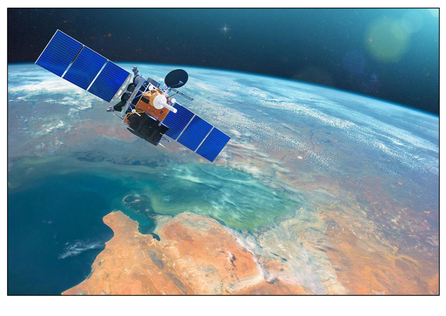
Conception et caractérisation de matériaux ultra haute température à gradient de propriétés

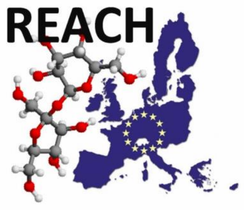
L. Audouard (lisa.audouard@onera.fr)
A. Julian-Jankowiak (ONERA), J.F. Justin (ONERA), P. Bertrand (ICB), C. Langlade (ICB), M. Garcia (CNES)

Application :
Moteurs de repositionnement des satellites (propulsion chimique)



Solution étudiée :
Matériaux à Gradient de Propriétés (MGP)

Utilisation de hydrazine (N_2H_4) (classée CMR)



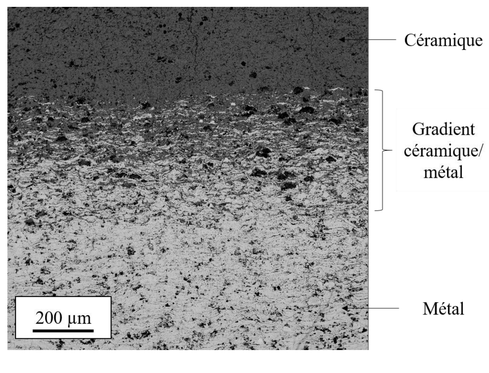
Composé menacé d'utilisation par la réglementation REACH

Développement d'un ergol alternatif "vert" (CNES)

Environnement d'utilisation plus sévère (T°, oxydation, pression)

Développement nouveaux matériaux

2700 °C oxydation



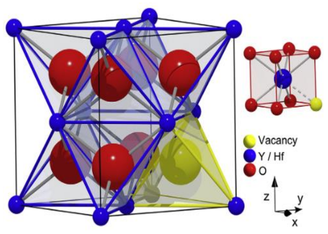
Objectif : optimiser un MGP ultra haute température, résistant à l'oxydation et à des sollicitations thermomécaniques sévères

Optimisation de la barrière thermique et environnementale en céramique (HfO_2)

Matériau étudié:

Composition : $TR_2Hf_2O_7$ avec TR (Terre Rare) = Y, Gd, Lu
→ phase cubique, stable en température (2810 °C)

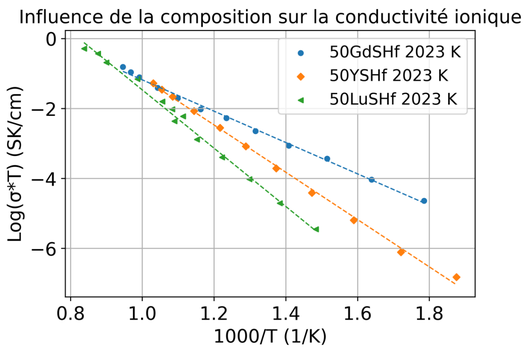
$$Y_2O_3 \xrightarrow{HfO_2} 2Y'_{Hf} + V_{\ddot{O}} + 3O_O^x$$



Etude de la nature et du taux de TR :

↗ du taux de TR (jusqu'à 50 % mol.) + ↗ du rayon ionique de TR^{3+} (Gd > Y > Lu) :

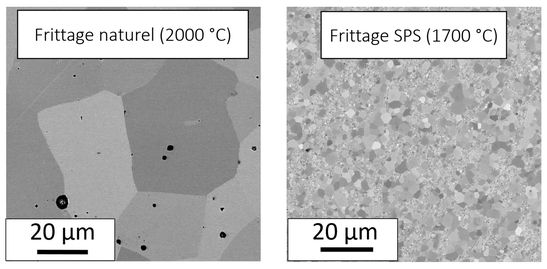
⇒ ↗ la distorsion de la maille
Modifie les propriétés thermophysiques et chimiques



Compositions avec Lu_2O_3 + forts taux d'oxyde de TR (50 % mol.) :
- Favorables à une ↘ de la conductivité ionique
- Meilleure protection contre l'oxydation du métal sous-jacent

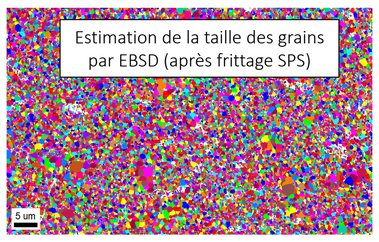
Etude de l'influence du procédé d'élaboration sur la microstructure et la chimie :

Comparaison frittage naturel / Spark Plasma Sintering (SPS)

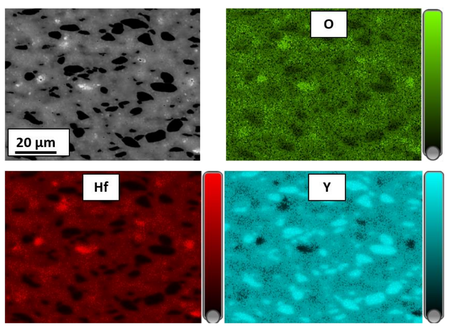


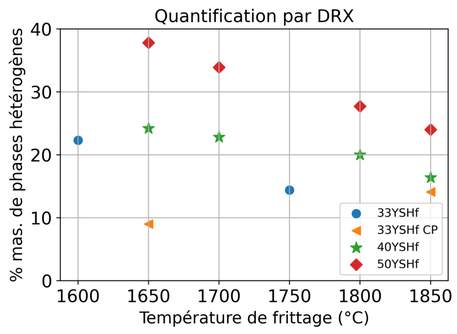
Par SPS :
- Microstructure fine et dense
- Hétérogène chimiquement
- Taille de grains bimodale

Par frittage naturel :
- Microstructure homogène
- Taille de grains plus grossière (~ 40 µm)



↗ Hétérogénéités chimiques :
- avec TR = Y
- avec les + forts taux de TR (50 % mol.)
- avec le procédé SPS

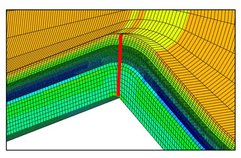




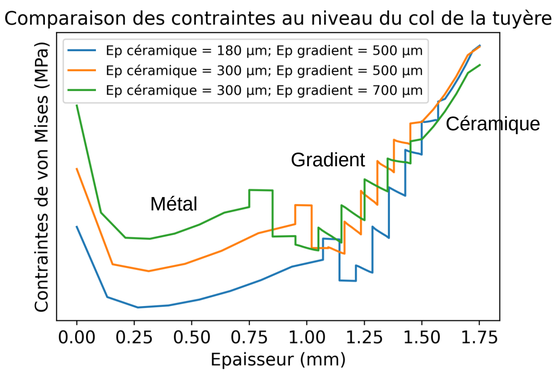
Optimisation du système à gradient complet (métal / céramique)

1. Choix d'une conception de gradient par modélisation thermomécanique

Description du modèle :
- Interactions : flux radiatifs sur toutes les surfaces (T_{ext} = -270 °C, T_{int} = 2000 °C)
- Chargement : flux thermique 0,5 MW/m² sur la surface intérieure



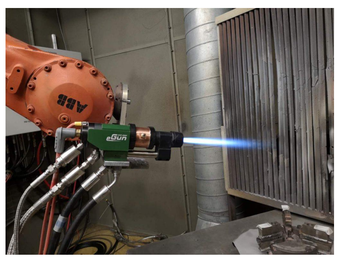
- Maillage + fin dans les couches à gradient

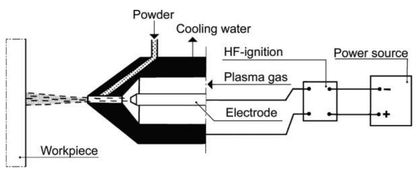


Résultat :
↗ de l'ép. céramique et de l'ép. gradient
↘ des contraintes dans le métal

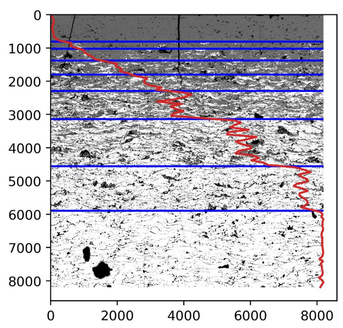
2. Elaboration des MGP sélectionnés par projection thermique sous air

La projection thermique :
- Technique industrialisable
- Gradients fins (~ 40-80 µm par couche)
- Rapide, faible coût
- Forme complexe possible



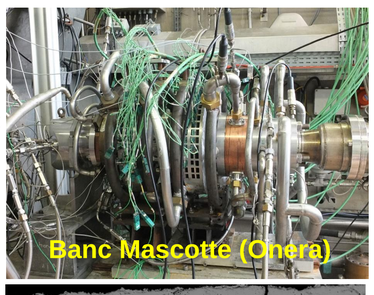


Traitement thermique post-élaboration :
- Densification du matériau
- Elimination des oxydes métalliques inter lamellaires
- Création d'un réseau de fissures dans la couche céramique (lié aux ≠ de coefficients de dilatation métal/céramique)

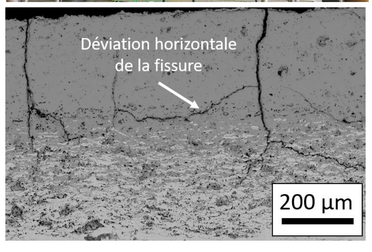


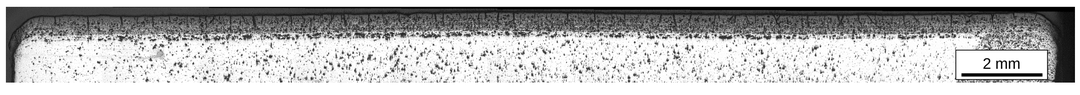
3. Validation en ambiances sévères sur le système complet

Essais représentatifs en chambre de combustion :
- Flamme de combustion H_2/O_2
  → présence d'espèces oxydantes
- Essais jusqu'à T_{flamme} = 3000 °C pendant 10 x 150 sec
- 4 configurations de gradient testées (16 échantillons)

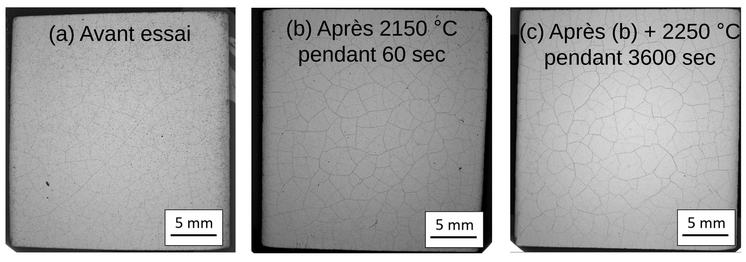


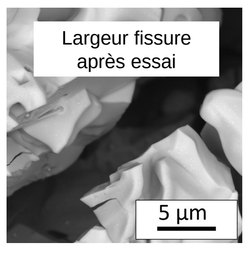
Résultats :
- **Pas de délaminage de la céramique**
- Efficacité de la barrière environnementale en céramique ⇒ **pas d'oxydation du métal sous-jacent**
- **Déviation horizontale** de fissures pré existantes
- Evolution de la porosité sous-jacente au gradient (taille et forme)





Essais thermomécaniques sur banc laser CO_2 :
- Essais sous vide (5.10^{-2} mbar)
- Chauffage laser rapide jusqu'à 2300 °C à la surface de l'échantillon



- Formation d'un nouveau réseau de fissures à la surface de l'échantillon
- Disparition du réseau de fissures initial
- Ouverture des fissures (+ larges)

Effets des paramètres d'essai :
- Température : création d'un nouveau réseau de fissures et ouverture des fissures + importante après essai
- Temps de maintien : ouverture des fissures uniquement
- Nombre de cycles : ouverture des fissures uniquement