

Développement et caractérisation d'un composite céramique à fibres discontinues

Development and characterization of short fiber CMC

Mirna Bechelany¹, Manon Fernandez¹, Sébastien Denneulin¹ et Eric Bouillon¹

¹ : Safran Ceramics

105 Avenue Marcel Dassault, 33700 Mérignac

e-mail : mirna.bechelany@safrangroup.com, manon.fernandez@safrangroup.com, sebastien.denneulin@safrangroup.com, eric.bouillon@safrangroup.com

Résumé

Le besoin d'alléger les avions induit un recours accru aux matériaux composites à matrice céramique (CMC), qui remplissent leur promesse grâce à une bonne tenue mécanique en température et une faible masse volumique. Pour étendre les applications potentielles de ces matériaux, en particulier pour les pièces de petites tailles et de géométries complexes, une nouvelle approche a été explorée, basée sur l'association d'un nouveau concept de matériau CMC à base d'une matrice intermétallique et de fibres discontinues de SiC (CMC-FD) et le frittage flash. La composition de la matrice et les paramètres du procédé de fabrication ont été optimisés et une interphase sur les fibres discontinues par CVD à lit fluidisé a été déposée. Un CMC non fragile a été développé ($\sigma = 340$ MPa, $E = 267$ GPa et $K_{1C} \sim 6$ MPa.m^{1/2}) et testé au banc à flamme pour évaluer son comportement thermomécanique.

Abstract

The need to reduce aircraft weight means greater use of ceramic composite materials, which combine high strength at high temperature with low weight. To extend potential applications of CMCs, especially for small and complex components, a new approach is being explored, based on the association of an intermetallic matrix and silicon carbide short fiber (SF) CMC design and Spark Plasma Sintering. The matrix composition and the manufacturing process parameters have been optimized and an interphase was deposited successfully onto individual SF by fluidized bed CVD process. A non-brittle SF-CMC material with high fracture strength (340 MPa), high toughness (~ 6 MPa.m^{1/2}) and high modulus (267 GPa) has been developed and burner-rig tested.

Mots Clés : Composite à matrice céramique, Fibres discontinues, Matrice intermétallique, Frittage flash.

Keywords : Ceramic matrix composites, Short fibers, Intermetallic matrix, Spark Plasma Sintering,

1. Introduction

La forte nécessité de décarbonation de transport aérien, associant d'une part la diminution drastique des émissions polluantes et d'autre part, une forte diminution de la consommation spécifique des Aéronefs militent pour le développement des technologies CMC. Safran Ceramics met en œuvre plusieurs familles de matériaux, notamment à matrice carbure de silicium pour les pièces internes de moteurs, et à base d'oxydes pour les arrière-corps des turboréacteurs. Le grand intérêt des CMC, est qu'ils permettent de réduire la consommation spécifique des turbomachines. Ceci est en lien avec leurs températures de fonctionnement bien plus élevées que les alliages actuels, entraînant une réduction drastique de refroidissement et leur faible densité se traduisant par bénéfice de gain de masse [1].

Afin de pouvoir accroître les pièces éligibles aux technologies composites haute température et augmenter la complexité de forme des pièces adressables tout en maîtrisant les coûts de fabrication et rationalisant les matières premières, une nouvelle solution matériau et procédé a été étudiée basée sur l'optimisation d'une matrice base intermétallique renforcée par des fibres discontinues de SiC et une mise en œuvre par frittage flash. Le développement d'une technologie CMC-FD est issu du constat suivant : les CMC à fibres longues et donc à renforcement tissé (2D, 3D) présentent des

caractéristiques structurales d'un très bon niveau, d'une part car ils sont associés à des forts taux de fibres et d'autre part car il n'y pas de limitations de longueur minimum de transfert de charge, puisque la fibre est de longueur « infinie » à l'échelle de la pièce. Cependant, pour des pièces, soumises à des sollicitations thermostructurales moindre, il y a un intérêt à proposer des technologies CMC à moindre coût.

Les propriétés mécaniques attendues des CMC-FD sont nécessairement inférieures à celles des CMC à fils continus (CMC-FC), du fait de la discontinuité du renfort. Cependant, ces matériaux ont l'avantage de pouvoir être mis en forme par des procédés de métallurgie des poudres, moins coûteux et plus versatiles que les procédés d'élaboration actuels des CMC-FC [2]. L'un des principaux enjeux d'un CMC-FD résident donc dans la conception d'un matériau à caractère non fragile, endommageable, comparativement à une céramique monolithique.

A noter qu'il existe peu d'études dans l'état de l'art sur l'optimisation du comportement de ces matériaux.

Les travaux présentés ici concernent le développement et la caractérisation des propriétés mécaniques d'un composite de fibres discontinues de SiC et à matrice intermétallique mise en œuvre par frittage flash. Il s'agit notamment d'évaluer l'influence du choix matériau (la composition de la matrice), de la présence d'une interphase à l'interface fibre/matrice, du taux volumique de fibres et des paramètres d'élaboration sur les propriétés thermomécaniques du matériau.

2. Elaboration du matériau

Le disiliciure MoSi_2 est aujourd'hui considéré comme potentiel constituant matriciel, car il est en équilibre thermodynamique avec le carbure de silicium [3] et possède une bonne résistance au fluage, et aux chocs thermiques. Néanmoins, son caractère fragile à basse température, le phénomène de « peste » qui conduit à son oxydation et sa désintégration en poudre entre 400 et 600°C et son coefficient de dilatation thermique très élevé par rapport à celui du SiC empêchent son utilisation en tant que matrice monophasée d'un CMC-FD. Pour s'affranchir de ses problèmes, le MoSi_2 a été allié, entre autres avec le nitrure de silicium, et une formulation de matrice compatible sur le plan physico-chimique (thermodynamique et thermomécanique) avec le renfort de carbure de silicium a été définie [3].

L'une des conditions nécessaires à l'obtention d'un CMC à comportement élastique endommageable réside dans l'optimisation du système interfacial fibre/matrice. Une méthode de dépôt d'une interphase autour des fibres discontinues a été ainsi développée en combinant la CVD et une technique largement utilisée pour le traitement de particules solides : la fluidisation gazeuse [4,5].

Pour déterminer le taux de fibres à utiliser dans le composite, différentes éprouvettes CMC-FD avec différents taux de fibres ont été élaborées et sollicitées thermomécaniquement par une flamme générant un gradient thermique tridimensionnel (essai banc à flamme). Comme le montre la Fig. 1, un taux de fibres de 25% vol. est nécessaire pour défragiliser la matrice et entraver la rupture fragile du matériau. Le CMC-FD ainsi obtenu par frittage SPS présente une microstructure homogène (Fig.2a) avec une bonne dispersion des fibres au sein de la matrice et une densité relative de 99 %.

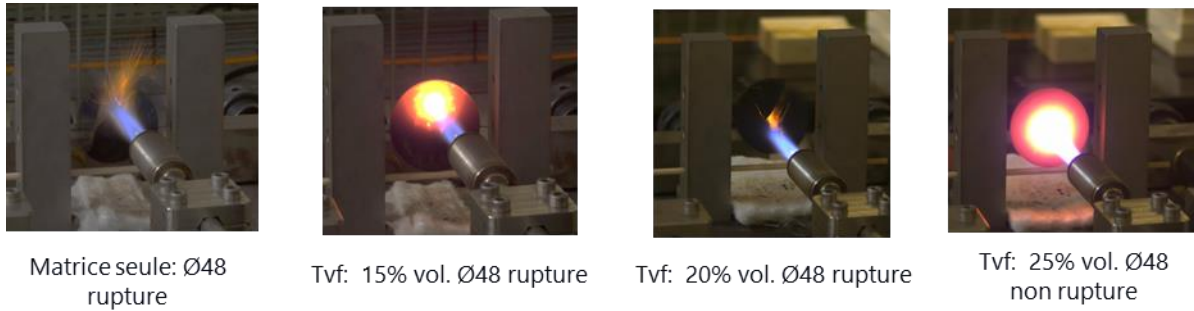


Fig. 1. Essai « banc à flamme » sur des éprouvettes en CMC-FD avec différents taux de fibres.

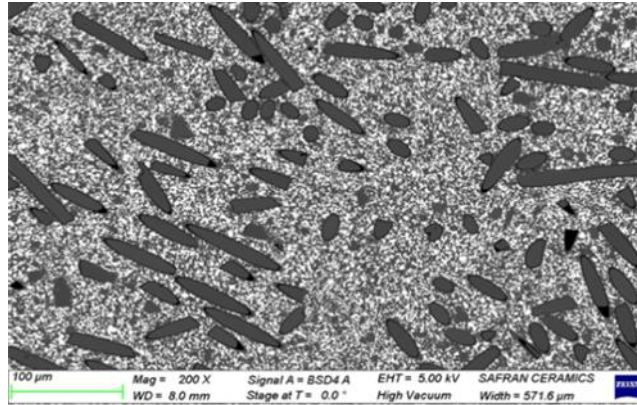


Fig. 2. Micrographie d'un CMC-FD fritté par SPS et un ayant un taux de fibres de 25 % vol.

3. Caractérisation du matériau CMC-FD

Pour étudier le comportement du matériau élaboré, des essais de flexion et de flexion entaillée avec suivi de propagation de fissure ont été effectués à température ambiante. Ces essais ont pour but de mesurer les propriétés élastiques du CMC-FD et de déterminer son comportement mécanique en fonction de sa microstructure, en analysant spécifiquement son caractère endommageable. Des courbes de contrainte-déformation de ces essais de flexion, exploitées via CIN, sont représentées sur la Fig. 3. Contrairement à une matrice base MoSi₂, on observe des déformations à rupture relativement élevées, de l'ordre de 0,15% pour le composite CMC-FD.

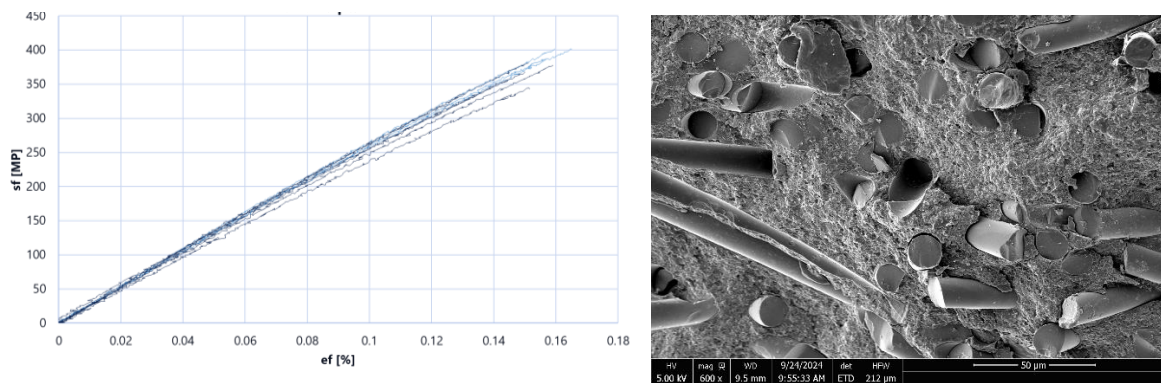


Fig. 3. Courbes contrainte-déformation et faciès de rupture d'un composite CMC-FD avec 25% vol. de fibres

Les faciès de rupture sont accidentés et les fibres sur le chemin de fissuration sont bien décochées de la matrice grâce à des propriétés interfaciales adéquates. La contrainte à rupture qui est directement liée au taux de densification du matériau se situe autour de 340 MPa et le module élastique mesuré est de 267 GPa (Tab. 1).

	Module (GPa)	Contrainte à rupture (MPa)
Moyenne	267	340
Ecart-type	12,91	24
Coefficient de variation	4,8%	7,26%

Tab. 1. Tableau de synthèse des principales propriétés mécaniques du CMC-FD à température ambiante.

Pour déterminer la ténacité du matériau, la flexion entaillée, ou SENB (Single Edge Notched Beam), qui consiste à réaliser une entaille d'une longueur donnée dans un échantillon afin d'initier une fissure au niveau de cette entaille et en déduire la ténacité, a été employée. Les valeurs mesurées sur une matrice MoSi₂ fritté par SPS est de l'ordre de 2,84 MPa.m^{1/2}. Avec l'ajout de 25% vol. de fibres revêtues, on note une nette augmentation de la ténacité (6 MPa.m^{1/2}). L'accroissement de cette ténacité est probablement lié à la présence des fibres (décohésion fibre/matrice ou des mécanismes de pontage) et à l'interaction de la fissure avec les particules de la phase secondaire Si₃N₄ (déflexion).

Pour confirmer le niveau de contrainte à rupture sous conditions thermiques sévères et statuer sur la défragilisation du matériau, des essais au banc à flamme ont été réalisés. La chaîne de calcul a permis de projeter les champs thermiques mesurés au moment de la fissuration de l'éprouvette et de réaliser un calcul éléments finis thermomécanique afin de déterminer la contrainte à rupture. Une valeur de 370MPa (Fig. 4.) a été calculée dans la zone de fissuration cohérente des valeurs à rupture mesurées en flexion 3 et 4 points. De plus, la propagation lente des fissures post-essai met en évidence une défragilisation du matériau.

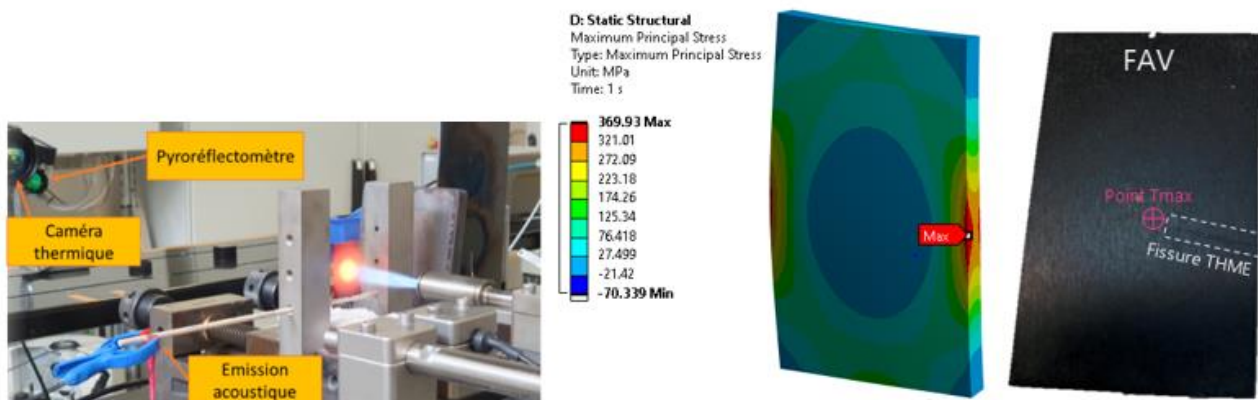


Fig. 4. Évolution des champs de contrainte calculés au cours de l'essai et analyse visuelle post-essai

4. Conclusions

Afin de tendre vers un caractère non fragile du CMC-FD, il apparaît donc nécessaire de revêtir les fibres discontinues de SiC par une interphase pour défragiliser le CMC-FD au travers de la décohésion fibre/matrice, et d'augmenter le taux volumique de fibres au sein de la matrice pour empêcher sa rupture fragile. Les futurs travaux concernent la mise au point des géométries complexes et de petites tailles à partir de ce matériau par frittage SPS.

Remerciements

Nous remercions Thomas Da Calva et Nathalie Bertrand (Laboratoire des Composites Thermostructuraux) pour leur apport sur le procédé CVD à lit fluidisé ainsi qu'Elena Daufresne, Yann Le Petitcorps (Laboratoire des Composites Thermostructuraux) et Olivier Dezellus (Laboratoire des multimatériaux et interfaces) pour les travaux réalisés en vue de la mise au point d'une matrice intermétallique. Nous tenons à remercier également Claude Estournès (Cirimat) et Foad Naimi (Sintermat), pour l'aide apportée afin d'optimiser le frittage SPS des CMC-FD.

Références

- [1] Bouillon, E. (2021),” Ceramic Matrix Composite behavior enhancement for Gas Turbines Hot Sections”, Conference of NATO Science & Technology Organization, AVT-356 Research Symposium on Physics of Failure for Military Platform Critical Subsystems, November 15 - 19 2021.
- [2] W. Krenkel, S. Flauder, G. Puchas, « Short Fiber Ceramic Matrix Composites (SF- CMCs)», Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses, 2021
- [3] A.K. Vasudévan, J.J. Petrovic, « A comparative overview of molybdenum disilicide composites», Materials Science and Engineering:A, Vol.155, pp. 1–17, 1992.
- [4] A. Mansouri, « Développement de la technologie CVD à lit fluidisé pour l'enrobage de poudres céramiques par du pyrocarbone », Ph.D. thesis, Laboratoire des Composites Thermostructuraux, 2021
- [5] T. Da Calva, « Dépôts de céramiques sur poudre et fibres courtes par CVD à lit fluidisé», Ph.D. thesis, Laboratoire des Composites Thermostructuraux, 2023