

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 564 029

②1 N° d'enregistrement national :

84 07333

⑤1 Int Cl⁴ : B 29 C 35/08, 67/12, 71/04; B 01 J 19/08;
C 08 J 3/28.

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 11 mai 1984.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 46 du 15 novembre 1985.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : SOCIÉTÉ NATIONALE INDUSTRIELLE
AEROSPATIALE. — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Daniel Beziers.

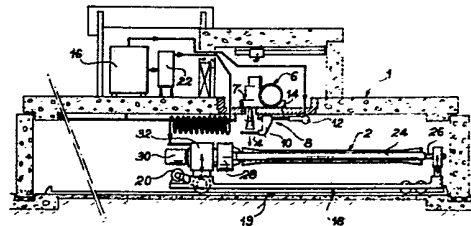
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Brevatome.

⑤4 Procédé et dispositif de polymérisation et/ou réticulation d'une résine entrant dans la composition d'une pièce en matériau composite au moyen de rayonnements ionisants.

⑤7 Procédé et dispositif de polymérisation et/ou réticulation d'une résine entrant dans la composition d'une pièce en matériau composite d'épaisseur variable au moyen de rayonnements ionisants.

Le dispositif comprend des moyens 6 pour produire un faisceau d'électrons, des moyens 7 pour diriger le faisceau d'électrons sur une cible 4, cette cible étant apte à engendrer, sous l'action du faisceau d'électrons, un rayonnement X offrant des doses suffisantes pour réticuler la résine, et des moyens 16, 18, 19, 20, 22 pour effectuer un mouvement relatif entre le rayonnement ionisant et la pièce afin que celle-ci soit soumise en partie ou en totalité à l'action dudit rayonnement. Il permet de polymériser une pièce par faisceau d'électrons ou rayons X en fonction des exigences d'épaisseur de celle-ci.



FR 2 564 029 - A1

Procédé et dispositif de polymérisation et/ou
réticulation d'une résine entrant dans la composition
d'une pièce en matériau composite au moyen de
rayonnements ionisants

5 La présente invention a pour objet un procédé et un dispositif de polymérisation et/ou de réticulation d'une résine entrant dans la composition d'une pièce en un matériau composite au moyen de rayonnements ionisants. Elle permet, de façon industrielle, de polymériser et/ou de réticuler les résines entrant dans la composition de pièces épaisses ou massives, c'est-à-dire des pièces dont la masse surfacique peut être localement ou entièrement supérieure à 4 g/cm².

10 Ces pièces en matériau composite sont de deux types, les pièces de structure simple et les pièces de structure complexe. Les premières sont constituées d'éléments tels que des fibres, des grains, des poudres, liés entre eux par des résines durcissables, ces éléments étant répartis régulièrement dans l'espace. Les secondes sont réalisées comme précédemment avec en plus des objets ou inserts par exemple métalliques, inclus entièrement ou partiellement dans la résine.

15 Ces pièces de structure simple ou complexe sont notamment utilisées dans les domaines de l'automobile, l'aéronautique, le spatial, etc...

20 Les procédés de durcissement conduisant à la polymérisation et/ou réticulation des résines, comprennent une première famille de procédés dits "classiques" incluant d'une part ceux utilisant des systèmes de résine à froid, c'est-à-dire, polymérisant à l'air libre sans apport de chaleur et d'autre part, les procédés utilisant un système de résine dont la polymérisation est obtenue par élévation de

25
30
35

température en étuve. Ces procédés seront respectivement désignés "classiques à froid" et "classiques à chaud".

5 Les procédés "classiques à froid" présentent des difficultés de mise en oeuvre et donnent des matériaux de très faible tenue thermique.

10 Les procédés "classiques à chaud" donnent des matériaux plus performants, mais présentent des défauts dus aux effets thermiques tels que contraintes internes, criques, délaminages dans le cas de pièces épaisses et de plus, les temps de polymérisation entraînent de longs cycles de fabrication ayant de lourdes conséquences financières au plan investissement et consommation d'énergie.

15 Une deuxième famille de procédés dits "par rayonnement" comprend également des procédés sans élévation de température et des procédés avec élévation de température. Ces derniers comprennent les micro-ondes, la haute fréquence, les infrarouges et comportent les inconvénients des procédés "classiques à chaud".

20 Les procédés par rayonnement tels que X, γ , UV et électrons permettent une polymérisation et/ou réticulation sans élévation de température; ce sont des rayonnements ionisants.

25 Les rayonnements ultraviolets d'énergie relativement faible permettent une pénétration faible dans les matériaux composites. Les rayonnements gammas présentent l'inconvénient de ne pas être focalisés, ce qui entraîne une polymérisation et/ou une réticulation très lente. Par ailleurs, l'utilisation de ces rayonnements est peu envisageable étant donné qu'ils proviennent de sources radioactives permanentes et donc peu transposables industriellement.

30
35 Les rayonnements X, obtenus à partir des générateurs X existants, sont peu adaptés à la poly-

mérisation et/ou réticulation de pièces épaisses par manque de puissance, et donc d'un faible débit de dose, et par un dimensionnement trop faible du faisceau.

5 Le rayonnement ou bombardement électronique est quant à lui un procédé très performant. Il permet en particulier d'obtenir des matériaux composites de très bonne qualité en un temps relativement court et en utilisant des énergies relativement faibles. Par ailleurs, il est compatible avec tous les types de fibres entrant dans la composition des matériaux composites.

10 Toutefois, la pénétration des électrons dans le matériau composite dépend des caractéristiques du générateur en énergie, de la densité du matériau, et à un degré moindre du coefficient d'absorption de celui-ci. La pénétration dans les pièces par un rayonnement électronique est de 0,35 à 0,45 g/cm² par MeV et est donc équivalente à la pénétration dans un matériau comportant une masse surfacique variant de 3,5 à 4,5 g/cm² pour un générateur ayant une énergie de 10 MeV ; la valeur de la masse surfacique dépend des variations des coefficients d'absorption des matériaux composant la structure.

20 En plus des inconvénients des procédés par rayonnement avec élévation de température, l'emploi des infrarouges ne permet qu'une faible pénétration dans le matériau composite, pénétration au plus égale au millimètre, et l'emploi de certaines fibres, comme le carbone dans le cas du procédé par micro-ondes (UHF), limite la pénétration.

30 Pour ce qui concerne les UHF, l'emploi de ces rayonnements est encore au stade d'études et par conséquent le développement industriel est pratiquement inexistant notamment pour la réalisation de pié-

35

ces à structure complexe. De même l'emploi des HF pour les pièces complexes pose des problèmes importants de mise en oeuvre et ne sont utilisables en général que pour des pièces de forme simple telle que parallélépipédique ou cylindrique.

La présente invention a justement pour objet un procédé de polymérisation et/ou de réticulation à froid d'une résine entrant dans la composition d'une pièce en matériau composite permettant de s'affranchir des inconvénients inhérents aux techniques actuelles, citées ci-dessus. Elle permet, en particulier de polymériser et/ou réticuler des résines entrant dans la composition de pièces épaisses ou massives en matériau composite, avec un faible prix de revient, ces pièces présentant des caractéristiques de tenue en température au moins équivalentes à celles obtenues par les procédés actuellement utilisés.

Le procédé de l'invention est un procédé industriel de polymérisation et/ou de réticulation d'une résine radiodurcissable, c'est-à-dire durcissable par un rayonnement ionisant, entrant dans la composition d'une pièce simple ou complexe en matériau composite, d'épaisseur variable. Il se caractérise en ce que l'on soumet le matériau composite à l'action d'un rayonnement X offrant des doses jusqu'à 10 Mrad suffisantes pour réticuler les résines, ou supérieures pour réticuler des produits radiodurcissables entrant dans la composition de la pièce.

Si certains ont utilisé des appareils conventionnels de production de rayons X pour la polymérisation et/ou réticulation de résines, c'est uniquement à titre expérimental. Par ailleurs, ces appareils ne permettent pas de fournir des débits de doses aussi importants que ceux utilisés dans l'invention.

Le procédé de l'invention permet notamment de traiter des pièces en matériau composite de forte épaisseur. Il est compatible avec tous les types de fibres entrant dans la réalisation des matériaux composites. Par ailleurs, les matériaux composites obtenus sont de très bonne qualité, notamment parce que la polymérisation et/ou la réticulation des résines les constituant s'effectuent sans échauffement. Enfin, ce procédé est beaucoup plus rapide que les procédés de l'art antérieur.

Le procédé de l'invention, bien adapté pour la réalisation de pièces épaisses ou massives, c'est-à-dire dont la masse surfacique est supérieure à 4 g/cm^2 , peut être avantageusement utilisé dans le cas de pièces présentant une épaisseur variable.

Selon une caractéristique secondaire du procédé de l'invention, on envoie un faisceau d'électrons vers la pièce à traiter afin de polymériser la résine dans les zones de la pièce présentant une faible épaisseur, et on interpose entre la pièce et le faisceau d'électrons une cible afin de polymériser la résine dans les zones de la pièce présentant une épaisseur importante, cette cible étant apte à engendrer, sous l'action du faisceau d'électrons, le rayonnement X.

De préférence, les zones de la pièce de faible épaisseur présentent une masse surfacique au plus égale à 4 g/cm^2 et les zones de la pièce d'épaisseur importante présentent une masse surfacique supérieure à 4 g/cm^2 .

Selon un mode préféré de mise en oeuvre du procédé de l'invention, le faisceau d'électrons présente une énergie au moins égale à 10 MeV et une puissance au moins égale à 10 kW.

Le procédé de polymérisation et/ou de réticulation de l'invention peut être avantageusement

utilisé pour polymériser et/ou réticuler des résines comprenant une insaturation éthylénique. Ces résines sont par exemple des résines époxy, des polyesters ou des polyuréthanes à terminaisons acryliques.

5 Ces résines étaient jusqu'alors utilisées en couches minces de surface sous forme d'encre ou de vernis, pour la protection, la décoration, l'impression, etc... et non pas pour la fabrication de matériaux composites constituant notamment des pièces
10 dites épaisses.

Selon un mode préféré de mise en oeuvre du procédé de l'invention, on réalise un mouvement relatif entre la pièce et le rayonnement ionisant afin de soumettre tout ou partie de la pièce audit rayonne-
15 ment.

La présente invention a aussi pour objet un dispositif permettant de mettre en oeuvre le procédé décrit précédemment. Ce dispositif se caractérise en ce qu'il comprend :

- 20 - des moyens pour produire un faisceau d'électrons,
- des moyens pour diriger le faisceau d'électrons sur une cible, cette cible étant apte à engendrer, sous l'action du faisceau d'électrons, un rayonnement X offrant des doses jusqu'à 10 Mrad.
- 25 - des moyens pour effectuer un mouvement relatif entre le rayonnement ionisant et la pièce afin que celle-ci soit soumise en partie ou en totalité à l'action dudit rayonnement, et éventuellement,
- des moyens permettant l'automatisation, l'asservis-
30 sement et le contrôle de l'ensemble du dispositif.

Les moyens pour effectuer le mouvement relatif entre le rayonnement ionisant et la pièce sont, de façon avantageuse, des moyens permettant de faire
35 défiler la pièce devant ledit rayonnement à une vi-

tesse telle que la résine constituant cette pièce reçoive la dose nécessaire de rayonnement pour sa polymérisation et/ou réticulation.

5 Selon un mode préféré de réalisation du dispositif de l'invention, la cible est supportée par des moyens escamotables permettant de placer ladite cible hors du faisceau d'électrons.

10 Selon un autre mode préféré de réalisation du dispositif de l'invention, celui-ci comprend des moyens permettant de modifier la distance séparant la pièce à traiter de la cible.

15 Lorsque la pièce à traiter présente une épaisseur variable, le dispositif de l'invention comprend, avantageusement, des moyens permettant d'asservir les moyens escamotables de façon que les zones de la pièce, présentant une faible épaisseur, soient soumises à l'action du faisceau d'électrons et que les zones de la pièce, présentant une épaisseur importante, soient soumises à l'action du rayonnement X.

20 Ces moyens d'asservissement comprennent notamment un calculateur dans lequel est mis en mémoire l'évolution de la masse surfacique de la pièce.

25 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront mieux de la description qui va suivre, donnée à titre illustratif et non limitatif, en référence aux figures annexées, dans lesquelles :

30 - la figure 1 représente schématiquement, en coupe longitudinale, le dispositif de l'invention, et

35 - la figure 2 représente des courbes donnant la dose relative D de rayonnement en fonction de la masse surfacique e de la pièce à traiter ; la courbe a concerne un rayonnement électronique et la courbe b un rayonnement X.

En se référant à la figure 1, le procédé de l'invention consiste à polymériser ou plus exactement à réticuler, dans une enceinte étanche 1, des résines radiodurcissables entrant dans la composition d'une
5 pièce 2 en matériau composite en soumettant lesdites résines à l'action d'un rayonnement X ou électronique suivant la spécificité de la pièce 2.

Le rayonnement X est obtenu avantageusement en bombardant une cible 4, dite de conversion, à
10 l'aide d'un faisceau d'électrons engendré par un générateur d'électrons 6, par exemple du type Cassitron de chez CGR, comportant un élément 7, permettant de diriger le faisceau d'électrons engendré par le générateur vers la cible 4.

15 Compte tenu du rendement généralement faible des cibles 4 de conversion (inférieure à 10%) il est préférable d'utiliser un générateur d'électrons 6 de forte énergie et de forte puissance, c'est-à-dire un générateur fournissant une énergie au moins
20 égale à 10 MeV et une puissance au moins égale à 10 kW.

Les cibles de conversion 4 peuvent être constituées par un matériau métallique présentant un
25 numéro atomique élevé, c'est-à-dire supérieur à 74. On peut par exemple utiliser le tungstène, le plomb, l'uranium.

Les dimensions de la cible étant définies par les dimensions de l'élément 7, les nécessités technologiques de mise en oeuvre et le rendement pour
30 connaître le débit de dose du rayonnement X engendré par telle ou telle cible et donc le temps d'exposition, il est nécessaire d'effectuer au préalable un étalonnage, par exemple au moyen d'un film dosimétrique, afin de déterminer le rendement de la conversion
35 des électrons en rayons X, la répartition spatiale

des rayons X sous la cible, la définition spectrale
desdits rayons, la distribution de la dose dans la
résine à polymériser et/ou réticuler et la dose né-
cessaire pour polymériser et/ou réticuler ladite ré-
sine.

Les doses nécessaires à la polymérisation
et/ou la réticulation des résines constituant la
pièce à traiter 2 varient de 2 à 10 Mrad. Ces doses
dépendent du temps d'irradiation et de la puissance
du rayonnement X donc de celle du faisceau d'élec-
trons mais aussi du type de résine utilisé. Les rési-
nes constituant telle ou telle pièce sont choisies en
fonction de leur application, c'est-à-dire en fonc-
tion de leurs propriétés mécaniques et/ou thermiques.

Pour une structure donnée, on choisit tel
ou tel type de résine, suivant les fibres et les con-
traintes, d'où la nécessité de faire varier la dose
nécessaire, nécessité qui peut s'exprimer aussi par
le besoin de polymériser des joints de colle, par
exemple, de matières différentes des résines choi-
sies.

Les résines utilisables dans le procédé de
l'invention sont des résines à insaturation éthyléni-
que telles que par exemple des résines époxy, des
polyesters, ou des polyuréthanes à terminaison acry-
lique. Ces résines peuvent être aménagées par l'ad-
jonction de composants tels que des solvants ou des
assouplissants afin de leur conférer des propriétés
particulières pour se polymériser et/ou se réticuler
sous irradiation et/ou modifier leurs caractéristi-
ques mécaniques.

Les résines radiodurcissables utilisables
dans l'invention polymérisent ou réticulent sans
agent de durcissement (type durcisseur, catalyseur ou
photo-initiateur), agent généralement nécessaire

pour polymériser et/ou réticuler une résine par voie thermique, ou tout autre procédé.

5 Sous l'effet des rayons X, des liaisons chimiques sont cassées, créant des radicaux libres dont la recombinaison rapide conduit à la création de nouvelles liaisons chimiques menant à la formation d'un réseau macro-moléculaire tridimensionnel (réticulation).

10 L'emploi d'un rayonnement X à fort débit de dose permet de polymériser et/ou réticuler des résines radiodurcissables entrant dans la composition d'un matériau composite constituant une pièce épaisse, c'est-à-dire une pièce ayant une masse surfacique supérieure à 4 g/cm^2 . La masse surfacique d'une pièce
15 est le produit de la densité du matériau la constituant par les épaisseurs dudit matériau.

 Le procédé de l'invention s'applique à toutes pièces composées d'un renfort (fibres, tissus, feutres en verre, Kevlar, carbone et autres matériaux), d'une résine radiodurcissable et de pièces
20 d'assemblage et/ou d'inserts notamment métalliques ou autres types de matériaux. Ces pièces de structure simple ou complexe peuvent présenter n'importe quelle forme. Cependant, le procédé de l'invention s'applique particulièrement bien aux pièces de révolution,
25 comme représenté sur la figure 1.

 Selon l'invention, on peut polymériser et/ou réticuler des résines radiodurcissables entrant dans la composition d'une pièce présentant une épaisseur variable. Pour les zones de la pièce présentant une épaisseur importante, c'est-à-dire correspondant à une masse surfacique supérieure à 4 g/cm^2 , la polymérisation et/ou la réticulation de la résine, dans ces zones, se fait à l'aide d'un
30 rayonnement X à fort débit de dose, issu notamment de
35

la cible de conversion 4. En revanche, pour les zones de la pièce présentant une faible épaisseur, c'est-à-dire une épaisseur correspondant à une masse surfacique au plus égale à 4 g/cm^2 , la polymérisation et/ou réticulation de la résine dans ces zones est réalisée par un bombardement électronique.

La notion de masse surfacique est importante car sa valeur impose le choix du type d'irradiation X ou électronique à utiliser. En effet, la pénétration des électrons dans la résine de la pièce à traiter est limitée à une masse surfacique de 4 g/cm^2 pour un générateur d'électrons présentant une énergie de 10 MeV. Cette pénétration, comme représenté sur la courbe a de la figure 2, donnant la dose D en % en fonction de la masse surfacique e en g/cm^2 , est la pénétration utile Pu et elle correspond à une profondeur dans la résine de la pièce à traiter où l'on a 100% de la dose d'irradiation. En conséquence, pour une masse surfacique supérieure à 4 g/cm^2 , on utilisera le rayonnement X.

Avec le rayonnement X, les pénétrations sont nettement plus importantes, dans un rapport de l'ordre de 1 à 6, comme représenté à la figure 2. Cependant, il est nécessaire de surdoser la surface de la résine si l'on désire obtenir la dose suffisante d'irradiation à une profondeur donnée. Par exemple, comme le montre la courbe b, pour une masse surfacique e de 10 g/cm^2 , on n'a que 70% de la dose.

Afin de pouvoir soumettre les zones de faible épaisseur de la pièce 2 à traiter, c'est-à-dire de masse surfacique au plus égale à 4 g/cm^2 , à l'action d'un faisceau d'électrons qui est, selon l'invention, engendré par le générateur 6, la cible de conversion 4 doit pouvoir être placée hors dudit faisceau d'électrons.

Pour ce faire, la cible 4 peut être supportée par des moyens mécaniques 8 escamotables. Ces moyens peuvent par exemple être constitués, comme représenté sur la figure 1, par un support mobile 10 dont le déplacement est commandé par un moteur de translation 12 par l'intermédiaire d'un système vis-écrou 14.

Ce système mécanique 8 permet le retrait de la cible 4 hors du faisceau d'électrons engendré par le générateur 6, lorsque l'on désire soumettre la pièce 2 à traiter à l'action des électrons, mais il permet, aussi, d'interposer la cible de conversion 4 entre le faisceau d'électrons et la pièce 2, lorsque l'on désire soumettre celle-ci à l'action du rayonnement X.

Le passage d'un type d'irradiation à l'autre se fait instantanément par retrait ou interposition de la cible 4 entre le faisceau d'électrons et la pièce. De plus, selon l'invention, le passage se fait automatiquement en fonction de l'évolution de l'épaisseur de la pièce à traiter, c'est-à-dire suivant l'évolution de la masse surfacique de ladite pièce.

Pour ce faire, le déplacement du support 10 de la cible peut être commandé par un ordinateur ou micro-ordinateur 16 tel que le micro-ordinateur connu sous la référence SBC de chez Intel.

Le traitement d'une pièce complète, c'est-à-dire la polymérisation et/ou réticulation de toute la résine entrant dans la composition de la pièce s'effectue en réalisant un mouvement relatif entre la pièce et le rayonnement X ou électronique et par exemple en faisant défiler ladite pièce devant la cible 4 ou le faisceau d'électrons issu du générateur 6. Le défilement de la pièce à traiter est réalisé à

une vitesse régulée et asservie permettant l'obtention de la dose d'irradiation nécessaire pour la polymérisation et/ou réticulation de la résine constituant la pièce.

5 Lorsque la dose d'irradiation nécessaire n'est pas obtenue par un seul passage de la pièce devant le rayonnement ionisant (X ou \underline{e}), celle-ci peut effectuer plusieurs passages, jusqu'à l'obtention de la dose nécessaire d'irradiation.

10 Dans le cas d'une irradiation X ou \underline{e} , la vitesse de défilement est fonction des débits de dose, des doses désirées pour la polymérisation et/ou réticulation, de la distance entre la pièce 2 et la cible 4 ainsi que de l'épaisseur de la pièce. Cette
15 vitesse de défilement est régie par l'équation $V = K_V/D$ dans laquelle V est la vitesse de défilement en cm/min, K_V un coefficient déterminé expérimentalement tenant compte pour les X du rendement de conversion de la cible, donc du débit de dose, de la répartition spatiale des rayons X et de la distance de la
20 pièce à la cible, et pour les \underline{e} du débit de dose du générateur.

Le maintien en place de la pièce à traiter ainsi que son déplacement sont assurés à l'aide d'un
25 dispositif mécanique motorisé de type classique. Ce système comprend par exemple un bâti mobile 18 monté sur des rails 19 solidaires de l'enceinte 1. Le déplacement en translation du bâti 18 est assuré par un moteur de translation 20 dont la vitesse de rotation est commandée, par l'intermédiaire d'un module de
30 commande numérique 22, par le micro-ordinateur 16. Ce module de commande 22 est par exemple un microprocesseur tel que celui connu sous la référence 8085 de chez Intel. La pièce 2 est montée sur un axe support
35 24, ayant une direction perpendiculaire au rayonne-

ment, fixé entre une contrepointe 26 et un mandrin 28 portés par le bâti 18.

5 Afin de soumettre la résine de la pièce 2 entièrement à l'action des rayonnements X ou électro-
niques, la pièce 2 peut être entraînée en rotation par l'intermédiaire du mandrin 28 commandé par un mo-
teur 30 dont la vitesse de rotation est commandée par le micro-ordinateur 16, par l'intermédiaire du module
de commande numérique 22.

10 La dose nécessaire à l'irradiation de la résine constituant la pièce 2 étant fonction, dans le cas du rayonnement X de la distance entre la cible 4 et la pièce 2, des moyens sont prévus pour modifier
15 cette distance, c'est-à-dire pour déplacer l'axe de rotation de la pièce pour rapprocher ou éloigner la-
dite pièce de la cible suivant la dose d'irradiation que l'on désire obtenir. Dans le mode de réalisation représenté sur la figure 1, ces moyens sont consti-
tués par un moteur de translation 32. Comme précédem-
20 ment, la mise en rotation de ce moteur 32 est assurée par le micro-ordinateur 16, par l'intermédiaire du module de commande 22.

25 Il est à noter que le réglage de la distance séparant la pièce 2 et la cible 4 pourrait être obtenu en maintenant la pièce fixe et en déplaçant la cible tout en modifiant la concentration du faisceau pour assurer le même débit de dose.

30 Le micro-ordinateur 16 et le module de commande numérique 22 permettent d'assurer l'automatis-
me intégral du dispositif mécanique pour la mise en translation et en rotation aux vitesses déterminées de la pièce à traiter ainsi que l'interposition à distance et temps voulus de la cible entre la pièce et le faisceau d'électrons ou le retrait de celle-ci.

35 En effet, à partir de certains paramètres ou données, qui seront explicités ultérieurement, mis

en mémoires dans le micro-ordinateur 16, celui-ci peut déterminer :

- le type d'irradiation (X ou électrons) à employer,
- commander les mouvements de la cible (interposition
5 ou retrait),
- réguler la vitesse de défilement de la pièce à traiter en fonction de la dose d'irradiation, pour une irradiation électronique,
- calculer, pour une irradiation par rayons X, les
10 doses de surface, le nombre de passages et/ou la vitesse de passage de la pièce en fonction du profil de celle-ci et de la dose de surface,
- dans le cas de pièces de révolution, réguler la vitesse de rotation de la pièce en fonction de
15 l'évolution de son diamètre de façon que les points de la pièce sur une même circonférence, passent à la même vitesse sous le rayonnement ionisant (X ou électrons) et, éventuellement,
- commander les mouvements de la cible ou de la pièce
20 afin que la distance les séparant soit la plus petite possible, ce qui permet une optimisation des débits de dose du rayonnement X.

Pour que le micro-ordinateur 16 puisse transmettre les différents ordres, par l'intermédiaire du module de commande 22, aux différents systèmes mécaniques, celui-ci doit avoir en mémoire,
25 pour chaque pièce à traiter, la dose relative de rayonnement X ou e^- en fonction de la masse surfacique, la dose relative de rayonnement X fonction de la distance entre la pièce et la cible, la dose délivrée
30 fonction de la vitesse de passage de la pièce, le profil extérieur de la pièce, l'évolution de la masse surfacique fonction des coordonnées de la pièce, les intervalles de calcul et la dose nécessaire à la polymérisation et/ou réticulation.
35

Cette automatisation est de nature à garantir une constance dans la production des pièces améliorant ainsi la qualité globale de ces pièces en matériau composite.

5 L'utilisation conjointe du bombardement électronique et de rayons X permet de polymériser et/ou réticuler des résines entrant dans la composition de pièces épaisses en matériau composite quelle que soit leur forme. Cette polymérisation et/ou réticulation se fait sans élévation de température ce qui
10 permet d'obtenir des pièces en matériau composite d'excellente qualité exemptes des défauts induits par les procédés de l'art antérieur.

Ce procédé permet de diminuer les coûts du
15 traitement des pièces car les temps du processus de polymérisation sont très courts. En effet, la polymérisation et/ou réticulation est inférieure à la seconde, en un point donné de la pièce, et l'énergie consommée est très faible (~ 10 kW).

20 Avec le procédé et le dispositif de l'invention, il a été réalisé des tubes en matériau composite présentant une longueur de 15 m, un diamètre intérieur de 442 mm, et un diamètre extérieur de 475 mm. Ces tubes sont composés d'une partie centrale
25 de 13,4 m de long, constituée par des fibres de carbone liées entre elles par une résine époxy modifiée, telle que celle vendue sous le nom DIACRYL 103 de chez AKZO, et de deux embouts de raccordement de 0,8 m de longueur chacun, composés d'inserts métalliques en acier frettés par du matériau composite identique à celui de la partie centrale.
30

La masse surfacique du tube central étant de $2,5 \text{ g/cm}^2$, celle-ci a été traitée par un rayonnement électronique et les embouts dont la masse surfacique varie de $10,8 \text{ g/cm}^2$ à $2,5 \text{ g/cm}^2$ a été traitée
35

5 par des rayons X et des électrons lorsque cette masse surfacique était inférieure à 4 g/cm^2 . Le temps de polymérisation par rayons X de ce tube est de 1 heure 50 min et de 21 min pour l'irradiation par électrons, la puissance du faisceau d'électrons étant de 10 kW. La réalisation de ces mêmes tubes par le procédé "classique à chaud" par étuvage puis refroidissement nécessite un temps global de 70 heures.

REVENDEICATIONS

1. Procédé industriel de polymérisation et/ou de réticulation d'une résine durcissable par rayonnements ionisants entrant dans la composition d'une pièce (2) d'épaisseur variable en matériau composite, caractérisé en ce qu'il consiste à soumettre le matériau composite à l'action d'un rayonnement X offrant des doses jusqu'à 10 Mrad suffisantes pour réticuler les résines ou supérieures pour réticuler des produits radiodurcissables entrant dans la composition de la pièce (2).

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la pièce (2) présentant une épaisseur variable, on envoie un faisceau d'électrons vers la pièce à traiter (2) afin de polymériser la résine dans les zones de la pièce présentant une faible épaisseur et en ce que l'on interpose entre la pièce (2) et le faisceau d'électrons une cible (4) afin de polymériser la résine dans les zones de la pièce présentant une épaisseur importante, cette cible (4) étant apte à engendrer, sous l'action du faisceau d'électrons, le rayonnement X.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que les zones de la pièce (2) de faible épaisseur présentent une masse surfacique au plus égale à 4 g/cm^2 et en ce que les zones de la pièce (2) d'épaisseur importante présentent une masse surfacique supérieure à 4 g/cm^2 .

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 et 3, caractérisé en ce que le faisceau d'électrons présente une énergie au moins égale à 10 MeV et/ou une puissance au moins égale à 10 kW.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 4, caractérisé en ce que la cible (4) est réalisée en un matériau métallique.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 5, caractérisé en ce que la cible (4) est réalisée en un matériau présentant un numéro atomique au moins égal à 74.

5 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 6, caractérisé en ce que l'on réalise un mouvement relatif entre la pièce et l'un quelconque desdits rayonnements électronique ou X afin de soumettre tout ou partie de la pièce à l'un desdits rayonnements.

10 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le matériau composite contient des inserts métalliques.

15 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la résine est une résine à insaturation éthylénique.

20 10. Dispositif pour polymériser et/ou réticuler une résine durcissable par un rayonnement ionisant entrant dans la composition d'une pièce (2), en matériau composite, caractérisé en ce qu'il comprend :

- des moyens (6) pour produire un faisceau d'électrons,
- des moyens (7) pour diriger le faisceau d'électrons sur une cible (4), cette cible étant apte à engendrer, sous l'action du faisceau d'électrons, un rayonnement X permettant d'obtenir des doses jusqu'à 10 Mrad, suffisantes pour réticuler les résines de ladite pièce (2) ou supérieures pour réticuler des produits radiodurcissables entrant dans la composition de ladite pièce (2), et
- des moyens (16, 18, 19, 20, 22) pour effectuer un mouvement relatif entre l'un quelconque des rayonnements électronique ou X et la pièce afin que celle-ci soit soumise en partie ou en totalité à l'action de l'un desdits rayonnements.

11. Dispositif selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens (16, 18, 19, 20, 22) permettant de faire défiler la pièce (2) devant l'un des rayonnements électronique ou X à une
5 vitesse telle que la résine la constituant reçoive la dose de rayonnement nécessaire à sa polymérisation et/ou réticulation.

12. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 11, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens (16, 22, 24, 26, 28, 30) permettant
10 de faire tourner la pièce (2) autour d'un axe perpendiculaire auxdits rayonnements électronique ou X.

13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens (16, 22, 32) pour modifier la distance séparant la pièce (2) de la cible (4).
15

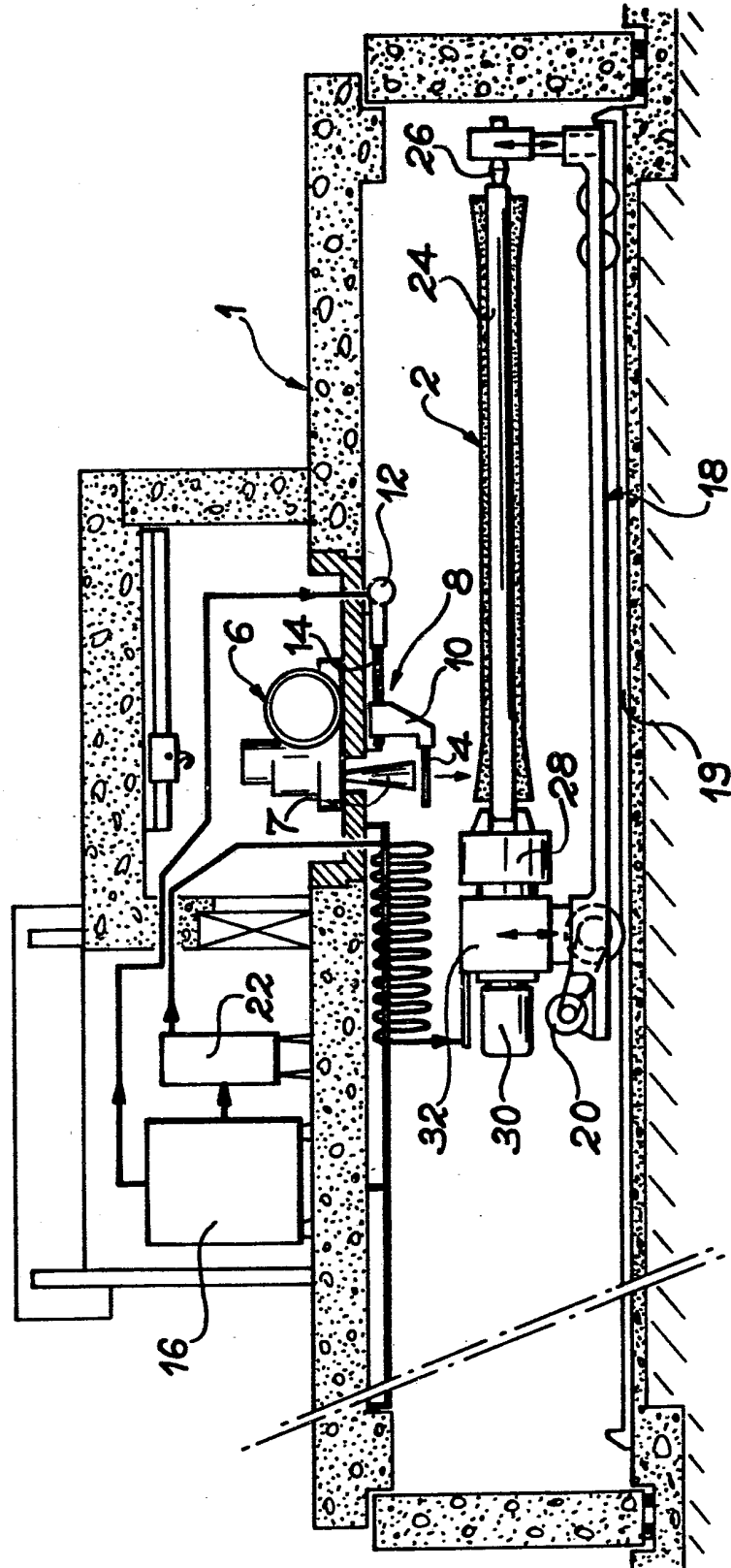
14. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 10 à 13, caractérisé en ce que la cible (4) est supportée par des moyens (8) escamotables permettant de placer ladite cible (4) hors du faisceau d'électrons.
20

15. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que la pièce (2) présentant une épaisseur variable, il comprend des moyens (16) pour asservir les moyens (8) escamotables de façon que les zones de la pièce (2) présentant une faible épaisseur soient soumises à l'action du faisceau d'électrons et que les zones de la pièce (2) présentant une épaisseur importante soient soumises à l'action du rayonnement X.
25
30

16. Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que les moyens d'asservissement comprennent un calculateur (16) dans lequel est mis en mémoire l'évolution de la masse surfacique de la pièce (2).
35

17. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 9 à 14, caractérisé en ce que le faisceau d'électrons présente une énergie au moins égale à 10 MeV et/ou une puissance au moins égale à 10 kW.

FIG. 1



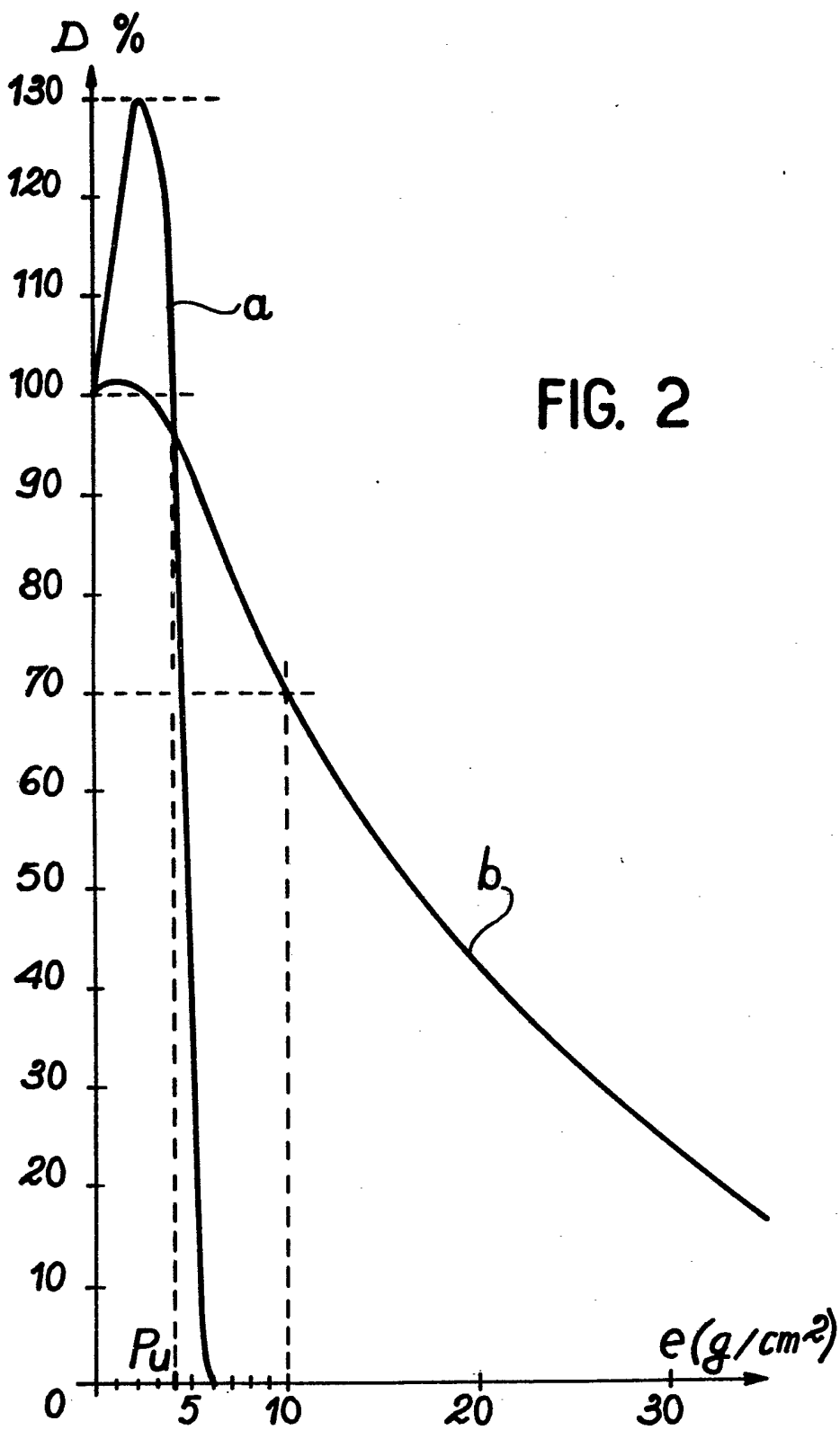


FIG. 2