

Macro-modélisation de durée de vie de CMC à matrice autocicatrisante : capacité de prédiction actuelle et aide à la définition de nouveaux essais = lifetime macro-modelling of a self-healing ceramic matrix composite : current predictive capability and exploitation for new tests definition

Emmanuel Baranger, Christophe Cluzel, Pierre Ladevèze, Laurent Baroumes

► **To cite this version:**

Emmanuel Baranger, Christophe Cluzel, Pierre Ladevèze, Laurent Baroumes. Macro-modélisation de durée de vie de CMC à matrice autocicatrisante : capacité de prédiction actuelle et aide à la définition de nouveaux essais = lifetime macro-modelling of a self-healing ceramic matrix composite : current predictive capability and exploitation for new tests definition. JNC 16, Jun 2009, Toulouse, France. 10 p. hal-00385251

HAL Id: hal-00385251

<https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00385251>

Submitted on 11 Jun 2009

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**MACRO-MODELISATION DE DUREE DE VIE DE CMC A MATRICE AUTOCICATRISANTE :
CAPACITE DE PREDICTION ACTUELLE ET AIDE A LA DEFINITION DE NOUVEAUX ESSAIS.**

***LIFETIME MACRO-MODELLING OF A SELF-HEALING CERAMIC MATRIX COMPOSITE:
CURRENT PREDICTIVE CAPABILITY AND EXPLOITATION FOR NEW TESTS DEFINITION.***

E. Baranger¹, C. Cluzel^{1,2}, P. Ladevèze^{1,3} et L. Baroumes⁴

1 : LMT-Cachan

ENS Cachan/CNRS/UPMC/Pres UniverSud Paris 9423 CACHAN, France
e-mail : {baranger,cluzel,ladeveze}@lmt.ens-cachan.fr

2 : IUT-Science et Génie des Matériaux 91025 EVRY, France

3 : EADS Foundation Chair Advanced Computational Structural Mechanics, France

4 : Snecma Propulsion Solide

SAFRAN Group, 33187 LE HAILLAN CEDEX, France
e-mail : laurent.baroumes@sneema.fr

RESUME

Ce papier présente une modélisation du comportement mécanique et de la dégradation des composites SiC/SiC à matrice autocicatrisante afin de prédire la durée de vie de ces matériaux. Le modèle est basé sur des descriptions fines des mécanismes mécaniques, physiques et chimiques des dégradations et de leurs couplages. Il permet de représenter assez bien les durées de vie obtenues expérimentalement. Le modèle proposé permet aussi de comprendre les couplages et de quantifier les domaines de cicatrisation efficace du composite. Une étude en température est menée pour deux gammes de température, en dessous et au-dessus de 650°C. Pour la gamme des plus hautes températures, l'augmentation de durée de vie est expliquée par les effets conjugués des cicatrisations dans le toron et dans le Sealcoat. Basées sur cette modélisation, des mesures différentielles sur des essais complexes sont proposées afin de construire une base de données matériau plus pertinente pour un coût expérimental raisonnable.

ABSTRACT

This paper presents a modelling of the mechanical behaviour and of the degradation of self-healing ceramic matrix composites in order to predict the lifetime of these materials. The model is based on fine descriptions of mechanical, physical and chemical degradation mechanisms as well as their coupling. It allows representing quite well the experimental lifetimes. The proposed model allows also a better understanding of the couplings and a quantification of the domain of efficiency of the self-healing. A study is lead for a range of temperature upper and lower than 650°C. For the upper range of temperatures, the lifetime increase is associated to a combined action of the self-healing in the tows and in the sealcoat. Based on that modelling, differential measures on complex tests are proposed in order to build a more relevant material database for a reasonable experimental cost.

MOTS CLES : MATRICE CERAMIQUE, OXYDATION, AUTO-CICATRISATION

KEYWORDS : CERAMIC MATRIX, OXIDATION, SELF-HEALING.

1. INTRODUCTION

Les composites à matrice céramique SiC/SiC (CMC) présentent des propriétés de bonne tenue mécanique pour une densité faible. L'alliance de deux composants fragiles (matrice et fibre) est rendue utilisable grâce à l'introduction d'une interphase enrobant la fibre. Des réseaux de fissures matricielles peuvent alors se créer sous l'action de charges mécaniques sans entraîner la rupture du composite. Mais sous des températures supérieures à 400°C, ces réseaux sont des passages privilégiés pour l'oxygène. Des mécanismes d'oxydation qui dégradent l'interphase de pyrocarbone et la fibre pilotent la rupture du composite. Il est donc important de bien décrire les réseaux de fissures pour maîtriser la diffusion de l'oxygène dans le matériau. Le composite étudié est constitué d'une préforme tissée de fibres High-Nicalon et d'une matrice céramique multicouche. Un premier réseau est créé dans la matrice inter-torons. Il est principalement orienté par la direction du chargement. Puis, les fils canalisant les contraintes, les fissures se réorientent dans les directions du tissu et se développent dans les fils orthogonalement aux fibres. Les fissures transverses dans les fils sont assez peu ouvertes, mais créent un accès permettant l'arrivée de l'oxygène jusqu'aux fibres. Afin de ralentir la progression de l'oxygène dans le matériau, la société Snecma Propulsion Solide propose une gamme de composites à matrice céramique multicouche autocicatrisante permettant d'atteindre des durées de vies très importantes grâce à l'ajout de bore dans certaines couches de matrice. Sous atmosphère oxydante, ces couches forment un verre qui remplit les fissures et joue le rôle de bouchon en ralentissant la diffusion de l'oxygène. L'oxydation de l'interface et des fibres est ainsi limitée ce qui augmente très nettement la durée de vie [1]. Une utilisation industrielle de ce type de matériaux impose de disposer d'outils de prédiction du comportement mécanique et de leur durée de vie. Celle-ci, pour des chargements faibles, peut atteindre plusieurs dizaines de milliers d'heures. Comme il est impensable d'envisager des essais aussi longs, le recours à la modélisation et à la simulation est nécessaire. Le challenge consiste donc à remplacer les essais par une modélisation fondée sur une compréhension approfondie des mécanismes physiques élémentaires. Le problème associé est alors la prise en compte de tels modèles couplant mécanique et oxydation à des échelles fines au sein d'une même simulation.

Un modèle macroscopique dont le but est de prédire le comportement mécanique ainsi que la durée de vie du matériau a été mis en place [2,3] suite à une première série de modèles ne traitant que du comportement mécanique [4]. Ce modèle est composé de deux parties. La première concerne la mécanique et permet de prédire le comportement du composite [5]. Elle repose sur un modèle d'endommagement anisotrope [6]. Chaque endommagement représenté par un tenseur de souplesse est associé à un réseau de fissures particulier. Le réseau de fissures transverses des fils est utilisé avec le niveau de chargement pour construire un indicateur d'ouverture des fissures transverses dans la matrice intra-fils. Cet indicateur permet de coupler le modèle mécanique à un modèle de diffusion/réaction au sein de ce réseau de fissures et donc de décrire le processus de cicatrisation [2]. Ceci a pour objectif de piloter la dégradation des fibres en fonction de l'historique de chargement, représenté principalement par le cumul de concentration d'oxygène au niveau des fibres. L'évolution du critère de rupture fragile des fibres comparé à la charge appliquée permet alors de revenir au comportement mécanique et ainsi prédire la rupture et donc la durée de vie du composite.

Ce modèle a été identifié à partir d'informations "micro" et "macro" selon une procédure décrite dans [7]. Son implantation dans un outil de simulation numérique permet de traiter des chargements thermomécaniques et chimiques complexes. Dans ce papier, on montre un premier niveau de validation par la capacité de l'outil de simulation à représenter les résultats d'essais actuellement disponibles avec des conditions de chargement monotones mécaniques et thermiques très différentes. Une exploitation de la modélisation permet de présenter les premières tendances pour des durées de vies non-réalisables expérimentalement.

Cette modélisation de durée de vie est basée sur des micro-mécanismes couplés de fissurations, cicatrisation et fissuration sous oxydation des fibres. Elle permet d'analyser les effets de conditions de chargement particulières et l'influence de certains paramètres matériaux à la fois sur la durée de vie et sur

les évolutions des paramètres d'état relatifs à chaque mécanisme. À partir de cette compréhension du comportement, de nouvelles conditions d'essais sont envisagées pour valider ou compléter l'identification réalisée.

2. MODELISATION

La partie mécanique de la modélisation macroscopique [2][5] est basée sur la mécanique de l'endommagement anisotrope [6]. Elle permet de décrire le comportement mécanique macroscopique du composite en prenant en compte les chargements mécaniques complexes, l'anisotropie de l'endommagement et les effets de re-fermetures des fissures en compression. De plus, un point crucial pour la modélisation de la durée de vie est lié à la description par des variables différentielles des différents réseaux de fissures. Les variables liées au réseau de fissures perpendiculaires aux fibres dans les torons, permettent de construire un indicateur d'ouverture de ces fissures. Cet indicateur donne, pour un état d'endommagement donné et pour une contrainte donnée, l'ouverture d'une fissure dans un toron allant d'un macro pore aux fibres.

L'hypothèse clef de la modélisation de la durée de vie est que, pour des chargements plans du composite, la durée de vie du matériau est pilotée par le seuil de contrainte à rupture des fibres. L'évolution de ce seuil est attribuée à la fissuration sous contrainte des fibres lorsqu'elles sont soumises à une ambiance oxydante. Les fibres High-Nicalon ont un comportement élastique fragile à des températures inférieures à 900°C. Mais peu de données expérimentales sont disponibles pour de températures entre 400° et 750° sous très basses pressions partielles d'oxygène. Dans la description de [11], une étude au niveau de la fibre et des groupements de fibres (fils) montrent expérimentalement un mécanisme de fissuration sous critique. Ces essais sur fils permettent de confirmer que la description des valeurs à rupture respecte une équation de la forme :

$$\left(\sigma_r^{fil}\right)^n t = A \quad (\text{eq 1})$$

Mais les essais à bas niveaux de pression d'oxygène et basses contraintes ne peuvent exister simplement car les temps de vies sont alors trop importants. Avec une représentation de la fissuration de la fibre par un modèle de mécanique de la rupture mais dont le taux de restitution d'énergie critique est réduit par un mécanisme d'oxydation, le modèle proposé à l'échelle d'un toron de fibres est basé sur une description de l'ambiance oxydante au niveau de la fibre. C'est le cumul de la concentration d'oxygène (eq 2) qui est choisi comme variable pilote de l'évolution à la place du temps (eq 3).

$$\theta = \int_0^t C_{O_2} e^{\frac{-E}{RT}} d\tau \quad (\text{eq 2})$$

Dans ce modèle, σ_{r-fil} , représente la contrainte seuil de rupture du toron. La rupture n'étant effective que si la contrainte imposée devient égale au seuil.

$$\left(\sigma_{r-fil}\right)^n \theta = B \quad (\text{eq 3})$$

Pour utiliser la modélisation avec des concentrations d'oxygène variables en fonction du temps, la loi d'évolution est donnée par :

$$\frac{d\sigma_{r-composite}}{dt} = k \frac{d\sigma_{r-fil}}{dt} = -\frac{k}{n} \frac{C_{O_2-fil}}{B} e^{\frac{-E}{RT}} \sigma_r^{n+1} \quad (\text{eq 4})$$

Pour ce modèle, c'est uniquement la rupture de fibre qui pilote la rupture du composite. Mais la cicatrisation a pour effet de diminuer la concentration d'oxygène au niveau des fibres. Dans certaines plages de chargement thermo-hygro-mécanique et sous ambiance oxydante, cette cicatrisation peut avoir un rôle majeur sur la durée de vie. La cicatrisation dont les réactions chimiques sont décrites dans [8][9] et utilisées dans [2][10], consiste en la création d'un bouchon par oxydation d'une couche matricielle de type B_4C . Deux niveaux de cicatrisation peuvent intervenir dans le matériau (figure 1) : l'un à cœur du matériau autour d'un groupe de fibres ; l'autre dans les couches matricielles beaucoup plus épaisses qui protège le composite par une peau extérieure nommée Sealcoat.

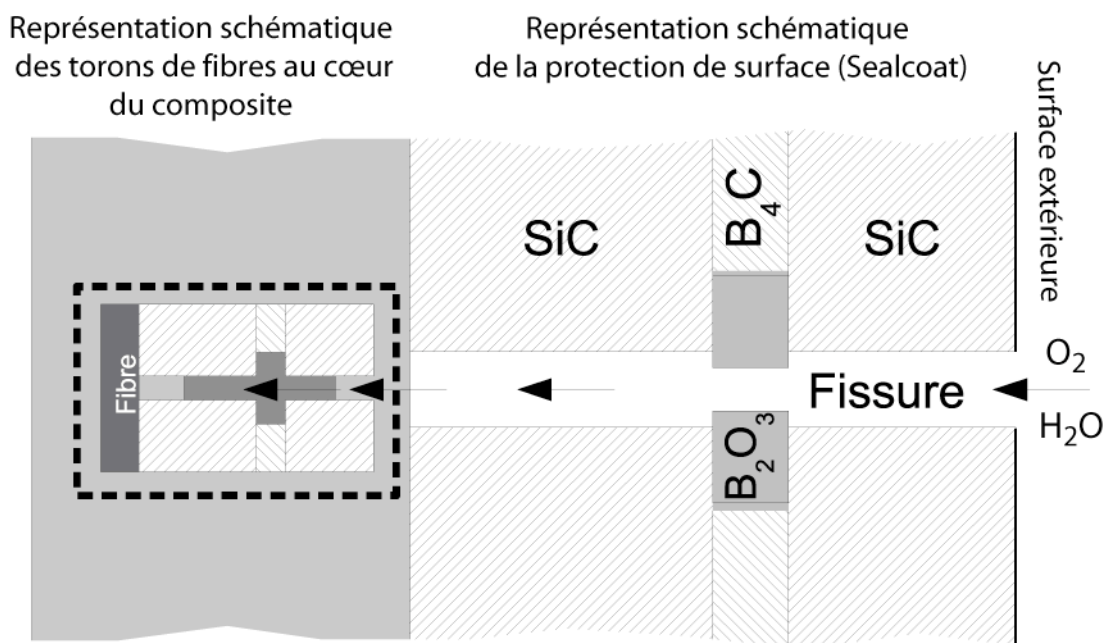


Figure 1 : Schématisation des deux niveaux de cicatrisation par un bouchon d'oxyde de bore.

Dans les deux cas, le bouchon se forme par réaction d'oxydation d'une couche de carbure de bore dont la progression est pilotée par la diffusion de l'oxygène dans le bouchon. L'intégration des lois de diffusion de Fick [2][10] sur un domaine complexe à géométrie variable est réalisée par une description filaire du bouchon (figure 2). La fibre est située en D. La distance h_p (entre D et E) correspond à la consommation de la couche de pyrocarbone qui entoure la fibre. Le point A est le point où la fissure débouche sur un macro pore. L_f désigne une dimension caractéristique de bouchon formé et h_m représente la longueur de carbure de bore oxydé pour former le bouchon.

L'objectif de la modélisation de la diffusion d'oxygène à travers le bouchon est d'une part de permettre de modéliser sa formation, et d'autre part de déterminer la concentration d'oxygène au droit de la fibre. On trouvera dans [9], la description expérimentale des effets de la présence d'eau sur la surface de l'oxyde de bore en fonction de la température. La modélisation tient compte de cet effet qui peut réduire la dimension utile du bouchon et ainsi modifier sa cinétique de création.

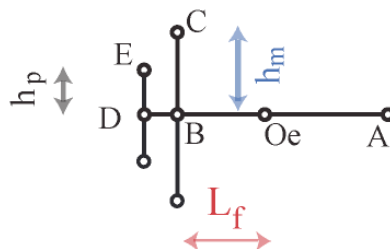


Figure 2 : Description filaire du bouchon pour une intégration quasi-analytique des lois de diffusion.

3 PREDICTION DE DUREES DE VIES

Pour prédire une durée de vie à partir de cette modélisation, la démarche programmée consiste en une première simulation de la charge mécanique sur le composite pour obtenir une description de l'évolution des réseaux de fissures et de leurs ouvertures dans les torons. Un historique de l'ouverture de fissure et de la contrainte dans les fibres est alors utilisé comme entrée dans le modèle d'oxydation. La création du bouchon est simulée depuis son initiation avant qu'il ne referme la fissure et jusqu'à sa réduction. La concentration d'oxygène au niveau de la fibre est alors connue en fonction du temps. Cette concentration est utilisée comme entrée dans le modèle de fissuration de la fibre sous oxydation. Le temps à rupture est alors défini par le point d'intersection entre la courbe décroissante du seuil à rupture du toron et celle de la contrainte sur le toron définie par le chargement extérieur. La durée de vie du matériau CERASEP® A410 a été mesurée expérimentalement dans le laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon [12], le CEAT de Toulouse et par SNECMA-Propulsion Solide de Bordeaux. Les comparaisons essai/modèle de la durée de vie en fonction de la contrainte sous une température de 500°C (figure 3) et 600°C (figure 4) montrent que les données expérimentales de chimie et de physique introduites dans le modèle permettent de une bonne représentation des durées de vies testées. Le modèle permet de retrouver une durée de vie plus importante à 600°C et permettra d'expliquer le mécanisme à l'origine de cette tendance.

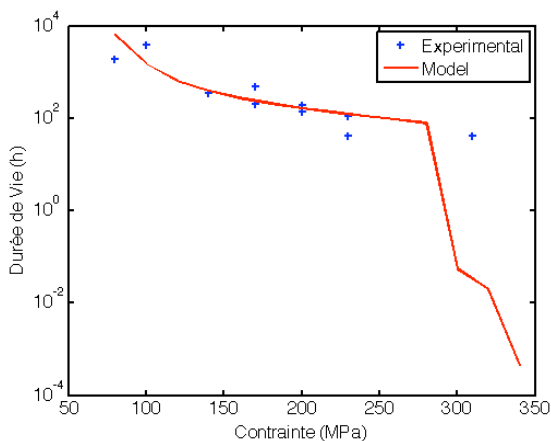


Figure 3 : Evolution du seuil de rupture fragile du CERASEP® A410 à 500°.

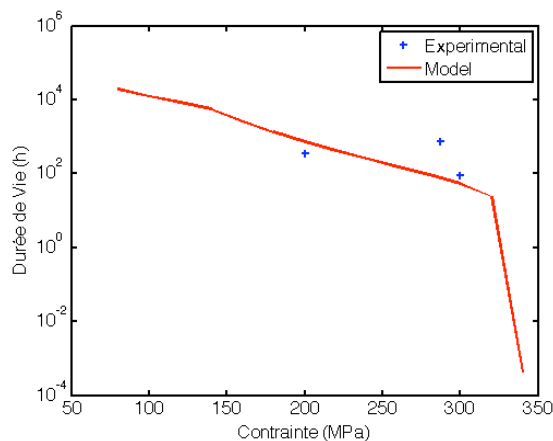


Figure 4 : Evolution du seuil de rupture fragile du CERASEP® A410 à 600°.

Les durées de vies décrites par le modèle à 600°C pour des contraintes inférieures à 150 MPa sont uniquement simulées. En effet, ces durées de vies correspondent à un temps supérieur à une année complète ce qui n'est pas envisageable expérimentalement.

4 ANALYSE DES MECANISMES PREPONDERANTS AUX DIFFERENTES TEMPERATURES

Plusieurs difficultés sont apparues pour interpréter les données expérimentales macroscopiques en fonction de la température. La courbe de simulation de la durée de vie pour une contrainte imposée de 200 MPa n'est pas régulièrement décroissante avec l'élévation de la température. Entre 500°C et 600°C, les trois mécanismes dépendant de la température sont la diffusion qui est activée par les températures croissantes et donc crée d'avantage d'oxyde de bore, la volatilisation qui est également croissante avec la température mais très liée à la présence d'eau. Le dernier mécanisme est la dégradation de la fibre qui augmente avec la température. Les effets de ces trois mécanismes sur la durée de vie ne sont donc pas uniformes avec l'élévation de température et leur compétition est défavorable pour les très basses et très hautes températures.

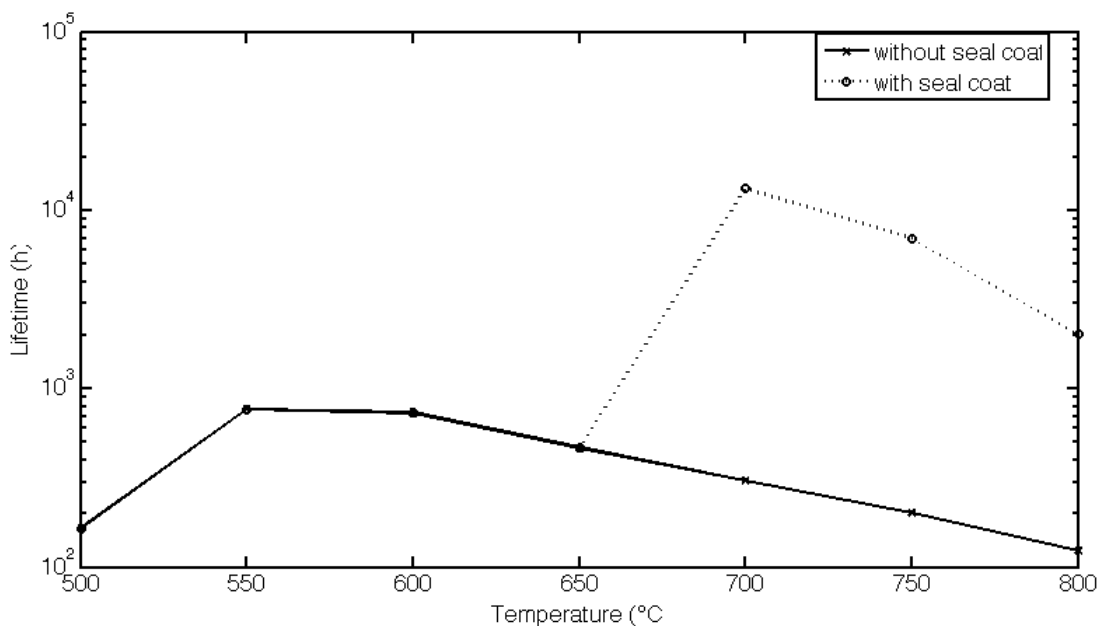


Figure 5 : Evolution de la durée de vie simulée en fonction de la température du CERASEP® A410 à 200 MPa.

Par contre, au-delà de 600°C, la protection par cicatrisation à cœur perd régulièrement de son efficacité. Le Sealcoat a des couches matricielles beaucoup plus épaisses qu'à cœur et les fissures qui y apparaissent sont moins nombreuses et beaucoup plus ouvertes. Le nombre et les ouvertures des fissures dans le Sealcoat sont directement obtenus par des mesures sur les coupes des éprouvettes testées. Aux températures inférieures à 650°C, trop peu de matrice est créée. Elle n'est pas suffisante pour boucher les fissures et aucune protection de surface n'intervient.

Pour mieux comprendre le rôle de Sealcoat, une simulation (figure 6) est réalisée à la température constante de 700°C. La concentration d'oxygène juste derrière le Sealcoat est uniforme jusqu'à 10h et correspond à un bouchon insuffisant pour fermer ces fissures. Puis, le bouchon extérieur devient assez important pour boucher la fissure, ce qui permet une baisse de concentration d'oxygène à l'extérieur du bouchon du toron et donc, également au niveau de la fibre.

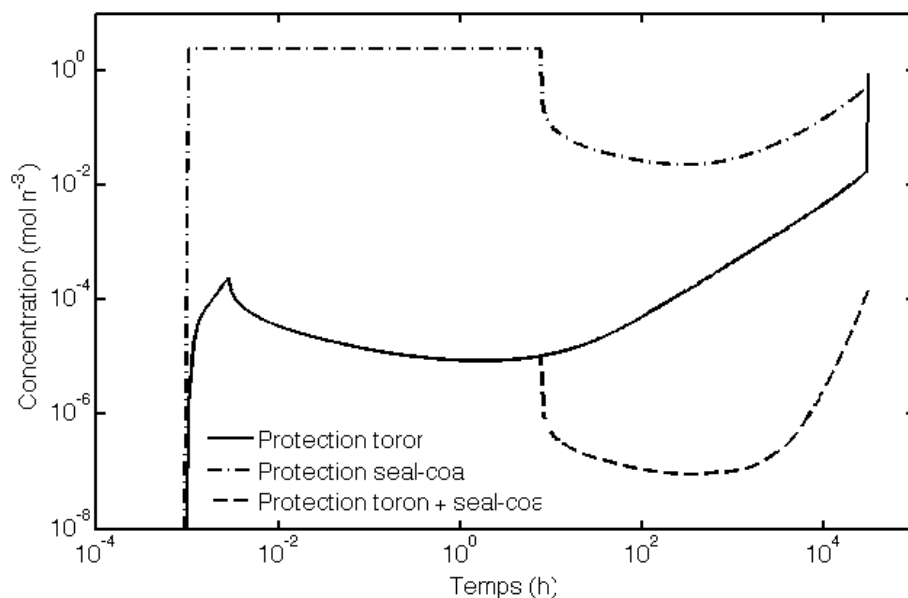


Figure 6 : Evolution de la concentration d'oxygène au droit de la fibre en fonction du temps à 700°C.

Pour chiffrer en gain de durée de vie les effets conjugués des bouchons dans le toron puis dans le Seal coat, un graphe similaire est présenté figure 7, mais avec le cumul de concentration d'oxygène. Pour un niveau de cumul donné (ce qui correspond à une contrainte à rupture sous charge constante), le Sealcoat seul aboutirait à une rupture quasiment immédiate. Le bouchon à cœur permet un gain de quatre décades et le cumul des deux bouchons prévoit un gain supplémentaire de deux décades.

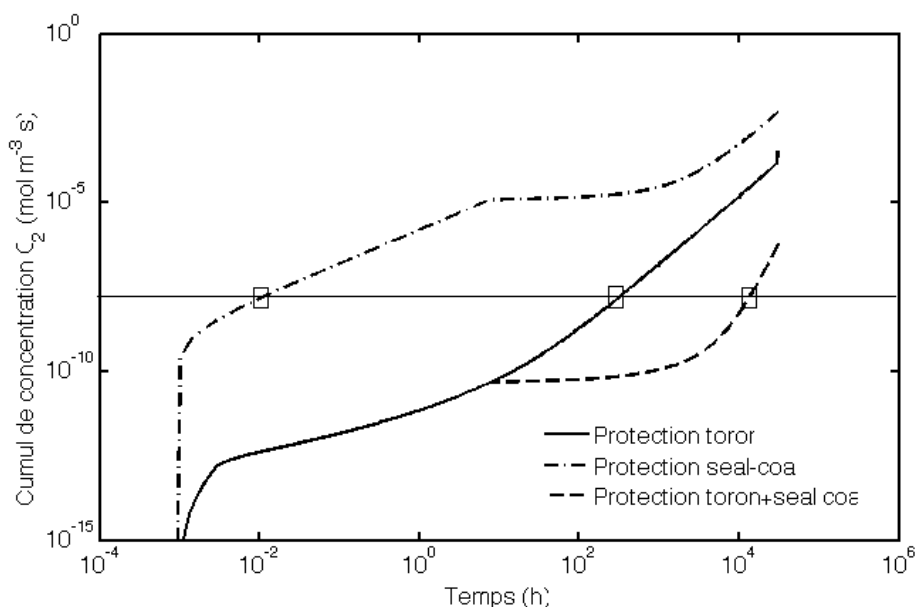


Figure 7 : Evolution du cumul de concentration d'oxygène au droit de la fibre en fonction du temps à 700°C.

Au-delà de 750° à 800° les couches de SiC peuvent réagir suffisamment avec l'oxygène pour modifier les réactions et influencer sur la durée de vie. N'étant pas prise en compte dans cette modélisation, cette température correspond donc à une limite d'utilisation de la modélisation.

5 MISE EN EXERGUE DES MECANISMES : BILAN DES POSSIBILITES EXPERIMENTALES

La dégradation du seuil de rupture des torons est une grandeur intéressante car elle permet de définir la capacité et la marge d'un matériau à supporter un chargement donné après une durée d'oxydation sous contraintes. Sur la figure 8, trois cas ont été simulés en faisant varier l'effet du bouchon. Le premier cas correspond au seul modèle de dégradation du toron en l'absence de cicatrisation. Sous une température de 500°C et avec une contrainte de 200 MPa, la durée de vie à rupture est de l'ordre d'une à cinq heures. Lorsque le bouchon est actif, le début de l'évolution du seuil de rupture suit parfaitement la courbe du toron non protégé. Cette phase correspond au temps de mise en place du bouchon. Ce temps est d'autant plus important que l'ouverture de fissure est grande. La deuxième phase est qualifiée de "plateau" car le seuil de rupture varie très peu. Le bouchon est parfaitement efficace et peu d'oxygène parvient sur la fibre. Puis la surface de réaction du carbure de bore s'éloigne du plan moyen de la fissure (paramètre H_m sur la figure 2) alors que la volatilisation est toujours présente ; moins de bouchon se crée et ses dimensions utiles pour limiter le flux d'oxygène vers la fibre sont réduites. L'efficacité de celui-ci diminue progressivement et, pour des durées importantes, le seuil de rupture tend vers celui du toron non protégé si la contrainte de rupture n'est pas atteinte.

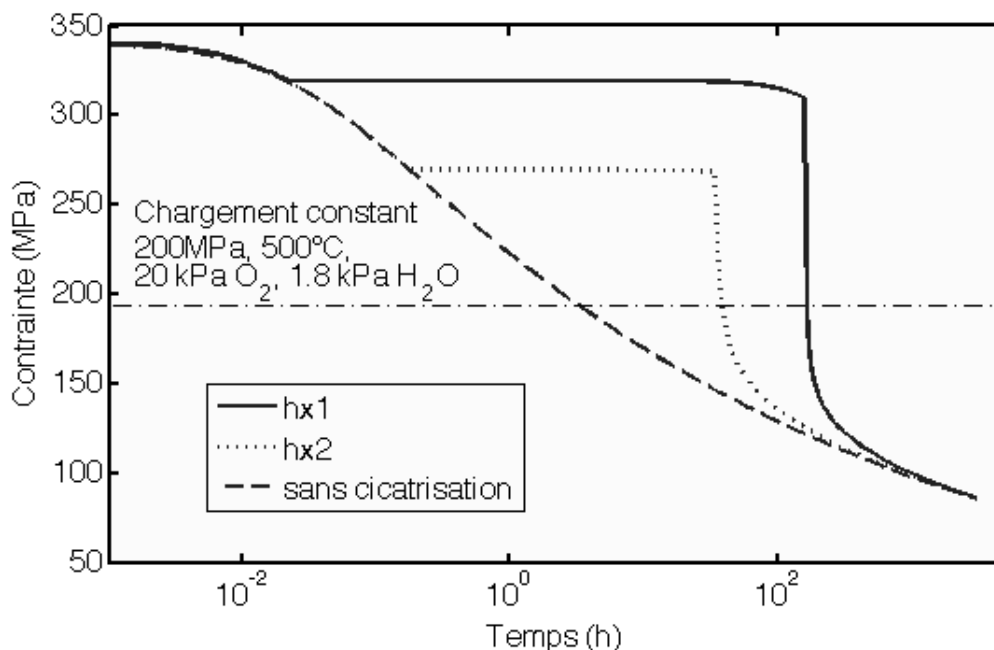


Figure 8 : Effets du bouchon sur l'évolution du seuil à rupture en fonction du temps.
Cas du CERASEP® A410 à 200 MPa sous 500°C.

Sur la durée de vie et sur le niveau de la phase plateau, l'ouverture des fissures est un élément assez sensible. De plus la différence entre les cas d'un bouchon efficace et celui d'un bouchon inopérant est plus important sur la détermination du seuil de rupture que sur la durée de vie. Un moyen de validation supplémentaire est d'exploiter la gamme des essais de traction résiduels après dégradation sous charge et

ambiance oxydante pour un temps donné. Les moyens pour changer la présence du bouchon peuvent être : soit de modifier les ouvertures de fissure à une contrainte donnée en réalisant au préalable des cycles de fatigue mécanique et ainsi accroître l'usure d'interface ; soit de modifier le chargement en température et pression partielle d'eau lors de l'essai de façon à dégrader plus rapidement ou à mieux conserver le bouchon sur des temps d'essais assez courts. Le modèle sert alors d'outil pour exploiter ces essais ou chaque mécanisme peut être plus ou moins activé. L'objectif de ces essais complémentaires est de quantifier les dispersions matériaux tout en limitant le plus possible la durée des essais.

6 CONCLUSION

Une modélisation du comportement mécanique et de la dégradation des composites CMC à matrice autocicatrisante est utilisée pour des prédictions de durées de vies importantes. Le modèle est basé sur des descriptions fines des mécanismes mécaniques, physiques et chimiques de dégradations et leurs couplages. Il permet de représenter assez bien les durées de vies obtenues expérimentalement. La lecture des paramètres d'état du modèle permet de comprendre les couplages et de quantifier les domaines où la dégradation du bouchon pilote la durée de vie de ceux ou les durées sont trop grandes pour que le gain obtenu par le bouchon soit significatif.

Une explication des effets particuliers de la température sur la durée d'efficacité du bouchon est présentée pour les températures inférieures à 650°C. Entre 650 et 750°C, l'augmentation de durée de vie est expliquée par les effets conjugués des bouchons dans le toron et dans le Sealcoat.

L'exploitation d'une telle modélisation pour réaliser des mesures différentielles sur des essais complexes est un moyen proposé pour augmenter, avec un coût expérimental raisonnable, la base de donnée matériau.

Remerciements : Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du Contrat de Programme de Recherche "Modélisation-Extrapolation-Validation de la durée de vie des composites à matrice céramique autocicatrisante" associant Snecma Propulsion Solide, La D.G.A., le CNRS, le CEAT, l'INSA de Lyon, l'ENS de Cachan, l'université de Bordeaux 1 et l'université de Perpignan.

7 BIBLIOGRAPHIE

- [1] P. Forio, J. Lamon, "Fatigue behavior at high temperatures in air of a 2D SiC/Si-B-C composite with a self-healing multilayered matrix", *J. Am. Ceram. Soc.*, 2001.
- [2] S. Letombe, C. Cluzel, P. Ladevèze, "A macroscopic model coupling oxidation and damage for CMCs", *JNC13*, pp.713-722, 2003.
- [3] C. Cluzel, E. Baranger, P. Ladevèze, A. Mouret, "Mechanical behaviour and lifetime modelling of self-healing ceramic matrix composites subjected to thermomechanical loading in air", *Composites Part A*, 2008.
- [4] O. Allix, C. Cluzel, A. Gasser, P. Ladevèze, "Modélisation des composites céramique-céramique à différentes échelles", *Revue des composites et des matériaux avancés*, vol 3, pp277-297, 1993.
- [5] E. Baranger, C. Cluzel, P. Ladevèze, A. Mouret, "Prédiction de la durée de vie des composites céramiques à matrice auto cicatrisante : I Modélisation mécanique macroscopique de la fissuration", *JNC15*, pp. 861-868, 2007.
- [6] P. Ladevèze, "An anisotropic damage theory with unilateral effects: Applications to laminates and to three and four-dimensional composites", *Continuum Damage Mechanics of Materials and Structures*. (Ed: O. Allix and F. Hild), Elsevier Science Ltd, pp. 205-233, 2002.
- [7] E. Baranger, C. Cluzel, P. Ladevèze, A. Mouret, "Identification and validation of a multiphysics macromodel for the lifetime prediction of self-healing ceramic matrix composites", *ECCM13*, 2008.
- [8] L. Quemard, F. Rebillat, A. Guette, H. Tawil, C. Louchet-Pouillerie, "Self-healing mechanisms of a SiC fiber reinforced multi-layered ceramic matrix composite in high pressure steam environments", *Journal of European Ceramic Society*. vol 27-4, pp 2085-94, 2007.

- [9] F. Rebillat, X. Martin, A. Guette, "Kinetic oxidation laws of boron carbide in dry and wet environments", *In proceedings of HTCMC 5*, pp 321-326, 2004.
- [10] C. Cluzel, E. Baranger, P. Ladevèze, A. Mouret, "Prédiction de la durée de vie des composites céramiques à matrice autocalcitrante : II Analyse des mécanismes de fissurations et d'oxydation", *JNC15*, 2007.
- [11] W. Gauthier, J. Lamon, R. Pailler, "Fatigue statique de monofilaments et de fils SiC Hi-Nicalon à 500 et 800°C", *Revue des Composites et Matériaux Avancés*, vol 16-2, pp 221-41, 2006.
- [12] O. Penas, P. Reynaud, D. Rouby, G. Fantozzi, "Self-healing SiCf/SiC composite behaviour under high temperature cyclic fatigue in air", *HTCMC 4 - 4th Int. Conf. on High Temperature Ceramic Matrix Composites*, pp. 480-485, 2001.