



RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE

*Liberté
Égalité
Fraternité*

ONERA

THE FRENCH AEROSPACE LAB

www.onera.fr



RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE

*Liberté
Égalité
Fraternité*

ONERA

THE FRENCH AEROSPACE LAB

Caractérisation des composites Oxyde/Oxyde

A. Débarre, A. Jankowiak, M.-H. Ritti, C. Ben Ramdane, Z. Borius, Y. Renollet, N. Horezan
DMAS, ONERA, Université Paris-Saclay, F-92320 Châtillon, France

antoine.debarre@onera.fr

Un matériau composite ?

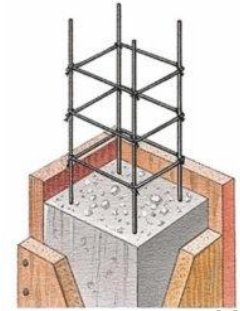
Définition

- **Matériau hétérogène** formé d'au moins deux constituants qui occupent des phases différentes
- Organisation géométrique des constituants
- **Propriétés du composite supérieures à celles des constituants**



Béton :
Ciment + sable et gravier

[1]

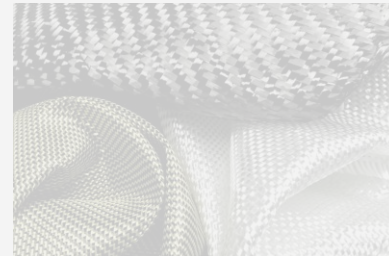


Béton armé :
Béton + armature

[2]

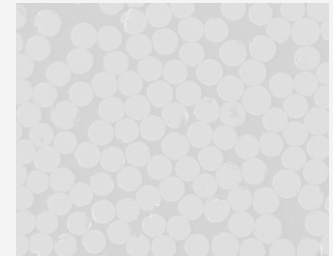
Composite renforcé par des fibres

- Fibres de carbone ou de verre (diamètre $\sim 7 - 15 \mu\text{m}$)
- Dans une matrice polymère
- Fibres courtes / fibres longues
- Fibres UD / tissés 2D / aiguilletées / tissés 3D, ...



Tissu : fibres de carbone, de
kevlar et de verre

[3]



Microstructure d'un CFRP

[4]

Un matériau composite ?

Définition

- **Matériau hétérogène** formé d'au moins deux constituants qui occupent des phases différentes
- Organisation géométrique des constituants
- **Propriétés du composite supérieures à celles des constituants**

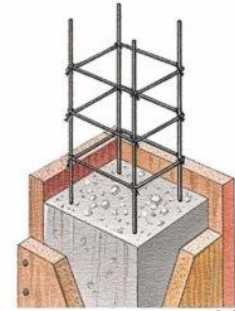
Composite renforcé par des fibres

- Fibres de carbone ou de verre (diamètre $\sim 7 - 15 \mu\text{m}$)
- Dans une matrice polymère
- Fibres courtes / fibres longues
- Fibres UD / tissés 2D / aiguilletées / tissés 3D, ...



Béton :
Ciment + sable et gravier

[1]



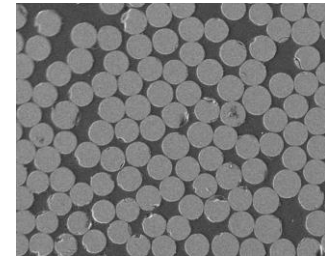
Béton armé :
Béton + armature

[2]



Tissus : fibres de carbone, de
kevlar et de verre

[3]



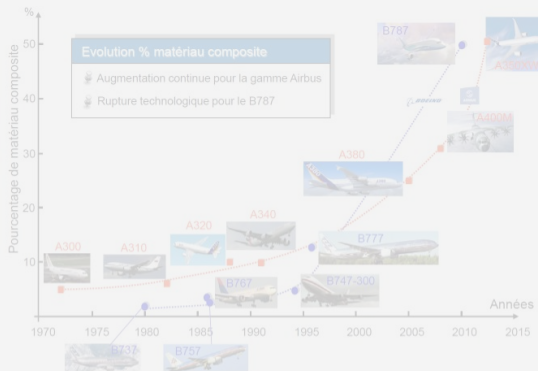
Microstructure d'un CFRP

[4]

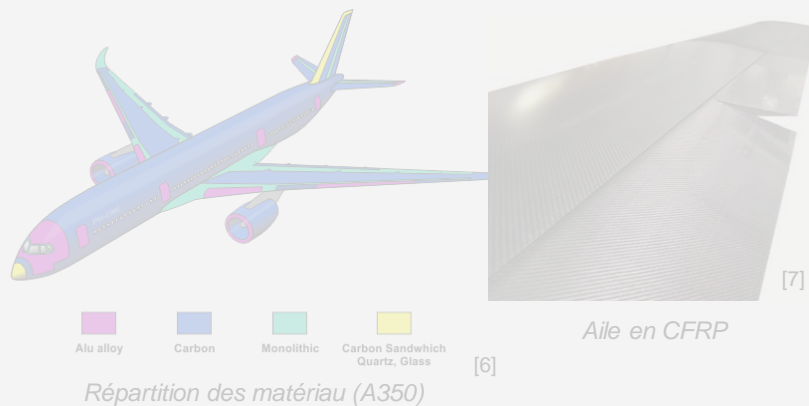
Utilisation des matériaux composites

Secteurs concernés

- Nombreux secteurs : aéronautique, éolien, nautisme, sport ...
- Production : x3 entre 2010 et 2020 ; 190 kTonnes en 2050



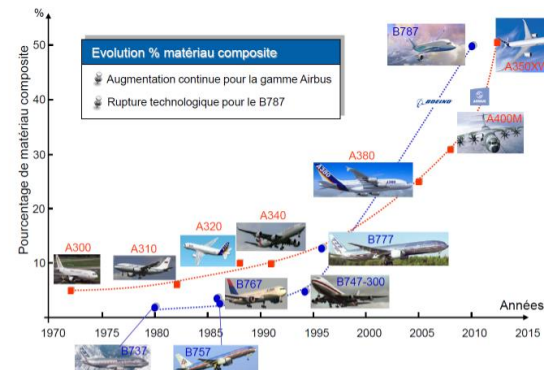
[5]



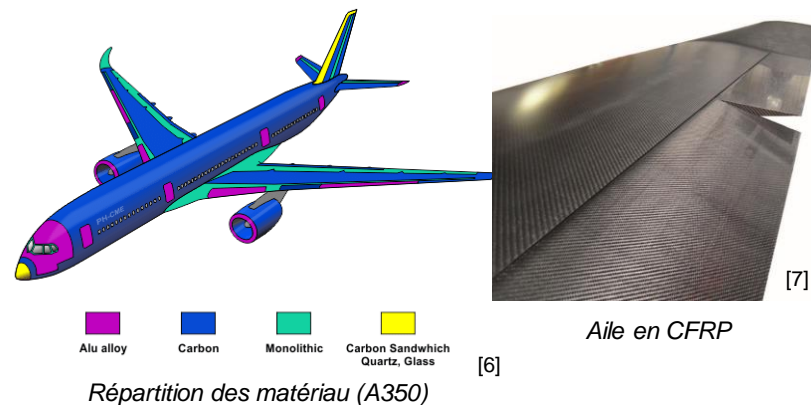
Utilisation des matériaux composites

Secteurs concernés

- Nombreux secteurs : aéronautique, éolien, nautisme, sport ...
- Production : x3 entre 2010 et 2020 ; 190 kTonnes en 2050



[5]

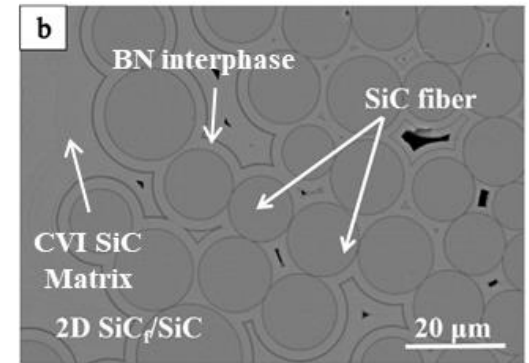
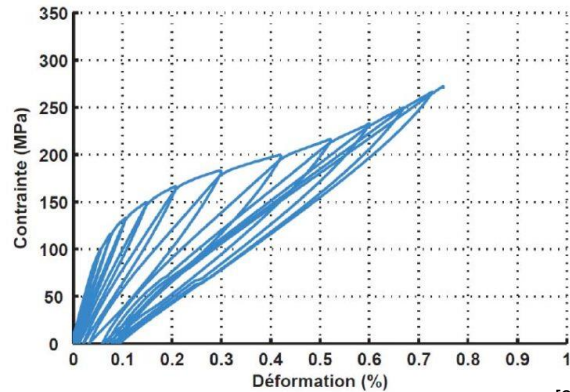
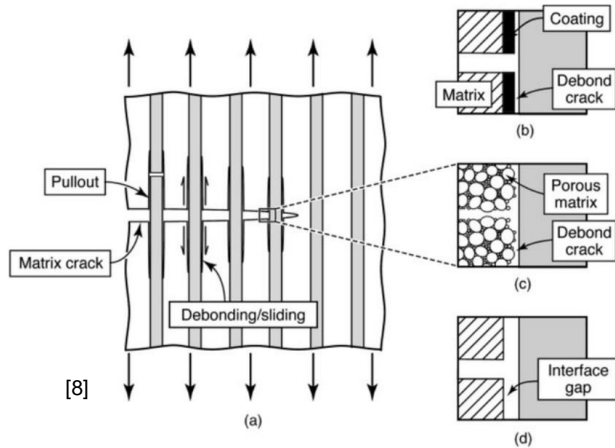


[6]

Les Composites à Matrice Céramique

Développement des CMCs

- Faible densité
 - Tenue en température des céramiques
- et
- Tolérance à l'endommagement des CMO



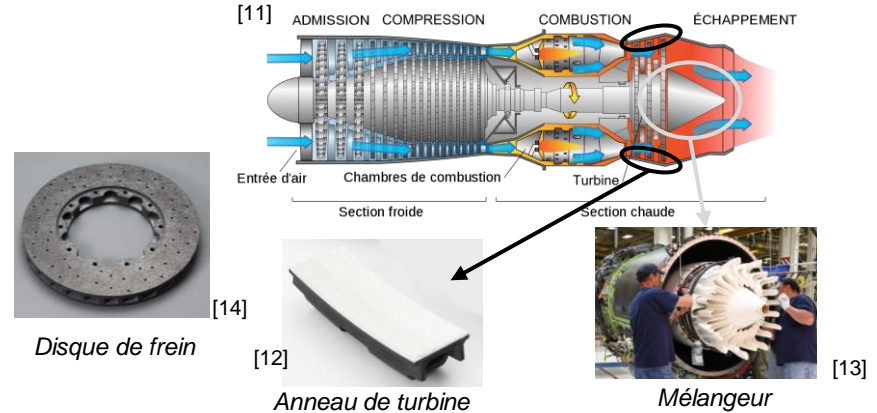
Les Composites à Matrice Céramique

Natures des CMCs

- Fibres C – Matrice C ou SiC ou UHTC
- Fibres SiC – Matrice SiC
- Fibres Oxyde – Matrice Oxyde

Application arrière-corps

- Durée de vie : quelques dizaines de milliers d'heures
- Température élevée (~800 °C)
- Atmosphère oxydante et humide



IXV



Concept Espadon

Microstructure d'un composite Oxyde/Oxyde

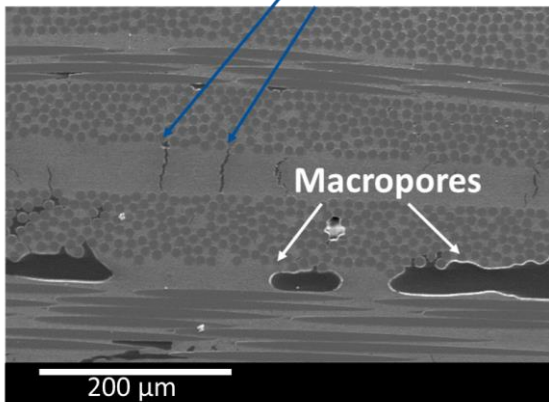
Composite ONERA

- 12 plis empilés (~2,3 mm)
- Fibres : 50 % en volume
- Porosité : 25 % en volume (32% vol. dans la matrice)

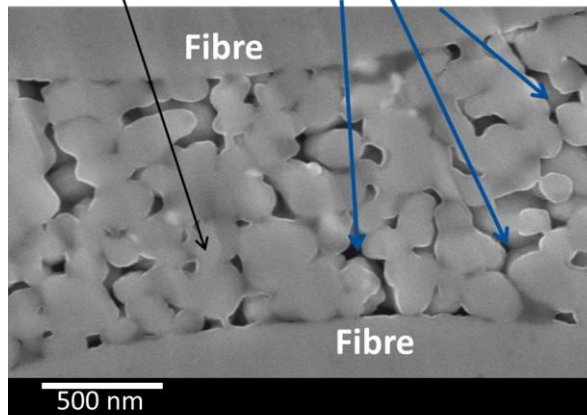
Porosité dans le matériau

- Nanoporosité favorise l'endommagement diffus
- Fissures de retrait
- Défaut localisés entre les plis : macropores et délaminages

Fissurations dues au retrait de frittage



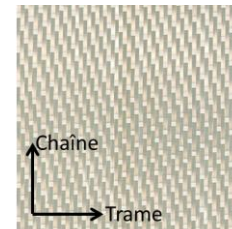
Alumine Nanoporosité



Procédé d'élaboration

Matières premières

- Matrice : Poudre d'alumine ($d_{50} \sim 200$ nm)
- Fibres : Nextel™ 610 → Tissus 2D de fibres d'alumine



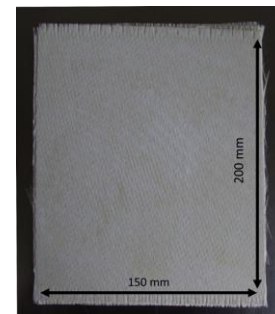
Imprégnation
de la préforme

Découpe des plis

Humidification et
empilement

Séchage sous
bâche plastique

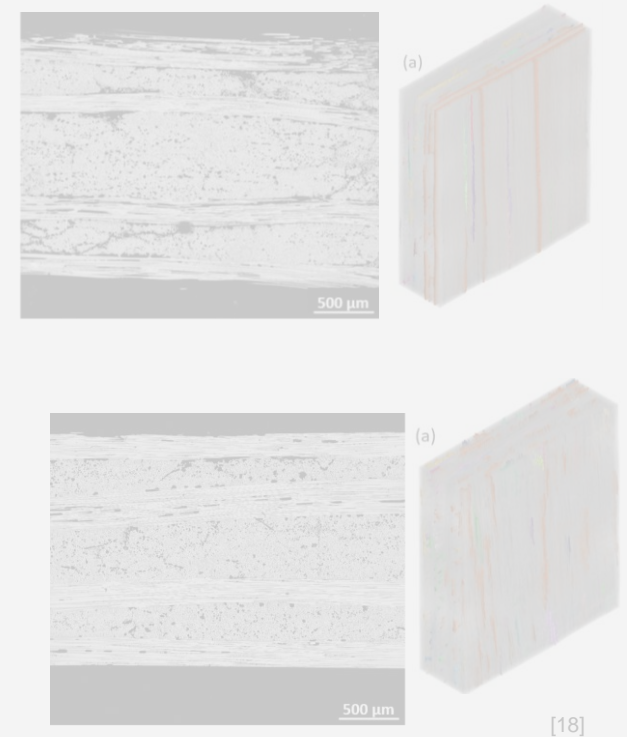
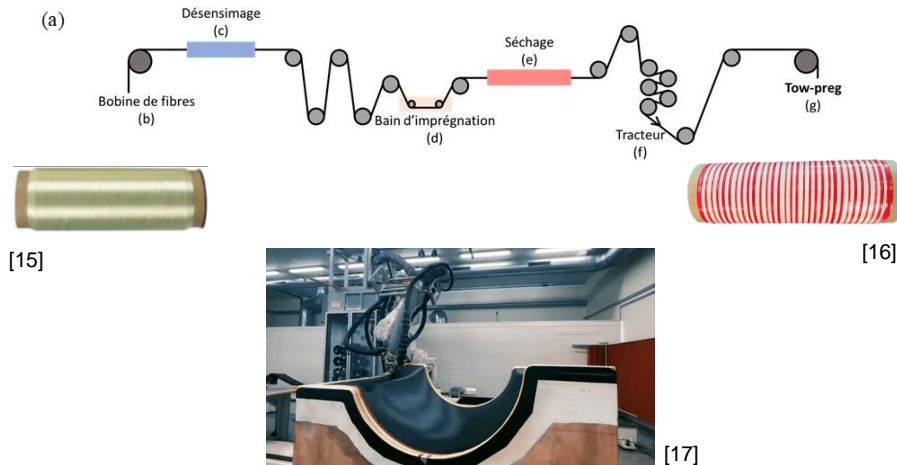
Frittage partiel à
1200 °C



Nouveaux développements & santé matière

Procédé « tow-preg »

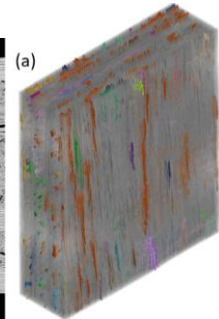
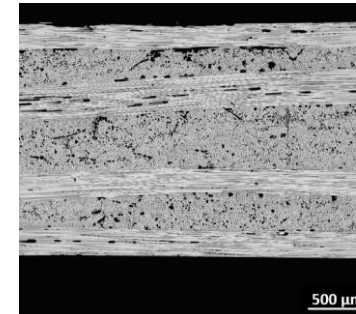
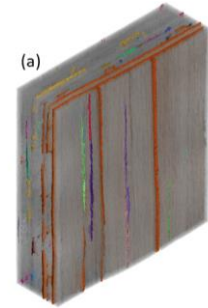
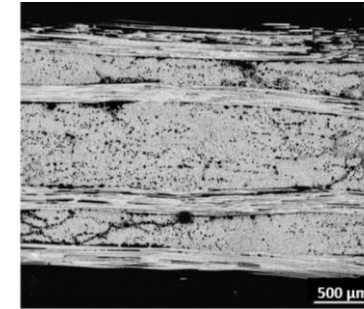
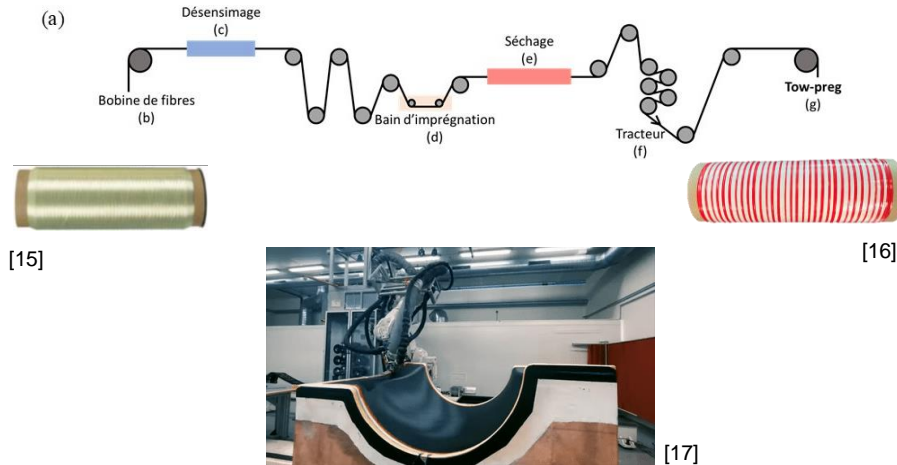
- Thèse Z. Borius (2021-2024)
- Imprégnation de mèches en continu
 - Travail sur la composition de la suspension
 - Effet sur la microstructure des matériaux
- Perspectives : dépôt automatisé des mèches



Nouveaux développements & santé matière

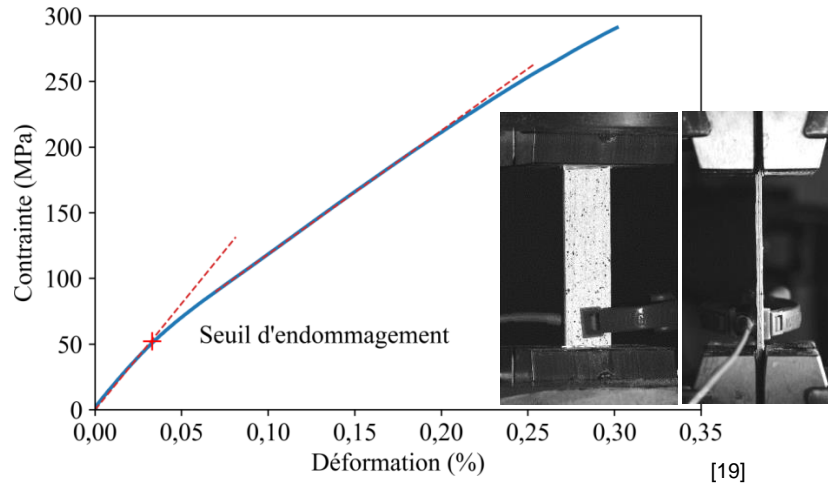
Procédé « tow-preg »

- Thèse Z. Borius (2021-2024)
- Imprégnation de mèches en continu
 - Travail sur la composition de la suspension
 - Effet sur la microstructure des matériaux
- Perspectives : dépôt automatisé des mèches



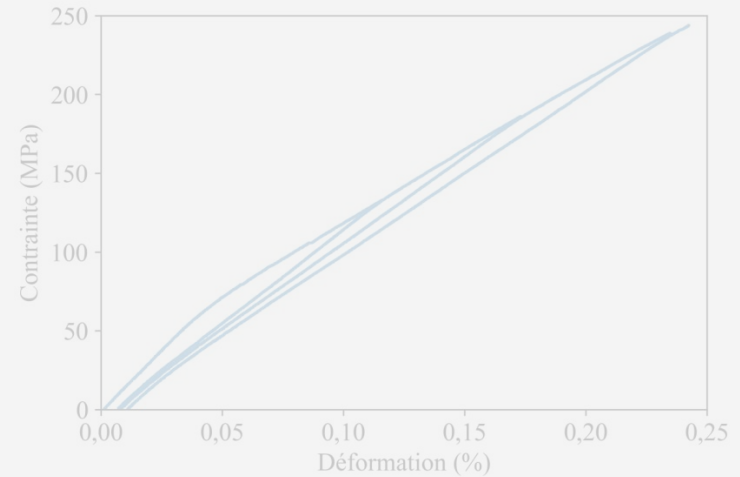
[18]

Comportement mécanique à température ambiante



Chargement incrémental

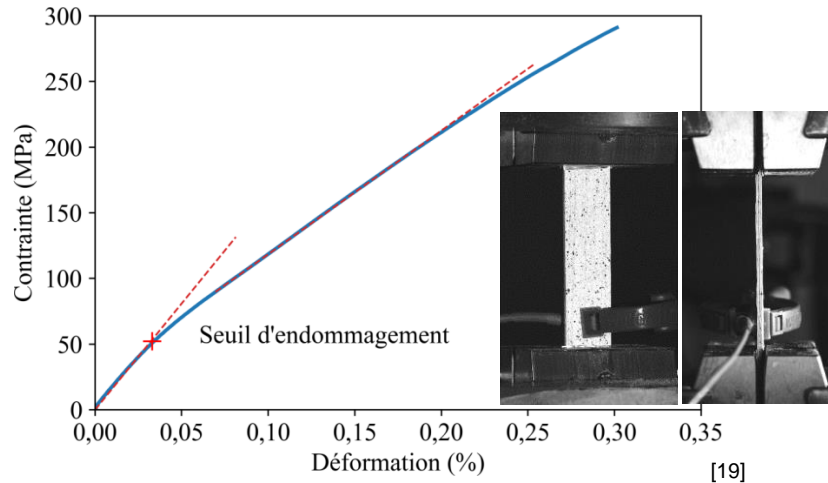
- Faible déformation permanente liée à l'endommagement dans le matériau
- Endommagement continu après le seuil



Chargement monotone

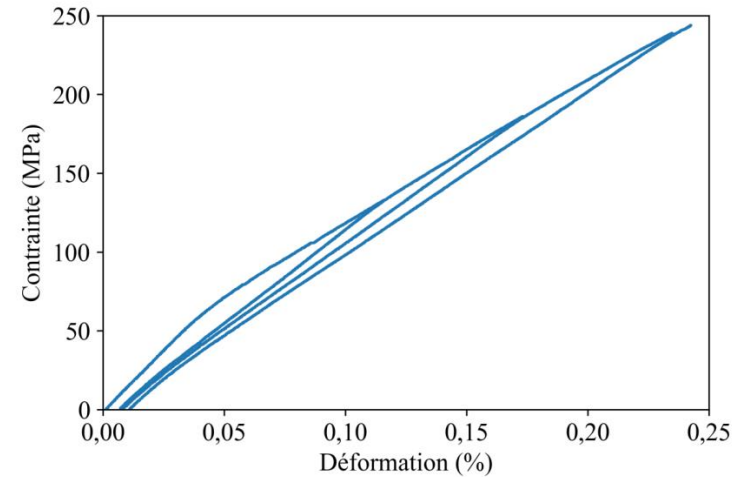
- Première partie linéaire jusqu'à 50 MPa
→ Rupture de pente associée à une multi-fissuration de la matrice
- Comportement quasi-linéaire au delà

Comportement mécanique à température ambiante



Chargement incrémental

- Faible déformation permanente liée à l'endommagement dans le matériau
- Endommagement continu après le seuil



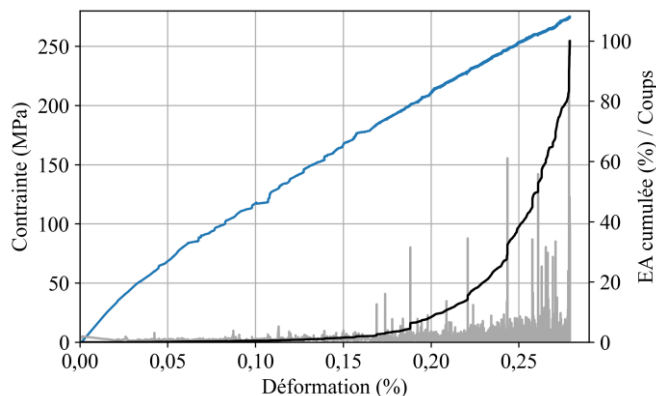
Chargement monotone

- Première partie linéaire jusqu'à 50 MPa
→ Rupture de pente associée à une multi-fissuration de la matrice
- Comportement quasi-linéaire au delà

Endommagement des oxyde/oxyde

Suivi par émission acoustique

- Croissance lente de l'énergie après le seuil : fissuration de la matrice
- Croissance rapide de l'énergie en fin d'essai : délaminages et ruptures de fibres



Observation de l'endommagement

- Fissuration de la matrice en cours d'essai
- Amorçage et propagation des fissures favorisés par les macropores
- Rupture : extractions de fibres et décohésions fibres/matrice



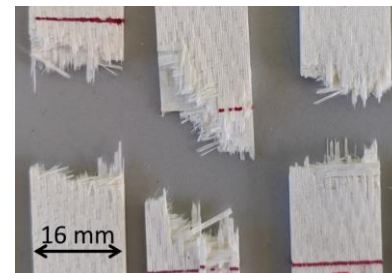
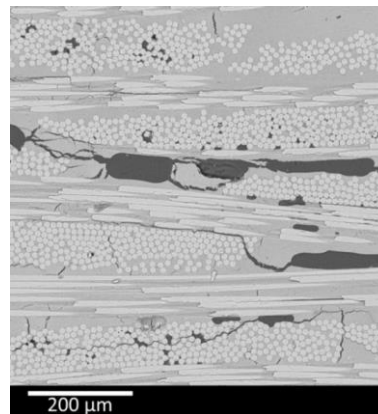
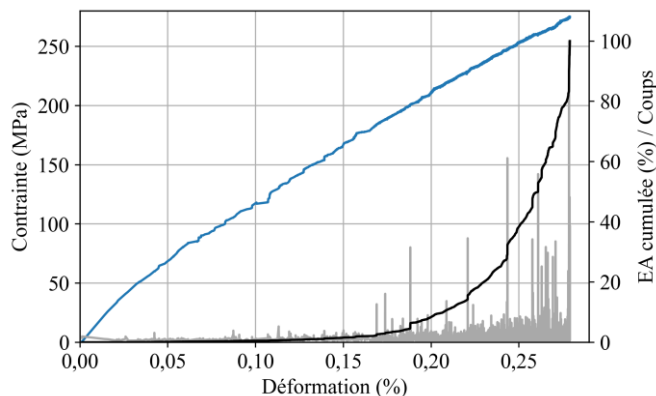
Endommagement des oxyde/oxyde

Suivi par émission acoustique

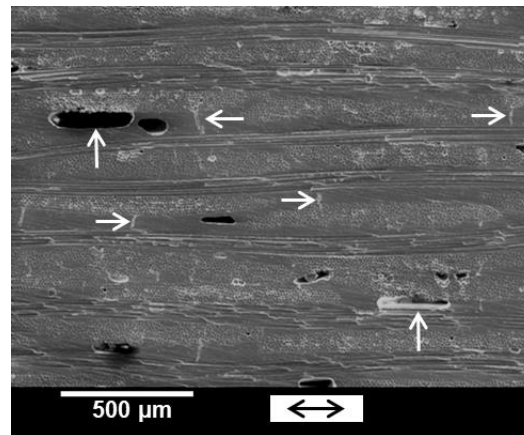
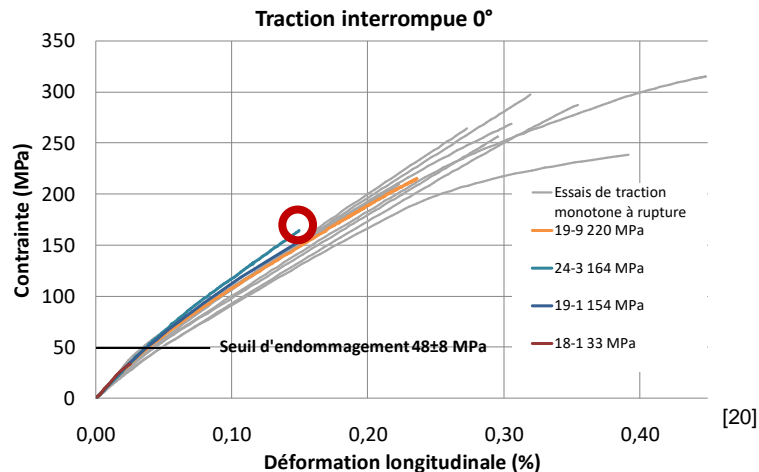
- Croissance lente de l'énergie après le seuil : fissuration de la matrice
- Croissance rapide de l'énergie en fin d'essai : délaminages et ruptures de fibres

Observation de l'endommagement

- Fissuration de la matrice en cours d'essai
- Amorçage et propagation des fissures favorisés par les macropores
- Rupture : extractions de fibres et décohésions fibres/matrice



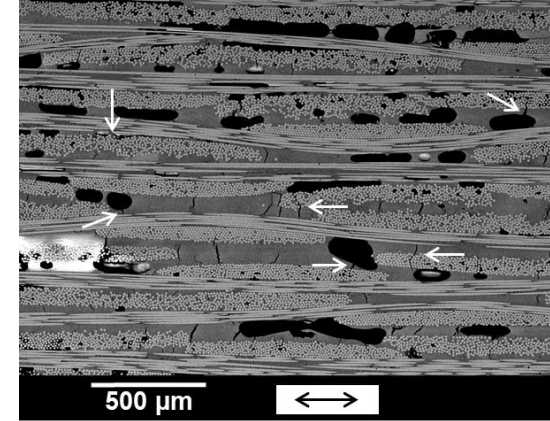
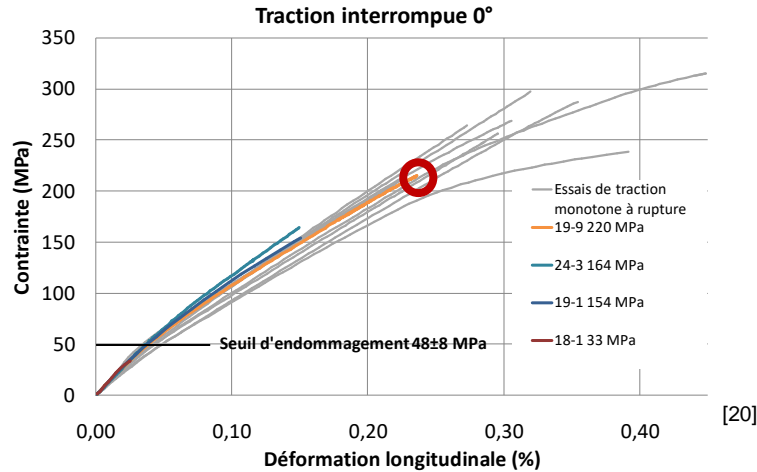
Observation de l'endommagement lors d'essais interrompus



Mécanismes d'endommagement

- **Fissuration matricielle**, perpendiculaires à la direction de sollicitation

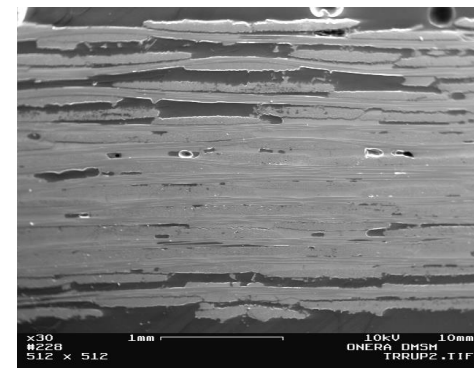
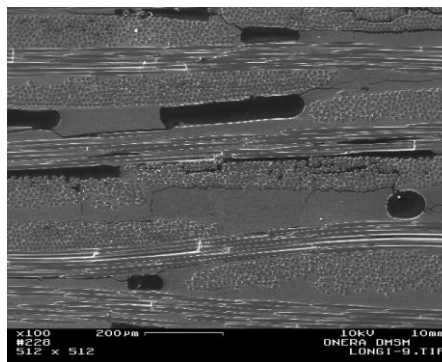
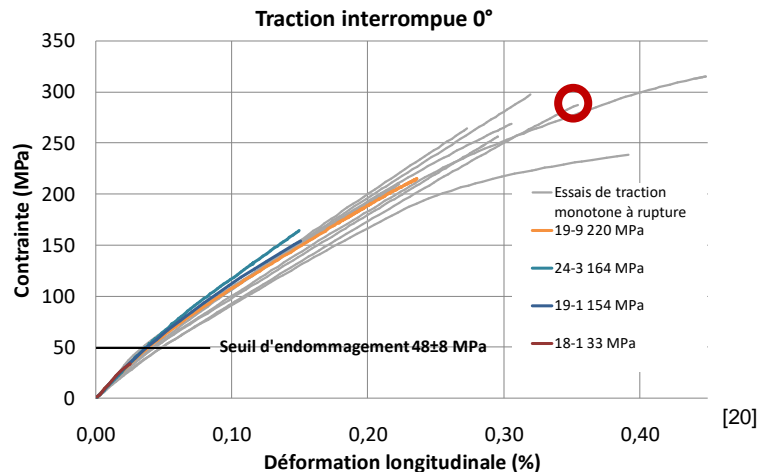
Observation de l'endommagement lors d'essais interrompus



Mécanismes d'endommagement

- Propagation de fissures, à partir des macropores notamment
- **Déviations aux interfaces fibres/matrice**

Observation de l'endommagement lors d'essais interrompus



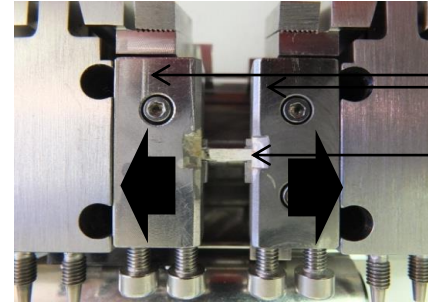
Mécanismes d'endommagement

- Fissures matricielles perpendiculaires à la direction de sollicitation,
- Fissures amorcées au niveau des macropores,
- Fissures déviées au contact des fibres.
- **Délaminages**

Intérêt des essais micromécaniques sous MEB

Platine d'essais

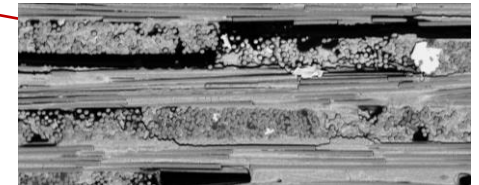
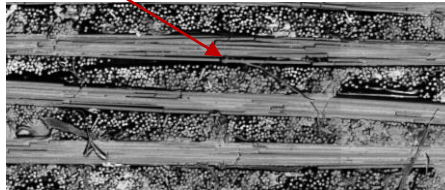
- Imagerie de l'éprouvette sous chargement
 - Vérification des hypothèses
 - Chronologie des événements
- Limite : VER non représenté



Mors adaptés au matériau

Éprouvette

Zone utile : 10 mm x 3 mm x
épaisseur < **VER géométrique**

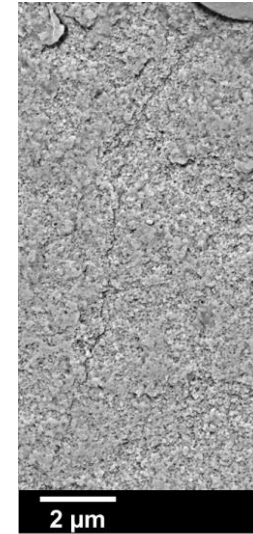
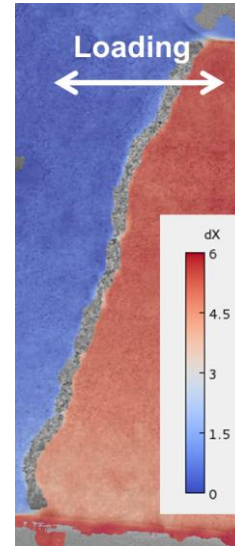
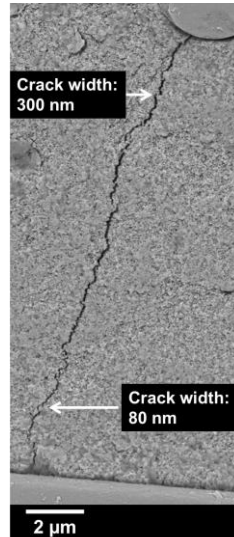
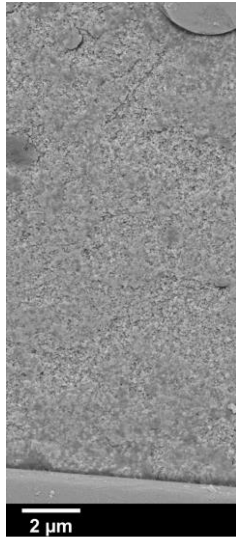


→ Film

Observation des fissures matricielles

Refermeture de fissures

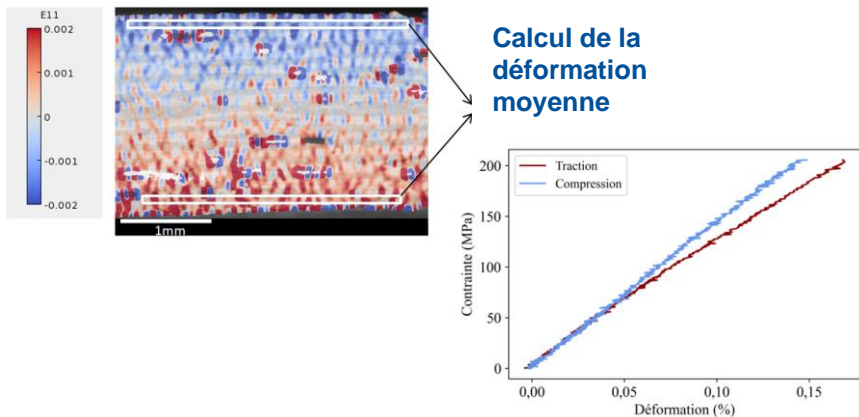
- Fissuration en traction ~ 200 MPa \rightarrow Détection de petites fissures
- Mise en évidence de la fissure par corrélation d'image
- **Fermeture de la fissure** après décharge



Couplage observation optique et MEB

Mesure de la déformation

- Calcul des champs de déformation par corrélation d'images
- Moyenne des champs sur les plis extrémaux

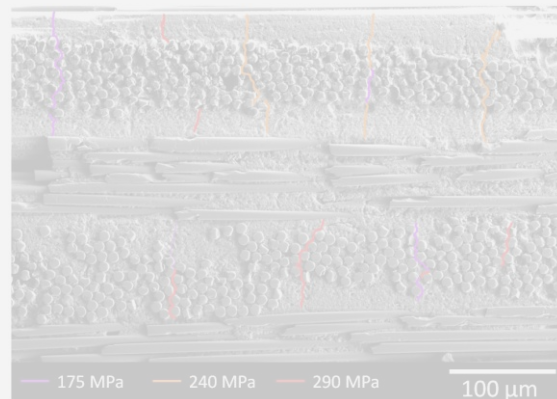


Comportement de plis extrémaux

- Comportement linéaire élastique en compression
- Comportement élastique endommageable en traction

Résumé de l'essai sous MEB

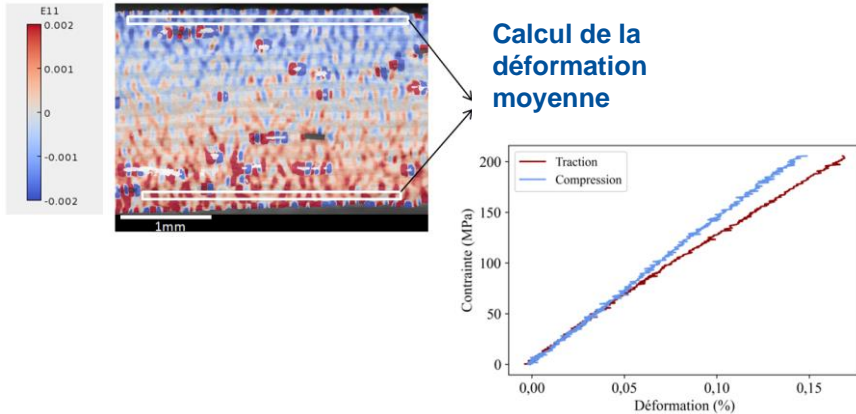
- Observation de fissures autour des fibres
- Développement d'un réseau périodique de fissures
- Pas d'endommagement en compression



Couplage observation optique et MEB

Mesure de la déformation

- Calcul des champs de déformation par corrélation d'images
- Moyenne des champs sur les plis extrémaux

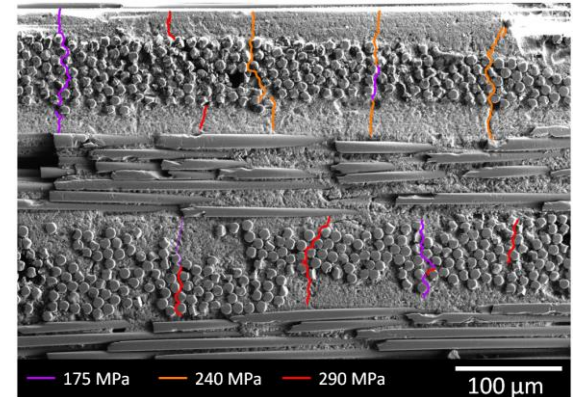


Comportement de plis extrémaux

- Comportement linéaire élastique en compression
- Comportement élastique endommageable en traction

Résumé de l'essai sous MEB

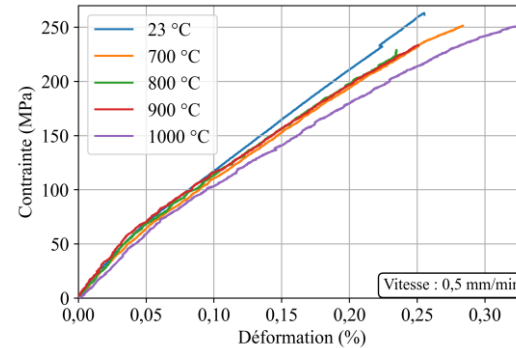
- Observation de fissures autour des fibres
- Développement d'un réseau périodique de fissures
- Pas d'endommagement en compression



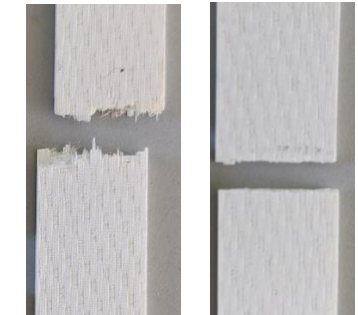
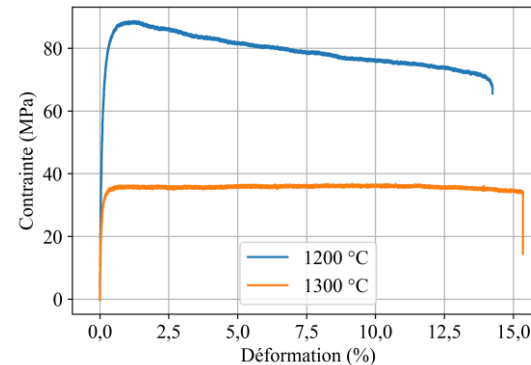
Effet de la température sur le comportement

Essais de traction en température

- Essais entre 23 et 1300 °C
- **Faible effet de la température jusqu'à 1000 °C**
- Comportement **superplastique** au delà de 1200 °C
 - Faible niveau de contrainte
 - Déformation à rupture très élevée
 - Modification du faciès de rupture

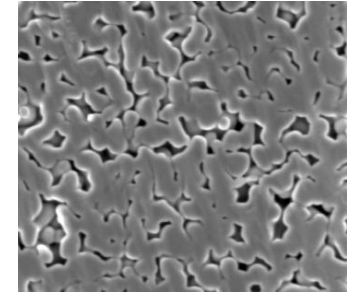
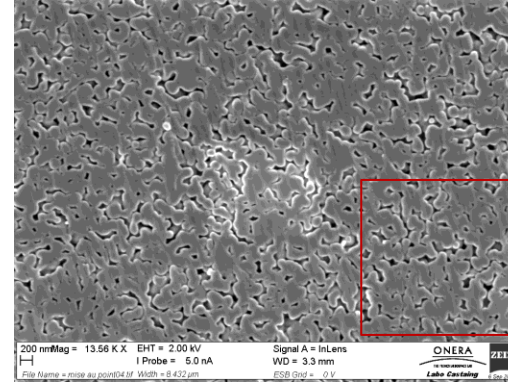
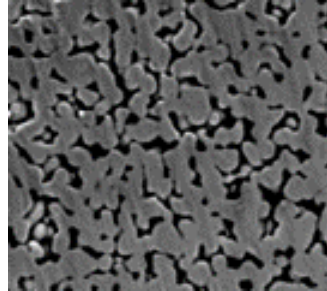
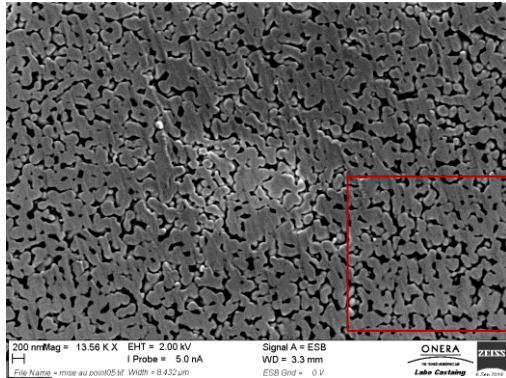


[21]



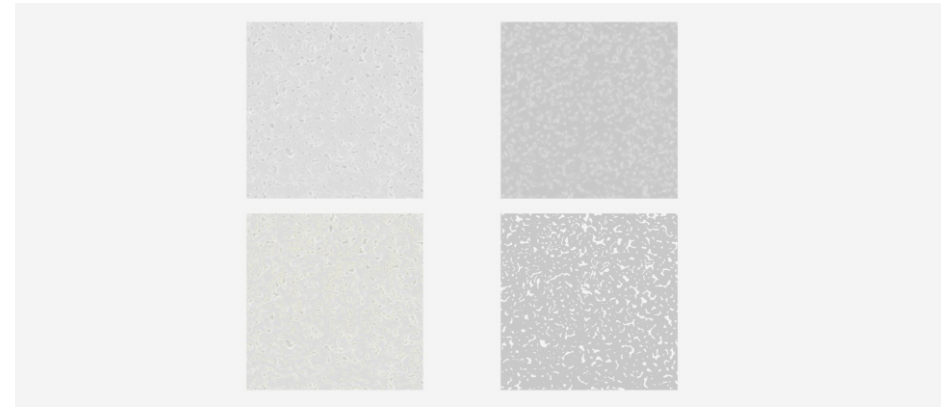
Faciès à 1200 et 1300 °C

Caractérisation de la porosité matricielle

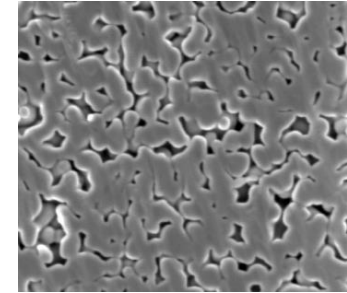
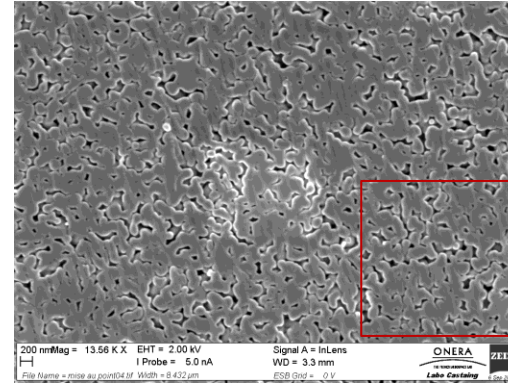
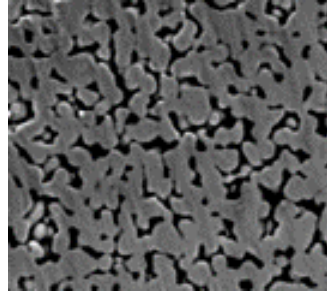
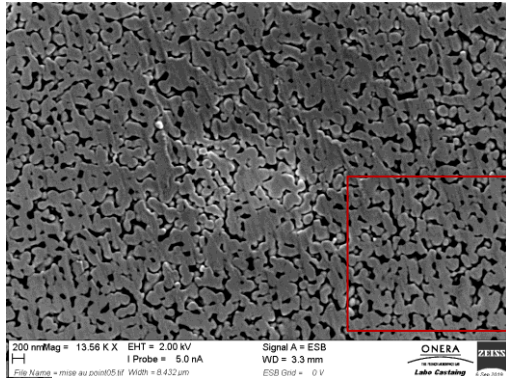


Préparation et observation

- Polissage mécanique suivi d'un polissage ionique
- Imagerie basse tension
- Différents détecteurs:
 - BSE : segmentation facile mais porosité artificielle
 - InLens : plus riche mais semble plus juste
- **Traitement d'image** pour segmenter

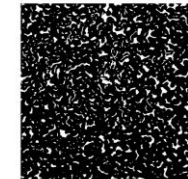
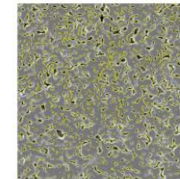
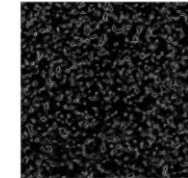
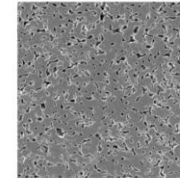


Caractérisation de la porosité matricielle



Préparation et observation

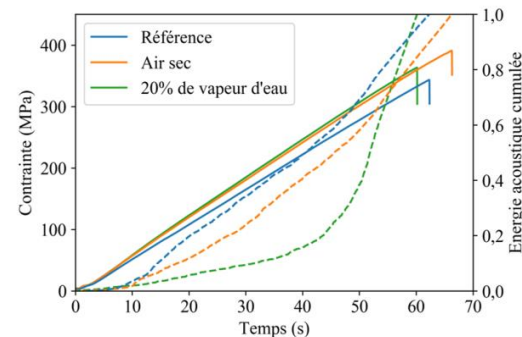
- Polissage mécanique suivi d'un polissage ionique
- Imagerie basse tension
- Différents détecteurs:
 - BSE : segmentation facile mais porosité artificielle
 - InLens : plus riche mais semble plus juste
- **Traitement d'image** pour segmenter



Effet du vieillissement sur le comportement

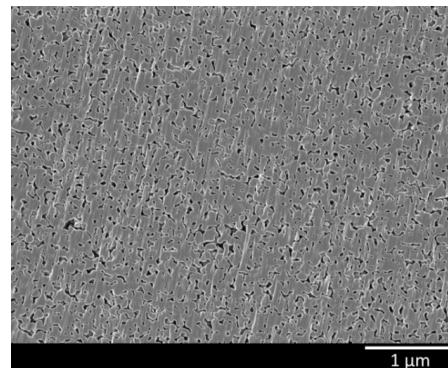
Viellissement d'éprouvette

- Eprouvettes vieilles 72h à 1000 °C
- Essais de flexion 4 points
- Variation de la rigidité et la contrainte à rupture dans la dispersion des essais sur éprouvettes vierges
- Changement dans l'évolution de l'**énergie acoustique** sur les éprouvettes traitées sous vapeur d'eau

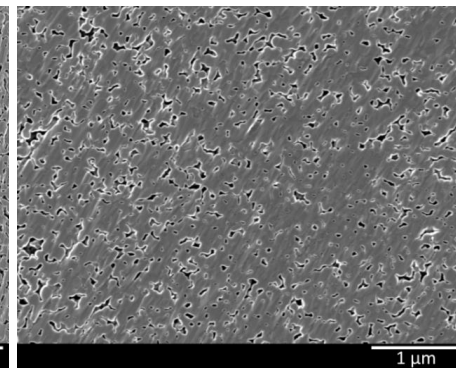


Observation du vieillissement

- 20% de porosité surfacique mesurée sur l'éprouvette vierge
- 15% sur l'éprouvette vieillie 500h à 900 °C



Eprouvette vierge



Eprouvette traitée 500h à 900 ° C

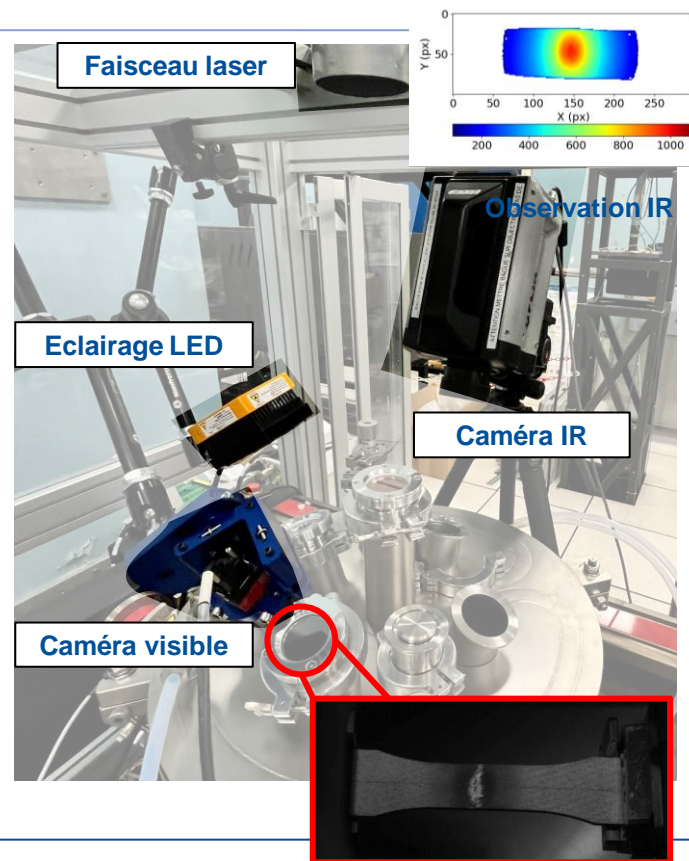
Conclusions

Matériau composite

- Matériau hétérogène formé d'au moins deux constituants qui occupent des phases différentes
- Propriétés du composite supérieures à celles des constituants
- Intérêt des CMC pour alléger les structures et augmenter les température de fonctionnement

Composites Oxyde/Oxyde

- **Application thermostructurale** envisagée à 700-800 °C
- Observation de l'évolution de la matrice (endommagement, frittage) pour **comprendre le comportement**
- Caractérisation en conditions de plus en plus **représentatives**



Références

- [1] https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Concrete_aggregate_grinding.JPG
- [2] <https://maconnerie.bilp.fr/guide-general/part-1-generalites/materiel-materiaux/beton/normes-calcul-ba>
- [3] <https://hiseiki.fr/secteurs/composites/>
- [4] <https://www.centexbel.be/fr/essais/materiaux-composites>
- [5] C. Fendzy. Contrôle Santé des Structures Composites : Application à la Surveillance des Nacelles Aéronautiques. Thèse, l'ENSAM.
- [6] H. Canot, Méthodes d'homogénéisation et simulations numériques appliquées à la réponse électromagnétique des matériaux multi-échelles complexes. Thèse, Université de Bretagne Sud.
- [7] <http://www.c3technologies.fr/portfolio/aile-davion-en-carbone-carbon-airplane-wing/>
- [8] F. W. Zok, « Developments in Oxide Fiber Composites », J. Am. Ceram. Soc., vol. 89, no 11, p. 3309-3324, nov. 2006, doi: 10.1111/j.1551-2916.2006.01342.x.
- [9] L. Wang et al., « Pressure-less joining of SiCf/SiC composites by Y₂O₃-Al₂O₃-SiO₂ glass: Microstructure and properties », Ceram. Int., vol. 46, no 17, p. 27046-27056, déc. 2020, doi: 10.1016/j.ceramint.2020.07.181.
- [10] E. Racle. Comportement d'un composite à matrice céramique en fatigue et mise en place d'indicateurs d'endommagement par émission acoustique. Thèse, INSA de Lyon.
- [11] https://sites.ac-nancy-metz.fr/ciras/cahierdubia/GTR/groupe_turbo_reacteur.html
- [12] <https://phys.org/news/2017-01-ceramic-matrix-composites-flight-jet.html>
- [13] Gonczy ST. Federal Aviation Administration (FAA) airworthiness certification for ceramic matrix composite components in civil aircraft systems. MATEC Web Conf 2015;29:00002. <https://doi.org/10.1051/mateconf/20152900002>.
- [14] <https://www.m-chemical.co.jp/carbon-fiber/en/product/cc/>
- [15] https://www.3mfrance.fr/3M/fr_FR/p/d/b40066332/
- [16] <https://multimedia.3m.com/mws/media/1831716O/3m-nextel-610-towpreg-presentation.pdf>

Références

[17] https://www.youtube.com/watch?v=eg31Fwpf_L8

[18] Z. Borius. Développement et caractérisation de CMC oxyde/oxyde élaborés par imprégnation de mèches en continu. Thèse, Institut Clément Ader, 2024.

[19] A. Débarre. Comportement mécanique à haute température d'un composite alumine/alumine. Thèse, Mines ParisTech, 2021.

[20] C. Ben Ramdane. Etude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde. Thèse, Université de Bordeaux, 2014.

[21] A. Débarre, A. Julian-Jankowiak, M. Parlier, Y. Renollet, G. Pujol, et M. Boussuge, « Effect of temperature on the mechanical behaviour of an oxide/oxide composite », J. Eur. Ceram. Soc., vol. 42, no 15, p. 7149-7156, déc. 2022, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2022.08.002.