

LES PROGRAMMES DE MICROGRAVITE

LES MATERIAUX DANS L'ESPACE

A. Authier

Laboratoire de Minéralogie Cristallographie, associé
au CNRS, Université Pierre et Marie Curie, Paris -

L'IMPORTANCE DE LA SCIENCE DES MATERIAUX DANS LA TECHNOLOGIE MODERNE

Toute la technologie moderne repose sur l'utilisation de matériaux nouveaux à propriétés spécifiques très particulières, électriques, magnétiques, optiques, mécaniques :

- matériaux (en particulier, semiconducteur) pour l'électronique et la micro-électronique, l'opto-électronique, d'une manière générale, le traitement et le transport de l'information soit par voie électrique, soit par voie optique.
- matériaux pour la conversion de l'énergie : conversion de l'énergie solaire en énergie électrique, détecteurs, conversion de l'énergie mécanique en énergie électrique et réciproquement, conversion de l'énergie chimique en énergie électrique et réciproquement, etc...
- matériaux pour le stockage de l'énergie, hydrures, etc...
- matériaux magnétiques, super-aimants, etc...
- matériaux à propriétés mécaniques particulières, alliages spéciaux, verres, composites, polymères, etc...

La structure réelle de ces matériaux et leurs défauts, chimiques ou cristallins, affectent en général leurs propriétés spécifiques. La mise au point d'une technologie de préparation d'un matériau comporte donc nécessairement la répétition d'une boucle :
"Élaboration ↔ caractérisation ↔ relation structure réelle - propriétés"

jusqu'à ce que soient optimisées les conditions de la fabrication en fonction des spécifications du produit.

Cette mise au point est souvent très longue et requiert un très grand nombre d'essais : ce n'est pas une expérience unique, aussi bien connue soit-elle, qui peut permettre de démontrer la faisabilité d'un matériau ou en révéler une propriété exceptionnelle. Il y a deux aspects à cette mise au point : l'un est technologique, l'autre fondamentale, compréhension des mécanismes de croissance, de la genèse des défauts au cours de la croissance ou de la préparation, du rôle des défauts sur les propriétés du matériau. Ces deux phases, technologique et fondamentale, se déroulent en général en parallèle mais de manière très imbriquée, la première devant se plier à des impératifs chronologiques.

La science des matériaux comporte donc à la fois l'étude des processus au sein de la matière, la découverte de nouveaux matériaux,

leur caractérisation et l'amélioration sans cesse renouvelée des conditions de leur fabrication.

LE ROLE DE LA MICROGRAVITE EN SCIENCES DES MATERIAUX

De quelle manière une gravité très réduite peut-elle affecter l'élaboration des matériaux ? Il est clair que les forces de pesanteur sont négligeables par rapport aux forces de liaison interatomiques au sein d'un solide et que, sauf éventuellement au voisinage d'un point critique, on ne doit pas s'attendre à ce que la gravité ait une influence sur la structure *idéale* d'un solide.

En revanche, la gravité agit fortement sur les fluides par l'intermédiaire de la densité et intervient en concurrence avec d'autres forces agissant sur les fluides telles que la tension superficielle.

Comme, mis à part les réactions à l'état solide, les matériaux solides sont élaborés au sein d'une phase fluide ou d'un mélange de phases (phase vapeur, bain fondu, solution etc...), on peut s'attendre à ce que la pesanteur, qu'elle soit beaucoup plus faible ou plus forte que la gravité terrestre, affecte les propriétés du milieu de croissance et la structure *réelle* du matériau.

a - Croissance de monocristaux

La croissance d'un cristal s'effectue grâce à des transferts de masse qui peuvent se faire soit par diffusion, soit par convection. En général, sur terre, les deux mécanismes sont présents simultanément et il est difficile de les séparer. Or, il est bien connu que les convections sont à l'origine de nombreux défauts. Les transferts de masse par convection donnent lieu à des mouvements macroscopiques du fluide et peuvent donc provoquer en un point des sauts de sursaturation importants qui peuvent être à l'origine de nombreuses nucléations parasites ; de plus, les courants de convection peuvent entraîner au niveau du cristal, des impuretés qui se ségrègent alors sous forme de bandes de croissance. Il a également été montré qu'une croissance sous convection forcée entraîne la formation de dislocations et d'inclusions liées au flux de solution. La présence de courants de convection mal contrôlés est donc à éviter, ce qui n'est pas toujours possible selon les conditions hydrodynamiques et thermiques du milieu de croissance. Comme la gravité est l'une des origines principales de la convection (mais non la seule), on peut penser que l'on peut en réduire considérablement les effets néfastes par une croissance en microgravité.

D'autre part, lorsque la croissance se fait à partir d'éléments de masses spécifiques très différentes, on peut espérer augmenter sensiblement l'homogénéité chimique du matériau en réduisant la gravité.

b - Elaboration d'un solide comportant plusieurs phases

Lors de la solidification d'un alliage à partir de composants non miscibles, de mousses métalliques légères, de composites comportant des phases de densités très différentes, la gravitation s'oppose à l'obtention de phases dispersées homogènes. Pour tous ces matériaux, la microgravité présente donc a priori des avantages irremplaçables.

c - Elaboration sans creuset

L'absence de gravité permet, grâce à des systèmes de lévitation appropriés, de réaliser une cristallisation à partir du bain fondu sans que le liquide ni le cristal ne touche un creuset. Ceci peut présenter des avantages considérables soit pour éviter la contamination du matériau par des impuretés venant du creuset soit lorsque le matériau à fabriquer est très réactif comme dans le cas d'alliages magnétiques à base de terres rares.

d - Propriétés hydrodynamiques des fluides

Sur terre, les forces de gravitation se surajoutent à d'autres, telles les forces de tension superficielle, et il est difficile d'étudier les propriétés de ces dernières indépendamment des premières. Il est donc particulièrement intéressant d'étudier les propriétés hydrodynamiques des fluides en impesanteur. Ces études peuvent avoir des retombées technologiques très variées, comme par exemple l'étude des zones flottantes ou de la croissance cristalline à partir de gouttes fondues sans support. D'autre part, l'étude expérimentale des conditions hydrodynamiques du milieu de croissance et sa modélisation mathématique sont des préalables indispensables à la préparation d'expériences de croissance cristalline.

e - Mesures de paramètres physiques

Certains paramètres physiques tels que les coefficients de thermodiffusion sont difficilement accessibles sur terre parce que les effets gravitationnels viennent toujours se superposer aux effets à étudier (par exemple, étude de l'effet SORLET).

Les paragraphes précédents montrent que l'on peut distinguer l'élaboration proprement dite de matériaux en microgravité, intéressante parce que l'on peut obtenir des matériaux, soit plus parfaits, soit nouveaux et les expériences des sciences des matériaux en microgravité qui ont pour objet de mieux comprendre les propriétés des fluides et les mécanismes de l'élaboration des matériaux et de la genèse de leurs défauts.

HISTORIQUE DES EXPERIENCES EFFECTUEES EN MICROGRAVITE

Cela fait plus de dix ans que l'utilisation de l'impesanteur en élaboration des matériaux a été évoquée et les premières expériences préparées. Les premières expériences ont été effectuées par les américains à bord du satellite Skylab, par les soviétiques à bord des stations Saliout,

par les américains et les soviétiques conjointement lors du vol Apollo Soyouz en 1975. Depuis cette date, il n'y a plus eu d'expériences à bord d'un satellite américain alors que les soviétiques ont mené des expériences d'abord seuls puis en coopération avec les allemands de l'Est, les tchèques, les polonais et les français (programme ELMA 1). Le nombre d'expériences effectuées par les américains est donc très limité (moins de 30 au cours du vol ASTP) et celui des français de moins de 10.

En dehors des expériences effectuées à bord de satellites, il y en a eu, en nombre plus élevé, au cours de vols très courts : chute dans des tours, avions, fusées (on remarquera, en particulier, les programmes américains, allemands, suédois en fusées sondes).

Les expériences effectuées en microgravité sont donc jusqu'à présent limitées et fragmentaires et pour nombre d'entre elles (en particulier celles à bord des stations soviétiques) dans des conditions rustiques au cours desquelles les paramètres thermiques notamment sont mal connus. Par suite de la non répétition des expériences et de la méconnaissance dans beaucoup de cas des conditions de celles-ci, il faut être prudent dans la généralisation des résultats observés.

Ces résultats, s'ils ne sont pas toujours significatifs, sont tout de même encourageants et vont dans le sens espéré : moins de nucléations, plus grande homogénéité chimique, moins de défauts. Il a été observé des vitesses de croissance plus élevées que sur terre, ce qui n'était pas attendu et, d'une manière générale, des macrostructures différentes de celles observées sur terre.

En tout état de cause, l'ère des expériences "pour voir" est maintenant révolue. Les matériels préparés pour les prochains vols Spacelab sont très sophistiqués et les conditions des expériences seront parfaitement connues et contrôlées. Les futurs fours soviétiques seront également mieux équipés et, en particulier grâce à la coopération avec la France et l'étalonnage qui sera effectué au cours du vol du spationaute français, les conditions thermiques seront connues avec une précision beaucoup plus grande.

CONDITIONS D'UN PROGRAMME SPATIAL EN SCIENCES DES MATERIAUX

a - Conditions thermiques

Le point le plus important est d'assurer la répétitivité des expériences, le contrôle de tous les paramètres de l'expérience pendant le vol, en particulier thermiques et accélérométriques. L'expérience doit être conduite de telle façon que la comparaison soit faite dans chaque cas entre les résultats de deux expériences effectuées de manière parfaitement identique pour tous les paramètres sauf la gravité, l'une au sol, l'autre en microgravité.

D'autre part, pour chaque type d'expérience, il faudra déterminer le seuil minimum du taux moyen de la gravité résiduelle à partir du-

quel une différence apparaît entre les résultats obtenus à terre et en vol, de même pour la fréquence et l'amplitude des fluctuations de gravité et pour l'orientation de l'échantillon dans le champ de gravité résiduelle.

En tout état de cause, les conditions optimales pour une expérience d'élaboration des matériaux en microgravité nécessiteront que la gravité résiduelle et ses fluctuations restent en dessous d'un certain niveau pendant des durées qui peuvent être très longues pour la croissance de gros cristaux. Il est clair que, dans cette optique, les stations automatiques présentent un très gros avantage par rapport aux stations habitées. D'autre part, les exigences de sécurité tendent à compliquer de manière très coûteuse les équipements, ce qui renforce les inconvénients des stations habitées. Il me paraît certain que si, dans la phase initiale de la recherche (expériences pour voir, études de processus) l'intervention de l'homme peut présenter un certain intérêt, l'avenir du développement de l'élaboration des matériaux dans l'espace passe par l'utilisation de stations automatiques.

b - Principes

Une fois démontré que la microgravité a effectivement une influence sur la structure ou la nature des matériaux élaborés en apesanteur, deux voies s'ouvrent à la recherche.

La première, fondamentale, concerne, comme il a été dit plus haut, la compréhension de mécanismes et de processus et la mesure de paramètres physiques ou physicochimiques.

L'autre, technologique, concerne la recherche des applications. Ces applications peuvent être directes ou indirectes. Les unes sont associées à la fabrication effective de matériaux qu'il est impossible d'obtenir sur terre et qui sont utilisables en petites quantités ; elles ne sont pas envisageables dans un avenir proche. Les autres, beaucoup plus importantes à court terme, sont liées à la fabrication sur terre de matériaux à performances plus élevées dont la faisabilité aura été démontrée à bord de satellites ou dont la technique d'élaboration sera la conséquence des connaissances acquises lors d'expériences en microgravité.

c - Programme Scientifique

Les champs d'investigation scientifique s'imposent d'eux-mêmes et se retrouvent à peu près de la même façon dans les programmes de toutes les nations engagées dans la préparation d'expériences de sciences des matériaux en microgravité. Ceux du programme américain sont, par exemple :

- Croissance cristalline
- Métaux, alliages et composites
- Verres, céramiques et réfractaires

- Processus de transport et phénomènes chimiques dans les fluides
- Processus en ultra-vide et en absence de creuset
- Bio-élaboration.

Les cinq premiers chapitres recouvrent le cadre dans lequel se situe l'effort français. On trouvera dans les rapports de la NASA ou de l'Agence Spatiale Européenne de bonnes descriptions de ces domaines de recherche.

EFFORTS DES AUTRES PAYS - OPPORTUNITES DE VOL

Les pays fortement engagés dans la Science des Matériaux dans l'espace sont, d'abord, les Etats-Unis et l'Union Soviétique puis l'Allemagne et la France. A titre de comparaison, les budgets respectifs français, allemand et américain de soutien aux expériences sont de 20 MF, 80 MF et 120 MF (1), le nombre d'expériences américaines soutenues par la NASA est supérieur à 100. Il comporte une grande proportion d'expériences au sol dont on ne peut savoir en l'état actuel des choses si elles déboucheront sur des expériences spatiales mais qui sont soutenues à cause de leur caractère fondamental. Les allemands ont, d'autre part, contribué de manière majoritaire à la construction de Spacelab au sein de l'Agence Européenne et ont l'intention d'affréter pour leur propre compte un vol de Spacelab (mission D 1). Ces pays sont suivis du Japon qui a un programme ambitieux à caractère fortement technologique et qui s'apprête également à affréter un vol de Spacelab puis, plus loin, de la Suède qui a un programme de fusées, de l'Italie qui a construit le module de Physique des Fluides de la première charge utile de Spacelab, et des autres pays européens (membres de l'Agence Spatiale Européenne dont la contribution est plus faible) et des pays de l'Est qui ont une coopération avec l'Union Soviétique et ont déjà effectué des expériences à bord de SALIOUT 6 : R.D.A., Pologne, Tchécoslovaquie.

La France a déjà effectué cinq expériences (programme ELMA 1) à bord de SALIOUT 6 et a préparé 9 expériences qui seront embarquées dans la première charge utile de Spacelab. Une série de 8 expériences a été acceptée par les Soviétiques pour la deuxième tranche du programme ELMA (ELMA 2).

En attendant la période où la France pourrait envisager l'utilisation des moyens de lancement lourds qu'elle a contribué à créer pour mettre en place une plate-forme récupérable, nous resterons tributaires des stations soviétiques et américaines. Les différentes opportunités de vol qui s'offrent à la France à court et moyen termes sont donc les suivantes :

- Continuer la coopération franco-soviétique. Les conditions de vol sont relativement rustiques mais offrent la possibilité de la répétitivité au cours d'une campagne donnée. Les vols sont gratuits, mais il est clair que le développement d'équipements lourds multi-usages français à bord de stations soviétiques faciliterait grandement notre accès aux

(1) Incluant globalement les dépenses de personnel

moyens soviétiques. L'effort soviétique au départ tourné trop rapidement vers les applications directes (semiconducteurs, par exemple) est maintenant mieux recentré dans une perspective plus scientifique et plus fondamentale et la participation de scientifiques venant d'autres Instituts que l'IKI est de plus en plus grande, mais le choix des matériaux montre que les applications restent une motivation essentielle.

- Proposer une expérience française auprès de la NASA dans le cadre de la coopération scientifique soit pour l'un des systèmes automatiques tels que le MEA (Materials Experiment Assembly) qui sont embarqués dans la soute et vers lesquels la NASA se tourne de plus en plus, soit pour l'un des équipements très sophistiqués que les américains ont développés pour le Spacelab et qui pourra utiliser la présence de l'homme à bord. C'est ainsi que les français ont été sollicités pour proposer une expérience de croissance cristalline en solution pour le Système d'Expérimentation des Fluides américain (F.E.S.). Ce système, doté d'un appareil holographique, permettra de suivre la croissance d'un cristal et les transports de matière au sein de la solution pendant cette croissance.
- Préparer en collaboration avec les américains, un équipement lourd français. C'est le cas, par exemple, de MEPHISTO, pour l'étude d'alliages.
- Acheter un ticket de vol aux américains soit pour embarquer un équipement français, soit pour embarquer une boîte noire suivant l'une des différentes formules prévues par les américains.
- Participer à une mission européenne, de l'Agence, ou allemande, en utilisant soit l'un des équipements construits pour la première charge utile du Spacelab, soit des équipements nouveaux.

L'EFFORT QUE LA FRANCE DOIT FOURNIR SI ELLE VEUT DEVELOPPER UN PROGRAMME COHERENT EN SCIENCES DES MATERIAUX DANS L'ESPACE

La Science des Matériaux dans l'espace est un domaine tout neuf dont on peut à peine dire que l'exploration a commencé. Aussi bien du point de vue scientifique que technologique, tout porte à croire qu'il est très prometteur et l'effort très important consenti à son égard par les grands pays industriels (U.S.A., U.R.S.S., R.F.A., Japon), est révélateur des espoirs portés par les spécialistes et les administrations de ces pays.

C'est précisément parce qu'il n'y a pas encore eu de résultats véritablement significatifs dans ce domaine et qu'il représente un pari sur l'avenir, que la préparation d'un programme d'élaboration des matériaux en microgravité comporte des risques très importants.

Si l'on veut réduire au maximum ces risques et tirer le meilleur parti possible des résultats à venir, il faut que l'effort consenti ait une taille critique minimale : les expériences doivent être répétitives et effectuées dans des conditions parfaitement définies avec tout un ar-

senal de contrôles et de mesures, une préparation au sol tant expérimentale que théorique (en particulier, à l'aide de modélisations) très développée. Il faut, d'autre part, que la gamme de matériaux sur lesquels portera l'expérimentation soit la plus large possible car on ne peut savoir pour l'instant ceux qui se révéleront les plus rentables.

Si un pays souhaite avoir une politique et un programme sérieux en sciences des matériaux dans l'espace, il faut donc qu'il s'en donne les moyens et se dote de l'outil nécessaire dont l'importance est à comparer, par exemple, à l'effort fait en diffraction des neutrons avec l'ILL ou en rayonnement synchrotron avec LURE. Pour la France, ceci signifie, d'une part, que l'effort devra être pris en charge non seulement par le C.N.E.S. mais aussi par le C.N.R.S. et la D.G.R.S.T., d'autre part, que l'engagement de la communauté scientifique devra être nettement plus important qu'à l'heure actuelle.

La recherche en Sciences des Matériaux dans l'Espace doit être reconnue comme l'un des domaines prioritaires. On peut estimer qu'actuellement il n'y a plus d'une vingtaine de chercheurs permanents plus quatre boursiers C.N.E.S. et quelques techniciens du C.E.N.G. et du C.N.R.S. Seul, un laboratoire en France a un engagement majeur, le reste étant représenté par quelques chercheurs de 4 ou 5 laboratoires différents. Ceci est tout à fait insuffisant et ne permet pas à la France de tenir la place qu'elle devrait occuper. Ce nombre doit, à mon avis, être multiplié par 3 ou 4 au cours des années à venir, de façon à ce qu'il y ait en France dans une dizaine de laboratoires des équipes ayant la taille critique et constituées chacune de plusieurs chercheurs et techniciens à plein temps.

Il est clair que le développement doit être progressif et qu'il ne s'accélérera véritablement qu'en 1983-1985 après que les résultats d'ELMA 2, de la F.S.L.P. et des premiers vols américains aient pu commencer à être dépouillés mais c'est dès maintenant que les équipements lourds français qui devront alors être utilisés et représenter une génération nouvelle, doivent être conçus.

SOMMAIRE DES RESULTATS OBTENUS JUSQU'EN JUIN 1981 LORS DES PREMIERES EXPERIENCES FRANCAISES REALISEES EN MICROGRAVITE

- 1 - Expérience d'élaboration de composition non miscible Al-In en phase dispersée effectuée lors du tir SPAR (coopération NASA) le 21 janvier 81.

Il a été montré pour la première fois la possibilité de réaliser une phase dispersée bien que celle-ci soit encore imparfaitement homogène. La reconduction de l'expérimentation est planifiée par la NASA.

2 - Expériences réalisées dans le cadre du programme ELMA 1 (en coopération URSS) au cours de 1979 à bord de la station SALIOUT 6 avec les fours soviétiques KRISTALL et SPLAV (7 thèmes expérimentaux).

- Les expériences de croissance par transport en phase vapeur (germanium et oxyde de vanadium) bien que réalisées dans des conditions non nominales ont montré un accroissement de la taille des cristaux et une grande perfection des surfaces libres relativement aux mêmes expériences au sol. Cela avait été constaté lors des expériences précédentes en phase vapeur.
- Les expériences de croissance cristalline sur "substrats linéaires" éliminant le contact avec des parois) se sont avérées faisables avec les conditions de microgravité du véhicule.
- Lors d'expériences de croissance en solution on a constaté un accroissement inattendu de la vitesse de croissance (2,5 fois) par rapport aux expériences sol (Ga-As en solution Ga) et par ailleurs une sensible amélioration de la qualité cristalline (taux de dislocations). Des striations en structure fine non parallèles aux directions de croissance ont été relevées (Ga In P en solution In). Ce phénomène n'est pas observé dans les expériences au sol et on s'efforce actuellement de l'interpréter.
- Des expériences de solidification dirigée d'alliages à base d'aluminium et d'étain faiblement alliées, on a pu tirer quelques conclusions très importantes:
 - a) avec les conditions réalisées thermiquement, l'interface de solidification est destabilisée; cette destabilisation atteint un degré plus élevé en impesanteur qu'au sol; il s'ensuit des structures typiques de grande taille distribuées de façon particulièrement régulière.
 - b) l'incorporation dans le solide du constituant mineur s'effectue sans ségrégation observable, ce qui établit qu'un processus en diffusion pure a pu être réalisé en régime thermique stationnaire ; ces conditions n'avaient pu être effectivement obtenues dans les expériences précédentes.

La possibilité de réaliser des matériaux à constitutants répartis de façon très homogène (ex. cristaux dopés) en solidification dirigée en impesanteur peut donc être considérée comme acquise.
 - c) les orientations cristallines (facettage) systématiquement différentes de celles observées dans toutes les expériences sol suggèrent que celles-ci sont gérées selon un mode propre qui dépend des conditions à l'interface solide-liquide.
- Les expériences d'élaboration de matériaux magnétiques (Nd Co, Ce Mn) n'ont pas donné les résultats que l'on pouvait espérer; cependant, on a pu observer un accroissement de la taille des cristaux élémentaires délimitant les domaines magnétiques (Nd Co). ce qui va dans le sens de l'amélioration des propriétés recherchées. D'autre part, on a constaté un affaiblissement des réactions avec le creuset; cet effet (favorable) est à rattacher aux nombreuses constatations antérieures faites sur les interactions solide-liquide en impesanteur dont on explique mal les singularités.

CONCLUSIONS DU GROUPE DE TRAVAIL "MATERIAUX DANS L'ESPACE"

présentées par

A. Authier

PROGRAMME FRANCAIS DE SCIENCE DES MATERIAUX DANS L'ESPACE

Objectifs scientifiques et thèmes prioritaires

Idée générale

Les forces de pesanteur jouent un rôle important sur les fluides. En compétition avec d'autres forces que celles dues à la tension superficielle, la thermodiffusion ou la thermomigration, l'électrodifffusion, etc..., elles jouent un rôle moteur dans les transferts de matière en étant l'un des principaux responsables des mouvements de convection. Il s'ensuit qu'un environnement où la gravité est très faible permet de réduire considérablement les convections d'origine thermique ou soluble.

Par ailleurs, l'absence de pesanteur permet, au moyen de techniques de positionnement appropriées, de maintenir une boule liquide sans contact avec un conteneur quelconque et de la solidifier, toujours sans contact avec un creuset.

Ces propriétés suggèrent les trois thèmes d'étude suivants qui seront développés dans les paragraphes suivants :

- . Propriétés des fluides
- . Interfaces fluides-solides
- . Structure réelle des solides

Etude des propriétés des fluides

Deux types de systèmes se prêtent à l'étude : les systèmes homogènes et les systèmes hétérogènes :

Systèmes homogènes

Le première type d'étude qui s'impose est celui des propriétés fluïdo-dynamiques dans un champ de gravité résiduelle et des déplacements de fluides sous l'action de cette gravité résiduelle, de gradients de tension superficielle dus à des gradients de température ou de concentration ou d'autres forces provenant de champs électriques, magnétiques, thermo-acoustiques ou d'une variation de volume liée à un changement de phase. La connaissance de ces propriétés fluidodynamiques est très importante tant du point de vue fondamental de la mécanique des fluides que de celui de la nucléation et de la croissance cristalline pour lesquelles il est indispensable de connaître les mécanismes qui régissent les transports de matière.

Le deuxième type d'études concerne la mesure en l'absence de gravité de grandeurs physiques telles que les coefficients de diffusion thermique, massique, chimique, les coefficients de thermomigration ou d'électromigration. L'électromigration et la thermomigration ou effet SORET, consistent en la séparation des constituants d'une solution sous l'action d'un champ électrique ou d'un gradient thermique. Ils jouent un rôle important dans la croissance cristalline et sont difficiles à isoler sur terre.

Systemes hétérogènes

Il est particulièrement intéressant d'étudier les propriétés d'un mélange fluide-fluide ou fluide-solide dans un champ de gravitation résiduelle, la coalescence, les effets de capillarité et l'effet MARANGONI, les convections, le mûrissement d'OSTWALD, la sédimentation et, avant tout, comment se fait le mélange, comme préalable à la séparation de composites ou de mousses.

Interfaces solide-fluide

Les mécanismes interfaciaux sont ceux qui contrôlent la croissance à l'instant de l'incorporation des unités de croissance à la surface du cristal en train de pousser. Sur terre, les mouvements de convection induisent des perturbations aléatoires qui modifient les cinétiques interfaciales et déstabilisent l'interface en empêchant la formation d'une structure stationnaire. L'étude des cinétiques interfaciales et de la stabilité morphologique de l'interface ne peuvent donc se faire qu'en microgravité. Les études déjà faites montrent d'ailleurs qu'il s'y produit des modifications de faciès en absence de gravité.

Structure réelle des solides

Les propriétés d'un matériau sont toujours dépendantes quoiqu'à des degrés divers de la structure réelle, c'est-à-dire de l'homogénéité de sa composition chimique, de sa pureté, et de la nature et de la distribution des défauts réticulaires qu'il contient. Cette structure réelle dépend avant toute chose des perturbations des conditions de croissance et est donc fortement influencée par la présence ou l'absence de gravité :

Matériaux composites et alliages immiscibles

La microgravité permet d'assurer une meilleure dispersion des différentes phases, par exemple, pour les alliages immiscibles, elle réduit la décantation par poussée d'Archimède des globules liquides dans la phase-mère. Les études en microgravité permettent, d'autre part, une meilleure approche des mécanismes d'incorporation des globules dans le front de solidification dans des conditions exemptes de perturbations des paramètres de solidification.

Défauts chimiques

Inhomogénéités de composition, non-stoechiométrie, ségrégations, bandes et striations de croissance. Ces défauts sont dus soit aux différences de masse spécifique, c'est-à-dire à des inhomogénéités dans le bain, soit à une incorporation inhomogène des impuretés due aux fluctuations de l'interface et sont considérablement réduits en absence de microgravité. Ils peuvent aussi être dus à la contamination par le creuset.

Micro- et macrostructure, défauts réticulaires

La microstructure est le reflet de l'histoire de la croissance du cristal, d'une part de la manière dont s'est opérée la nucléation et de l'évolution de la morphologie, d'autre part du taux, de la nature et de la distribution des défauts étendus tels que dislocations, fautes d'empilement, joints de macles, sous-joints qui sont apparus pendant la croissance. L'une des raisons de leur formation est l'existence de gradients de contraintes d'origine thermique ou associées à l'incorporation d'inclusions elle-même fonction des courants au sein du fluide de croissance.

Programme d'expérimentation français

Il s'inscrit dans le cadre plus vaste décrit plus haut. Il comporte trois phases :

Thèmes prioritaires actuellement développés

- Mesure d'effet SORET
- Solidification : métaux et alliages
immiscibles
matériaux magnétiques
semiconducteurs
- Croissance en phase vapeur
 - . systèmes à nombre de RAYLEIGH élevé et où les convections sont importantes sur terre : germanium
 - . systèmes à basse pression : HgI_2 , PbSnTe
- Croissance en solution
 - . systèmes purement diffusionnels à température voisine de l'ambiante.

Développements préparés pour un proche avenir

- Mécanique des fluides, étude quantitative in situ des transports de matière, par anémométrie LASER pour la croissance en phase vapeur, par holographie pour la croissance en solution.

- Extension des études de solidification à d'autres systèmes, en particulier semiconducteurs et verres.

Développements souhaitables mais non actuellement prioritaires

- Combustion
- Electrophorèse.

Programme d'équipements lourds

Le principe général pour tout équipement destiné à faire des expériences de matériaux en microgravité est, naturellement, une parfaite connaissance des paramètres importants pendant la durée de l'expérience et, en particulier, des conditions thermiques et des données accélérométriques.

Dans la phase initiale du développement d'équipements pour l'expérimentation spatiale, la tendance était plutôt de favoriser des équipements multi-usages pouvant accommoder des expériences très diverses dans des conditions très variées. Actuellement, elle est plutôt de favoriser des équipements spécifiques pour les différents types d'expériences, afin d'assurer une meilleure adéquation aux conditions initiales de l'expérience. Ces équipements sont en général moins coûteux que ceux qui sont conçus dans une optique a priori très générale.

La politique française en matière de gros équipements s'oriente dans trois directions :

Utilisation des moyens lourds déjà existants

. le four à gradient GHF développé par le CNES qui volera dans la FSLP, dans les futurs vols européens, D₁ , D'₁ , etc... et, éventuellement, à bord de vols américains à condition qu'il n'y ait pas trop de problèmes d'interface si le MSDR n'est pas embarqué.

. les fours du programme SPAR américains, déjà utilisés par certaines équipes françaises.

. les fours SPLAV et KRISTALL soviétiques.

. les équipements spécifiques conçus pour la FSLP : le module de physique des fluides européen, le four à caloduc français pour HgI₂ , le thermostat danois pour la croissance en solution.

Adaptation à des équipements en préparation

. le four MAGMA soviétique

. le F.E.S. américain (fluid experiment systems) pour le suivi par holographie d'une croissance en solution

. Super Cytos préparé par le CNES pour des expériences de biologie à bord des stations soviétiques et dans lequel pourrait être adaptée une cartouche pour la croissance en solution.

Créer des équipements nouveaux

. MEPHISTO - four à gradient et permettant le tirage pour les expériences de solidification. L'étude de ce matériel qui doit être adapté au MEA américain est très avancée.

. four minizone à miroir pour les matériaux magnétiques pouvant être embarqué aussi bien sur une station soviétique ou américaine ou dans une fusée sonde. Ce matériel en est au stade de l'étude sur prototype au laboratoire.

. four trois zones à caloducs pour la croissance en phase vapeur.

. anémométrie LASER pour des études de mécanique des fluides en phase vapeur.

Réflexion à long terme

Moyens de lévitation.

Moyens

Véhicules

Trois phases sont envisagées :

- vols courts : en chute libre en tour ou à partir de ballon, avion, fusée-sonde, qui suffisent pour des expériences de démonstration en solidification et sont peu coûteux.

- vols moyens : à bord de la navette américaine et des stations soviétiques.

- vols longs, à bord de stations non habitées, ce qui est indispensable pour des expériences de croissance cristalline en phase vapeur ou en solution et qui sont longues et ne doivent pas recevoir de perturbations de la microgravité pendant leur exécution.

Participation au programme microgravité de l'Agence

Il est souhaité, en particulier, à cause du programme fusée-sonde.

Préparation au sol. Simulation. Modélisation

Une préparation au sol des expériences spatiales est indispensable. Elle comporte non seulement la préparation de l'expérience spatiale elle-même et son exécution au sol mais aussi l'étude de ses conditions d'exécution en microgravité par des simulations et des modélisation sur ordinateur.

Budget prévisionnel

De l'ordre de 15 MF par an.

Efforts en personnel nécessaires de la part du CNES

- dans le cadre du GERME dont l'utilité est tout à fait reconnue et dont le développement est souhaité afin d'assurer l'interface entre chercheurs et bureau d'étude.

- par l'intermédiaire de bourses (1 scientifique et 2 technologiques par an).

Efforts vis-à-vis de la communauté

Les équipes actuellement engagées dans la recherche en Sciences des Matériaux en microgravité sont en trop petit nombre, et, sauf pour l'une d'entre elles, d'effectifs trop réduits. Il est donc nécessaire de sensibiliser une fraction beaucoup plus importante de la communauté des matériaux, de créer de nouvelles équipes, de renforcer et de structurer les équipes existantes.

Par ailleurs, les couplages déjà amorcés entre croissance cristalline, métallurgie et mécanique des fluides doivent être encouragés et développés.