituants cause des réductions de vie en fatigue en tension. Ruggles-Wrenn et al. [38, 39] de même que Mall et Engesser [82] ont observé une réduction de la durée de vie suite à l'oxydation de l'interface fibres-matrice et des fibres dans différents CMC à base de SiC. Des réductions supplémentaires de la vie ont été observées en présence de vapeur d'eau [38, 39]. De plus, Kim et al. [14], en testant deux matériaux de SiC à haute température, ont observé une plus grande durée de vie en fatigue avec le matériau qui présentait une meilleure résistance à l'oxydation. Sous l'effet de l'oxydation, on peut assister à une fragilisation des matériaux de SiC et à une rupture plus franche typique d'un matériau à interface forte, tel que montré à la Figure 2.5. Des phases vitreuses sont observables à la surface de rupture, en commençant par un coin ou une arête de la surface, indiquant la croissance d'une fissure unique assistée par l'oxydation. Morscher et al. [13] ont observé que cette fragilisation des

matériaux de SiC pouvait dépendre de la contrainte appliquée. Sous contrainte élevée, ils ont observé une rupture franche assistée par l'oxydation, alors que sous contrainte plus faible, l'oxydation était limitée aux abords de la surface de rupture et la rupture des fibres internes était attribuable à différents mécanismes n'impliquant pas l'effet de l'environnement extérieur. La contrainte de seuil en fatigue de certains matériaux de SiC pourrait bien correspondre à la contrainte nécessaire pour initier des fissures dans la matrice et ainsi permettre l'oxydation des constituants internes. En effet, Kim et al. [14] ont observé qu'à un niveau de déformation en dessous de la déformation nécessaire pour faire fissurer la matrice, les deux matériaux de SiC qu'ils ont testés n'atteignaient pas la rupture en fatigue. Par ailleurs, Ruggles-Wrenn et Sharma [39] ont observé un effet négatif de la vapeur d'eau sur la durée de vie en fatigue seulement sous contrainte élevée.

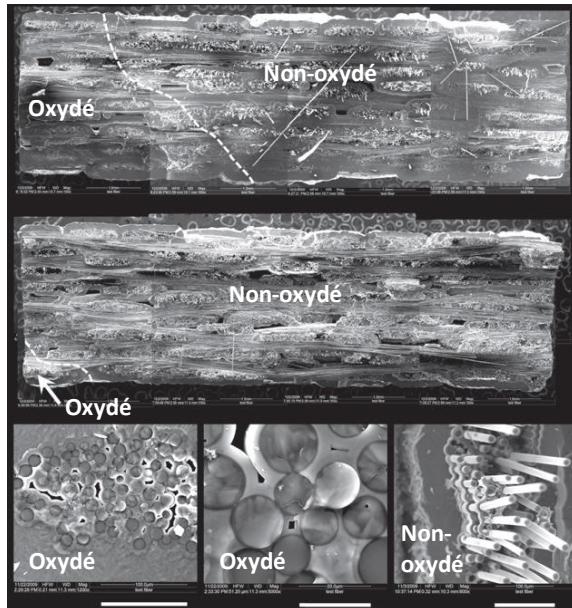


Figure 2.5: Surface de rupture franche typique d'un CMC de SiC sous l'effet de l'oxydation [38]

Parmi les essais conventionnels en fatigue en tension recensés, à 1200 °C ou plus, le rapport de la contrainte de seuil en fatigue à la résistance ultime est plus élevé dans les matériaux d'oxydes que

dans les matériaux de SiC. Dans l'air, il variait entre 78 et 88% dans les matériaux d'oxydes [81, 83, 84], et entre 37 et 66% dans les matériaux de SiC [13, 38, 39].

Kim et al. [85] ont comparé le comportement en fatigue en tension d'un matériau de SiC sous deux modes de chauffage différents : dans l'air dans une fournaise à 1235 °C et avec une torche au propane chauffant l'une des deux faces à 1250 °C de façon continue (Figure 2.6). La durée de vie observée dans l'environnement de combustion était d'un ordre de grandeur plus faible que dans la fournaise, pour une même contrainte moyenne. Dans le cas où une faible contrainte moyenne était appliquée, sous le chauffage à la torche, la surface chauffée était soumise à un chargement de type compression-tension, en prenant en compte la contrainte thermique. Les auteurs ont attribué la réduction de durée de vie sous la flamme aux effets des gradients thermiques et au taux d'oxydation plus élevé en environnement de combustion dû au taux d'humidité élevé. Encore une fois, l'examen des surfaces de rupture a révélé des régions oxydées où l'interface de BN était remplacée par de la silice et où la rupture était de type fragile, sans retrait des fibres. Les régions non oxydées démontraient pour leur part un retrait des fibres et donc une surface de rupture fibreuse. Sous la flamme, les régions oxydées sur la surface de rupture étaient asymétriques et s'étaient formées à partir d'un coin de l'échantillon, indiquant la propagation d'une seule fissure, alors que dans la fournaise, plusieurs fronts de fissure oxydés étaient visibles tout autour de la surface de rupture, en provenance des surfaces extérieures de l'échantillon.

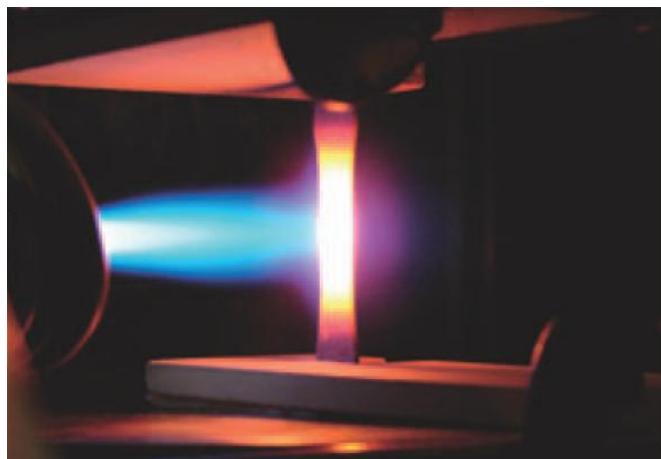


Figure 2.6: Essais en fatigue sous une flamme continue à l'Air Force Institute of Technology [85]

Kim et al. [14] de même que Bertrand et al. [86] ont réalisé le même type d'essai sous une flamme continue avec différentes variantes de matériaux de SiC. Les conclusions de ces essais étaient de nature semblable, et ce jusqu'à 1350 °C pour le matériau de Bertrand et al., qui utilisaient une matrice fabriquée par déposition chimique en phase vapeur. À 1480 °C, l'ablation du matériau a été observée.

Sur un matériau d'oxydes d'alumine et de fibre Nextel 720, le même type de chauffage sous une flamme avec une température de surface de 1250 °C n'a pas eu un impact significatif sur le mode de rupture du matériau, comparativement aux essais en fournaise [87, 88]. En 25 heures d'exposition sous la torche, une augmentation de la cohésion entre les fibres et la matrice a été observée à la surface chauffée, mais sur une épaisseur très fine. Des réductions de vies ont été observées sous la torche, mais ont été attribuées à la contrainte thermique supplémentaire présente sur la surface chauffée dans ce cas. Le même mode de rupture a été observé peu importe si l'essai était conduit dans l'air en fournaise ou sous la torche, impliquant la fissuration de la matrice et le retrait des fibres, indiquant une faible sensibilité du matériau à l'environnement de combustion. Par ailleurs, des essais conventionnels en fatigue en tension avec le même matériau, sous un chauffage uniforme, ont tout de même indiqué que la présence de vapeur d'eau avait un impact négatif sur la durée de vie, plus particulièrement lorsque le temps de séjour sous contrainte maximale était augmenté [84, 89].

Reconnaissant que la plupart des essais de fatigue avaient été réalisés en tension jusqu'alors, Ruggles-Wrenn et Lansen [90] ont réalisé des essais en tension-compression avec un rapport de contraintes de -1, autrement dit sous une alternance de contraintes en tension et en compression d'amplitude égale. Sous cette condition, la limite de fatigue a été réduite de moitié par rapport aux essais en tension, encore une fois avec le matériau à matrice d'alumine et à fibres Nextel 720 du paragraphe précédent. Cette réduction de résistance en fatigue a été attribuée au flambement des fibres longitudinales lors de la portion compressive des cycles. Ce dommage a été encore une fois accéléré par la présence de vapeur. La vapeur affaiblirait les fibres par décomposition de la mullite qu'elles contiennent en alumine poreuse. Par contre, les auteurs ont noté que l'effet négatif de la vapeur sur la durée de vie était moindre en fatigue en tension-compression qu'en fatigue en tension, ce qui pourrait constituer une piste pour expliquer la faible sensibilité du matériau à l'environnement de combustion observée au paragraphe précédent.

Tous les essais en fatigue recensés jusqu'ici ont été réalisés à température constante. Des essais incluant des variations de température dans le temps sont présentés dans la prochaine sous-section.

## 2.4.2 Essais en fatigue thermomécanique et en cyclage thermique

Worthem [12] s'est penché pour la NASA à la fatigue thermomécanique de différents matériaux CMC sous contrainte contrôlée en tension. Les matériaux testés utilisaient des fibres de SiC Nicalon placées dans des configurations unidirectionnelles et tissées, une interface de carbone pyrolytique et quatre types de matrices, soit deux vitrocéramiques et deux matrices à base de SiC. Des essais ont été réalisés sous un chauffage cyclique entre 600 et 1100 °C appliqué dans la section réduite des échantillons à l'aide d'un suscepteur chauffé par induction, tel qu'illustré à la Figure 2.7. Le chargement mécanique était appliqué en-phase (contrainte maximale sous température maximale) ou hors-phase (contrainte nulle sous température maximale) jusqu'à la rupture complète des échantillons. Le chargement en-phase a donné des durées de vie plus élevées que le chargement hors-phase pour tous les matériaux testés. Lors des essais en-phase, l'auteur a évoqué que le fluage de la matrice au centre de l'échantillon aurait retardé la fissuration. En fait, les essais en-phase ont conduit à une rupture souvent localisée dans la zone de transition de l'échantillon, là où la matrice ne pouvait pas se déformer en fluage à cause des températures plus faibles. En chargement hors-phase, il n'y aurait pas eu de fluage de la matrice, puisque la contrainte était appliquée à faible température. Dans ce cas, la rupture s'est produite à l'endroit le plus faible de l'échantillon, là où par ailleurs l'oxydation étaient la plus importante. Les surfaces de rupture observées étaient relativement planes, les fibres s'étant rompues de façon coordonnée le long d'une fissure principale, ce qui était révélateur de la fragilisation par oxydation. Encore une fois, la durée de vie a montré une forte dépendance à la résistance à l'oxydation des matériaux. Des essais réalisés en environnement inerte ont conduit à des durées de vie plus élevées. De plus, les durées de vie observées en fatigue thermomécanique étaient plus courtes que les durées de vie lors d'essais en fatigue ou en fluage à température constante réalisés en guise de comparaison.

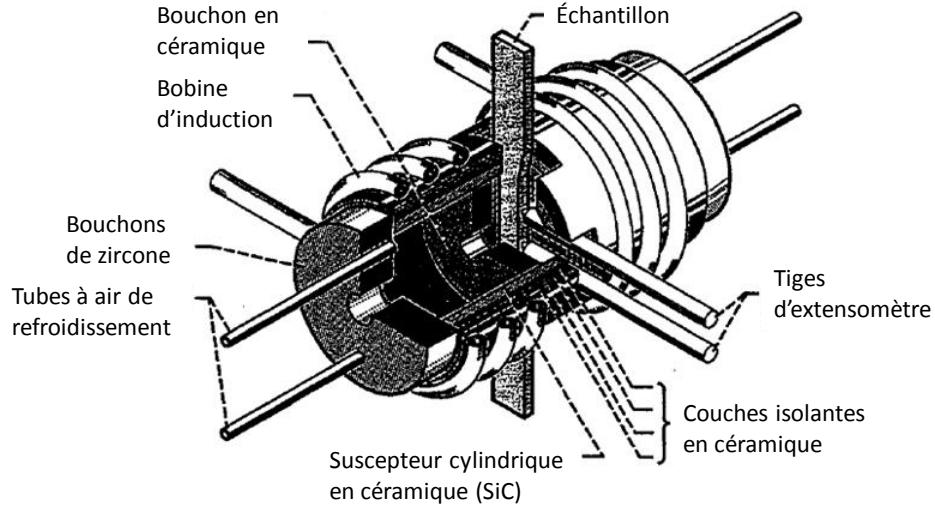


Figure 2.7: Installation d'essai de fatigue thermomécanique utilisée pour la NASA [12]

En utilisant un montage similaire, Mei et Cheng [91] ont soumis des échantillons à matrice de SiC et fibres de carbone à des cycles thermiques de 210 secondes entre 700 et 1200 °C en environnement oxydant, pour certains sous contrainte en tension constante et pour d'autres sous déplacement constant. Lors des essais sous contrainte constante, ils ont observé une accélération de l'oxydation des fibres et de la matrice suivant l'ouverture des fissures en tension et une dégradation continue des propriétés du matériau. Pour les essais sous déplacement constant, une contrainte initiale en tension était d'abord appliquée à l'échantillon, puis le déplacement était maintenu pendant le cyclage thermique. Une relaxation de la contrainte en tension a été observée jusqu'à devenir une contrainte compressive à la température maximale. Ce genre d'essai demeure peu représentatif de la situation d'une pièce statique de turbine à gaz, où des contraintes compressives sont souvent générées aux endroits chauds dès le départ sous l'effet du chauffage, tel que discuté en introduction. Des essais en fatigue plus conventionnels ont été réalisés à température constante par le même groupe de recherche [92, 93].

D'autres essais de cyclage thermique ont été rapportés, mais sans l'effet de l'application d'un chargement mécanique extérieur. On parle alors d'essais d'oxydation cyclique et non d'essais en fatigue. Boccaccini et al. [94] ont observé une diminution de la résistance et de la rigidité d'un matériau à matrice de verre et fibres de SiC après cyclage thermique entre 0 et 700 °C en environnement oxydant. Bhatt & Palczer [95] ont observé une diminution de la résistance d'un

matériau à matrice de nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) et fibres de SiC après cyclage entre 25 et 1400 °C.

### 2.4.3 Essais en fluage

Tout comme en fatigue, de multiples essais ont été réalisés en fluage avec des CMC, pour la plupart en tension. Pour une pièce statique de turbine à gaz, une rupture en fluage est peu probable, car en fluant, les zones chaudes voient leurs contraintes en compression relaxer à haute température. Par contre, ce fluage à haute température implique généralement un retour à température ambiante à des contraintes en tension qui peuvent être dommageables pour le matériau.

Sous l'effet d'un chargement constant à haute température, les CMC se déforment et s'endommagent de multiples façons. De façon générale, les pores de la matrice et des fibres auraient tendance à se déplacer et à se combiner pour former des cavités. Cette migration des aspérités se produirait par le transport de constituants suivant des phénomènes de diffusion, de glissement aux joints de grains et d'écoulement visqueux de phases vitreuses [32, 96]. La rupture en fluage se produirait suivant une coalescence de cavités qui mènerait à la formation et à la propagation de fissures. Hackemann et al. [44] auraient observé ce phénomène aux abords d'un point de rupture en fluage d'une fibre par microscopie électronique à balayage.

Selon Wilshire et Bache [32], les céramiques à liaisons covalentes comme le SiC ont des grains pratiquement rigides aux températures où elles sont utilisées. Pour expliquer le fluage de ces céramiques, il faudrait alors évoquer l'effet de phases vitreuses aux joints de grains ou l'accumulation de dommage intergranulaire. Lorsqu'il y a peu de phase vitreuse dans le SiC, le fluage serait déterminé par le dommage aux joints de grains, c'est-à-dire la coalescence de cavités et de microfissures qui causent des glissements. En effet, les fibres de SiC qui offrent les meilleures performances en fluage sont celles qui ont des compositions quasi-stoechiométriques et qui minimisent la présence d'oxygène et de phases vitreuses [97]. Les mécanismes de fluage impliqués seraient beaucoup plus actifs en tension qu'en compression. Par exemple, les céramiques de SiC frittées peuvent offrir une résistance au fluage en compression de dix fois supérieure à leur résistance au fluage en tension [32].

Les céramiques à base d'oxydes, formées par des liaisons ioniques plus faibles, sont moins résistantes au fluage que les céramiques à liaisons covalentes [44]. Cette limitation intrinsèque des matériaux CMC à base d'oxydes, en plus de certaines caractéristiques fréquentes de leur architecture, comme l'absence de matériau d'interface entre les fibres et la matrice et la porosité élevée de la matrice, font de la résistance au fluage leur principale faiblesse [41, 53]. Fait intéressant, avec les matériaux d'oxydes, on a observé un comportement de recouvrement de déformation en fluage lorsque le matériau est maintenu à haute température mais que la contrainte est relâchée. Ce phénomène serait plus important en présence d'une phase vitreuse dans le matériau. Pour cette raison, le cyclage de la contrainte à température constante peut augmenter la durée de vie en fluage [98].

Pendant la phase de fluage primaire, il survient une redistribution des charges à l'intérieur d'un CMC, la matrice ayant généralement un taux de fluage plus élevé que les fibres. La limite élastique de matériaux de SiC à température ambiante a été améliorée à la suite d'essais de fluage en tension, ce qui a été expliqué par le développement de contraintes résiduelles compressives dans la matrice après fluage à haute température [13, 48].

La phase de fluage secondaire à taux de déformation constant n'est pas toujours bien définie dans les matériaux CMC. Morscher [47] a affirmé ne pas atteindre de taux de fluage constant pour plusieurs matériaux de SiC tissés, bien qu'il existait une région dans les courbes de déformation où le taux de fluage varie peu. Des périodes de fluage secondaire ont été observées dans des matériaux d'oxydes [44, 53, 58]. Dans ces cas, le taux de fluage observé pendant la phase secondaire était proportionnel à la contrainte élevée à une puissance variant entre 3 et 4, ce qui correspondrait approximativement aux propriétés des fibres Nextel utilisées. Cet exposant de la contrainte varierait d'un matériau à l'autre tout dépendant des procédés de fabrication, de la microstructure et des mécanismes de fluage entrant en jeu [32]. De même, les changements de microstructure en cours d'utilisation, comme le changement de la taille des grains et la coalescence de cavités dans la matrice, feraient augmenter la dépendance du taux de fluage à la contrainte [96]. Pour des fibres de SiC quasi-stœchiométriques, Sha et al. [97] ont rapporté un taux de fluage proportionnel à la contrainte, ce qui correspondrait à un processus de fluage par diffusion.

La phase de fluage tertiaire n'est pas présente ou donne peu de déformation la plupart du temps dans les CMC, la rupture se produisant de façon soudaine [32, 47, 53]. Ceci suggère qu'il n'existe pas de mécanisme d'accélération de la déformation auquel les CMC seraient tolérants en phase tertiaire, comme la striction chez les matériaux ductiles, par exemple.

Tout comme en fatigue, l'environnement extérieur a un impact majeur sur les modes de rupture et la durée de vie en fluage. À haute température, les fibres et la matrice ont tendance à devenir solidaires, ce qui entraîne un bris plus rapide des fibres au fond des fissures, plutôt qu'une redistribution de la charge aux autres fibres. Dans les matériaux de SiC, les fibres peuvent s'oxyder et se coincer dans la matrice, spécialement si la matrice est fissurée en surface et permet à l'oxygène de pénétrer [47]. Pour cette raison, la résistance au fluage est plus élevée sous vide que dans l'air, pouvant atteindre la résistance des fibres prises seules [69]. De leur côté, en présence de vapeur, les matériaux d'oxydes peuvent afficher un taux de fluage correspondant à un modèle de fissuration sous-critique des fibres (tel que décrit à la section 2.4.4), suivant une densification de la matrice et une augmentation de la cohésion entre les fibres et la matrice [53]. Un taux de fluage jusqu'à cent fois plus élevé dans la vapeur que dans l'air a pu être observé [58]. Dans l'air, un taux de fluage correspondant à celui des fibres prises seules a été observé [44]. L'utilisation d'un matériau d'interface dans ces matériaux d'oxydes peut donner une meilleure résistance au fluage à la fois dans l'air et dans la vapeur, en évitant la rupture coordonnée des fibres [58].

En tension, des similarités ont été relevées entre les mécanismes de rupture en fatigue et en fluage, à la fois dans les matériaux de SiC et dans les matériaux d'oxydes. Morscher et al. [13] ont exprimé la vie en fatigue d'un matériau de SiC en termes d'heures d'exposition à haute température et non en cycles. Ils ont placé leurs points expérimentaux en fatigue sur le même graphique que des points en fluage pour en arriver à des conclusions communes sur la durée de vie en fonction de la contrainte, pour une température donnée. Dans le cas du matériau qu'ils ont testé, les mécanismes d'endommagement observés étaient les mêmes en fatigue et en fluage. Mall et Sullivan [83] ont aussi décrit un endommagement similaire en fatigue et en fluage pour un matériau d'oxydes dans l'air, soit la fissuration de la matrice dans différents plans perpendiculaires à l'axe de chargement, la convergence des fissures et la rupture des fibres en forme de brosse.

Peu d'essais ont été réalisés en fluage en compression. Jackson et al. [41] l'ont fait avec un matériau d'oxydes, avec et sans matériau d'interface. Bien que les taux de fluage secondaire en compression aient été de deux ordres de grandeur plus faibles que ceux observés en tension, les déformations à la rupture étaient parfois plus grandes qu'en tension à cause du fluage primaire plus important. La fermeture des pores et des fissures de la matrice pourrait être responsable de ces déformations importantes en début d'essai. Les auteurs ont d'ailleurs observé une augmentation du module de rigidité du matériau suite à l'essai en fluage, tant du module en tension que de celui en compression, ce qui pourrait corroborer avec la fermeture de ces défauts et l'établissement de nouvelles liaisons dans le matériau. La résistance résiduelle du matériau en compression est demeurée inchangée suite à l'essai en fluage, toutefois. La présence du matériau d'interface a pour sa part démontré peu d'influence sur le taux de fluage en compression. Pour les matériaux à base de SiC, aucun essai en fluage en compression n'a été recensé.

#### **2.4.4 Essais en fissuration sous-critique**

La fissuration sous-critique (*subcritical crack growth*) est un phénomène propre aux céramiques monolithiques qui est observé également chez les CMC. Elle porte différents autres noms dans la littérature, soit fatigue statique, rupture à retardement (*delayed failure*) et fissuration lente (*slow crack growth*). Elle consiste en la rupture du matériau par propagation de fissures sous un chargement statique ou sous un chargement appliqué de façon très lente, souvent assistée par les effets de l'environnement extérieur. Elle est traitée séparément du fluage, bien que sous certaines conditions elle puisse interagir avec les mécanismes de fluage [96].

Chez les CMC, la fissuration sous-critique semble être observée sous des conditions de chargement sévères menant à de courtes durées de vie en fluage, tel qu'observé par Ruggles-Wenn et Braun [53] avec un matériau d'oxydes dans la vapeur. Loseille et Lamon [99] ont aussi observé la fissuration sous-critique d'un matériau de SiC à température intermédiaire, soit 500 °C, température à laquelle il n'y a pas de fluage des fibres de SiC. Ils ont rapporté que typiquement, les CMC de SiC sont sujets à la fissuration sous-critique à des températures de 600 à 700 °C. La fissuration de la matrice a été observée au début du test, entraînant une déformation rapide, puis la fissuration des fibres s'est amorcée à partir des défauts en surface, assistée par

l'oxydation aux joints de grains, sans qu'aucune déformation supplémentaire significative ne soit enregistrée.

En plus de devancer la rupture sous une charge constante, la fissuration sous-critique se manifeste par une réduction de la résistance ultime lorsque le chargement est appliqué de façon très lente. En effet, en essai de traction à 1200 °C dans l'air, Choi et al. [100] ont observé une réduction de 28% de la résistance ultime d'un matériau de SiC en réduisant la vitesse de chargement de 5 MPa/s à 0,005 MPa/s. De même, Ruggles-Wrenn et Braun [53] ont observé des réductions de résistances en traction de 37 et 49% à 1100 et 1200 °C respectivement avec un matériau d'oxydes en passant d'une vitesse de chargement de 25 MPa/s à une vitesse de 0,0025 MPa/s. Dans ce dernier cas, une relation contrainte-déformation non linéaire a été observée à vitesse de chargement faible, par opposition au comportement linéaire jusqu'à la rupture observé à vitesse de chargement élevée. On parle ici d'essais de traction qui peuvent durer quelques heures, à vitesse de chargement faible, au lieu d'une minute ou moins à vitesse élevée.

Choi et al. [100], de même que Ruggles-Wrenn et Braun [53], utilisent un modèle de fissuration sous-critique où la vitesse de propagation des fissures est proportionnelle au facteur d'intensité de contrainte élevé à une puissance  $n$ . Dans le cas d'une vitesse de chargement  $\dot{\sigma}$  constante, la contrainte à la rupture devient

$$\sigma_f = D(\dot{\sigma})^{1/(n+1)}, \quad (2.1)$$

où  $D$  est fonction des paramètres du matériau et de la géométrie de la fissure. Dans le cas d'une contrainte constante, le temps à la rupture est donné par

$$t_f = \left[ \frac{D^{n+1}}{n+1} \right] \sigma^{-n}. \quad (2.2)$$

Le paramètre  $n$  dans ces équations est une mesure de la susceptibilité du matériau en fissuration sous-critique. Lorsque  $n$  est très grand,  $D$  est égal à la résistance ultime du matériau et la durée de vie est infinie sous une contrainte plus faible que cette résistance ultime. Typiquement  $n \leq 20$  pour les matériaux à susceptibilité très élevée, comme les céramiques, et  $n > 50$  pour les matériaux à susceptibilité très faible [100]. Ruggles-Wrenn et Braun [53], ont observé  $n = 19$  à 1100 °C et  $n = 12$  à 1200 °C avec un matériau d'oxydes, tandis que Choi et al. [100] ont observé  $n = 20$  avec un matériau de SiC à 1200 °C, démontrant que les CMC sont donc susceptibles à la

fissuration sous-critique. Choi et al. ont affirmé que les CMC seraient même plus susceptibles que les céramiques monolithiques de composition similaire, telles que les carbures et les nitrures de silicium, qui typiquement démontrent  $n > 20$ . Les CMC seraient en fait plus susceptibles à cause de leur porosité et de leurs défauts qui exposent leurs constituants à l'environnement extérieur. En ajoutant un revêtement pour boucher les pores et en améliorant les propriétés de la matrice en oxydation, Choi et al. ont constaté que leur matériau de SiC s'est amélioré en fissuration sous-critique par rapport à des essais précédents [101], le paramètre  $n$  passant de 6 à 20.

Choi et al. [79] se sont penchés sur la fissuration sous-critique d'un CMC de SiC en cisaillement interlaminaires, sous une température de 1316 °C, en utilisant un échantillon à double entaille. Sous un chargement lent ou sous une contrainte faible, la rupture a été provoquée par la fissuration de la matrice, alors que sous un chargement plus rapide ou sous une contrainte plus élevée, la rupture impliquait la rupture de fibres en cisaillement.

## 2.5 Essais de composantes statiques de moteurs

De multiples essais ont été réalisés avec des composantes statiques de turbines à gaz faites de CMC, soit des pièces de chambres à combustion, des segments de carénage et des aubes de stator de turbine, de même que des pièces de conduits d'échappement. Ces essais ont été réalisés soit directement dans des moteurs, soit en environnement simulé.

### 2.5.1 Essais de chambres à combustion

À la NASA, Brewer et al. [102] ont mis à l'essai un système de combustion à deux chambres cylindriques dans le but de démontrer la durabilité structurelle d'un matériau CMC de SiC (Figure 2.8). Le matériau était fabriqué par Honeywell Advanced Composites, avec des fibres Sylramic et une matrice de SiC infiltrée de silicium liquide. L'essai a été réalisé dans un banc d'essai simulant des conditions de fonctionnement réelles, à température et pression typique d'un moteur aéronautique. Il a totalisé 205 heures de fonctionnement réparties sur une trentaine de cycles, pour la plupart séparés par une période de fonctionnement en régime intermédiaire. Un bris a été observé de façon répétitive sur tous les exemplaires de chambre à combustion testés, à une extrémité où un gradient thermique important était présent. Une fissure axiale s'est d'abord développée à travers l'extrémité froide, protégée des gaz de combustion par une pièce de

maintien, vraisemblablement sous l'effet de contraintes thermiques en tension. Puis, arrivée à la zone chaude exposée aux gaz de combustion, la fissure s'est réorientée dans la direction circonférentielle. Bien qu'ils aient reconnu l'importance du rôle du gradient thermique dans ce bris, les auteurs n'ont pas corrélé les fissures observées avec une analyse des contraintes.

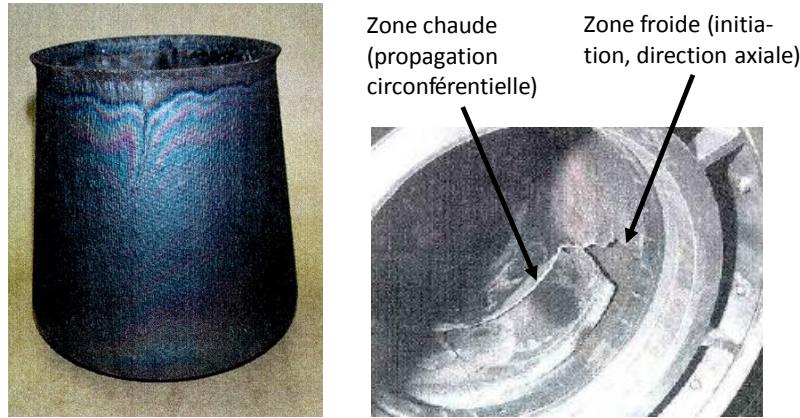


Figure 2.8: Chambre à combustion cylindrique de CMC de SiC testée à la NASA [102]

Plus récemment, au United Technologies Research Center (UTRC), affilié à Pratt & Whitney, Bhatia et al. [3] ont testé une chambre à combustion à flux inversé faite du même type de CMC de SiC, cette fois fabriqué par Goodrich Corporation avec des fibres Tyranno SA (Figure 2.9). L'essai s'est déroulé pendant 250 cycles, sous les conditions réelles d'un moteur d'hélicoptère. Les cycles oscillaient entre deux régimes de fonctionnement du moteur, soit le ralenti et la puissance maximale. Aucun dommage n'a été observé, mais les conditions de fonctionnement détaillées n'ont pas été publiées. Plus tôt au UTRC, en utilisant un matériau similaire fabriqué par Goodrich, mais avec des fibres Sylramic, Vedula et al. [20] avaient mis une chambre à combustion cylindrique à l'essai en environnement moteur, principalement dans le but de mesurer les bénéfices en termes de réduction des émissions, et n'avaient rapporté aucun dommage non plus. Le matériau CMC était alors soumis à des températures allant jusqu'à 1148 °C, par analyse.

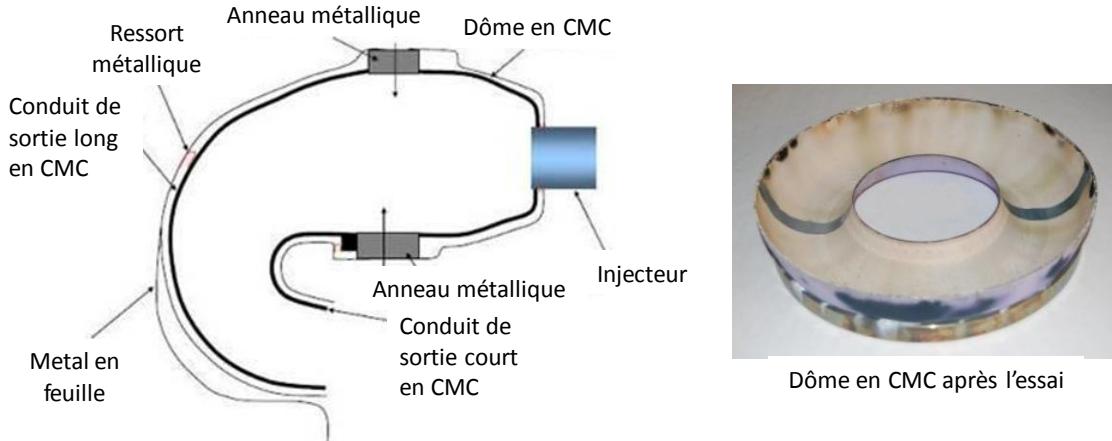


Figure 2.9: Chambre à combustion de CMC de SiC testée au UTRC [3]

Plusieurs chambres à combustion annulaires faites de CMC de SiC ont été testées par la compagnie Solar Turbines dans des turbines industrielles, avec différentes variantes de constituants, de procédés de fabrication et de revêtements [103]. Kimmel et al. [104] ont décrit l'état de la chambre ayant été soumise à l'essai le plus long, soit 15 000 heures de fonctionnement et 92 cycles avec arrêt complet, sous une température maximale de 1200 °C estimée en surface du matériau CMC. Une fissure circonférentielle a été observée à l'endroit le plus chaud du cylindre intérieur à partir de 2800 heures, puis deux fissures axiales qui ont finalement forcé l'arrêt de l'essai à 15 000 heures, tel que montré à la Figure 2.10. Ce cylindre intérieur avait été fabriqué par Goodrich avec un matériau à fibres Tyranno ZM et à matrice de SiC infiltrée de silicium liquide. Le cylindre extérieur avait aussi commencé à se fissurer dans la direction circonférentielle au moment de l'arrêt. Il avait été fabriqué de fibres Hi-Nicalon et d'une matrice de SiC synthétisée par infiltration chimique en phase vapeur par GE Power Systems Composites. Les résultats de l'inspection du cylindre intérieur aux endroits des fissures avant le test ont incité les auteurs à suggérer que le procédé de fabrication avait besoin d'amélioration, pour entre autres mieux infiltrer les fibres avec la matrice. Les auteurs ne font pas référence à l'état des contraintes à l'endroit des fissures. Les autres chambres à combustion à base de SiC testées par Solar Turbines ont démontré du dommage en oxydation, principalement [103].

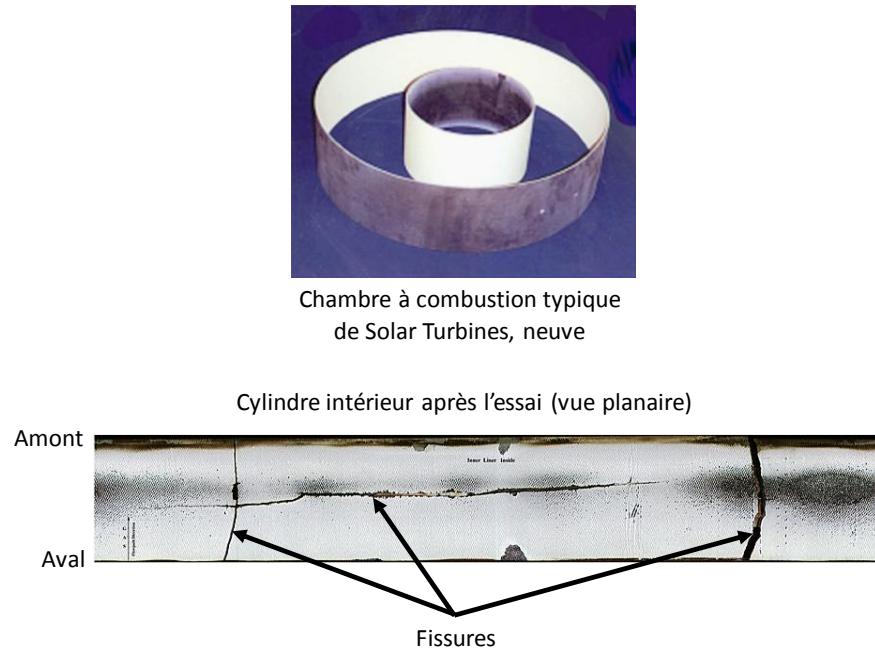


Figure 2.10: Chambre à combustion de CMC de SiC testée par Solar Turbines [103, 104]

Encore chez Solar Turbines, More et al. [105] ont rapporté l'essai d'une chambre à combustion faite d'un CMC d'oxydes pendant 25 000 heures et 109 cycles avec arrêts complets, sous une température maximale d'environ 1200 °C en surface du matériau. La chambre à combustion était fabriquée par COI Ceramics avec des fibres Nextel 720 et une matrice poreuse d'alumine. Une délamination des câbles de fibres a été observée de même qu'une cristallisation des fibres les unes avec les autres aux endroits où le revêtement extérieur s'était détérioré, sur le cylindre extérieur, tel que présenté à la Figure 2.11.

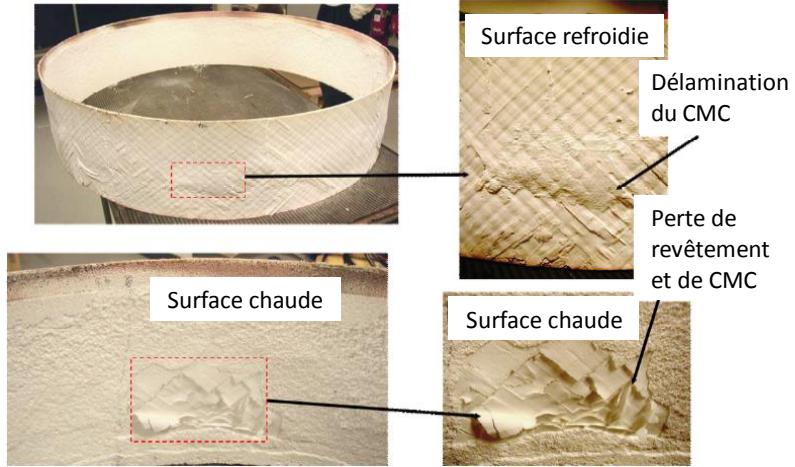


Figure 2.11: Cylindre extérieur d'une chambre à combustion de CMC d'oxydes testée par Solar Turbines [105]

Par ailleurs, des matériaux d'oxydes ont aussi été mis à l'essai par l'Air Force Research Laboratory, dans un banc d'essai de chambre à combustion circonférentielle à vortex pour des applications compactes [16, 106]. Les matériaux testés étaient faits de fibres Nextel 720 avec différentes compositions de matrices. La pièce de CMC, qui était une plaque plane découpée en forme d'anneau, était exposée à des températures plus élevées à son diamètre intérieur qu'à son diamètre extérieur. Les températures maximales atteintes étaient d'environ 1200 °C. Dans un premier cas, les contraintes compressives générées au diamètre intérieur ont résulté en des fissures à travers l'épaisseur du matériau après seulement un cycle, aux endroits où les fibres étaient orientées à  $\pm 45^\circ$ , avec une matrice d'aluminosilicate [16]. Ces fissures ont été expliquées par du fluage en compression à haute température suivi d'une rupture en tension lors du refroidissement. Avec une matrice d'alumine, moins susceptible de fluer aux températures de l'essai, aucune fissure n'a été observée. Dans un deuxième cas, des fissures interlaminaires ont été observées au diamètre intérieur, avec une matrice de mullite et d'alumine [106]. La composition exacte de la matrice et les niveaux de frittage résultants à haute température ont joué un rôle dans le niveau de délamination observé.

## 2.5.2 Essais de pièces de carénage de turbine

Chez GE, tel que rapporté en 2001 par Corman et al. [17], deux anneaux de carénages de pleine circonference faits de CMC ont été mis à l'essai dans un moteur industriel pendant plus de 900 heures, incluant plus de 24 cycles démarrage-arrêt, principalement dans le but d'évaluer la dégradation du matériau par oxydation (Figure 2.12). Des fissures de délamination ont été observées au bord de fuite des deux anneaux testés. Les températures atteintes étaient estimées à plus de 1000 °C. Le matériau était fait à base de SiC, avec une matrice infiltrée au silicium liquide. Récemment, GE a annoncé la mise en production imminente de segments de carénage dans le moteur aéronautique Leap, sans toutefois publier plus de détails sur les caractéristiques de ces pièces [1, 24].

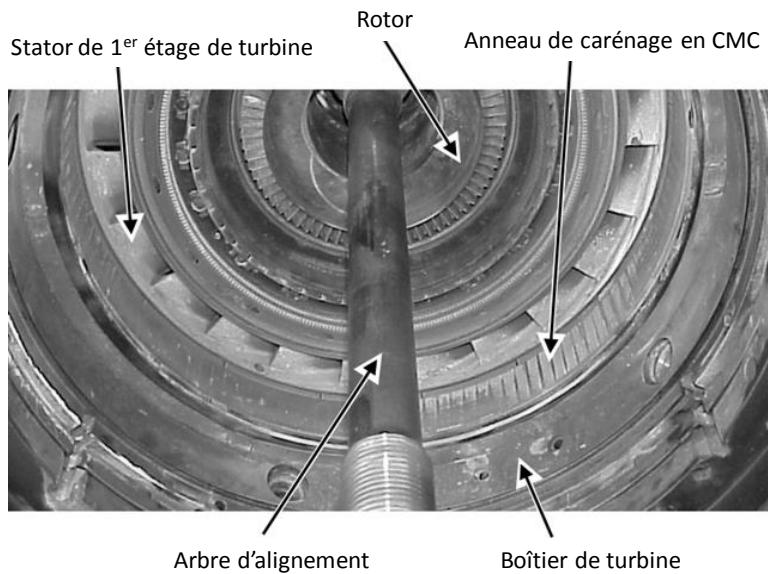


Figure 2.12: Anneau de carénage de turbine de CMC de SiC testé par GE dans un moteur industriel [17]

Pour éviter la délamination, chez IHI Corporation, Suzumura et al. [107] ont utilisé le tissage en trois dimensions pour fabriquer un segment de carénage (Figure 2.13). Le matériau utilisé était fait de fibres de SiC Tyranno ZMI et d'une matrice de SiC obtenue à la fois par infiltration chimique en phase vapeur et pyrolyse de polymère. Un revêtement de mullite a été appliqué du

côté chauffé. La pièce a été soumise à 500 cycles dans un banc d'essai sous chauffage à la torche et refroidissement actif avec de l'air à l'arrière. Les températures atteintes étaient d'environ 1400 °C sur la surface chauffée du revêtement et 900 °C sur la surface refroidie. Aucun dommage important n'a été rapporté, mis à part la fissuration du revêtement et son décollement aux bords de la pièce.

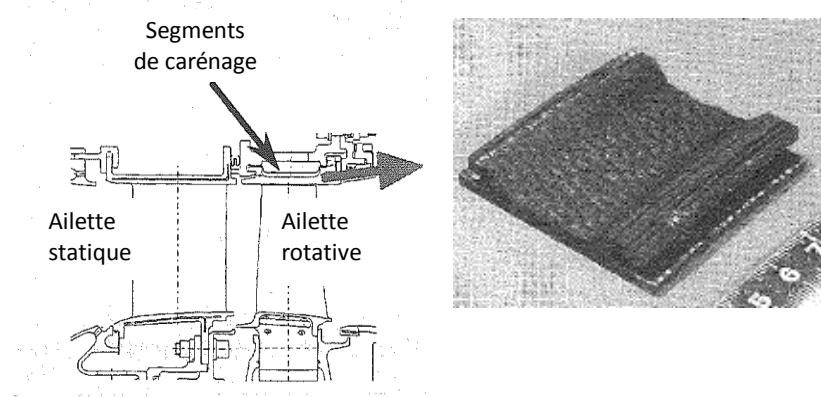


Figure 2.13: Segment de carénage de turbine de CMC de SiC testé en laboratoire par IHI Corporation [107]

### 2.5.3 Essais d'aubes de stators

À la NASA, Verrilli et al. [108] ont soumis des aubes de stators faites de CMC de SiC à deux types d'essais sous chauffage par une torche, le premier en appliquant un chauffage continu de 50 heures, le deuxième en appliquant 102 cycles de chauffage, avec 45 secondes à température maximale à chaque cycle (Figure 2.14). Le matériau testé était composé de fibres Sylramic et d'une matrice infiltrée au silicium liquide. La flamme était appliquée de façon continue pour les deux essais, mais en variant la température des gaz de façon à définir des cycles thermiques pour le deuxième essai, en contrôlant le ratio de carburant. La température en surface du revêtement de l'aube a atteint 1170 °C lors du premier essai. Pour le deuxième essai, elle a été augmentée de façon incrémentale à chaque cycle pour atteindre 1320 °C au centième cycle. L'aube était refroidie de l'intérieur avec un débit d'air et comportait des trous de refroidissement à l'intrados, près du bord de fuite. Du dommage en délamination a été observé à la suite de l'essai de

50 heures, mais ce dommage a été attribué à la vaporisation d'eau à l'intérieur du matériau, à la suite d'une contamination accidentelle. Aucun dommage n'a été observé après l'essai de 102 cycles. Les aubes ainsi testées ont démontré une réduction importante de leur résistance lors d'essais de pressurisation subséquents [109], ce qui pouvait laisser présager un affaiblissement du matériau par fissuration interlaminaire au bord d'attaque. L'essai thermique résultait en des contraintes interlaminaires élevées au bord d'attaque, par analyse, tout comme l'essai de pressurisation qui plaçait le bord d'attaque en flexion sous l'effet de l'effort de séparation de l'intrados et de l'extrados de l'aube. La Figure 2.15 montre la délamination observée au bord d'attaque d'une aube soumise à l'essai de pressurisation.

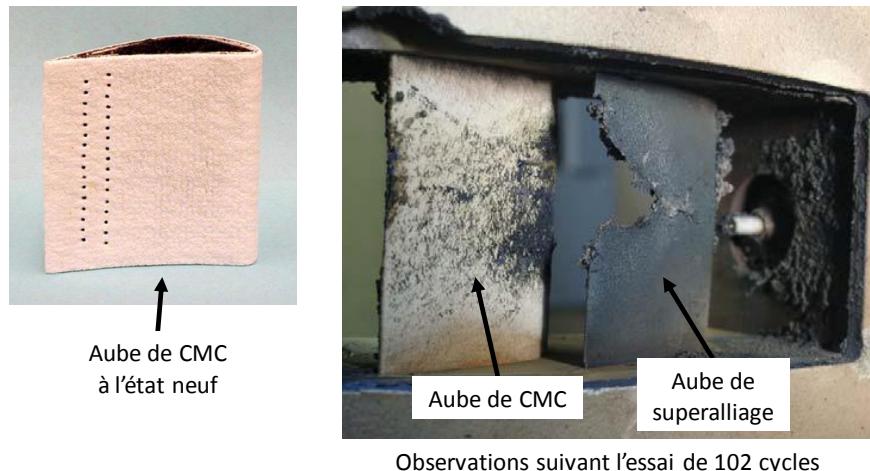


Figure 2.14: Aube de stator de turbine de CMC de SiC testée en laboratoire à la NASA [108]



Figure 2.15: Délamination au bord d'attaque d'une aube de stator de turbine suivant un essai de pressurisation à la NASA [109]

Aussi à la NASA, Hatton et al. [110] ont testé un bord d'attaque d'aube de stator fabriqué par Honeywell Advanced Composites avec des fibres Hi-Nicalon et une matrice de SiC obtenue par infiltration chimique en phase vapeur. Cette fois, la pièce de CMC a été intégrée à une aube métallique en tant qu'élément de protection du bord d'attaque. L'essai s'est déroulé sous une flamme avec une température de gaz variant de façon cyclique entre 540 et 1370 °C pendant 200 cycles, chaque cycle comportant deux minutes à haute température. L'aube était refroidie de l'intérieur sur sa surface métallique, le matériau CMC n'étant pas directement refroidi parce qu'il était situé à l'extérieur de la paroi métallique. La température atteinte en surface du matériau CMC était d'environ 1150 °C. Aucun dommage n'a été observé, même si aucun revêtement n'avait été appliqué sur la pièce de CMC.

Différentes configurations d'aubes de stators ont été développées par IHI Corporation [111-113]. Récemment, une aube de CMC de SiC a été soumise à un essai thermique en environnement de produits de combustion (Figure 2.16). Après l'avoir exposée à des gaz à 1700 °C dans une cascade de turbine, on a soudainement coupé l'alimentation de carburant pour générer des contraintes en régime transitoire [112]. Aucun dommage n'a été observé toutefois. Par ailleurs, différentes configurations de refroidissement ont été mises à l'essai dans le même banc d'essai, afin de vérifier la validité de modèles de transfert de chaleur dans des aubes de CMC [113]. Les températures atteintes par ces aubes de stator pendant les essais n'ont pas été publiées. Différentes façons de fabriquer des segments de stators incluant les aubes et les murs aux

extrémités ont été élaborées, incluant l'utilisation de tissages quasi-3D et l'assemblage des sous-éléments par couture [111].

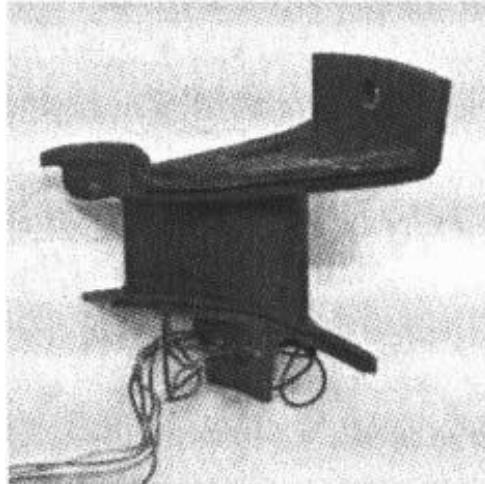


Figure 2.16: Aube de stator de turbine de CMC de SiC testée en laboratoire par IHI Corporation [112]

#### 2.5.4 Essais de pièces d'échappement

Différents CMC de SiC fabriqués par Snecma Propulsion Solide ont trouvé des applications dans des moteurs d'avions de chasse [22]. Des volets d'échappement faits de fibres de carbone et une matrice de SiC obtenue par infiltration chimique en phase vapeur ont été mis en production. Ces volets fonctionneraient sous des températures de moins de 700 °C. Des stabilisateurs de flamme faits d'un matériau à base de SiC ont par ailleurs été mis à l'essai en laboratoire pour la chambre de postcombustion d'un moteur militaire. Dans le domaine commercial, un mélangeur d'échappement fait d'un autre matériau à base de SiC a été mis à l'essai pendant 700 cycles sur un moteur CFM56 de CFM International, principalement dans le but d'obtenir des réductions de poids.

Le développement d'un autre mélangeur d'échappement a été amorcé par la NASA et Rolls Royce pour le moteur AE3007 (Figure 2.17), en utilisant cette fois un matériau d'oxydes de COI Ceramics, composé de fibres Nextel 610 et d'une matrice d'aluminosilicate [21]. Le développement a atteint l'étape des essais de vibration à haute température.



Figure 2.17: Mélangeur d'échappement de CMC d'oxydes développé par la NASA et Rolls Royce [21]

## 2.6 Conclusion

L'utilisation des matériaux CMC présente des avantages indéniables pour améliorer les performances des turbines à gaz, grâce à leur résistance à haute température et à leur ténacité. C'est pourquoi plusieurs essais ont été réalisés durant les deux dernières décennies avec des composantes statiques faites de CMC en conditions réelles par différentes institutions de recherche et différents constructeurs de moteurs. Durant la même période, les matériaux les plus souvent utilisés, c'est-à-dire les matériaux d'oxydes et les matériaux à base de SiC, ont été caractérisés en laboratoire à l'aide d'essais de durabilité, principalement en fatigue et en fluage.

Cependant, les essais en environnement moteur publiés à ce jour relèvent beaucoup plus de la démonstration de concept et de la qualification de pièces que de la caractérisation des matériaux en durabilité. Les modes de détérioration et de rupture observés sur les composantes ne sont pas clairement corrélés avec des données d'essais de durabilité en laboratoire. De plus, la plupart des essais en laboratoire, jusqu'à maintenant, ont été réalisés sous chargement contrôlé, principalement en tension, mode de chargement classique d'une aube rotative. Peu d'essais ont été réalisés pour permettre d'estimer la durée de vie de composantes statiques dont le chargement

est dicté par les gradients de température et par le confinement des déplacements dans l'espace. Dans les composantes statiques, les points vulnérables sont souvent soumis à des contraintes compressives à haute température, et ces contraintes peuvent diminuer avec l'accumulation de dommage, ce qui n'a pas été reproduit clairement en laboratoire.

Cette rareté de données de durabilité pour l'application visée ouvre la porte à des initiatives de recherche intéressantes. Pour pouvoir prédire la durée de vie des matériaux CMC dans des pièces statiques de turbines à gaz, dans le contexte des contraintes thermiques cycliques et évolutives qui leur sont propres, il est nécessaire d'élargir le spectre des essais de durabilité en laboratoire. La base de savoir et les techniques d'essais mises au jour dans la présente revue de littérature pourront servir à évaluer les résultats de la présente recherche, qui vise le développement d'un nouveau type d'essai.

## CHAPITRE 3 DÉMARCHE DE RECHERCHE

### 3.1 Objectifs et hypothèses de départ

L'objectif général de ce projet de recherche, tel qu'établi au départ, était de « développer une procédure de prédiction des mécanismes d'endommagement d'un matériau CMC soumis à des contraintes thermiques cycliques, sous des variations de température typiquement observées dans une pièce statique de turbine à gaz ». Plus spécifiquement, le projet a été orienté vers une application de panneau de chambre à combustion. Cet objectif général a été décomposé en trois objectifs spécifiques.

Le premier objectif spécifique était de développer une procédure d'essai en laboratoire représentative de l'application visée. Dès le début du projet, l'hypothèse a été faite qu'en chauffant par radiation sur une face un échantillon contraint dans une structure quasi-rigide, il serait possible d'atteindre des niveaux de contraintes thermiques représentatifs. Des itérations ont été menées sur la façon de contraindre l'échantillon avant d'en arriver au concept final présenté au chapitre suivant, tout en retenant le concept de chauffage par radiation sur une face.

Le deuxième objectif spécifique était d'identifier les mécanismes d'endommagement d'un CMC dans une pièce statique de turbine à gaz. De façon générale, il apparaissait nécessaire de vérifier l'hypothèse selon laquelle, sous le chargement visé, la fissuration du matériau serait telle que les constituants internes du matériau seraient rapidement exposés à l'environnement extérieur. Plus particulièrement, les matériaux CMC à base de SiC sont sensibles à l'oxydation de leurs constituants, comme discuté précédemment, ce qui souligne l'importance de cette question. Par ailleurs, il a été suggéré que bien qu'un matériau puisse être endommagé à sa surface chauffée, le niveau de dommage pourrait se stabiliser suivant la diminution des contraintes, permettant ainsi à une pièce de continuer de remplir sa fonction en présence de dommage. Une telle stabilisation du dommage en surface d'échantillons de CMC n'avait pas été observée en laboratoire jusqu'à ce jour, d'après la précédente revue de littérature. Finalement, une augmentation de la température à la surface chauffée était envisagée à la suite d'une délamination potentielle du matériau.

Le troisième et dernier objectif spécifique consistait à déterminer l'impact du niveau de la contrainte maximale sur les mécanismes d'endommagement. Différentes hypothèses ont été formulées sur le possible impact de la contrainte initiale, impliquant le fluage à haute température

sous contrainte modérée, de même que la fissuration longitudinale, la délamination et le flambement des fibres sous haute contrainte. Les conditions des essais réalisés au CNRC ont été sélectionnées dans le but d'observer cet impact de la contrainte, en plus de l'impact des niveaux de température atteints. Il fallait aussi vérifier si les contraintes transitoires dans le matériau, soit lors du chauffage ou lors du refroidissement, pourraient causer du dommage.

En somme, le projet consistait à développer une procédure expérimentale qui allait permettre d'identifier et d'observer les particularités du comportement des matériaux CMC dans une pièce statique de turbine à gaz, plus spécifiquement dans un panneau de chambre à combustion, en fonction des conditions d'utilisation. Un retour sur ces objectifs et hypothèses de départ sera effectué au Chapitre 6, dans le cadre de la discussion générale de la procédure développée.

## 3.2 Méthodologie

### 3.2.1 Choix du matériau CMC

Le matériau utilisé pour les essais réalisés au cours de cette recherche a été fourni par Pratt & Whitney Canada (P&WC), sous forme de plaques carrées de 12 pouces de côté. Connu sous l'appellation d'A-N720 et fabriqué par COI Ceramics, le matériau était composé de fibres Nextel 720 et d'une matrice d'alumine poreuse, sans matériau d'interface. La configuration des fibres était un empilement de 12 couches de tissu de type satin dont l'axe principal suivait une orientation symétrique  $(0/90)_{3s}$ . L'épaisseur totale des plaques était de 2,8 mm. Une image de la microstructure du matériau à l'état neuf est présentée à la Figure 3.1, montrant une grande densité de fissures transversales dans la direction des fibres probablement causée par le procédé de fabrication.

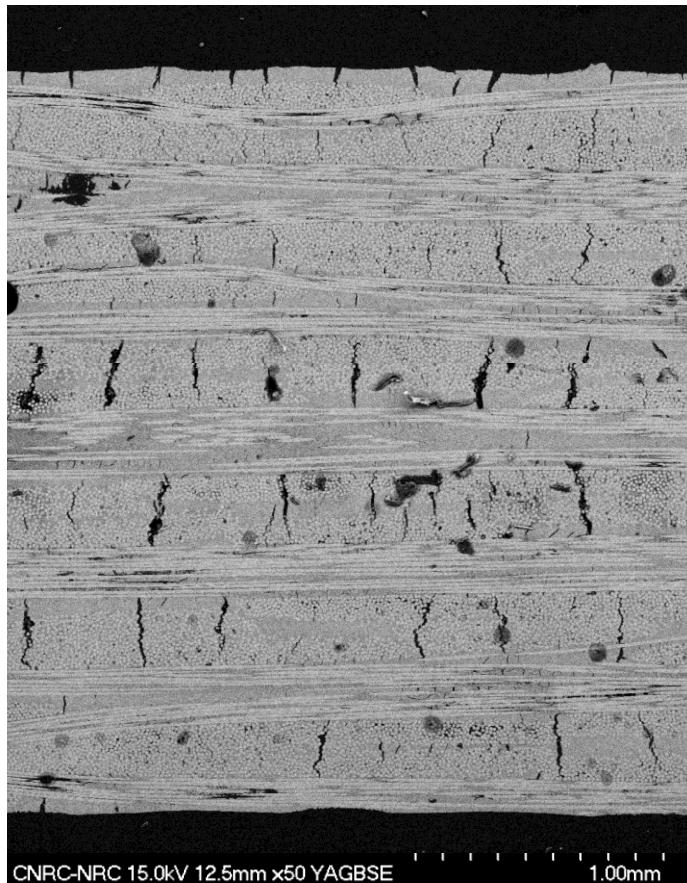


Figure 3.1: Vue en coupe du matériau A-N720 à l'état neuf par microscopie électronique à balayage

### 3.2.2 Analyse de panneaux de chambre à combustion faits de CMC

Premièrement, pour bien comprendre l'application visée, des analyses thermomécaniques de différents panneaux de chambre à combustion faits du matériau A-N720 ont été réalisées, sous des conditions typiques d'une turbine à gaz aéronautique moderne. Au Chapitre 4, le premier article montre les principaux résultats de ces analyses, en se concentrant sur les contraintes prédictes au centre des panneaux. Des contraintes de flexion ont été prédictes au centre des panneaux dans les deux directions principales, plaçant la surface chauffée en compression à haute température.

Ces contraintes étaient principalement dues au gradient de température à travers l'épaisseur du matériau. Ce gradient tend à forcer un changement de courbure dans les deux directions

principales du panneau. Un changement de courbure requis pour annuler les contraintes dans une direction est généralement incompatible avec la courbure déjà présente ou requise dans l'autre direction, ce qui cause inévitablement des contraintes en flexion, même si le panneau dans son ensemble est laissé libre de se déformer. Ce comportement a été observé même sous un chauffage et un refroidissement uniformes, sans gradient de température le long de la surface chauffée.

Il a été décidé de reproduire ce mode de chargement en flexion en laboratoire, même si d'autres types de chargement pouvaient être présents dans un panneau de chambre à combustion, notamment aux bords. Considérant que la géométrie, les modes d'attachement et les températures aux bords des panneaux pourraient varier grandement d'une chambre à combustion à une autre, les efforts ont été dirigés vers la simulation du centre des panneaux. Le mode de chargement simulé est susceptible d'être présent dans la plupart des chambres à combustion qui pourraient être conçues avec des matériaux CMC.

### **3.2.3 Essais préliminaires sous chauffage par infrarouge**

Le moyen de chauffage sélectionné au départ était une lampe à infrarouge munie d'un réflecteur de forme parabolique pour faire converger la radiation sur une ligne, tel que décrit au Chapitre 4 dans le premier article. Cette lampe était alimentée par une puissance électrique d'environ 2000 W. Comme la puissance requise pour chauffer l'échantillon de matériau A-N720 était estimée à 600 W, il était raisonnable de penser que cette lampe aurait une puissance suffisante pour réaliser tous les essais. Par contre, les essais préliminaires réalisés à l'École Polytechnique ont démontré qu'une fraction d'environ 10% seulement de la puissance électrique consommée, soit 200 W, était absorbée en chaleur par l'échantillon lorsque celui-ci était peint avec un revêtement noir absorbant. Ceci résultait en une température d'échantillon d'environ 1200 °C à la surface chauffée, mais en l'absence de refroidissement par convection forcée à l'endos de l'échantillon. Différents essais ont été réalisés pour maximiser la température en surface chauffée, notamment avec une isolation en tissu de fibres de céramique à l'endos de l'échantillon, ce qui a permis d'atteindre environ 1270 °C. L'utilisation de deux lampes totalisant 4000 W de puissance électrique a aussi été essayée, en plaçant les deux lampes de façon symétrique chacune à un angle de 60° par rapport à la surface de l'échantillon. Par contre, cet angle d'incidence, requis pour permettre l'assemblage des deux lampes, faisait en sorte de diminuer la chaleur absorbée par l'échantillon de moitié, produisant le même résultat qu'une seule lampe placée à un

angle de 90°. Il a donc été conclu qu'une autre source de chaleur devait être considérée, aucune lampe de plus de 2000 W n'étant disponible commercialement.

Des essais préliminaires ont néanmoins été réalisés à l'École Polytechnique en utilisant cette lampe, afin de démontrer la validité du concept de l'expérience. Ces essais ont permis de :

- Développer une compréhension des pertes de chaleur de l'échantillon vers l'ambiance par convection et par radiation,
- Tester le système de refroidissement de la face arrière par convection forcée,
- Tester le système de maintien de l'échantillon par des mâchoires métalliques refroidies, de même que le système de mesure de la force de réaction et la procédure d'application du pré-chargement,
- Définir la géométrie de l'échantillon de façon à obtenir des contraintes réalistes aux températures visées, par rapport aux propriétés du matériau à tester.

Un modèle analytique a été monté pour reproduire les résultats de ces essais préliminaires, en ajustant les paramètres de transfert de chaleur, tel que présenté dans le premier article. Ensuite, ce modèle a été utilisé pour prédire les températures et les contraintes qui seraient atteintes avec une plus grande puissance de chauffage. Suivant cette analyse, il a été déterminé qu'une puissance de chauffage de 560 W devait être absorbée par l'échantillon, en présence de refroidissement de la face arrière, pour permettre d'atteindre la température maximale cible et de reproduire l'application visée de panneau de chambre à combustion.

### **3.2.4 Essais finaux sous chauffage par laser**

Deux options de système de chauffage ont été considérées en remplacement de la lampe à infrarouge, soit l'installation d'une torche acétylène-oxygène dans les locaux de l'École Polytechnique et le laser haute puissance disponible aux installations du CNRC à Boucherville. Bien que le chauffage à la torche soit plus représentatif d'un environnement de moteur, le système laser a été sélectionné, considérant différents aspects comme la précision et la répétabilité du chauffage, la facilité de contrôle et le temps de développement du système, incluant l'instrumentation de mesure de la température. Il va sans dire que le niveau de

développement du système laser du CNRC, comparativement à un système de torche qui devait être mis en place à partir de rien, a grandement influencé la décision.

Le montage expérimental a donc été transféré au CNRC. Tel que décrit au Chapitre 5 dans le deuxième article, le faisceau laser de section circulaire a été modifié à l'aide d'une lentille semi-cylindrique afin de reproduire le mieux possible la radiation produite par la lampe infrarouge sur une surface rectangulaire de l'échantillon. Le système de mesure de température par caméra infrarouge et pyrométrie déjà en place au CNRC a été utilisé, plutôt que les thermocouples utilisés lors des essais préliminaires, suivant un exercice de calibration aussi décrit au Chapitre 5. Ceci a permis une mesure de température pendant tout l'essai, même en présence de dommage important sur l'échantillon, ce qui n'aurait pas pu être possible avec des thermocouples. De plus, la pression de l'air fourni au système de refroidissement de la face arrière de l'échantillon était régulée par un contrôleur de pression électronique déjà en place au CNRC.

Des essais ont été menés sur le matériau A-N720 avec l'objectif principal de tester la procédure expérimentale développée. Les conditions d'essais ont été sélectionnées afin de permettre l'observation de différents modes de détérioration et d'en dresser une carte en fonction de la température et de la contrainte appliquées. Différents essais ont d'abord été réalisés pour ajuster la position de la lentille semi-cylindrique du laser de façon à obtenir une distribution de température adéquate dans la plupart des conditions d'essai désirées, sous différentes intensités de refroidissement de la face arrière. Puis, des courbes de température en fonction des paramètres de chauffage et de refroidissement ont pu être obtenues, avant de commencer les essais finaux. Des essais préliminaires ont été menés avec des échantillons de qualité inférieure obtenus directement par découpage au jet d'eau. Les essais finaux présentés au Chapitre 5, au nombre de sept, ont été menés avec des échantillons finis avec une étape additionnelle de meulage des bords découpés.

## **CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : AN EXPERIMENTAL APPARATUS AND PROCEDURE FOR THE SIMULATION OF THERMAL STRESSES IN GAS TURBINE COMBUSTION CHAMBER PANELS MADE OF CERAMIC MATRIX COMPOSITES**

Article soumis à la revue avec comité de lecture « Journal of Engineering for Gas Turbines and Power » de l'American Society of Mechanical Engineers le 1<sup>er</sup> novembre 2016

Auteurs : Larry Lebel, Sylvain Turenne, Rachid Boukhili

### **Abstract**

This paper presents an experimental procedure developed to simulate the behavior of ceramic matrix composites (CMCs) under the cyclic thermal stresses of a gas turbine combustion chamber. An experimental apparatus was assembled that produces a temperature gradient across the thickness of a CMC specimen while holding the specimen at its two extremities, which simulates the bending stress that would be observed at the center of a combustor panel. Preliminary validation tests were performed in which A-N720 oxide-oxide CMC specimens were heated to a surface temperature of up to 1,160 °C using an infrared heater, which allowed for the calibration of heat losses and material thermal conductivity. The specimen test conditions were compared with predicted conditions in generic annular combustor panels made of the same material. Provided that a more powerful heat source is made available to reach sufficiently high temperatures and through-thickness temperature gradients simultaneously, the proposed experiment promises to allow laboratory observation of representative deterioration modes of a CMC inside an actual combustion chamber.

### **4.1 Introduction**

With the goal of improving the fuel efficiency and environmental friendliness of aircraft, engine manufacturers are developing ceramic materials and incorporating them into their high-temperature components [5, 7]. In combustors, materials such as ceramic matrix composites (CMCs), which withstand higher temperature than superalloys, allow for the reduction of the emissions of air pollutants such as NO<sub>x</sub> gases. Requiring less cooling airflow than current metal alloys, CMCs enable better optimization of the combustion chamber reaction and flow without

sacrificing operability and durability. For example, Bhatia et al. [3] measured, using a helicopter engine combustor constructed from CMC, reductions of 30% of NO<sub>x</sub> gases at high power and 20% of CO at low power relative to the levels achieved by the metallic combustor that they replaced.

Over the past 15 years, aircraft engine manufacturers and research centers have conducted many demonstration tests of combustion chambers constructed from CMCs [3, 102, 104, 105]. Various CMC combustor components have been tested in engines or in simulated environments to demonstrate material durability. Brewer et al. [102] tested a combustion system composed of two cylindrical chambers and observed through-thickness cracking initiating in a temperature gradient area. They observed axial cracks initiating at a cooler extremity and developing into circumferential cracks in the hot zone. Various annular combustion chambers were tested by Solar Turbines, at least one of which showed circumferential cracks at both inner and outer liners [104], while another showed interlaminar damage [105].

However, although deterioration modes have been reported and described in the literature, their correlation with component stress and temperature fields was not clearly established. In combustor applications, materials are typically subjected to large temperature gradients both through their thickness and along their main surfaces. The nature of the resulting thermal stress distributions may vary significantly depending on the combustor configuration and the accumulated damage. A relatively small amount of data is available for predicting the life and reliability of CMCs in such high-temperature static components.

Multiple durability characterization tests in the laboratory have been conducted under controlled tensile loading, including high-temperature tensile fatigue [81, 85] and tensile creep [48, 53], which is typical of rotating components. Thermomechanical fatigue tests have also been reported for both in-phase and out-of-phase types of temperature cycling and again under tensile-type loading [12]. Durability under interlaminar-type loading was also investigated [114]. In static components such as combustors, thermal stresses of the compressive type can arise at various locations, especially in hot spots. Certain CMC properties have been determined under compression, for example in creep [41]. However, applicability to a static component subjected to a cyclic thermal load, for which stress is likely to evolve with damage accumulation, remains unknown.

With the general goal of understanding the deterioration modes and predicting the durability of a CMC in a combustor application, a simplified laboratory experiment subjecting the material to conditions similar to engine conditions was developed. The proposed procedure and test configuration attempt to match the cyclic thermal stress and temperature variations predicted in a combustor panel. Before describing the developed experiment, this paper presents the design and analysis of potential CMC combustor panels, in section 4.2, to understand the relevant temperature and stress fields. Then, in section 4.3, it summarizes the design of the experiment and its validation using an infrared lamp as the heat source, comparing the stresses and temperatures generated in the laboratory with the estimated engine conditions.

## 4.2 Combustor Panel Design and Analysis

### 4.2.1 Combustor design, material and geometry

A simplified generic combustion chamber was designed for this work using the A-N720 CMC material from COI Ceramics, which is composed of an alumina matrix and Nextel<sup>TM</sup> 720 fibers. An annular straight-flow combustor configuration was selected, in which discrete CMC panels, cooled from the back side by impingement, act as heat shields to protect a supporting metallic shell as shown in Figure 4.1. The latter CMC panels were analyzed using available public literature parameters, and design parameters were adjusted to meet the A-N720 maximum use temperature of 1,200 °C [115].

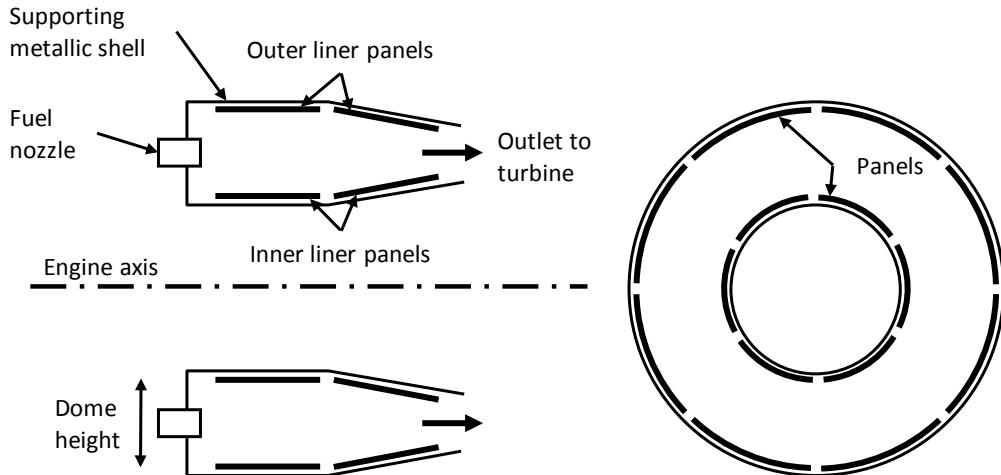


Figure 4.1: Annular straight-flow combustor

Per Figure 4.1, the curved CMC panels were exposed to combustion gases either on their concave or convex side, depending on whether they were part of the outer or inner liner, respectively. In this study, the panel cone angles were set to zero, i.e., the panels had a constant radius from the upstream edge to the downstream edge. The outer liner panels had a radius of 197 mm, and each covered 45° of the circumference, whereas the inner liner panels had a radius of 146 mm, each covering 60° of the circumference. This configuration resulted in a similar panel arc length of approximately 154 mm for both outer and inner liner panels, but with different radii. Full 360° ducts were also analyzed for reference. The width of the panels and ducts was set to 76 mm along the engine axis. No potential rails or fastening features were added to the design, as free-floating panels and ducts were assumed.

The CMC material properties assumed in this combustor study were the same as those in the specimen test validation exercise that will be discussed later and are presented in Table 4.1. The total thickness of the material was 2.74 mm. The material was approximated to be free of damage, elastic, and isotropic. Details of the composite layup were ignored in the analysis. Orthotropic thermal conductivity was used, with the through-thickness conductivity adjusted per calibration against specimen temperature measurements to be presented later.

Table 4.1: Properties of the A-N720 oxide-oxide CMC used in panel analysis

Property	Value	Source
Density	2.73 g/cm <sup>3</sup>	COI Ceramics [115]
Young's modulus (isotropic)	70 GPa	COI Ceramics [115]
Poisson's ratio	0.3	Guess
Coefficient of thermal expansion (isotropic)	6.0 x 10 <sup>-6</sup> /°C	COI Ceramics [115]
Conductivity (orthotropic)		
In-plane	3 W/(m·K)	Van Roode et al. [116]
Through-thickness	1.8 W/(m·K)	Calibration against specimen temperature measurements (current work)
Specific heat		
25 °C	753 J/(kg·K)	Alpha (corundum) alumina [117]
727 °C	1,216 J/(kg·K)	
1,327 °C	1,255 J/(kg·K)	
Ultimate strength		
Tensile, in-plane		
1,200 °C	181 MPa	Ruggles-Wrenn and Braun [53]
1,330 °C	120 MPa	Ruggles-Wrenn and Braun [53]
Shear, interlaminar		
1,200 °C	8.25 MPa	Ruggles-Wrenn and Laffey [52]

To reduce the CMC temperature on the hot side, the material manufacturer proposes the addition of a thermal barrier made of highly porous alumina or a *Friable Graded Insulation (FGI)* [115]. Such a thermal barrier was added on the hot side of the current combustor panel model, as shown in Figure 4.2, with a thickness of 1.14 mm. As the conductivity of this insulating material could be tailored by adjusting its porosity, half of the thermal conductivity of the CMC base material, or 0.9 W/(m·K), was selected as a realistic target. The stiffness of this thermal barrier was considered negligible in the stress analysis.

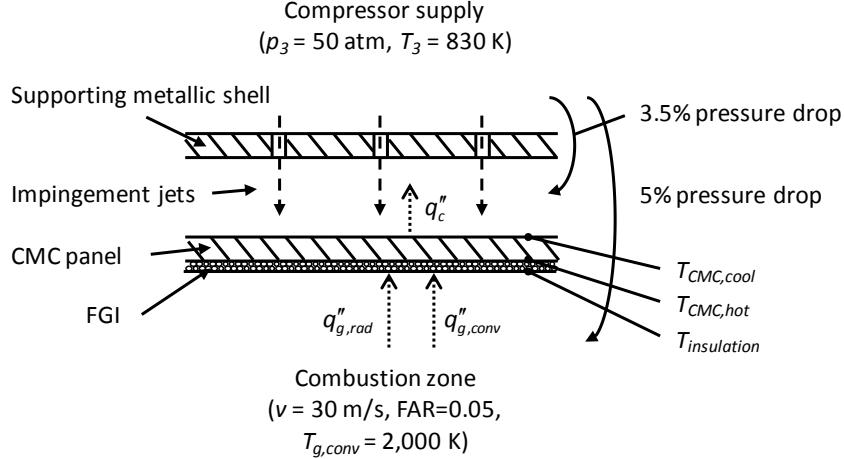


Figure 4.2: Combustor panel assembly with assumed generic boundary conditions

For CMC panel back-side cooling, as shown in Figure 4.2, a generic engine was assumed in which the compressor supplied air to the combustor impingement holes at a pressure of 50 atm (which is typical of a modern engine, per Lefebvre [118]). A resulting supply temperature of 830 K was calculated while assuming 90% compressor efficiency relative to isentropic compression and typical inlet conditions on the ground of 1 atm and 21 °C. A 5% pressure drop was assumed to exist across the combustor assembly, as shown in Figure 4.2, from compressor outlet pressure to combustion chamber pressure; 70% of this pressure drop occurred across the holes of the supporting shell. The impingement hole diameter was set to 0.635 mm, and the ratio of impingement length to hole diameter was set to 4, thus fixing the distance between the supporting shell and the protecting panel to 2.54 mm. Each hole was positioned to cover a square panel region measuring 12.7 mm x 12.7 mm. Radiation heat transfer from the panel cool surface to the supporting shell was neglected.

On the hot side, both the convection and the radiation heat loads were accounted for. Combustion of Jet-A fuel was assumed under a fuel-air ratio (FAR) of 0.05, leading to an adiabatic flame temperature of 2,300 K from thermodynamic equilibrium [119]. The modeled panels were assumed to be located in the secondary combustion zone, where dilution airflow was already introduced, which justified the use of a radiation FAR slightly lower than the Jet-A stoichiometric ratio of 0.0678. For convection, a typical combustion chamber axial velocity of

30 m/s was assumed, as suggested in [119], and the hydraulic diameter, equal to the combustor dome height for an annular combustor, was set to 50.8 mm. The near-wall convection temperature  $T_{g,conv}$  was assumed to be equal to the average turbine inlet temperature. This value appeared reasonable under the assumption that unmixed air would be present close to the combustor walls and would act as a protection against the flame temperature. Using a benchmarking chart shown by Lefebvre [118], this turbine inlet temperature (and thus  $T_{g,conv}$ ) was estimated to be 2,000 K.

#### 4.2.2 Panel 1D heat transfer

A simple 1D heat transfer model of the CMC panels was constructed with convection and radiation heat loads from combustion products on one side and convective cooling on the other side. Boundary conditions were established using well-known equations and the design parameters and assumptions presented above. The resulting radiation heat fluxes and convection parameters were then mapped onto the 3D geometry in Ansys Workbench to conduct the stress analysis, which will be presented in the next section.

Hot-side convection was modeled using the Dittus-Boelter relation for heat transfer in a pipe [120]

$$\text{Nu}_D = 0.023 \text{Re}_D^{0.8} \text{Pr}^{0.4}, \quad (4.1)$$

using the axial velocity and hydraulic diameter given previously in the Reynolds number  $\text{Re}_D$  and Nusselt number  $\text{Nu}_D$ , with the Prandtl number  $\text{Pr}$  and other properties for air taken at the estimated near-wall temperature of 2,000 K. A convection heat transfer coefficient  $h_g$  of 970 W/(m<sup>2</sup>K) was calculated.

Hot-side radiation was modeled using equations from Lefebvre [118] for radiation from luminous gases. The radiation heat flux was given by

$$q''_{g,rad} = 0.5\sigma(1 + \varepsilon_w)(\varepsilon_g T_{g,rad}^4 - \alpha_g T_{insulation}^4) \quad (4.2)$$

where  $\sigma$  is the Stefan-Boltzmann constant,  $\varepsilon_w$  is the wall (material) emissivity, estimated here to be 0.8,  $\varepsilon_g$  and  $\alpha_g$  are the gas emissivity and absorptivity, respectively (given next),  $T_{g,rad}$  is the gas

temperature of 2,300 K, and  $T_{insulation}$  is the unknown temperature of the panel insulation surface exposed to the gas. The gas emissivity was given by

$$\varepsilon_g = 1 - e^{-290 p_g L (\text{FAR} \cdot l_b)^{0.5} T_{g,rad}^{-1.5}} \quad (4.3)$$

where  $p_g$  is the gas pressure in kPa,  $L$  is the gas luminosity,  $l_b$  is the radiation beam length in meters, approximated here to be equal to the dome height (similar to [118]), and  $T_{g,rad}$  is measured in K. The luminosity was estimated by  $L = 0.0336/C_H^2$ , where  $C_H$  is the mass fraction of hydrogen in the fuel [118]. For Jet-A fuel, which has an H-C ratio of 1.94, the calculated  $L$  was 1.73, and  $\varepsilon_g$  was 0.69. Finally, the gas absorptivity was estimated by

$$\alpha_g = \varepsilon_g \left( \frac{T_{g,rad}}{T_{insulation}} \right)^{1.5}. \quad (4.4)$$

Cool-side impingement cooling was estimated using Goldstein's perpendicular single jet correlation [121],

$$\text{Nu}_D / \text{Re}_D^{0.7} = 0.159 e^{-0.37(r/d)^{0.75}}, \quad (4.5)$$

where the jet Reynolds number was estimated using the 3.5% pressure drop across the holes and a discharge coefficient of 0.9. In this equation,  $r$  is the distance on the panel from the impingement center point. Integration of this equation was performed over the 12.7 mm square surface that is cooled by each jet, leading to an average heat transfer coefficient  $h_c$  of 5,630 W/(m<sup>2</sup>K).

To model a combustion hot spot, which can occur frequently in combustors, a 38 mm x 76 mm zone was defined in the middle of the panels, where a higher hot-side heat load was applied. In this zone, the CMC temperature was allowed to exceed the 1,200 °C temperature limit, as back-side cooling was left unchanged. Again, a 1D heat transfer calculation was performed in this hot zone. On the hot side, the FAR was increased locally from 0.05 to 0.06, increasing the adiabatic flame temperature  $T_{g,rad}$  by 200 K. The convection temperature  $T_{g,conv}$  was increased by the same amount. A multiplication factor of 1.5 was applied to the convection heat transfer coefficient  $h_g$  to account for potential local increase in turbulence.

These assumptions were to some extent arbitrary but were nevertheless representative of conditions that could arise in a real engine. When designing a real combustor, many parameters, e.g., those related to panel cooling and combustion aerodynamics, may be adjusted to reach operating conditions similar to the ones computed here, at least at specific locations of the combustor. The goal of this analysis exercise was to obtain an estimation of what conditions the CMC may be exposed to in a real engine.

The calculated and assumed boundary conditions are listed in Table 4.2, along with the resulting wall temperatures at three locations: on top of the insulation layer ( $T_{insulation}$ ), at the CMC-insulation interface ( $T_{CMC,hot}$ ), and on the CMC cool side ( $T_{CMC,cool}$ ). The CMC hot-side temperature reached the 1,200 °C limit outside the hot spot and went up to 1,330 °C in the hot spot. The alumina insulation material stayed below the alumina melting point of 2,050 °C [117]. Interestingly, with the predicted surface temperatures approaching the near-wall convection gas temperature, the hot-side heat flux was dominated by radiation.

Table 4.2: Combustor panel 1D heat transfer model

Parameter	Outside hot zone	Hot zone
Hot-side radiation		
FAR	0.05	0.06
$T_{g,rad}$	2,300 K	2,500 K
$q''_{g,rad}$	334 kW/m <sup>2</sup>	410 kW/m <sup>2</sup>
Hot-side convection		
$T_{g,conv}$	2,000 K	2,200 K
$h_g$	970 W/(m <sup>2</sup> K)	1,450 W/(m <sup>2</sup> K)
$q''_{g,conv}$	44 kW/m <sup>2</sup>	43 kW/m <sup>2</sup>
Cool-side convection		
$T_c$	830 K	830 K
$h_c$	5,630 W/(m <sup>2</sup> K)	5,630 W/(m <sup>2</sup> K)
$q''_c$	378 kW/m <sup>2</sup>	453 kW/m <sup>2</sup>
Panel temperature		
$T_{insulation}$	1,680 °C	1,900 °C
$T_{CMC,hot}$	1,200 °C	1,330 °C
$T_{CMC,cool}$	620 °C	640 °C

Notably, this combustor panel design relies largely on the durability of the proposed thermal barrier. If the insulation layer were lost, the CMC surface temperature would reach 1,560 and

1,800 °C outside and inside the hot spot, respectively (Table 4.3). Temperatures would remain much lower than the alumina matrix melting point (2,050 °C) but would rise as high as the Nextel 720 fiber melting point of 1,800 °C [55].

Table 4.3: Combustor panel 1D heat transfer model with no insulation

Parameter	Outside hot zone	Hot zone
Panel temperature		
$T_{CMC,hot}$	1,560 °C	1,800 °C
$T_{CMC,cool}$	660 °C	690 °C

### 4.2.3 Panel 3D stress

These boundary conditions were applied on the 3D inner and outer panel geometries in Ansys Workbench. Figure 4.3a shows the resulting temperature distribution over the inner liner panel. An elastic stress analysis was then performed in which panels were allowed to deform freely under the thermal stress. Any potential external mechanical load or constraint was omitted from the analysis. The full 360° ducts were analyzed by applying cyclic symmetry to the same models.

Figures 4.3b to 4.3d show the stress distribution over the inner panel. In the circumferential direction around the panel curvature axis (Figure 4.3b), at the center of the panel, tensile stress was found on the cool side and compressive stress on the hot side. This observation was also made on the 360° ducts but not on the outer segmented panel, in which case only compressive stress was predicted on both sides. In the axial direction, corresponding to the engine axis (Figure 4.3c), all analyzed panels showed tensile stress on the cool side and compressive stress on the hot side, again at the panel center. High stresses were observed at the edges of the panels, including compressive stress on the cool side (Figure 4.3b) and shear stress that could cause delamination (Figure 4.3d).

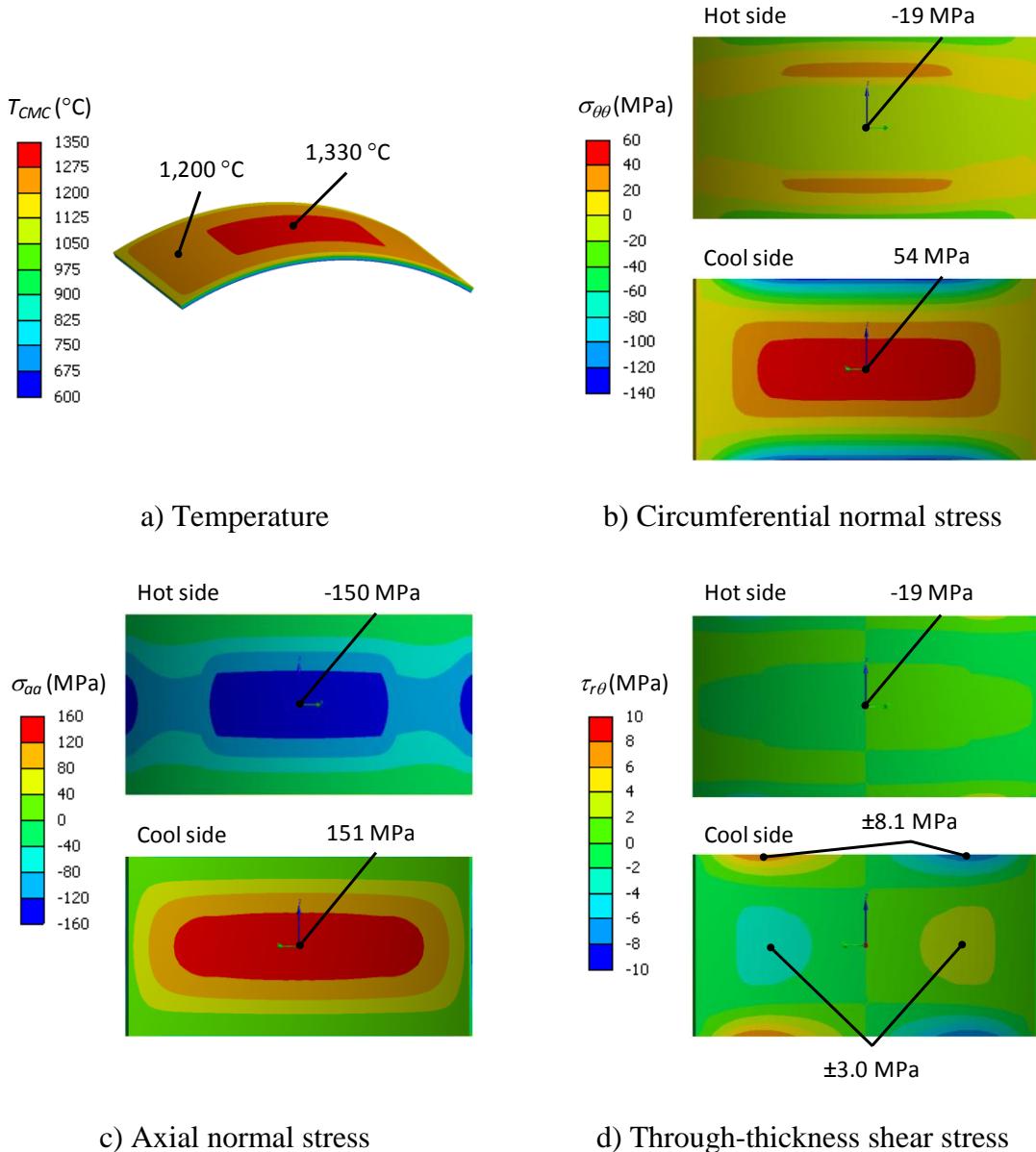


Figure 4.3: Temperature and stress plots over an inner liner panel

Because the design of the panel edges was highly simplified and may be modified, if not improved, by the use of various attachment and panel features, most of the attention was focused on the bending stresses at the panel center, which are likely to be present in many designs. Table 4.4 shows the circumferential and axial normal stresses at the center of all four analyzed panel and duct configurations. For the segmented panels, bending stress in the axial direction was dominant, while for the 360° ducts, similarly high stresses were observed in the two directions. In

all cases, stresses likely to cause damage to the CMC were predicted, considering the A-N720 ultimate unidirectional tensile strength of 120 MPa at 1,330 °C (Table 4.1). The 360° duct design was shown to be the most demanding design.

Table 4.4: Normal stresses at the center of analyzed panels and 360° ducts

<b>Configuration</b>	$\sigma_{\theta\theta}$ (MPa)		$\sigma_{aa}$ (MPa)	
	Hot side	Cool side	Hot side	Cool side
Outer panel	-69	-26	-117	110
Outer 360° duct	-241	148	-196	192
Inner panel	-19	54	-150	151
Inner 360° duct	-168	221	-184	191

The presence of the hot spot at the panel center had a limited impact on the bending stress. For example, when the inner segmented panel of Figure 4.3 was analyzed with a uniform heat load on the hot side, no more than a 15 MPa reduction in normal stress was predicted at the center. This finding suggests that most of the bending stress at the panel center originates from the overall deflections of the panel rather than from the local temperature variation.

## 4.3 Experiment Development

### 4.3.1 Test concept selection

Previous analysis of the combustor panels showed that under a realistic engine environment and with proper insulation, the base A-N720 CMC material would reach its temperature limit of 1,200 °C while maintaining a through-thickness temperature drop  $\Delta T_{CMC}$  of 580 °C. Bidirectional bending would result from this thermal load at the center of the panels, with compressive stress of at least 117 MPa on the hot surface and tensile stress of at least 110 MPa on the cool surface. Because this type of condition is likely to occur in many CMC combustor panel designs and even in full 360° combustor ducts, it was decided to build the experiment concept around it. As mentioned earlier, conditions at panel edges are likely to change depending on panel design and attachment features; thus, they were left out of the current research.

It was decided to account for potential material deterioration in reproducing the combustor conditions. First, because the material was constructed from multiple layers, a hypothesis was

made that it would delaminate under the bending load, which would cause sudden reductions of its through-thickness conductivity. The hot-side delaminated layers would then increase in temperature and start to deteriorate more quickly under a heat load that would have remained unchanged. For this reason, it was decided to use a constant power irradiating element to heat the material in the experiment to mimic the stable combustion heat source, rather than maintaining a constant material temperature. Second, as in any static component subjected to a thermal load, stresses in the combustor panels are expected to relax over time as damage accumulates in the material to comply with prescribed deflections. This relaxation would likely allow for designing parts with stresses beyond the specified CMC limits if the accumulated damage remained acceptable from a part integrity point of view. For this reason, it was decided to control the deflections of the material in the experiment rather than controlling the applied loads.

Ideally, simulation of the bidirectional bending should have been accomplished in the laboratory. However, to minimize the required amount of material and to reduce the number of parameters involved in the experiment, unidirectional bending was selected as a starting point. Bidirectional bending simulation may be considered in future work.

### **4.3.2 Test apparatus and procedure**

In the developed experiment, a dog-bone CMC specimen was heated on one face with an infrared lamp heater and cooled on the opposite face by forced air convection, as shown in Figure 4.4, where the thickness of the specimen is shown. A front view of the specimen is presented in Figure 4.5. It was narrowed down at its center, with the intention to maximize stress and concentrate potential damage in this region.

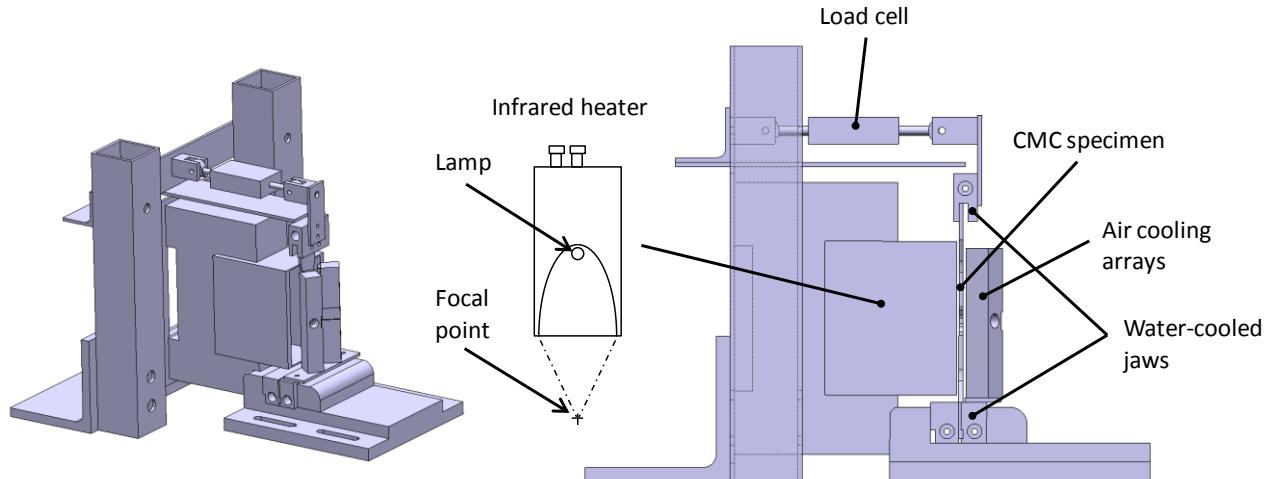


Figure 4.4: Experimental apparatus

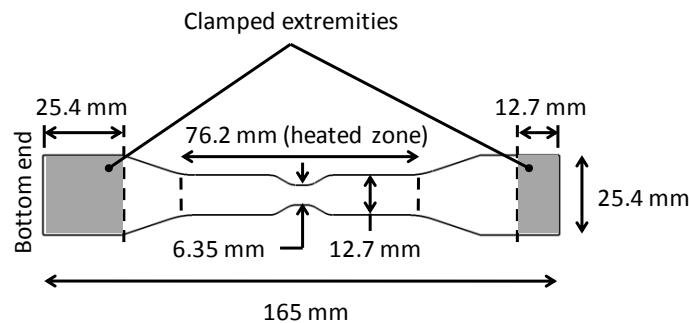


Figure 4.5: Test specimen

The infrared heater was a 5194-04 line heater from Research Inc. that used a 2,000 W, T-3 style, tubular quartz halogen lamp with a tungsten filament. As shown in the heater cross section of Figure 4.4, radiation from the lamp was reflected and converged onto a line by an elliptical reflector, which was water-cooled. The CMC specimen was located close to the heater focal point. It was exposed to direct perpendicular radiation over a length of approximately 76 mm at its center, as shown in Figure 4.5, corresponding to the length of the quartz lamp.

The back side of the specimen was cooled using two angled arrays of air impingement jets fed from two distinct feed cavities, as shown in Figure 4.6. Laboratory air was fed with equal pressure into both cavities, thus creating a symmetric cooling pattern. Each cavity fed 11 holes of

0.8 mm (1/32 inch) diameter with up to 1.7 bars of relative pressure. Uneven spacing of the holes forced more cooling flow towards the center of the specimen, where the infrared lamp heat input per unit area was maximal.

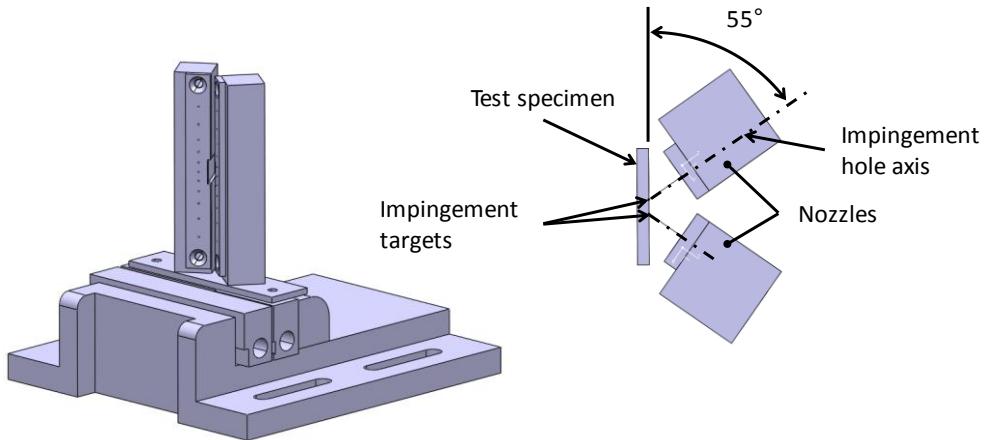


Figure 4.6: Back-side air cooling system

The test specimen was held fixed by a vise at the bottom and by a load cell at the top. The top clamp of the specimen was attached to the load cell using a ball joint connection located 133 mm above the specimen center. The load cell prevented the specimen from freely bending away from the heat source, under the temperature gradient that was applied through the material thickness, with the goal of simulating the required bending stress. The maximum bending stress was expected at the center of the specimen in the narrow region. As a result of damage accumulation in the test specimen, the maximum reaction force required from the load cell was expected to drop. The force measurement could consequently be used to monitor damage or changes in the specimen microstructure.

The load cell was an S-beam type model LC101-25 from Omega, with 111 N (25 lb<sub>f</sub>) of capacity. It had specified linearity and repeatability of less than 0.034 N, which was well below the accuracy that was required in the current experiment.

Type K, 1/32 inch diameter bare thermocouples were used to measure specimen surface temperatures. They were bonded to the specimen using Omega OB-600 cement. Type K

thermocouples are recommended for usage below 1,000 °C, but for short durations, they may be exposed to higher temperature without damage.

The proposed experimental procedure consisted of applying heating cycles to the sample to simulate thermal cycling in a gas turbine. During the entire test, back-side impingement cooling would be kept constant, whereas the heater would be turned on and off to produce the desired cycles. Full heater electrical power would be applied from the start of every heating step and would be kept constant until the material temperature would stabilize, before being shut down and leaving the specimen to cool back down to room temperature.

### **4.3.3 Validation strategy**

Temperature and stress distributions actually achieved during the test needed to be compared with the design intent, and ultimately with the combustor panel conditions, to validate the concept of the experiment. To accomplish this comparison, preliminary testing was conducted using measurements from two thermocouples and the load cell. To obtain the full temperature and stress distributions of the specimen, a transient analytical model of the specimen was built and calibrated against the available measurements. The results from this analysis, both temperature and stress, were then compared to the design intent and combustor panel conditions. The following two sections summarize this validation exercise.

### **4.3.4 Specimen temperature validation**

An A-N720 CMC test specimen was tested successively with and without back-side impingement cooling. The configuration of the composite was eight plies of satin weave fabric, with 0 and 90° orientations, and surface plies with the main orientation aligned with the specimen length. Figure 4.7 shows the heated specimen a few seconds after stopping the heater, during the cooling portion of a test cycle. One thermocouple was located on the front face and one, on the back face, a distance above the narrow section of the specimen (Figure 4.8). Figure 4.9 presents the temperature measurements against the results of the calibrated transient 3D heat transfer analysis.

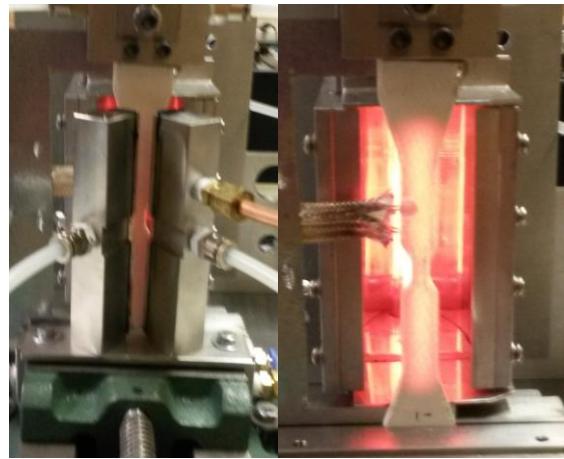


Figure 4.7: Heating of an A-N720 CMC specimen  
with and without back-side impingement cooling

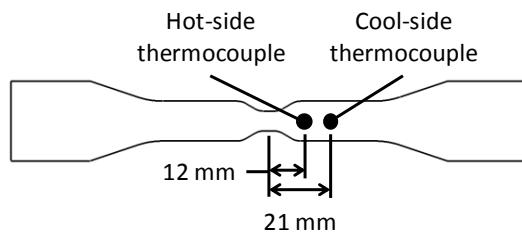


Figure 4.8: Test specimen thermocouple locations

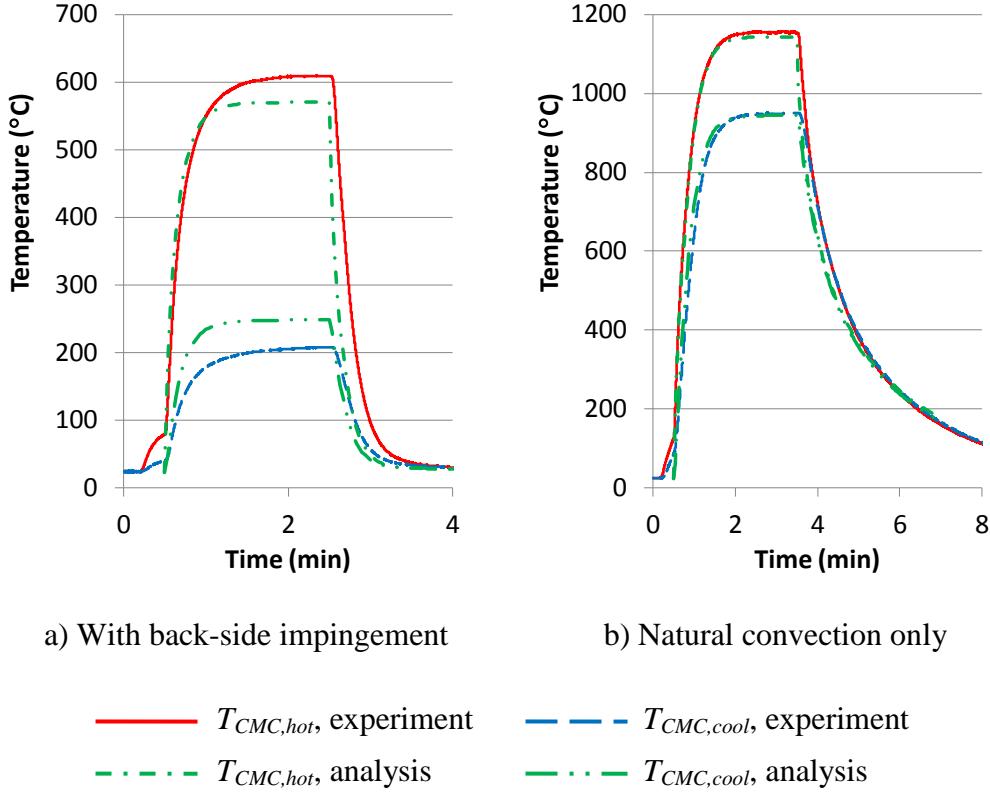


Figure 4.9: Measured surface temperatures of the tested A-N720 CMC specimen and calibrated transient analysis results

Without back-side forced convection, the specimen was heated to 1,160 °C on the hot surface under the full power of the infrared heater (close to 2 kW). To reach this temperature, the CMC specimen was painted on its heated surface with HiE-Coat™ 840-C high emissivity black coating from Aremco. With the bare A-N720 white material, the peak temperature was approximately 300 °C less, which suggests relatively high loss of the incoming radiation by the bare material. The specimen back face was kept at approximately 950 °C under the effect of natural convection and radiation to the ambiance.

With back-side impingement cooling, the specimen was heated to 610 °C on the hot surface and 210 °C on the back face under the same heater electrical power. Impingement cooling cavities were maintained at the maximum available 1.7 bars of relative pressure.

Calibration of the analytical model was conducted by adjusting various parameters, particularly the factors for radiation (emissivity  $\times$  view factor), both for heater radiation and for radiation losses, the through-thickness conductivity of the material, and the impingement heat transfer coefficients. Since no forced convection was present during the second experiment, convection heat losses remained small compared to radiation losses in this case. The model was first calibrated against this second experiment to adjust radiation parameters and material conductivity and then was run under the conditions of the first case to adjust the impingement heat transfer. Four different levels of impingement heat transfer coefficient were applied to four different regions of the sample, to reflect the uneven impingement jet spacing. The relative change in heat transfer coefficient from one region to another was determined using Goldstein's single jet correlation [121].

The best temperature match with the experiments, both in the rise and in the descent in temperature and against the stabilized temperature levels, was obtained using an emissivity  $\times$  view factor of 0.3 for radiation loss to the reflector of the infrared heater from the hot face and an emissivity of 0.9 for radiation to the environment from the back face. The through-thickness conductivity of the CMC was adjusted down to 1.8 W/(m·K), from the initial value of 3 W/(m·K) suggested in [116], to match the temperature drop across the specimen thickness. Surprisingly, per this calibrated model, only approximately 200 W, or 10% of the electrical power dissipated by the lamp, was absorbed as heat by the test specimen throughout both tests.

The results of the calibrated heat transfer analysis at steady state are shown in Figure 4.10. Due to the stronger impingement cooling at the specimen center, the CMC temperature was up to 57 °C cooler at the specimen center than at the actual thermocouple locations. Table 4.5 compares the achieved specimen center temperatures with the combustor panel temperatures predicted previously. The test configuration allowed for reaching a maximum surface temperature of 1,089 °C, reasonably close to the CMC limit of 1,200 °C, but only when impingement cooling was turned off, resulting in a low through-thickness temperature drop  $\Delta T_{CMC}$ . With impingement cooling turned on,  $\Delta T_{CMC}$  increased, but the hot-side temperature was far from the combustor temperature levels. A more powerful heating system was shown to be required to reach realistic combustor heat fluxes and match both  $T_{CMC,hot}$  and  $\Delta T_{CMC}$  of real panels.

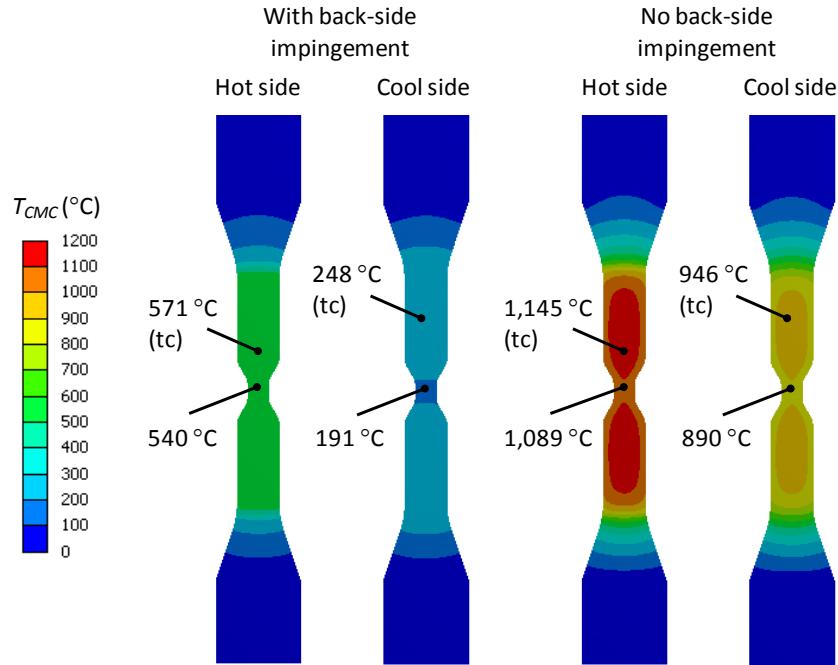


Figure 4.10: Specimen temperature per calibrated steady-state analysis, with and without back-side impingement cooling (tc: thermocouple locations)

Table 4.5: Comparison of the test specimen temperature in the narrow zone with the temperature in actual combustion chamber panels

Parameter	$T_{CMC,hot}$ (°C)	$\Delta T_{CMC}$ (°C)
Combustor panel (ref. Table 4.2)	1,200-1,330	580-690
Test specimen, with back-side impingement	540	349
Test specimen, no back-side impingement	1,089	199

### 4.3.5 Specimen stress validation

Stress analysis of the test specimen was conducted using the previous temperature predictions, with the two extremities constrained as in the test configuration. The A-N720 CMC was modeled using the properties of Table 4.1: a damage-free elastic model of the material was used, with isotropic elasticity, as in the combustor panel analysis. The reaction force at the load cell location was extracted from the analysis and compared to the actual measured force.

Force measurements and predictions are shown in Figure 4.11 for the same two test cases. With back-side impingement (Figure 4.11a), the force increased monotonically with the specimen temperature and with  $\Delta T_{CMC}$ . The force predicted by the calibrated analysis showed reasonably good agreement with the measured force. Part of the initial preload of 1.5 N was lost in the first cycle. Three more cycles were subsequently performed using the same specimen, as shown in Figure 4.12, in which the preload still seemed to drop, but much more slowly.

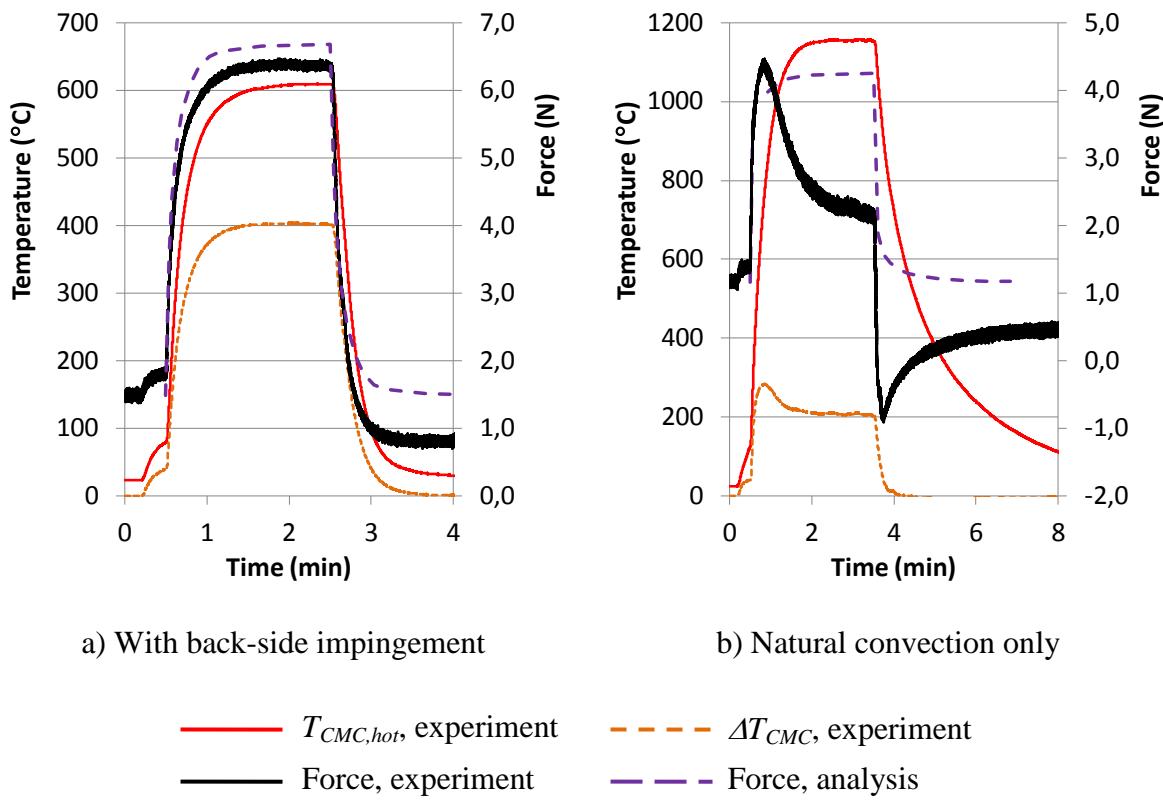


Figure 4.11: Measured reaction force of the tested A-N720 CMC specimen and calibrated transient analysis results

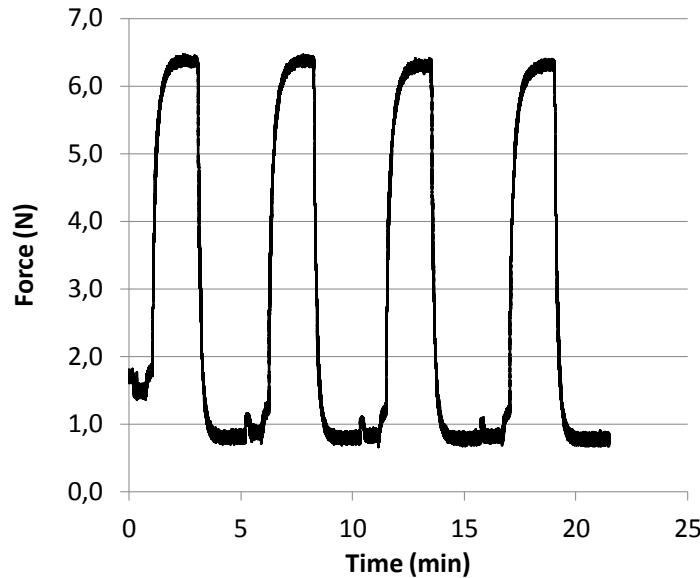


Figure 4.12: Measured reaction force during A-N720 specimen cycling with back-side impingement cooling

Without back-side impingement (Figure 4.11b), the force measurement peaked after 20 s of heating, i.e., when the hot face thermocouple was still below 800 °C. The force then started to decrease as the thermocouple measurement continued to increase to its maximum value of 1,160 °C. When the heater was turned off, the force dropped quickly into the negative range, coinciding with the rapid drop in  $\Delta T_{CMC}$ , but drifted back up and stabilized in the positive range as the specimen slowly returned to room temperature. In this case, the force predicted by the elastic analysis agreed only with the first portion of the force measurement, though the maximum predicted force matched the measured peak well. Again, three more cycles were performed, as shown in Figure 4.13, where similar force profiles were monitored and force levels kept reducing from cycle to cycle.

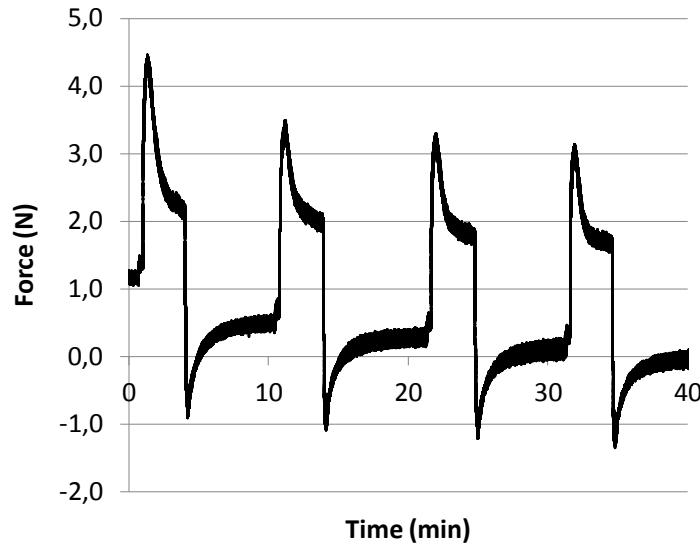


Figure 4.13: Measured reaction force during A-N720 specimen cycling without back-side impingement cooling

No further effort was put into understanding the differences in the force profiles of these two tests, as the goal of testing was to validate the proposed experimental procedure. It may be of interest to know that the test specimen did not show any visual sign of deterioration after undergoing both tests, apart from partial degradation of the black coating on the hot face. Despite this coating degradation, the measured temperature profiles remained relatively constant from one cycle to another, within a band of 25 °C, in each test.

In Figure 4.14, the specimen normal stresses are shown per the calibrated analysis for the test with impingement cooling under steady state. Bending in the narrow section resulted in longitudinal stress  $\sigma_{xx}$  ranging between -111 and 110 MPa. Considering the 181 MPa ultimate in-plane tensile strength of the material up to 1,200 °C (Table 4.1), rupture would have been unlikely to occur under this test condition due to normal stress, at least in the first cycle of testing. Normal stress in the transverse direction,  $\sigma_{yy}$ , also shown in Figure 4.14, was smaller than  $\pm 5$  MPa in the narrow section. The through-thickness normal stress  $\sigma_{zz}$  was found to be smaller than  $\pm 2$  MPa everywhere in the sample, excluding the attachment regions.

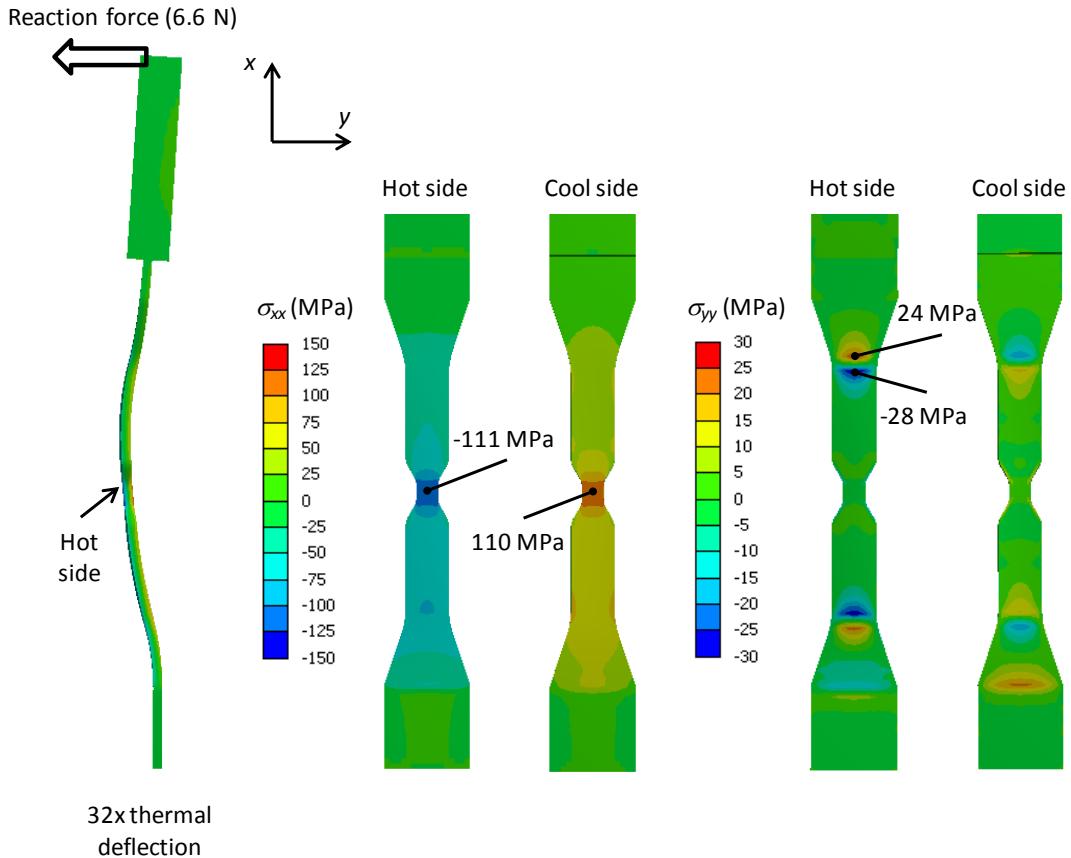


Figure 4.14: Specimen normal stresses per calibrated steady-state analysis, with back-side impingement cooling

The longitudinal normal stress in the test specimen was consistent with the  $\sigma_{aa}$  stress predicted at the center of the combustor outer liner panel in Table 4.4. However, it was smaller than the stresses in the inner panel and in the two  $360^\circ$  ducts. Again, a more powerful heat source was shown to be required to increase the temperature gradients and reach the combustor stress levels.

Per the same analysis, in Figure 4.15, interlaminar shear stress  $\tau_{xz}$  was higher than the material strength of 8.25 MPa (ref. Table 4.1) at the edges of the specimen at the specific locations of section changes. High levels of  $\tau_{yz}$  were also found at the same locations. It may be necessary to improve the specimen design to reduce this shear stress and minimize the risk of unrepresentative rupture. The in-plane shear stress  $\tau_{xy}$  was also high at the section change locations.

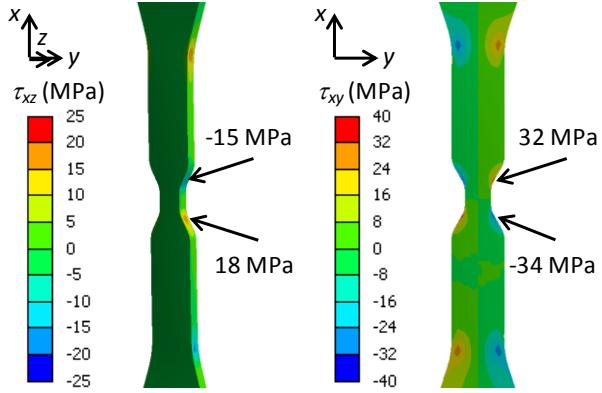


Figure 4.15: Specimen shear stresses per calibrated steady-state analysis, with back-side impingement cooling

With no back-side impingement, all specimen stress components were significantly lower due to the smaller temperature gradients, despite the higher temperature level.

#### 4.4 Discussion

Conceptually, conditions that are achievable with the proposed experiment tend to be consistent with conditions predicted at the center of a combustor panel. A temperature gradient is generated through the thickness of the material that induces a bending stress that is expected to evolve with time following material deterioration. Compressive stress is generated on the specimen hot side, and tensile stress on the cool side. Even though the material specimen is subjected to bending stress in one direction only, compared to two directions in a combustor panel, the experiment is likely to reveal deterioration modes that are representative of several gas turbine combustor components. At least, a basis for comparing different materials could be established using this test procedure for the described combustor application.

The level of bending stress at the combustor panel center can vary significantly depending on panel geometry and assembly configuration, but the presented simplified combustor panel analysis covered a wide range of design possibilities. At one end, for the segmented panels, the analysis left out any potential assembly constraints, allowing the panels to undergo free deflections at their extremities. Because such large deformations probably could not be accommodated with reasonable combustor structure and panel attachment constraints, higher

stress levels should be expected in a real combustor. At the other end, the 360° panel would probably represent the most severe situation, which could be seen as the extreme case of an assembly in which segmented panels would be constrained in both displacement and tangency at their extremities. This scenario would be unlikely to occur in a well-designed segmented assembly, in which attachments would probably have more flexibility. Consequently, the stress levels in a real segmented combustor panel design should lie between these two analytical cases. To better represent a potential panel design, assembly constraints would need to be modeled in the analysis.

Per the experiment validation exercise, the normal stress levels achieved in the specimen did not exceed the rupture strength of the A-N720 material, which would be required to explore the full extent of the material capability. Additionally, under the maximum available heating power, values of surface temperature and through-thickness temperature drop  $\Delta T_{CMC}$  did not match those expected in a combustion chamber. High temperature levels were achieved with lower  $\Delta T_{CMC}$  only, with minimal, passive back-side cooling.

As mentioned above, an alternate, more powerful heating system was shown to be required for continuation of this experimental work. Once the appropriate temperature levels and  $\Delta T_{CMC}$  are achieved simultaneously, higher stress levels are also achievable. Per analysis, with the impingement strength that was used here, a heating power of 560 W would be required to reach 1,200 °C on the hot surface, instead of the 200 W provided by the current infrared heater. This increased power would produce a  $\Delta T_{CMC}$  of 810 °C and normal stresses well above the 181 MPa tensile strength of A-N720 at 1,200 °C. At the moment of submitting the current paper, subsequent experiments have been completed with a high power laser, which will be presented in another paper.

Various adjustments are possible to reproduce specific conditions with the proposed experiment. In addition to adjustments of the heating power and impingement strength to match the surface temperature and  $\Delta T_{CMC}$ , independent adjustment of the bending stress may be possible by varying the width of the test specimen, both in the narrow center section and in the adjacent wider section.

Ideally, for a complete comparison between the specimen test conditions and combustor panel operating conditions, modeling of material damage should be considered, which would require

discretization into composite plies, incorporation of anisotropy, and application of rupture criteria. As damage progresses in the material, stiffness is expected to be lost and thermal stresses to decrease. The question remains regarding how such a stress relaxation phenomenon in the experiment would compare with stress relaxation in a real application. In the combustor, in addition to the anticipated damage due to the normal stress at the specimen and panel center, delamination due to high shear stress may be modeled at the edges, which may relieve some of the high normal stress at the center.

## 4.5 Conclusion

An experimental apparatus and a procedure were developed for simulating conditions of operation and deterioration of a CMC material in a gas turbine combustor application. The proposed experiment produced a unidirectional thermal bending stress in a test specimen through the application of a temperature gradient across its thickness, with compressive stress on the hot side, with the goal of approximating the bidirectional bending stress predicted at the center of combustor panels. It was also designed to allow temperature changes and stress relaxation in the event of material damage, as typically observed in a gas turbine static component subjected to thermal cycles under a nearly constant heat source.

Even though preliminary experiments did not allow for reaching the A-N720 CMC temperature limit of 1,200 °C while maintaining a representative through-thickness temperature gradient, they allowed for calibrating an analysis of the test specimen and demonstrating the capabilities of the experimental apparatus. Provided a more powerful heating system is installed, the designed experiment should allow for simulation of representative combustor conditions, both in terms of temperature and stress. This capability is expected to lead to observation of representative deterioration modes and allow for this experiment to provide a comparison basis between potential combustor CMC materials.

## Acknowledgment

This work was supported and funded by Pratt & Whitney Canada and by the United Technologies Corporation (UTC) Employee Scholar Program. Financial support was also granted by the Engineers Canada-Manulife scholarship program.

## Nomenclature

$C_H$	Mass fraction of hydrogen in fuel
$d$	Impingement hole diameter
$D$	Combustor hydraulic diameter
FAR	Combustion fuel-air ratio
$h_c$	Cool-side convection heat transfer coefficient
$h_g$	Hot-side convection heat transfer coefficient
$L$	Hot-gas luminosity
$l_b$	<i>Hot-side</i> radiation beam length
$\text{Nu}_D$	Hot-side Nusselt number based on combustor hydraulic diameter
$p_3$	Compressor supply pressure
$p_g$	Combustor hot-gas pressure
Pr	Hot-side Prandtl number
$q''_c$	Impingement cooling heat flux
$q''_{g,conv}$	Convection heat flux from the hot gas
$q''_{g,rad}$	Radiation heat flux from the hot gas
$R$	Distance on panel cool side from impingement center point
$\text{Re}_D$	Hot-side Reynolds number based on combustor hydraulic diameter
$T_3$	Compressor supply temperature
$T_c$	Cooling-air convection temperature
$T_{CMC}$	CMC temperature
$T_{CMC,cool}$	CMC cool-side surface temperature
$T_{CMC,hot}$	CMC hot-side surface temperature
$\Delta T_{CMC}$	Temperature drop across CMC material thickness
$T_{g,conv}$	Hot-gas near-wall convection temperature
$T_{g,rad}$	Hot-side radiation gas temperature
$T_{insulation}$	Insulation hot-side surface temperature
$V$	Combustor flow velocity
$\alpha_g$	Hot-gas absorptivity
$\varepsilon_g$	Hot-gas emissivity
$\varepsilon_w$	Wall (material) emissivity
$\sigma$	Stefan-Boltzmann constant
$\sigma_{aa}$	Combustor-panel axial normal stress (in engine axis direction)
$\sigma_{xx}$	Specimen longitudinal normal stress
$\sigma_{yy}$	Specimen transverse normal stress
$\sigma_{zz}$	Specimen through-thickness normal stress
$\sigma_{\theta\theta}$	Combustor-panel circumferential normal stress
$\tau_{r\theta}$	Combustor-panel interlaminar shear stress
$\tau_{xz}$	Specimen interlaminar shear stress
$\tau_{xy}$	Specimen in-plane shear stress

## **CHAPITRE 5    ARTICLE 2 : DAMAGE TO AN A-N720 CMC UNDER SIMULATED GAS TURBINE STATIC COMPONENT CONDITIONS USING LASER HEATING**

Article préparé pour être soumis à la revue avec comité de lecture « Materials & Design » d'Elsevier

Auteurs : Larry Lebel, Rachid Boukhili, Sylvain Turenne

### **Abstract**

A ceramic matrix composite (CMC) material constructed from a porous alumina matrix and Nextel<sup>TM</sup> 720 fibers was subjected to a novel type of experiment designed to reproduce the operating conditions of a gas turbine static component. Material specimens were exposed to cyclic laser heating on one side and active air cooling on the other side while being constrained in their bending deflection. For most specimens, accumulation of damage under the constant amplitude heat load resulted in a temperature increase above the material limit of 1,200 °C at the heated surface. Stress relaxation was observed due to creep, cracking, and delamination. Loss of specimen stiffness was estimated to quantify the level of damage, and a map of the observed deterioration modes was assembled. Full rupture did not occur during the tests, with the specimen back face remaining intact in all cases. This result demonstrated the tolerance to damage of a layered CMC structure in the targeted application.

### **5.1 Introduction**

Typically, hot section components are heavily cooled in high-end aeronautical gas turbines, but to maximize cycle efficiency and minimize emissions, cooling airflows need to be reduced. Maintaining acceptable part durability is an ever-increasing challenge in this context, unless higher capability materials become available. Ceramic matrix composite (CMC) materials have long been considered as alternatives to metal alloys to allow higher operating temperatures [22], particularly for static components such as combustor liners [3, 102], turbine vanes [108, 110, 113], and rotor shrouds [17, 107]. Oxide-oxide composites, typically comprising variations of aluminum and silicon oxide matrices and fibers, are considered notably because of their resistance to oxidizing environments. To date, in aero-engines, they have found application

mainly in exhaust components [21, 122], where they offer lower cost and weight than their metallic predecessors. They have also been considered for hot section components to improve efficiency [2]. The A-N720 material, constructed from a porous alumina matrix and Nextel<sup>TM</sup> 720 fibers, has demonstrated promising durability in an industrial engine combustor under exposure to hot gases at 1,500 °C [105].

Correlation between CMC durability and design parameters such as temperature and stress fields is not easy to make at this point in thermally loaded static components. Oxide-oxide composites have been extensively characterized in fatigue and creep under constant and uniform temperature, whether in tension and bending [123, 124], in compression [41], or in interlaminar shear [114]. Recently, tensile fatigue in A-N720 was evaluated under non-uniform, single-side burner rig heating [88]. However, most testing in the laboratory has been conducted under controlled-load conditions. The behavior of CMC materials remains to be better understood in conditions where stresses can relax and damage is likely to stabilize after some time, which is typical of gas turbine static components. It is highly possible that oxide-oxide materials such as A-N720 could be designed for higher peak stresses than suggested by the fundamental controlled-load tests, provided that the levels of accumulated damage do not prevent the part from accomplishing its function.

To better understand its behavior under the typical conditions of a gas turbine static component, including constant-amplitude cyclic heat load and imposed displacement, the A-N720 material was subjected to a novel type of testing procedure. This paper presents this procedure in detail and describes the deterioration mechanisms that were observed for A-N720, including the effects of surface temperature increase and stress relaxation due to material damage. A map of the observed material behaviors is presented in the discussion to serve as a preliminary design guideline for this material.

## 5.2 Methodology

### 5.2.1 Experimental Apparatus

The experiments were conducted at the National Research Council of Canada (NRC) using a continuous, variable-power CO<sub>2</sub> laser capable of 3.3 kW output [125]. The dog-bone CMC specimen shown in Figure 5.1 was heated on one face and cooled on the other while being held at

both extremities, as shown in Figure 5.2. The bottom end was fixed in a vise, while the top end was held in one direction using a load cell through a ball-joint connection located 133 mm above the specimen center. The load cell prevented the specimen from deflecting away from the heat source, as would have occurred if left unconstrained under the effect of the imposed through-thickness temperature gradient. This constraint was applied to reproduce the thermal bending stress that is often undergone in gas turbine static components exposed to hot gases, with compressive stress on the heated surface. A narrow zone existed at the specimen center, as shown in Figure 5.1, to maximize stress and concentrate damage in this region. The specimen was heated over the 12.7 mm wide zone, including the narrow center, and was clamped on the 25.4 mm wide ends. A view of the actual test configuration is shown in Figure 5.3. The circular, 12.7 mm diameter Gaussian laser beam was passed through a semi-cylindrical ZnSe lens with a focal length of 51 mm to provide an elongated heated zone on the specimen. The distance between the lens and the specimen was adjusted to 39 cm to obtain the required height of the heated zone on the specimen. A resulting typical heating pattern is shown in Figure 5.4.

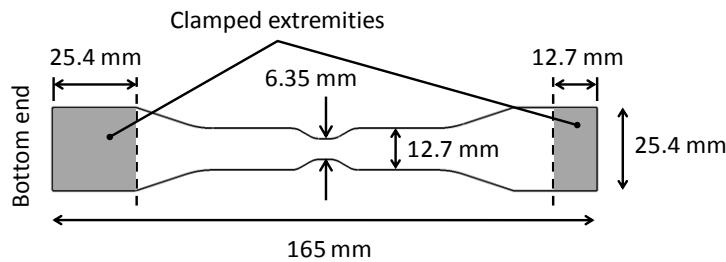


Figure 5.1: Test specimen

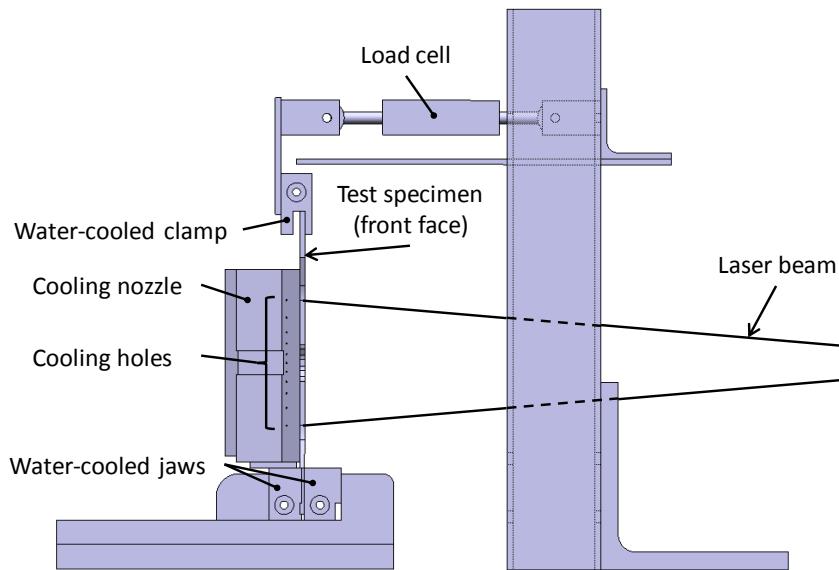


Figure 5.2: Schematic of the experimental apparatus (one cooling nozzle removed for clarity)

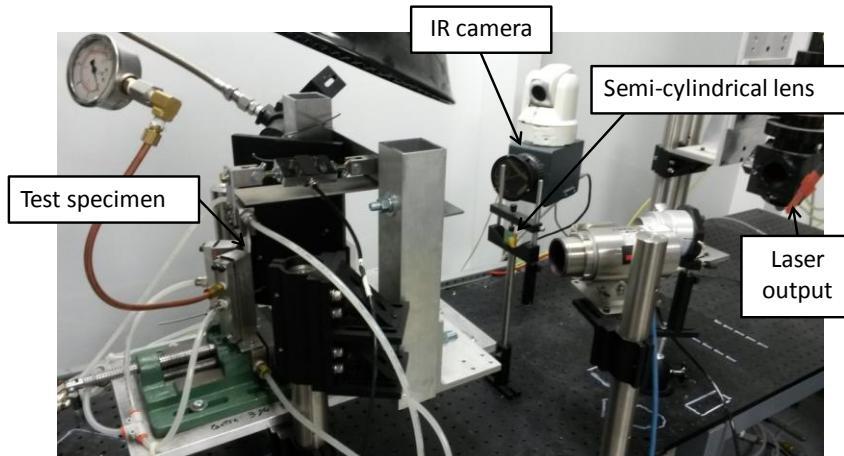


Figure 5.3: Experimental apparatus

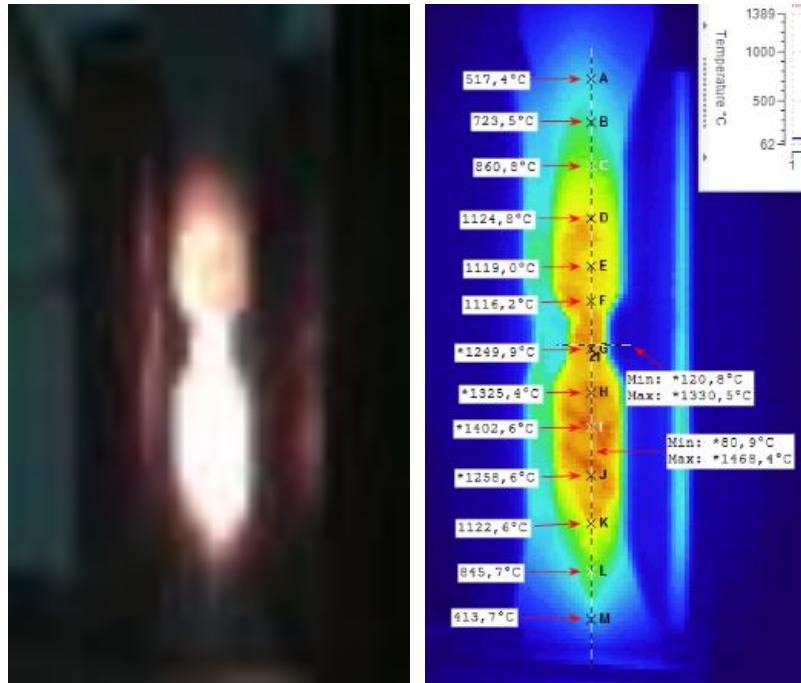


Figure 5.4: Specimen C1 temperature pattern at the end of the first heating cycle

Back-side cooling was accomplished using two arrays of air jets impinging onto the specimen at an angle of  $55^\circ$  to the surface, as shown in Figure 5.5. The two impingement nozzles had the same pattern of 0.8 mm (1/32 inch) diameter holes, fed with the same pressure of laboratory air, varied between 0 and 0.5 bar, thus creating a symmetric cooling pattern. Initially, each array had 11 holes, with the uneven spacing shown in Figure 5.5 to force stronger cooling at the center of the specimen where the laser heat flux was maximal. However, following preliminary testing, which showed cooler temperature in the specimen narrow section, the center hole of each array was blocked, leaving ten holes on each. The pressure on this cooling system was controlled by a Parker EPDN4-MP series electronic pressure regulator located on the feed line upstream of the impingement nozzles. Calibration was done using a manometer with a scale of 0 to 2 bars directly connected to one of the two impingement nozzles to account for the pressure loss in feed line between the pressure regulator and the nozzles. The relatively small airflow that was utilized could be estimated as a function of the nozzle pressure, using theoretical calculations and adjustments to match measurements at high pressure from an available high-capacity flowmeter also installed on the feed line.

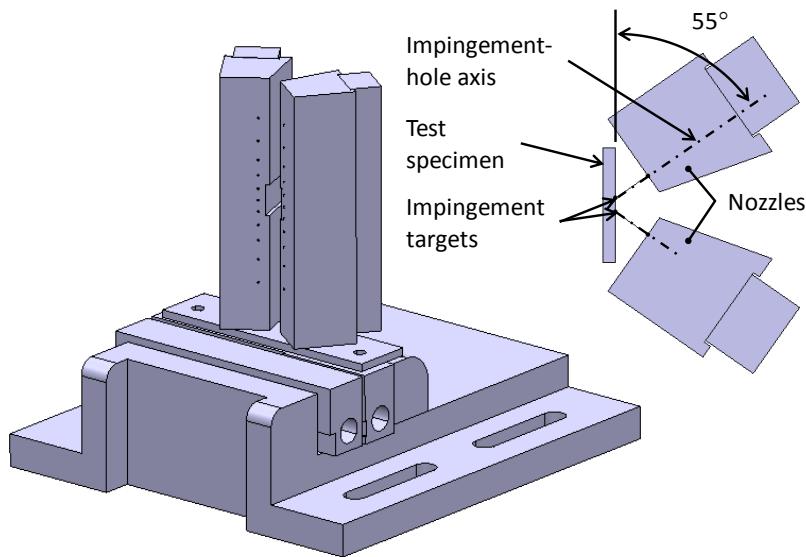


Figure 5.5: Back-side impingement cooling installation

The hot-side material temperature was measured using an IR-TCM 384 Jenoptik infrared camera placed at a distance of 55 cm from the test specimen, with a view angle of 72° to the specimen surface. At this distance, the thermal imaging resolution was approximately 13 pixels/cm. The camera was equipped with a filter to block any 10.6  $\mu\text{m}$  wavelength CO<sub>2</sub> laser radiation that could be reflected from the specimen or test apparatus.

The back-side temperature was measured using a one-color, 5.1  $\mu\text{m}$  wavelength LumaSense Technologies IN 140/5-H pyrometer with a temperature range of 300 to 1,600 °C. The pyrometer aperture was placed 30 cm away from the target, and the spot size was adjusted to 3 mm with focusable optics. The pyrometer target was located 9 mm above the specimen center to avoid the error and lack of repeatability that was observed when measuring the narrow section directly. The line of view was at an angle of 52° to the specimen surface.

Calibration of the pyrometer and infrared camera was performed using an A-N720 specimen instrumented with a thermocouple located in the 12.7 mm wide portion of the heated surface. For this calibration, the back-face pyrometer was placed at the front of the specimen, along with the camera. The pyrometer targeted a point located approximately 2 mm away from the thermocouple, within a relatively uniform temperature zone per the reading of the camera. To

obtain the best possible match with the thermocouple, the material emissivity was adjusted to 0.95 on the infrared camera and to 1.0 on the LumaSense pyrometer. The resulting temperature measurements from the camera and the pyrometer were within 7 °C of the thermocouple measurement at a temperature of 745 °C.

### 5.2.2 Experimental Procedure

While the back-face impingement cooling was kept on and constant throughout the entire test sequence, laser heating was turned on and off for the heating and cooling portions of every cycle, as illustrated in Figure 5.6. Constant laser power was used to heat the specimen, as opposed to temperature control, to represent the relatively constant heat load that is present in a gas turbine engine at operating conditions. A predetermined power was applied instantaneously from the start of every cycle under room temperature conditions and was kept on sufficiently long to allow the specimen temperature to stabilize. The duration of heating was two minutes per cycle, except for one specimen, namely, specimen C1, which was heated for three minutes per cycle. After heating, one minute was sufficient to cool the specimen down to room temperature, more precisely, below 50 °C, for a total cycle duration of three or four minutes. The test was run until the damage level stabilized, with no significant variation of the measured reaction force for at least 30 consecutive cycles, or up to a limit of approximately 300 cycles when no or little damage was observed.

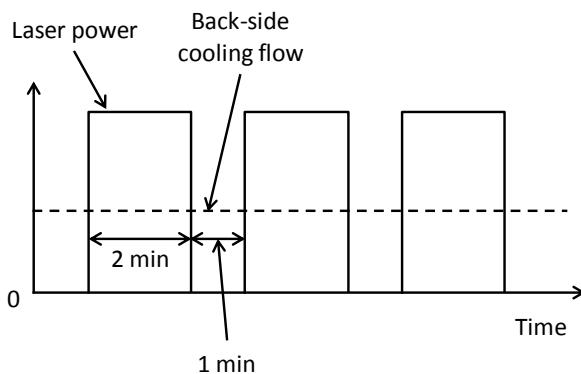


Figure 5.6: Definition of the three minute test cycles, with intermittent laser heating and constant back-side cooling flow

Prior to starting the test, a pre-load was applied to the specimen to prevent the load cell from crossing its zero force point during the first temperature rise. This pre-load varied between 1.0 and 1.6 N and was adjusted by screwing or unscrewing one of the two rod-end attachments into the load cell.

### 5.3 Material Description

The tested A-N720 CMC material was manufactured by COI Ceramics, Inc., using a sol-gel process to synthesize a porous alumina matrix around 3M Corporation's Nextel<sup>TM</sup> 720 fibers, with no additional interface material. The fibers were arranged into a symmetric configuration of twelve plies of satin weave fabric with 0 and 90° orientations. On both front and rear faces of the specimens, the main axis of the satin weave was oriented with the specimen axis. Test specimens were cut from one plate of A-N720 using water jet rough cutting followed by grinding. The total thickness of the material was 2.8 mm. Material properties of interest are given in Table 5.1, from other sources. The strength has been shown to be better in tension than in compression, unlike for a dense monolithic ceramic material.

Table 5.1: Basic properties of the A-N720 oxide-oxide CMC

<b>Property</b>	<b>Reported value</b>
Max use temperature in air	1,200 °C [115]
Ultimate strength in air, 1,200 °C, in-plane	
Tensile	181 MPa [53]
Compressive	128 MPa [126]
Fatigue run-out in air, 1,200 °C, in-plane	
Tension (R=0)	170 MPa [84]
Tension-compression (R=-1)	80 MPa [90]

### 5.4 Results

The results of the current work provided key elements to understand the behavior of a layered CMC (specifically, A-N720) in a cooled gas turbine static component application.

- The hot surface temperature and through-thickness temperature difference increased as the material accumulated damage.

- The reaction force at high temperature relaxed significantly through rupturing and delamination of various numbers of plies and through gradual creep, depending on the imposed thermal load.
- Potential tolerance to damage of a static layered CMC part was evidenced, as several material specimens were damaged early in the test but never ruptured completely.

Moreover, some particularities of CMC materials were observed in the thermal response curves, such as reversible changes in stiffness with temperature and a decrease of the pre-load potentially due to matrix microcracking.

#### **5.4.1 Test Conditions**

Table 5.2 shows the detailed test parameters for all specimens, starting with the imposed laser power and back-side cooling flow, followed by target and actual test conditions, including temperature, through-thickness  $\Delta T$ , and stress under heating. Target conditions are those that every specimen would have stabilized to if no damage or material modification had occurred, given the imposed laser power and cooling flow. Actual conditions are those that were measured during the real test using the front-side infrared camera, back-side pyrometer, and top-end load cell. For example, as per Table 5.2, specimen C1 would have been expected to stabilize to a surface temperature of 1,033 °C, a through-thickness  $\Delta T$  of 342 °C, and a surface stress of 140 MPa if the material had remained pristine. However, in the actual test, the first sign of damage (first break) was observed at 675 °C under a stress of 108 MPa, and the specimen reached 1,330 °C at the end of the first cycle. The temperature was 1,476 °C on average over all cycles and 1,420 °C in the last, 172<sup>nd</sup> cycle. The maximum measured temperature was 1,615 °C, with a  $\Delta T$  of 573 °C at the same moment. The details of the overall stress relaxation are also shown in Table 5.2. For example, again, specimen C1 started from a maximum stress of 132 MPa in the first cycle, which decreased to 57 MPa in the last cycle. The actual stress ratio R, defined as the stress at room temperature divided by the stress under the hot condition, is provided to indicate how much and what kind of residual stress was present at room temperature. Most tests ended with a negative stress ratio, indicating a tensile residual stress on the heated surface when cooling to room temperature.

Table 5.2: Test parameters (in approximate order of increasing target through-thickness  $\Delta T$  and hot-side temperature T)

Specimen	Laser power <sup>a</sup> (W)	Back-side cooling flow (kg/min)	Target conditions			Actual conditions				
			T (°C)	$\Delta T$ (°C)	Stress <sup>b</sup> (MPa)	Cycle	T (°C)	$\Delta T$ (°C)	Stress <sup>b</sup> (MPa)	R <sup>d</sup>
C8	352	0.09	835	267	107	First	866	278	107	0.19
						Stabilized	860	269	94	0.09
						Average of all	866	277	89	0.08
						Last (307)	933	300	-	-
C6	526	0.12	926	337	130	First	907	330	135	0.13
						Stabilized	1,097	392	102	-0.13
						Average of all	1,140	413	86	-0.23
						Last (312)	1,275	476	-	-
C1	536	0.09	1,033	342	140	First	675	250	108	-
						1 <sup>st</sup> break (surface only) <sup>c</sup>	1,330	408	132	0.19
						Max T & stress	1,330	408	123	-
						End of cycle	1,476	531	67	-0.6
						Average of all	1,420	529	57	-0.8
						Last (172)	1,615	573	-	-
						Maximum T				
C4	713	0.18	966	414	160	First	698	319	131	-
						1 <sup>st</sup> break (minor) <sup>c</sup>	1,054	389	148	-
						2 <sup>nd</sup> break (minor) <sup>c</sup>	1,286	530	150	0.14
						3 <sup>rd</sup> break (major delamination) <sup>c</sup>	1,403	730	112	-
						End of cycle	1,452	779	-72	-0.29
						Average of all	1,314	766	-54	-0.34
						Last (144)	1,533	899	-	-
						Maximum T				

Table 5.2 (continued): Test parameters (in approximate order of increasing target through-thickness  $\Delta T$  and hot-side temperature T)

C2	704	0.17	992	410	158	First Max T & stress End of cycle Average of all Last (120) Maximum T	1,032 1,268 1,268 1,530 1,612 1,656	387 433 433 525 634 545	165	0.12 0.12 - -0.18 -0.26 -
C3	701	0.13	1,083	409	161	First Onset of relaxation Discontinuity (accelerated relaxation) End of cycle Average of all Last (43) Maximum T	1,101 1,220 1,370 1,474 1,570 1,570	454 492 792 599 661 661	169	0.14 - - -1.23 -1.59 -
C5	971	0.22	1,130	519	192	First 2 <sup>nd</sup> break (major delamination) <sup>c</sup> End of cycle Average of all Last (102) Maximum T	701 1,270 1,461 1,447 1,372 1,542	317 543 1,013 961 1,078 1,099	155 159 84 48 37 -	- 0.10 - -0.95 -0.84 -

- a) Total laser power levels before any loss. Portion of this power was lost to the surroundings because the beam was larger than the specimen, and because part of it was reflected at the specimen surface.
- b) Nominal surface stress at the specimen center, compressive on the hot side, related to the load-cell reaction force using the cantilever-beam formulation under the assumption of an isotropic, undamaged specimen.
- c) Conditions immediately preceding the detected break (sudden damage event).
- d) Stress ratio R defined as the stress at room temperature divided by the stress under hot condition.

Apart from specimen C8, which showed no visible damage after 307 cycles, all specimens reached significantly higher surface temperature and through-thickness  $\Delta T$  than their estimated targets in the last cycle. Specimens C1 to C5 were damaged and exceeded their target temperature in the first cycle. Details of the first cycle damage events, listed in Table 5.2, will be presented in the next section. Note that specimen C7 was not tested because it had a visible defect in the center narrow section.

To determine the target temperature and through-thickness  $\Delta T$  from the laser power and cooling flow, a simplified heat transfer formulation was used, modeling dissipation of the heat moving through an undamaged specimen via back-side convection and radiation. This heat transfer model was calibrated against measurements made beforehand on a dummy specimen that was exposed to varying laser power and cooling flow while being fixed only at its bottom end and exhibiting minimal visible damage. It was also calibrated against first-cycle measurements on specimens C6 and C8, which showed no significant sign of damage after one cycle. From the calibration data, the target through-thickness  $\Delta T$  was found to vary proportionally with laser power or with the heat input on the hot surface, whereas the target hot surface temperature varied with both laser power and cooling flow.

Target stress levels were estimated while assuming that the increase in stress from room temperature to maximum temperature was proportional to the target  $\Delta T$ . Extrapolation was made from the measured stress levels and  $\Delta T$ 's of specimens that remained undamaged in the first cycle, including specimens C6 and C8 and other specimens not presented here.

Figure 5.7 shows a sampling of the hot-side temperature reached by four specimens during the entire test duration under fixed laser power and cooling flow, as already mentioned. Unexpectedly, discontinuities were observed that corresponded to overnight interruptions of testing. Most tests extended over more than one day, and the specimens stayed on the test stand during the pauses between the days of testing, still being held by the load cell, at room temperature. Moreover, for all specimens, including specimen C8, which had no visible damage, the temperature tended to drift up asymptotically during every test day, as shown in Figure 5.7. The test of specimen C8 started with 27 cycles on a Thursday afternoon, after completion of a preceding test; it then lasted 151 cycles on the next day, Friday, and finally reached 307 cycles three days later, on Monday. On the second and third days, the temperature stabilized after

approximately 50 cycles after rising by more than 100 °C. Between the end of the second day and the resuming of the test on the third day, there was a drop of more than 200 °C, and the temperature stabilized at a lower value on the third day. Further investigation will be required to identify the reasons for this daily drift in temperature and for the discontinuities between consecutive test days. The hypothesis of heat accumulation in the test apparatus was discarded because of water cooling of the specimen-supporting jaws and because of the observed insensitivity of the specimen temperature to an extension of heating over two minutes. The overall maximum and average temperature conditions provided in Table 5.2 are meant to draw a more precise picture of the test conditions, acknowledging that the temperature did not always increase in a regular way between the first and last cycles.

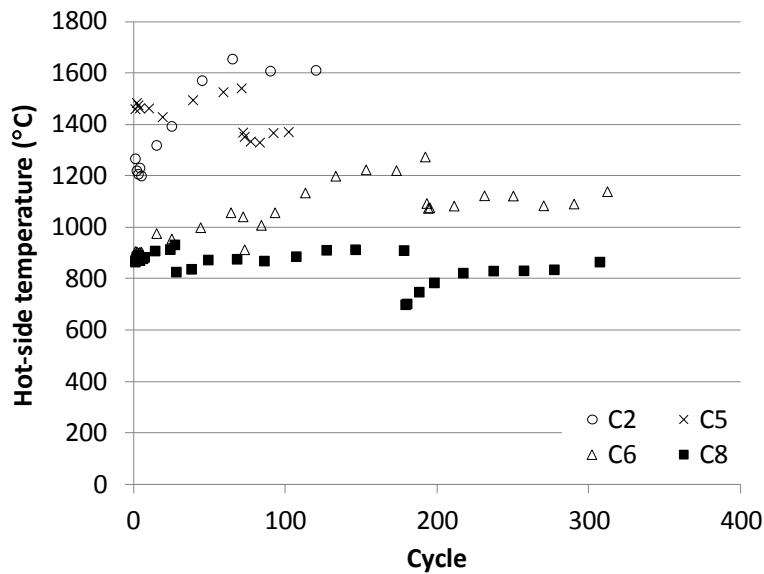


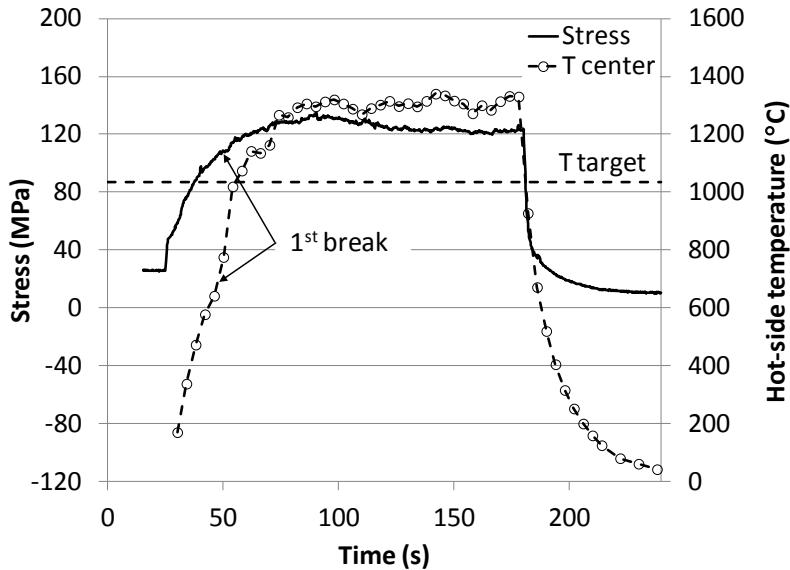
Figure 5.7: Evolution of the specimen temperature in the narrow section throughout the entire test duration (one day of testing for specimen C2, two days for C5, and three days for C6 and C8)

#### 5.4.2 Analysis of the First Cycle

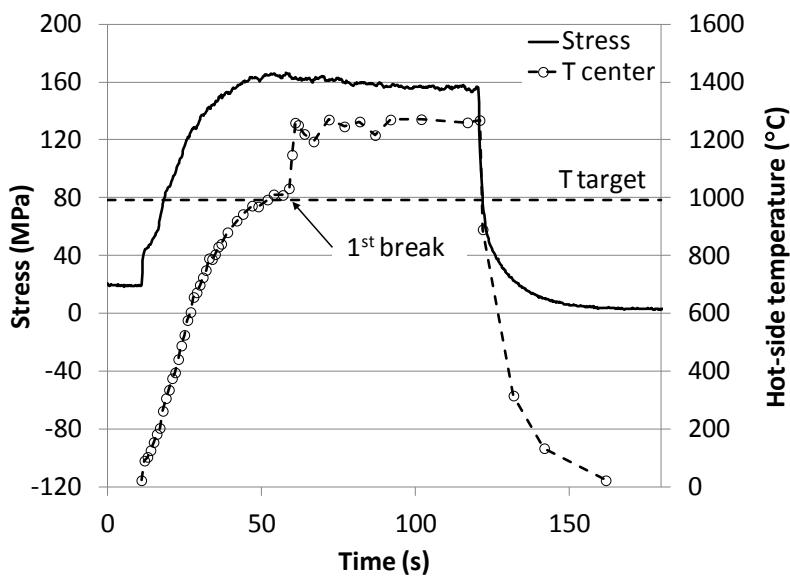
The first test cycle was the most interesting one to analyze in detail, being the scene of the most important sudden damage events and highest-amplitude force relaxation. Such observations

provided early insight into the deterioration modes of the specimens, whether it was quick delamination, gradual fiber buckling, or high creep rate. The highest stresses were measured in the first cycle before relaxation occurred, as shown in Table 5.2.

In the data of the first cycle, as shown in 5.8:, sudden partial rupture events (breaks, also listed in Table 5.2) were detected either as drops or disruptions of the reaction force signal accompanied by sudden temperature rises or as sudden temperature rises alone. The most prominent signs of damage were observed for specimens C4 and C5, which suffered from delamination and cambering of the top plies in their narrow section in the first cycle, as shown in Figure 5.9b for specimen C4. In both cases, the first cycle data revealed at least one small break during the temperature rise, followed by a major force disruption most likely corresponding to delamination (Figures 5.8d and 5.8e). For specimens C1 and C2, only local damage to exposed hot-side fibers was visible after the first cycle. The affected areas spread in the following cycles, with more fibers buckling and protruding from the hot surface, as shown in Figure 5.9a for specimen C1. Correspondingly, for specimens C1 and C2, small breaks were detected in the data of the first cycle as temperature jumped, with imprecise or negligible disruptions of the force signal (Figures 5.8a and 5.8b). The poorer quality of specimen C1 may have caused its early break in the first cycle. Indeed, the infrared camera pictures of this specimen at the onset of heating showed local hot spots, as shown in Figure 5.10, which suggested the presence of near-surface irregularities before the test. The hot spot present inside the narrow section, identified by the white arrow, grew more pronounced at approximately 675 °C, where the first break was recorded. Excluding specimen C1, the compressive stress at the first break on the hot surface was in all cases greater or equal to 131 MPa, corresponding to specimen C4. In contrast to specimen C1, no hot spot or near-surface defect that could have promoted early damage initiation was identified on specimen C4 upon activating the laser.

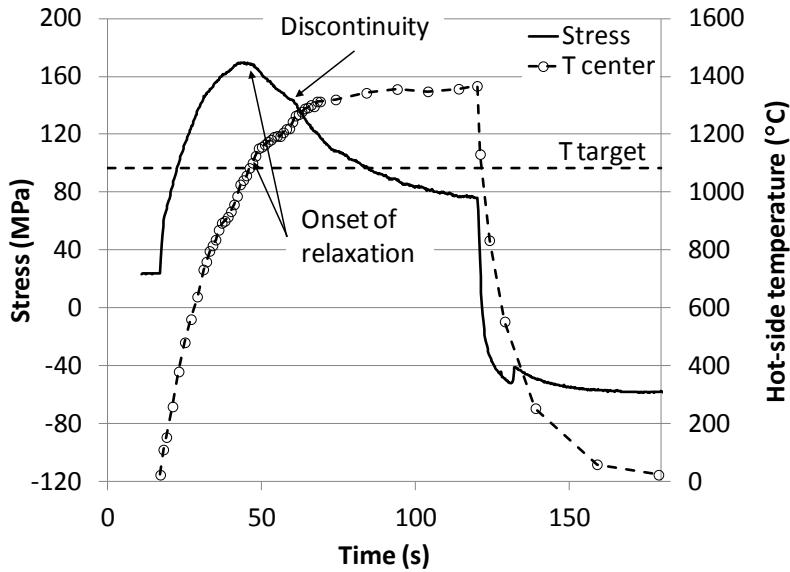


a) Specimen C1

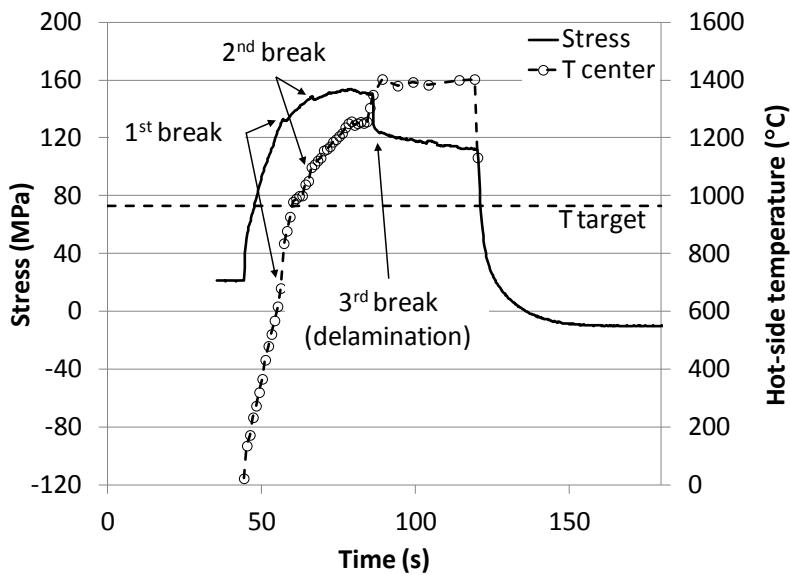


b) Specimen C2

Figure 5.8: Nominal bending stress and temperature measured at the specimen center in the first test cycle, where positive bending stress is compressive on the hot side

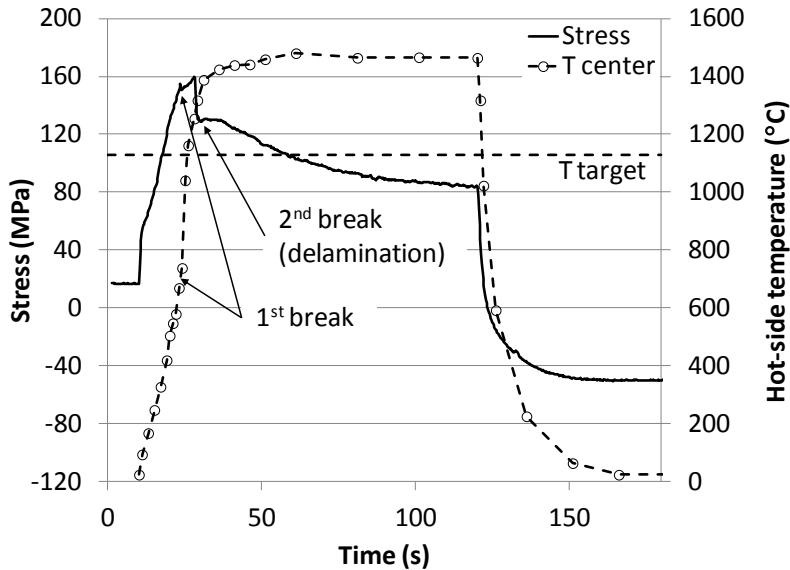


c) Specimen C3

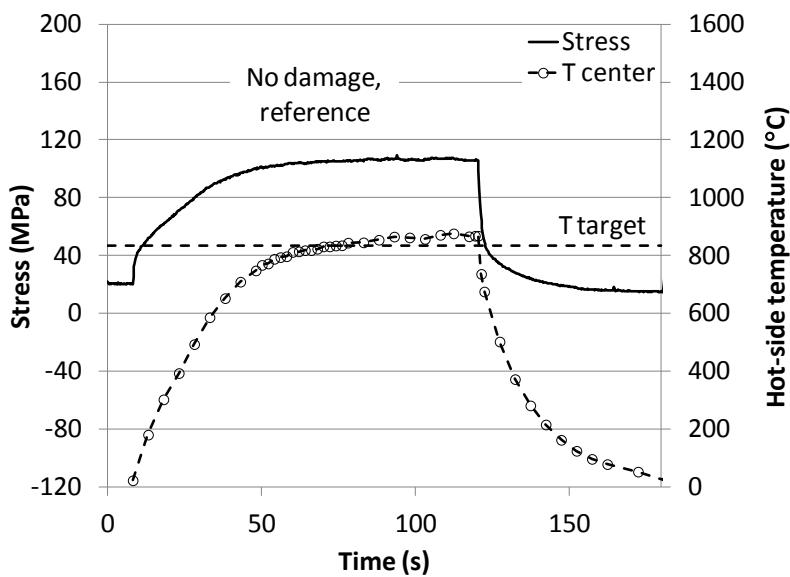


d) Specimen C4

5.8: (continued): Nominal bending stress and temperature measured at the specimen center in the first test cycle, where positive bending stress is compressive on the hot side



e) Specimen C5



f) Specimen C8

5.8: (continued): Nominal bending stress and temperature measured at the specimen center in the first test cycle, where positive bending stress is compressive on the hot side

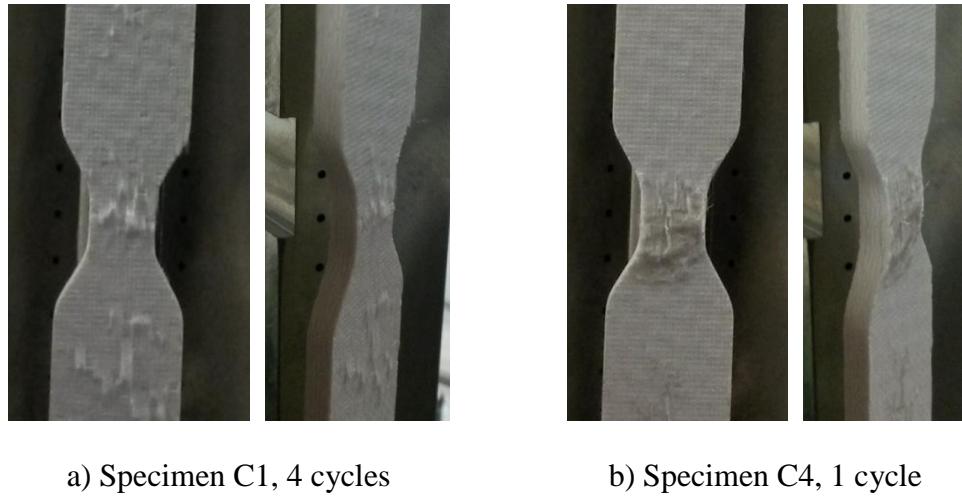


Figure 5.9: Early damage observed in specimens C1 and C4

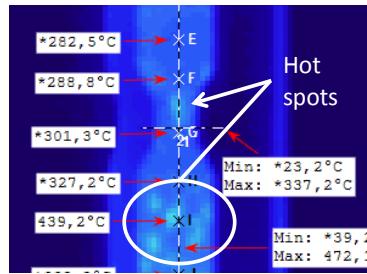


Figure 5.10: Irregularities (hot spots) observed inside and close to the narrow section of specimen C1 at the onset of heating in the first cycle

Specimen C3 mainly displayed a gradual force relaxation in the first cycle rather than sudden temperature or force disruptions (Figure 5.8c). Force relaxation started while the temperature was still rising, at 1,101 °C, and then accelerated at 1,220 °C, accompanied by an accelerated temperature rise, suggesting a discontinuity in the damage process. This relaxation can reasonably be attributed at least partially to material creep. The observed temperature overshoot on the hot surface suggested some interlaminar damage as well in the first cycle, even though it was not observed visually after the specimen had cooled, per Figure 5.11a. Gradual force relaxation was observed at various levels for all specimens from C1 to C5. For all specimens except for specimen C3, gradual relaxation was observed when the specimen hot-side

temperature was above 1,200 °C in the narrow section. On some occasions, stress relaxation in hot spots outside of the narrow section may have contributed to the overall force relaxation, which may explain why relaxation started at a center temperature as low as 1,101 °C for specimen C3. Indeed, specimen C3 showed signs of overheating outside of the narrow section later in the test, as shown in Figure 5.11c.

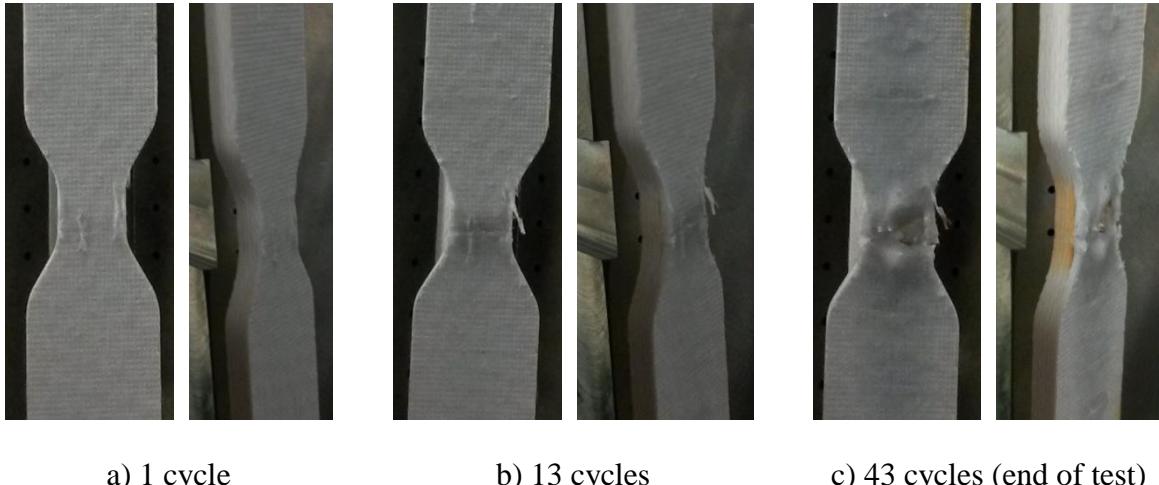


Figure 5.11: Evolution of the damage during the test of specimen C3

Interestingly, in Figure 5.8, a phenomenon that can probably be attributed to the dual-phase nature of the material was observed. Upon laser activation, the apparent material stiffness was high and then suddenly dropped, resulting in the stress discontinuity observed in Figure 5.8 for all specimens close to 40 MPa. This discontinuity was not associated with significant material damage, as it was also observed for the undamaged specimen C8 (Figure 5.8f), and not only in the first, but in all test cycles, even after specimens showed heavy signs of damage. Figure 5.12 plots the force against the through-thickness  $\Delta T$  for the first cycle for specimen C8. As the bending deformation of the specimen could be assumed to be roughly proportional to the measured  $\Delta T$ , assuming a linear coefficient of thermal expansion (CTE), the slope of this curve,  $dF/d(\Delta T)$ , could be assumed to be roughly proportional to the specimen stiffness. Figure 5.12 clearly shows this stiffness parameter to be higher at the beginning of the cycle. One possible explanation for this finding could be the difference of CTE between the matrix and the fibers.

Considering that the Nextel 720 fibers have a smaller CTE than the alumina matrix ( $6 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  [55] versus  $8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  [42]), the normal stress would have decreased at the fiber-to-matrix interface during specimen heat up, which would have released the fibers to some extent and allowed for more internal sliding and lower stiffness at higher temperature. This hypothesis was corroborated by the observation of a higher stiffness parameter at the approach of room temperature as the specimen cooled, also shown in Figure 5.12. This phenomenon of fiber release and sliding could be reversible to some extent, which would explain its occurrence at every cycle.

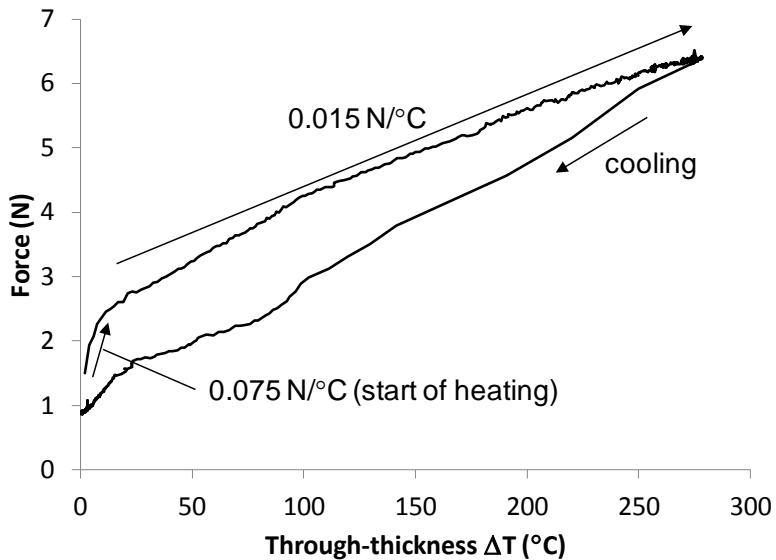


Figure 5.12: Force variation against through-thickness  $\Delta T$  in the first test cycle for specimen C8

### 5.4.3 Evolution of Damage to End of Test

The loss of specimen stiffness was used to quantify the accumulated permanent damage. To do so, an average stiffness parameter was defined as  $(F-F_0)/\Delta T$ , or  $\Delta F/\Delta T$ , where  $F_0$  is the force at room temperature before laser turn on, and  $F$  and  $\Delta T$  are the force and through-thickness  $\Delta T$  under heating, respectively.

From Table 5.3, losses of  $\Delta F/\Delta T$  from cycle 1 to cycle 2 corresponded well with the observed visible damage, starting with specimens C4 and C5, which lost the most stiffness after

delamination in the first cycle. Specimen C1 also showed a substantial drop of  $\Delta F/\Delta T$  in cycle 2, even though only surface damage was visible after one cycle. Specimen C2 showed no reduction of  $\Delta F/\Delta T$  from cycle 1 to cycle 2 in the way that specimens C6 and C8 did, which confirmed that this specimen was affected by superficial damage only in the first cycle.

Table 5.3: Evolution of  $\Delta F/\Delta T$  and  $F_{avg}$  in all tests (in approximate order of increasing target  $\Delta T$  and surface temperature)

<b>Specimen</b>	<b>Test duration</b> (cycles)	<b><math>\Delta F/\Delta T^{(a)}</math></b> (N/ $^{\circ}C$ )			<b><math>F_{avg}</math></b> (N)		
		Cycle 1	Cycle 2	End of test	Cycle 1	Cycle 2	End of test
C8	307 <sup>(b)</sup>	0.0185	0.0190	0.0178	3.79	3.58	2.86
C6	312 <sup>(b)</sup>	0.0212	0.0219	0.0153	4.59	4.24	1.96
C1	172 <sup>(c)</sup>	0.0282	0.0177	0.0116	4.72	3.85	0.36
C4	144 <sup>(b)</sup>	0.0206	0.0104	0.0057	5.18	2.97	1.08
C2	120 <sup>(b)</sup>	0.0226	0.0236	0.0104	5.50	4.70	1.93
C3	43 <sup>(b)</sup>	0.0192	0.0149	0.0085	5.76	0.53	-0.64
C5	102 <sup>(b)</sup>	0.0260	0.0099	0.0037	5.25	1.05	0.17

a)  $\Delta F/\Delta T$  calculated using  $F$  and  $\Delta T$  immediately before the first sign of damage for the first cycle for specimens C1 to C5 and using  $F$  and  $\Delta T$  at the end of each cycle, before laser shutdown, for subsequent cycles and for all cycles for specimens C6 and C8.

b) 3 minutes/cycle.

c) 4 minutes/cycle.

For specimens C2, C6, and C8,  $\Delta F/\Delta T$  was noticeably larger in the second cycle than in the first one, which may partly be explained by matrix micro-cracking. In the reaction force response of specimen C8, shown as an example in Figure 5.13,  $\Delta F$  was found to increase from cycle 1 to cycle 2 because of a drop of  $F_0$ , while the maximum force remained almost unchanged. Prior to starting the test, the matrix of the material would have contributed to holding the initial bending pre-load. Then, the matrix would have cracked under the rising stress and contributed less to supporting the maximum force and subsequent residual pre-load, which would have caused the observed reduction of  $F_0$ . In the second cycle, the matrix would not have cracked much further, resulting in the same or similar maximum force but increased  $\Delta F$ . The same type of force response was observed with specimens C2 and C6.

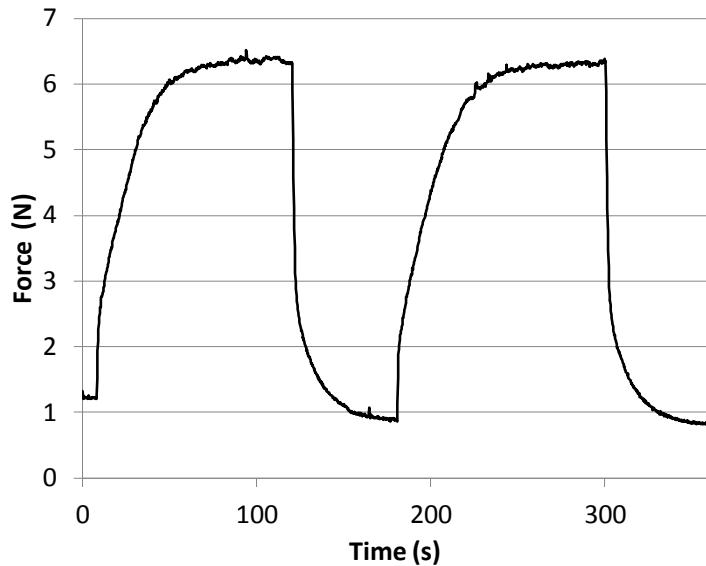


Figure 5.13: Reaction force measured in the first two cycles for specimen C8

The stiffness parameter gradually dropped throughout the test, indicating a sustained progression of damage, as shown in Figure 5.14 for selected specimens. For specimen C5, as well as for specimens C1 and C4, not shown in the figure, most of the stiffness loss occurred in the first cycle. Again, discontinuities corresponding to overnight test pauses were observed in the evolution of  $\Delta F/\Delta T$ , visible in Figure 5.14 especially for specimens C6 and C8, as in Figure 5.7 for the temperature. The source of these discontinuities is still unknown.

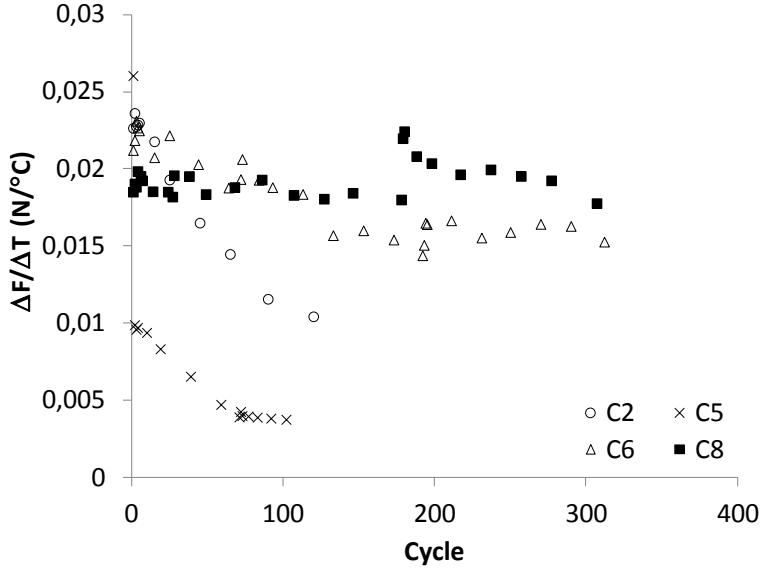


Figure 5.14: Evolution of the stiffness parameter  $\Delta F/\Delta T$  throughout the entire test duration

The average reaction force  $F_{\text{avg}}$  also decreased during the tests, as shown in Table 5.3, but not necessarily following the same trend as that of the stiffness parameter with respect to the test conditions.  $F_{\text{avg}}$  was defined as  $(F_0 + F_{\text{max}})/2$ , where  $F_{\text{max}}$  is the maximum reaction force measured in the cycle, and  $F_0$  is again the force at room temperature. For example, at the end of the test, the  $F_{\text{avg}}$  of specimen C1 was nearly zero, similar to that of specimens C3 and C5, despite the lower target  $\Delta T$  and while maintaining higher stiffness. Additionally,  $F_{\text{avg}}$  for specimen C3 dropped more quickly than for specimen C5 at the beginning of the test, even though specimen C5 presented more extensive damage and more loss of stiffness. In fact, it was found that specimens C1 and C3 were subjected to a higher average temperature across their thickness, which would have caused a thicker material layer to experience creep deformation. Indeed, specimens C1 and C3 were the ones that maintained the highest back-side temperature. While the back-side temperature remained below 760 °C for all other specimens, it varied between 800 and 840 °C for 68 cycles out of 172 in the case of specimen C1 and between 840 and 900 °C for all cycles for specimen C3. For specimen C5, which delaminated early in the test, the back-side temperature started at 750 °C and gradually decreased below 600 °C at the end of the test. Early loss of

through-thickness thermal conductivity and the resulting cooler back side would have prevented  $F_{avg}$  from dropping more quickly for specimen C5.

At the end of the test, the specimen back face was found to be intact in all cases, maintaining the significant stiffness levels given in Table 5.3. The depth of damage and delamination increased with increasing target  $\Delta T$  and stress, increasing to six damaged plies out of twelve for specimens C2 to C5, as shown in Figure 5.15. In the worst condition, specimen C5 retained approximately 14% of its  $\Delta F/\Delta T$  ratio after 102 cycles. The damaged plies mostly stayed in place during the test, providing some protection for the undamaged material. An orange-brown substance was observed on the specimens, mainly on the side faces, in higher quantity for the most damaged specimens C4 and C5. Per energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX), this substance contained iron. The presence of iron was detected only at the surface of the specimens, with no noticeable penetration. This iron came from the laboratory environment, as EDX at the surface of a new specimen did not reveal any iron. The source of this contamination has not yet been identified.

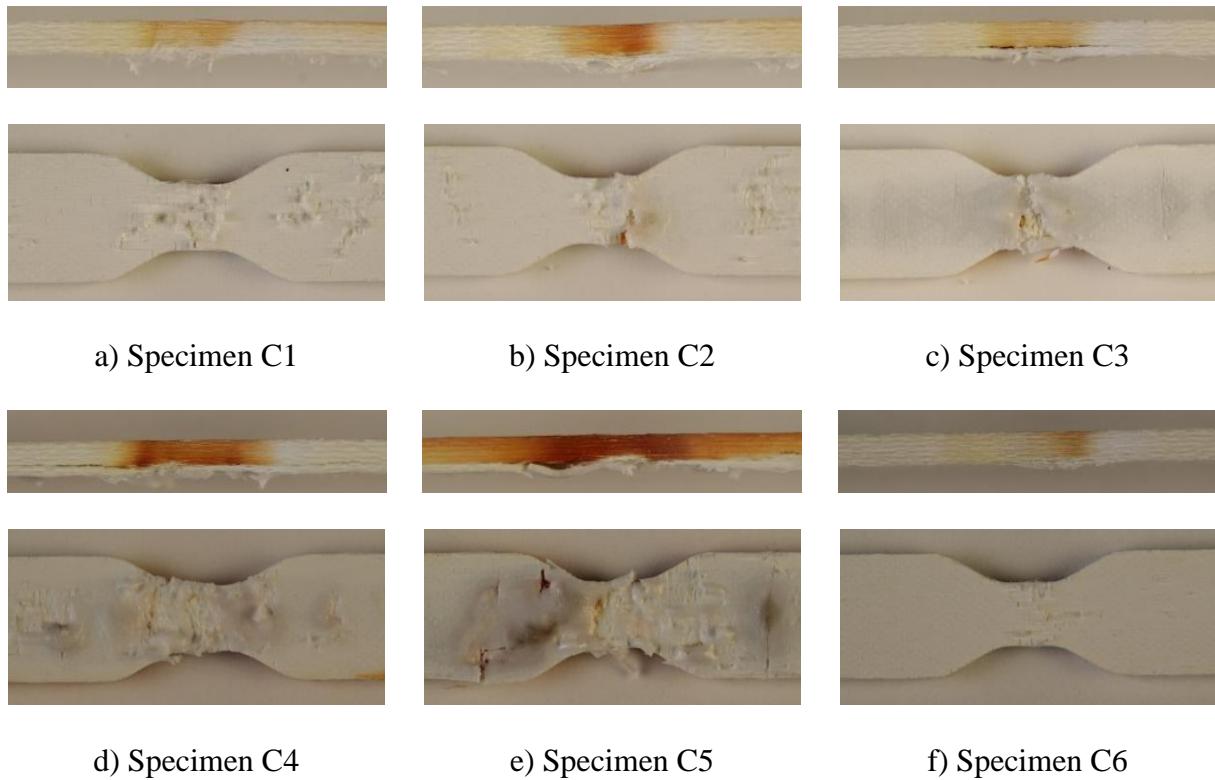


Figure 5.15: Post-test observation of the damaged specimens (heated front face and one side face)

## 5.5 Discussion

A map of the observed A-N720 deterioration modes is proposed in Figure 5.16, per the current experiment, with respect to the target bending stress and temperature, as defined previously. Delamination over a large area was observed under target bending stresses above 158 MPa, which led to surface overheating and damage occurring at greater depths in the material. Above a certain temperature threshold, substantial stress relaxation seemed to occur prior to the aggravation of damage, which was mainly observed in specimens C1 and C3. At lower target stress but above 107 MPa, deterioration occurred more gradually, starting with fiber buckling and protrusion from the hot surface. Delamination occurred over small, localized areas, as observed for specimens C1 and C6 after testing. Deterioration of specimens C1 to C6 under target stresses of 130 MPa or higher was to be expected, considering that the A-N720 ultimate strength under compression is 128 MPa at 1,200 °C, as listed in Table 4.1. However, various rates and sequences of deterioration were observed depending on the specific temperature and stress levels.

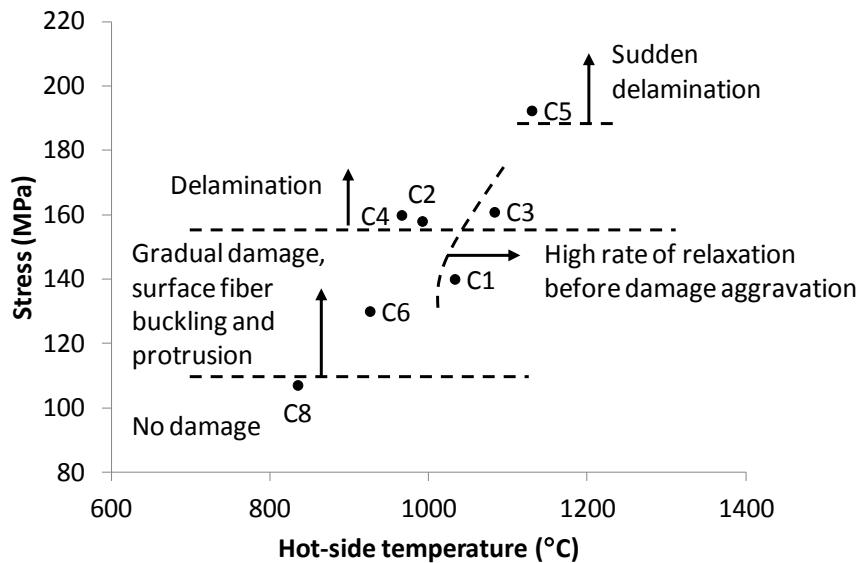


Figure 5.16: Observed A-N720 deterioration modes with respect to target conditions (bending stress, compressive on the hot side, and hot-side temperature at specimen center)

A significant portion of the potential material design space was covered, even though more points would have been preferable for completeness. It would have been useful to test specimens under a higher surface temperature than was used with specimen C8, but with similar stress, by lowering the cooling flow with respect to specimen C8. However, specimens C1 and C8 were tested with the minimum back-side cooling flow allowable by the current experimental configuration, as they would have begun to severely overheat outside the narrow section with weaker cooling, as occurred in preliminary tests not presented here. Replicating some of the tests would also have been useful to confirm that the variations in the behavior of the material were caused by changes in test conditions rather than specimen-to-specimen variations. This replication might have led to changes in the boundaries proposed in Figure 5.16. However, the available rig time and number of specimens were limited, and exploration of more test points was preferred over test replication to maximize the number of observable behaviors.

The only specimen that did not exhibit damage, specimen C8, was tested under a relatively small  $\Delta T$  of 278 °C and a bending stress of 107 MPa in the first cycle. Considering that in an aircraft

gas turbine combustor heat shield made of A-N720 a through-thickness  $\Delta T$  of more than 500 °C and a bending stress reaching 150 MPa could be expected, per previous work also to be published by the authors, this material is unlikely to be a candidate of choice for such an application. Static applications further downstream in the turbine gas path, such as low-pressure vanes and shrouds or exhaust components, would be preferable for introduction of this material, depending on the stress levels.

Material integrity was maintained in all tests, the specimens remaining intact over half of their thickness from the back side. In all cases, the nominal bending stress remained within the tensile fatigue run-out stress of 170 MPa provided in Table 4.1, which helped the tension-loaded back side. This result tended to demonstrate an advantage of the layered composite structure, which may decouple damaged, overheating top plies from the undamaged plies, thus ensuring part structural integrity over a longer period.

Nevertheless, in an actual application over thousands of hours of operation, damaged top plies could peel off and expose the deeper plies to the radiation from the hot gas, which could eventually affect the durability of the back side. Even prior to this material loss, hot gas could penetrate the cracks underneath the damaged plies and accelerate the deterioration. In the current experiment, the damaged plies mostly stayed in place and acted as a barrier against laser heating, and hot gas infiltration was not simulated, which may have led to the observation of smaller rates of deterioration.

The rate of relaxation of the external reaction force in this experiment represented a particular case of a static part application that may be optimistic. In a gas turbine application, relaxation of the internal loads may vary from one part to another, depending on the stress field surrounding the region of concern. Proper analysis of a target component that would account for damage would be required to assess the conservatism or optimism of the experiment in that respect.

Specimen quality was shown to play a significant role in the observed deterioration, as outlined by the early surface damage observed on specimen C1 at the location of a material irregularity captured by thermal imaging. Prior to future tests, non-destructive inspection of all specimens would be preferable to reduce uncertainty related to such early damage. Infrared thermography should be conducted at a low temperature prior to every test using the current system, but with higher-definition infrared camera pictures. Ideally, test specimens should be fabricated using

near-net-shape molding directly followed by grinding, rather than being cut from a plate. This fabrication process would avoid potential defects or onsets of delamination induced by water jet cutting.

Another possible improvement to the experiment would be to optimize the back-face impingement cooling pattern to force the specimen peak temperature to be located in the middle narrow section. In the current experiment, signs of overheating were observed outside of the specimen narrow section under higher laser power. Stronger cooling should be provided outside the narrow section to ensure that the damage is concentrated at the specimen center. This modification would also prevent stress relaxation outside the region of concern that would otherwise artificially result in less or slower damage progression.

## 5.6 Conclusion

Potential deterioration modes of the A-N720 CMC material inside a cooled gas turbine static component were observed in the laboratory. These deterioration modes include gradual fiber buckling and protrusion under a target (design) bending stress of up to 140 MPa and rapid delamination at 158 MPa or higher. Gradual stress relaxation probably associated with creep preceded damage aggravation at target temperatures above 1,000 °C and under moderate target stresses of 140 and 161 MPa. Temperature increases and reaction force reductions due to material damage were observed, leading to temperatures often in excess of the proposed material limit of 1,200 °C and stabilization of the damage at the end of the test. Under test conditions leading to a hot surface temperature of 866 °C and a bending stress of 107 MPa in the first cycle, the material showed no visible damage after 307 cycles.

The observed capabilities would not be sufficient to allow for A-N720 to be used inside the combustor of a modern aircraft engine but could be well suited for lower-temperature turbine components. Designing for higher temperatures and stresses may be acceptable if sufficient stress relaxation is allowed and partial damage can be tolerated by the application.

The novel type of experiment used in this work has proven to be an advantageous tool for studying potential CMC materials for gas turbine engines. Although it did not cover the entire range of possible boundary conditions, for example in terms of allowed stress relaxation, it could

be used to quickly compare the capabilities of various CMC materials under a thermally loaded static component application.

## **Acknowledgements**

The authors would like to thank the team of the National Research Council of Canada, in Boucherville, in particular Bernard Harvey, Mario Lamontagne, Jean-Claude Tremblay, and Rogerio Lima, for adapting and operating the laser rig for the needs of this research.

## **Funding**

This work was supported by Pratt & Whitney Canada, the UTC Employee Scholar Program, and the Engineers Canada-Manulife scholarship program.

## CHAPITRE 6 DISCUSSION

### **6.1 Introduction**

En se rappelant que l'objectif général de cette recherche était de développer une procédure de prédiction des mécanismes d'endommagement d'un matériau CMC dans une pièce statique de turbine à gaz, la procédure mise au point sera présentée clairement dans ce chapitre, tout en apportant différents points de discussion. Le montage et la procédure d'essai mis en œuvre en laboratoire seront d'abord discutés à la section 6.2, en s'attardant principalement sur la représentativité du système de chauffage et sur du concept d'application de la contrainte. Puis, la procédure de caractérisation dans son ensemble sera décrite et discutée à la section 6.3, incluant l'analyse de la pièce de turbine à gaz à simuler et le processus itératif de conception de l'échantillon pour représenter cette pièce. On élaborera finalement sur les potentiels essais comparatifs entre différents matériaux, de même que sur les différents modes de détérioration observables en utilisant la procédure développée, aux sections 6.4 et 6.5.

### **6.2 Concept de l'expérience**

#### **6.2.1 Principe général**

De façon générale, le concept de l'expérience proposée est assez représentatif de l'application spécifique d'un panneau de chambre à combustion, ce qui répond au premier objectif spécifique du projet. L'une des deux surfaces du matériau est soumise à un chauffage à puissance constante, tandis que l'autre surface est refroidie avec un débit d'air constant. La température augmente à la surface chauffée suivant l'accumulation de dommage et la perte de conductivité à travers l'épaisseur du matériau. Les déplacements de l'échantillon sont contraints, de sorte que les contraintes à haute température diminuent suite à l'endommagement.

Tel que mis en lumière dans la revue de littérature critique, la plupart des essais réalisés en laboratoire jusqu'à maintenant pour caractériser les matériaux CMC étaient des essais sous chargement contrôlé, principalement en tension, menant à la rupture complète du matériau. Il serait pratiquement impossible de prédire la durée de vie d'une pièce statique de turbine à gaz dont les conditions de chargement varient dans le temps avec des données provenant d'essais

sous des modes de chargement contrôlés, que ce soit en tension, en compression ou en flexion. Pour ce faire, il faudrait développer un modèle d'endommagement extrêmement détaillé du matériau, en utilisant par exemple des propriétés anisotropiques de résistance, de rigidité, de propagation des fissures et de fluage pour prédire les déformations permanentes, la fissuration transversale et la fissuration entre les couches laminées. Il faudrait également prédire l'évolution de la température en fonction du dommage et prendre en compte les modifications de la microstructure des constituants dues aux potentielles surchauffes, de même que l'oxydation qui pourrait fragiliser le matériau. C'est en raison de la complexité de ce problème que l'expérience proposée vise plutôt à reproduire en laboratoire les conditions d'utilisation du matériau dans la pièce statique, en incluant les effets de la diminution des contraintes et de l'augmentation de température en surface suivant l'endommagement.

### **6.2.2 Système de chauffage**

Le système de chauffage par rayonnement laser du CNRC s'est avéré suffisant pour endommager sévèrement le matériau, mais présente tout de même une limitation importante au niveau de la représentativité de l'application. Dans un moteur, lorsqu'un matériau CMC est endommagé, l'augmentation de la température à sa surface fait diminuer l'afflux de chaleur en provenance des gaz chauds. En effet, les flux de chaleur par convection et par radiation dans un environnement de moteur varient tous les deux de pair avec la différence de température entre les gaz et la paroi de la pièce. Lorsque la température en surface d'une pièce augmente, la puissance de chauffage devrait alors diminuer. Par contre, dans l'expérience, l'afflux de chaleur fourni par le laser est indépendant de la température du matériau. Dans le cas d'une chambre à combustion faite de CMC, ce problème est amoindri par le fait que dans un moteur, l'afflux de chaleur par radiation devrait être dominant par rapport à l'afflux de chaleur par convection, tel que démontré à la section 4.2.2. Dans un moteur, la convection est particulièrement affectée par l'augmentation de la température de la pièce, puisqu'elle est directement proportionnelle à la différence de température entre les gaz et la paroi, alors que la radiation est moins affectée, étant proportionnelle à la différence des températures élevées à la quatrième puissance. Le système de chauffage laser est donc assez représentatif du chauffage d'une paroi de chambre à combustion en présence de la radiation d'une flamme. Il serait par contre moins représentatif du chauffage d'une pièce statique de turbine, qui est dominé par la convection, en l'absence de flamme.

Pour être plus rigoureux, le système de chauffage proposé initialement, par rayonnement infrarouge, pourrait être plus représentatif de l'application d'une chambre à combustion, puisque sa puissance de chauffage varie en fonction de la différence de température entre l'élément chauffant de la lampe et la surface du matériau. Par contre, dans le présent travail, ce système s'est avéré insuffisant pour endommager le matériau avec la puissance électrique maximale de 2000 W qui était disponible.

Une autre limitation du système de chauffage proposé est que l'environnement oxydant du moteur n'est pas simulé. Il serait imaginable de concevoir une chambre de vapeur qui engloberait une partie du montage, en aménageant des fenêtres pour le faisceau laser, la caméra infrarouge et le pyromètre. La cellule de charge devrait elle aussi être placée à l'extérieur, ce qui nécessiterait un élément de transmission de la force à travers la paroi de la chambre avec un joint d'étanchéité. Un tube d'alumine n'englobant que l'échantillon a été utilisé à l'Air Force Institute of Technology [127] pour créer une atmosphère de vapeur, dans un contexte de chargement de l'échantillon dans le sens de la longueur et à température uniforme. Ici, avec la flexion de l'échantillon et le refroidissement de la face arrière, la conception d'une chambre de vapeur serait un défi de grande envergure. De plus, il reste qu'une telle chambre de vapeur ne simulerait pas l'afflux de chaleur par convection présent dans une turbine à gaz, plus particulièrement sur une pièce de turbine comme un stator, à moins de forcer un écoulement sur la surface chauffée.

Le chauffage à l'aide d'une torche serait sans doute préférable au chauffage laser, simulant à la fois le chauffage par convection, le chauffage par radiation et l'environnement oxydant de la turbine à gaz. Dans ce cas, l'afflux de chaleur diminuerait lorsque la température du matériau augmenterait, tout comme dans un moteur, la température de la flamme et des produits de combustion demeurant constante. Il resterait à déterminer à quel point un tel système pourrait être ajusté pour doser les flux de chaleur par convection et radiation de façon représentative. Pour un stator de turbine, la vitesse des gaz ne serait peut-être pas suffisante pour générer suffisamment de convection, alors que la température de la flamme générerait peut-être trop de radiation.

Dans le cas où un revêtement serait utilisé sur une pièce de CMC, ce qui est inévitable avec un matériau à base de SiC sensible à l'oxydation, l'expérience devrait évidemment être réalisée avec des échantillons revêtus. L'expérience serait en même temps un bon moyen d'évaluer la durabilité et l'adhésion du revêtement sous des températures et des contraintes représentatives.

Par contre, sous un chauffage par laser, le revêtement et le matériau de base pouvant avoir des propriétés optiques différentes, l'apport de chaleur pourrait changer soudainement aux endroits de bris et de perte de revêtement. Ceci pourrait peut-être encore une fois justifier l'utilisation d'une torche pour le chauffage. De plus, la mesure des températures pourrait nécessiter deux systèmes en parallèle, adaptés et calibrés pour chacun des deux matériaux.

Finalement, avec le système au laser du CNRC, il serait nécessaire d'investiguer dans le but de déterminer les raisons des discontinuités en température observées d'une journée d'essai à une autre, telles que décrites à la section 5.4. Des essais pourraient être répétés, en faisant varier ou non la durée des pauses. Il se pourrait que ces discontinuités soient dues à des modifications à l'intérieur ou en surface du matériau CMC pendant les pauses. Pour confirmer cette hypothèse, des essais pourraient être réalisés avec un matériau de composition homogène, par exemple l'alumine, en guise de comparaison.

### **6.2.3 Système de contrainte**

Des itérations ont été menées sur la façon de contraindre l'échantillon dans le montage expérimental. Au départ, l'application d'une contrainte de déplacement longitudinal a été considérée, pour charger l'échantillon en compression à haute température en plus de la contrainte de flexion imposée lors de l'essai final, ce qui aurait permis de représenter le chargement à certains endroits d'un stator de turbine, par exemple. Différents montages de retenue ont été analysés pour ce faire sans pour autant être concrétisés. Il s'est avéré qu'une simple immobilisation en flexion de l'échantillon était représentative d'une application de panneau de chambre à combustion, après avoir modélisé différents types de panneaux. Il a donc été décidé de concentrer les efforts vers cette application, qui était tout à fait pertinente et utile, au profit de la simplicité des essais. Par ailleurs, le mode de chargement préconisé ici pourrait aussi bien se retrouver dans un stator de turbine, par exemple dans les murs de bouts d'aube, ou dans d'autres types de pièces de turbine.

L'essai développé soumet le matériau à un effort de flexion dans une seule direction, tandis que dans un panneau de chambre à combustion réel, cet effort de flexion est bidirectionnel, tel que présenté à la section 4.2.3. L'utilisation d'échantillons en croix pourrait être considérée pour contraindre le matériau dans deux directions [128], en utilisant deux cellules de charge. La Figure 6.1 présente un exemple d'un tel échantillon. Néanmoins, dans certains cas, les contraintes de

flexion sont nettement dominantes dans une direction, par exemple pour le panneau segmenté chauffé en surface convexe analysé à la section 4.2.3. Non seulement l'expérience proposée ici est plus simple, mais elle est aussi représentative de certains cas réels.

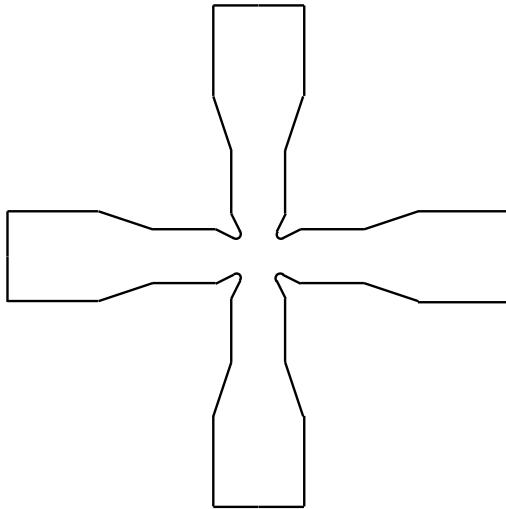


Figure 6.1: Exemple d'échantillon en forme de croix

Évidemment, dans une telle expérience où les déplacements sont contraints, la forme de l'échantillon, sa longueur et sa largeur ont un impact direct sur la contrainte et sur la relaxation de cette contrainte pendant l'essai. Différentes configurations d'échantillons pourraient donc être imaginées pour mieux correspondre à différentes applications, tout dépendant des résultats d'analyse des composantes. Si le choix était fait d'appliquer des contraintes dans deux directions, de potentiels échantillons en forme de croix pourraient être conçus avec une rigidité plus grande dans une direction que dans l'autre.

### 6.3 Procédure de caractérisation

Les étapes de la procédure de caractérisation développée sont schématisées à la Figure 6.2 et seront discutées une à une dans les différentes sous-sections qui suivent. L'analyse de la pièce de turbine à gaz d'intérêt est d'abord effectuée, puis un processus itératif de conception de l'expérience est initié où différentes configurations d'échantillons et différents patrons de refroidissement de la face arrière peuvent être essayés. Lorsque la contrainte obtenue lors de

l'expérience correspond bien à la contrainte prédictive dans la pièce de moteur, les essais de caractérisation peuvent être menés, en faisant varier les paramètres d'essais autour du point de cette correspondance.

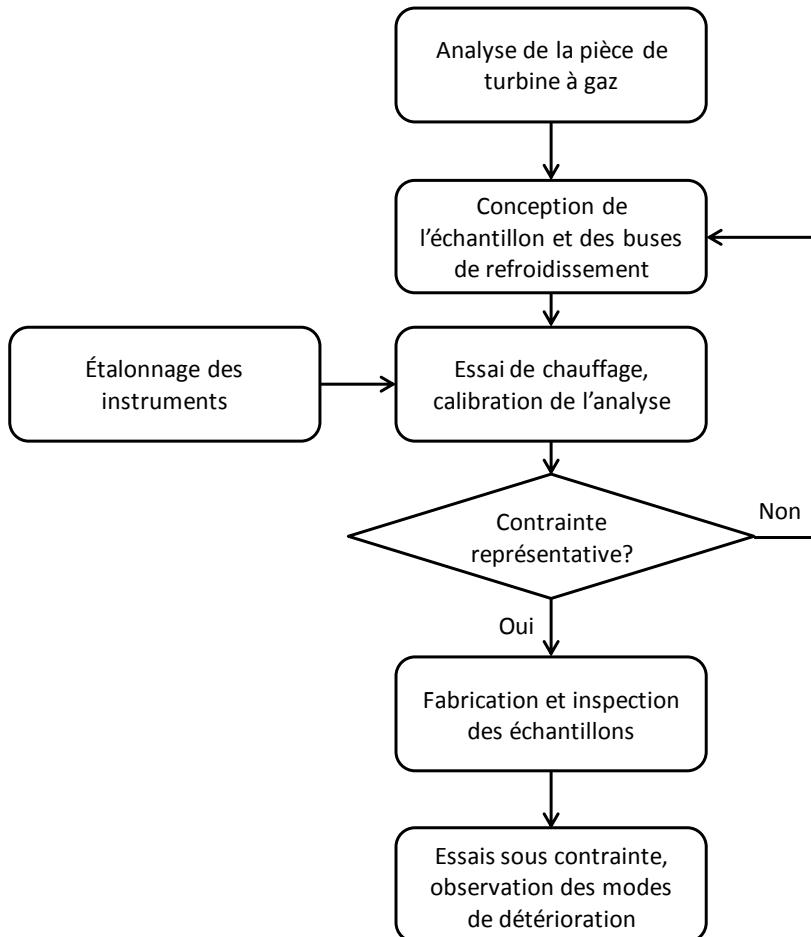


Figure 6.2: Schéma de la procédure de caractérisation développée

### 6.3.1 Analyse de la pièce de turbine à gaz

La pièce doit être analysée par éléments finis en incluant toute la géométrie et en appliquant des conditions aux limites correspondant à la façon dont la pièce est attachée dans son sous-assemblage, par exemple en utilisant des forces de réaction proportionnelles aux déplacements. De cette façon, la contribution de tous les éléments de rigidité est prise en compte dans le taux de restitution d'énergie et la progression du dommage au point d'intérêt. Dans la présente recherche,

une analyse beaucoup plus simple a été réalisée, compte tenu que les panneaux de chambre à combustion analysés étaient génériques et que le mode d'assemblage était inconnu. Idéalement, les pièces voisines qui sont susceptibles d'appliquer des forces de réaction sur la pièce analysée devraient être incluses dans l'analyse, avec des conditions de contact appropriées. Les propriétés anisotropiques du matériau CMC doivent être utilisées.

L'analyse de la pièce doit d'abord être faite en faisant l'hypothèse que le matériau ne se brise pas, puis être répétée en introduisant graduellement du dommage à l'endroit critique où les limites du matériau semblent être atteintes, par exemple en réduisant localement la rigidité du matériau. La contrainte apparente au point de détérioration devrait alors diminuer en fonction du niveau de dommage introduit. La courbe de relaxation obtenue devient alors une caractéristique spécifique de l'application qui devrait être reproduite dans l'expérience. Que le matériau perde de la rigidité par fissuration ou par perte de matière par oxydation, le résultat devrait rester le même : une perte de rigidité locale et une diminution de la contrainte. Aussi, si le matériau subit du fluege, sa déformation augmente sous une contrainte donnée, avec le temps, ce qui peut aussi être assimilé à une perte de rigidité locale causant une relaxation de contrainte dans l'analyse. Peu importe le mécanisme de détérioration, c'est le taux de diminution de la contrainte en fonction de l'accumulation de dommage qu'il faut connaître.

Une analyse détaillée de la détérioration du matériau pourrait être tentée, en modélisant la délamination et la perte de rigidité dans les couches supérieures, comme suggéré en discussion au Chapitre 4. Par contre, la modélisation d'une simple perte de rigidité à travers toute l'épaisseur du matériau à l'endroit critique devrait suffire pour caractériser le taux de restitution d'énergie de l'application, pour autant que la même méthode soit par la suite utilisée lors de la modélisation de l'échantillon. De plus, cette méthode est également applicable à n'importe quel matériau, même à un matériau qui ne serait pas multicouche, peu importe le mode de détérioration à l'endroit d'intérêt.

La pièce doit aussi être analysée en régime transitoire, soit lors de la montée en température, pour s'assurer que les contraintes maximales sont bien obtenues à la température maximale. Dans certains cas, par exemple lorsque certains endroits de la pièce se réchauffent plus rapidement que d'autres ou lorsque la pièce dans son ensemble se réchauffe plus rapidement que les pièces qui la voisinent, des contraintes plus élevées pourraient être prédictes en régime transitoire. Dans la

présente recherche, les panneaux de chambre à combustion analysés n'étaient pas contraints dans leurs déplacements par des pièces voisines et se réchauffaient à des vitesses similaires sur toute leur surface, ce qui a fait en sorte que les contraintes soient maximales à température maximale et non en régime transitoire.

### **6.3.2 Conception de l'échantillon et essais de chauffage**

La conception de la forme de l'échantillon est un processus itératif où l'objectif est de reproduire le plus fidèlement possible la température, la contrainte et le taux de relaxation de la contrainte prédicts dans l'application visée. Les différentes largeurs de l'échantillon, de même que ses dimensions dans le sens de la longueur, pourraient être très différentes de celles utilisées dans le présent travail. Un amincissement au centre de l'échantillon devrait tout de même être conservé, à l'intérieur duquel la contrainte est maximale et le dommage est susceptible de se concentrer. Le patron des jets de refroidissement de la face arrière de l'échantillon devrait être ajusté en fonction de la forme de l'échantillon.

Pour ajuster la forme de l'échantillon, une analyse par éléments finis de l'échantillon en conditions d'expérience doit tout d'abord être faite en ajustant les conditions de chauffage et de refroidissement pour atteindre des niveaux de température similaires à l'application, ceci en utilisant des approximations pour les pertes de chaleur et pour le profil de la puissance de chauffage. Une forme préliminaire d'échantillon doit être déterminée pour faire correspondre la contrainte en son centre avec la contrainte au point critique de la pièce de turbine à gaz. Puis, de la même façon que pour l'analyse de la pièce décrite à la section précédente, l'analyse doit être modifiée en simulant graduellement une perte de rigidité dans la section centrale de l'échantillon pour simuler la détérioration. Les zones de perte de rigidité sur l'échantillon et sur la pièce de turbine à gaz devraient être définies par des courbes iso-contraintes de même niveau, sous des conditions de température similaires. Cette étape a pour but de déterminer le taux de diminution de la contrainte en fonction du dommage, pour ensuite le comparer avec celui de l'application réelle, tel que schématisé à la Figure 6.3. La forme de l'échantillon peut ensuite être modifiée jusqu'à obtenir une similarité entre ces taux de diminution.

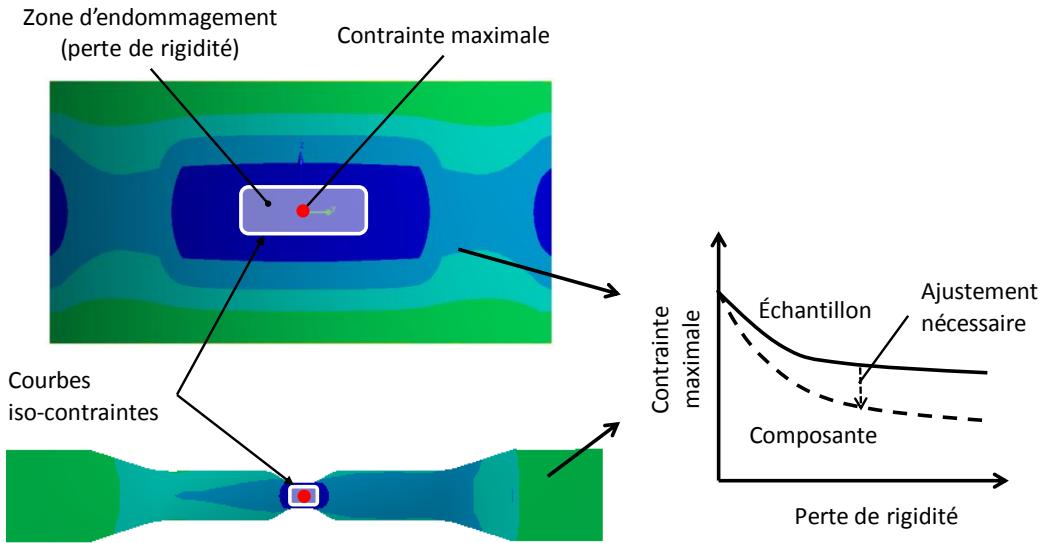


Figure 6.3: Ajustement du taux de diminution de la contrainte en fonction du dommage dans l'échantillon pour correspondre à l'application

Dans la présente recherche, le taux de diminution de la contrainte n'a pas été calculé et comparé entre l'application et l'expérience, dû aux contraintes de temps. Les taux d'accumulation de dommage et les niveaux de stabilisation du dommage observés lors de l'expérience n'étaient donc peut-être pas pleinement représentatifs de l'application de panneau de chambre à combustion qui était simulée. Il se peut, tout dépendant des niveaux de diminution des contraintes, que l'expérience ait été plus ou moins sévère que l'application visée, tel que mentionné en discussion du deuxième article.

Après avoir défini de façon préliminaire la forme de l'échantillon, des essais de chauffage préliminaires doivent être réalisés avec un échantillon libre, fixé uniquement à une extrémité, tel que décrit à la section 5.4.1. Ceci a pour but de calibrer le modèle de transfert de chaleur de l'échantillon, par ajustement de la distribution de l'afflux de chaleur du faisceau laser, de l'émissivité du matériau pour les pertes par radiation et des coefficients de transfert de chaleur pour la convection. Idéalement, pour faciliter la calibration et assurer la fidélité du modèle, la distribution du flux de chaleur ou de la puissance disponible en provenance de la source choisie devrait être caractérisée à l'aide d'un moyen indépendant. Dans le cas du laser, ceci devrait être fait pour chacun des positionnements possibles de la lentille semi-cylindrique. Au Chapitre 5, pour les essais réalisés au CNRC, un modèle de transfert de chaleur simplifié à une dimension a

été calibré en fonction des mesures prises au centre de l'échantillon. Pour plus de rigueur, un modèle par éléments finis en trois dimensions devrait être calibré avec les mesures prises par la caméra infrarouge, en prenant en compte des conditions aux limites non uniformes. De plus, le modèle calibré devrait être en mesure de prédire les bonnes courbes de montée et de descente en température en fonction du temps, tel que réalisé au Chapitre 4 pour les essais avec la lampe infrarouge.

Avant de procéder aux essais de chauffage préliminaires, une calibration des instruments de mesure de température sans contact est nécessaire pour chaque matériau, puisque l'émissivité et les longueurs d'ondes d'émission varient d'un matériau à un autre. Par ailleurs, il serait pertinent d'utiliser une seconde caméra infrarouge à l'arrière de l'échantillon, ne serait-ce que pour vérifier l'uniformité ou la régularité du patron de refroidissement.

En utilisant le modèle thermique calibré, le niveau de la contrainte et son taux de diminution avec le dommage peuvent être prédits à nouveau, puis comparés avec l'application de pièce de turbine à gaz. Au besoin, la forme de l'échantillon peut être ajustée de nouveau, de même que le patron de refroidissement, pour amorcer une deuxième itération de conception. Si la conception a changé de façon significative, il est alors nécessaire de refaire des essais de chauffage. Pour ces essais préliminaires liés au processus itératif de conception de l'échantillon, des échantillons découpés de façon relativement grossière à l'aide d'un procédé économique pourrait être acceptables, pour autant qu'aucun défaut pouvant modifier leur comportement en transfert de chaleur ne soit introduit.

Dans le cadre de la présente recherche, ce processus de conception itératif n'a pas été strictement suivi, compte tenu des contraintes de temps et de budget pour l'utilisation du laser au CNRC. Certains paramètres de transfert de chaleur ont tout de même été calibrés avant de concevoir l'échantillon final, soit les pertes de chaleur par radiation vers l'ambiance et les pertes par convection sur les surfaces non activement refroidies, suite à des essais préliminaires sous la lampe à infrarouge. Par contre, après les premiers essais de chauffage au CNRC, il aurait été bon de revenir sur la conception de l'échantillon et des buses de refroidissement, notamment pour s'assurer que la température soit maximale au centre de l'échantillon. En guise d'ajustement, un trou a été bloqué au centre de chaque buse de refroidissement, tel que mentionné à la section 5.2.1. De plus, l'échantillon a été conçu dans le but d'atteindre des contraintes proches

des limites du matériau à température maximale, sans vérifier le taux de diminution de la contrainte en fonction du dommage. La correspondance de ce taux de diminution avec l'application de panneau de chambre à combustion aurait peut-être nécessité des dimensions d'échantillon différentes. Étant donné que le but premier de cette recherche était de développer une procédure de caractérisation et que les panneaux de chambre à combustion analysés étaient des panneaux génériques, sans contraintes de déplacement imposées, le fait d'adapter l'expérience parfaitement à l'application n'était pas absolument nécessaire. Par contre, l'évaluation de la faisabilité d'une telle adaptation serait souhaitable et fait partie des recommandations en conclusion de ce projet.

### **6.3.3 Fabrication et inspection des échantillons**

Les échantillons finaux devraient être fabriqués seulement lorsque le processus de conception itératif est complété, en utilisant un procédé éprouvé. Il est apparu évident lors des essais au CNRC que la qualité des échantillons jouait un rôle primordial dans les résultats. En effet, lors des essais préliminaires sous chauffage au laser, certains échantillons obtenus directement par découpage au jet d'eau se sont complètement fracturés à travers leur épaisseur. Sous des conditions plus sévères, des échantillons usinés par le fabricant du matériau en incluant une étape additionnelle de meulage des côtés ont été endommagés jusqu'à la moitié de leur épaisseur, sans que la face arrière ne se brise. Non seulement le découpage par jet d'eau produit des découpes plus grossières que le meulage, mais il peut causer la délamination locale de couches de tissu. Idéalement, comme mentionné en discussion du deuxième article, les échantillons devraient être obtenus par moulage direct à la forme désirée, ce qui toutefois serait beaucoup plus coûteux que l'usinage dans une plaque. Il serait également préférable d'inspecter tous les échantillons avant les essais, pour pouvoir associer les bris prématurés aux défauts de fabrication ou tout simplement rejeter les échantillons défectueux. Une méthode de thermographie peut permettre la détection de défauts sous la surface de l'échantillon, tel que décrit brièvement au Chapitre 5 (Figure 5.10). Une inspection devrait être effectuée avant et après l'application du revêtement de l'échantillon, s'il y a lieu.

### 6.3.4 Essais sous contrainte et observation des modes de détérioration

À ce point de la procédure, les échantillons ont été conçus et fabriqués pour représenter l'application visée, c'est-à-dire que si les échantillons sont soumis à des températures similaires à celles de la pièce de turbine à gaz, la contrainte résultante en leur centre et son taux de relaxation sont aussi similaires à ceux de la pièce. Des essais de caractérisation peuvent maintenant être conduits pour déterminer la durée de vie du matériau. Les essais devraient être réalisés sous différentes conditions de chauffage et de refroidissement avoisinant le point de conception, de façon à pouvoir établir des limites de température et de contrainte pour obtenir une durée de vie adéquate. De cette façon, la conception de la pièce pourrait être modifiée soit pour rencontrer plus de vie si elle est trop optimiste, soit pour économiser de l'air de refroidissement si elle trop conservatrice.

Une calibration finale du modèle de transfert de chaleur doit d'abord être réalisée avec un échantillon provenant du même lot que les échantillons devant servir aux essais, pour écarter les effets des variations de qualité. Des mesures de températures doivent être prises sous des puissances de chauffage et des débits d'air de refroidissement variés, après stabilisation, de façon à couvrir les conditions de l'ensemble des essais à réaliser. Ceci permet de connaître les conditions cibles de température et de contrainte pour chacun des essais. Tel qu'observé au Chapitre 5, l'endommagement des échantillons peut faire en sorte qu'ils ne se stabilisent jamais à leurs conditions cibles. Par contre ces conditions doivent être connues, car il s'agit des conditions de conception de la pièce par analyse avec le matériau sans dommage.

Au même titre que les conditions d'essais qui varient d'un essai à un autre, des échantillons dont la largeur varie légèrement pourraient être mis à l'essai, pour étudier le comportement du matériau sous certaines variations de contraintes, mais à température constante. Par contre, il faudrait reprendre la calibration en transfert de chaleur pour chaque variation d'échantillon.

La durée des essais devrait être prolongée jusqu'à ce que la rigidité apparente des échantillons ne change plus sur une quantité raisonnable de cycles. Idéalement, le paramètre de rigidité  $\Delta F/\Delta T$  défini à la section 5.4.3 devrait être calculé en temps réel lors de l'essai, de façon à suivre l'évolution du dommage. Certains essais au CNRC auraient dû se poursuivre plus longtemps, par exemple celui de l'échantillon C2, dont l'évolution du paramètre  $\Delta F/\Delta T$  est présentée à la Figure 5.14, pour s'assurer que le niveau de dommage se soit bien stabilisé. D'autre part, afin d'observer

comment le dommage est initié et progresse dans les échantillons, il serait intéressant de stopper des essais à différents moments intermédiaires, avant la stabilisation du dommage, et de pratiquer des examens microscopiques.

## 6.4 Procédure de comparaison de matériaux

La procédure proposée pour évaluer la durabilité d'un matériau CMC dans une application donnée peut paraître fastidieuse. Par contre, pour comparer la durabilité de deux matériaux, une procédure plus simple pourrait être employée. Après avoir appliqué la procédure de conception de l'échantillon à un premier matériau, le même essai pourrait être appliqué à un second matériau, pour ensuite comparer le comportement des deux matériaux. Si le chauffage au laser est utilisé, il faudrait au préalable s'assurer que les deux matériaux aient des niveaux d'absorptivité similaires à la longueur d'onde du laser. Sinon, il faudrait alors quantifier la différence par un exercice de calibration supplémentaire avec le deuxième matériau et ajuster la puissance de chauffage en conséquence.

Cette procédure de comparaison devrait être utilisée avec précaution, idéalement seulement pour comparer des matériaux similaires. La conception d'une pièce de turbine à gaz devrait être ajustée en fonction du matériau utilisé et il en va donc de même avec l'expérience qui se veut une reproduction des conditions de fonctionnement de cette pièce. D'un matériau à l'autre, la conductivité thermique et le coefficient d'expansion thermique peuvent varier grandement, de même que la température et les contraintes maximales admissibles, ce qui a un impact direct sur le point de conception optimal de la pièce, principalement au niveau du refroidissement requis pour maximiser la durée de vie. Par exemple, pour démontrer plus de durabilité, un matériau pourrait avoir besoin de monter plus haut en température, avec moins de refroidissement, de façon à minimiser les gradients de température et les contraintes thermiques. Ce serait le cas avec un matériau qui aurait un point de fusion et une résistance à l'oxydation très élevés, mais une résistance plutôt faible ou un coefficient d'expansion thermique élevé générant des contraintes thermiques élevées. L'expérience devrait donc être adaptée spécifiquement pour ce matériau, afin d'éviter de le comparer avec un autre matériau dans des conditions qui ne lui seraient pas avantageuses. En toute rigueur, pour comparer deux matériaux très différents, la procédure de caractérisation décrite à la section 6.3 devrait être suivie pour chacun des matériaux, en incluant un processus de conception et d'analyse de la pièce de turbine avec chacun des matériaux. Après

avoir ajusté la conception en fonction des résultats expérimentaux de durabilité, le matériau le plus avantageux serait celui qui nécessite le moins de débit d'air de refroidissement pour une durée de vie similaire.

## 6.5 Étude des modes de détérioration potentiels

Le deuxième objectif spécifique du projet était d'identifier les mécanismes d'endommagement potentiels des matériaux CMC dans une application de pièce statique de turbine à gaz. Plus spécifiquement, la procédure d'essai développée a permis d'observer différents mécanismes d'endommagement propres à un matériau d'oxydes en configuration multicouche, tel que décrit au Chapitre 5. Certaines hypothèses émises en début de projet (voir section 3.1) ont été confirmées par l'expérience :

- Le matériau a surchauffé en surface suite à des pertes de conductivité thermique à travers son épaisseur;
- Les structures internes du matériau ont été exposées à l'environnement extérieur suite à l'endommagement de la surface chauffée par flambement des fibres et fissuration, à la délamination et à la perte de matériel en surface;
- La diminution des contraintes a conduit à une stabilisation du dommage, ce qui a démontré la tolérance au dommage de la configuration multicouche du matériau testé.

Des phénomènes similaires ont été observés dans une chambre de combustion utilisant le même matériau par Solar Turbines [105]. Pour un matériau à base de SiC, une exposition des constituants internes du matériau à l'environnement extérieur pourrait rapidement conduire à la perforation de la pièce, même sous une contrainte entièrement annulée par l'endommagement, comme démontré par Bertrand et al. [86]. On ne pourrait donc pas parler du même niveau de tolérance au dommage dans le cas d'un matériau de SiC.

Le troisième et dernier objectif spécifique du projet était de déterminer l'impact du niveau de la contrainte sur les mécanismes de détérioration. À cet effet, les différents niveaux de contrainte et aussi de température ont mené à l'observation de différentes séquences de détérioration lors des essais au CNRC, quoique des essais supplémentaires aient été préférables pour confirmer la répétabilité et la validité de ces observations. Les observations sont allées dans le même sens que

les hypothèses de départ mentionnées à la section 3.1. En effet, sous une contrainte modérée, à partir d'un certain niveau de température, une diminution graduelle de la contrainte a été observée avant qu'il y ait aggravation du dommage par flambement de fibres et délamination. Sous une contrainte élevée, une délamination importante a été observée dès le premier cycle de l'essai, avant même qu'il y ait relaxation de la contrainte. Sous certaines conditions, il serait envisageable que la contrainte subisse une diminution graduelle telle qu'il ne se produise pas de délamination ou que la délamination se produise de façon très progressive ou tardive. Ceci serait susceptible de se produire sous une contrainte relativement faible, mais à haute température, ce qui n'a pu être testé formellement ici comme expliqué au Chapitre 5. Tout de même, lors d'un essai préliminaire sous chauffage laser où la température a été augmentée de façon très graduelle, soit à environ 20 °C par minute, sans refroidissement actif de la face arrière donc sous une contrainte faible, un échantillon s'est déformé plastiquement sans présenter de fissures visibles ou de flambement de fibres. Par contre, la vitesse de chauffage n'étant pas représentative d'une application de turbine à gaz, les détails de cet essai ne sont pas présentés ici. Cet essai a tout de même démontré la possibilité qu'il y ait relaxation de la contrainte sans fissuration visible, à un faible niveau de contrainte, ce qui s'apparente aux observations de Worthem [12] en cyclage thermomécanique en-phase avec différents matériaux, tel que discuté à la section 2.4.2.

Le fait de chauffer l'échantillon sur une seule face a sans doute influencé les modes de détérioration du matériau, en comparaison avec un essai de flexion qui aurait été réalisé dans une fournaise à température uniforme et sous des déplacements contrôlés. Non seulement le chauffage sur une face a généré les contraintes thermiques nécessaires dans l'échantillon, mais il a causé la surchauffe des couches supérieures dès qu'elles commençaient à se délaminer, ce qui a probablement influencé la séquence d'endommagement. Il serait donc peu probable que des essais à température uniforme puissent conduire à l'observation de modes de détériorations comparables à ceux qui ont été observés dans le présent travail.

Le fait d'appliquer le chauffage de façon cyclique est aussi susceptible d'avoir influencé la détérioration du matériau, mais ceci reste à démontrer. Suivant la diminution des contraintes à haute température, après un seul ou plusieurs cycles, la force de réaction mesurée par la cellule de charge revenait la plupart du temps en compression à température pièce, indiquant que la surface chauffée revenait en tension entre les cycles, alors qu'elle était placée en compression à température maximale. Les mécanismes d'endommagement n'étant pas les mêmes en tension et

en compression, le fait de cybler a probablement eu un impact sur la détérioration des échantillons. Pour le vérifier, il faudrait réaliser des essais sous chauffage continu, puis comparer les modes de détérioration avec ceux observés ici.

Les modes d'endommagement pourraient varier d'un matériau CMC à un autre. Le matériau multicouche testé ici a démontré une certaine tolérance au dommage, justement à cause du découplage entre ses couches de tissu. Un matériau tissé en trois dimensions n'offrirait pas le même découplage entre la face avant et la face arrière, mais serait moins sujet à se délaminer, limitant la surchauffe et retardant le dommage et la perte de matériel à la surface chauffée. La procédure d'essai développée ici pourrait aisément permettre la comparaison entre différents types de tissages en termes de durabilité pour une pièce statique. Des matériaux céramiques à renforts particulaires ou à fibres discontinues pourraient aussi être étudiés, de même que de potentielles céramiques composites à réseaux de microstructures monocrystallines obtenues par solidification eutectique [129, 130].

## CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Le présent travail de recherche a permis de développer une approche nouvelle pour évaluer la durabilité d'un matériau CMC dans une application de pièce statique de turbine à gaz. La procédure de caractérisation proposée implique un nouveau type d'essai en laboratoire qui permet de reproduire différentes conditions d'utilisation où une paroi mince est placée en flexion sous l'action d'un chargement thermique. Cet essai peut permettre l'observation d'une stabilisation du dommage en fissuration dû à la relaxation des contraintes, ce qui n'avait pas été rapporté jusqu'à présent dans la littérature, mis à part les essais de démonstration de composantes de CMC en environnement de moteur.

À l'aide d'un seul type d'essai et d'une analyse de composante de moteur relativement simple, il est possible en suivant la procédure proposée de déterminer les modes de détérioration et les limites d'un matériau dans une pièce statique, moyennant l'adaptation de l'essai pour bien représenter l'application. Ceci peut constituer une étape de validation relativement simple et peu coûteuse avant de poursuivre avec des essais plus dispendieux de composantes en environnement moteur. La sélection ou le développement d'un matériau pour une application donnée peuvent également être systématisés grâce à l'expérience proposée, même en présence de multiples variations de propriétés et d'arrangements de fibres.

La procédure a été mise à l'épreuve en simulant l'utilisation d'un matériau d'oxydes dans un panneau de chambre à combustion générique. Bien que le taux de diminution de la contrainte dans l'échantillon en fonction du dommage n'ait pas été ajusté pour bien représenter l'application, les essais ont permis d'observer différents modes de détérioration potentiels dans une telle application et d'assembler une carte des modes de détérioration en fonction des paramètres de conception, dans le cadre spécifique où le matériau a été testé. Les phénomènes attendus de stabilisation du dommage et d'augmentation de la température due au dommage ont été observés.

Dans son état actuel, l'expérience développée présente toutefois quelques limitations. Pour le moment, elle permet uniquement la simulation d'une paroi mince soumise à un effort de flexion, excluant tout autre effort potentiel en tension ou en compression. Ceci limite le nombre de cas qui peuvent être simulés, quoique la flexion pure soit présente dans plusieurs applications. De plus, les contraintes de flexion sont imposées dans une seule direction, alors que dans la plupart des

applications, elles sont appliquées suivant deux directions principales, provoquant des changements de courbure des parois dans ces deux directions. Finalement, l'environnement oxydant de la turbine à gaz n'est pas simulé, ce qui serait particulièrement nécessaire pour tester des matériaux à base de SiC.

En se basant sur ces limitations générales et sur les points d'incertitude relevés lors des essais, les recommandations suivantes peuvent être formulées pour améliorer la méthodologie de caractérisation développée, en ordre de priorité :

- Compléter une investigation pour déterminer les causes des changements de température observés dans la transition d'une journée d'essai à une autre, sous chauffage au laser au CNRC,
- Comparer le taux de relaxation de la contrainte dans l'échantillon testé avec celui de panneaux de chambre à combustion et, si nécessaire, identifier des modifications possibles de la géométrie de l'échantillon pour mieux représenter l'application,
- Évaluer la possibilité de tester des matériaux dans un environnement oxydant, par exemple en présence de vapeur ou en utilisant une torche au lieu du laser,
- Considérer l'application d'un chargement en flexion dans deux directions, par exemple en utilisant des échantillons en forme de croix,
- Évaluer la pertinence d'appliquer des efforts de compression ou de tension en plus de la flexion présentement appliquée.

Plusieurs opportunités de recherche ont été mises en évidence au cours du présent projet, notamment dans le développement de nouveaux matériaux pour les applications de pièces statiques de turbines à gaz. Qui plus est, à l'aide de la procédure proposée, il serait relativement facile d'évaluer le potentiel de nouveaux matériaux pour ce genre d'application. Le matériau testé dans la présente recherche n'offre peut-être pas la durabilité nécessaire pour être utilisé dans une chambre à combustion de moteur aéronautique. Par contre, les résultats obtenus peuvent constituer un point de référence auquel comparer d'autres matériaux. De plus, la compréhension des mécanismes d'endommagement observés dans la présente recherche pourrait donner des indices sur les caractéristiques nécessaires dans un matériau pour être durable dans une application de pièce statique. Au final, la meilleure alternative pourrait être de renforcer des

céramiques avec des tissages tridimensionnels, des fibres discontinues ou des renforts microstructuraux obtenus par solidification eutectique, plutôt qu'avec des empilements de tissus. Bien que les céramiques aient été considérées pour être utilisées dans les moteurs aéronautiques depuis plusieurs décennies, l'exploration de tout leur potentiel n'en est encore qu'au début.

## LISTE DES RÉFÉRENCES

- [1] M. C. Anderson, "CMCs Make the LEAP to Production", Manufacturing Engineering, vol. 153, n°. 3, p. 139-141, 2014.
- [2] M. Gerendas et al., "Improvement of Oxide/Oxide CMC and Development of Combustor and Turbine Components in the HIPOC Program", communication présentée à Vancouver, BC, Canada, 2011 ASME Turbo Expo, 6-10 juin 2011.
- [3] T. Bhatia et al., "CMC Combustor Liner Demonstration in a Small Helicopter Engine", communication présentée à Glasgow, GB, 2010 ASME Turbo Expo, 14-18 juin 2010.
- [4] D. Brewer, "HSR/EPM combustor materials development program", Materials Science and Engineering A, vol. 261, n°. 1-2, p. 284-291, 1999.
- [5] C. M. Grondahl et T. Tsuchiya, "Performance benefit assesment of ceramic components in an MS9001FA gas turbine", Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, vol. 123, n°. 3, p. 513-519, 2001.
- [6] R. von der Bank et al., "Compressors for ultra-high-pressure-ratio aero-engines", CEAS Aeronautical Journal, vol. 7, n°. 3, p. 455-470, 2016.
- [7] O. Jimenez et al., "CSGT: Final Design and Test of a Ceramic Hot Section", communication présentée à Atlanta, GA, US, 2003 ASME Turbo Expo, 16-19 juin 2003.
- [8] S. R. Choi et N. P. Bansal, "Shear strength as a function of test rate for SiCf/BSAS ceramic matrix composite at elevated temperature", Journal of the American Ceramic Society, vol. 87, n°. 10, p. 1912-1918, 2004.
- [9] M. B. Ruggles-Wrenn et M. T. Pope, "Creep in interlaminar shear of a SiC/SiC ceramic matrix composite at elevated temperature", communication présentée à Dusseldorf, Allemagne, 2014 ASME Turbo Expo, 16-20 juin 2014.
- [10] F. E. Heredia et al., "Oxidation embrittlement probe for ceramic-matrix composites", Journal of the American Ceramic Society, vol. 78, n°. 8, p. 2097-2100, 1995.
- [11] T. Bhatia et al., "Advanced environmental barrier coatings for SiC/SiC composites", communication présentée à Reno-Tahoe, NV, US, 2005 ASME Turbo Expo, 6-9 juin 2005.

- [12] D. W. Worthem, "Thermomechanical Fatigue Behavior of Three CFCC's," NASA Lewis Research Center, Cleveland, OH, Contractor Report 195441, 1995.
- [13] G. N. Morscher et al., "Tensile creep and fatigue of Sylramic-iBN melt-infiltrated SiC matrix composites: Retained properties, damage development, and failure mechanisms", Composites Science and Technology, vol. 68, p. 3305-3313, 2008.
- [14] T. T. Kim et al., "Fatigue behavior of Hi-Nicalon Type-S/BN/SiC ceramic matrix composites in a combustion environment", International Journal of Applied Ceramic Technology, vol. 8, n°. 2, p. 261-272, 2011.
- [15] S. Mall et K. J. LaRochelle, "Fatigue and stress-rupture behaviors of SiC/SiC composite under humid environment at elevated temperature", Composites Science and Technology, vol. 66, n°. 15, p. 2925-2934, 2006.
- [16] T. A. Parthasarathy et al., "Evaluation of oxide-oxide composites in a novel combustor wall application", International Journal of Applied Ceramic Technology, vol. 2, n°. 2, p. 122-132, 2005.
- [17] G. Corman et al., "Rig and Gas Turbine Engine Testing of MI-CMC Combustor and Shroud Components", communication présentée à New Orleans, LA, US, 2001 ASME Turbo Expo, 4-7 juin 2001.
- [18] G. Corman et K. Luthra, "Silicon Melt Infiltrated Ceramic Composites (HiPerComp<sup>TM</sup>)", dans *Handbook of Ceramic Composites*, N. P. Bansal, Édit.: Springer - Verlag, 2005.
- [19] N. Langenbrunner et al., "Dynamic Response of a Metal and a CMC Turbine Blade during a Controlled Rub Event Using a Segmented Shroud", Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, vol. 137, n°. 6, 2015.
- [20] V. Vedula et al., "Sector rig test of a Ceramic Matrix Composite (CMC) combustor liner", communication présentée à Barcelone, Espagne, 2006 ASME Turbo Expo, 6-11 mai 2006.
- [21] J. D. Kiser et al., "Oxide/oxide ceramic matrix composite (CMC) exhaust mixer development in the NASA environmentally responsible aviation (ERA) project", communication présentée à Montréal, QC, Canada, 2015 ASME Turbo Expo, 15-19 juin 2015.

- [22] A. Lacombe et al., "Ceramic Matrix Composites to make breakthroughs in aircraft engine performance", communication présentée à Palm Springs, CA, US, 50th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference, 4-7 mai 2009.
- [23] E. P. Bouillon et al., "Engine test and post engine test characterization of self sealing ceramic matrix composites for nozzle applications in gas turbine engines", communication présentée à Vienne, Autriche, 2004 ASME Turbo Expo, 14-17 juin 2004.
- [24] G. Norris, "GE Unveils CMC Production Ramp-Up Plan", Aviation Daily, vol. 403, n°. 20, p. 4, 2015.
- [25] R. J. Boyle et al., "Ceramic matrix composites for high pressure turbine vanes", communication présentée à Dusseldorf, Allemagne, 2014 ASME Turbo Expo, 16-20 juin 2014.
- [26] Z. Mazur et al., "Failure analysis of a gas turbine nozzle", Eng. Fail. Anal., vol. 15, n°. 7, p. 913-921, Oct 2008.
- [27] L. Lebel et al., "Thermal Stresses in Gas Turbine Combustion Chamber Panels made of Ceramic Matrix Composite", communication présentée à Montréal, QC, Canada, 62nd CASI Aeronautics Conference, 19-21 mai 2015.
- [28] R. Mucke et K. Rau, "Coupled Thermo-Mechanical Fatigue tests for simulating load conditions in cooled turbine parts", communication présentée à Vancouver, BC, Canada, 2011 ASME Turbo Expo, 6-10 juin 2011.
- [29] L. Lebel, Analyse de stators de turbines, Pratt & Whitney Canada, Longueuil, QC, Canada, non publié.
- [30] M. van Roode, "Ceramic gas turbine development: Need for a 10 year plan", Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, vol. 132, 2010.
- [31] F. W. Zok, "Developments in oxide fiber composites", Journal of the American Ceramic Society, vol. 89, n°. 11, p. 3309-3324, 2006.
- [32] B. Wilshire et M. R. Bache, "Creep of monolithic and fibre-reinforced silicon carbide", Journal of the European Ceramic Society, vol. 28, n°. 7, p. 1535-1542, 2008.

- [33] K. Breder, "Toughening Mechanisms in Short Fiber and Particle Toughened Ceramics", dans *Comprehensive Composite Materials*, vol. 4, A. Kelly et C. Zweben, Édit. Oxford: Elsevier Science, 2000, p. 77-93.
- [34] V. Kostopoulos et Y. Z. Pappas, "Toughening Mechanisms in Long Fiber Ceramic Matrix Composites", dans *Comprehensive Composite Materials*, vol. 4, A. Kelly et C. Zweben, Édit. Oxford: Elsevier Science, 2000, p. 95-114.
- [35] M.-O. Nandy et al., "Simulation of crack propagation in alumina particle-dispersed SiC composites", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 19, p. 329-334, 1999.
- [36] W. A. Curtin, "Stress-Strain Behavior of Brittle Matrix Composites", dans *Comprehensive Composite Materials*, vol. 4, A. Kelly et C. Zweben, Édit. Oxford: Elsevier Science, 2000, p. 47-76.
- [37] A. G. Evans et al., "Interface debonding and fiber cracking in brittle matrix composites", *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 72, n°. 12, p. 2300-2303, 1989.
- [38] M. B. Ruggles-Wrenn et al., "Effect of frequency and environment on fatigue behavior of a CVI SiC/SiC ceramic matrix composite at 1200C", *Composites Science and Technology*, vol. 71, p. 190-196, 2011.
- [39] M. B. Ruggles-Wrenn et V. Sharma, "Effects of Steam Environment on Fatigue Behavior of Two SiC/[SiC+Si3N4] Ceramic Composites at 1300C", *Applied Composite Materials*, 2010.
- [40] G. N. Morscher et V. V. Pujar, "Design guidelines for in-plane mechanical properties of SiC fiber-reinforced melt-infiltrated SiC composites", *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 6, n°. 2, p. 151-163, 2009.
- [41] P. R. Jackson et al., "Compressive creep behavior of an oxide-oxide ceramic composite with monazite fiber coating at elevated temperatures", *Materials Science and Engineering A*, vol. 454-455, p. 590-601, 2007.
- [42] R. Morrell, "Matrix Materials", dans *Comprehensive Composite Materials*, vol. 4, A. Kelly et C. Zweben, Édit. Oxford: Elsevier Science, 2000, p. 1-24.

- [43] R. A. Jurf et S. C. Butner, "Advances in Oxide-Oxide CMC", Journal of Engineering for Gas Turbines & Power, vol. 122, n°. 2, p. 202, 2000.
- [44] S. Hackemann et al., "Creep investigations of alumina-based all-oxide ceramic matrix composites", Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 41, p. 1768-1776, 2010.
- [45] C. G. Levi et al., "Processing and performance of an all-oxide ceramic composite", Journal of the American Ceramic Society, vol. 81, n°. 8, p. 2077-2086, 1998.
- [46] COI Ceramics. (2012). *Silicon Carbide Ceramic Matrix Composites*. [En ligne]. Disponible: <http://www.coiceramics.com/nonoxidepg.html>.
- [47] G. N. Morscher, "Tensile creep and rupture of 2D-woven SiC/SiC composites for high temperature applications", Journal of the European Ceramic Society, vol. 30, p. 2209-2221, 2010.
- [48] V. V. Pujar et G. N. Morscher, "Tensile creep behavior of melt-infiltrated SiC-SiC composites for gas turbine engine applications", communication présentée à Montréal, QC, Canada, 2007 ASME Turbo Expo, 14-17 mai 2007.
- [49] F. Rebillat et al., "Overview on the self-sealing process in the SICF/[Si,C,B] M composites under wet atmosphere at high temperature", communication présentée à Vancouver, BC, Canada, 8th Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology, 31 mai-5 juin 2009.
- [50] M. Taya et al., "Toughening of a particulate-reinforced ceramic-matrix composite by thermal residual stress", Journal of the American Ceramic Society, vol. 73, n°. 5, p. 1382-1391, 1990.
- [51] M. Schmucker et P. Mechnich, "Microstructural coarsening of Nextel 610 fibers embedded in alumina-based matrices", Journal of the American Ceramic Society, vol. 91, n°. 4, p. 1306-1308, 2008.
- [52] M. B. Ruggles-Wrenn et P. D. Laffey, "Creep behavior in interlaminar shear of Nextel720/alumina ceramic composite at elevated temperature in air and in steam", Composites Science and Technology, vol. 68, n°. 10-11, p. 2260-2266, 2008.

- [53] M. B. Ruggles-Wrenn et J. C. Braun, "Effects of steam environment on creep behavior of Nextel720/alumina ceramic composite at elevated temperature", Materials Science and Engineering A, vol. 497, n°. 1-2, p. 101-110, 2008.
- [54] D. M. Wilson et L. R. Visser, "High performance oxide fibers for metal and ceramic composites", Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 32, n°. 8, p. 1143-1153, 2001.
- [55] 3M. (2011). *Nextel Ceramic Textiles Technical Notebook*. [En ligne]. Disponible: [http://www.3m.com/market/industrial/ceramics/pdfs/Nextel\\_Tech\\_Notebook\\_11.04.pdf](http://www.3m.com/market/industrial/ceramics/pdfs/Nextel_Tech_Notebook_11.04.pdf).
- [56] T. Machry et al., "Novel high temperature wound oxide ceramic matrix composites manufactured via freeze gelation", communication présentée à Daytona Beach, FL, US, Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites VI - 35th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, 23-28 janvier 2011.
- [57] C. Kaya et al., "Development and characterisation of high-density oxide fibre-reinforced oxide ceramic matrix composites with improved mechanical properties", Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, n°. 9, p. 1631-1639, 2009.
- [58] M. B. Ruggles-Wrenn et al., "Effects of steam environment on creep behavior of Nextel 610/monazite/alumina composite at 1,100C", Applied Composite Materials, vol. 16, n°. 6, p. 379-392, 2009.
- [59] G. N. Morscher et V. V. Pujar, "Melt-infiltrated SIC composites for gas turbine engine applications", communication présentée à Vienne, Autriche, 2004 ASME Turbo Expo, 14-17 juin 2004.
- [60] L. Nippon Carbon Co. (2012). *Silicon Carbide Continuous Fiber (NICALON/HI-NICALON)*. [En ligne]. Disponible: [http://www.carbon.co.jp/english/eng\\_index.html](http://www.carbon.co.jp/english/eng_index.html).
- [61] I. UBE America. (2012). *Tyranno Fiber*. [En ligne]. Disponible: <http://www.ube.com/content.php?pageid=137>.
- [62] A. R. Bunsell et A. Piant, "A review of the development of three generations of small diameter silicon carbide fibres", Journal of Materials Science, vol. 41, n°. 3, p. 823-839, 2006.

- [63] P. Dupel et J. B. Veyret, "Oxidation resistance in air of 1-D SiC (Hi-nicalon) fibre reinforced silicon nitride ceramic matrix composite", communication présentée à Les Embiez, France, 4th International Symposium on High Temperature Corrosion and Protection of Materials, 20-24 mai 1996.
- [64] D. J. Baxter et R. J. Fordham, "The Oxidation and Corrosion Behavior of Nonoxide Ceramic Matrix Composites", dans *Comprehensive Composite Materials*, vol. 4, A. Kelly et C. Zweben, Édit. Oxford: Elsevier Science, 2000, p. 221-264.
- [65] N. S. Jacobson, "Corrosion of silicon-based ceramics in combustion environments", Journal of the American Ceramic Society, vol. 76, n°. 1, p. 3-28, 1993.
- [66] C.-H. Hsueh et P. F. Becher, "Some considerations of bridging stresses for fiber-reinforced ceramics", Composites Engineering, vol. 1, n°. 3, p. 129-143, 1991.
- [67] V. Kostopoulos et Y. P. Markopoulos, "On the fracture toughness of ceramic matrix composites", Materials Science and Engineering A, vol. 250, p. 303-312, 1998.
- [68] G. N. Morscher et J. D. Cawley, "Intermediate temperature strength degradation in SiC/SiC composites", Journal of the European Ceramic Society, vol. 22, n°. 14-15, p. 2777-2787, 2002.
- [69] G. N. Morscher et al., "Creep in vacuum of woven Sylramic-iBN melt-infiltrated composites", Composites Science and Technology, vol. 71, p. 52-59, 2011.
- [70] M. B. Ruggles-Wrenn et al., "Creep behavior of NextelTM610/Monazite/Alumina composite at elevated temperatures", Composites Science and Technology, vol. 66, n°. 13, p. 2089-2099, 2006.
- [71] R. W. Hertzberg, *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, 4<sup>e</sup> éd. New York, Toronto: Wiley, 1996.
- [72] Z. G. Wang et al., "The mechanical behaviour of a cross-weave ceramic matrix composite, Part I - Tensile and compressive loading", Journal of Materials Science, vol. 26, p. 4751-4758, 1991.
- [73] M. Kotoul et al., "Crack growth in glass matrix composite reinforced by long SiC fibres", Theoretical and Applied Fracture Mechanics, vol. 49, n°. 2, p. 158-170, 2008.

- [74] K. G. Dassios et al., "A micromechanical bridging law model for CFCCs", *Acta Materialia*, vol. 55, n°. 1, p. 83-92, 2007.
- [75] S. R. Choi et R. W. Kowalik, "Interlaminar crack growth resistances of various ceramic matrix composites in mode I and mode II loading", *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, vol. 130, n°. Compendex, 2008.
- [76] G. Camus et al., "Development of Damage in a 2D Woven C/SiC Composite under Mechanical Loading: I. Mechanical Characterization", *Composites Science and Technology*, vol. 56, p. 1363-1372, 1996.
- [77] M. Wang et C. Laird, "Damage and fracture of a cross woven C/SiC composite subject to compression loading", *Journal of Materials Science*, vol. 31, n°. 8, p. 2065-2069, 1996.
- [78] L. Mingshuang et al., "Dynamic compressive mechanical properties and a new constitutive model of 2D-C/SiC composites", *Materials Science and Engineering A*, vol. 489, p. 120-126, 2008.
- [79] S. R. Choi et al., "Elevated-temperature stress rupture in interlaminar shear of a Hi-Nic SiC/SiC ceramic matrix composite", *Composites Science and Technology*, vol. 69, p. 890-897, 2009.
- [80] U. Ramamurty et al., "Fatigue in Ceramic Matrix Composites", dans *Comprehensive Composite Materials*, vol. 4, A. Kelly et C. Zweben, Édit. Oxford: Elsevier Science, 2000, p. 163-219.
- [81] S. Mall et J.-M. Ahn, "Frequency effects on fatigue behavior of Nextel720/alumina at room temperature", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 28, n°. 14, p. 2783-2789, 2008.
- [82] S. Mall et J. M. Engesser, "Effects of frequency on fatigue behavior of CVI C/SiC at elevated temperature", *Composites Science and Technology*, vol. 66, n°. 7-8, p. 863-874, 2006.
- [83] S. Mall et M. A. Sullivan, "Creep rupture and fatigue behavior of a notched oxide/oxide ceramic matrix composite at an elevated temperature", *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 8, n°. 2, p. 251-260, 2011.

- [84] M. B. Ruggles-Wrenn et al., "Effects of frequency and environment on fatigue behavior of an oxide-oxide ceramic composite at 1200 C", International Journal of Fatigue, vol. 30, n°. 3, p. 502-516, 2008.
- [85] T. T. Kim et al., "Simultaneous Fatigue and Combustion Exposure of a SiC/SiC Ceramic Matrix Composite", Journal of Composite Materials, vol. 44, n°. 25, p. 2991-3016, 2010.
- [86] D. J. Bertrand et al., "Fatigue behavior of sylramic-iBN/BN/CVI SiC ceramic matrix composite in combustion environment", Journal of Materials Science, vol. 50, n°. 22, p. 7437-7447, 2015.
- [87] S. Mall et al., "Tension-tension fatigue behavior of Nextel720/alumina under combustion environment", International Journal of Applied Ceramic Technology, vol. 9, n°. 1, p. 159-171, 2012.
- [88] S. Askarinejad et al., "Mechanical behavior of a notched oxide/oxide ceramic matrix composite in combustion environment: Experiments and simulations", Composite Structures, vol. 127, p. 77-86, 2015.
- [89] J. M. Mehrman et al., "Influence of hold times on the elevated-temperature fatigue behavior of an oxide-oxide ceramic composite in air and in steam environment", Composites Science and Technology, vol. 67, n°. 7-8, p. 1425-1438, 2007.
- [90] M. B. Ruggles-Wrenn et R. L. Lanser, "Tension-compression fatigue of an oxide/oxide ceramic composite at elevated temperature", Materials Science and Engineering A, vol. 659, p. 270-277, 2016.
- [91] H. Mei et L. Cheng, "Thermal cycling response behavior of ceramic matrix composites under load and displacement constraints", Materials Science and Engineering A, vol. 486, p. 235-240, 2008.
- [92] H. Mei et L. Cheng, "Stress-dependence and time-dependence of the post-fatigue tensile behavior of carbon fiber reinforced SiC matrix composites", Composites Science and Technology, vol. 71, p. 1404-1409, 2011.
- [93] C. Liu et al., "High-temperature fatigue behavior of SiC-coated carbon/carbon composites in oxidizing atmosphere", Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, p. 481-487, 2009.

- [94] A. R. Boccaccini et al., "Behavior of NicalonTM-fiber-reinforced glass-matrix composites under thermal cycling conditions", Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 29, p. 1343-1352, 1998.
- [95] R. T. Bhatt et A. R. Palczer, "Effects of thermal cycling on thermal expansion and mechanical properties of SiC fibre-reinforced reaction-bonded Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composites", Journal of Materials Science, vol. 32, p. 1039-1047, 1997.
- [96] G. Fantozzi et al., "Creep of Ceramic Matrix Composites", dans *Comprehensive Composite Materials*, vol. 4, A. Kelly et C. Zweben, Édit. Oxford: Elsevier Science, 2000, p. 115-162.
- [97] J. J. Sha et al., "Bend stress relaxation of advanced SiC-based fibers and its prediction to tensile creep", Mechanics of Materials, vol. 39, n°. 2, p. 175-182, 2007.
- [98] M. B. Ruggles-Wrenn et B. A. Whiting, "Cyclic creep and recovery behavior of Nextel720/alumina ceramic composite at 1200C", Materials Science and Engineering A, vol. 528, p. 1848-1856, 2011.
- [99] O. Loseille et J. Lamon, "Prediction of lifetime in static fatigue at high temperatures for ceramic matrix composites", communication présentée à Tarbes, France, International Conference on Structural Analysis of Advanced Materials, 7-10 septembre 2009.
- [100] S. R. Choi et al., "Delayed failure of ceramic matrix composites in tension at elevated temperatures", Journal of the European Ceramic Society, vol. 25, n°. 9, p. 1629-1636, 2005.
- [101] S. R. Choi et J. P. Gyekenyesi, "Load-rate dependency of ultimate tensile strength in ceramic matrix composites at elevated temperatures", International Journal of Fatigue, vol. 27, n°. 5, p. 503-510, 2005.
- [102] D. Brewer et al., "Ceramic Matrix Composite Combustor Liner Rig Test", communication présentée à Munich, Allemagne, 2000 ASME Turbo Expo, 8-11 mai 2000.
- [103] M. van Roode et al., "Ceramic matrix composite combustor liners: A summary of field evaluations", Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, vol. 129, p. 21-30, 2007.

- [104] J. Kimmel et al., "The Evaluation of CFCC Liners after Field Testing in a Gas Turbine - IV", communication présentée à Atlanta, GA, US, 2003 ASME Turbo Expo, 16-19 juin 2003.
- [105] K. L. More et al., "Microstructural and mechanical characterization of a hybrid oxide CMC combustor liner after 25,000-hour engine test", communication présentée à Orlando, FL, US, 2009 ASME Turbo Expo, 8-12 juin 2009.
- [106] M. A. Mattoni et al., "Effects of combustor rig exposure on a porous-matrix oxide composite", International Journal of Applied Ceramic Technology, vol. 2, n°. 2, p. 133-140, 2005.
- [107] N. Suzumura et al., "Development of CMC shroud for turbine engine application", communication présentée à Cocoa Beach, FL, US, 27th International Cocoa Beach Conference on Advanced Ceramics and Composites: B, 26-31 janvier 2003.
- [108] M. Verrilli et al., "Ceramic matrix composite vane subelement testing in a gas turbine environment", communication présentée à Vienne, Autriche, 2004 ASME Turbo Expo, 14-17 juin 2004.
- [109] D. Brewer et al., "Ceramic Matrix Composite Vane Subelement Burst Testing", communication présentée à Barcelone, Espagne, 2006 ASME Turbo Expo, 8-11 mai 2006.
- [110] K. Hatton et al., "SiC Fiber Reinforced Ceramic Matrix Composites for Turbine Engine Applications", communication présentée à Munich, Allemagne, 2000 ASME Turbo Expo, 8-11 mai 2000.
- [111] K.-I. Watanabe et al., "Development of CMC vane for gas turbine engine", communication présentée à Cocoa Beach, FL, US, 27th International Cocoa Beach Conference on Advanced Ceramics and Composites: B, 26-31 janvier 2003.
- [112] K. Nita et al., "Experimental and numerical study on application of a CMC nozzle for high temperature gas turbine", communication présentée à Daytona Beach, FL, US, Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites VII - 36th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, 22-27 janvier 2012.

- [113] K. Nita et al., "Cooling performance tests of a CMC nozzle with annular sector cascade rig", communication présentée à Daytona Beach, FL, US, Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites VIII - 37th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, 27 janvier - 1 février 2013.
- [114] M. B. Ruggles-Wrenn et S. R. Hilburn, "Creep in Interlaminar Shear of an Oxide/Oxide Ceramic-Matrix Composite at Elevated Temperature", Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, vol. 138, n°. 2, 2016.
- [115] COI Ceramics. (2016). *Oxide Ceramic Matrix Composites*. [En ligne]. Disponible: <http://www.coiceramics.com/oxidepg.html>.
- [116] M. Van Roode et al., "Durability prediction of alumina- and YAG-based CMC combustor liners", communication présentée à Orlando, FL, US, 2009 ASME Turbo Expo, 8-12 juin 2009.
- [117] MatWeb. (2015). *Corundum, Aluminum Oxide, 99.9%*. [En ligne]. Disponible: <http://www.matweb.com/>.
- [118] A. H. Lefebvre et D. R. Ballal, *Gas Turbine Combustion: Alternative Fuels and Emissions*, 3<sup>e</sup> éd. Boca Raton, FL: CRC Press, 2010.
- [119] P. G. Hill et C. R. Peterson, *Mechanics and Thermodynamics of Propulsion*, 2<sup>e</sup> éd. Reading, MA: Addison-Wesley, 1992.
- [120] F. P. Incropera et D. P. DeWitt, *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*, 4<sup>e</sup> éd. New York, NY: John Wiley & Sons, 1996.
- [121] R. J. Goldstein et M. E. Franchett, "Heat Transfer from a Flat Surface to an Oblique Impinging Jet", Journal of Heat Transfer, vol. 110, n°. 1, p. 84-90, 1988.
- [122] R. Knoche et al., "Design and development approach for gas turbine combustion chambers made of oxide ceramic matrix composites", communication présentée à Daytona Beach, FL, US, Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites VI - 35th International Conference on Advanced Ceramics and Composites, 23-28 janvier 2011.

- [123] E. Volkmann et al., "Assessment of three oxide/oxide ceramic matrix composites: Mechanical performance and effects of heat treatments", Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 68, p. 19-28, 2015.
- [124] D. T. Di Salvo et al., "Mechanical characterisation of a fibre reinforced oxide/oxide ceramic matrix composite", Journal of the European Ceramic Society, vol. 35, n°. 16, p. 4513-4520, 2015.
- [125] D. Poirier et al., "A laser thermal cycling rig as a new method to characterize the evolution of coating adhesion under thermal cycle", communication présentée à Houston, TX, US, International Thermal Spray Conference and Exposition - Air, Land, Water and the Human Body: Thermal Spray Science and Applications, 21-24 mai 2012.
- [126] M. B. Ruggles-Wrenn et N. R. Szymczak, "Effects of steam environment on compressive creep behavior of Nextel720/Alumina ceramic composite at 1200 C", Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, vol. 39, n°. 12, p. 1829-1837, 2008.
- [127] M. B. Ruggles-Wrenn et al., "Creep behavior of Nextel720/alumina ceramic composite with 45 fiber orientation at 1200 C", Composites Science and Technology, vol. 68, n°. 6, p. 1588-1595, 2008.
- [128] A. Hannon et P. Tiernan, "A review of planar biaxial tensile test systems for sheet metal", Journal of Materials Processing Technology, vol. 198, p. 1-13, 2008.
- [129] K. Matsumoto et Y. Kinoshita, "Research and Development on the 1973 K Class Gas Turbine Combustor Utilizing Melt-Growth Composite Material", communication présentée à Tokyo, Japon, International Gas Turbine Congress, 3-7 décembre 2007.
- [130] C. Nakamata et Y. Okita, "Recent Progress in the Research of High Temperature Turbine Nozzles with Melt-Growth-Composite", communication présentée à Tokyo, Japon, International Gas Turbine Congress, 3-7 décembre 2007.