



HAL
open science

**Développement et optimisation des procédés CVI,
appliqués à la fabrication de nouveaux matériaux
composites thermostrostructuraux pour applications
aéronautiques, spatiales et industrielles = CVI process
development and optimization for new thermostrostructural
composites, for aeronautical, spatial and industrial
applications**

Sébastien Bertrand

► **To cite this version:**

Sébastien Bertrand. Développement et optimisation des procédés CVI, appliqués à la fabrication de nouveaux matériaux composites thermostrostructuraux pour applications aéronautiques, spatiales et industrielles = CVI process development and optimization for new thermostrostructural composites, for aeronautical, spatial and industrial applications. JNC 16, Jun 2009, Toulouse, France. 7 p. hal-00399844

HAL Id: hal-00399844

<https://hal.science/hal-00399844>

Submitted on 29 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.

Développement et optimisation des procédés CVI, appliqués à la fabrication de nouveaux matériaux composites thermostructuraux pour applications aéronautiques, spatiales et industrielles

CVI process development and optimization for new thermostructural composites, for aeronautical, spatial and industrial applications

Sébastien BERTRAND

Snecma Propulsion Solide, Groupe SAFRAN
Equipe OTMTG
Les Cinq Chemins – Le Haillan – BP 37
33 165 Saint Médard-en-Jalles
e-mail : sebastien.bertrand@snecma.fr

Résumé

Au sein du Département Développement Matériaux de Snecma Propulsion Solide (société de la Branche Propulsion Aéronautique et Spatiale du Groupe SAFRAN) l'équipe « Procédés Voie Gazeuse » (OTMTG) est en charge de différentes missions, dont la principale est le développement et/ou l'optimisation de nouveaux procédés de densification par voie gazeuse (CVI), appliqués aux matériaux composites thermostructuraux de type carbone/carbone (C/C) et céramique/céramique (CMC), en cohérence avec les besoins des Programmes et de la Production, avec respect des aspects Santé-Sécurité-Environnement.

Cette mission principale vise à (i) réduire la durée de densification (et donc la durée du cycle de fabrication des pièces), (ii) réduire le coût de production des dites pièces et puis (iii) fabriquer, avec ces nouveaux procédés CVI mis au point, les premières pièces prototypes à échelle 1, dans les différents domaines d'application suivants : (i) les carbone/carbone (C/C) pour application Propulsion (cols de tuyères ou grands divergents) ou application Freinage aéronautique et (ii) les composites à matrice céramique (CMC) pour application dans le domaine de l'aéronautique (civile ou militaire).

Cette communication donne quelques exemples de mise au point de nouveaux procédés, ayant conduit à la fabrication de pièces prototypes pour Démonstration et/ou Qualification [1-2].

Abstract

Inside of the Department of Material Development of Snecma Propulsion Solid (society of SAFRAN Group), the process team OTMTG develops and optimises new CVI densification process (Chemical Vapor Infiltration), to make thermostructural composite materials : carbon/carbon (C/C) and ceramic/ceramic (CMC). The principal objectives of the studies are : (i) decrease the CVI densification time, (ii) decrease the production cost and (iii) make the first pieces.

This paper gives some examples in process CVI development, to make different pieces for aeronautical, space and industrial applications.

Mots Clés : procédé CVI – C/C – CMC – densification

Keywords : CVI process – C/C – CMC – densification

1. Les avancées du procédé CVI dans le domaine du freinage aéronautique (C/C)

Les composites thermostructuraux de type C/C (carbone/carbone) sont incontournables pour l'application freinage aéronautique depuis plusieurs décennies, et c'est d'ailleurs le principal domaine d'emploi des C/C aujourd'hui.

Le premier appareil civil équipé fut le Concorde SST en 1974. Depuis 1978, les freins C/C ont été qualifiés sur avions militaires, entraînant l'ouverture des C/C au marché civil, avec bien entendu une baisse marquée des coûts de production, du fait de l'augmentation du tonnage.

La réalisation d'une pièce en composite C/C (et donc d'un disque de frein, Fig. 1) peut-être scindée en deux grandes étapes : confectionner la préforme ou texture (assemblage dans les trois dimensions du renfort fibreux) à partir de fibres, puis densifier cette préforme, c'est-à-dire combler les porosités inter-fibres par une matrice de carbone, par le procédé de CVI (Chemical Vapor Infiltration).



Fig. 1. Puit de chaleur type Airbus et disques de frein.

L'étape de densification, au cours de laquelle la matrice en pyrocarbone est déposée, est longue et donc coûteuse. Réduire sa durée, permet immédiatement de diminuer le coût de production d'un disque de frein. C'est pourquoi une forte activité Procédé est menée dans le domaine de la densification CVI du pyrocarbone, au sein du Groupe SAFRAN, afin de conserver le leadership de Messier-Bugatti sur le marché du freinage aéronautique pour les avions de plus de 100 places.

La densification CVI d'une texture carbone de disque de frein, au cours de laquelle la matrice pyrocarbone est déposée, est un procédé long (Fig. 2). Ainsi une cinétique de dépôt lente conduit à des durées de densification trop longue, et donc n'est pas rentable industriellement et économiquement. A l'inverse, une cinétique trop rapide, ne permet pas d'atteindre la spécification de densité requise (notamment à cœur de texture), du fait d'un phénomène de seal-coat prématuré des faces, empêchant une bonne densification à cœur de texture. Il convient donc de trouver les conditions optimales pour une cinétique rapide (mais pas trop, du fait de l'obligation de densifier à cœur de la texture), permettant une réduction significative de la durée d'infiltration CVI PyC.

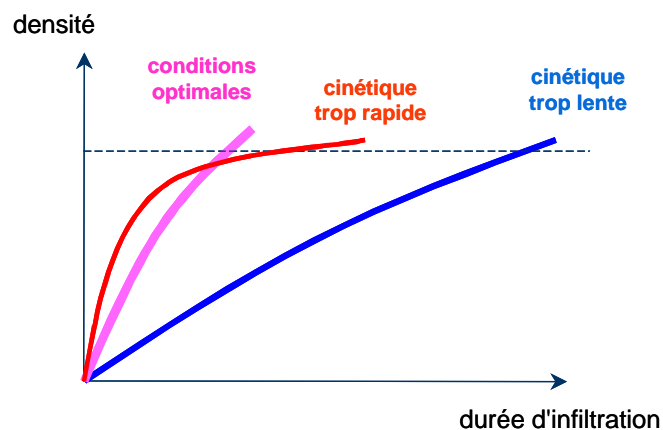


Fig. 2. Représentation schématique de diverses cinétiques de densification.

La recherche de conditions opératoires optimisées passe par l'ajustement, pendant l'avancée de la densification, des paramètres de la CVI PyC. En effet, au cours de la densification, la porosité des préformes fibreuses diminuent, les paramètres de CVI PyC en début de densification pouvant donc être différents de ceux appliqués en final. Un tel pilotage de la densification, appliqué à un chargement de disques de frein, permet des gains significatifs sur divers critères économiques et environnementaux :

- une réduction de l'ordre de 50% de la durée du cycle de densification CVI PyC (Fig. 3),
- cette réduction de la durée de densification a pour conséquence, au niveau du coût global de production de la pièce, un gain de 35%,

- enfin, le fait de diminuer la durée de densification CVI PyC a un impact direct sur la quantité d'effluents émis par le procédé, avec une réduction de l'ordre de 45% (Fig. 4).

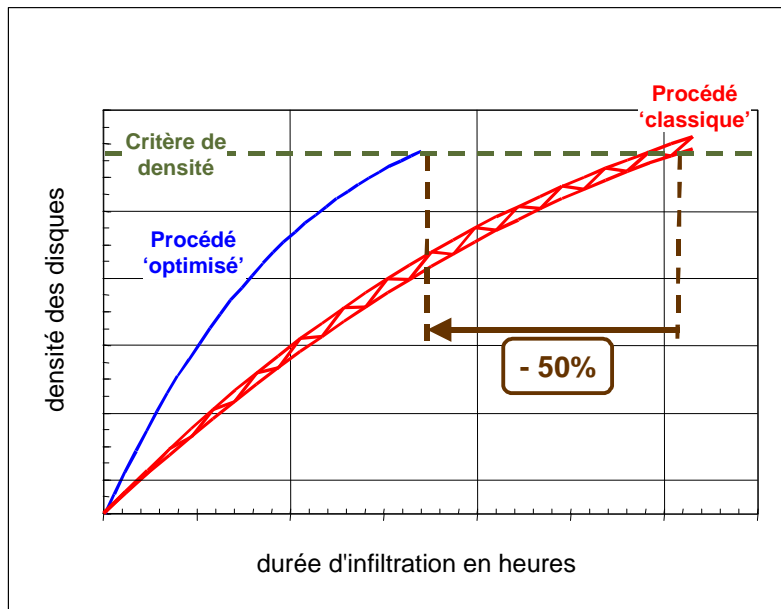


Fig. 3. Cinétique de densification.

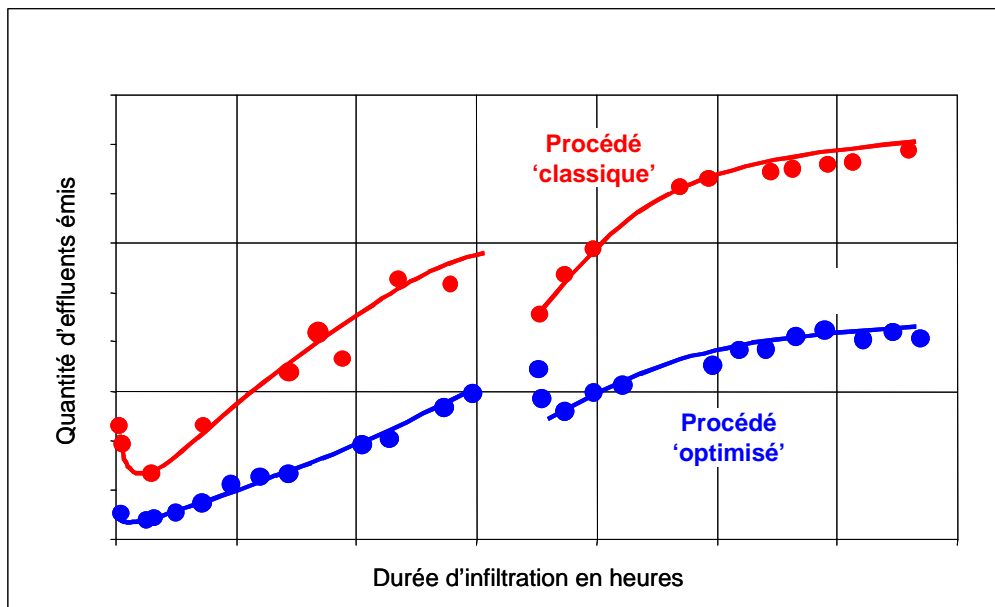


Fig. 4. Production d'effluents.

2. Amélioration Procédé pour l'application Grands Divergents (C/C)

Dans le domaine d'utilisation des composites carbone-carbone pour les moteurs propulsifs, l'application sur étages supérieurs de lanceurs spatiaux est bien connue. Il s'agit de grands divergents C/C, densifiés pyrocarbone (e.g. le futur divergent déployable Vinci[®] pour la fusée européenne Ariane V).

Du fait des faibles taux de chargement dans les installations de CVI industrielles, couplés à la durée nécessaire de densification, le coût de production de ces pièces est relativement élevé. La réduction de la durée de densification (et donc du cycle de production), par modification du procédé de densification pyrocarbone, est donc la première voie de réduction de coût.

L'obtention d'une réduction de la durée de densification, tout en conservant la spécification de densité finale de la pièce, peut-être obtenue par deux voies principales : l'optimisation du procédé (i.e. des conditions opératoires du procédé CVI : température, pression, débit des gaz et nature des précurseurs

gazeux) ou le changement de procédé (i.e. meilleure maîtrise des écoulements gazeux autour de la pièce à densifier).

L'état de l'art, pour la densification de grands divergents, est à ce jour le procédé de CVI PyC (pyrocarbone) dit industriel de Snecma Propulsion Solide. Il permet la réalisation de divergents, aux spécifications souhaitées (densité moyenne finale de la pièce, nature de la matrice carbone déposée, gradient de densité), comme illustrée ci-dessous (Fig. 5), pour le cône A type Vinci®.



Fig. 5. Grand divergent C/C (stade densifié, non usiné).

Dans l'optique de réduire le coût de production des pièces, des travaux d'optimisation 'procédé' ont été menés pour réduire la durée de densification. Ils ont principalement consisté en la modification du procédé CVI PyC dit 'classique' (i.e. la référence industrielle du procédé). Les modifications introduites n'ont pas été au niveau des paramètres du procédé, mais directement sur le procédé lui-même, i.e. par optimisation des écoulements gazeux autour des pièces. La démarche, classique dans le métier du développement de nouveaux procédés CVI, a été la suivante : (i) définition des outillages permettant d'assurer le nouveau procédé, (ii) analyse de risque d'application, (iii) mise au point Procédé et enfin (iv) analyse des résultats pour en déduire les gains, techniques et financiers.

La densification d'une texture, échelle 1, de grand divergent, selon le nouveau procédé, a été réalisée, permettant une réduction de la durée de densification CVI PyC de 46% par rapport au procédé industriel standard, comme l'illustre le graphe ci-dessous (Fig. 6).

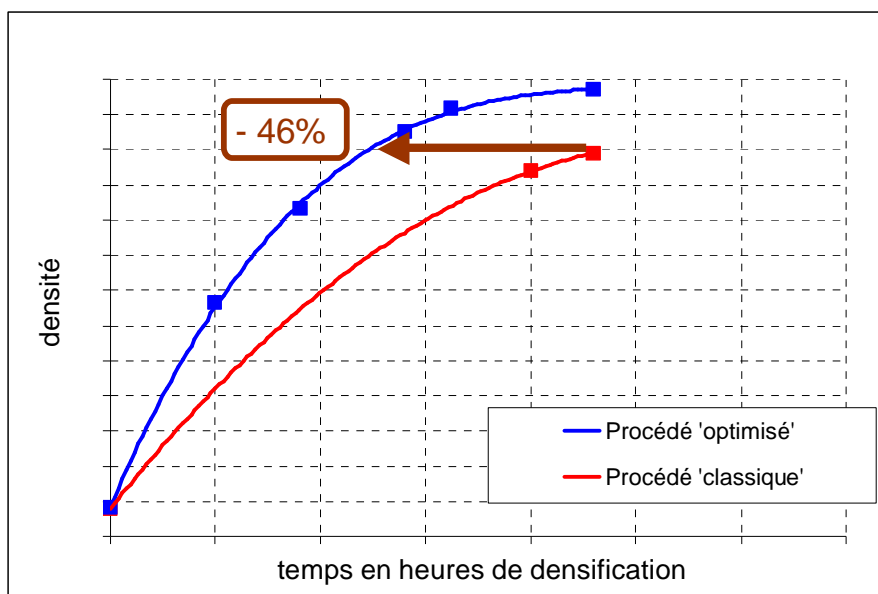


Fig. 6. Cinétique de densification.

A noter, bien entendu, que tout nouveau procédé de CVI doit garantir le maintien des spécifications Matériau, i.e. que le nouveau procédé doit être conservatif vis-à-vis de la nature de la matrice déposée (microtexture du pyrocarbone), du gradient de dépôt (épaisseurs cœur/bord), des propriétés thermiques et thermomécaniques du C/C,...

3. La densification CVI MAC pour les applications aéronautiques

Du fait des performances souhaitées, des contraintes économiques, et plus récemment des nouvelles réglementations environnementales, le design des moteurs aéronautiques, civils et militaires est fortement dépendant (i) des coûts de possession (et donc de la durée de vie des pièces les plus fortement sollicitées), (ii) de son rendement et (iii) de sa capacité à réduire les quantités de NO_x et CO émises.

Même si les limites d'utilisation, en température, des super-alliages métalliques ne cessent d'être repoussées, ils possèdent une densité trop élevée, qui pénalise le couple poids/puissance du moteur. C'est pourquoi, les matériaux composites thermostrostructuraux de type CMC (ceramic matrix composite) sont actuellement fortement étudiés, du fait de leurs propriétés intrinsèques (faible densité, caractéristiques thermomécaniques, stabilités thermique et chimique).

Par ailleurs, pour pallier la faiblesse des CMC de type SiC/SiC, il a été développé par Snecma Propulsion Solide une famille de matrice, dite auto-cicatrisante (MAC : matrice auto-cicatrisante), permettant l'obtention de matériaux de type :

- SEPCARBINOX[®] C/MAC (i.e. textures en fibres de carbone et matrice auto-cicatrisante, e.g. la famille SEPCARBINOX[®] A500),
- ou CERASEP[®] SiC/MAC (i.e. textures en fibres de carbure de silicium et matrice auto-cicatrisante, e.g. les familles CERASEP[®] A410 et CERASEP[®] A40C) [1,3].

Le principe de la matrice MAC est d'empêcher l'accès de l'oxygène à cœur du CMC, par son piégeage et la cicatrisation (i.e. l'étanchéification) des fissures.

Réalisée par CVI, elle est constituée de plusieurs séquences de matériaux dans le système Si-B-C. Du fait de l'architecture et de la nature de cette matrice MAC, la part de l'étape de densification CVI, dans le coût de production des pièces, est relativement importante. Ainsi des études sont actuellement menées pour améliorer et optimiser la CVI MAC, pour majoritairement diminuer le coût de production des pièces. Les différents leviers économiques, permettant de réduire le coût de la densification CVI MAC de pièces, sont les suivants :

- augmenter le taux de chargement (i.e. le nombre de pièces densifiées lors d'un cycle CVI),
- modifier le procédé par amélioration des écoulements gazeux au plus près des pièces à densifier,
- augmenter le rendement du procédé,
- limiter (et même éliminer) l'appauvrissement en gaz réactifs.

3.1 Volets pour tuyère aéronautique militaire

La première application industrielle des CMC concerne les volets secondaires du moteur M88 qui équipe l'avion Rafale de Dassault (Fig. 7). La qualification du matériau, le SEPCARBINOX[®] A262, a été prononcée en 1996 pour le moteur M88-2, et depuis ce sont plus de 3200 volets qui ont été produits. Cette première expérience en production de CMC est essentielle pour Snecma Propulsion Solide, en terme d'outil industriel, de montée en cadence, et de procédures de qualification pour une application aéronautique. La durée de vie des volets en service a démontré plusieurs centaines d'heures de vol ; les propriétés mécaniques résiduelles après 1000 heures de fonctionnement étant très bonnes (90% en contrainte, 80% en déformation et 85% en module élastique).

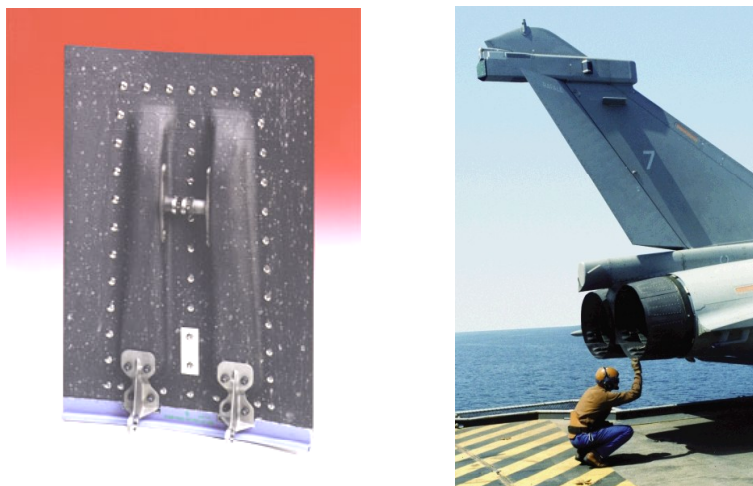


Fig. 7. Volet secondaire M88 en SEPCARBINOX[®] A262.

Les matériaux à matrice MAC (SEPCARBINOX[®] A500 et CERASEP[®] A410) ont été testés, au banc Sol puis Vol, sur le moteur PW-F100 pour l'application volet de tuyère [4], en remplacement des volets métalliques existants (Fig. 8). Les volets ont démontré, au banc Sol, sept fois la durée de vie des volets métalliques, et les volets SEPCARBINOX[®] A500 présentent, pour l'application, le meilleur compromis performance/coût.

Des études d'industrialisation de ces pièces ont été menées, notamment pour l'étape de densification CVI. La mise au point d'un nouveau procédé, basé sur l'une des technologies précédemment développées dans le domaine du freinage aéronautique (cf. § 1), a permis d'aboutir à une réduction de 20% du coût de la pièce, par rapport à celle densifiée par le procédé CVI MAC de référence.



Fig. 8. Volets PW-F100.

3.2 Application pour l'aéronautique civile

Une application potentielle, dont une démonstration a été réalisée en 2005, concerne l'essai d'un mélangeur CMC sur moteur CFM56 ; l'objectif étant le remplacement du matériau inconel par le CERASEP[®] A40C, nécessitant la réalisation de formes complexes, avec un gain de poids de 35%, sans affecter le rendement du moteur.

L'essai, au banc Sol, a permis de démontrer le bon comportement du mélangeur CMC durant 700 cycles, soit 200 heures de fonctionnement (Fig. 9).

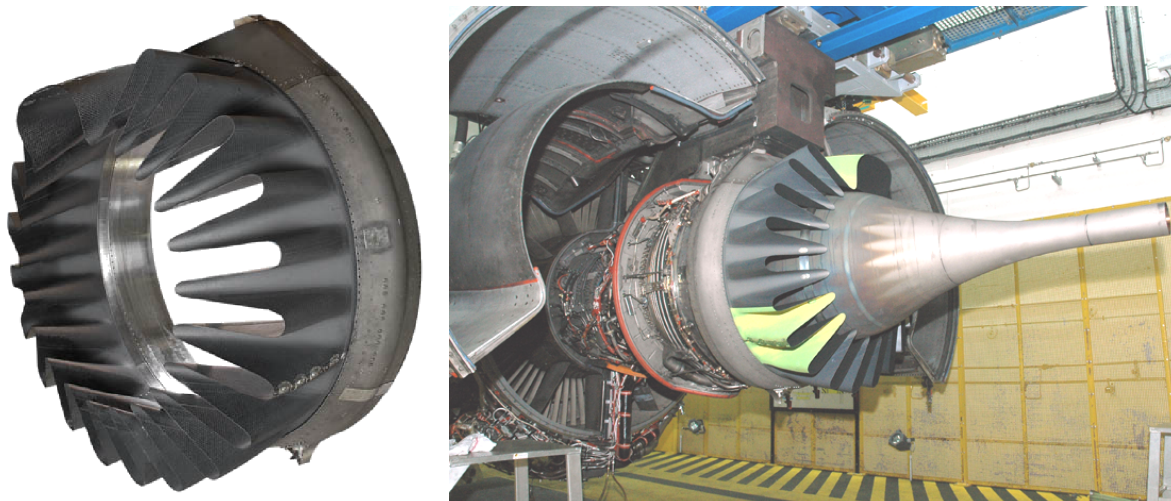


Fig. 9. Mélangeur CMC et intégration au sein d'un moteur CFM56-C.

Les études d'industrialisation sont en cours sur le matériau CERASEP[®] A40C, avec notamment un travail important d'optimisation de l'architecture de la matrice MAC. Ce travail a d'ores et déjà permis de réduire de 25% le coût de la densification MAC.

4. Conclusions

Le développement de nouveaux procédés CVI, et/ou l'optimisation des procédés CVI existant, puis leur industrialisation (avec transfert en Production), font partie des missions principales de l'équipe OTMTG « Etudes Procédés CVI » de Snecma Propulsion Solide. En étroite collaboration avec les Concepteurs Matériaux (en amont) et les Méthodes Procédés (en aval), le développement Procédé, et donc des matériaux associés, a pour principal objectif de réduire le coût de production des CMC, afin qu'ils aient le couple performance/coût le plus attractif possible.

Le Tab. 1 récapitule les exemples de gains obtenus avec les nouveaux procédés CVI mis au point, pour les différentes applications décrites.

Application visée	Type de CVI	Procédé 'classique'	Procédé 'optimisé'
Freinage aéronautique	CVI du pyrocarbone pour matériau type C/C	D : base 100 CP : base 100 EF : base 100	D : 50 CP : 65 EF : 55
Grands divergents	CVI du pyrocarbone pour matériau type C/C	D : base 100	D : 54
Aéronautique militaire	CVI MAC pour matériau type CMC	CP : base 100	CP : 80
Aéronautique civile	CVI MAC pour matériau type CMC	D : base 100	D : 75

Tab. 1. Exemples de gains obtenus, en termes de réduction de durée de densification CVI (D), de réduction de coût (CP) et de réduction des effluents émis (EF) (base 100 pour les procédés conventionnels)

5. Remerciements

C'est l'occasion de remercier toute mon équipe OTMTG, à savoir les cinq techniciens qui pilotent les fours de développement CVI de Snecma Propulsion Solide, dans lesquels sont menées, au sein de l'équipe, les études procédés : B. Bernard, A. Caillaud, J.L. Domblides, S. Mazereau et P. Perey.

Références

- [1] S. Bertrand, F. Lamouroux, S. Goujard, E. Bouillon, « Self-healing ceramic matrix composites ». *JEC Composites Magazine*, Vol. 29, pp.75-79, 2006.
- [2] F. Lamouroux, S. Bertrand, S. Goujard, F. Bagilet, A. Caillaud, S. Mazereau, « Procédé de densification de substrats poreux minces par infiltration chimique en phase vapeur et dispositif de chargement de tels substrats ». *Brevet International* n° PCT/FR2006/050141, 16-02-2006.
- [3] J. Rougès, S. Bertrand, E. Bouillon, « Long life duration to CMC materials ». *ECCM12*, Biarritz, 2006.
- [4] E. Bouillon, P. Spriet, G. Habarou, C. Louchet, T. Arnold, G. Ojard, D. Feindel, C. Logan, K. Rogers and D. Stetson, « Engine test and post engine test characterization of self sealing ceramic matrix composites for nozzle applications in gas turbine engines ». *Proceedings of ASME Turbo Expo*, June 14-17, Vienne – Autriche, GT2004-53976, 2004.