



HAL
open science

Caractérisation de protections thermiques carbone / phénolique sous impact normal d'un jet chaud supersonique : influence de l'architecture des échantillons sur les propriétés ablatives

J. Beaudet, J. Cormier, A. Dragon

► **To cite this version:**

J. Beaudet, J. Cormier, A. Dragon. Caractérisation de protections thermiques carbone / phénolique sous impact normal d'un jet chaud supersonique : influence de l'architecture des échantillons sur les propriétés ablatives. 17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17), Jun 2011, Poitiers-Futuroscope, France. pp.104. hal-00598153

HAL Id: hal-00598153

<https://hal.science/hal-00598153>

Submitted on 4 Jun 2011

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.

Caractérisation de protections thermiques carbone / phénolique sous impact normal d'un jet chaud supersonique : influence de l'architecture des échantillons sur les propriétés ablatives

Thermal protection characterization under hot supersonic flow conditions with normal incidence: influence of reinforcement on the ablative properties

Beaudet J.¹, Cormier J.¹, Dragon A.¹

1 : Institut Pprime, CNRS – ENSMA – Université de Poitiers UPR CNRS 3346, Département Physique et Mécanique des Matériaux, ENSMA, 1 avenue Clément Ader, BP 40109, 86961 Futuroscope Chasseneuil Cedex, France
e-mail: julien.beaudet@ensma.fr

Résumé

Les matériaux composites carbone/phénolique figurent parmi les matériaux les plus répandus pour des utilisations ablatives. Dans l'optique de diminuer le coût de développement et de mieux comprendre les phénomènes de dégradations en conditions ablatives associés à ce type de composites, la norme ASTM E285-80 [1] est largement employée. Il s'agit de soumettre un échantillon à une exposition sous torche oxygène / acétylène d'une puissance nominale proche de 3 kW [2]. La sollicitation est alors quasiment purement thermique. Ces conditions s'avèrent toutefois éloignées de conditions d'ablation pouvant être rencontrées en service sur des applications civiles ou militaires. Afin d'être plus représentatif des conditions d'usages, il est nécessaire de superposer à la sollicitation thermique une composante « d'érosion » liée à un écoulement gazeux supersonique. Pour ce faire, l'utilisation du banc MARTEL permet de générer des conditions d'écoulements à $M=3$ à haute température (2100K). Ce banc est caractérisé par une puissance thermique nominale d'environ 3 MW.

L'objectif de cette étude est de mettre en évidence les dégradations engendrées par un couplage aérothermique dans une configuration de jet normal impactant une plaque de protection thermique de type carbone / phénolique. Pour cela, deux types de matériaux composites ont été étudiés. Mis en forme à partir d'une même résine phénolique, chacun de ces matériaux possède une architecture de renfort spécifique : pour l'un, les fibres de carbonées sont tissées et dans l'autre cas, les fibres de carbonées prennent la forme d'un mât.

Les résultats de cette étude, issus de caractérisations en suivant la norme ASTM E285-80 et en utilisant le banc MARTEL, montrent l'influence de l'impact aérodynamique et de l'architecture du renfort sur la cinétique d'ablation.

Abstract

Carbon / phenolic composites are widely used for ablative applications. For a better understanding of the degradation kinetics and for producing cheaper materials, ablation properties are usually evaluated using exposures to a hot oxygen / acetylene torch following ASTM E285-80 standard testing procedure [1]. Thermal power as high as 3kW could be reached under such conditions [2]. The degradations resulting from such torch exposures mainly results from quasi pure thermal degradation. Therefore, such test conditions are far from the real military or spatial applications. To achieve much more representative conditions, a superimposed supersonic flow to the thermal sollicitation is required. In addition to very the high temperatures resulting from the combustion of hydrogen with air (temperature as high as 2100K), the MARTEL facilities offers a gas flow rate whose Mach number is close to 3. This test bench hence produces a 3MW power.

The aim of this study is to study the effect of a normal coupled aero thermal heat flow impacting a carbon / phenolic ablative thermal protection. Two different composites based on the same phenolic resin and same fibers have been investigated whose only difference is there architectures. One has a fabric reinforcement while the other one is reinforced by chopped fibers.

Based on both kind of testing procedure (i.e. torch exposures or MARTEL bench testing), results of this study show that the influences of the architecture and the aerodynamic have a deep impact on the ablative behaviour of carbon / phenolic thermal protections.

Mots Clés: Ablation, composites fibres de carbone/matrice phénolique, caractérisation à haute température

Keywords: Ablation, carbon/phenolic composites, high temperature characterization

1. Introduction

Depuis le début des vols spatiaux dans les années 60, le nombre d'études dédiées à la caractérisation de protections thermiques n'a cessé de croître. Lors des phases de ré-entrée atmosphérique la sollicitation des protections thermiques est très importante. L'écoulement de l'air à haute vitesse (supersonique) engendre une montée brutale en température de la structure de l'ordre de 1000°C par seconde, le flux thermique oscillant alors entre 3900 et 7200 W/cm² [3]. La sollicitation couple alors l'impact aérodynamique de l'air sur la surface avec la montée en température engendrée par le frottement de l'air sur la structure. Des protections thermiques ont alors été développées spécifiquement pour protéger les parties subissant les agressions les plus sévères. Pour permettre l'absorption d'une partie du flux de chaleur à la surface du module, le phénomène d'ablation est soigneusement quantifié: la réaction endothermique de pyrolyse d'un matériau engendre une érosion de la protection thermique tout en maintenant une température faible sur la structure protégée [4]. Avec l'augmentation de capacité de chargement des lanceurs depuis le début du 20^{ème} siècle, de nombreux travaux ont été menés pour minimiser la masse à vide des propulseurs, ceci permettant d'augmenter les masses embarquées. Tout naturellement, les matériaux composites se sont présentés comme des candidats évidents à des applications de protection thermique. L'amélioration des procédés industriels de fabrication a permis leur utilisation dans de nouvelles zones chaudes : cols de tuyères, divergents, etc. [4]. De nombreux types de matériaux composites peuvent être employés en relation avec les conditions de sollicitations : composites à matrice céramique, composites à matrice polymère, etc. Les composites carbone / phénoliques sont très répandus dans le domaine de la protection thermique du fait de leur coût modéré et d'une mise en œuvre plutôt aisée.

En parallèle du besoin croissant de matériaux ablatifs performants, une nouvelle attente a vu le jour, celle de caractériser les performances face à l'ablation de ces matériaux et donc de comprendre les modes de dégradation engendrés. Les objectifs de diminution des coûts de fabrication des lanceurs ont poussé les industriels à minimiser le nombre d'essais « à grande échelle »: dans les années 70, les matériaux ablatifs subissaient des tests sous le jet de propulseurs à poudre permettant la création de conditions similaires aux réentrées dans l'atmosphère de modules spatiaux ou aux sollicitations en configuration « col de tuyère ».

Dans cette optique, une norme ASTM a été rédigée, permettant la standardisation d'un essai d'ablation dans des conditions de laboratoire. Une torche oxygène / acétylène est utilisée pour dégrader des échantillons de matériaux hautes températures sous une température proche de 3000°C. De nombreux auteurs utilisent cette norme pour leurs essais d'ablation [1], [5-8]. La sollicitation appliquée aux matériaux est alors principalement thermique avec une vitesse de gaz faible et un flux thermique modéré devant des conditions d'ablation réelles (9.10⁶ W/m²).

L'objectif de l'étude consiste à évaluer les limites de la norme ASTM E285-80 [2] quant à sa représentativité vis-à-vis de sollicitations rencontrées en service. Pour cela, un banc d'essais inspiré de la norme ASTM a été conçu et utilisé pour étudier des modes d'ablation « thermiques ». En parallèle, des essais ont été réalisés sur un banc de plus grande capacité, permettant un couplage entre les dégradations aérodynamiques et thermiques : le banc MARTEL. Ce banc, unique en Europe, permet de soumettre des plaques à un jet impactant de nombre de Mach proche de 3 possédant une température de 1900°C.

Cette étude est donc focalisée sur les effets du couplage thermomécanique sur la dégradation des matériaux mais aussi sur la comparaison des propriétés ablatives de deux matériaux composites possédant des architectures différentes, un tissu et un mat de carbone.

2. Outils expérimentaux de caractérisation des performances ablatives

2.1 Le Banc d'Essais Thermique (BET), mise en œuvre de la norme ASTM E285-80

La norme ASTM décrit un protocole de caractérisation de protections thermiques s'appuyant sur l'utilisation d'une torche oxygène / acétylène. Un banc d'essais a été construit sur ce modèle au Département Physique et Mécanique des Matériaux (DPMM) de l'Institut PPRIME à l'ENSMA. Cet outil de caractérisation offre une température de flamme élevée de l'ordre de 3000°C à la sortie de la buse mais le flux thermique est cependant contenu au regard d'applications ablatives à plus grande échelle (seulement 3kW en sortie de buse). La vitesse de jet est donc considérée comme négligeable au regard des configurations d'ablation réelles (cols de tuyères, boucliers thermiques, etc.)

Pour cette étude, la configuration d'ablation choisie est parmi les plus sévères: jet impactant normal à la surface de la plaque.

Une enceinte étanche type caisson métallique a été construite. Une aspiration permet l'évacuation des fumées éventuellement toxiques, des hublots permettent l'observation de la séquence d'ablation et la mesure des températures de surface.

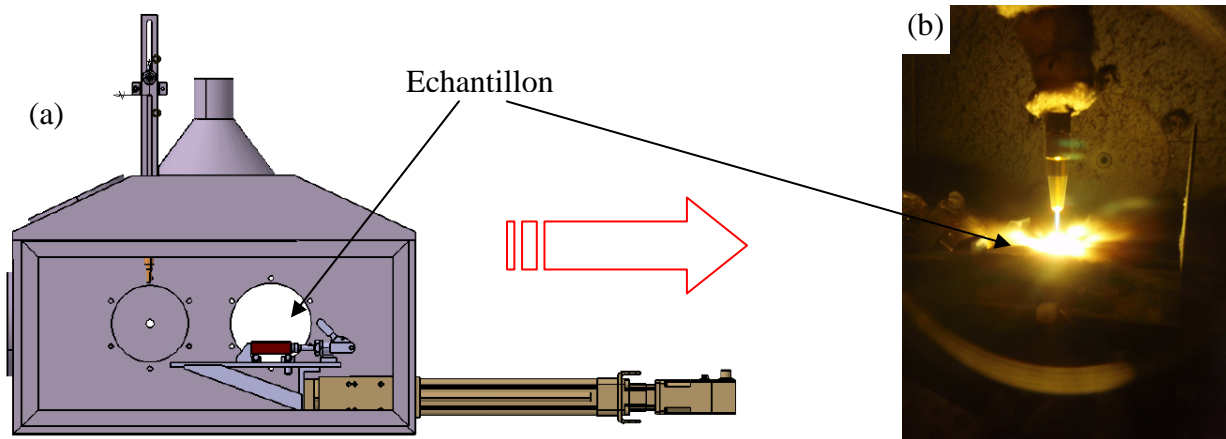


Figure 1 : Vue de côté du banc d'ablation oxygène / acétylène (a) et prise de vue lors d'un essai (b).

Lors d'un essai, l'échantillon (Fig. 1) d'une taille de 50 X 50 mm (épaisseur variable) est déplacé via un vérin électrique sous le jet de la buse oxygène / acétylène, les pressions d'oxygène et d'acétylène étant respectivement de 0.25 et 2 bars. La programmation de nombreuses séquences d'ablation est rendue possible grâce à une interface informatique associée au vérin.

Au cours de l'essai, un pyromètre optique bichromatique est orienté vers la surface de l'échantillon pour contrôler sa température. Un thermocouple type K est positionné dans une empreinte millimétrique réalisée sur la face arrière de l'échantillon. L'acquisition de la température de surface de l'échantillon et de sa montée en température en face arrière est synchronisée pour permettre la visualisation simultanée des deux températures.

En parallèle, une caméra dotée de filtres permet de visualiser les dégradations *in situ* de l'échantillon. La fréquence d'acquisition est fixée à 20hz.

Ce type de banc est largement utilisé dans la littérature pour l'évaluation du comportement de protections thermiques face à l'ablation. Cependant, en raison de la vitesse de jet négligeable devant les vitesses de jets atteintes dans des conditions réelles, il est important d'utiliser un moyen d'essai qualitativement plus proche des conditions réelles, permettant ainsi une évaluation plus précise des propriétés ablatives des matériaux testés [6]. Le banc MARTEL offre un couplage entre la vitesse de jet élevée et la température de gaz élevée.

2.2 Le banc MARTEL : sollicitation couplée aérodynamique / thermique

Le banc MARTEL (Moyen Aéroacoustique de Recherche sur la Technologie et l'Environnement des Lanceurs) se trouve sur le site du CEAT (Centre d'Etudes Aérodynamiques et Thermiques) près de Poitiers Biard (86). Cet outil, en configuration ablation, offre une vitesse de jet d'un nombre de Mach proche de 3 dont la température des gaz est de 1900°C. Le jet chaud produit est issu de la combustion d'oxygène et d'hydrogène. Cet équipement unique en Europe permet de solliciter les échantillons de façon couplée entre l'érosion mécanique et la thermo oxydation due à la température élevée.

Le flux thermique en sortie de buse est proche de 3MW. La pression génératrice en sortie de tuyère est alors de 30 bars. Le point d'impact sur les plaques d'échantillons est circulaire et possède un diamètre d'environ 150mm. Les plaques constituées des matériaux étudiés sont positionnées à 80 cm sous le jet et sont soumises à la dégradation de la température mais aussi à l'érosion engendrée par l'impact du jet sur la surface.

Les temps d'expositions sont choisis proches de ceux employés sur le BET pour faciliter les comparaisons entre les essais.

Les échantillons utilisés prennent la forme de plaques de 360X360mm² dont les épaisseurs sont de 32mm.

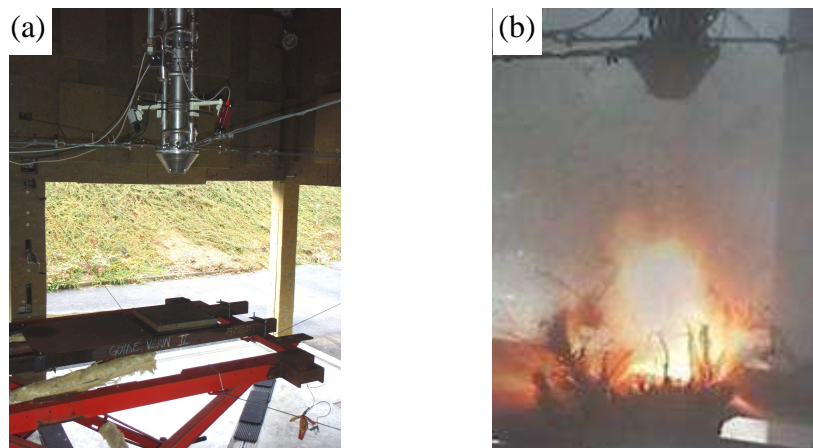


Figure 2: Configuration ablation sur le banc MARTEL (a) et exemple de délaminage explosif en cours d'ablation (b).

Ce banc permet d'analyser le mode de dégradation d'un matériau composite sous l'impact aérodynamique en comparaison de celui obtenu lors d'expositions sous la torche oxygène/acétylène du BET. Par exemple, l'impact aérodynamique peut jouer un rôle majeur dans le délaminage d'un composite possédant une structure de renfort tissée (Fig. 2). Pour faciliter la comparaison des résultats, les données de sortie de cet essai sont similaires à celles obtenues lors de l'essai ASTM. Un pyromètre bichromatique permet d'acquérir la température de surface de la plaque, une caméra filtrée permet de filmer la dégradation du matériau au point d'impact du jet sur la surface de la plaque en cours d'ablation. Deux thermocouples K sont disposés en face arrière de la plaque pour connaître sa montée en température et ainsi en déduire le pouvoir d'isolation de la plaque.

3. Matériaux et techniques expérimentales

3.1 Matériaux étudiés

Les échantillons utilisés pour cette étude sont tout deux élaborés à partir d'une résine phénolique de type ABLAPHENE RA 101 de la société Rhodia. Seule l'architecture du renfort diffère, les fibres de carbone étant de type T300.

Le matériau tissé est un stratifié de type sergé 2/2 dont la fraction volumique de fibres est 0.7. Le second matériau est un mat dont la part volumique de fibres est de 0.6. Les fibres de carbone

possèdent des longueurs de l'ordre de 5 mm. Leur microstructure observée en microscopie optique est présentée en Fig. 3.

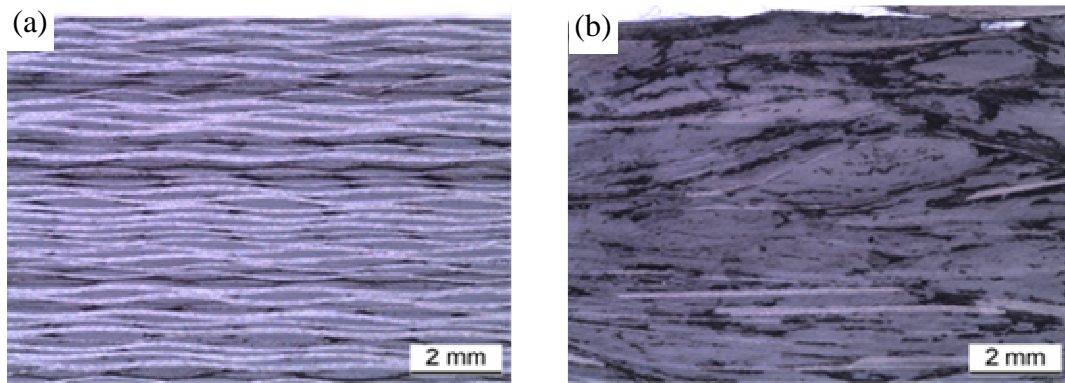


Figure 3 : Matériaux étudiés : architecture tissée (a) ou de type mat (b).

3.2 Evaluation de l'ablation

Pour permettre une comparaison des dégradations engendrées sur les deux matériaux, deux critères d'évaluation sont retenus: la profondeur d'ablation maximale et la perte de masse.

La profondeur d'ablation est mesurée sur l'échantillon dans la zone où le cratère d'ablation est le plus important. Le point le plus bas de ce cratère est référencé comme « zone d'ablation maximale » (Fig. 4).

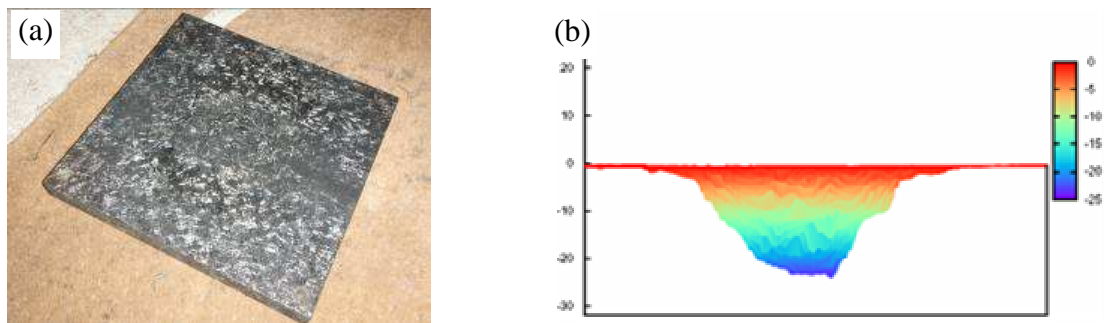


Figure 4 : Plaque de matériau après un essai MARTEL (a) et profil d'ablation correspondant (b).

Les échantillons sont également pesés avant et après chaque essai. Les échantillons du BET (masse initiale d'environ 30 g) sont pesés avec une précision d'un centième de gramme et les échantillons du banc MARTEL (masse initiale d'environ 5 kg) sont pesés au gramme près.

Ces deux indicateurs d'ablation, couplés aux observations en microscopie en coupe transverse, permettent d'avoir une appréciation de la part d'ablation volumique et d'ablation surfacique dans la dégradation.

3.3 Caractérisations micrographiques

Pour évaluer la dégradation volumique des matériaux, des observations en microscopie optique et au MEB en coupe transverse ont été réalisées. Après découpe avec scie rapide dans les zones d'intérêt puis un polissage spécifique, les échantillons sont observés soit en microscopie optique, soit à l'aide d'un MEB conventionnel JEOL 6400 sous une tension d'accélération de 10 kV. Ces observations permettent de mettre en évidence le délaminage (en raison de l'impact aérodynamique du jet) ainsi que l'identification des différentes zones de dégradations représentatives du taux d'avancement de la pyrolyse pour un matériau composite à résine polymère. Des observations de la surface ablatée ont également été réalisées.

4. Résultats d'essais

4.1 Mesure de perte de masse

Dans un premier temps, une série d'essais a été réalisée sur le Banc d'Essais Thermique (BET), les temps d'exposition allant de 2 à 50s. Les deux matériaux montrent une perte de masse linéaire avec le temps (Fig. 5a). Le matériau mat de carbone voit sa vitesse de perte de masse s'établir à 0.09g/s alors que le tissu de carbone possède une vitesse de perte de masse proche de 0.07g/s.

Malgré le nombre d'essais plus réduits sur le banc MARTEL, une linéarité de la perte de masse est observée pour les essais réalisés (Fig. 5b). Les vitesses de perte de masse sont nettement plus élevées que sur le BET. Le matériau tissé de carbone subit une forte dégradation (vitesse de perte de masse de 95g/s) en comparaison du matériau renforcé d'un mat (vitesse de perte de masse de 14g/s).

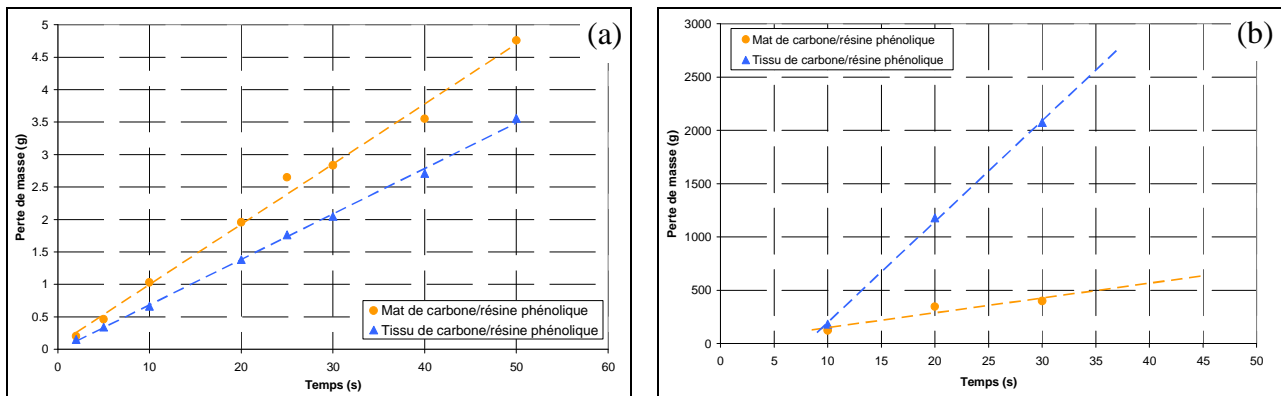


Figure 5: Mesure de perte de masse des échantillons après les essais sur le BET (a) et sur le banc MARTEL (b)

Au cours des essais sur le banc MARTEL, les deux matériaux se comportent de manières très différentes. Le composite avec mat de carbone se dégrade par cratérisation du centre de la plaque; des particules de carbones centimétriques se détachent et sont éjectées de la zone agressée. Le composite tissé se dégrade par décompression explosive: des plis de carbone sont arrachés sous l'impact du jet chaud (Fig. 2b). La dégradation de la plaque n'est pas localisée et ce sont les plis entiers qui sont expulsés de la surface des plaques étudiées.

4.1 Observations microstructurales

La caractérisation en coupe transverse post-essai BET et banc MARTEL des zones dégradées est présentée en Fig. 6 et en Fig. 7, respectivement. Ces coupes ont été réalisées dans des zones à l'aplomb de la zone la plus cratérisée.

Les observations réalisées sur les échantillons après les essais sur le Banc d'Essais Thermique (Fig. 6) montrent une dégradation volumique importante. Une zone de dégradation dans l'épaisseur est nettement identifiable, matérialisée en Figs. 6a et 6c par les flèches rouge. Par ailleurs, quelque soit le matériau étudié, les fibres de carbone possèdent un aspect « tête d'épingle » significatif d'une ablation thermochimique [9], (Fig. 6d). Que ce soit pour le matériau tissé ou pour le matériau mat de carbone, les dégradations sont similaires.

Après les essais sur le banc MARTEL, les observations sont différentes (Fig. 7). Le composite tissé ne révèle aucune dégradation lors de l'observation de la coupe transverse (Fig. 7a) et une architecture non dégradée est observable à la surface de la plaque (Fig. 7a). A l'inverse, le matériau mat de carbone conserve une zone dégradée dans l'épaisseur identifiable par la coloration foncée (Fig. 7c) et les fibres de carbone sont dégradées (Fig. 7d) : des traces d'arrachement et de

perforation des fibres sont visibles. L'aspect des fibres de carbone est donc différent des observations réalisées après essais d'ablation thermique au BET.

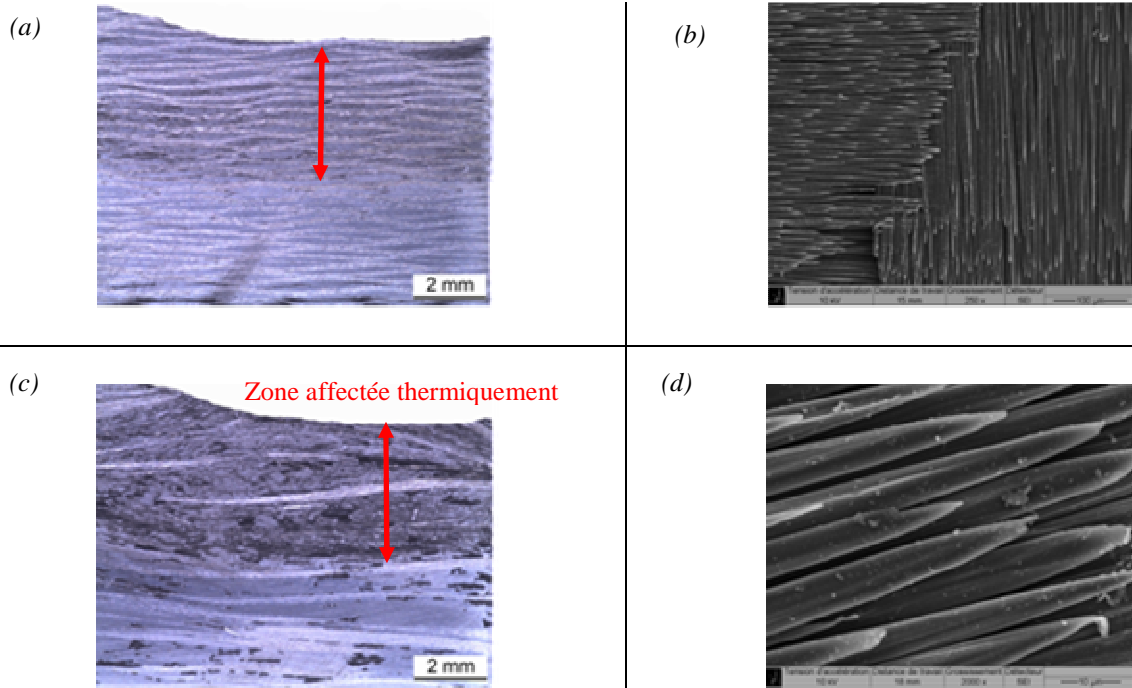


Figure 6: Echantillons après essais d'ablation de 30s sur le BET, renfort tissé (a-b) et renfort mat (c-d)

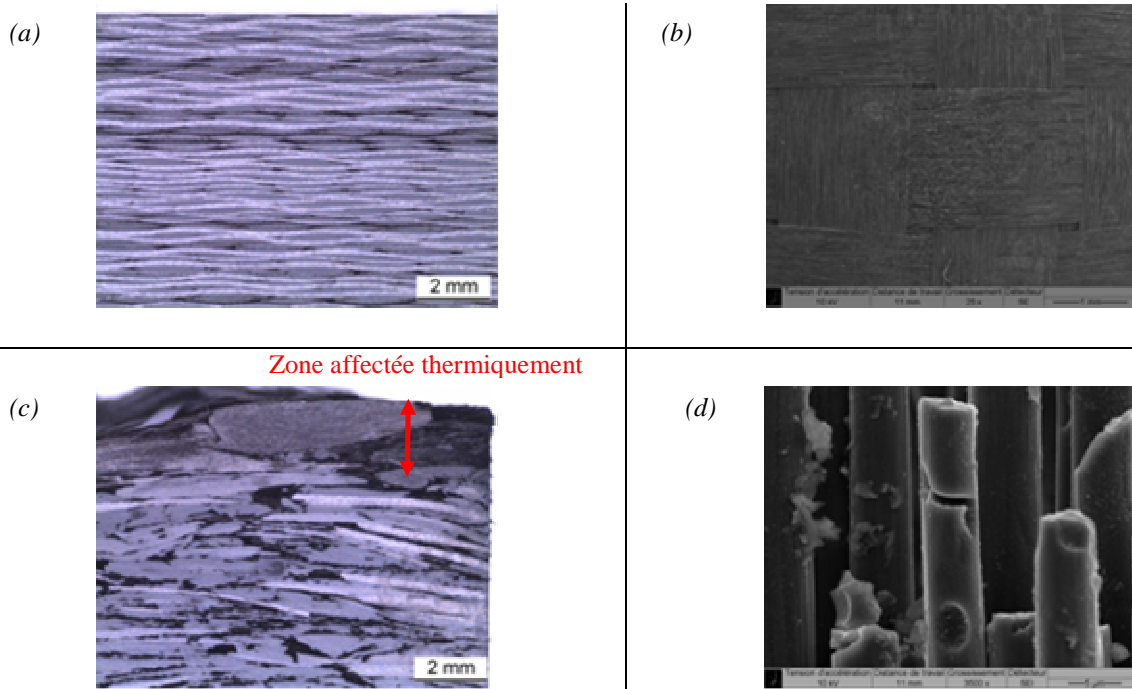


Figure 7: Echantillons après essais d'ablation de 30s sur le banc MARTEL, renfort tissé (a-b) et renfort mat (c-d)

5. Discussion

Lors de la mesure de perte de masse, il apparaît que le comportement des deux matériaux diffère en fonction du banc d'essai. La vitesse de perte de masse est trois ordre de grandeur plus forte dans le cas d'une ablation aérothermique (banc MARTEL) que dans un cas d'ablation purement thermique (BET), quand bien même la température est plus élevée dans ce dernier cas ($T = 3000^{\circ}\text{C}$ contre 1900°C au banc MARTEL). L'effet d'érosion engendré par l'écoulement supersonique est donc

majeur quant aux propriétés ablatives des deux matériaux étudiés. Une analyse des propriétés ablatives basée uniquement sur la procédure ASTM E285-80 [2] est donc clairement insuffisante pour une analyse de la résistance à l'ablation en conditions aérothermiques. Elle peut même conduire à classification des matériaux inverse à celle obtenue lors de sollicitations couplées.

En analysant plus finement les résultats d'essais sous sollicitation « thermique pure », il apparaît que le matériau tissé subit une perte de masse plus faible que le matériau mat de carbone. Ce premier résultat peut s'expliquer par le fait qu'à iso épaisseur dégradée (voir repère rouge sur la Fig. 6) la part volumique de fibres est plus importante sur le matériau tissé. Les fibres étant moins sensibles à la température que la matrice, une plus grande part de matrice se dégrade dans le matériau renforcé d'un mat, engendrant de fait une perte de masse plus importante.

Ce postulat est étayé par les observations microscopiques présentées en Fig. 6. Pour un même temps d'exposition (30s), la dégradation dans l'épaisseur est similaire pour les deux types de matériaux. Ces deux composites sont soumis à une dégradation par thermo-oxydation. Les fibres de carbone d'aspect « tête d'épingle » [9] confirment que dans les deux cas, c'est la température élevée qui engendre le retrait de la surface et donc la perte de masse. L'érosion mécanique semble très limitée comme en témoigne l'architecture du matériau tissé encore nettement visible à la Fig. 2a alors que les fibres sont oxydées.

Lors des essais sur le banc MARTEL, les résistances à l'ablation sont inversées comparativement aux tendances obtenues lors d'une ablation thermique (Fig. 5). Le comportement du matériau composite tissé est très différent comparativement à celui du matériau renforcé d'un mat. La perte de masse devient plus importante que pour le mat de carbone et la vitesse de perte de masse est elle aussi nettement plus importante (Fig. 5b), ces résultats étant obtenus, rappelons-le, pour des expositions à des températures plus faibles que sur le BET. Il apparaît donc que la cinétique de dégradation du matériau tissé est totalement différente sur le banc MARTEL, banc couplant la thermique et l'érosion mécanique.

Après examen des clichés MEB réalisés suite aux essais sur le banc MARTEL, il s'avère que de très faibles dégradations sont relevées sur le matériau tissé. La coupe transverse (Fig. 3a) met en évidence une légère augmentation de la porosité alors que la vue de dessus du matériau (Fig. 4a) montre une architecture intacte de toute dégradation. Ces observations ajoutées aux relevés de pertes de masses et aux observations aux cours des essais montrent que le matériau tissé est très sensible à l'érosion mécanique engendrée par le jet supersonique du banc MARTEL. La dégradation mécanique prend le pas sur la pyrolyse du matériau due à la température. Le matériau est dégradé par arrachement mécanique des plis avant que la température n'ait pu laisser aux fibres et à la résine un temps d'oxydation suffisant pour obtenir un gradient microstructural dans l'épaisseur comme celle observée en ablation thermique. Ce mécanisme de délaminage explosif, très difficile à caractériser en raison de sa résolution en temps, et malgré les observations d'ablation *in situ*, peut résulter soit (i) d'une réaction de thermo oxydation en sous couche et localisée aux interplis, conduisant à une décompression libérant des gaz se ré-enflammant au contact de l'écoulement chaud, soit (ii) au jet incident perforant les plis avec une inflammation quasi-instantanée de composés volatiles ainsi libérés.

Le matériau renforcé d'un mat de carbone possède quant à lui le même comportement sur le banc MARTEL et sur le BET. En effet, deux zones distinctes sont observables à l'échelle mésoscopique (Fig. 1b et Fig. 3b). Ces zones révèlent une dégradation volumique liée à l'action de la température. La pyrolyse joue un rôle notable dans la dégradation du matériau sur les deux bancs d'essai. Cependant, à une échelle plus fine, l'aspect des fibres de carbone est tout autre. Dans le cas du BET, les fibres possèdent un aspect « tête d'épingle » [9] alors qu'après exposition sur le banc MARTEL, les fibres sont marquées sur leur longueur et présentent des signes de déchirures. Ces constatations révèlent que l'impact aérodynamique mène à l'arrachement des fibres de carbone. Suite à ces

observations, le couplage fort entre la thermique et la mécanique est mis en évidence dans la dégradation du matériau composite renforcé d'un mat de carbone et un critère d'ablation basé sur contrainte à rupture locale, à une échelle mésostructurale centimétrique (représentative d'un agencement des fibres dans le mat sous forme de micro torons), est probablement pertinent pour analyser la cinétique d'ablation.

6. Bilan

L'influence du couplage aérothermique sur les dégradations engendrées par ablation sur un matériau composite est traitée à l'aide de deux bancs d'essais, l'un permettant une sollicitation à de hautes températures principalement et l'autre couplant les effets d'un jet chaud à haute vitesse. Dans les deux cas, la configuration d'ablation choisie est celle d'un jet impactant de façon normale une plaque plane, conditions les plus sévères pouvant être rencontrées. Dans cette configuration, l'architecture du matériau joue un rôle non négligeable. La décompression explosive subie par le matériau composite renforcé d'un tissu lors de l'exposition engendre un délaminage « par plis » des matériaux tissés 2D, ce phénomène n'étant pas observable lors d'une ablation purement thermique. Dans ce cas, le tissage amplifie l'effet de l'érosion mécanique du matériau qui prend le pas sur la dégradation thermique. A l'inverse, un matériau renforcé d'un mat subi une dégradation couplée: la résine est pyrolysée puis le matériau est arraché sous l'impact du jet chaud supersonique.

Les résultats de cette étude montrent les limites de la norme ASTM E285-80 en terme de caractérisation des propriétés ablatives de matériaux. En effet, les résultats pour un même matériau lors des essais sur le banc oxygène / acétylène sont différents.

En parallèle de ces travaux une étude numérique des phénomènes d'ablation est menée. L'objectif est de développer un outil de type « ingénieur » sous ABAQUS-CAE prenant en compte les dégradations engendrées par un flux de chaleur impactant une plaque plane. Le calcul de l'ablation repose sur la localisation des différentes zones de dégradations, zones recalées à partir des observations en coupe transverse en microscopie. Une approche mésoscopique est utilisée pour simplifier les étapes de calcul: les zones dégradées sont caractérisées par un taux d'avancement global des réactions chimiques de dégradation [10]. A chacune de ces zones sont attribuées des propriétés thermo-physiques variables avec la température. Un critère d'ablation basé sur un avancement critique de réaction est alors fixé, conduisant à considérer le matériau comme « ablaté » pour des avancements supérieurs à ce critère, et permettant alors de simuler numériquement l'évolution du front d'ablation par remaillages successifs.

Remerciements

MM. Damien Marchand et Guillaume Benoît (Institut Pprime, DPMM, Axe 3) sont remerciés pour leur assistance quant à la métrologie développée lors des essais. L'équipe « MARTEL » (MM. Henri Foulon, Christophe Auclercq et Julien Lebeau) est également remerciée pour son aide.

Références

- [1] AR. Bahramian, M. Kokabi., MH. Beheshty, MHN. Famili, "Thermal degradation process of resol type phenolic matrix/kaolinite layered silicate nanocomposite", *Iranian Polymer Journal*, Vol. 16, pp. 375-87, 2007
- [2] ASTM International, "Standard test method for oxyacetylene ablation testing of thermal insulation materials", *standard E 285 - 80*, 2002.
- [3] B. Laub, E. Venkatapathy, "Thermal protection system technology and facility needs for demanding future planetary missions", *International workshop on planetary probe atmospheric entry and descent trajectory analysis and science*, Lisbon, Portugal, 2003
- [4] JC. Cavalier, M. Dauchier, "Matériaux composites phénoliques ablatifs", *Techniques de l'Ingénieur*, AM 5 325
- [5] Z. Chen, D. Fang, B. Yan, "Comparison of morphology and microstructure of ablation centre of C/SiC composites by oxy-acetylene torch at 2900°C and 3550°C", *Corrosion science*, pp. 3132, 2008
- [6] G. Pulci, J. Tirillo, F. Marra, F. Fossati, C. Bartuli, T. Valente, "Carbon-phenolic ablative materials for re-entry space vehicles: Manufacturing and properties", *Composites Part A-Applied Science and Manufacturing*, Vol. 41, no 10, pp. 1483-90, 2010

- [7] B. Yan , ZF. Chen, JX. Zhu, JZ. Zhang, Y. Jiang, "Effects of ablation at different regions in three-dimensional orthogonal C/SiC composites ablated by oxyacetylene torch at 1800 degrees C", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 209, no 7, pp. 3438-43, 2009
- [8] J. Beaudet, J. Cormier, A. Dragon, M. Rollin , G. Benoit, "Ablation properties of C fibers and SiC fibers reinforced glass ceramic matrix composites based on a geopolymer precursor upon oxyacetylene torch exposure", *Composites Part A*, en cours de soumission.
- [9] S. Xuetao et al., "Microstructure and ablation properties of zirconium carbide doped carbon/carbon composites", *Carbon*, no 48, pp. 344-351, 2010
- [10] B. Yu, V. Till, K. Thomas, "Modeling of thermo-physical properties for FRP composites under elevated and high temperature", *Composites Science and Technology*, Vol. 67, no 15, pp. 3098-109, 2007