

ÉDITORIAL

Les matériaux composites à la Direction des Applications Militaires du CEA

Par Guillaume SAVIGNAT

Ingénieur au Commissariat à l'Energie Atomique

Centre d'Etudes du Ripault – BP n°16 – 37260 Monts



1. Contexte

La Direction des applications militaires (DAM) constitue le pôle Défense du Commissariat à l'Energie Atomique et contribue à la politique de dissuasion nucléaire (www-dam.cea.fr).

Sa mission principale est de concevoir, fabriquer, maintenir en condition opérationnelle, puis démanteler des têtes nucléaires sûres et fiables.

Les travaux menés au CEA/DAM sur les matériaux composites se sont développés autour de cette mission depuis de nombreuses années au rythme des cycles de vie des systèmes d'armes. Aujourd'hui, l'activité est répartie entre les besoins internes DAM et des actions de diffusion technologique dans les secteurs du nucléaire civil et des nouvelles technologies pour l'énergie ou au profit d'industriels civils et de la défense.

Les thématiques abordées couvrent les domaines suivants :

- la rentrée atmosphérique,
- la structuration à haute température (composites thermo-structuraux),
- l'allègement des systèmes et le stockage sous pression,
- les conteneurs de transport,
- les matériaux fonctionnels.

2. Plate-forme composite du CEA Le Ripault

Parmi les centres du CEA/DAM, le Centre d'Etudes du Ripault, situé à quelques kilomètres au sud de Tours, est spécialisé dans les sous-systèmes non nucléaires dont les produits composites. Les compétences et les moyens matériels regroupés sur le site permettent de couvrir toutes les étapes de la mise au point d'un produit, de l'amont (calculs ab initio, modélisation) vers l'aval (industrialisation des solutions). La plate-forme composite du CEA Le Ripault est organisée en une maîtrise d'œuvre déclinée en produits et fonctions qui s'appuie sur la synergie des compétences en conception, élaboration et caractérisation / expertise des matériaux composites. Cette structure favorise les relations avec nos clients en vue de :

- transformer le besoin fonctionnel en cahier des charges techniques, avec comme point fort l'expertise approfondie des solutions existantes ;
- proposer des concepts composites originaux (nouveaux matériaux, nouveaux procédés) sur la base de la connaissance détaillée des renforts, des matrices et des technologies d'élaboration ;
- concevoir et dimensionner des produits (modélisation, homogénéisation, calculs de structure par éléments finis) ;
- élaborer des éprouvettes et des prototypes afin d'optimiser les performances des produits et/ou d'améliorer les procédés ;
- caractériser à différentes échelles (micro / méso / macroscopique) les matériaux et les

prototypes ;

- étudier la durabilité des solutions (notamment les effets de la reprise hydrique).

Ces activités concernent aujourd'hui de l'ordre de 20 personnes et les projets actuels sont surtout consacrés aux matériaux composites à fibres longues et à matrice organique ou céramique (carbone et carbures).

Les moyens matériels :

- CAO, simulation de procédé (Cadwind), calculs analytiques et éléments finis (Castem, Sysply, Cosmos),
- technologies de drapage de préimprégnés et d'injection en moule fermé sur renforts secs ou «tackifiés» (formulation de résine, préimprégnation, injection de type RTM, autoclave 300°C, 40 bar), une machine d'enroulement filamentaire est en cours d'acquisition.
- technologies de densification (imprégnation/pyrolyse, caléfaction),
- caractérisations mécaniques (- 100°C, + 3000°C), thermiques et microstructurales,
- expertises chimiques et physico-chimiques.

3. Quelques applications

3.1 Les matériaux ablatifs

Les applications liées à la rentrée atmosphérique (navette spatiale, sondes planétaires, missiles balistiques) font appel à des matériaux ablatifs. Ce sont des matériaux qui se consomment par ablation thermochimique sous l'action d'un flux thermique intense et par érosion mécanique. Le CEA/DAM travaille sur

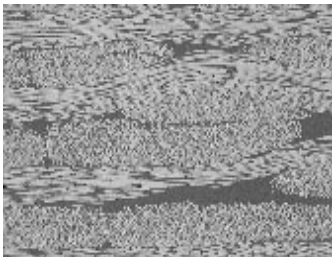
ce sujet en collaboration avec EADS ST et SNECMA PS.

Dans le cadre des matériaux pour bouclier thermique, les composites étudiés sont principalement à base de renfort carbone et d'une matrice à fort rendement en carbone. Le principal critère de choix du renfort est sa conductivité thermique dans la gamme de température de l'application. L'architecture fibreuse est optimisée en fonction des performances en ablation, en isolation thermique et du comportement thermomécanique en température. Des renforts textiles tissés 2D, 2,nD (interlocks) et 3D ont été évalués dans ce cadre.

Les résines phénoliques développées pour les matériaux ablatifs sont les plus couramment utilisées et leur mise en œuvre sur des pièces de forte épaisseur (10 cm) est maîtrisée par les techniques de drapage de préimprégnés et d'injection RTM. La difficulté majeure de ce système est la polymérisation par polycondensation avec un dégagement d'eau important qu'il faut gérer pendant le processus de fabrication.



Exemple de pièce ablative composite



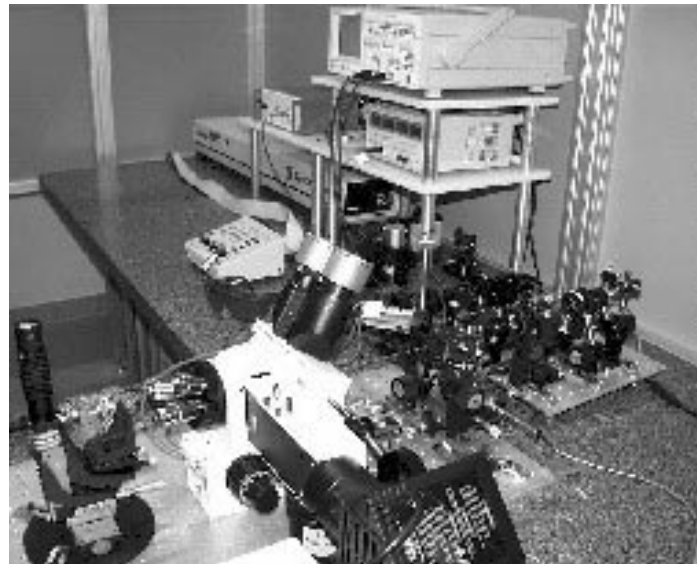
Microstructure d'un matériau carbone / phénolique

Les performances d'autres types de résine ont aussi été étudiées. On peut citer les cyanates phénoliques, les polyarylacétylènes dont la résine BLJ, formulée au CEA Le Ripault et qui présente un rendement en carbone de près de 80%.

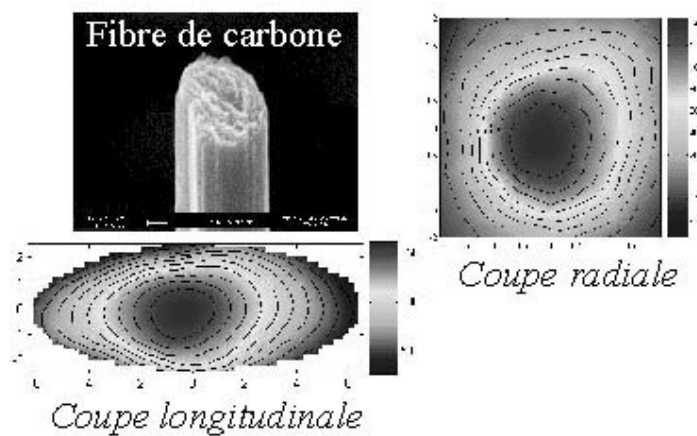
Dans les zones les plus sollicitées, les matériaux performants allient un bon comportement à l'ablation à une résistance élevée au choc thermique. Les solutions étudiées sont alors des matériaux carbone / carbone qui présentent une densité élevée.

La modélisation des phénomènes est aussi traitée par le CEA/DAM. La tendance actuelle est d'affiner la description des modèles avec des approches multi-échelles et multi-physique. Les domaines de la pyrolyse et de l'ablation des matériaux ablatifs font actuellement l'objet de développement au Laboratoire des Composites Thermostructuraux, Unité Mixte de Recherche associant depuis 1999 le CNRS, l'Université Bordeaux 1, la Snecma et le CEA. Cette modélisation s'appuie sur des observations expérimentales (en particulier à l'échelle de la microstructure) et sur des données quantitatives acquises lors d'essais de qualification.

Pour alimenter les modèles en données expérimentales, une démarche micro-macro a été entreprise pour mesurer les propriétés thermiques et mécaniques des matériaux. Par exemple, les techniques photothermiques sont développées au CEA Le Ripault pour mesurer les diffusivités thermiques des fibres (< 10 µm) et des fils (~ 150 µm) au sein d'un matériau composite et jusqu'à haute température.



Dispositif expérimental de microscopie photothermique



Cartographies de phase illustrant l'anisotropie thermique locale d'une fibre de carbone.

La caractérisation de ces matériaux a nécessité le développement de moyens spécifiques permettant des mesures de propriétés mécaniques, thermiques et de dilatation thermique jusqu'à très haute température (>2000°C) avec des vitesses de

chauffage élevées. Une machine d'essai mécanique permet d'effectuer des expériences jusqu'à 3000°C, température atteinte en 20 secondes environ.

3.2 Les composites thermostructuraux

Les compétences dans ce domaine ont été acquises lors du développement de matériaux composites à matrice carbone, carbure ou céramique pour des applications liées à la rentrée atmosphérique et sont exploitées pour des travaux au profit du CEA (réacteurs nucléaires du futur, cycle du combustible) ou d'industriels (dans les domaines du freinage, des applications aérospatiales et des produits réfractaires).

Différentes voies d'élaboration sont étudiées pour la fabrication de ces composites.

L'élaboration de composites

carbone/carbone par pyrolyse est un procédé qui consiste à imprégner la préforme fibreuse par une phase liquide de type résine ou brai puis à effectuer une carbonisation, éventuellement sous pression, générant du carbone. Plusieurs cycles d'imprégnation et de pyrolyse sont nécessaires puisque le remplissage de la porosité à chaque cycle se fait progressivement. La pyrolyse doit être menée de manière très lente, afin d'éviter des risques d'endommagement de la structure lors du départ des gaz de décomposition. Ce procédé présente les inconvénients d'être lent et de conduire à des matériaux relativement peu performants, mais reste économiquement acceptable et possède une grande souplesse pour la formulation de matériaux composites chargés. Des recherches sur des précurseurs à fort rendement en carbone sont en cours.

La densification de structure fibreuse par caléfaction a été mise au point en 1980 au CEA pour la fabrication de matériaux composites carbone/carbone. Le principe de fonctionnement repose sur le chauffage par induction d'un système poreux placé dans un réacteur contenant un précurseur liquide. Les vapeurs du liquide en ébullition produisent, par réaction de craquage, un dépôt sur les zones les plus chaudes (fonction de l'induction). Un front de densification s'établit et se propage en direction des zones les plus froides de la pièce à densifier. Les distributions de températures, la pression et la composition du précurseur influent de manière forte sur les vitesses de densifications, les rendements matière et énergétique ainsi que sur les caractéristiques du matériau élaboré. Des travaux de modélisation du procédé, prenant en compte les processus couplés de thermique, mécanique des fluides, cinétique chimique et densification, ont été entrepris, afin de mieux comprendre son fonctionnement. L'avantage essentiel de ce procédé, par rapport aux autres techniques, est son extrême rapidité qui permet de réaliser des pièces en quelques jours au lieu de plusieurs mois.

Parallèlement, pour améliorer la maîtrise du procédé et la qua-



Machine d'essais mécaniques très haute température



Pièce composite carbone/carbone obtenue par caléfaction

lité des matériaux réalisés, le CEA s'est engagé dans l'étude des variantes du procédé. Des perspectives de développement existent pour la réalisation de matériaux composites à partir de céramiques de types carbures ou nitrures, afin d'améliorer la qualité des matériaux en réduisant en particulier la porosité résiduelle.

L'élaboration de composites à matrice céramique par voie sol-gel présente aussi un fort potentiel de développement en particulier grâce à la variété de matrices possibles. Les étapes du procédé sont successivement une imprégnation, un séchage et un frittage à basse température. La difficulté réside dans la maîtrise du retrait important du précurseur et dans la qualité des interfaces fibre/matrice.



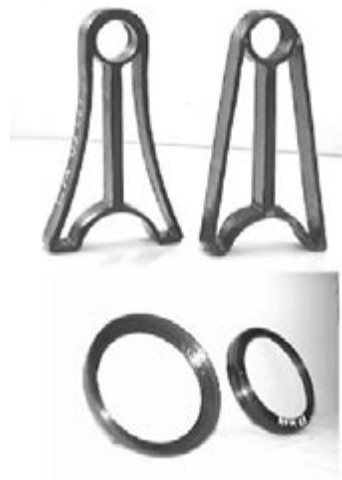
Procédé de caléfaction développé au CEA Le Ripault

3.3 Le stockage sous pression et l'allègement des structures

Le créneau des nouvelles technologies pour l'énergie est un axe fort de la R&D au CEA. Plus particulièrement, l'utilisation de l'hydrogène comme vecteur énergétique est une thématique pour laquelle un grand nombre

de programme sont en cours dont le stockage embarqué de l'hydrogène. A ce jour, trois types de stockage d'hydrogène à bord d'un véhicule sont envisagés. Sous forme liquide (20 K, 1 MPa), les capacités massique et volumique sont intéressantes mais l'isolation thermique est un point à améliorer. L'hydrogène adsorbé sur des substrats (structure carbonée, hydrures métalliques) mène à des performances intéressantes mais la cinétique reste, entre autres, un des points durs à maîtriser. Enfin, le stockage de gaz comprimé (actuellement 35 MPa) permet d'atteindre une densité massique satisfaisante avec des réservoirs de type IV à liner plastique et structurés en matériau composite. Pour augmenter la densité volumique de stockage, une pression de 70 MPa est inévitable pour rendre cette technologie compétitive.

Le CEA a commencé à étudier des réservoirs de type IV en 1998. Aujourd'hui, plusieurs laboratoires participent à des projets français et européens (dans le cadre du 6ème PCRDT) au développement de réservoirs 70 MPa à base de liners plastiques rotomoulés pour des applications transports. Compte tenu de la part des fibres de carbone dans le coût d'un réservoir (40% environ), l'objectif principal est aujourd'hui d'optimiser la structuration composite des réservoirs afin de diminuer le coût (nature de la fibre, quantité déposée) et d'augmenter les capacités massiques et volumiques de stockage. Les travaux en cours sont fondés sur une approche globale qui intègre le



Pièces structurales carbone/bismaléimide et carbone/époxyde à renforts optimisés

design, le choix des constituants, la simulation des orientations de fibres induites par les procédés et le dimensionnement des structures les plus représentatives possibles du produit réellement fabriqué. Cette approche passe par une description affinée des zones singulières du réservoir (les fonds en particulier).

Pour aboutir dans ces projets, le CEA Le Ripault s'appuie sur un savoir-faire acquis avec des réalisations innovantes de pièces structurales dimensionnées au juste besoin avec comme principe de base l'utilisation de fibres de renfort uniquement dans les zones et directions où elles sont nécessaires. Cette démarche, lorsqu'elle est possible, permet un allègement optimal des structures.

3.4 Les conteneurs de transport

Le transport des matières radioactives est régi par des normes (AIEA, ADR) dont les exigences sont d'autant plus fortes que l'activité du colis est importante. L'application de ces normes conduit le CEA/DAM à développer des conteneurs robustes face à diverses agressions de type chute, crash, incendie,...

Historiquement, la conception de tels conteneurs mettait en jeu souvent un seul matériau (bois aux propriétés spécifiques), utilisé pour les fonctions d'amortisseur et d'isolant thermique. L'emploi de ce matériau présente néanmoins plusieurs difficultés :

- mauvaise tenue au cisaillement et poinçonnement,
- mise en œuvre par collage, tenue des colles, orientation des fibres
- comportement dynamique complexe, difficilement modélisable (matériau orthotrope)
- choix matériau limité et approvisionnement parfois difficile (matériau naturel, aléas possibles sur les caractéristiques mécaniques, contraintes écologiques).

Les différentes fonctions attendues du conteneur sont généralement réalisées par juxtaposition d'un ou plusieurs matériaux. Les performances sont particulièrement recherchées dans les domaines suivants :

- amortisseur, pour crash à vitesse élevée (30 à 90 m/s)
- amortisseur, pour impact à basse vitesse

(chute à $V < 13$ m/s)

- anti-poinçonnement (chute sur pieu cylindrique ou conique)
- isolant thermique, pouvant résister à l'agression type incendie

C'est dans ce cadre de recherche que le CEA/DAM explore de nouveaux matériaux de type mousses et multi-couches polymères, avec des variantes de charge dans la matrice (fibres, sphères,...). Le domaine des matériaux composites apporte des solutions sur deux plans :

- mieux dissiper l'énergie d'impact en augmentant la surface de réponse à l'aide d'architectures textiles continues (bobinées, tissées, tressées ou tricotées);
- utiliser les concepts des structures absorbantes d'énergie réalisées en matériaux composites et dont le mécanisme de rupture est maîtrisé.

4. Conclusion

Les produits composites sont aujourd'hui solidement ancrés dans de nombreux secteurs de l'industrie. Compte tenu de l'étendue des possibilités de conception offertes par les matériaux composites (renforts, matrices, architectures) et les procédés associés, leur potentiel de croissance, en particulier dans l'allègement des structures, est encore très important. Toutefois, il serait nécessaire de faire évoluer les processus de design et de conception en intégrant les spécificités des composites en amont des projets et d'éviter la transposition brutale des solutions métalliques en solutions composites.

La Direction des applications militaires du CEA dispose aujourd'hui d'une plate-forme qui regroupe la conception, quelques techniques d'élaboration bien ciblées, la caractérisation et l'expertise des structures composites. La synergie de ces compétences est un point fort qui permet de proposer des ruptures technologiques, de promouvoir des solutions innovantes et de faire progresser la connaissance des produits composites. ■

Bilan de HT-CMC5 : 5th International Conference on High-temperature ceramic matrix composites

HT-CMC5 s'est tenue à Seattle, du 12 au 16 septembre 2004. HTCMC5 était organisée par la Société Américaine de Céramique (American Ceramic Society). Elle portait le label de l'AMAC. HTCMC5 est la cinquième d'une série entamée à Bordeaux en 1993. HTCMC s'est déplacée une première fois aux Etats-Unis (Santa Barbara, 1995), puis au Japon (Osaka, 1998) et enfin en Allemagne (Munich, 2001). HT CMC6 aura lieu en Inde, à Bombay. Comme leur nom l'indique, les conférences HT CMC sont consacrées aux Composites à Matrice Céramique. HT CMC est devenue une conférence majeure dans ce domaine. Plus de 20 pays étaient représentés. L'absence de la Chine a été remarquée. 200 communications ont été présentées. Un bon nombre d'entre elles était des conférences invitées. C'est une bonne formule qui permet d'orienter la Conférence.

Les thèmes étaient les suivants :

- synthèse, élaboration et propriétés des fibres, des interphases, des interfaces et des matrices
- les nouvelles techniques d'élaboration
- les nouvelles techniques de caractérisation
- le comportement mécanique et fonctionnel
- la modélisation de la durabilité et la fiabilité
- la durabilité
- les protections thermiques et contre la corrosion
- les techniques de liaison, usinage et réparation
- la standardisation
- la modélisation des coûts, recyclage, élimination.

Les deux premières journées étaient consacrées à la technologie et aux applications, avec des conférences générales sur les applications des composites dans les turbines à gaz, les freins, le spatial, l'aéronautique, le nucléaire, et des sessions sur les structures, les bords d'attaque, les protections thermiques et anticorrosion, le développement et les tests de pièces. Il y eut une longue présentation de savoir faire, de structures plus ou moins complexes, et de performances dans des conditions diverses. Les jours suivants, les communications ont porté davantage sur les matériaux et la science des composites. On peut retenir que ces matériaux ont atteint leur maturité. Ils sont devenus des pièces, et ils intéressent les ingénieurs qui peuvent exploiter leurs propriétés pour concevoir des systèmes. Il existe des conditions d'emploi favorables (les turbines à gaz), et des matériaux performants. Les composites C/SiC et les SiC/SiC produits par Snecma Propulsion Solide font impression. Les volets en C/SiC et en SiC/SiC se révèlent supérieurs à leurs concurrents lors des essais au banc ou en vol.

Jacques Lamon, Président de l'AMAC

Bilan de la JST AMAC « Mise en forme des matériaux composites - 2004 »

Le Havre, les 2 et 3 décembre 2004

Ces journées scientifiques et techniques ont été soutenues par l'AMAC et la SFT – Société Française de Thermique et organisées par G. BOUQUET, J. BREARD et A. SAOUAB du Laboratoire de Mécanique, Physique et Géosciences de l'Université du Havre. Cette JST a reçu le soutien de la région Haute Normandie et a été accueillie à l'Institut Supérieur d'Etudes Logistiques de l'Université du Havre.

Les travaux sur la mise en forme des matériaux composites ont présenté un état de l'art concernant les études expérimentales, les modélisations et aussi les outils et méthodes de simulations. Les différents procédés ont été considérés, aussi bien ceux concernant les composites à fibres continues (LCM – Liquid Composite Molding, thermoformage) que les composites à fibres discontinues (courtes ou longues) visant diverses applications (injection RTM – Resin Transfer Molding, infusion LRI – Liquid Resin Infusion et RFI – Resin Film Infusion, CFRTP - Continuous Fiber Reinforced ThermoPlastic, compression des SMC – Sheet Molding Compounds ou bien encore des TRE - Thermoplastiques Renforcés Estampables). L'élaboration des matériaux composites par des procédés d'injection a été discutée aussi bien pour les CMO que pour les CMM. Les filières industrielles présentées concernaient principalement les secteurs de l'aéronautique, de l'automobile et du naval, et le développement des besoins industriels en simulation des procédés de mise en forme.

Ces journées ont permis de construire une réflexion générale concernant la mise en forme des matériaux composites. Les débats ont ainsi été menés sur diverses orientations scientifiques :

- analyse expérimentale et simulation des transferts de chaleur dans les procédés, amélioration de la conductivité thermique par des polymères chargés, caractérisation de la dispersion thermique, influence du cycle thermique sur les propriétés interfaciales entre fibres et matrice;
- simulation numérique de la mise en forme des composites fibres courtes, analyse de la distribution des longueurs et des orientations, approche multi-échelles de la rhéologie des suspensions concentrées de fibres;
- simulation de la mise en forme de renforts de composites développables et non développables;
- analyse quantitative d'images de la microstructure des composites à fibres longues, influence du modèle géométrique d'un renfort fibreux sur la mesure de la perméabilité par simulation des écoulements aux différentes échelles;
- simulation des procédés avec des méthodes sans maillage, des méthodes issues de la dynamique moléculaire, des techniques de réduction de modèles;

- optimisation de la santé matière dans les procédés d'injection;
- méthodologie de caractérisation des structures composites obtenues par RFI, modélisation des procédés d'infusion, analyse expérimentale des couplages ThermoHydroMécanique.

Trois thèmes majeurs ont pu être dégagés :

- 1) optimisation des transferts thermiques dans les procédés en relation avec les propriétés du composite,
- 2) différentes approches numériques pour la simulation des procédés et
- 3) caractérisation et modélisation de la microstructure fibreuse en relation avec l'optimisation du procédé et des propriétés du composite.

D'un point de vu général, les travaux de modélisation actuels se concentrent davantage sur les aspects physiques, avec une démarche pluridisciplinaire, que dans les aspects numériques où de grands progrès ont été faits ces dernières années.

Une première JST sur le thème de la mise en forme des matériaux composites avait eu lieu le 3 décembre 2002 organisée par P. BOISSE à l'ENSAM Paris. Cette nouvelle JST organisée au Havre a réuni une quarantaine de participants de divers horizons. Une nouvelle rencontre sera organisée par F. BOUST à l'ONERA en 2006. Ces actions permettent ainsi de consolider un groupe de recherche sur le thème « Mise en Forme des Matériaux Composites ».

Un compte rendu de ces journées sous forme d'articles devrait être publié courant de l'année 2005 dans la Revue des Composites et Matériaux Avancés.

Joël BREARD, Membre du CA de l'AMAC, co-organisateur de la JST

Bilan de Composites Testing and Model Identification 2004 (CompTest2004)

21 – 23 septembre 2004 à Bristol, Grande-Bretagne

Ce congrès est la deuxième édition de CompTest, la première s'étant déroulée à Châlons en Champagne en janvier 2003. L'organisation était assurée par le Professeur Michael Wisnom (Department of Aerospace Engineering, University of Bristol). Comme pour la première édition, l'objectif était de mettre en avant l'activité « essais » (testing) en l'associant étroitement aux modèles sous-jacents dont les paramètres sont à déterminer expérimentalement (identification).

En prélude au congrès avait été organisée la veille (20 septembre) une journée sur le site d'Airbus UK à Filton dédiée, la matin, à une visite du site et l'après-midi, à une série de démonstrations de techniques de mesures optiques de champs. Environ 60 participants ont pris part à cette journée qui fut un succès grâce, entre autres, aux efforts de Richard Burguete (Airbus) et des démonstrateurs de méthodes.

43 communications orales et 63 posters ont été présentés pendant les trois jours. Le nombre de participants était de 133, représentant 25 pays, avec environ 34% de participants britanniques, 13% de français et le reste réparti entre les Etats-Unis, le Japon, la Suède, la Suisse, le Danemark etc.

Trois conférences avaient été invitées :

- Dr. Peter DAVIES, Ifremer, France
"Testing of marine composites: from materials to structures"
- Dr. Yves SURREL, Techlab, France
"Full-field optical methods for mechanical engineering: essential concepts to find one's way"
- Prof. C.T. SUN, Purdue University, USA
"Novel methods for testing and modelling composite materials and laminates".

A chaque session poster, un jury composé de différents membres du comité scientifique a délivré un prix du meilleur poster sur des critères de fond et de forme. Les heureux présentateurs se sont vus remettre une bouteille de Champagne (réminiscence du lieu de la première édition...).

Le programme social fut très apprécié de tous, avec un apéritif le mardi soir dans les locaux du musée industriel de Bristol et un excellent repas le mercredi soir à bord du SS Great Britain, premier bateau à vapeur à coque métallique, construit par IK Brunel (<http://www.ss-great-britain.com/>).

Il n'y a pas eu de comptes rendus édités mais une sélection de contributions (27 au total) a été soumise pour publication dans la revue spécialisée "Composites Part A". Les articles sont actuellement en cours d'expertise et la publication de ce numéro spécial devrait avoir lieu vers septembre 2005. Par ailleurs, un CD-ROM contenant les transparents électroniques de l'ensemble des présentations orales ainsi qu'une version électronique de la plupart des posters a été remis aux participants. Il peut aussi être consulté sur le site du congrès (<http://www.aer.bris.ac.uk/compstest2004/proceedings>). N'hésitez pas à diffuser cette information.

La prochaine édition aura lieu à Porto en 2006 et sera organisée par Pedro Camanho. La date exacte reste à déterminer mais sera diffusée dès que possible aux membres de l'AMAC.

Michael WISNOM et Fabrice PIERRON, Co-présidents du congrès.

Bilan de la 3^e Conférence Internationale sur la Fatigue des Composites (ICFC-3) à Kyoto, Japon du 13 au 15/10/2004

La 1^{ère} conférence internationale sur la fatigue des composites s'était tenue à Paris (ICFC-1, 1997, Présidents : C. Bathias et R. Fougères), la 2nd à Williamsburg (ICFC-2, Etats-Unis, 2000, Président : K. Reifsnider) et la troisième conférence (ICFC-3, Présidents : T. Fujii et N. Takeda) s'est tenue à Kyoto (Japon, Septembre 2004). Les sujets abordés au cours de cette dernière conférence concernaient principalement la caractérisation expérimentale et la modélisation du comportement des matériaux et structures composites soumis aux chargements cycliques mécaniques ou/et thermiques. Des travaux sur différents types de matériaux composites (carbone, verre/polymères, céramique, métal) ont été présentés au cours de la conférence. En ce qui concerne les applications structures, plusieurs présentations concernaient les pales d'éoliennes. Les connaissances sur le comportement de ces matériaux soumis à des chargements de fatigue s'améliorent mais tous les problèmes ne sont pas résolus, au moins jusqu'à la prochaine conférence (Kaiserslautern, Allemagne, 2007). De nombreux pays étaient représentés (Europe particulièrement), et la délégation française était nombreuse.

Christian HOCHARD, Membre du CA de l'AMAC

VIE DES LABORATOIRES



Le Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) et les Composites Thermostructuraux

UMR 5801 (CNRS-SNECMA-Université Bordeaux 1-CEA)
Domaine Universitaire - 3 Allée de La Boétie - 33600 Pessac

On désigne sous le terme générique de composites thermostructuraux, la famille des composites que l'on envisage d'employer comme éléments de structure à haute température. Plus simplement, ces composites sont capables de supporter des efforts mécaniques à des températures élevées voire très élevées (supérieures à 2000°C). Il s'agit des composites à matrice céramique, des composites à matrice carbone et des composites à matrice titane. Le LCTS étudie principalement les composites SiC/SiC (carbure de silicium renforcé par des fibres de carbure de silicium), C/SiC (carbone renforcé par des fibres de carbone), C/C (carbone renforcé par des fibres de carbone).

Les composites thermostructuraux sont envisagés dans de nombreuses applications où leurs propriétés remarquables permettent d'augmenter les performances à un coût raisonnable. Ils se distinguent des autres composites par leur comportement à haute température où ils conservent leurs propriétés mécaniques. Leur domaine d'application inclut les échangeurs de chaleur, les moteurs, les turbines à gaz, l'aéronautique, le spatial, et le nucléaire.

Les composites SiC/SiC sont les derniers nés de la famille des composites thermostructuraux. Leur développement a commencé dans les années 1980 quand SEP (la Société Européenne de Propulsion, aujourd'hui Snecma Propulsion Solide (SPS)), Amecorm, et d'autres ont commencé à développer des équipements et des procédés permettant de produire des pièces pour l'aérospatial, la défense et d'autres applications. La SEP est un des pionniers de cette technologie et a démontré les performances de ces matériaux dans les moteurs et lors d'essais en vol.

Le développement de ces matériaux est aussi lié aux travaux de recherche dans le domaine de la CVD (Chemical Vapor Deposition). La CVD est une technique de dépôt d'un solide sur un substrat chaud à partir de précurseurs gazeux. Dans le cas où la CVD est appliquée à des performances fibreuses pour déposer des quantités plus importantes de matériau, on parle d'infiltration en phase vapeur (Chemical Vapor Infiltration : CVI).

La CVI a d'abord été utilisée pour la synthèse des composites C/C par pyrolyse de CH₄

à des températures comprises entre 1000°C et 2000°C. Les carbone/carbone possèdent des caractéristiques intéressantes, mais il est apparu dès 1973 que les applications des C/C seraient limitées en raison de leur faible résistance à l'oxydation à des températures supérieures à 450°C. Ce qui a conduit à envisager de remplacer les matrices de carbone par des matrices de carbure de silicium. Le procédé d'élaboration des matrices SiC a été établi en 1977. Les composites C/SiC étaient nés. On a ensuite substitué des fibres SiC aux fibres C. Les composites SiC/SiC renforcés par des fibres SiC ont commencé à être élaborés dans les années 80.

Le LCTS

Le développement de ces composites est étroitement lié à l'histoire de la propulsion solide. Les recherches dans le domaine des composites à matrice céramique ont commencé dans les années 1975 à l'Université de Bordeaux. Elles se sont poursuivies au LCTS à partir de 1988. Le LCTS a été créé en 1988 par le CNRS, la SEP et l'Université de Bordeaux 1 (UB1). L'Unité Mixte (CNRS-Snecma-UB1) a été rejointe en 1999 par le CEA (Commissariat à l'Energie Atomique).

La recherche au LCTS

La mission de recherche du LCTS est prévue dans une convention signée par les 4 partenaires. Le LCTS conduit des recherches à caractère scientifique et fondamental mais prenant en compte les préoccupations à long terme de la SNECMA et du CEA. Les connaissances et les données générées doivent concourir à la création de composites aux performances élevées, à comprendre leur comportement et leur évolution sous des conditions diverses de sollicitation et d'environnement, à identifier les mécanismes mis en jeu dans le comportement et l'élaboration, et à les modéliser.

L'organisation thématique est calquée sur les étapes de création d'un matériau composite à savoir sa conception, son élaboration, sa caractérisation, la compréhension de son comportement et la modélisation. Les directions de recherche correspondantes sont :

- la physicochimie de l'élaboration par voie CVI
- la caractérisation microstructurale/nanostructurale
- le comportement thermomécanique et durabilité
- les effets de l'environnement.

La CVI

La chimie de base dans le dépôt d'une couche ou d'une matrice par voie CVI est la même que dans le dépôt d'une céramique sur un substrat par CVD. Les réactions chimiques consistent dans le craquage d'un hydrocarbure pour le dépôt du carbone, d'un méthylchlorosilane pour le dépôt de carbure de silicium. Dans le procédé dit I-CVI (CVI isobare), la préforme est chauffée uniformément dans un four (figure 1). Les précurseurs gazeux circulent à travers la préforme de fibres. La température et la pression demeurent relativement basses ($< 1200^{\circ}\text{C}$, $< 0,5 \text{ atm}$). Les espèces gazeuses sont transportées à travers la préforme essentiellement par diffusion. Le gradient de concentration entre l'intérieur et la surface de la préforme est le moteur. C'est aussi le facteur qui ralentit la vitesse de dépôt.

La CVI est l'objet de nombreuses recherches tant sur le plan expérimental que sur celui de la modélisation, orientées vers la compréhension des réactions mises en jeu, la détermination de leur cinétique et les produits. Il existe plusieurs variantes de la CVI. Dans la CVI pulsée les gaz sont introduits dans la chambre pendant des laps de temps très courts. Ce procédé a permis de développer des interphases multicouches de taille nanométrique (figure 2).

Les interphases et les interfaces
Les interphases sont aussi un élément fondamental des

composites à matrice SiC où la matrice est 2 fois plus rigide que les fibres. Ils doivent donc remplir plusieurs fonctions :

- la première, permettre la déviation des fissures qui naissent dans la matrice, afin d'éviter la rupture des fibres.
- La deuxième, assurer le transfert des efforts en présence des fissures de façon que la matrice continue de supporter une partie des efforts
- La troisième, protéger les fibres contre les agressions de l'environnement.

On appelle interphase la fine couche de quelques centaines de nanomètres déposée sur les fibres. Les recherches ont montré qu'elle doit posséder une structure anisotrope ou feuilletée. Elle peut être constituée d'une seule couche de pyrocarbone ou de nitrure de bore, ou plusieurs couches alternant des couches nanométriques de carbone ou de carbure de silicium.

La conjonction des travaux de recherche dans le domaine de la physicochimie de l'élaboration et du comportement mécanique a permis d'établir le concept d'interphase modulée qui permet de concevoir des composites présentant un ensemble de propriétés élevées telles que la résistance à la rupture, la ténacité, la tenue au fluage, la durabilité, etc ...

L'effet proprement dit des interphases est étudié à l'échelle microstructurale du microcompo-

site et mésostructurale du microcomposite, ceux-ci consistent respectivement en un composite renforcé par un seul monofilament ou par un fil (ensemble de plusieurs centaines de monofilaments).

Les fibres et les fils et le renfort
Les composites thermostructuraux ont essentiellement un renfort tissé multidirectionnel (2D ou 3D). Les fibres sont aussi un élément fondamental, puisque ce sont elles qui assurent le comportement mécanique, maintenant l'intégrité du composite en présence de fissures.

L'amélioration des propriétés des fibres est nécessaire pour permettre aux composites de fonctionner à des températures de plus en plus élevées dans des milieux agressifs. Les fibres sont élaborées à partir de précurseurs polymères. La connaissance des relations entre la composition du précurseur, les conditions d'élaboration et les propriétés thermomécaniques est une voie.

La détermination du comportement à hautes températures jusqu'à 2500°C nécessite des appareils spécifiques. Le comportement mécanique des fibres de carbone est intimement lié à la nanostructure. Ces fibres sont constituées d'empilements de feuillets élémentaires ayant une orientation variable selon les conditions d'élaboration. L'établissement des relations entre la nanostructure et le comportement mécanique des fibres est un exemple de passage de l'échelle nano à l'échelle micro.

Le comportement thermomécanique des composites

L'étude du comportement thermomécanique des composites est naturellement multiéchelle

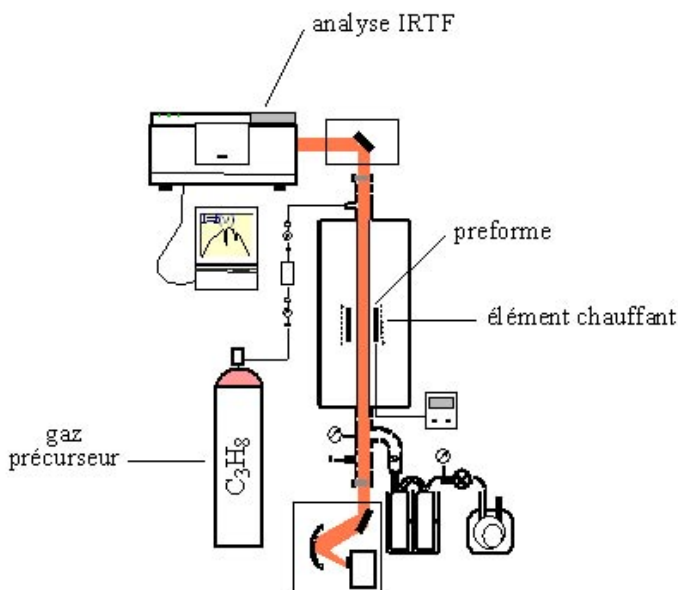
compte tenu de leur structure que l'on peut faire évoluer soit en modifiant l'architecture fibreuse, soit les interfaces, soit les constituants. Les échelles d'étude sont successivement le monofilament, le microcomposite, le fil, le microcomposite et le composite à renfort tissé multidirectionnel.

L'étude expérimentale du comportement mécanique permet de déterminer les mécanismes de déformation d'endommagement et de rupture dont la modélisation permet les changements d'échelle.

Les composites thermostructuraux se classent en deux familles selon les propriétés respectives des fibres et de la matrice, pour lesquels la matrice doit assurer une fonction différente.

Dans les composites à matrice SiC, la matrice est deux fois plus rigide que les fibres. Elle est soumise à des contraintes élevées et elle rompt la première. Les fibres permettent au matériau de conserver son intégrité, mais en contre partie la matrice doit supporter une partie des efforts. Les fissures sont déviées dans les interfaces fibre/matrice, ce qui confère un comportement fortement non-linéaire. Dans les composites à renfort tissé, ce processus affecte successivement les différentes échelles suivant une séquence bien établie qui dépend de la résistance de chaque échelle et de l'évolution du champ de contraintes.

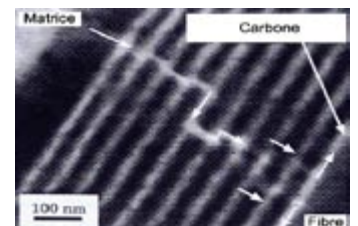
Les composites à matrice carbone s'apparentent aux composites à matrice organique dans la mesure où la matrice est très souple comparée aux fibres. Son allongement à rupture est plus faible que celui des fibres. L'endommagement suit une cinétique différente de celle observée dans les composites à matrice SiC fortement influencée



F1 - Dispositif d'élaboration de composites par procédé CVI (infiltration en phase gazeuse), avec analyse de phase gazeuse (IRTF in-situ)



F2 - Composite SiC/SiC à matrice multicouche autocicatrisante. L'oxyde généré à haute température par oxydation de certaines couches emplit les fissures, et protège les fibres d'agressions ultérieures.



F3 - Exemple d'interphase multicouche SiC/Carbone. Les flèches indiquent le chemin d'une fissure formée dans la matrice.

par l'architecture du renfort.

Les modes d'endommagement sont identifiés par des techniques de détection telles que l'analyse d'images de microscopie prises en cours d'essai, la corrélation d'image et l'analyse des signaux d'émission acoustique.

La rupture des composites thermostrostructuraux à renfort tissé est dictée par les fils. L'approche multiéchelle permet de la relier à la rupture des fibres et de prendre en compte la dispersion statistique des caractéristiques de rupture (approche mécanistique de la fiabilité).

La Durabilité des composites thermostrostructuraux

Les composites thermostrostructuraux sont sensibles aux effets de l'environnement en raison de la présence de carbone dans les interphases ou dans les fibres. L'élimination du carbone par oxydation débute dès 450°C. Le réseau de fissures créé par les sollicitations thermomécaniques permet à l'oxygène d'atteindre le cœur du composite. C'est l'élimination des interfaces et la dégradation des fibres qui conduisent à la rupture prématurée.

Diverses solutions permettent de protéger les éléments critiques du composite. Les matrices auto-

catrisantes contiennent des couches dont l'oxydation produit un verre qui remplit les fissures de la matrice. Ces matériaux présentent une durée de vie en fatigue qui peut aujourd'hui dépasser le millier d'heures à des températures pouvant atteindre 1000°C.

L'étude de la durabilité de ces matériaux est abordée aussi bien d'un point de vue physico-chimique que mécanique. Les études physicochimiques sont destinées à déterminer les lois cinétiques des réactions et des mécanismes mis en jeu dans le vieillissement et l'oxydation. Les études mécaniques s'intéressent

aux effets de l'environnement sur le comportement en fatigue et la durée de vie. Des modèles de comportement combinant lois micromécaniques et lois cinétiques d'oxydation sont développés.

En résumé le LCTS est une unité mixte de recherche qui met en pratique une approche pluridisciplinaire multiéchelle de matériaux composites.

Jacques Lamon
lamon@lcts.u-bordeaux1.fr

AGENDAMAC



Vous trouverez les éléments descriptifs de ces conférences directement sur leurs propres sites Internet.

• Conférences organisées ou parrainées par l'AMAC

JNC14 : Rappel

Compiègne, 22-24 mars 2005

⇒ Plus que quelques jours avant le début de la 14^e Edition des
Journées Nationales des Composites à Compiègne

Contact : V. Duquenne ; Tel : 03 44 23 45 36 - C. Bayard ; Tel : 03 44 23 45 27 ; Fax : 03 44 23 44 15
e-mail : jnc14@utc.fr ; Site : www.utc.fr/jnc14/

JST AMAC

Lorient, 9-10 Juin 2005

“Renforcement des polymères par des fibres végétales”

Contact : Christophe BALEY (L2PIC - UBS) ; Christophe.Baley@univ-ubs.fr

• Autres conférences

UV-Curing

Los-Angeles, USA, 10-11 Février 2005

UV Curing for Composites Seminar & Symposium

Contact : Mark at Radtech ; e-mail : mark@radtech.org ; Tel : +1 240 497 1243
Site : www.radtech.org/UVBEST.html

Out-of-autoclave

East Midland Airport, GB, 23 Février 2005

Out of autoclave moulding technology symposium

Contact : Mandy Edwards ; e-mail : mandy.edwards@nottingham.ac.uk
Site : www.nottingham.ac.uk/~eazwww/composite/

W-F-P-C

Bordeaux, GB, 24-25 Mars 2005

Wood Fibre Polymer Composites

Contact : Véronique Chauvel ; e-mail : woodpolymer@ctba.fr
Site : www.ctba.fr/woodpolymer2005/

DFC-8 + ETDCM-7

Sheffield, GB, 3-6 Avril 2005

Deformation & Fracture of Composites 8 et
Experimental Techniques & Design of Composite Materials 7

Contact : e-mail : p.kapranos@sheffield.ac.uk ou s.a.hayes@sheffield.ac.uk
Site : www.shefac.uk/materials/conferences/DFC8.html

Life Cycle Assessment for Composites Workshop

Contact : e-mail : scunit@plymouth.ac.uk
Site : www.plymouth.ac.uk/pages/view.asp?page=7449

ESAFORM 8**Cluj-Napoca, Roumanie, 27-29 Avril 2005****8th International ESAFORM Conference on Material Forming**

Contact : Pr. Dorel Banabic ; e-mail : banabic@tcm.utcluj.ro
Secretariat : esaform2005@conference.utcluj.ro ; Fax / Tel : +40 264 41 56 03
Site : <http://conference.utcluj.ro/esaform2005>

Composites processing 2005**Stoke-on-trent, GB, 21 Avril 2005****Composite Processing Association**

Contact : Ken L. Forsdyke ; e-mail : info@composites-proc.asso.co.uk
Site : www.composite-proc-assoc.co.uk

Multiscale / Damage / Composites**Lublin, Pologne, 23-27 Mai 2005****Multiscale Modelling of Damage & Fracture Processes in Composite Materials**

Contact : Prof. Tomasz Sadowski ; e-mail : sadowski@akropolis.pol.lublin.pl
Tel : +48 538 13 86 ; Fax : +48 525 69 48
Site : <http://akropolis.pol.lublin.pl/iutam/index.htm>

Eurosteel & Composite structures**Maastricht, Pays Bas, 8-10 Juin 2005****Eurosteel Conference on Steel and Composite Structures*****CEN/TC 250 - Structural Eurocode 4 for composite, steel and concrete structures***

Contact : e-mail : secretariat@eurosteel2005.info
Site : www.eurosteel2005.info

CCC- 2005**Lyon, 11-13 Juillet 2005****3rd International Conference on Composites in Construction**

Contact : Samira Souidi ; Laboratoire Mécanique Matériaux & Structures (L2MS), Université de Lyon 1, 82 boulevard Niels Bohr, Domaine Scientifique de la Doua, 69622 Villeurbanne CEDEX
e-mail : l2m@iutal2m.univ-lyon1.fr - Fax : 04 78 94 69 06

ICCE 12**Tenerife, Espagne, 1-6 Août 2005****12th International Conference on Composite/Nano Engineering**

Contact : Prof. David Hui ; e-mail : dhui@uno.edu
Site : www.acad.polyu.edu.hk/~mmktlau/ICCE/ICCE_Main.htm

NanoComposites 2005**San Francisco, USA, 22-24 Août 2005**

Contact : Amos Golovoy ; e-mail : amosgolovoy@comcast.net
Site : www.executive-conference.com/conferences/nano05.html

ConMat'05**Vancouver, Canada, 22-24 Août 2005****Fiber Reinforced Concrete/Shotcrete - 3rd International Conference on Construction Materials**

Contact : e-mail : banthia@civil.ubc.ca
Site : www.civil.ubc.ca/conmat05/index.html

ICSS-7**Aalborg, Danemark, 29-31 Août 2005****7th International Conference on Sandwich Structures**

Contact : Tina Holst Pedersen ; e-mail : thp@ime.aau.dk
Ole Thybo Thomsen ; e-mail : sandwich7@ime.aau.dk
Site : www.sandwich7.dk

CNT Polym. Comp.**Hambourg-Harbourg, Allemagne, 4-7 Septembre 2005****International conference on Carbon Nano Tube (CNT) Polymer Composites**

Contact : Prof. Karl Schulte ; e-mail : schulte@tuhh.de
Site : www.cnt-net.com

Contact : Claire Norris ; Tel : +44 118 377 4696 ; Fax : +44 118 977 6680
e-mail : tc4conference@elsevier.com ; Site : www.tc4pca.elsevier.com

IIMM'05**Lyon, 12-14 Septembre 2005**

International Conference on Interfaces & Interphases in Multicomponents

Contact : Isabelle Polo ; e-mail : Isabelle.Polo@insa-lyon.fr
Site : www.iimm2005.fr

Advances / Multiscale / Composites**Monterey, USA, 25-29 Septembre 2005**

Advances in Multi-Scale Modelling of Composite Materials Systems & Components

Contact : Dr. Peter Beaumont ; e-mail : pwr@eng.cam.ac.uk
Site : www-mech.eng.cam.ac.uk/conferences/composites-monterey05

Int. Meeting on Composite Materials**Naples, Italie, 11-14 Octobre 2005**

Advancing with composites 2005 - International Meeting on Composite Materials

Contact : C. Cigliano, A. Langella
e-mail : crivisco@unina.it ; Site : www.asmeccanica.it

L'AMAC n'a plus de secrétariat à~~— l'ENSAM - LM3 / AMAC —~~

151, boulevard de l'Hôpital, 75013 - Paris
Tel : 01 44 24 63 41 ; Fax : 01 44 24 62 90
e-mail : secretariat.amac@paris.ensam.fr

Veillez dorénavant vous adresser aux membres suivants du CA :

Président : Jacques LAMON
LCTS, 3 Allée La Boétie, Domaine Universitaire, 33600 Pessac
Tel : 05 56 84 47 03 - Fax : 05 56 84 12 25
mél : lamon@lcts.u-bordeaux.fr

Secrétaire : Marie-Christine LAFARIE-FRENOT
ENSMA - LMPM UMR CNRS 6617, 1, av. Clément Ader, B.P. 40109,
86961 Chasseneuil Futuroscope CEDEX
Tel : 05 49 49 82 29 - Fax : 05 49 49 82 38
mél : lafarie@lmpm.ensma.fr

Pour les adhésions :

(le formulaire d'adhésion peut être téléchargé depuis le site WEB de l'AMAC)

Trésorier : Yves REMOND
IMFS UMR CNRS 7507, 2, rue Boussingault, 67000 Strasbourg
Tel : 03 90 24 29 18 - Fax : 03 88 61 43 00
mél : remond@imfs.u-strasbg.fr

Attention : Liste de diffusion aux adhérents de l'AMAC - Nouvelle adresse

Pour les annonces de soutenance de thèse, proposition de sujets de thèse...
envoyez un courrier électronique (sans fichier attaché) à : amac@cermmo.enpc.fr

SITE WEB - AMAC

<http://www.amac-composites.asso.fr>
(formulaire d'adhésion téléchargeable)