



Fibres : une forme de matière extraordinaire
adaptée à de multiples usages

Séminaire du 10 Juin 2024

*Les fibres font partie intégrante de tous les êtres vivants, des brins torsadés de l'ADN aux structures fibreuses complexes qui composent les plus grands mammifères. Il en va de même du monde végétal qui exploite au mieux cette géométrie si particulière - fine, longue et flexible - et qui confère aux plantes élasticité et résistance ; "Je plie, et ne romps pas" nous enseigne le roseau !
D'origines naturelles ou artificielles, les fibres permettent de former des matériaux innovants dotés d'un large éventail de propriétés.*

Tisser l'avenir : Fibres céramiques pour composites oxydes

Olivier Francy^a

^a Saint-Gobain Research Provence, Cavaillon

Un matériau composite à matrice céramique (CMC) résulte de l'association de filaments céramiques et d'une matrice céramique. On obtient ainsi un matériau multiphasique, capable de résister à des températures plus élevées que les meilleurs alliages métalliques, tout en possédant des densités nettement plus faibles, et sans présenter le caractère fragile des céramiques monolithiques. Suivant la nature des constituants, l'architecture du renfort et la taille de l'unité structurale, d'autres propriétés spécifiques peuvent être optimisées comme les résistances à l'usure, à la corrosion, la conductivité thermique, la réponse électromagnétique, etc.

Si les CMC ont trouvé dans un premier temps un champ d'application privilégié dans le domaine aéronautique et spatial, ils essaient progressivement vers d'autres secteurs industriels comme l'automobile, la métallurgie, la chimie... qui présentent des perspectives de développement plus rapides et moins risquées. Les enjeux actuels et futurs, sociétaux et/ou géopolitiques, renforcent encore l'attrait de ces matériaux : souveraineté militaire et énergétique, accès à l'espace, désensibilisation aux métaux critiques, nouvelles exigences environnementales des transports et de l'industrie.

C'est dans ce contexte que le groupe Saint-Gobain, en cohérence avec sa stratégie opérationnelle et environnementale, a décidé d'étendre son portefeuille de céramiques vers les fibres et CMC oxydes haute température. Un partenariat a ainsi été établi avec le DITF (Deutsche Institute für Textil & Faserforschung) pour porter à maturité et industrialiser la technologie de fabrication de fibre d'alumine développée par le DITF, qui dispose déjà depuis plusieurs années d'un pilote semi-industriel. Tout l'enjeu repose sur notre capacité à amener cette fibre au niveau de la Nextel[®]610 de 3M, référence du marché. La collaboration avec le Centre des Matériaux des Mines de Paris a justement pour but l'optimisation des performances de la fibre, notamment au travers de l'identification des défauts critiques, la compréhension des mécanismes de formation des microstructures, en lien avec le procédé.

Les Fibres Alumine : De la microstructure aux propriétés mécaniques

Juliette Redonnet^{a,b}, Sébastien Joannès^a, Marie-Hélène Berger^a, Olivier Francy^b

^a Mines Paris, Université PSL, Centre des Matériaux, Evry

^b Saint-Gobain Research Provence, Cavaillon

Les fibres céramiques continues et tissables constituent l'architecture de plusieurs matériaux composites à matrices céramiques (CMC). Déterminer leur performance est primordiale afin de pouvoir déterminer celle du composite. Pour développer une fibre alumine dont les propriétés thermomécaniques répondent aux spécifications requises pour les CMC oxyde, la relation entre les paramètres du procédé de fabrication, la microstructure des fibres et leurs propriétés mécaniques doit être parfaitement comprise et contrôlée. La flexibilité de fibres céramiques à module élastique élevée est possible grâce à des diamètres ne dépassant pas 10 μm . La haute résistance des fibres est assurée par une microstructure dense à l'échelle nanométrique et une chimie intra-granulaire contrôlée, ainsi que par l'optimisation de la taille et de la dispersion des défauts critiques.

Des observations MEB et MET jusqu'à l'échelle atomique ont permis d'observer la microstructure et les défauts présents dans les fibres afin d'identifier leur origine de formation au cours du procédé de fabrication. Des tests de traction mono-filamentaire dans un milieu visqueux ont permis d'éviter l'éclatement de la fibre lors de la propagation de l'onde de choc après la première rupture. Ainsi, nous avons pu localiser et récupérer le faciès de la rupture primaire, qui était jusqu'alors inaccessible. Les défauts observés sur les faciès de rupture ont mis en évidence des étapes critiques du procédé à contrôler.

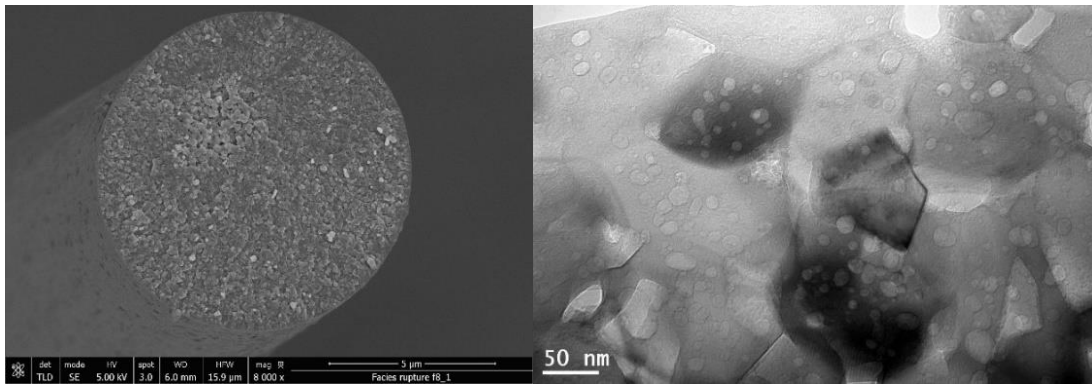


Figure 2 : Image MEB faciès de rupture d'une fibre

Figure 1 : Image MET BF microstructure d'une fibre

Deux types de défauts sont à distinguer. Premièrement, des défauts inférieurs à 100 nm distribués de manière homogène dans les fibres et qui se développent au cours de la transformation des précurseurs en alumine alpha. Ces défauts, s'apparentant à des porosités inter- et intra-granulaires (Figure 1), des phases secondaires plus légères, des conversions incomplètes des aluminés de transition ou une structure vermiculaire, abaissent la rigidité des fibres. Le second type de défauts sont des phases micrométriques poreuses constituées de grains peu frittés entre eux (Figure 2), distribuées de façon aléatoire dans les fibres et sont responsables de la rupture et de la large distribution des contraintes à rupture des fibres.

Etude de la durée de vie en sollicitation fretting de brins de cuivre émaillés

Mohamed Sahaoui^{a,b}, Pierre Arnaud^a

Paula Pérez Lopez², Mathilde Marchand Lasserre², Sébastien Joannès¹

a. Mines Paris, Université PSL, Centre des Matériaux (MAT), UMR7633 CNRS, 91003 Evry, France

b. Mines Paris, Université PSL, Centre Observation Impacts Energie (O.I.E.), 06904 Sophia Antipolis, France

MOTS CLES : *Machine électrique tournante, Bobines, Analyse du Cycle de Vie*

Qu'il s'agisse de moteurs ou d'alternateurs, les machines électriques tournantes sont à la base du déploiement du "vecteur électrique" présenté comme incontournable pour la transition énergétique. Les enroulements filamenteux sont la partie "active" des machines électriques tournantes et constituent près de 30% des défaillances [1] notamment du fait de défauts d'isolation. Dans une démarche de gestion durable, mieux maîtriser la durée de vie des enroulements et préciser les paramètres fondamentaux permettant l'optimisation environnementale des machines tournantes est capital. Ce travail s'inscrit dans l'un des quatre axes de recherche de The Transition Institute 1.5 (TTI.5) de MINES Paris – PSL (TTI.5) ; *Une planète électrique ?* questionnant la décarbonation qui passerait par une électrification massive. Une approche interdisciplinaire alliant sciences mécaniques & matériaux et sciences environnementales a été adoptée pour ces travaux. La finalité étant d'identifier les voies les plus favorables pour faire bénéficier l'analyse environnementale de l'éclairage du mécanicien.

Un modèle de durée de vie représentatif de l'enroulement au sein de l'environnement moteur, peut être établi. Les monobrins de cuivre qui composent l'enroulement sont émaillés, c'est-à-dire recouverts d'une fine couche d'isolant électrique. Leur bobinage produit des électroaimants (enroulements) nécessaires au fonctionnement des machines électriques. Des modèles de durée de vie ont été établis pour les émaux des monobrins de cuivre. Mancinelli et al. (2016) ont étudié la durée de vie des émaux pour des brins à section rectangulaire avec des contraintes thermiques puis mécaniques (vibrations). Ils ont montré que lorsque l'épaisseur de l'émail est suffisante pour empêcher la décharge partielle¹, sans imprégnation du moteur², la rupture est plutôt due aux dégradations liées aux contraintes mécaniques et thermiques (fragilisation, fissuration, décollement) et moins aux contraintes électriques [2].

Etant donné l'imperfection de l'imprégnation des machines électriques, des phénomènes de frottements réciproques de faible amplitude, ou fretting, peuvent advenir. Ceux-ci sont mentionnés comme étant l'une des premières causes de défaillance des enroulements filamenteux de machines électrique [3]. Des défauts d'alignement des monobrins (croisements) dus au procédé de bobinage des moteurs avec des zones où la résine d'imprégnation est absente (Figure 1) peuvent exister. Dans cette configuration, le contact n'est plus linéique et devient elliptique. Les efforts s'y concentrent et peuvent donner lieu à un endommagement des émaux conduisant au contact électrique et à la défaillance de la machine électrique.

¹ Rupture diélectrique de l'isolant électrique entraînant sa dégradation progressive.

² Application d'une résine isolante sur les bobinages du stator et du rotor de la machine électrique, qui pénètre dans les espaces entre les brins de cuivre.

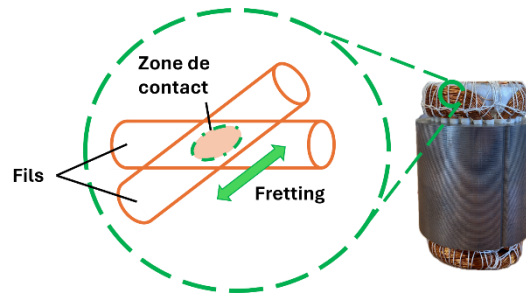


Figure 1 : Illustration des défauts d'enroulements causant des contacts inter fils elliptiques.

La méthodologie globale peut être décrite de la manière suivante. Une première étape de calcul numérique sur un volume élémentaire représentatif du bobinage permet d'accéder aux gammes de variation des efforts et amplitudes de déplacement subits par les monobrins de cuivre émaillé pour le moteur en fonctionnement. Ces gammes servent ensuite de bornes expérimentales pour la force normale et le déplacement appliqué pour les essais de fretting. En faisant varier les conditions d'efforts et de déplacement relatif il est possible d'accéder aux valeurs de durées de vie pour chaque combinaison de paramètres expérimentaux qui peuvent être ensuite présentés sous forme de courbe de Wöhler équivalente. Ensuite un modèle physique pourra être ajusté pour être en mesure de calculer des durées de vie en fonction de conditions expérimentales (effort normal, déplacements) données.

In fine, ces travaux serviront à alimenter une analyse de cycle de vie (ACV)³ de la machine électrique tournante. Pour ce type d'analyse il faut en effet modéliser les flux de matières et d'énergie nécessaire à l'accomplissement des différentes étapes du cycle de vie de la machine. Pour calculer ces quantités, un certain nombre de relations mathématiques sont nécessaires. L'une d'elles étant celle qui relie la durée de vie aux différents paramètres matériau et fonctionnement machine.

Références

- [1] A. Siddique, G. S. Yadava, and B. Singh, 'A review of stator fault monitoring techniques of induction motors', *IEEE Transactions on Energy Conversion*, vol. 20, no. 1, pp. 106–114, Mar. 2005, doi: 10.1109/TEC.2004.837304.
- [2] P. Mancinelli, S. Stagnitta, and A. Cavallini, 'Lifetime analysis of an automotive electrical motor with hairpin wound stator', in *2016 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*, Oct. 2016, pp. 877–880. doi: 10.1109/CEIDP.2016.7785538.
- [3] G. C. Stone, M. Sasic, D. Dunn, and I. Culbert, 'Recent problems experienced with motor and generator windings', in *2009 Record of Conference Papers - Industry Applications Society 56th Annual Petroleum and Chemical Industry Conference*, Sep. 2009, pp. 1–9. doi: 10.1109/PCICON.2009.5297173.

³ L'ACV (Analyse du Cycle de Vie) est une méthode pour l'étude des impacts environnementaux d'un produit ou d'un système tout au long de son existence

MECHANICS OF ANISOTROPIC PVA HYDROGEL FIBERS AS BIOMIMETIC SOFT TISSUE SUBSTITUTES

Andréa DIAZ COLINA^{a,b}, Laurent CORTE^a, Yannick TILLIER^c

^a Mines Paris, Université PSL, Centre des Matériaux, Evry

^b ESPCI, Université PSL, C3M, Paris

^c Mines Paris, Université PSL, Centre de mise en forme des matériaux, Sofia Antipolis ESPCI

Keywords: Polyvinyl alcohol, Hydrogel fibers, Anisotropic hydrogel, Biomimetic materials, Soft tissue reconstruction

Synthetic polyvinyl alcohol (PVA) hydrogels are interesting materials for soft tissue reconstruction due to their biocompatibility and adjustable mechanical properties. In particular, their tensile response can be greatly enhanced by orienting their semi-crystalline network to obtain anisotropic hydrogels.[1] Assemblies of highly anisotropic PVA hydrogels in the form of fibers were shown to reproduce the water content, dimensions, and tensile response of the human ligament. [2] In this work, we study the role of the network anisotropy in the mechanical behavior of PVA hydrogels. For that, we compare anisotropic PVA hydrogel fibers to isotropic PVA hydrogel films having similar crystallinity ($53 \pm 3\%$) and equilibrium water content ($59 \pm 2 \text{ wt}\%$). Uniaxial tensile tests were performed on single hydrogel fibers and hydrogel films in water at 20°C and 37°C . The systems exhibited very different non-linear viscoelastic behaviors. For low tensile strains (0-20%), anisotropic hydrogel fibers were significantly stiffer than isotropic hydrogel films, with Young's moduli of $13.5 \pm 2.5 \text{ MPa}$ and $2.7 \pm 0.3 \text{ MPa}$, respectively. For large strains, the tensile responses differ even more. The isotropic hydrogel films softened considerably above 50% strain with a high elongation at break of 300% and tensile strength of $2.8 \pm 0.4 \text{ MPa}$. On the contrary, the anisotropic hydrogel fibers exhibited a marked non-linear stiffening similar to that of biological tissues with a tensile modulus increasing up to 40 MPa and tensile strength values (20-30 MPa) close to those of human ligaments (20-40 MPa). Moreover, cyclic loading tests for strains under the elastic limit show that single fibers undergo a softening after the first cycle but fully recover their pristine behavior after a few hours rest. However, above the elastic limit, the recovery is incomplete. The softening and self-recovery phenomenon are well explained by the dissociation and reformation of weak reversible hydrogen-bonds in the swollen phase of the hydrogel. These anisotropic fibers are promising building blocks for the design of durable tissue substitutes capable of withstanding physiological fatigue loadings representative of ligament biomechanics.

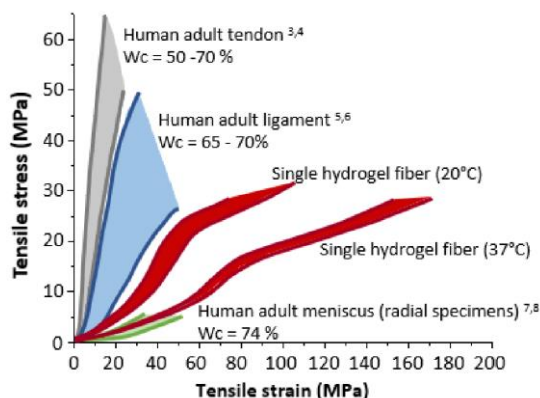


Figure 1 : Tensile response of single hydrogel fibers at 20°C and 37°C compared to the range of response of human osteoarticular soft tissues (Wc : equilibrium water content)

References:

- [1] Liang et al., *Advanced Materials*, 33(30), 2021.
- [2] Bach et al., *J. Biomech.*, 46(8), 1463-1470, 2013.
- [3] Johnson et al., *J. Orthop. Res.*, 12(6), 796–803, 1994.
- [4] Lozano et al., *Sci. Rep.*, 9(1), 7887, 2019.
- [5] Woo et al., *J. Biomech.*, 39(1):1-20, 2006.
- [6] Criscenti et al., *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 54, 141-148, 2016.
- [7] Tissakht & Ahmed, *J. Biomech.*, 28(4), 411-422, 1995.
- [8] Aagaard & Verdonk, *Scand. Med. Sci. Sports.*, 9(3), 134-140, 1999



Vous pouvez nous contacter :

- Par courrier postal :

Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt
Mines Paris
CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Evry, France

- Par téléphone : +33 (0)1 60 76 30 00
- Par courrier électronique : semteam@mat.mines-paristech.fr
- Site web : <https://www.mat.minesparis.psl.eu/seminaires/>

Equipe séminaire :

Eliott DEGUILLES et Clémence PINOT (organisation du séminaire Fibres)
Samuel EL HADDAOUI, Louise MARIOTON, Ayoub EL-HABYB, Mohammed FARTAS