

# Densification rapide par caléfaction de matériaux composites carbonés et céramiques

Pierre Delhaes, Patrick David et Christian Robin-Brosse

**Résumé** Après une brève présentation générale des différents procédés d'obtention de composites carbone-carbone par infiltration en voie gazeuse, l'article décrit une nouvelle méthode utilisant un précurseur liquide, appelée « ébullition d'un film mince » ou « procédé de caléfaction », qui est ensuite comparée aux techniques usuelles. Les points forts de cette méthode tels qu'un raccourcissement important des durées de fabrication ainsi qu'un meilleur rendement en carbone sont mis en évidence, avec l'analyse des paramètres pertinents du procédé permettant d'évaluer les avantages et inconvénients en vue d'une industrialisation future.

**Mots-clés** Composites carbone/carbone, dépôt chimique et infiltration, pyrocarbones.

**Abstract** **Fast densification processes for carbon and ceramic composites**  
A general introduction of the different vapour infiltration processes developed to prepare carbon-carbon composites is presented. Then a novel method with a liquid precursor, called film boiling or calefaction technique is described and compared with the usual ones. It is shown how this technique is very attractive to prepare carbon and ceramic composites within a short processing time together with a higher carbon yield. Finally the pertinent parameters of this process to evaluate its advantages and drawbacks for a further industrial development are analysed.

**Keywords** Carbon/carbon composites, chemical vapor deposition and infiltration, pyrocarbons.

Les développements technologiques contemporains ont conduit à l'éclosion d'une science des matériaux de plus en plus finalisée et complexe. Un pas décisif a été franchi il y a environ un demi-siècle avec le passage de pièces monolithes à des composites qui reposent sur la complémentarité d'un système biphasique constitué de fibres et de matrices [1]. Parmi ces matériaux composites, notre intérêt porte sur les composites à matrice céramique (CMC) incluant le carbone comme élément constitutif des fibres et des matrices. Comme dans toutes les structures composites, la nature et l'architecture des renforts fibreux formant une préforme poreuse est un paramètre essentiel avec un remplissage optimal des espaces entre les fibres. Pour ce faire, les améliorations technologiques associées à l'optimisation des procédés d'élaboration et de mise en œuvre sont des verrous à franchir pour améliorer et étendre l'usage de ces nouveaux matériaux tels que les composites carbone/carbone (C/C). C'est dans ce contexte que l'amélioration des procédés de fabrication a été développée à partir d'une technique originale proposée par le CEA en 1981 [2]. Ce procédé repose sur la densification à haute température d'une préforme poreuse plongée dans un hydrocarbure liquide, ainsi que son extension possible à des matrices céramiques diverses [3].

Nous allons rappeler ci-après les principaux procédés d'élaboration incluant un bilan des études accomplies en France durant ces dernières années pour comprendre et améliorer le procédé de densification par caléfaction, et terminer par les possibilités d'industrialisation du procédé et ses domaines potentiels d'applications.

## Principaux procédés d'élaboration

La fabrication des composites C/C repose sur deux voies essentielles : d'une part l'imprégnation d'une préforme par un liquide précurseur, et d'autre part son infiltration par voie gazeuse, la seule technique présentée ici.

## Rappels sur les procédés d'infiltration par voie gazeuse

Le procédé de dépôt chimique en phase vapeur, ou « CVD » (« chemical vapor deposition »), est défini comme résultant de l'obtention d'un dépôt solide sur une surface chaude, massive et inerte (le substrat), par décomposition thermique d'un ou plusieurs précurseurs gazeux. De manière similaire, un dépôt réalisé au sein de fibres ou de tissus est appelé procédé d'infiltration, « CVI » ; il doit aussi prendre en compte la diffusion moléculaire des espèces chimiques dans les pores avec le rôle du rapport géométrique surface/volume [4].

De nombreux travaux ont porté sur les dépôts de pyrocarbones à l'état massif ou comme matrice d'un composite ; deux points essentiels sont à rappeler [5] :

- Les mécanismes de décomposition thermique de précurseurs hydrocarbonés gazeux et la formation résultante d'un film de carbone : des études complexes avec différents précurseurs (aliphatiques saturés ou pas et aromatiques) ont permis de mettre en évidence un comportement global basé sur des mécanismes radicalaires. Il faut distinguer principalement entre les nombreuses réactions chimiques en phase gazeuse et les réactions de surface, dissociation et recombinaison, conduisant à différents dépôts de pyrocarbone. Comme l'ont montré des études récentes [6], cette combinaison complexe de réactions en régime « CVD » peut être étendue en « CVI » et reliée aux différentes textures observées.
- Les mécanismes de formation des pyrocarbones et leurs caractérisations : de nombreux modèles de nucléation et de croissance ont été proposés [7] car les structures et textures formées sont multiples. En effet, ce sont des carbonés de types graphitiques, partiellement cristallisés, qui sont caractérisés comme des matériaux multiéchelles. Dans les dépôts de pyrocarbones anisotropes, les différentes études ont permis de distinguer entre les textures dites laminaire lisse (LL) peu

graphitables, laminaire rugueuse (LR) et laminaire régénéré (LRe) fonctions du type de nucléation et croissance, toutes deux graphitables à haute température. Ces derniers types sont recherchés pour les applications industrielles car ils présentent des densités intrinsèques optimales avec les meilleures caractéristiques physiques souhaitables.

### Comparaison des différents procédés

Un réacteur chimique est un système thermodynamique ouvert qui peut présenter différentes configurations avec un lit fixe ou fluidisé pour le substrat. Habituellement, on distingue deux types de réacteurs alimentés électriquement :

- les fours à parois chaudes, où les substrats sont placés dans une zone réactionnelle isotherme car les gaz et les parois sont à la même température ;
- les fours à parois froides, où seul le substrat est porté à haute température et la majeure partie des gaz réactionnels est non réactive.

Une représentation simplifiée des différents types de réacteurs est montrée sur la *figure 1* : tout d'abord le cas d'un four à parois chaudes (*figure 1a*) où les gaz sont en régime isotherme et isobare avec un débit contrôlé. Les autres possibilités, associées à des parois froides (*figures 1b* et *1c*), sont à gradients thermiques ou (et) de pression avec éventuellement une circulation forcée des gaz. Ces dernières méthodes d'infiltration présentent des efficacités accrues par rapport au procédé isotherme-isobare standard. Celui-ci permet un bon contrôle des paramètres expérimentaux mais avec un faible rendement en dépôt de carbone et un temps de fabrication de plusieurs centaines d'heures. Ces procédés offrent des avantages et des inconvénients associés à différents niveaux de compréhension et de maturité technologique nécessaires pour un développement industriel [8]. Ainsi dans le cas des systèmes à forts gradients, il va exister un front de dépôt qui va se propager vers l'extérieur dans la préforme à densifier. Ces nouveaux procédés à front de densification rapide sont réalisés à partir d'une phase gazeuse ou bien liquide : c'est le cas du procédé de caléfaction (*figure 1d*) examiné ci-après.

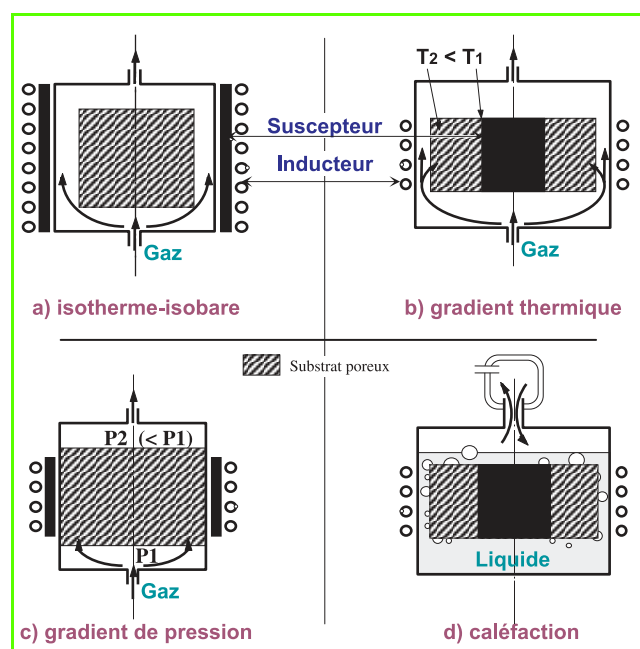


Figure 1 - Les principaux types de réacteurs CVI à chauffage par induction HF [5].

### Procédé de densification par caléfaction

Le procédé original, inventé et développé au CEA [2] et connu sous le nom de « Kalamazoo », repose sur le phénomène de caléfaction qui apparaît lorsqu'un liquide est au contact d'une paroi solide chauffée à une température supérieure à sa température d'ébullition. Les définitions associées à la caléfaction, dans un milieu libre ou confiné, sont résumées dans l'*encadré* en page 55. Le schéma de principe d'une installation type, avec un réacteur vertical de forme cylindrique, est présenté sur la *figure 2* où la partie centrale de la pièce est portée dans une gamme de température allant de 800 à 1 300 °C grâce à un système inductif d'alimentation électrique transférant son énergie sur un suscepteur en graphite massif. Les vapeurs du liquide, par exemple du cyclohexane porté à ébullition, sont craquées dans les parties les plus chaudes de la préforme entourant le suscepteur, et transformées par pyrolyse en carbone. Enfin, une partie des vapeurs qui ne subit pas de décomposition thermique est recondensée dans la zone haute du réacteur et seuls les gaz légers issus des réactions sont évacués au sommet de la colonne.

### Gradients thermiques et front de densification

Il faut d'abord indiquer que le procédé dépend de plusieurs séries de paramètres de fonctionnement :

- le type et les dimensions des réacteurs présentant une symétrie axiale avec un chauffage inductif (voir *figure 2*) ou résistif à l'échelle du laboratoire ;

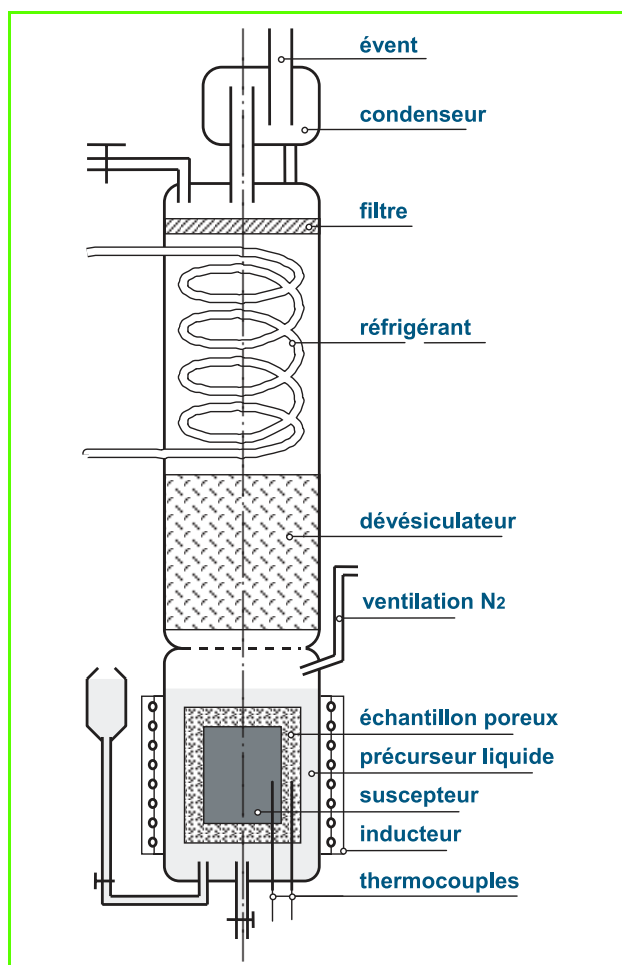


Figure 2 - Schéma de principe d'un réacteur de densification rapide [3].

- le précurseur hydrocarboné, en général un liquide à température ambiante, non toxique avec un point d'ébullition pas trop élevé (ex. : cyclohexane) ;
- la préforme fibreuse, qui dans les expériences de laboratoire est un feutre constitué de fibres de carbone ex-viscose désordonnées (densité apparente d'environ 0,1 seulement), ou bien une préforme ex-PAN aiguilletée « Novoltex » plus dense.

La première étude systématique a permis de montrer la présence d'un fort gradient thermique radial avec un saut de température important dans la zone de densification, contrôlé au centre de la pièce par l'énergie délivrée, et à l'extérieur par la température d'ébullition du précurseur (80 °C pour le cyclohexane). Les études cinétiques, effectuées entre 900 et 1 350 °C, ont montré une densification homogène jusqu'à 1 200 °C avec une énergie apparente d'activation de 220 kJ/mole. La qualité du dépôt de pyrocarbone laminaire apparaît assez analogue à celle obtenue par la méthode classique ; le résultat le plus marquant est une vitesse d'avancée du front de densification allant de 1 à 15 mm/h avec un rendement en carbone pouvant presque atteindre 50 % quand la température de dépôt croît [9]. Ainsi, le procédé apparaît 50 à 100 fois plus rapide que la technique CVI isotherme réalisée dans des conditions similaires (voir *tableau I*).

de densification donne une matrice homogène, avec la présence résiduelle de pores qui n'excède pas 10 % de la fraction volumique finale.

### Étude des paramètres chimiques

Plusieurs travaux ont été entrepris pour mieux comprendre l'influence de la nature du précurseur organique. Ce sont des hydrocarbures voisins du cyclohexane tels que le cyclohexène ou le cyclooctane [10], des aromatiques et leurs dérivés halogénés [11]. Dans ces études fondamentales, les analyses chimiques montrent un ensemble complexe de réactions difficiles à classer mais offrant des analogies avec les réactions en phase vapeur existantes en régime isotherme [6] ; les réactions hétérogènes de surface sont favorisées et sont responsables du meilleur rendement en carbone obtenu. Ainsi, une cinétique de dépôt avec un rendement plus élevé est observée pour les molécules aromatiques et pour leurs dérivés halogénés mettant en évidence le rôle des polyaromatiques dans le mécanisme de dépôt.

L'influence de quelques % de ferrocène mélangé au cyclohexane a permis de montrer un effet catalytique important [11]. En effet, la vitesse de dépôt à une température plus basse est accrue, mais c'est une matrice de pyrocarbone isotrope qui est infiltrée présentant des propriétés mécaniques insuffisantes.

### Analyse des paramètres physiques

Une autre série de travaux a permis de mettre en évidence le rôle essentiel des transferts de masse et de chaleur dans ces milieux poreux évolutifs. Pour ce faire, des mesures *in situ* de la température en divers points de la préforme ont été effectuées [9, 12] en fonction de la présence ou pas d'une membrane semi-perméable autour de la préforme fibreuse et du

choix de sa morphologie. Différentes observations ont montré que les conditions de dépôt pour optimiser le procédé en terme énergétique, mais également en contrôlant la texture du pyrocarbone obtenu, dépendent fortement de ces paramètres.

Caractéristiques	Procédés	
	CVI isotherme et isobare	Densification rapide
<b>1) Type de réacteurs</b>	Grandes dimensions Parois chaudes (jusqu'à un millier de préformes)	Dimensions réduites Parois froides (une dizaine de préformes sur un support)
<b>2) Paramètres du procédé</b>		
- pièces produites - précurseurs - durée d'infiltration - rendement en C	Mincés, grande taille possible Gaz naturel Plusieurs jours Quelques %	Épaisses, de géométrie simple Liquide (cyclohexane) Quelques heures Quelques dizaines de %
<b>3) Caractéristiques de la matrice carbonée</b>		
- vitesse de dépôt - type de texture	0,1 µm/h Homogène et dense (graphitable)	Jusqu'à 20 µm/h Porosité résiduelle et contrôle de la texture plus délicate

Les travaux suivants ont permis l'étude détaillée du front de densification sur une coupe de composite par microscopie optique en lumière polarisée (voir *figure 3*) montrant l'épaisseur du dépôt sur chaque fibre en fonction de la profondeur dans la préforme. L'avancée régulière du front étroit

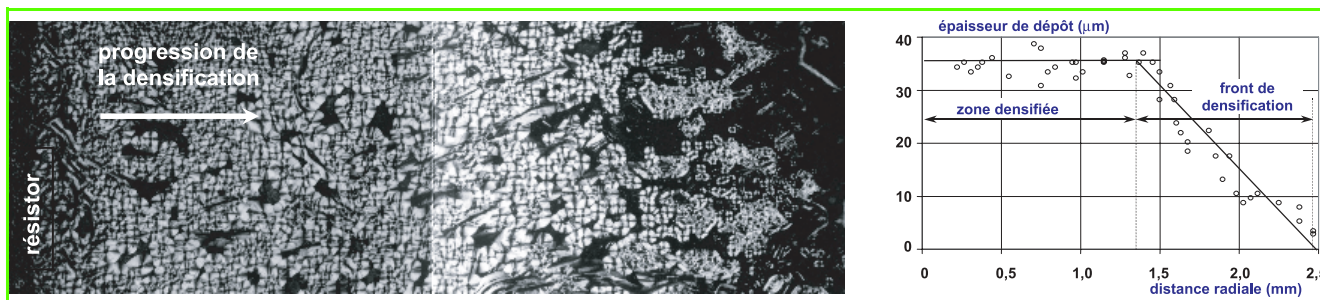


Figure 3 - Exemple d'un front de densification donnant l'épaisseur de dépôt en fonction de la distance radiale, obtenu à partir de l'analyse de microscopie optique sur une coupe de l'échantillon d'un feutre de carbone densifié [10].

## Le phénomène de caléfaction

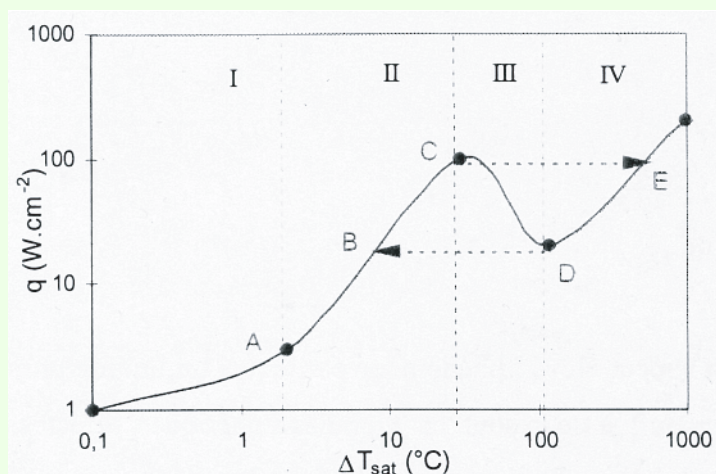
La définition simple du mot caléfaction est l'action de chauffer un liquide par une surface. Le phénomène a été analysé pour la première fois en 1756 par J.G. Leidenfrost qui a étudié les vitesses d'évaporation d'une goutte d'eau sur une plaque chauffée au-delà de la température d'ébullition. Si celle-ci est chauffée modérément, la goutte s'étale, forme un film avec une pellicule de vapeur et s'évapore rapidement. Néanmoins, sur une surface très chaude, la goutte reste sphérique, danse sur la plaque et s'évapore lentement, montrant ainsi un changement de régime d'évaporation. A partir de cette observation et des études postérieures, nous retiendrons les deux points suivants :

### • La courbe de Nukiyama

En 1934, cet auteur fournit une explication à ce phénomène en étudiant l'immersion d'un fil de platine chauffé électriquement dans l'eau. Il note le flux thermique  $q$  en fonction de la surchauffe  $\Delta T$  entre la température du fil et celle de l'eau et trace la courbe portée sur la figure ci-contre. L'allure de la courbe met en évidence l'existence de quatre régimes thermiques différents avec un phénomène d'hystérésis sur la branche CD instable (traits pointillés). Elle montre en particulier que le coefficient d'échange de chaleur  $h = q/\Delta T$  est beaucoup plus élevé en régime nucléé qu'en convection naturelle pour ensuite diminuer en régime transitoire, puis reprendre. Des modèles théoriques de ces différents régimes d'ébullition en milieu homogène décrivent complètement ces échanges.

### • L'ébullition en milieu poreux

Le transfert de chaleur en milieu poreux va dépendre de plusieurs paramètres liés également au squelette et à la nature du matériau poreux. D'une manière générale, un milieu poreux au contact d'une surface chauffée améliore le coefficient d'échange de chaleur lors de l'ébullition nucléée (régime II), augmente le flux critique et déplace les courbes d'ébullition de transition et d'ébullition en film vers les surchauffes élevées. En outre, en fonction de la forme et de la taille des pores, des zones biphasiques quasiment isothermes, avec coexistence de liquide et de gaz, seront présentes et importantes dans les processus de transferts thermiques.



Courbe de Nukiyama donnant le flux thermique  $q$  en fonction de la surchauffe  $\Delta T$ .

Les zones représentées sont : I la convection en phase liquide, II l'ébullition nucléée, III l'ébullition transitoire et IV l'ébullition en film de caléfaction.

### • Rôle d'un tissu en polytétrafluoroéthylène d'une épaisseur de 0,2 mm et stable jusqu'à 300 °C (« Goretex »®)

La présence de cette membrane entourant la préforme permet de repousser à l'extérieur la zone biphasique gaz et liquide, définie dans les modèles de caléfaction (voir encadré) ; seules les vapeurs pénètrent à l'intérieur du poreux, ce qui modifie le gradient de température et diminue la puissance électrique consommée pour faire fonctionner le réacteur [13].

### • Influence de la morphologie de la préforme fibreuse

L'utilisation d'une préforme aiguilletée « Novoltex » fabriqué par Snecma conduit à des conditions d'infiltration très différentes avec un gradient thermique en présence de « Goretex » très aplati, sans front réel, mettant en évidence le rôle d'échangeur thermique joué par la préforme. Une étude détaillée des échanges thermiques et de la puissance électrique nécessaire confirme que la puissance par unité de masse de carbone déposée est diminuée de 50 à 30 % en présence du tissu de « Goretex » [12].

## Caractérisation des matrices de pyrocarbone

Comme nous l'avons vu, différentes sortes de dépôts peuvent être obtenus en fonction du procédé employé et du jeu de paramètres utilisé. A partir de mesures pycnométriques, d'observations de microscopie optique en lumière polarisée, d'études plus fines en microscopie électronique

ou en microspectroscopie Raman [12], différentes « phases » peuvent être caractérisées. L'obtention des différentes textures laminaires dépend en partie du type de précurseur employé ; cependant, les paramètres physiques comme la pression ou le type de préforme [14] favorisent l'apparition des phases graphitables. Il est ainsi essentiel de contrôler *in situ* les paramètres évolutifs du procédé régissant les phénomènes de transport, masse et chaleur, pour obtenir une matrice homogène et présentant une porosité résiduelle minimale.

## Modélisation et optimisation du procédé

Dans ce type de réacteur à parois froides, il existe une séparation spatiale entre la zone de transport des réactifs vaporisés à travers la préforme et le front réactionnel mobile. L'étude de la dynamique de ce front, que l'on rencontre également dans les phénomènes d'ablation ou de tribologie [5], a été comparée au front de combustion d'une flamme [10]. Une approche phénoménologique est basée sur les couplages entre quatre paramètres : l'apport énergétique, les transferts de chaleur, l'ébullition dans les poreux et la compétition locale réaction/diffusion. L'analyse du front de densification a permis de montrer l'importance du flux de chaleur comme paramètre de contrôle du front qui, associé au flux de masse, doit conduire à une optimisation du procédé [15].

## Généralisation et industrialisation du procédé

### Composites à matrices céramiques

Le principe du procédé impose un susceptible conducteur de l'électricité pour recueillir la puissance électrique nécessaire et fonctionne bien avec une préforme constituée de fibres de carbone, mais la matrice peut être électriquement isolante. Plusieurs céramiques ont été réalisées telles que le carbure de silicium (SiC) et le nitrure de bore (BN) [16]. Le paramètre important est de sélectionner le précurseur de départ [9] ; il doit en effet remplir les critères déjà énoncés pour obtenir un dépôt avec la stœchiométrie finale désirée. Ce type de composites peut également être fabriqué en lit fluidisé [17] qui offre de futures possibilités à exploiter.

### Industrialisation du procédé

Ce procédé efficace a suscité l'intérêt de plusieurs industriels. Un transfert de technologie sous licence a été réalisé à partir de 1988 avec la société américaine Textron, conforté par la mise en place d'un pilote industriel au centre du CEA Le Ripault (Tours) pour étudier le procédé en dimensions réelles. A l'issue d'une phase d'évaluation en 1995, un accord cadre de développement a été signé avec la Snecma pour la mise au point de la densification de disques de freins d'avions et de véhicules terrestres. Ces études ont été accompagnées de l'analyse des propriétés des composites élaborés, avec en particulier leur comportement en friction et en usure.

Ce procédé a montré des avantages de souplesse et d'efficacité avec néanmoins des obstacles à éliminer pour une utilisation à grande échelle (voir *tableau I*). La comparaison doit également prendre en compte le coût énergétique et celui des matières premières pour fabriquer une pièce, ainsi que les conditions de fiabilité et de sécurité des procédés.

## Conclusion

Cette méthode de densification rapide par caléfaction à partir d'un liquide en ébullition et développée avec succès durant ces vingt dernières années, nous conduit à conclure sur deux points essentiels. Tout d'abord du point de vue fondamental, c'est une nouvelle classe de procédé qui a été étudiée avec la propagation d'un fort gradient thermique évolutif à l'intérieur d'un matériau poreux et l'existence d'un front réactionnel allant vers l'extérieur de la préforme. Les transferts de masse et de chaleur contrôlent les mécanismes de dépôts ; ils sont associés au phénomène de caléfaction que nous avons rappelé en *encadré*. Nous avons démontré que la maîtrise des paramètres opérationnels est nécessaire pour obtenir des matrices de pyrocarbones de textures définies homogènes. Ces pyrocarbones obtenus présentent des textures analogues à celles du procédé CVI classique, montrant ainsi que ces matrices constituent des phases métastables reproductibles dans ces systèmes hors équilibre thermodynamique [18].

Ce nouveau procédé offre des perspectives de développement industriel, notamment pour fabriquer des disques de freins d'avion. Cependant, il semble que son développement puisse s'effectuer plutôt pour de petites séries spécifiques. Deux directions apparaissent prometteuses : l'une est la réalisation de composites ou de revêtements à matrices céramiques comme avec le carbure de silicium, l'autre est le dépôt de pyrocarbone sur un substrat massif en utilisant par exemple la technique du lit fluidisé [19]. Cette approche est

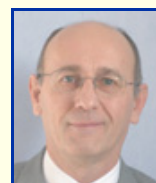
intéressante pour des biomatériaux ou éventuellement pour des revêtements de combustibles nucléaires.

### Références

- [1] Delhaes P., Olry P., *L'Act. Chim.*, **2006**, 295-296, p. 42.
- [2] Houdayer M., Spitz J., Tran Van D., Brevet français CEA n° 81 221163, 26 nov. **1981**.
- [3] Blein J., Bruneton E., David P., Damamme G., Houdayer M., Densification of C/C composites, *Chocs*, CEA-DAM, **2000**, p. 72.
- [4] a) Huttlinger K.J., CVD in hot wall reactors: the interaction between homogeneous gas-phase and heterogeneous surface reactors, *Adv. Mater. CVD*, **1998**, 4, p. 151 ; b) *Fibers and Composites*, série « World of Carbons », P. Delhaes (ed), Taylor & Francis, Londres, **2003**, chap. 4, p. 75.
- [5] Delhaes P., Chemical vapor deposition and infiltration processes of carbon materials, *Carbon*, **2002**, 40, p. 641.
- [6] a) Le Poche H., *Mécanismes chimiques de CVD/CVI de pyrocarbones laminaires issus du propane*, thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, **2003** ; b) Mouchon A., *Mécanisme de pyrolyse des hydrocarbures et de dépôt de carbone par CVD/CVI*, thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, **2004**.
- [7] a) Bourrat X., *Fibers and composites*, série « World of Carbon », P. Delhaes (ed), Taylor & Francis, Londres, **2003**, chap. 8, p. 159 ; b) Bourrat X. *et coll.*, Regenerative laminar carbons, *Carbon*, **2002**, 40, p. 2931 ; c) Bourrat X., *L'Act. Chim.*, **2006**, 295-296, p. 57.
- [8] Golecki I., *Fibers and composites*, série « World of Carbon », P. Delhaes (ed), Taylor & Francis, Londres, **2003**, chap. 6, p. 112.
- [9] a) Bruneton E., Narcy B., Oberlin A., C/C composites prepared by a rapid densification process, *Carbon*, **1997**, 35, p. 1593-1598 et 1599-1611 ; b) Narcy B., thèse de doctorat, Université de Lyon, **1996**.
- [10] a) Rovillain D., Trinquecoste M., Bruneton E., Derré A., David P., Delhaes P., *Carbon*, **2001**, 39, p. 1355 ; b) Rovillain D., Procédé de densification rapide et caractérisation de composites C/C, thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, **1999**.
- [11] Okuno H., Trinquecoste M., Monthieux M., Delhaes P., *J. of Materials Research*, **2002**, 17, p. 1904.
- [12] Delhaes P., Trinquecoste M., Lines J.-F., Coscululluela A., Goyhénèche J.-M., Couzi M., CVI of C/C composites: fast densification processes and matrix characterization, *Carbon*, **2005**, 43, p. 681.
- [13] David P., Rovillain D., Malon F., Delhaes P., Derré A., Trinquecoste M., Brevet français n° 0013921-**2000**.
- [14] Belorgey-Beaugrand S., Étude du procédé de densification rapide par caléfaction pour l'élaboration de composites C/C, thèse de doctorat, Université d'Orléans, **2000**.
- [15] Lines J.-F., Modélisation et optimisation du procédé de densification de composites C/C, thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, **2003**.
- [16] David P., Benazet J.D., Narcy B., Brevet français CEA n° 93 14182, 26 nov. **1993**.
- [17] Lackey W.J., Liquid fluidized bed coating process, *Carbon*, **1996**, 34, p. 1299.
- [18] Delhaes P., Attempts to CVI pyrocarbons: evidence for a spatial bistability, *Carbon*, **2003**, 43, p. 1093.
- [19] Jiang M.X., Lackey W.J., More K., Liquid reagent CVD of carbon. I-Processing and microstructure, *Carbon*, **2004**, 42, p. 1895.



P. Delhaes



C. Robin-Brosse



P. David

#### Pierre Delhaes

est directeur de recherche au Centre de recherche Paul Pascal de Bordeaux<sup>1</sup>.

#### Christian Robin-Brosse

est ingénieur de recherche à la Snecma<sup>2</sup>.

#### Patrick David

est ingénieur de recherche au CEA, Centre du Ripault<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> CNRS-Université Bordeaux 1, 115 avenue du Dr Albert Schweitzer, 33600 Pessac.

Tél. : 05 56 84 56 94.

Courriel : delhaes@crpp.u-bordeaux1.fr

<sup>2</sup> Laboratoire des composites thermo-structuraux, 3 allée de La Boétie, 33600 Pessac.

<sup>3</sup> Département « Matériaux », CEA-DAM, Centre du Ripault, 37260 Monts.