

Titre: Fabrication de composites à matrice céramique par infiltration de barbotines
Title:

Auteur: Gabriel Leleu
Author:

Date: 2022

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Leleu, G. (2022). Fabrication de composites à matrice céramique par infiltration de barbotines [Master's thesis, Polytechnique Montréal]. PolyPublie.
Citation: <https://publications.polymtl.ca/10419/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/10419/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Sylvain Turenne
Advisors:

Programme: Génie mécanique
Program:

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Fabrication de composites à matrice céramique par infiltration de barbotines

GABRIEL LELEU

Département de génie mécanique

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*

Génie mécanique

Juillet 2022

© Gabriel Leleu, 2022.

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé :

Fabrication de composites à matrice céramique par infiltration de barbotines

présenté par **Gabriel LELEU**

en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de

Étienne ROBERT, président

Sylvain TURENNE, membre et directeur de recherche

Martin LÉVESQUE, membre

DÉDICACE

A tous ceux que j'aime.

REMERCIEMENTS

Plus que l'accomplissement d'une maîtrise, ce mémoire représente le point d'orgue de toutes mes études supérieures depuis mon entrée en Prépa en 2014. Ceci fut une belle aventure, tant d'un point de vue scientifique et technique que d'un point de vue humain ; et elle n'aurait pas été possible sans le soutien que j'ai reçu de nombreuses personnes.

Tout d'abord, je tiens à remercier mon directeur d'études, le professeur Sylvain Turenne. Merci de m'avoir présenté cette opportunité et accordé ta confiance ces dernières années. L'équipe du projet filtration est sans conteste une des meilleures équipes avec laquelle j'ai eu l'honneur de travailler. Aless, magicien de la Débrouille, merci du soutien précieux que tu nous as apporté dès ton retour sur le projet. Gabriel, l'autre Gabriel, merci de tout ce que tu nous as partagé et de l'aide tout au long du projet. A mon compagnon de galère, voisin de paillasse, sorcier de l'impression 3D et ami Arthur, merci pour le travail collaboratif, en particulier pour faire marcher le moule longi. Merci également à Floriane et Kartikeya.

Thierry, merci de ton aide précieuse pour faire la transition entre le monde merveilleux du théorique et la réalité de la conception et de la mise en plans. Rouvrir des fichiers CAO datant du début du projet fait prendre conscience du chemin parcouru grâce à ton expertise.

Je tiens à remercier ma famille, et en particulier mes parents, qui m'ont prodigué un soutien sans faille depuis le début.

Je tiens à remercier Nicolas et Paul, et d'une manière plus large l'équipe de Safran Ceramics au Haillan pour le soutien tout au long du projet, ainsi que pour l'accueil lors de ma visite en janvier dernier.

A Christian-Charles Martel, merci de l'aide précieuse que tu m'as apportée durant le projet, et même avant.

Je souhaite remercier la bande hétéroclite de joyeux drilles que constitue le Five, pour tous les moments que nous avons pu passer ensemble, à Douai comme après. J'ai ici une pensée particulière pour ceux qui ont aussi fait le choix d'effectuer leur mobilité à Montréal ou Sherbrooke et avec qui j'ai pu explorer le Québec et le Canada. Je remercie également tous les membres de la petite famille du RoofKot avec qui j'ai eu le plaisir de partager un toit, soit, par ordre chronologique, Fiona, William, Éloïse, Doriane, Romain, Tim, Pauline, Aurélien et Audrey. Élixa, merci pour tout.

Je voudrais enfin remercier Sylvie Pouban, Robert Bedoret, Laurence Sieuzac, Nicolas Jousse, Jean Yves Degorce, Benjamin Gaufres, Mathieu Renier, Simon Jestin, Nadia Slimani, Karine Kominiarz, et Leofer Bago, qui m'ont tous apporté à un moment ou un autre un soutien, duquel parfois je ne savais même pas que j'en avait besoin.

RÉSUMÉ

Les matériaux composites sont des matériaux qui sont constitués de fibres maintenues ensemble par une matrice qui les enveloppe. Les matériaux composites à matrice céramique (CMC) sont constitués le plus souvent d'un assemblage de fibres et de matrice qui leur procure des propriétés mécaniques et de tenue à haute température intéressantes.

Aujourd'hui, il existe plusieurs procédés de fabrication de CMC, chacun avec leur niveau de maîtrise d'un point de vue industriel, leurs avantages et leurs inconvénients propres. L'un d'eux se nomme l'infiltration de barbotine et présente déjà une bonne maîtrise du procédé. Il consiste à préparer une suspension de particules de céramique dans un fluide, appelée barbotine, et à l'injecter dans une préforme de fibres enchâssées dans un moule. Ce moule comprend un filtre qui laisse passer le fluide mais bloque les particules de céramiques, qui ainsi s'accumulent en un gâteau. En plaçant les fibres entre le point d'injection et le filtre, on fait en sorte que le gâteau se construise dans les interstices entre les fibres. La pièce ainsi obtenue est ensuite séchée et frittée.

Bien que ce procédé soit assez bien connu pour des cas simples grâce à des travaux effectués précédemment (dont une partie à Polytechnique Montréal), il reste un certain nombre de zones d'ombres sur les mécanismes sous-jacents de construction du gâteau. En effet, la plupart des travaux se concentrent sur des cas où l'injection et la filtration sont parallèles entre eux et perpendiculaires aux fibres. Ceci entraîne notamment une lacune dans les outils de simulation de la fabrication. Pour tenter de remédier à ceci, un modèle de simulation du procédé nommé « modèle Multi-1D » a été développé par Safran Ceramics puis adapté à Polytechnique Montréal. Il convient de vérifier si ce modèle produit des résultats en accord avec la réalité, et donc d'observer la construction du gâteau dans les cas plus complexes. Il est aussi pertinent de déterminer des règles de conception pour guider la conception de moules dans le futur, notamment en ce qui a trait aux stratégies de positionnement des points d'injection et de filtration dans les moules.

Pour ceci, deux types de moules ont été réalisés :

- Un pour la production d'échantillons rectangulaires, où l'injection et la filtration peuvent se dérouler sur une autre direction que les essais mentionnés plus haut.
- Un pour une pièce de géométrie typique présentant un arrondi. Sur cette pièce aussi, plusieurs configurations d'injection et de filtration ont été essayées.

Un plan d'essais a été réalisé pour chacune de ces géométries. Les paramètres tels que la pression dans le moule et le volume injecté ont été enregistrés en temps réel, ce qui a permis une analyse des courbes de filtration. Ensuite, les échantillons ainsi obtenus ont été analysés en microtomographie.

Les résultats des essais de moulage suivant plusieurs configurations ont permis de mettre en évidence plusieurs accords et écarts par rapport aux résultats découlant de la simulation par Multi-1D. Par exemple, la forme du front de construction réel est similaire aux résultats des simulations pour les essais rectangulaires ou l'injection est perpendiculaire à la filtration ; en revanche pour certains des essais sur la pièce présentant un arrondi, le front de construction réel présente une forme différente du front simulé.

Il a également été possible de déterminer des règles de conception simples pour plusieurs cas courants lors de la conception de moules pour pièces complexes.

ABSTRACT

Composite materials are materials that are generally made of fibers bound together by a surrounding matrix. Ceramic Matrix Composites (CMC) are generally made of specific fibers and matrixes that give them interesting mechanical properties under conditions at high temperature.

Today, there exists multiple CMC manufacturing processes, each with its own level of industrial mastery, and its own pros and cons. One of them is the slurry cast process, which already has an advanced level of industrial expertise. The basic principle is to prepare a suspension of ceramic particles in a carrier fluid, called a slurry, and to inject that slurry through a fibrous preform embedded in a mold. Said mold features a filter that lets the carrying fluid through, but stops the ceramic particles, that therefore start building up and forming a cake. Placing the fibers between the injection point and the filter makes the cake build up in between the fibers. The part made thusly is then dried and sintered.

Even though this process is rather well understood thanks to previous work (some of which carried at Polytechnique Montréal), there remain some grey areas regarding the underlying mechanisms governing the cakes buildup. Indeed, most of the previous work has been focused on cases where both the injection and the filtration are parallel among each other and perpendicular to the fibers. This then creates a lack of stable simulation software. To fulfill that need, Safran Ceramics developed a process model called « Multi-1D model », which was further developed at Polytechnique Montréal. There is a need to check if the results of that model are an accurate representation of reality, and as such to observe the cake buildup in more complex cases. It is also relevant to determine design guidelines for future molds, most notably regarding the positioning of injection and filtration spots. With that aim in mind, two types of molds were designed to study such cases:

- One to produce rectangular samples, where injection and filtration can happen in a different direction than in the studies described above,
- One for a part presenting a typical rounded angle. On that part too, multiple configurations of injection and filtration were tried.

A series of tests has been realized on each of these parts. Process parameters such as mold pressure and injected volume have been recorded in real time, which has allowed the study of filtration curves. The samples produced have then been analyzed in microtomography.

The results of these tests have shed the light on multiple accords as well as differences compared to the results of Multi-1D model simulation. For example, the shape of the buildup front is similar to simulation results for rectangular parts where the injection and filtration direction are perpendicular. However for some tests on parts with a rounded angle, the actual front shape is different to the simulated one.

It was also possible to set simple design rules regarding common occurrences for the design of molds destined to produce complex parts.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ.....	VI
ABSTRACT.....	VIII
TABLE DES MATIÈRES	X
LISTE DES TABLEAUX.....	XIII
LISTE DES FIGURES.....	XIV
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XX
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	3
2.1 Matériaux composites	3
2.2 Céramiques.....	3
2.3 Composites à matrice céramique.....	3
2.4 Procédés de fabrication de composites à matrice céramique	6
2.4.1 Infiltration de barbotine.....	6
2.4.2 Autres procédés	12
2.4.3 Défauts	17
CHAPITRE 3 OBJECTIFS DU PROJET DE RECHERCHE	21
CHAPITRE 4 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE.....	22
4.1 Équipement spécifique	22
4.1.1 Injection : colonne de Darcy II.....	22
4.1.2 Rhéologie	25
4.2 Simulation de fabrication de pièces à l'aide du modèle Multi-1D.....	26

4.3	Processus de fabrication de pièces CMC Oxyde/Oxyde.....	28
4.3.1	Préparation de barbotine.....	28
4.3.2	Préparation du renfort et injection de la barbotine.....	29
4.4	Analyse des échantillons.....	31
CHAPITRE 5 MOULE D'ÉTUDES DES INJECTIONS LONGITUDINALES.....		33
5.1	Description du besoin.....	33
5.2	Cahier des charges.....	36
5.3	Conception.....	36
5.4	Moule final.....	38
5.4.1	Vue d'ensemble.....	38
5.4.2	Visserie.....	41
5.4.3	Joints toriques.....	42
5.4.4	Finis de surface.....	45
5.4.5	Mise en marche.....	46
5.4.6	Conseils tirés pour la conception de futurs moules.....	50
5.5	Résultats et analyses.....	52
5.5.1	Plan d'essais.....	52
5.5.2	Analyse des courbes de filtration.....	53
5.5.3	Analyse en microtomographie.....	57
5.6	Conclusion.....	66
CHAPITRE 6 MOULE CORNIÈRE.....		67
6.1	Expression du besoin.....	67
6.2	Travail préliminaire sur première définition.....	67
6.3	Conception du moule cornière.....	71

6.3.1	Mise en route.....	76
6.4	Résultats.....	79
6.4.1	Plan d'essais.....	79
6.4.2	Méthodologie d'analyse en microtomographie.....	79
6.4.3	Essais et analyses.....	80
6.5	Conclusion.....	89
CHAPITRE 7	CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS.....	91
RÉFÉRENCES	94

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1 : Comparaison des points forts et points faibles des différents procédés de fabrication présentés dans cette section.....	16
Tableau 5-1 : Comparaison des propriétés des élastomères disponibles chez Parker. Les propriétés considérées comme importantes pour cette application sont encadrées en rouge. Adapté de [33].	44
Tableau 5-2 : Plan d'essais pour les essais oxydes en configuration XY	52
Tableau 5-3 : Plan d'essais pour les essais XX.....	53
Tableau 5-4 : Analyses en microtomographie d'échantillons en configuration XY	61
Tableau 5-5 : Analyse en microtomographie des échantillons XX.....	65
Tableau 6-1 : Plan d'essais pour les essais cornière.	79

LISTE DES FIGURES

- Figure 2.1 : Exemple de mat de fibres. Tiré de [37].
- Figure 2.2 : Schéma de différents tissages possibles. De gauche à droite, en français : toile, sergé, satin, gaze. Tiré de [37].
- Figure 2.3 : Différentes possibilités pour créer un réseau 3D dans un renfort fibreux. Tiré de [37].
- Figure 2.4 : Schéma de principe de l'infiltration de barbotine.
- Figure 2.5 : Types de filtration rencontrées dans une infiltration de barbotine. D'après [37].
- Figure 2.6 : graphe de tV en fonction de V pour une filtration à pression constante (d'après Leclerc [17]).
- Figure 2.7 : Schéma de principe du procédé CVI.
- Figure 2.8 : Schéma de coupe d'un moule PolyFlex adapté pour les CMC. D'après [27].
- Figure 2.9 : Fissures de retrait sur une coupe d'échantillon Oxyde/Oxyde. Celles-ci sont quasi verticales dans la zone entourée de pointillés rouges. Défaut de catégorie 2 selon [28] et de catégorie C selon [29]. Tiré de [28].
- Figure 2.10 : Fibres sèches sur une coupe microscopique (gauche) et tel que représenté sur pcGINA (droite). L'objet noir est ce type de défaut. Défaut de catégorie 1 selon [28] et de catégorie A selon [29]. Tiré de [28].
- Figure 2.11 : Trois images, (a), (b) et (c), obtenues par Del Puglia *et al.* par observations au microscope optique d'un échantillon de CMC C/C-SiC. (a) est sur un plan normal à l'axe Z, (b) normal à l'axe X, et (c) normal à l'axe Y. La localisation de quatre types de porosités (A, B, C, et D) sont indiquées avec des flèches. (d) présente le système d'axe par rapport au tissage en toile de l'échantillon illustré par (e). Tiré de [29].
- Figure 2.12 : Défaut de chevauchement sur une coupe microscopique (droite) et tel que représenté sur pcGINA (gauche). L'objet noir est ce type de défaut. Défaut de catégorie 2 selon [28] et de catégorie D selon [29]. Tiré de [28].
- Figure 4.1 : Vue isométrique de la colonne de Darcy II. Image Mèkanic.22
- Figure 4.2 : Vue en coupe annotée de la cellule d'injection de Darcy II. Image Mèkanic.

- Figure 4.3 : Interface de contrôle de la colonne de Darcy 2.
- Figure 4.4 : Schéma de la géométrie simple Couette utilisée pour l'étude de la rhéologie d'une barbotine.
- Figure 4.5 : Représentation schématique d'une pièce rectangulaire sur le modèle Multi-1D au début du processus de simulation.27
- Figure 4.6 : Représentation schématique d'une pièce rectangulaire sur le modèle Multi-1D après remplissage d'un premier ensemble de résistances.27
- Figure 4.7 : Représentation schématique d'une pièce rectangulaire sur le modèle Multi-1D après remplissage d'un deuxième ensemble de résistances.27
- Figure 4.8 : Suivi de la conductivité de l'eau de déliantage en sortie du moule lors de l'essai XY-14.
- Figure 5.1 : Représentation schématique des flux de barbotine et de filtrat dans les deux configuration, XX (haut) et XY (bas).
- Figure 5.2 : Configurations XX (haut) et XY (bas) vues en coupe sur le modèle multi-1D. L'injection se fait par la surface surlignée en vert et la filtration par la surface surlignée en bleu. Les côtés rouges représentent des frontières non utilisées. Le jaune est l'intérieur de la préforme de fibres. Les zones d'injection et de filtration ont été épaissies pour plus de visibilité.
- Figure 5.3 : Exemples de formes auxquelles à priori le front de construction pourrait intuitivement se conformer sur la configuration XY, représentés sur le modèle Multi-1D. Vert : injection, bleu : filtration, rouge : front possible. Haut : Front parallèle au filtre, milieu : front décroissant sur un plan, bas : front présentant un profil parabolique.
- Figure 5.4 : Vue du haut d'une partie centrale du centre d'une version originale de développement du moule d'études longitudinal ; montré ici en version XY. Les fibres sont représentées par la pièce jaune. Elle est enchâssée entre trois pièces de Téflon sur les côtés, un filtre en membrane poreuse sur le bas et un couvercle sur le haut. Pour transformer le moule en version XX, le filtre est remplacé par une pièce de même forme en Téflon et la pièce de Téflon la plus à gauche par une pièce de même forme en membrane poreuse.

- Figure 5.5 : Vue en coupe du moule en version XX.
- Figure 5.6 : Vues en coupe du moule dans les configurations XY (gauche) et XX (droite). Les flèches rouges représentent le trajet de la barbotine et du filtrat.
- Figure 5.7 : Milieux versions XY (gauche) et XX (droite).
- Figure 5.8 : Milieu en version XY. La barbotine est injectée par la chambre de répartition à droite et filtrée par le filtre (en gris clair). Le filtrat est évacué par le dessous de la pièce.
- Figure 5.9 : Milieu en version XX. La barbotine est injectée par la chambre de répartition à droite et filtrée à gauche par le filtre (en gris clair). La pièce noire est un joint plat. Le filtrat est évacué par les canaux à gauche puis tombe dans le trou oblong.
- Figure 5.10 : Esquisse de positionnement des trous taraudés du milieu du moule (version XY). Chaque symbole vert représente une contrainte géométrique sur un élément voisin.
- Figure 5.11 : Gauche : séquence de serrage de vis de culasse sur un Acura MDX équipée du moteur J37 [38]. Droite : Séquence de serrage pour le moule Injection Longitudinale.
- Figure 5.12 : Vue de coupe du moule en version XY. Les rainures destinées à accueillir les joints toriques sont entourées en rouge.
- Figure 5.13 : Recommandations de Parker sur les états de surface des rainures destinées à accueillir des joints toriques. Tiré de [31], pp. 98.
- Figure 5.14 : Joint imprimé en TPU pour la configuration XY.
- Figure 5.15 : Différentes solutions explorées pour résoudre les problèmes d'étanchéité. Les quatre blocs de membrane filtrante sont chacun entourés d'un polymère différent. De gauche à droite : Gaine transparente en plastique, gaine noire en caoutchouc, gaine rouge en caoutchouc avec enrobage interne, ruban de Téflon. Le caoutchouc sans enrobage (noir) a donné de meilleurs résultats lors de tests et a été retenu. Tout à droite : Joint individuel en TPU imprimé 3D.
- Figure 5.16 : Filtre découpé dans une bande de membrane enrobée, enchâssée dans le milieu version XX.
- Figure 5.17 : Découpe d'une tranche de filtre avec un massicot pour la configuration XX.

- Figure 5.18 : Vue du milieu en version XX avec le filtre et le joint imprimé 3D en TPU.
- Figure 5.19 : Joints imprimés en TPU pour le moule version XX (gauche) et XY (droite). La version XX diffère de la version XY principalement avec la présence du repli.....
- Figure 5.20 : Vue de côté des échantillons XY-7 (gauche, démoulage manuel) et XY-9 (droite, démoulage avec poussoir). XY-7 présente des fissures.
- Figure 5.21 : Modèle 3D du poussoir pour version XX.....
- Figure 5.22 : Modèle 3D du poussoir pour version XY.....
- Figure 5.23 : Courbes t/V en fonction de V pour des essais effectués avec un débit de montée en pression 5 ml/min. La partie encadrée en rouge sur la courbe de l'essai XY-8 correspond à une construction de gâteau en dehors de la chambre des fibres.....
- Figure 5.24 : Graphe de la pression en fonction du volume injecté avec un débit de montée en pression à 25 ml/min. Certaines courbes (comme XY-30) présentent un point d'inflexion, d'autres (comme XY-31) une chute de pression.
- Figure 5.25 : Courbes t/V en fonction de V pour des essais effectués avec un débit de montée en pression 25 ml/min.
- Figure 5.26 : Schéma explicatif de l'analyse du front de construction pour les échantillons du plan d'expérience. Toutes les illustrations sont tirées de XY-31 (essai oxyde avec cible de 66%). Les images sont espacées d'environ 42 μm
- Figure 5.27 : Analyse du front de construction sur l'échantillon oxyde XY-30. Le tracé bleu est la frontière du front sur cette image en particulier.
- Figure 5.28 : Analyse du front de construction sur l'échantillon oxyde XY-31. Le tracé bleu est la frontière du front sur cette image en particulier.
- Figure 6.1 : Vue de face de l'éprouvette raidie.....
- Figure 6.2 : Concepts "Tank" et "3 couvercles". Les pièces représentées en noir peuvent être faites en résine et servir pour la filtration, ou en métal percé pour servir à l'injection. Les traits oranges représentent les rigoles.....
- Figure 6.3 : Définition finale de la cornière.

- Figure 6.4 : Vue en coupe du moule cornière. Les fibres sont en jaune.
- Figure 6.5 : Adaptateur NPT-durite 1/4 po McMaster-Carr 7880T125.
- Figure 6.6 : Raccord en T McMaster-Carr 5779K34.
- Figure 6.7 : Raccord en croix McMaster-Carr 5779K786.
- Figure 6.8 : Chemins possibles sur le moule cornière. Ceci correspond à la configuration nommée 123 123 plus bas.
- Figure 6.9 : Vues en coupes sur le modèle Multi-1D des configurations utilisées sur le plan d'essais final. Vert : injection, bleu : filtration, rouge : surfaces non utilisées.
- Figure 6.10 : Pièce résultant d'un essai préliminaire avec préforme 2D, démoulé. Les bavures sur le côté sont dues au fait que de grands espaces sont nécessaire sur le pourtour afin de compenser le glissement des plis lors du transfert après déliantage.
- Figure 6.11 : Pièce résultant d'un essai de fabrication avec une préforme UD découpée dans une chute avec le même liant que les cornières.
- Figure 6.12 : échantillon 123 023-3 en place dans le microtomographe.
- Figure 6.13 : Détail de l'échantillon 123 123-2 monté sur un cure-dent. La flèche décrit la convention utilisée pour le positionnement des images.
- Figure 6.14 : Photo de l'échantillon PExMC-123123-1 avant démoulage.
- Figure 6.15 : pièce 123 123-2 après démoulage. Le trait orange représente la section examinée sur la Figure 6.16.
- Figure 6.16 : Vue en microtomographie au milieu de l'échantillon 123 123-2.
- Figure 6.17 : Résultat de la simulation de la configuration 103 123 sur le modèle Multi-1D. Les zones construites en fin d'injection sont en rouge, les zones de fibres dans laquelle le gâteau n'est pas construit sont en jaune. Les flèches vertes indiquent le sens d'injection et les bleues le sens de filtration.
- Figure 6.18 : Image du milieu de l'échantillon 103 123-1 en microtomographie. Le filtre se trouve sur le côté intérieur, et donc ici (et sur toutes les figures similaires par la suite) à gauche.

- Figure 6.19 : Vue du côté intérieur de la pièce tirée de l'essai 123 023-1. On distingue bien le front de construction entre le bas bien construit et le haut non construit. Les flèches bleues marquent le niveau du front.....
- Figure 6.20 : Résultat de simulation de la configuration 123 023 sur le modèle Multi-1D. La zone construite en fin d'injection est en rouge, la zone de fibres dans laquelle le gâteau n'est pas construit est en jaune. Les flèches vertes indiquent le sens d'injection et les bleues le sens de filtration.....
- Figure 6.21 : Vues en coupe en microtomographie de l'échantillon 123 023-1. Le front de construction est surligné en bleu. La cote en hauteur est donnée selon la convention décrite en Figure 6.13. 86
- Figure 6.22 : Vues en coupe en microtomographie de l'essai 123 023-2. Le front de construction est surligné en bleu. La cote en hauteur est donnée selon la convention décrite en Figure 6.13. 87
- Figure 6.23 : Comparaison entre 123 023-3 (gauche) et 123 023-2 (droite, après découpe). Le front de construction est souligné en bleu. Il est plus avancé dans 123 023-3.
- Figure 6.24 : Vues en coupe en microtomographie de l'essai 123 023-3. Le front de construction est surligné en bleu. La cote en hauteur est donnée selon la convention décrite en Figure 6.13. 89
- Figure 7.1 : Axe de recherche proposé pour la poursuite des études des écoulements XY. La configuration est montrée en vue du dessus. L'alimentation se fait par le pourtour et la filtration par le dessous.

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

ABS *Acrylonitrile Butadiène Styène*, un plastique rigide. Peut facilement être utilisé en fabrication additive.

Bx Barbotine oxyde avec une fraction volumique en alumine de x%. Exemple : une barbotine B18 contient 18% d'alumine en volume.

CMC Composite à Matrice Céramique.

CNC *Computer Numerical Control*. Se dit d'une machine-outil contrôlée par ordinateur.

TPU *Thermoplastic PolyUrethane*, un plastique souple possédant de bonnes capacités de résistance à l'abrasion et aux produits chimiques. Peut facilement être utilisé en fabrication additive.

UD Uni Directionnel. Se dit d'un pli ou les fibres pointent toutes dans la même direction.

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Depuis la fin du dernier conflit mondial, le trafic aérien mondial a connu une croissance soutenue. L'Organisation de l'Aviation Civile Internationale (OACI) mesure le volume du trafic passager en milliard de passagers-kilomètres payants, ou BKRP (Billion Revenue Passenger-Kilometer) en anglais. Parti de quelques BKRP en 1950, l'industrie a passé le cap des 1000 BKRP en 1979, et celui des 3000 en l'an 2000 [1]. Au cours de l'année 2019, soit juste avant que l'épidémie COVID-19 passe au stade de la pandémie mondiale, le trafic aérien avait enregistré plus de 5500 BKRP. A l'heure où ces lignes sont écrites, il est encore trop tôt pour pouvoir prédire avec certitude quelle forme prendra la reprise du trafic aérien sur le long terme ; mais les projections de l'IATA (International Air Transport Association) en date de mai 2021 prévoit un dépassement du niveau pré pandémie en 2023 [2].

Avec cette constante augmentation vient naturellement une augmentation de la consommation en kérosène selon les mêmes tendances. En 2019, le secteur du transport aérien était responsable d'environ 2% des émissions de CO₂ mondiales, soit 12% des émissions liées au secteur des transports. Dans le contexte actuel de réchauffement climatique, il est essentiel de réduire les émissions de gaz à effet de serre. Le Conseil consultatif pour la recherche aéronautique en Europe (ACARE), via le programme Clean Sky 2, a fixé pour les avions produits à l'horizon 2020 les objectifs de réduction suivants, par rapport au niveau de 2000 : une réduction de 50% des émissions de dioxyde de carbone (CO₂), une réduction de 80% des monoxydes d'azote (NO_x) ainsi qu'une réduction du bruit de 65% des avions en vol [3]. Via ses filiales de recherches, et en tant que membre du programme Clean Sky 2, le groupe Safran participe activement à l'atteinte de ces objectifs, principalement via le programme LEAP visant à concevoir un successeur plus économe au moteur CFM56.

Au-delà des considérations écologiques, réduire la consommation de carburant est un enjeu crucial d'un point de vue économique. En 2019, les compagnies aériennes ont dépensé 188 milliards de dollars américains en carburant, ce qui correspondait à 23,7% de leurs dépenses opérationnelles. Ceci en dépit des grandes améliorations qui ont déjà été apportées au niveau de l'efficacité des opérations des compagnies aériennes : pour transporter une tonne de marchandise ou de fret en 2018, en moyenne une compagnie a besoin de moins de la moitié du carburant qui aurait été nécessaire en 1990 [4].

Un des leviers importants pour diminuer la consommation en carburant des avions est leur allègement, qui passe ou par des changements structurels, ou l'utilisation de matériaux différents. Un autre levier intéressant se trouve dans l'augmentation des rendements des moteurs via une augmentation de la température de combustion. Or, celle-ci étant déjà élevée (avec des températures d'entrée turbine pouvant dépasser 1600 K sur certains modèles) [5], la résistance à la température des matériaux utilisés peut devenir critique. De hautes températures exigent également l'utilisation de systèmes de refroidissement, qui fonctionnent en détournant une partie de l'air froid utilisé pour la propulsion dans des canaux de refroidissement [6]. L'utilisation d'alliages ou superalliages métalliques est courante en vertu de leur forte résistance à la chaleur, mais ceux-ci présentent généralement une densité élevée (7 à 10 g/cm³), limitante dans la réalisation de turbomachines légères.

Les céramiques industrielles présentent des propriétés intéressantes au niveau de leur densité, résistance à la chaleur, et de la plupart de leurs propriétés mécaniques. En revanche, leur sensibilité aux défauts et leur fragilité résultant de la propagation catastrophique des fissures représente un inconvénient majeur. Une solution possible à ce problème est d'intégrer des fibres dans la céramique afin d'en faire un matériau composite à matrice céramique (CMC). De cette manière, il est possible d'augmenter drastiquement la ténacité du matériau tout en gardant d'excellentes propriétés de tenue à la chaleur ainsi qu'une faible densité. Ceci permettrait de réduire voire d'éliminer les canaux de refroidissement [6]. Les CMC ont une densité de l'ordre de 2,5 à 3,2 g/cm³, soit environ 30% de celle des superalliages de nickel.

Les CMC présentent cependant un certain degré de difficulté dans leur mise en œuvre. Bien qu'il y ait déjà des applications industrielles de ces matériaux, les procédés utilisés pour leur mise en forme sont souvent longs, et présentent des défis qui seront présentés lors de la revue de littérature. Afin de parvenir à fabriquer des pièces avec une qualité optimale, en particulier lorsque celles-ci sont de formes complexes et/ou de grande taille, il est indispensable d'atteindre une bonne compréhension des mécanismes qui leur sont sous-jacents. L'objectif de ce mémoire est d'étudier ces mécanismes et participer à la validation d'un module de simulation basé sur ces derniers.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

Ce chapitre présente une revue critique de la littérature se rapportant à la fabrication de matériaux composites à matrice céramique.

2.1 Matériaux composites

Les *matériaux composites*, parfois désignés simplement comme *composites*, sont des matériaux constitués de plusieurs autres matériaux dans le but d'allier leurs qualités respectives. Ils sont généralement composés d'un *renfort fibreux* ou *fibres*, d'où ils tirent la majorité de leur qualités mécaniques, mais flexibles ; et d'une *matrice*, aux qualités mécaniques moins bonnes mais nécessaire pour répartir les contraintes entre plusieurs fibres [5].

2.2 Céramiques

Dans le langage courant, la céramique en tant que matériau est compris comme le résultat de la cuisson d'une argile [7]. Dans un contexte industriel, ceci s'étend à plus de matériaux. Ainsi, Techniques de l'Ingénieur [8] définit la céramique comme un matériau qui « doit avoir subi une mise en forme suivie d'un passage à haute température lors de son procédé de fabrication » et dont la composition généralement « correspond à une combinaison d'atomes métalliques (comme l'aluminium, le calcium, le titane, le cérium...) et de non-métaux ou de métalloïdes (l'oxygène, le carbone, l'azote, le bore et le silicium). »

Les céramiques se distinguent d'une manière générale par une bonne tenue à la chaleur, une très forte dureté et une densité de l'ordre d'environ $2,5 \text{ g/cm}^3$ à 6 g/cm^3 [9], ce qui correspond à celle des métaux les moins denses. En revanche, leur capacité à être usinée ainsi que leur résistance aux chocs tend à être inférieure à celle des métaux et des polymères.

2.3 Composites à matrice céramique

Les CMC sont des composites dont la matrice est constituée de céramique au sens industriel. Ils tendent à garder les avantages de la céramique tout en présentant une meilleure résistance aux chocs et tolérance à l'endommagement. Il est possible de les classer en différentes familles suivant les matériaux utilisés pour fibres et la matrice.

2.3.1 Classification par les types de matériaux utilisés

Les CMC peuvent être désignés par une nomenclature du type « matériau des fibres / matériau de la matrice ».

Parmi tous ceux pouvant exister, quatre grands types se distinguent de par la maîtrise de leur fabrication et la disponibilité des matières premières sur le marché :

- Les CMC Oxyde/Oxyde, aussi appelés Ox/Ox ou O-CMC, sont formés d'oxydes de métaux ou de métalloïdes. Les oxydes les plus couramment utilisés pour la réalisation des constituants des fibres et de la matrice sont l'alumine, la mullite, la silice, la zircone, ainsi que des mélanges alumine-silice, mullite-silice et mullite-alumine [10]. Vu qu'ils sont déjà oxydés, ils ont pour avantage évident de bien résister aux milieux oxydants comparé aux autres types de CMC. En revanche, ils présentent généralement de moins bonnes propriétés mécaniques, particulièrement en ce qui concerne la résistance au fluage [11]. Ce sont ceux qui ont été utilisés dans le cadre de ce mémoire.
- Ceux dont les fibres et la matrice sont en carbure de silicium, appelés SiC/SiC, sont déjà commercialement viables. Le moteur LEAP de CFM International, en production en série depuis 2016, fait usage de CMC SiC/SiC pour sa virole et ses buses d'injection [12]. Ils peuvent parfois présenter des limitations lorsqu'ils sont utilisés dans des environnements très oxydants, car les fibres peuvent se fragiliser au contact de l'oxygène.
- Les CMC C/SiC sont également des matériaux avec une filière industrielle robuste. Ils sont constitués d'une matrice en carbure de silicium renforcée de fibres de carbone. Leur application la plus connue est probablement celle des freins « carbone-céramique » utilisés dans certaines automobiles haute performance de route et de course [13].
- Les CMC C/C présentent une tenue mécanique à la chaleur et une résistance aux chocs thermiques particulièrement bonnes. Ils ont été développés pour les boucliers thermiques de véhicules spatiaux et sont également utilisés pour produire des freins pour automobile à haute performance. Ils sont le plus souvent constitués d'une matrice de graphite renforcée avec des fibres de carbone ; mais des recherches sont également en cours pour utiliser une matrice en fullerène renforcée de nanotubes de carbone, ce qui pourrait encore accroître les performances [14].

Il existe d'autres types de CMC, qui sont moins utilisés. Par exemple, il existe des composites $\text{Cr}_3\text{C}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ou $\text{TiB}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ [15].

2.3.2 Classification par l'organisation spatiale des fibres

Une autre façon de classer les CMC est par la disposition spatiale des fibres. Le renfort fibreux d'un matériau CMC constitue son armature. Il peut être constitué de fibres longues ou courtes, les CMC à fibres longues présentant de meilleures propriétés mécaniques dans la direction renforcée par les fibres.

En plus de la taille des fibres, les propriétés des renforts sont influencées par la disposition spatiale des fibres. Celle-ci peut être décrite en termes de dimensions. Dans un renfort dit 1D, les fibres sont toutes orientées dans la même direction. Les renforts 1D présentent en général les meilleures propriétés de tous les types de renforts dans le sens des fibres, mais les moins bonnes dans les directions perpendiculaires.

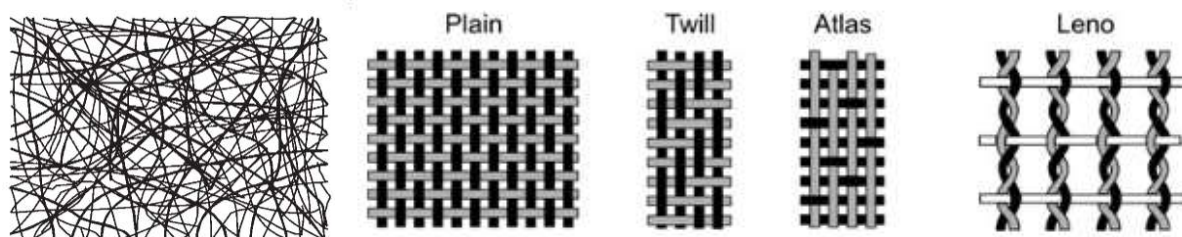


Figure 2.1 : Exemple de mat de fibres. Tiré de [38], avec permission.

Figure 2.2 : Schéma de différents tissages possibles. De gauche à droite, en français : toile, sergé, satin, gaze. Tiré de [38], avec permission.

Pour avoir de meilleures propriétés dans deux directions, il est possible d'orienter les fibres dans deux dimensions différentes. On appelle donc cette catégorie de renfort les 2D. Ceci peut se faire soit en les disposant aléatoirement (ce qu'on appelle un mat, cf. Figure 2.1) ou en les tissant pour en faire un textile.

Il existe de nombreux types de renforts textiles, qui présentent tous différentes caractéristiques en termes de propriétés mécaniques mais aussi de drapabilité. La Figure 2.2 présente quatre types de tissages courants, mais il existe de nombreux autres types et variantes des types présentés.

Pour étendre les propriétés mécaniques dans toutes les directions, il est aussi possible de tisser les fibres dans les 3 directions. Les renforts ainsi fabriqués sont des renforts 3D. Ils présentent de nombreux avantages, par exemple il est possible d'obtenir des propriétés quasi isotopiques. Il est également possible de produire des renforts présentant des formes complexes pour se conformer à un moule non plat. En revanche les renforts doivent être conçus pour épouser spécifiquement un profil, la drapabilité des renforts 3D étant en général mauvaise.

Lorsqu'une des directions d'un renfort 3D présente moins de fibres que les deux autres, on peut l'appeler 2.5D. Ceci est le cas, par exemple, des renforts fabriqués en cousant plusieurs plis 2D les uns sur les autres. La Figure 2.3 présente des exemples de structures 3D possibles pour des renforts fibreux.

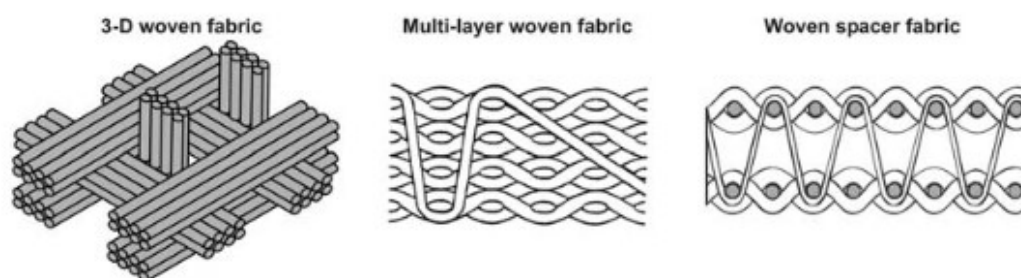


Figure 2.3 : Différentes possibilités pour créer un réseau 3D dans un renfort fibreux.

Tiré de [38], avec permission.

2.4 Procédés de fabrication de composites à matrice céramique

Il existe de nombreux procédés de fabrication de composites à matrice céramique. Chacun présente des avantages et des inconvénients différents, et certains sont plus adaptés à certains types de matériaux que d'autres. Le procédé d'infiltration de barbotine est celui étudié dans le cadre de ce mémoire, et sera donc exploré plus en détail que les autres.

2.4.1 Infiltration de barbotine

2.4.1.1 Principe

Dans ce procédé, une préforme fibreuse est scellée dans un moule ; puis un liquide contenant des particules de céramique ou de précurseur en suspension est injecté sous pression à travers la

préforme de fibres. Ce liquide est appelé une barbotine, et utilise généralement une base d'eau, avec un ajout de dispersant pour aider la suspension des particules, ainsi que d'un acide ou d'une base pour fixer le pH à sa valeur désirée. Le chemin d'évacuation de la barbotine lui fait traverser la préforme et un filtre poreux. Le filtre est choisi en fonction de la barbotine, de manière à pouvoir être traversé par le liquide porteur mais pas par les particules en suspension. De cette manière, les particules de céramique s'accumulent progressivement dans les espaces libres entre les fibres de la préforme. Les dispersants permettent ici d'éviter la sédimentation des particules, qui conduirait à des gradients de densité de la matrice au travers du composite [11]. On appelle l'amas compact de particules ainsi formé un *gâteau*. La Figure 2.4 illustre cette partie du processus. Lorsque le gâteau est construit au niveau désiré, la pièce est séchée (souvent en plaçant le moule quelques heures dans un four à basse température) puis démoulée. Cette étape nécessite une grande dextérité car la pièce est alors très friable. Enfin, la pièce est placée dans un four à haute température et pression atmosphérique, ce qui a pour effet de fritter les particules de céramique et de durcir la pièce.

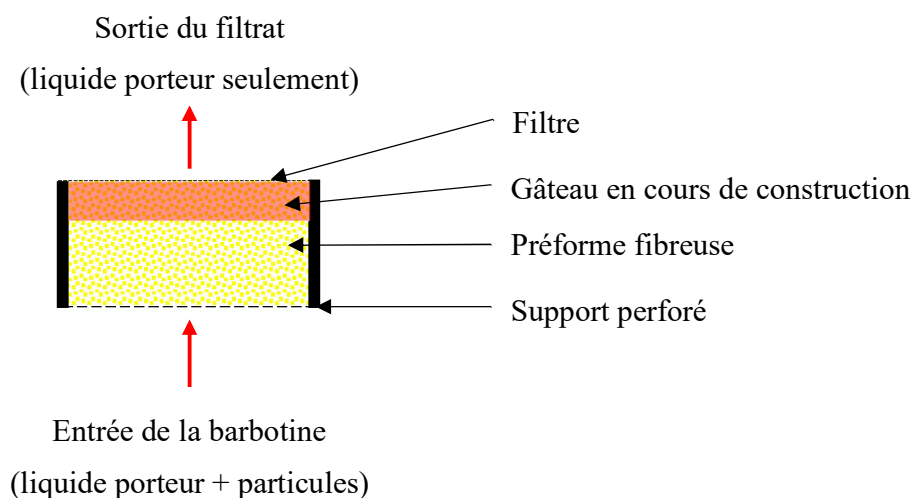


Figure 2.4 : Schéma de principe de l'infiltration de barbotine

Les préformes sont parfois enduites d'une couche de matériau organique destinée à faciliter leur tissage ou à les maintenir dans la forme désirée. Dans ce cas-là, il est nécessaire de l'enlever avant l'étape d'infiltration ; cette étape se nomme le désensimage. Ceci est fait par pyrolyse, ou par dissolution chimique en faisant passer dans la préforme un solvant présentant des affinités avec la

couche protectrice. Cette étape peut être effectuée dans le moule lorsque celui-ci est adapté, ce qui a l'avantage de ne pas avoir à manipuler la préforme sans qu'elle soit maintenue.

2.4.1.2 Loi de Darcy

Les préformes fibreuses et les gâteaux sont considérés comme des milieux poreux. L'étude des écoulements dans ces milieux est ancienne, celle-ci ayant été formalisée par Darcy en 1856 [16].

Un milieu poreux est un milieu qui présente une certaine fraction de vide. On distingue la porosité ouverte de la porosité fermée. La porosité ouverte est celle où les vides du milieu sont interconnectés de façon à former des petits canaux. Un amas de sable, tel qu'étudié par Darcy, présente une porosité ouverte. Une porosité fermée est le cas inverse, c'est-à-dire lorsque les vides ne sont pas connectés entre eux.

Lorsque les milieux poreux ont les caractéristiques adéquates, on peut les utiliser pour réaliser des filtrations. On peut diviser la filtration en deux grandes catégories : la filtration sur membrane et la filtration en profondeur.

Dans la filtration sur membrane, la filtration se fait au contact d'un filtre. Ce filtre est généralement un milieu poreux qui permet le passage du fluide mais empêche le passage des particules à filtrer. Dans une filtration en profondeur, les particules déjà filtrées font office de filtre. Le filtre a donc des caractéristiques, en particulier l'épaisseur, qui changent en fonction du temps.

Dans une infiltration de barbotine, les deux mécanismes se présentent, l'un à la suite de l'autre. Dans un premier temps, il se déroule une filtration sur membrane au contact du filtre. Lorsqu'une certaine quantité de barbotine a été filtrée et qu'un gâteau uniforme commence à se construire, le gâteau agit à son tour comme surface filtrante. La cinétique de construction du gâteau peut être déduite de la loi de Darcy.

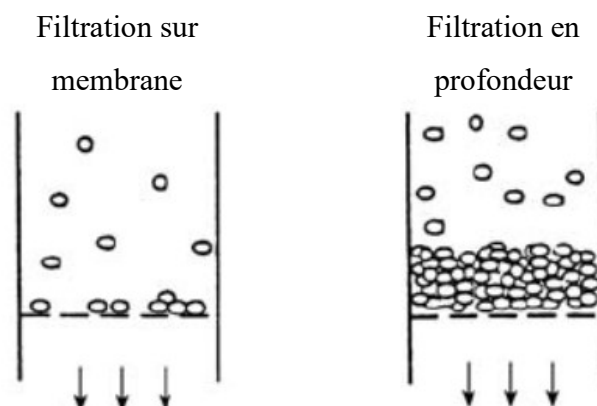


Figure 2.5 : Types de filtration rencontrées dans une infiltration de barbotine. D'après [37], avec permission.

Dans un milieu poreux, la loi de Darcy peut s'écrire de la manière suivante [17] :

$$\Delta p = \frac{\eta u_z \Delta z}{\Omega k}$$

Avec Δp la perte de charge à travers le matériau (en Pa), η la viscosité (en Pa·s), u_z le débit d'écoulement (en m³/s), Δz l'épaisseur du milieu poreux (en m), Ω l'aire spécifique de passage (soit l'aire à travers laquelle passe un volume élémentaire de filtrat dV , exprimée en m²) et k la perméabilité du milieu poreux (en m²).

Considérons un écoulement d'une suspension à viscosité (et donc température) sensiblement constante et pour lequel les phénomènes de suspension sont négligeables.

Si on applique la loi de Darcy à une couche de gâteau élémentaire d'épaisseur dz , traversé par un flux parallèle à z , on arrive aux relations [17], [18] :

$$u_z = \frac{1}{\Omega} \frac{dV}{dt} = \frac{1}{\eta} \frac{\Omega dp}{\alpha_z W_z dV}$$

Avec :

- α_z la résistance spécifique de la couche dz du gâteau, soit la résistance qu'oppose à l'écoulement du filtrat une quantité de gâteau déposée sur 1 m² de surface filtrante et contenant 1 kg de produit sec (en m/kg),

- W_z la masse de gâteau déposée à la cote z par unité de volume de filtrat (en kg/m^3),
- dV le volume de filtrat écoulé pendant le temps dt à travers l'aire de section Ω (en m^3).

En intégrant dans le temps de 0 à t en faisant l'hypothèse d'une pression constante, on arrive à la relation :

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \alpha W}{2 \Delta p \Omega^2} V + \frac{\eta R_s}{\Delta p \Omega}$$

Avec R_s la résistance spécifique du filtre (en m^{-1}) par unité de surface.

Un des intérêts de cette formulation est qu'elle permet de déduire qu'il peut être intéressant de tracer, pour une filtration à pression constante, le graphe de t/V en fonction de V (Figure 2.6). En effet, dans ce graphe un changement de pente implique une variation d'au moins un des paramètres de $\tan \theta$. En pratique, dans un moule, il s'agit souvent d'une variation de la surface de filtration Ω .

En continuant l'analyse, on peut trouver les formules donnant l'épaisseur totale de gâteau déposé Z (en m). On doit cependant faire l'hypothèse que les particules du gâteau sont parfaitement rigides, et qu'elles ne peuvent être tassées. On fait également l'hypothèse que la porosité du gâteau ε , soit le pourcentage de vide, est constante à travers toute son épaisseur. On peut montrer que ceci implique aussi que α_z et W_z le sont aussi, notons-les donc α et W afin d'alléger la notation. On trouve :

$$Z = \frac{WV}{\Omega(1 - \varepsilon)\rho_s}$$

Dans le cas d'une filtration à débit constant,

$$Z = \frac{1}{(1 - \varepsilon)\rho_s} \left(\sqrt{\left(\frac{R_s}{2\alpha}\right)^2 + \frac{\Delta p W}{\eta \alpha} t} - \frac{R_s}{2\alpha} \right)$$

On note que dans ce cas-ci, Δp n'est pas constant dans le temps et varie en $O(t)$ selon la formule :

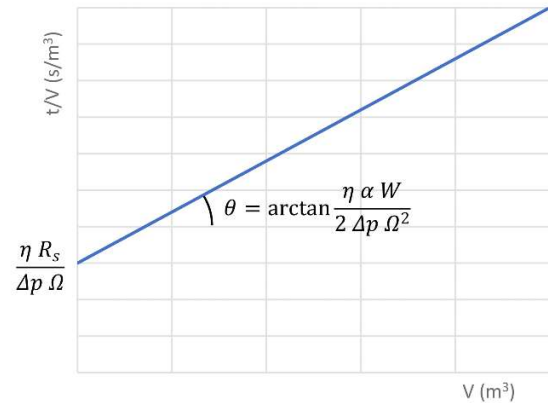


Figure 2.6 : graphe de t/V en fonction de V pour une filtration à pression constante (d'après Leclerc [17]).

$$\Delta p = \frac{\eta \alpha W q^2}{\Omega^2} t + \frac{\eta R_s q}{\Omega}$$

Dans le cadre d'une filtration à pression constante,

$$Z = \frac{W}{(1 - \varepsilon) \rho_s} \left(\sqrt{\left(\frac{R_s}{\alpha W} \right)^2 + \frac{\Delta p}{\eta \alpha W} t} - \frac{R_s}{\alpha W} \right)$$

On observe que dans ce cas simple, la croissance de l'épaisseur du gâteau est en $O(t)$ dans le cadre d'une filtration à débit constant, et en $O(\sqrt{t})$ pour une filtration à pression constante. Une filtration à débit constant est donc à priori plus rapide, mais le fait qu'elle nécessite une pression de plus en plus élevée peut poser des problèmes de faisabilité. On peut aussi combiner les deux types de filtration, en effectuant une à débit constant jusqu'à une pression cible, puis en continuant à pression constante une fois cette cible atteinte [19].

2.4.1.3 Simulation numérique

L'état de l'art en termes de simulation numérique de l'infiltration de barbotine est moins avancé que, par exemple, celle de l'infiltration de résine pour les composites à matrice organique. Alors que ces derniers peuvent profiter de l'existence de logiciels dédiés et de modules dans certains logiciels de CAO (tel que PAM-RTM sur CATIA), il n'y a, à date de l'écriture de ces lignes, pas d'équivalent clé en main sur le marché pour l'infiltration de barbotine.

Il existe des modèles numériques pour prévoir à l'échelle micro ou mésoscopique la filtration de particules à travers un milieu fibreux [20]. Cependant ces modèles sont trop lourds pour simuler une pièce en entier.

Theliander et Fathi-Najafi [21] ont proposé un modèle où la résistance à l'écoulement et le gâteau déposé sont mis à jour alternativement. Une itération du modèle à $i + 1$ commence par calculer la quantité de gâteau supplémentaire déposé avec la résistance à l'écoulement en i , puis en calculant la nouvelle valeur de résistance à l'écoulement, qui augmente en raison de l'augmentation de l'épaisseur du gâteau. Ce modèle est cependant une 1D alors que les pièces à fabriquer nécessitent souvent une simulation en 2D voire 3D. Ce modèle ne prend également pas en compte les effets des fibres. Scola *et al.* [22] ont proposé une évolution de ce modèle pour prendre en compte les fibres, mais reste un modèle 1D.

Baché *et al.* [23] ont développé une méthode permettant de simuler une imprégnation en utilisant le logiciel Thétis. Les modèles simulés sont des échantillons Ox/Ox composés de fibres Nextel 610 (composées principalement d'alumine) dans lequel une matrice en alumine a été construite de plusieurs façons. Ces échantillons sont cependant de forme simple, et de plus de résultats sont nécessaires afin de raffiner le modèle.

Ce relatif manque de solutions établies justifie une recherche plus approfondie dans la simulation.

2.4.2 Autres procédés

2.4.2.1 Infiltration de polymère et pyrolyse

Le procédé PIP (Polymer Infiltration and Pyrolysis) consiste à imprégner une préforme d'un précurseur polymère, puis à le pyrolyser afin de le transformer chimiquement en céramique.

C'est un des procédés les plus couramment utilisés pour la fabrication de CMC, en effet il nécessite des températures moins élevées que la plupart des procédés mais reste capable de produire des pièces avec une densité élevée et uniforme.

Un précurseur, souvent de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dans le cas des composites à base d'alumine, est infiltré dans la préforme avec des méthodes comparables à ce qui peut être utilisé pour la fabrication de composites à matrice thermodurcissable, par exemple par infusion, RTM, ou C-RTM. Le précurseur est ensuite polymérisé à basse température avant d'être pyrolysé à des températures variant entre 700 et 1300°C. Des produits volatils comme du CO, CO₂, H₂, CH₄, H₂O sont alors relâchés, ce qui entraîne une perte de masse du composite et un important retrait. Cette étape est effectuée sous atmosphère neutre (par exemple de l'argon ou du diazote) pour éviter qu'elle réagisse avec certains de ces produits volatils. La matière restante se transforme en céramique et forme ainsi la matrice du composite. Les pièces produites ainsi présentent une porosité élevée. Il est alors nécessaire de réaliser de nouvelles infiltrations et de nouvelles pyrolyses jusqu'à ce qu'une densification suffisante soit obtenue. De manière générale, 4 à 10 cycles d'infiltration puis pyrolyse sont nécessaires à la formation d'un CMC de bonne qualité [15]. Ce procédé a pour désavantage d'avoir tendance à créer, lorsque utilisé pour produire des composites avec une matrice SiC, des impuretés de structure vitreuse amorphe, ce qui a tendance à réduire les propriétés mécaniques par rapport au procédé CVI [24].

2.4.2.2 CVI

L'infiltration et la déposition par vapeur chimique (Chemical Vapor Intrusion - CVI) est un procédé fréquemment utilisé pour la fabrication de composites C/C [25] ou SiC/SiC [26]. Il est également possible de fabriquer des pièces Ox/Ox [27], mais ceci est moins courant.

Dans ce procédé, une préforme de fibre est placée contre une grille poreuse, et un gaz porteur de précurseur de céramique passe à travers la préforme. Il y a alors une réaction chimique entre le gaz et le substrat, qui fait que de la céramique est déposée sur les fibres d'abord, puis sur la matrice déjà déposée ensuite. Le gaz porteur est chauffé à une température aux alentours de 900-1100°C suivant les matériaux utilisés. Il peut passer à travers la préforme par convection, ou y être forcé par une pression.

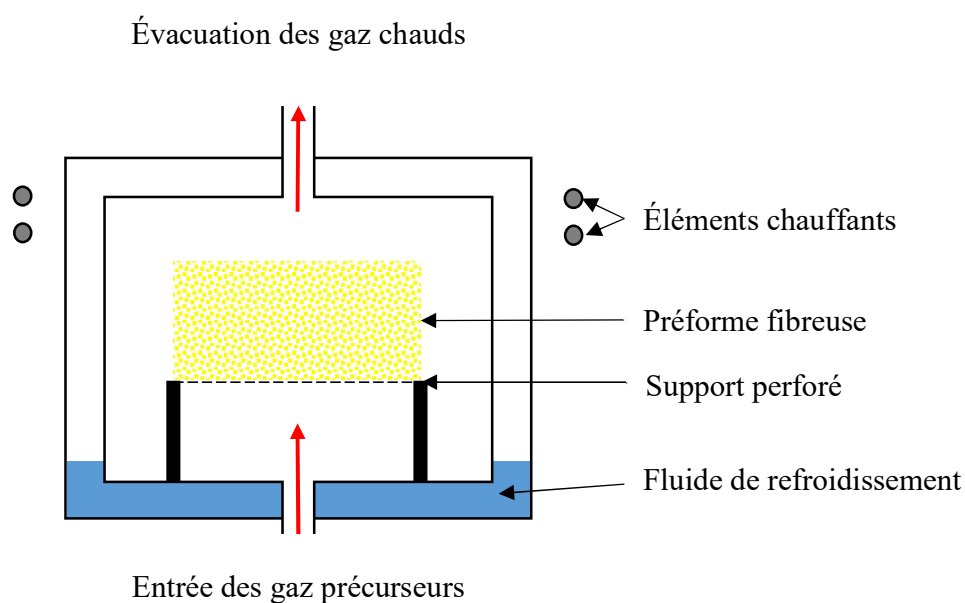


Figure 2.7 : Schéma de principe du procédé CVI

2.4.2.3 Procédé hybride CVI-PIP

Ortona *et al.* [24] ont proposé d'effectuer une combinaison des procédés CVI et PIP pour allier les points forts des deux méthodes de fabrication. La viabilité de cette séquence a été étudiée en créant des échantillons de CMC SiC/SiC à partir d'une préforme 3D de fibres Nippon Carbon NL-

207, et en la soumettant à différentes successions de CVI et de PIP. La densification, la porosité et les courbes déformation/contrainte des échantillons ont été évaluées. Les meilleurs résultats ont été obtenus en effectuant une courte CVI, puis de multiples cycles de PIP, et enfin une dernière CVI.

2.4.2.4 Tissus préimprégnés

Jurf et Butner [28] ont décrit en 2000 un procédé de fabrication où les fibres sont imprégnées en avance et sont donc qualifiées de préimprégnées.

Ce procédé est comparable à la technique de wet layup qui est utilisée pour produire à bas coût des composites à matrice thermodurcissables, ou à l'utilisation de bandes de plâtre utilisées dans le cadre du traitement des fractures osseuses. Des plis de fibres de céramiques tissées sont plongés dans une pâte, faite d'une poudre de céramique dans un solvant (en général de l'eau). Les plis ainsi imprégnés sont placés sur un moule, puis emballés dans une poche à vide. L'ensemble est placé dans un four à basse température ($<150^{\circ}\text{C}$) et pression ($<0,7\text{ MPa}$) afin d'évacuer le solvant. Lorsque la pièce est sèche, elle est démoulée, puis placée dans un four à haute température (environ 1150°C) pour fritter les particules de céramique de la matrice. Les fibres utilisées sont des fibres de silice ou des éléments de la gamme Nextel de 3M, principalement composées d'alumine avec ou sans un revêtement de mullite et/ou de trioxyde de dibore.

L'avantage de ce procédé réside dans le fait que comparés aux autres, les investissements en matériel sont bien inférieurs. En revanche, la qualité des pièces est inférieure, avec une plus grande porosité. Elle est également plus variable, car dépendante en partie du talent de l'opérateur fabriquant la pièce.

2.4.2.5 Procédé Sol-Gel

Le procédé Sol-Gel est similaire au procédé PIP du fait qu'il commence par imprégner une préforme d'un précurseur qu'on transforme par la suite en céramique. Ce précurseur est une solution qui se gélifie (d'où le nom du procédé). En revanche, contrairement au procédé PIP ou cette transformation se fait par pyrolyse, la transformation en céramique se fait à basse température via une réaction chimique [29]. Ceci présente l'avantage qu'on peut utiliser une préforme qui ne supporte pas les très hautes températures, comme des préformes organiques. Ceci a pour avantage de soumettre les fibres à moins de stress thermique lors de la fabrication. En outre, ceci est très utile dans le milieu médical, où les CMC sont parfois utilisés non pas comme des matériaux devant

résister à des températures élevées, mais comme matériaux biocompatibles. Garder les températures basses tout au long du cycle de fabrication permet d'adjoindre aux CMC d'autres matériaux ne résistant pas à ces températures.

2.4.2.6 Injection PolyFlex

Le procédé PolyFlex a été développé par Ruiz et Trochu à Polytechnique Montréal dans l'optique de permettre la fabrication de pièces de forme complexe à un prix raisonnable et à haute cadence. D'abord appliqué aux composites à matrice organique, ce procédé a été adapté aux CMC par Scola dans le cadre d'une thèse [19].

Ce procédé se déroule dans un moule divisé en deux zones par une membrane flexible. Une préforme de fibres est placée dans une des zones, puis remplie de barbotine. Au moins une des surfaces de la zone avec fibres est constituée d'un filtre similaire à celui utilisé dans le procédé d'infiltration de barbotine. Le moule est conçu de telle manière que durant cette étape, les fibres ne soient peu ou pas compactées et peuvent donc facilement être mouillées de barbotine. Lorsque toute la préforme est remplie de la quantité de barbotine désirée, l'alimentation en barbotine est coupée. Puis, un fluide est injecté sous pression de l'autre côté de la membrane flexible, ce qui a pour effet de compacter les fibres et de forcer un filtrage de la barbotine. Une fois la filtration terminée, la pièce peut être séchée, démoulée et frittée.

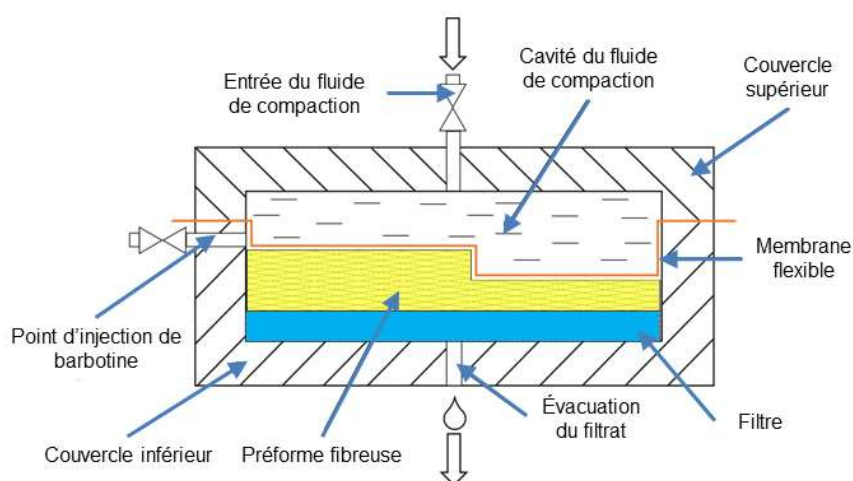


Figure 2.8 : Schéma de coupe d'un moule PolyFlex adapté pour les CMC. D'après [19], avec permission.

2.4.2.7 Comparatif récapitulatif

Tableau 2-1 : Comparaison des points forts et points faibles des différents procédés de fabrication présentés dans cette section.

Caractéristique	Compatible avec matériaux nécessitant une basse température	Compatible avec renforts 3D	Coûts de production et de capitalisation	Durée de fabrication	Qualité des pièces
Procédé					
Infiltration de barbotine	Non (frittage)	Oui	Faibles	Initialement rapide, mais augmente avec l'épaisseur	Bonne
PIP	Non	Oui	Moyens	Lent	Moyenne
CVI	Non	Oui	Importants	Lent	Bonne
PIP-CVI	Non	Oui	Importants	Lent	Bonne
Tissus préimprégnés	Non	Non	Faibles	Moyen	Faible
Sol-Gel	Oui	Oui	Faibles	Moyen	Bonne
PolyFlex	Non	Oui	Moyens	Initialement rapide, mais augmente avec l'épaisseur	Bonne

2.4.3 Défauts

La présence de défauts affecte grandement les performances des pièces en CMC. Ceux-ci peuvent avoir comme origine une anomalie lors de la construction de la matrice, mais aussi une erreur dans la mise en place des fibres ou des dommages faits lors de la manipulation d'une pièce encore non consolidée. Il existe plusieurs systèmes de classification des défauts. Goyawed *et al.* [30] ont étudié l'influence des défauts sur les performances mécaniques des différents CMC, à la fois en pratique et lors de simulations. Les simulations ont été effectuées à l'aide du logiciel pcGINA, qui permet de modéliser des composites avec diverses organisations spatiales des fibres et d'évaluer les contraintes dans les fibres, leurs revêtement (le cas échéant) et la matrice. Dans cet article, les défauts possibles ont été classifiés en trois catégories :

- Catégorie 1 : ceux internes aux torons, tel les fibres sèches (cf. Figure 2.10)
- Catégorie 2 : ceux entre plusieurs torons comme des vides dans la matrice, en particulier ceux au chevauchement de deux torons (cf. Figure 2.12), des fissures de retrait (cf. Figure 2.9) et des délaminations ;
- Catégorie 3 : défauts dans l'architecture comme un mauvais alignement des plis.

Del Puglia, Sheikh et Hayurst [31] proposent une classification des défauts de porosité en 4 catégories :

- Catégorie A : microporosités inter fibres, soit sous la forme de petits vides ou de longues fissures courant entre quelques fibres (cf. Figure 2.10) ;
- Catégorie B : fissures traversant les torons sur des plans parallèles aux fibres ;
- Catégorie C : fissures matricielles, qui entourent un ou plusieurs torons sur un plan qui leur est perpendiculaire ;
- Catégorie D : Pores de grandes tailles qui se situent à l'intersection de plusieurs torons orthogonaux.

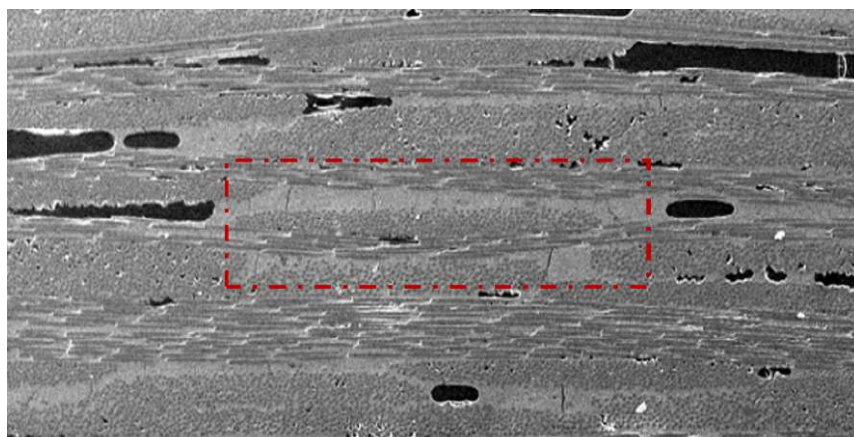


Figure 2.9 : Fissures de retrait sur une coupe d'échantillon Oxyde/Oxyde. Celles-ci sont quasi verticales dans la zone entourée de pointillés rouges. Défaut de catégorie 2 selon [28] et de catégorie C selon [29]. Tiré de [28], avec permission.

On peut donc assimiler les catégories A et B à des sous types de la catégorie 1, et les catégories C et D à des sous types de la catégorie 2. En revanche, les défauts dans l'alignement des plis, i.e. la catégorie 3, ne sont pas considérés dans la classification de Del Puglia *et al.* Ceci est dû au fait que les deux classifications ont des buts légèrement différents, celle de Goyawed *et al.* s'intéressant aux défauts d'une manière générale et celle de de Del Puglia *et al.* se concentre spécifiquement sur les porosités.

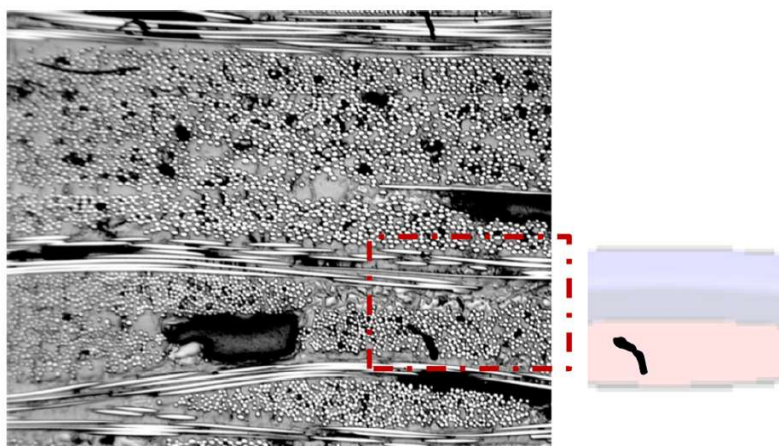


Figure 2.10 : Fibres sèches sur une coupe microscopique (gauche) et tel que représenté sur pcGINA (droite). L'objet noir est ce type de défaut. Défaut de catégorie 1 selon [28] et de catégorie A selon [29]. Tiré de [28], avec permission.

Dans l'article de Goyawed *et al.*, l'influence de ces défauts sur les propriétés mécaniques a été étudiée. Trois types d'échantillons ont été réalisés : SiC/SiNC fabriqués par PIP, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{SiO}_5$ (Oxyde/Oxyde) fabriqués par Sol-Gel, et SiC/SiC fabriqués par CVI. Les échantillons ont subi des tests non destructifs afin d'évaluer les modules d'Young et de flexion dans le plan des fibres, ainsi que le module de compression perpendiculaire aux fibres. Puis, des coupes ont été réalisées, et les échantillons ont été polis puis observés au microscope. Les images ainsi récoltées ont ensuite été analysées qualitativement et quantitativement. Il a été observé que le volume total des défauts représentait une petite partie du volume du composite (moins de 2,44%), à l'exception de fissures de retrait pour les Oxyde/Oxyde qui représentent 18% du volume. Celles-ci conduisent à une réduction du module d'Young et de flexion dans le plan de respectivement 14% and 8,8%. Les délaminations inter pli sont les défauts avec le plus d'effets. Bien qu'elles ne représentent qu'une très petite fraction du volume, elles réduisent le module de compression perpendiculaire aux fibres

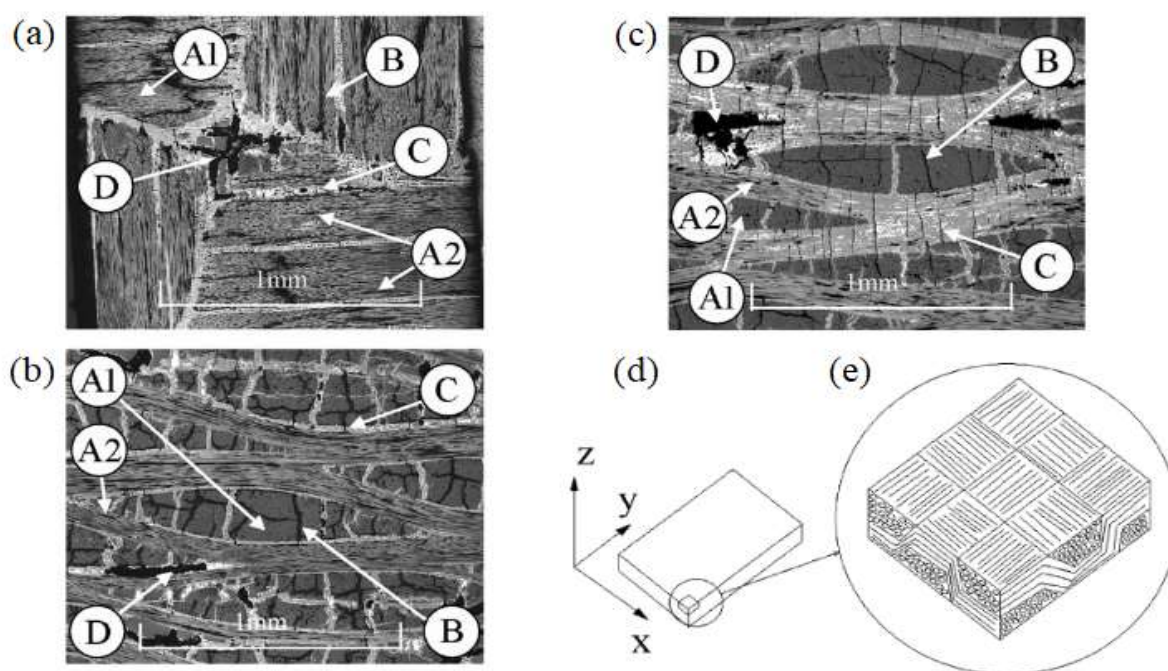


Figure 2.11 : Trois images, (a), (b) et (c), obtenues par Del Puglia *et al.* par observations au microscope optique d'un échantillon de CMC C/C-SiC. (a) est sur un plan normal à l'axe Z, (b) normal à l'axe X, et (c) normal à l'axe Y. La localisation de quatre types de porosités (A, B, C, et D) sont indiquées avec des flèches. (d) présente le système d'axe par rapport au tissage en toile de l'échantillon illustré par (e). Tiré de [29], avec permission.

de 63% pour les SiC/SiNC, 40% pour les SiC/SiC et 32% pour les Oxyde/Oxyde. Les résultats expérimentaux ont été comparés avec des résultats simulés par éléments finis à l'aide du logiciel pcGINA. Ce logiciel a été développé dans le laboratoire de Goyawed *et al.*, et permet de modéliser les textiles et la matrice de CMC afin de simuler leurs caractéristiques mécaniques et thermiques. Pour cet article, les résultats de simulations présentaient en moyenne un écart de 7% avec la médiane des résultats expérimentaux.

S'il existe un corpus de littérature sur la détection et les effets des défauts sur les CMC, il y a cependant peu d'informations disponibles publiquement en ce qui concerne les méthodes pour éviter d'en faire apparaître lors de la fabrication. Ceci est dû au fait que les procédés de fabrication sont souvent des secrets industriels. De plus, certains CMC et leurs précurseurs sont considérés comme des matériaux à double emploi, ce qui complique la publication de données.¹

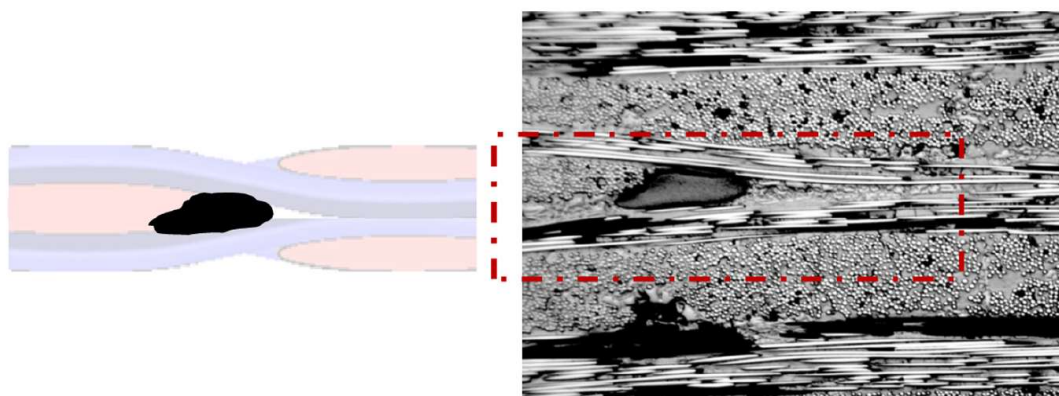


Figure 2.12 : Défaut de chevauchement sur une coupe microscopique (droite) et tel que représenté sur pcGINA (gauche). L'objet noir est ce type de défaut. Défaut de catégorie 2 selon [28] et de catégorie D selon [29]. Tiré de [28], avec permission.

¹ Les technologies et matériaux dits « à double emploi » sont des matériaux ou des technologies qui présentent des applications avancées tant civiles que militaires. La publication de savoir-faire concernant ces matériaux est soumise à des restrictions particulières. Le Canada (1-1.C.7.) et l'Union Européenne (1C007) considèrent tous les deux les CMC dont les fibres sont fait d'alumine comme ceux étudiés dans le cadre de ce mémoire (entre autres), comme double emploi.

CHAPITRE 3 OBJECTIFS DU PROJET DE RECHERCHE

Comme la revue de littérature a permis de l'établir, il existe déjà une certaine maîtrise du procédé d'infiltration de barbotine. Cependant, deux phénomènes nécessitent des approfondissements de leur compréhension dans le cas où l'injection et/ou la filtration ne sont pas perpendiculaires au sens de la trame et de la chaîne des fibres :

1. Les phénomènes d'écoulement lors du transfert de la barbotine à travers le renfort.
2. Les phénomènes de filtration, lors de la croissance du gâteau.

L'objectif général de ce mémoire est de permettre une meilleure compréhension des phénomènes de construction de gâteau lors de la fabrication de pièces de formes complexes en CMC Oxyde/Oxyde. Il s'inscrit dans un projet de recherche à plus grande échelle à Polytechnique Montréal sur lequel travaillent deux autres étudiants. Le premier, Gabriel Marcil-Saint-Onge, est un candidat au doctorat travaillant entre autres sur la simulation de la cinétique de construction de pièces par infiltration de barbotines. Il est nécessaire de vérifier l'adéquation de son modèle à la réalité. Le deuxième étudiant, Arthur Saada, travaille sur un sujet similaire à celui de ce mémoire, mais en se focalisant sur les pièces SiC/SiC.

Pour permettre de répondre au besoin de meilleure compréhension, deux objectifs ont été établis :

1. Concevoir un moule permettant l'étude d'échantillons parallélépipédiques minces avec injection sur une tranche mince sous deux configurations : lorsque l'injection et la filtration sont faites sur des faces minces opposées et lorsque l'injection est faite sur une face mince et la filtration sur une grande surface orientée perpendiculairement à la face d'injection. L'impact de ces deux configurations sera évalué via un plan d'essais.
2. En prenant en compte le retour d'expérience sur le moule précédent, concevoir de la même façon un moule permettant d'évaluer plusieurs configurations d'injection et de filtration sur une pièce qui présente un arrondi.

Il sera également nécessaire, après la conception des moules, de procéder à leur mise en plans en vue de la fabrication. De plus après réception des moules fabriqués mais avant d'effectuer le plan d'expérience, il est nécessaire de vérifier le bon fonctionnement de ceux-ci et de leur adapter les procédures de fabrication de pièces prévues à l'origine sur le dispositif d'injection existant.

CHAPITRE 4 MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

4.1 Équipement spécifique

Cette section présente les équipements majeurs utilisés dans le cadre de ce mémoire.

4.1.1 Injection : colonne de Darcy II

La colonne de Darcy II est l'instrument qui permet d'injecter de la barbotine dans les moules utilisés.

4.1.1.1 Description

Darcy II est un appareil unique, conçu par la Société Mëkanic dans le cadre de la thèse d'Alessandro Scola. La Figure 4.1 montre la vue générale du dispositif.

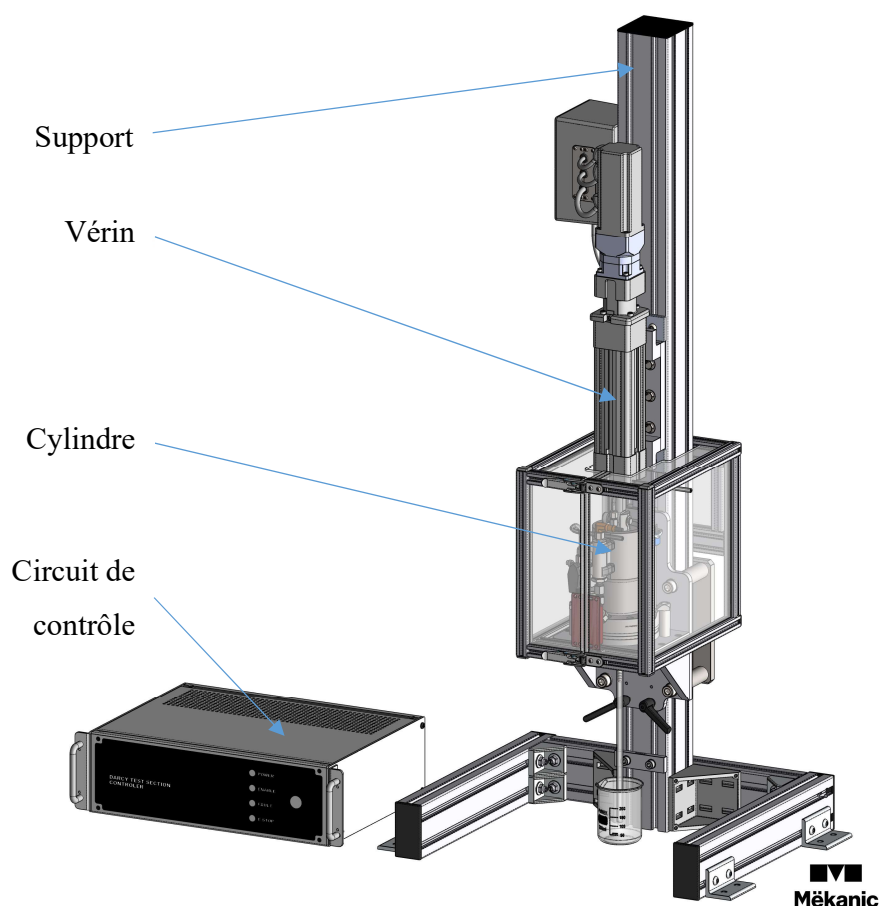


Figure 4.1 : Vue isométrique de la colonne de Darcy II. Image Mëkanic

Conçue dans l'optique d'étudier la perméabilité de préformes fibreuses et de gâteaux granulaires, il est également possible de l'utiliser pour fabriquer des échantillons. Ceci se fait en insérant des préformes fibreuses dans son fond ou en l'utilisant comme un simple injecteur.

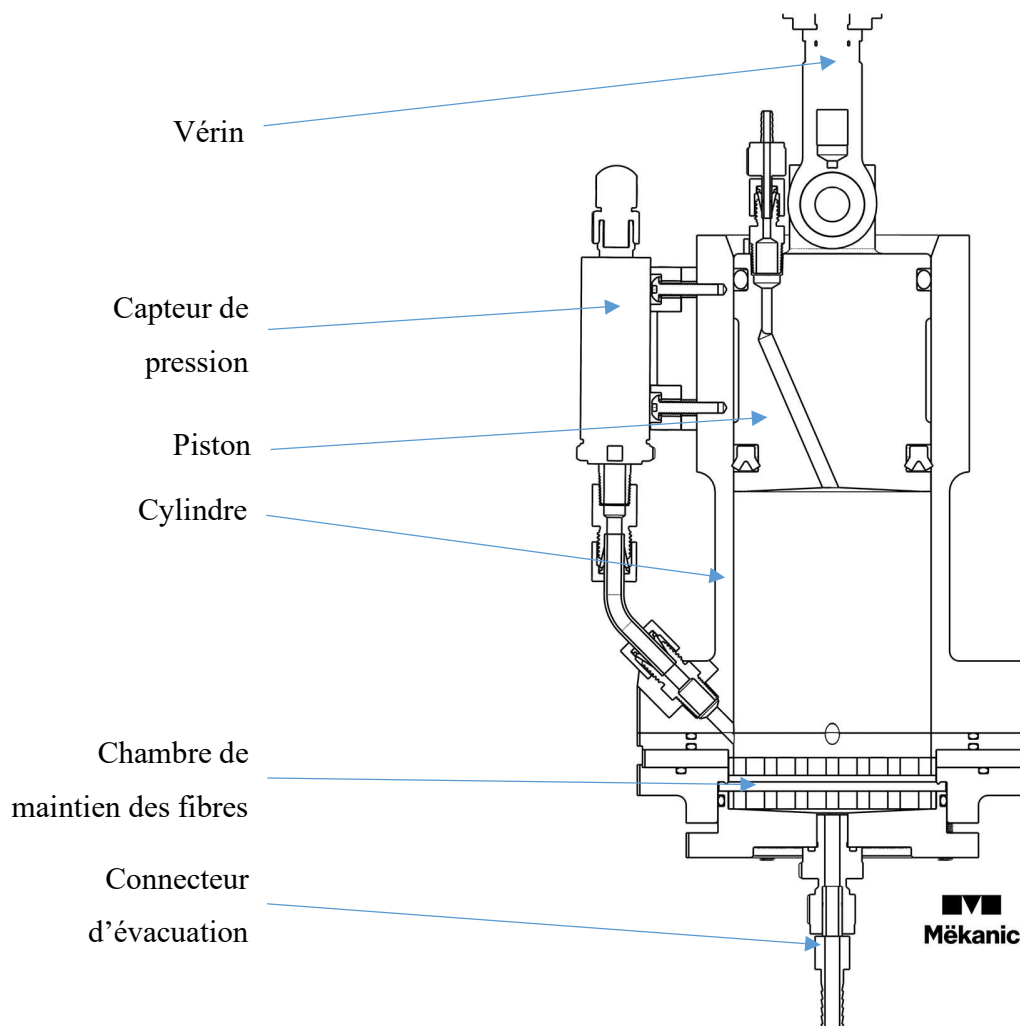


Figure 4.2 : Vue en coupe annotée de la cellule d'injection de Darcy II. Image Mékanic

Pour l'utiliser comme dispositif d'injection, on retire l'appareillage destiné à accueillir les fibres à l'intérieur de la colonne et on connecte une durite d'alimentation au conduit d'évacuation prévu pour le filtrat. L'utiliser de cette façon créant un grand volume mort, une cale a été conçue et imprimée en ABS rempli à 100% par Arthur Saada. La colonne est constituée d'un cylindre, dans lequel coulisse un piston mu par un vérin. Le cylindre est muni d'un capteur de pression qui envoie des données en temps réel au circuit de commande.

La colonne est contrôlée depuis un ordinateur sur lequel est installé un programme dédié. Celui-ci peut contrôler la colonne en manuel ou sur consigne (mode auto).

En mode manuel, il est possible de déplacer un certain volume à une certaine vitesse sur demande.

En mode auto, la consigne peut être en débit, en pression, ou une succession de divers segments en contrôle de pression ou de débit. Une capture d'écran de l'interface de contrôle est disponible sur la Figure 4.3.

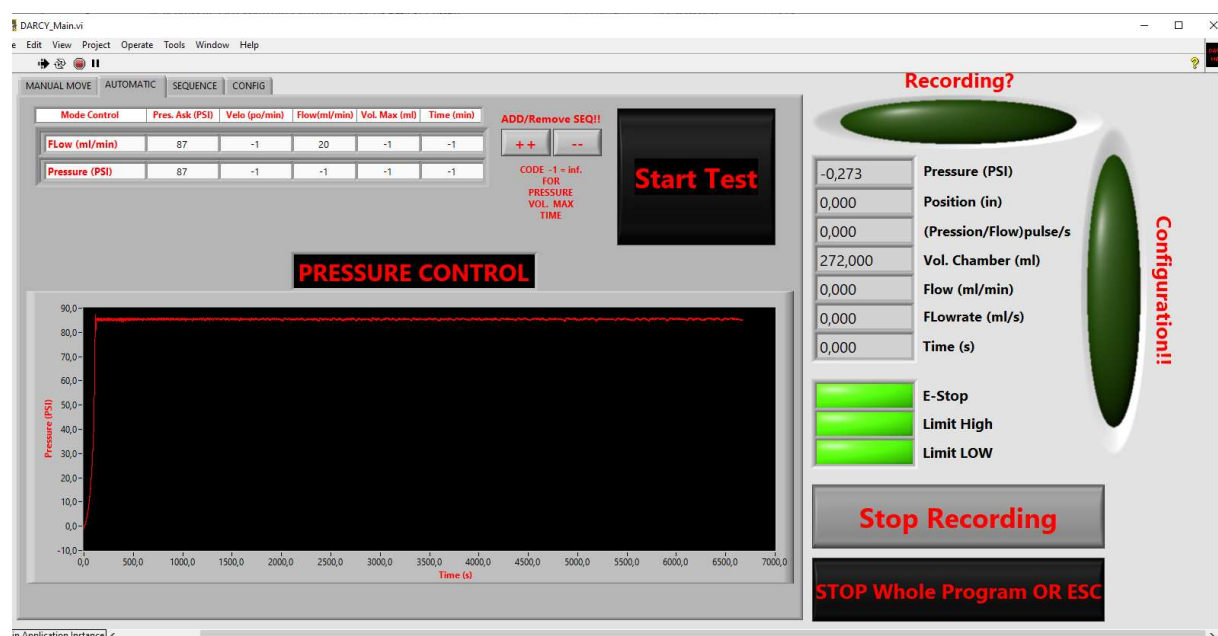


Figure 4.3 : Interface de contrôle de la colonne de Darcy 2

La pression est mesurée par un capteur Omega PX119-150GI, d'une exactitude de 0,50%. Le déplacement du piston est assuré par un vérin AxiDyne RSA32 BN05, ayant une exactitude de 0,003 pouce par pied de translation, ce qui se traduit par une exactitude de volume dans la chambre de 0,56 ml. Sur le volume total injectable de 220 ml, cela donne une exactitude de 0,25%. La pression maximale est de 6890 hPa (100 PSI), et les débits ont été testés et validés en condition réelles jusqu'à 35 ml/min.

Un fichier de suivi est produit en temps réel par le circuit de commande. Il se présente sous forme de tableau où chaque ligne décrit l'état du système à un instant donné. Les données produites comprennent la pression, le volume dans la chambre, et temps passé depuis le début du cycle de commande. La fréquence d'échantillonnage est de 10 Hz. Une feuille de calcul standard a été créée sur Excel afin de permettre l'analyse des données fournies par Darcy II. Celle-ci comprend des graphes P en fonction de t et une correction du temps (le temps de mise en route de Darcy II crée un décalage de 2,1 secondes dans la mise en route de l'injection par rapport à la sauvegarde des données).

4.1.2 Rhéologie

Un rhéomètre est un appareil capable d'évaluer les propriétés rhéologiques d'un fluide, en particulier la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement. Les propriétés des barbotines

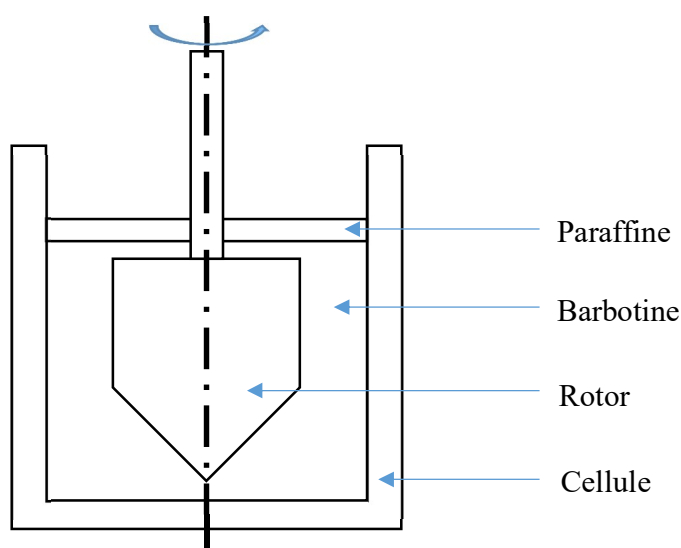


Figure 4.4 : Schéma de la géométrie simple Couette utilisée pour l'étude de la rhéologie d'une barbotine.

utilisées ont été vérifiées avec un rhéomètre Anton Paar MCR 501 muni d'une géométrie Couette simple. Dans cette configuration (représentée en Figure 4.4), un outil (appelé rotor ou bob) de mesure tourne à une vitesse angulaire de consigne dans une cavité fixe (appelée stator ou cellule) remplie du liquide à évaluer. Un capteur de couple mesure l'effort nécessaire de la part du moteur du rhéomètre pour atteindre la vitesse de consigne.

La barbotine est recouverte d'une mince couche de paraffine liquide afin d'éviter l'évaporation de l'eau servant de base à la barbotine lors du déroulement de l'analyse.

Le protocole d'analyse est fourni par Safran et consiste en sa série d'opérations suivantes :

1. Une minute d'homogénéisation avec un cisaillement à 100 s^{-1}

2. Une minute de repos sans cisaillement
3. Mesure de viscosité en 31 points avec un cisaillement s'étalant de 0,1 à 100 s⁻¹ (aller)
4. Mesure de viscosité aux mêmes 31 points que pour l'étape 3 mais effectuées dans l'ordre opposé, soit de 100 à 0,1 s⁻¹ (retour)

4.2 Simulation de fabrication de pièces à l'aide du modèle Multi-1D

Dans le cadre de ses travaux de doctorat, Gabriel Marcil-Saint-Onge développe un module de simulation de fabrication de pièces complexes. Cet outil est nommé Multi-1D en raison du fait qu'il fonctionne sur principe que les modèles 1D décrits dans la revue de littérature, mais appliqués en deux dimensions. Il est ainsi capable de produire des résultats en 2D.

Ce modèle a été à l'origine conçu par Safran et a subi plusieurs modifications majeures au cours de son développement. Cette section en décrit le fonctionnement dans la version la plus avancée à l'heure de l'écriture de ces lignes, qui est également la version qui a été utilisée pour la plupart des travaux décrits dans ce mémoire.

Le modèle fonctionne en découpant une vue en coupe de la pièce simulée en plusieurs cellules. Chaque cellule peut être d'un de trois types :

- Des cellules d'injection, d'où est apportée la barbotine ;
- Des cellules filtres, au contact desquelles vient se construire le gâteau ;
- Des résistances, à l'intérieur desquelles vient se construire le gâteau ;

De plus, chaque cellule de type « résistance » peut se situer dans un de ces trois états :

- Vide, où la barbotine voyage sans qu'une résistance lui soit opposée ;
- Active, où le front de construction est en cours de constitution ;
- Remplie, ou la cellule est entièrement remplie de gâteau.

L'utilisateur commence par définir quelles sont les cellules d'injection, de filtration, et de résistances. Les résistances adjacentes à des cellules de filtration sont actives, les autres sont vides. La Figure 4.5 montre l'organisation des cellules sur une pièce exemple.

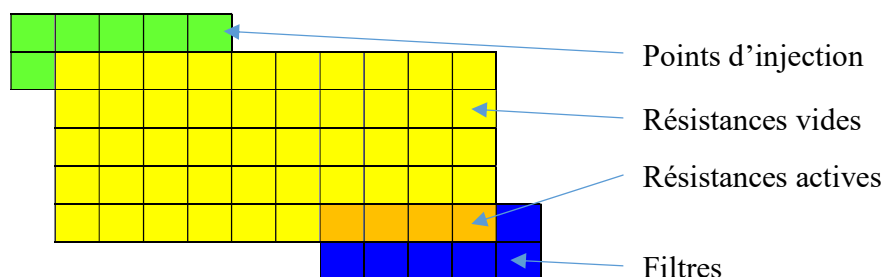


Figure 4.5 : Représentation schématique d'une pièce rectangulaire sur le modèle Multi-1D au début du processus de simulation.

Les valeurs de résistance à l'écoulement opposées par chaque résistance actives sont calculées en fonction de la distance qui les sépare de l'évacuation. Le débit dans chaque cellule en est ensuite déduit, ce qui permet de déterminer la croissance dans la résistance à partir des lois de croissance en 1D. Lorsqu'une résistance est remplie, les résistances vides adjacentes sont activées. La Figure 4.6 et la Figure 4.7 montrent les premières étapes dans la construction progressive d'un gâteau.

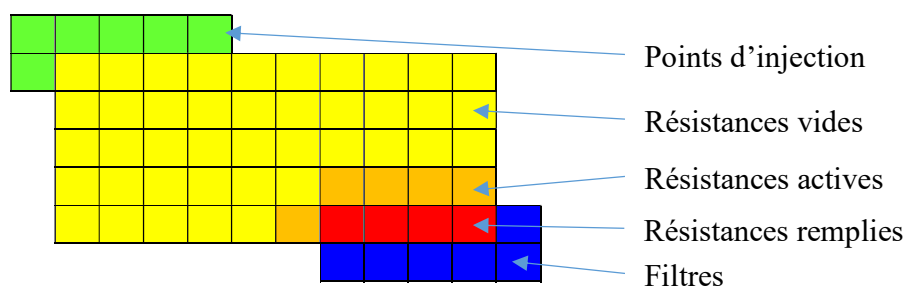


Figure 4.6 : Représentation schématique d'une pièce rectangulaire sur le modèle Multi-1D après remplissage d'un premier ensemble de résistances.

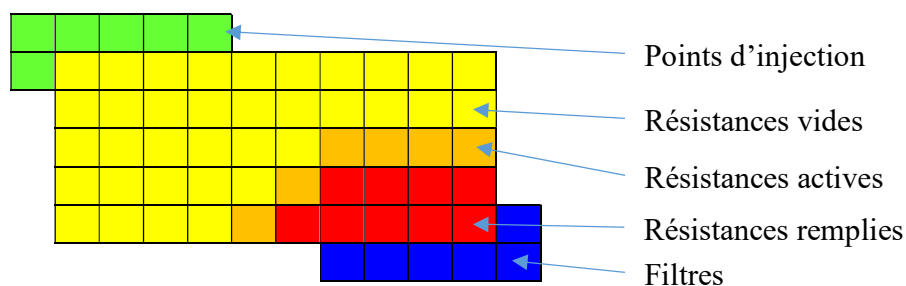


Figure 4.7 : Représentation schématique d'une pièce rectangulaire sur le modèle Multi-1D après remplissage d'un deuxième ensemble de résistances.

Le script continue ses itérations jusqu'à ce qu'un critère d'arrêt soit atteint ; en l'occurrence, que toutes les résistances adjacentes à des points d'injection soient remplies.

4.3 Processus de fabrication de pièces CMC Oxyde/Oxyde

Cette section présente le processus de fabrication utilisé dans le cadre de ce mémoire, du travail préparatoire à l'obtention de la pièce finale.

4.3.1 Préparation de barbotine

Avant de se lancer dans la fabrication d'une pièce CMC Oxyde/Oxyde, il est nécessaire de préparer une barbotine correspondante aux besoins de l'essai. Plusieurs recettes de barbotines ont été spécifiées lors d'étapes préalables du projet. Elles sont désignées par la lettre B suivie de la fraction volumique en poudre d'alumine. Ainsi, une B33 est une barbotine qui contient 33% de poudre d'alumine. La marque, référence, et granulométrie de la poudre utilisée sont propriétaires. La composition et protocole de fabrication exacts des barbotines sont également propriétaires, mais celle-ci contient toujours quatre grands types d'ingrédients :

1. Un fluide porteur, ici de l'eau
2. La poudre de céramique qu'on cherche à injecter
3. Un acide ou une base, afin de contrôler le pH à celui voulu afin de freiner la sédimentation de la barbotine
4. Des agents de cohésion organiques destinés à assurer une tenue à la pièce séchée avant frittage

Lorsque la barbotine a été préparée, il est nécessaire de vérifier qu'elle remplit un certain nombre de critères afin de s'assurer que ses caractéristiques sont dans les bornes de celles qu'on veut étudier. Ainsi, on vérifie le pH, la densité et on fait subir à la barbotine l'analyse rhéologique décrite en 4.1.2. Il est possible de préparer en avance une grande quantité de barbotine pour pouvoir assurer plusieurs essais, en revanche ses caractéristiques varient dans le temps. Il est nécessaire de s'assurer périodiquement que la barbotine remplit toujours les critères rhéologiques, de pH et de densité. En outre, les agents dispersants sont insuffisants pour empêcher totalement la sédimentation de barbotine. Il est donc nécessaire de la stocker sous agitation. De plus, conserver les barbotines à l'abri de la chaleur et de la lumière réduit l'évaporation du fluide porteur.

La vérification de densité se fait en pesant un volume de 1 ml de barbotine, prélevé avec une pipette électrique Thermo Scientific Finnpiette 46200600 (exactitude : 3,0% à $\pm 0,6 \mu\text{L}$, précision : 0,6 à 0,2%) et pesé sur une balance haute précision Sartorius CPA124S (précision : $\pm 0,1 \text{ mg}$).

4.3.2 Préparation du renfort et injection de la barbotine

La fabrication à proprement parler commence par la préparation d'une préforme fibreuse. Les renforts sont livrés sous la forme de grandes plaques de fibres maintenues ensemble par un liant qui permet une manipulation plus aisée des fibres. La première étape de préparation du renfort est de les découper aux dimensions requises pour cet essai. Les plaques pour lesquelles leur forme le permet sont découpées à l'aide d'un emporte-pièce conçu spécialement à cet effet. Pour les préformes pour lesquelles ceci n'est pas possible, elles sont découpées à l'aide d'une roulette de découpe ou d'un cutter.

Une fois la préforme de fibres aux dimensions désirées, il est nécessaire d'en retirer le liant. La présence de liant tend à gêner l'infiltration de la barbotine ce qui entraîne la présence de défauts de catégorie 2. Les essais de fabrication de ce mémoire ont été faits à partir de plaques utilisant des liants de type variables. Leurs compositions exactes sont propriétaires, mais ils sont composés principalement de molécules organiques. Les éliminer peut être fait de deux façons :

1. Au four, par pyrolyse. Ceci se fait en chauffant à haute température ($>400^\circ\text{C}$) pendant plusieurs heures afin d'éliminer les composés organiques.
2. En passant de grandes quantités d'eau distillée sous pression dans le moule. On suppose qu'autant de masse de liant que possible a été enlevée lorsque on ne retrouve plus de quantité appréciable de celui-ci diluée dans l'eau de sortie. La concentration en liant dans l'eau de sortie est évaluée via une mesure de conductimétrie. Originellement très haute, celle-ci tombe rapidement. Lorsque que la conductimétrie de l'eau en sortie est similaire à celle de l'eau distillée, on considère que la préforme est suffisamment déliantée. La mesure est effectuée sur un conductimètre Fisher Scientific XL200. La Figure 4.8 présente l'évolution de la conductimétrie lors d'un essai typique sur le premier moule.

Ce liant a une certaine masse, qu'il est impératif de ne pas prendre compte dans la masse de fibres lorsqu'on cherche à calculer la fraction volumique en fibres. Le taux de liant initialement présent sur les fibres étant connu, celui-ci est retranché de la masse initiale du renfort lorsque le déliantage

se fait à l'eau, ou par pyrolyse directement dans le moule. Lorsque le déliantage se fait par pyrolyse hors du moule, et qu'on utilise des fibres tissées en 2D, qui peuvent être manipulées avec précaution sans liant, il suffit de les peser de nouveau avant de les insérer dans le moule. Bien que cette méthode soit à priori la plus précise du point de vue masse, ce n'est pas celle qui a été favorisée. En effet, la manipulation de fibres déliantées étant délicate, il est difficile de placer correctement toute la préforme.

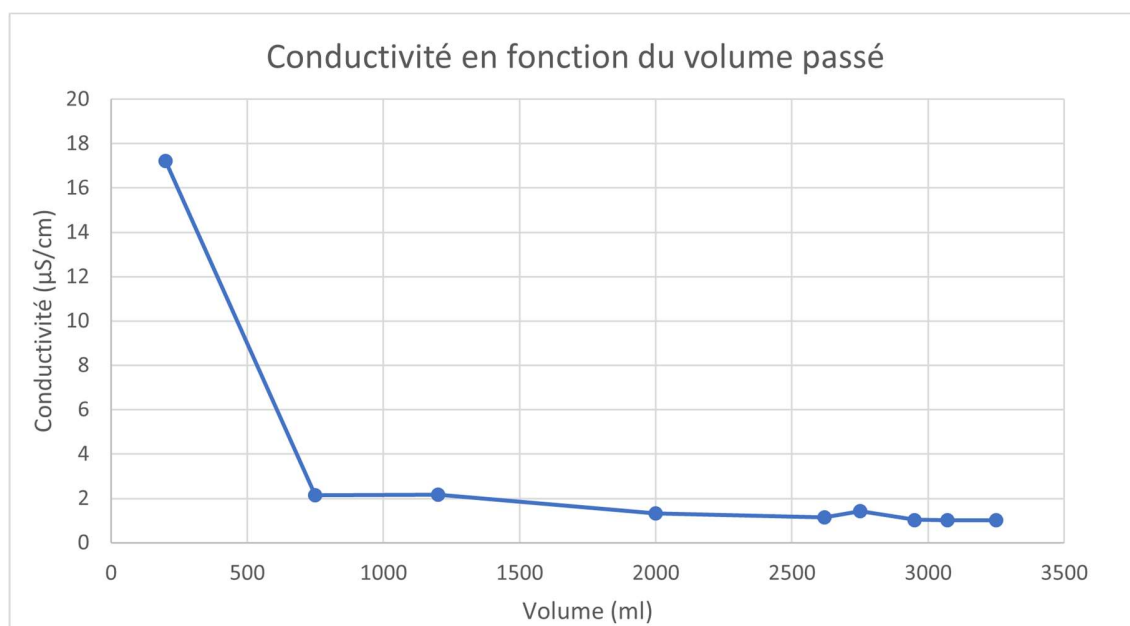


Figure 4.8 : Suivi de la conductivité de l'eau de déliantage en sortie du moule lors de l'essai XY-14.

Une fois le renfort délianté et en place dans le moule, on procède à une étape dite de présaturation. Cette étape consiste à injecter à débit constant le même liquide qui sert de fluide porteur pour la barbotine.

L'étape suivante est celle qui donne son nom au procédé, l'infiltration de barbotine. Le moule est connecté au bas de la colonne de Darcy II, réglée au volume interne qui est estimé comme nécessaire pour l'infiltration du volume poreux du renfort fibreux et des volumes morts de l'outillage, plus une petite marge de sécurité. Elle est ensuite remplie de barbotine à l'aide d'une seringue. Lorsque la colonne est remplie de barbotine avec le moins d'air possible, toutes les évacuations et ports d'alimentation de la colonne sont fermés hermétiquement. La seule issue possible pour un fluide est maintenant par les ports d'évacuation du moule, à travers le filtre. La

colonne de Darcy II est ensuite programmée pour démarrer un cycle d'injection. Celui-ci se compose typiquement d'une montée en pression à débit constant jusqu'à une valeur de consigne, puis d'une filtration à pression constante à la même valeur de consigne. Dans le cas d'un essai interrompu avec une cible de construction de gâteau faible, l'étape de filtration à pression constante peut être raccourcie voire éliminée.

Lorsque le volume de barbotine désiré a été injecté, le moule est déconnecté de la colonne de Darcy II et l'étape de séchage commence. Les canaux d'alimentation et d'évacuation sont d'abord vidés d'autant de liquide que possible avec des pipettes jetables. Puis, le moule est connecté au vide du côté filtre, ce qui permet d'aspirer une partie de l'eau ainsi que d'aider à l'évaporation.

Après une durée de séchage sous vide spécifique à chaque moule, la pièce est suffisamment solide pour être démoulée. Ceci se fait en poussant la pièce hors du moule avec un poussoir. Le poussoir permet de bien répartir la pression sur toute la surface d'appui et d'éviter de délaminer la pièce. Il est impératif de faire preuve de dextérité lors de cette étape car la pièce est fragile.

Afin de donner de bonnes propriétés mécaniques à la pièce, celle-ci est frittée à haute température. Le cycle de frittage comprend une succession de plusieurs paliers. Avant d'atteindre les paliers à haute température du frittage à proprement parler (entre 1100 et 1250°C), le cycle présente un palier à >100°C, qui a pour objectif de faire évaporer toutes les traces d'humidité encore présente dans la pièce, et un à >400°C, dans le but d'éliminer les agents de cohésion présents dans la pièce. Les températures exactes et les rampes entre les paliers sont propriétaires.

4.4 Analyse des échantillons

Les échantillons finis ont été observés en microtomographie à l'aide d'un Zeiss Xradia 520 Versa. La tomographie est une technologie de contrôle non destructif qui consiste à recréer une image interne en 3 dimensions d'un échantillon à l'aide de rayons X. Les résultats des analyses sont une série d'images en noir et blanc où chaque pixel représente une surface carrée de quelques micromètres de côté. La taille exacte dépend de la taille de l'échantillon ; avec ceux produits dans le cadre de ce mémoire, il est possible d'atteindre les 22 µm de côté pour les échantillons les plus petits.

La microtomographie permet de détecter et de classer les défauts qui ont été présentés dans la revue de littérature. Les défauts ont été classifiés autant que possible en utilisant la classification de Del

Puglia, Sheikh et Hayurst [31]. Cependant, cette classification se révèle incomplète à la lumière de l'expérience du groupe de recherche.

CHAPITRE 5 MOULE D'ÉTUDES DES INJECTIONS LONGITUDINALES

5.1 Description du besoin

Pour vérifier l'adéquation du modèle Multi-1D décrit en 4.2 à la réalité, il est nécessaire de s'assurer en premier lieu que le modèle permet de simuler des cas simples. Deux de ces cas simples sont représentés sur la Figure 5.1 : un où la filtration se fait perpendiculairement à l'injection (configuration XY), et une où l'injection se fait à travers une grande distance sur une direction parallèle au plan des fibres (XX).

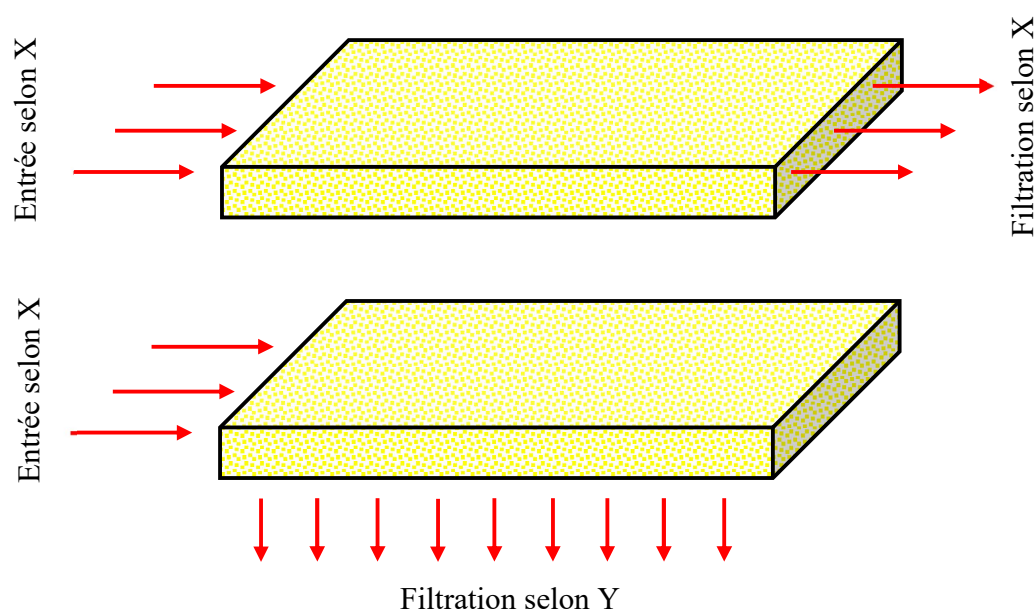


Figure 5.1 : Représentation schématique des flux de barbotine et de filtrat dans les deux configurations, XX (haut) et XY (bas).

Sur la Figure 5.2, on peut voir une représentation de ces deux mêmes configurations telles qu'elles sont représentées dans l'interface graphique du modèle Multi-1D.

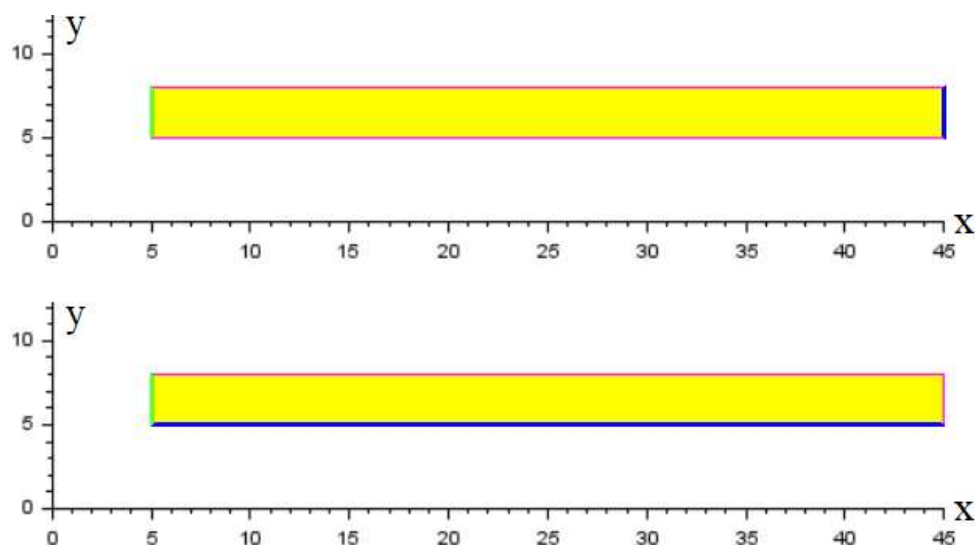


Figure 5.2 : Configurations XX (haut) et XY (bas) vues en coupe sur le modèle multi-1D. L'injection se fait par la surface surlignée en vert et la filtration par la surface surlignée en bleu. Les côtés rouges représentent des frontières non utilisées. Le jaune est l'intérieur de la préforme de fibres. Les zones d'injection et de filtration ont été épaissies pour plus de visibilité.

Tel que prévu par les calculs du modèle multi 1D, en configuration tant XX que XY le front de construction devrait être plat et parallèle à la surface de filtration. Il reste cependant à vérifier que ce soit le cas en pratique. Il est d'autant plus critique de vérifier ceci car une partie des phénomènes ont été négligés, comme par exemple l'influence de l'organisation des fibres dans le renfort. On peut en effet intuitiver d'autres formes de construction possibles. La Figure 5.3 montre certaines formes qui pourraient se présenter.

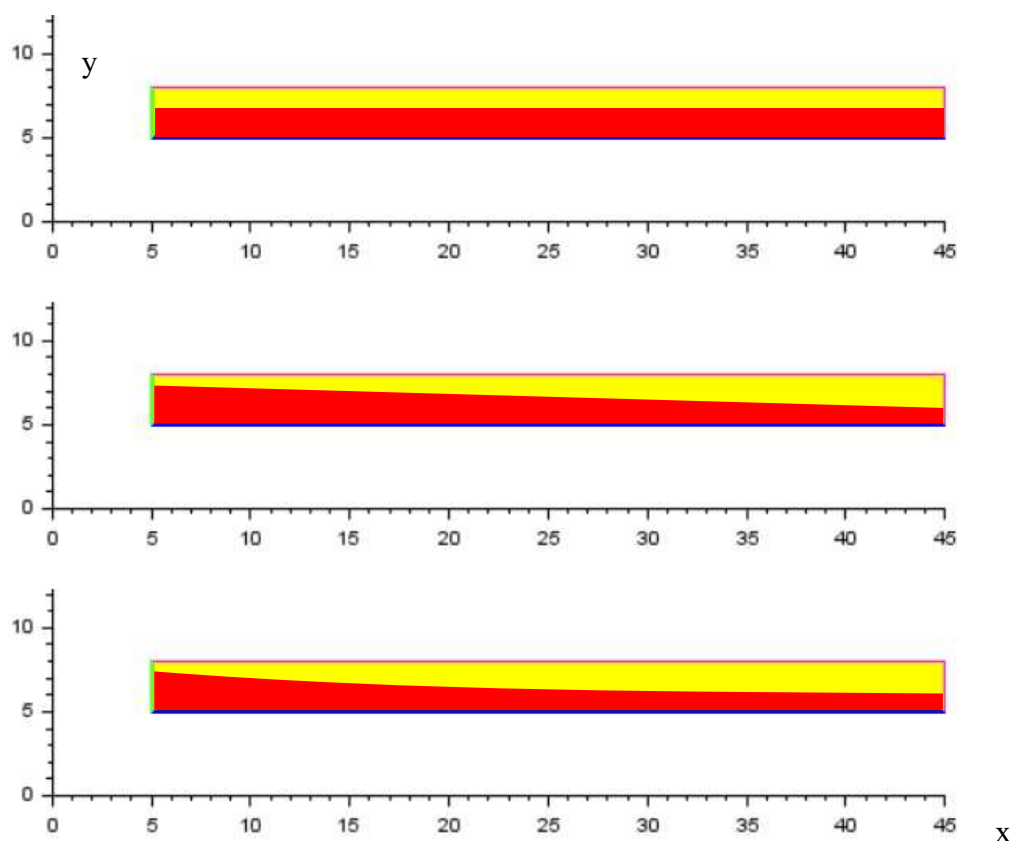


Figure 5.3 : Exemples de formes auxquelles à priori le front de construction pourrait intuitivement se conformer sur la configuration XY, représentés sur le modèle Multi-1D. Vert : injection, bleu : filtration, rouge : front possible. Haut : Front parallèle au filtre, milieu : front décroissant sur un plan, bas : front présentant un profil parabolique.

En plus de permettre de confirmer ou infirmer l'adéquation du modèle Multi-1D, il y a un objectif supplémentaire, celui de déterminer une longueur à partir de laquelle on peut s'assurer que la configuration est viable industriellement. Pour la configuration XX, l'expérience acquise dans le passé par le groupe de recherche et Safran laisse supposer la construction de gâteau sur de grandes épaisseurs nécessite des durées d'injection très longues, au point de nécessiter des durées qui impliquent une dégradation de la barbotine. Pour la configuration XY, si le front de construction suit une des formes alternatives présentées en Figure 5.3, il peut y avoir un phénomène de bouchage du chemin d'accès de la barbotine qui pourrait conduire à une zone non remplie à l'extrémité opposée à celle de l'injection. En étudiant ces deux phénomènes, il sera possible de déterminer des règles de conception simples à appliquer lors de la construction de moules industriels.

5.2 Cahier des charges

Le cahier des charges a été déterminé au début de la maîtrise en collaboration avec Gabriel Marcil-Saint-Onge et Sylvain Turenne. Il comprend les points suivants :

1. Accueillir des échantillons de $20 \times 40 \times 3 \text{ mm}^3$;
2. Permettre l'étude de deux configurations différentes présentées sur la Figure 5.1 ;
3. Minimiser le nombre de pièces à usiner afin de maîtriser les coûts ;
4. Permettre une connexion à Darcy II.

5.3 Conception

Le processus de conception s'est déroulé dans un premier temps sur le logiciel CATIA de Dassault, mais a rapidement été recommencé de zéro sur SolidWorks pour des raisons d'une meilleure familiarité avec l'outil, en particulier les fonctions avancées, ainsi que pour des facilités d'accès en télétravail.

Il a commencé par une familiarisation avec la procédure de fabrication de CMC décrite plus haut. Puis des séances de brainstorming et de revue ont permis de raffiner le concept. L'aide de Thierry Lafrance a été précieuse lors de cette étape. Thierry Lafrance est fondateur de Mëkanic ; il a fait partie de l'équipe de conception de Darcy II et a été embauché comme consultant sur ce projet pour aider à l'industrialisation des moules.

Les premiers concepts présentaient un design modulaire. Un de ces concepts est présenté en Figure 5.4. Une pièce centrale contient une large cavité dans laquelle un masque de Téflon est inséré. Le changement entre les configurations XX et XY se fait en changeant le masque de Téflon, qui permet aussi de jouer sur les dimensions de la pièce au besoin en changeant les composants. Le masque est maintenu enchâssé dans la cavité par un couvercle en haut, et par une grille en bas, qui a pour objectif de permettre l'évacuation du filtrat en configuration XY. Deux couvercles viennent s'accoter sur le dessus et le dessous. L'étanchéité avec l'extérieur est assurée par des joints toriques.

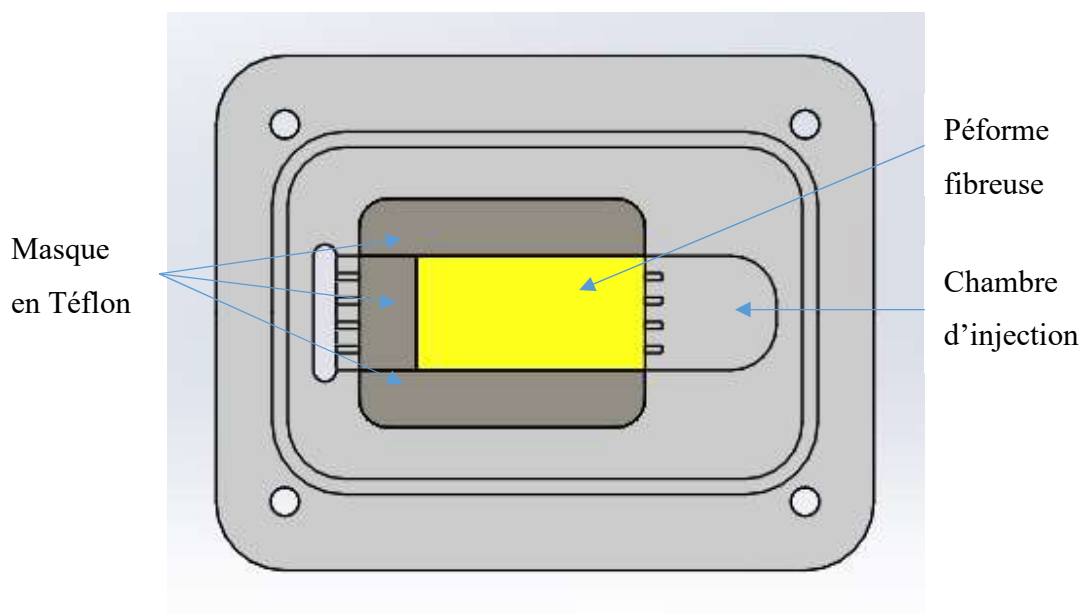


Figure 5.4 : Vue du haut d'une partie centrale du centre d'une version originale de développement du moule d'études longitudinal ; montré ici en version XY. Les fibres sont représentées par la pièce jaune. Elle est enchâssée entre trois pièces de Téflon sur les côtés, un filtre en membrane poreuse sur le bas et un couvercle sur le haut. Pour transformer le moule en version XX, le filtre est remplacé par une pièce de même forme en Téflon et la pièce de Téflon la plus à gauche par une pièce de même forme en membrane poreuse.

A la suite de plusieurs revues de design avec Mèkanic, il est apparu plusieurs axes d'améliorations de design :

- La taille de la préforme étant très réduite, il apparait comme nécessaire de minimiser le plus possible les effets de bord. A cette fin, il est proposé d'abandonner l'utilisation de Téflon, qui est difficile à usiner à des tolérances précises et qui a tendance à gonfler en absorbant de l'eau en cas de contact. Il est aussi proposé d'utiliser un joint sur les grandes surfaces de l'échantillon, qui vont épouser la surface des fibres et limiter les effets de bord.

- Certains rayons de congés utilisés sont trop grands. Leur usinage risque de prendre du temps et donc de présenter un coût de revient élevé, et ce alors que certains de ces congés n'apportent pas un bénéfice tangible du point de vue usinage.

5.4 Moule final

Après plusieurs itérations de concepts de moule, un concept final est retenu. Cette sous-partie présente une vue d'ensemble, quelques points importants sur conception et les modifications sur le moule afin d'obtenir des résultats considérés comme satisfaisants lors d'essais préliminaires, et le plan d'expérience retenu pour les essais.

5.4.1 Vue d'ensemble

Le moule est constitué d'une pièce centrale appelée « milieu », dans laquelle s'enchâssent la préforme de fibres et le filtre. Deux couvercles, un supérieur et un inférieur, viennent s'accoter sur le dessus et le dessous afin de les maintenir en place. Le couvercle inférieur est doté d'une série de perçages qui permet l'évacuation du filtrat vers un collecteur, ainsi que de permettre l'injection d'eau chaude pour le déliantage. La Figure 5.5 montre une en coupe du moule est en version XX.

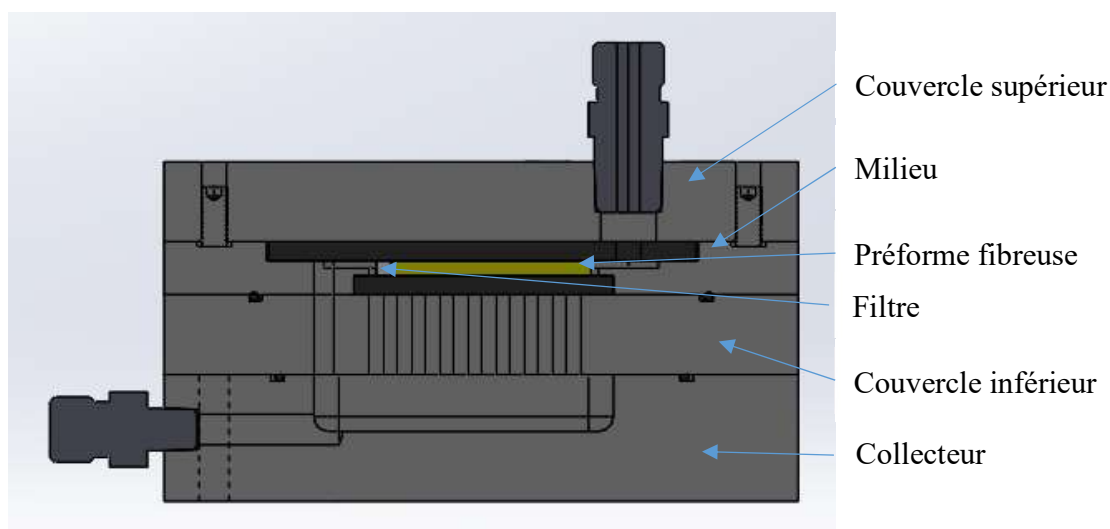


Figure 5.5 : Vue en coupe du moule en version XX

Les fibres sont maintenues sur le dessus par un joint plat, qui est destiné à venir épouser la surface des fibres afin de limiter les effets de bord. Pour la version XX, les fibres sont maintenues en dessous par un autre joint plat, lui aussi destiné à réduire les effets de bord et à assurer l'étanchéité avec l'extérieur. Le filtre se situe à l'extrémité opposée de l'échantillon par rapport à la chambre d'injection. En plus de réduire les effets de bord, les joints plats positionnés directement sur les fibres assurent également l'étanchéité avec l'extérieur du moule. Pour ce faire ils dépassent légèrement (de environ 3 mm) sur tout le pourtour de la chambre des fibres.

Lorsqu'on veut passer le moule en version XY, la pièce du milieu est la seule pièce usinée qui est changée. Dans une optique de maîtrise des coûts, toutes les autres pièces usinées sont communes aux deux configurations. Pour ce qui est des pièces non usinées, le filtre change de forme et d'emplacement. Il vient s'accoter sur les fibres à la place occupée par le joint plat inférieur sur XX. Le filtre de la configuration XX est quant à lui remplacé par une petite cale imprimée en 3D en ABS remplie à 100%. En effet pour des questions d'usinabilité, il est essentiel que les angles intérieurs présentent un congé (un arrondi). La cale vient épouser la forme de ce congé et permet de maintenir une section rectangulaire de la chambre des fibres. La Figure 5.6 présente la différence de trajet de barbotine et filtrat à l'intérieur du moule dans ses deux configurations.

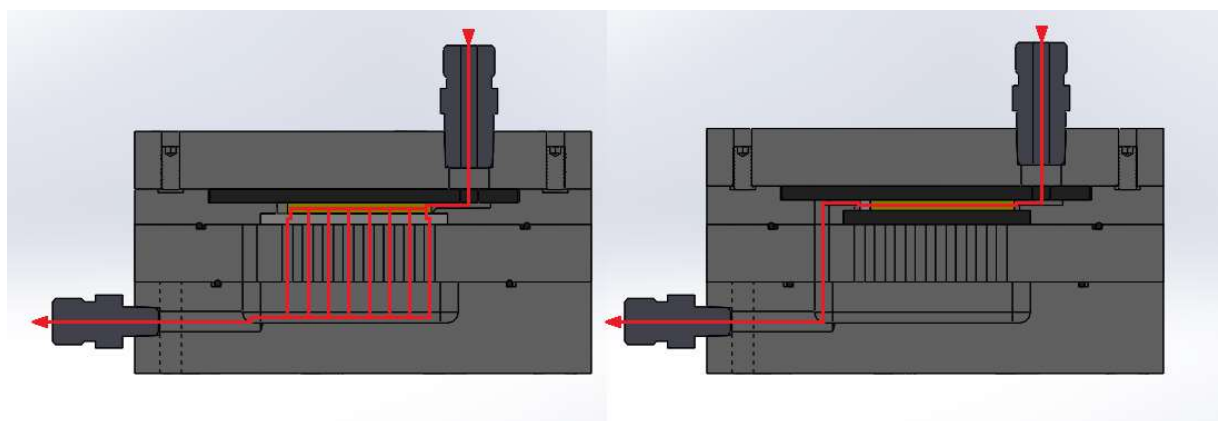


Figure 5.6 : Vues en coupe du moule dans les configurations XY (gauche) et XX (droite). Les flèches rouges représentent le trajet de la barbotine et du filtrat.

Les deux pièces du milieu possèdent chacune une la chambre de répartition (dont l'emplacement est pointé sur la Figure 5.7), dont le bord présente une série de dents qui ont deux objectifs :

premièrement, empêcher les fibres déliantées d'être poussées hors de leur cavité par la pression du joint plat ; et deuxièmement empêcher le joint plat de boucher l'alimentation de la barbotine en s'écrasant. La forme du bord de la chambre de répartition est différente sur XX et XY : celle utilisée dans XX est la plus simple à usiner, mais si elle était utilisée dans XY il y aurait des constructions de gâteau entre les dents. La version de XY utilise donc une forme où l'espace entre les dents vient rencontrer les fibres avec un angle de 45°.

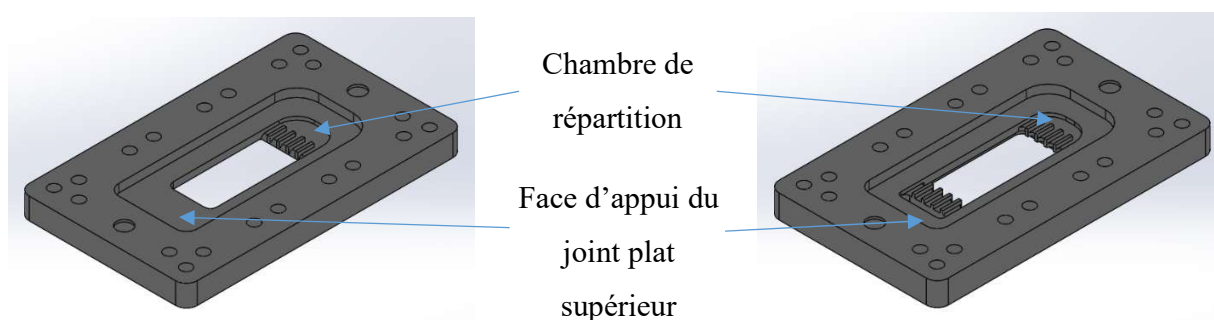


Figure 5.7 : Milieux versions XY (gauche) et XX (droite)

La Figure 5.8 et la Figure 5.9 montrent un autre angle des milieux version XX et XY, mettant plus en évidence le profil des dents.

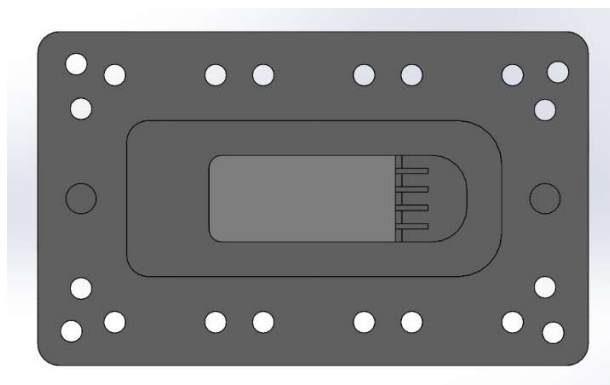


Figure 5.8 : Milieu en version XY. La barbotine est injectée par la chambre de répartition à droite et filtrée par le filtre (en gris clair). Le filtrat est évacué par le dessous de la pièce.

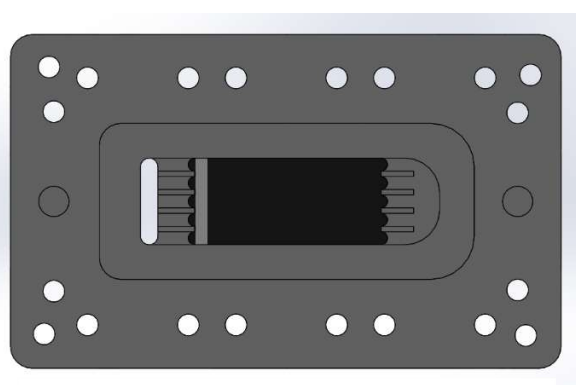


Figure 5.9 : Milieu en version XX. La barbotine est injectée par la chambre de répartition à droite et filtrée à gauche par le filtre (en gris clair). La pièce noire est un joint plat. Le filtrat est évacué par les canaux à gauche puis tombe dans le trou oblong.

5.4.2 Visserie

Le couvercle supérieur d'une part, et le couvercle inférieur d'autre part, sont chacun maintenus par 8 vis M6. Les taraudages destinés à accueillir les vis sont disposés par groupes de 2 : un pour le couvercle inférieur et un pour le couvercle supérieur. Le placement est fait en utilisant le plus possible de contraintes géométriques mais le moins possible de dimensions. Ceci a pour inconvénient de produire des positions de centre des trous qui tombent rarement justes, et donc plus difficiles à usiner en manuel. En revanche, cet inconvénient ne se présente pas lorsque l'usinage se fait par CNC. L'avantage de cette technique réside dans la modularité qu'elle confère à l'assemblage. Si, par exemple, il se révélait nécessaire d'augmenter ou diminuer une dimension du moule comme sa largeur, ou de modifier les dimensions de la cavité du joint supérieur, les centres des taraudages resteraient à des distances régulières. La Figure 5.10 illustre le positionnement des centres des taraudages.

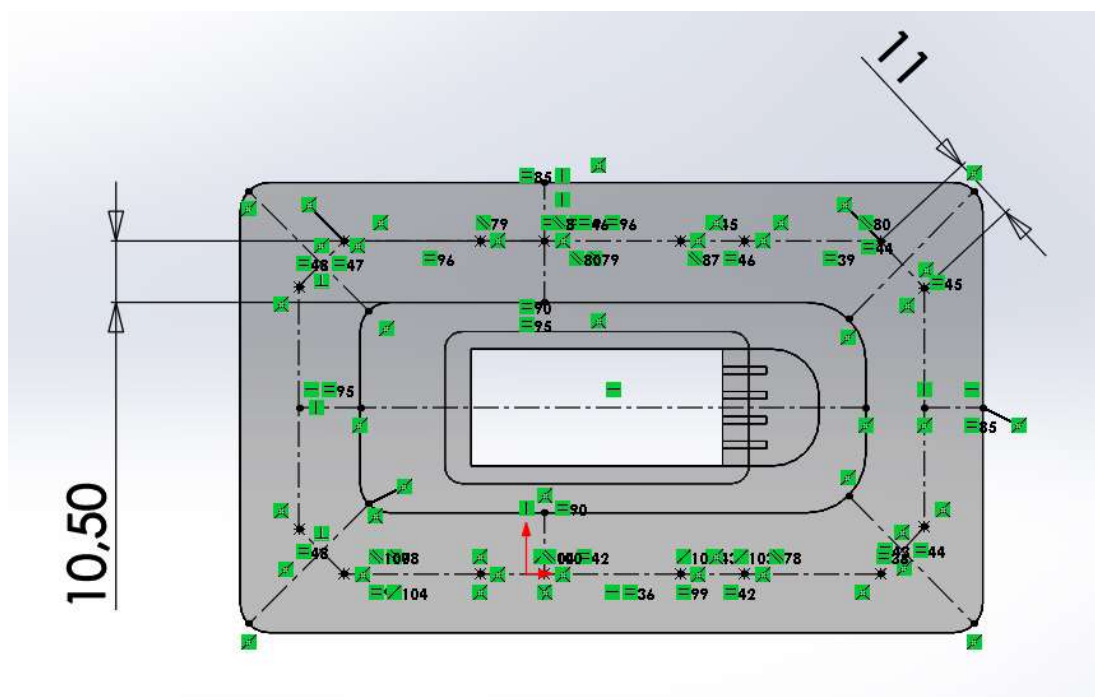


Figure 5.10 : Esquisse de positionnement des trous taraudés du milieu du moule (version XY). Chaque symbole vert représente une contrainte géométrique sur un élément voisin.

Les trous des couvercles sont placés par contraintes de concentricité avec les trous du milieu.

La séquence de serrage des vis a été adaptée de la bonne pratique : commencer au centre, et visser en étoile en s'éloignant du centre. Ceci est comparable à ce qui est appliqué pour des pièces de forme allongée telles que des culasses de moteur à combustion interne (cf. Figure 5.11).

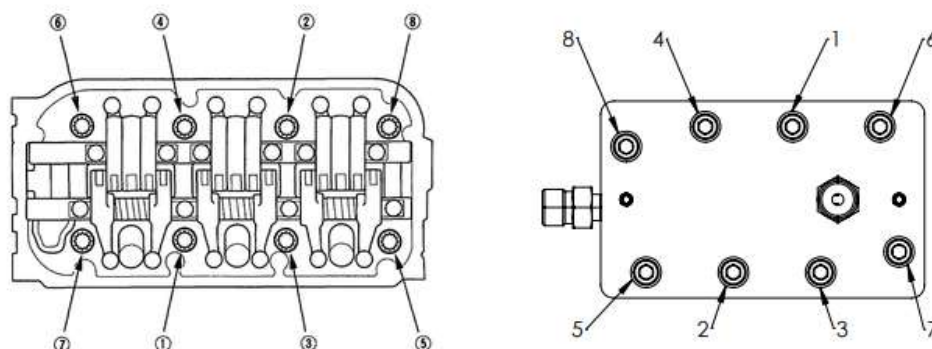


Figure 5.11 : Gauche : séquence de serrage de vis de culasse sur un Acura MDX équipée du moteur J37 [39]. Droite : Séquence de serrage pour le moule Injection Longitudinale.

5.4.3 Joints toriques

Pour assurer l'étanchéité entre les pièces n'utilisant pas un joint plat, il a été fait l'usage de joints toriques, aussi connus sous le nom de o-rings. Deux surfaces de contact sont dans ce cas : l'interface couvercle inférieur-milieu et collecteur-couvercle inférieur. La Figure 5.12 détaille où se trouvent ces interfaces sur le moule.

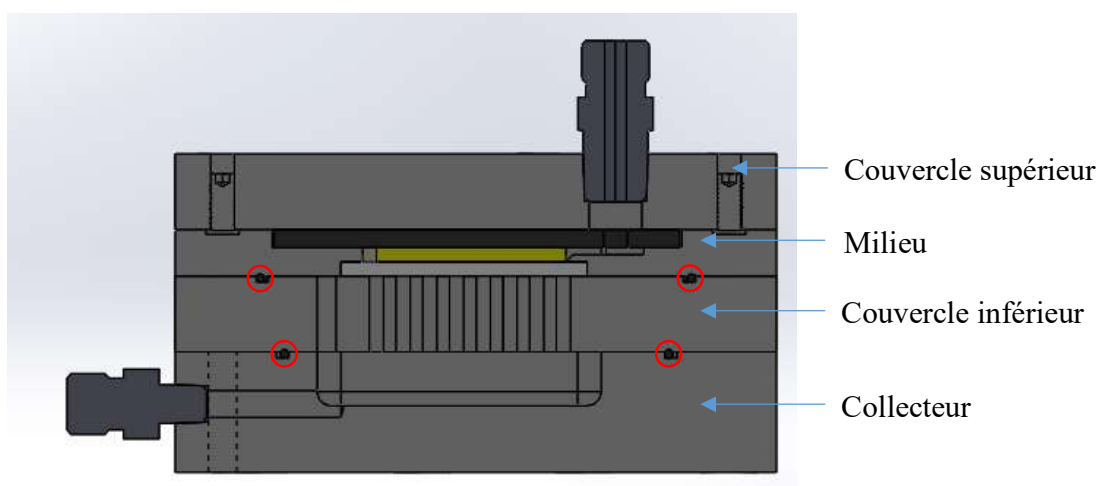


Figure 5.12 : Vue de coupe du moule en version XY. Les rainures destinées à accueillir les joints toriques sont entourées en rouge.

Les considérations suivantes sont prises en compte pour la conception des rainures des joints toriques :

- Il est possible d'utiliser des joints toriques dans des applications où ils n'auront pas une forme circulaire. Dans ce cas, il est bonne pratique d'avoir un rayon de courbure le plus grand possible, idéalement 6 fois plus grand que le diamètre de sa section, et obligatoirement au moins 3 fois plus grand [32].
- Il est préférable d'avoir deux fois le même joint et pas deux joints différents.

Un premier jet de rainures a été dessiné, donnant un périmètre de 205 mm (environ 8 po). En cherchant dans le catalogue de Parker pour des joints de longueur comparable, on trouve le n° 2-038 de diamètre interne d'environ 66,4 mm (2,614 po sur le catalogue). Les longueurs des deux rainures ont été ajustées en conséquence.

Une fois la dimension choisie, il faut choisir le matériau. Après revue de la procédure d'injection, les caractéristiques physiques considérées comme importantes sont :

- Résistance à l'abrasion
- Résistance aux acides
- Résistance aux produits chimiques
- Imperméabilité
- Résistance à l'eau (et à la vapeur)

Il est également nécessaire de choisir un matériau disponible à la durométrie appropriée. Selon Parker, en général une durométrie de 70 ou 80 représente un compromis idéal entre étanchéité et durabilité pour la plupart des usages [33]. En prenant ces considérations, le matériau a été choisi en s'aidant du Tableau 5-1 fourni par Parker.

Tableau 5-1 : Comparaison des propriétés des élastomères disponibles chez Parker. Les propriétés considérées comme importantes pour cette application sont encadrées en rouge. Adapté de [33].

Comparison of Properties of Commonly Used Elastomers (P = Poor - F = Fair - G = Good - E = Excellent)																	
Elastomer Type (Polymer)	Parker Compound Prefix Letter	Abrasion Resistance	Acid Resistance	Chemical Resistance	Cold Resistance	Dynamic Properties	Electrical Properties	Flame Resistance	Heat Resistance	Impermeability	Oil Resistance	Ozone Resistance	Set Resistance	Tear Resistance	Tensile Strength	Water/Steam Resistance	Weather Resistance
AFLAS (TFE/Prop)	V	GE	E	E	P	G	E	E	E	G	E	E	PF	PF	FG	GE	E
Butadiene		E	FG	FG	G	F	G	P	F	F	P	P	G	GE	E	FG	F
Butyl	B	FG	G	E	G	F	G	P	G	E	P	GE	FG	G	G	G	GE
Chlorinated Polyethylene		G	F	FG	PF	G	G	GE	G	G	FG	E	F	FG	G	F	E
Chlorosulfonated Polyethylene		G	G	E	FG	F	F	G	G	G	F	E	F	G	F	F	E
Epichlorohydrin	Y	G	FG	G	GE	G	F	FG	FG	GE	E	E	PF	G	G	F	E
Ethylene Acrylic	A	F	F	FG	G	F	F	P	E	E	F	E	G	F	G	PF	E
Ethylene Propylene	E	GE	G	E	GE	GE	G	P	G	G	P	E	GE	GE	GE	E	E
Fluorocarbon	V	G	E	E	PF	GE	F	E	E	G	E	E	E	F	GE	F	E
Fluorosilicone	L	P	FG	E	GE	P	E	G	E	P	G	E	G	P	F	F	E
Isoprene		E	FG	FG	G	F	G	P	F	F	P	P	G	GE	E	FG	F
Natural Rubber		E	FG	FG	G	E	G	P	F	F	P	P	G	GE	E	FG	F
Neoprene	C	G	FG	FG	FG	F	F	G	G	G	FG	GE	F	FG	G	F	E
HNBR	N, K	G	E	FG	G	GE	F	P	E	G	E	G	GE	FG	E	E	G
Nitrile or Buna N	N	G	F	FG	G	GE	F	P	G	G	E	P	GE	FG	GE	FG	F
Perfluorinated Fluoroelastomer	V, F	P	E	E	PF	F	E	E	E	G	E	E	G	PF	FG	GE	E
Polyacrylate	A	G	P	P	P	F	F	P	E	E	E	E	F	FG	F	P	E
Polysulfide		P	P	G	G	F	F	P	P	E	E	E	P	P	F	F	E
Polyurethane	P	E	P	FG	G	E	FG	P	F	G	G	E	F	GE	E	P	E
SBR or Buna S		G	F	FG	G	G	G	P	FG	F	P	P	G	FG	GE	FG	F
Silicone	S	P	FG	GE	E	P	E	F	E	P	FG	E	GE	P	P	F	E

Table 2-2: Comparison of Properties of Commonly Used Elastomers

Deux élastomères se démarquent dans ce tableau en n'ayant aucune caractéristique notée comme « fair » ou moins : l'AFLAS et l'éthylène propylène. Les joints toriques en AFLAS n'étant pas disponibles aux tailles et durométrie exigées, le choix revient sur l'éthylène propylène. Une utilisation du configurateur de Parker donne le numéro de série du joint torique requis : E0803 2-038.

5.4.4 Finis de surface

Le fini des surfaces a une influence importante sur leur capacité à remplir leurs fonctions. Ceci est en particulier vrai pour les surfaces sur lesquelles un joint s'appuie pour accomplir une étanchéité.

Pour les joints toriques, les recommandations de leur fabricant ont été suivies. Parker spécifie une rugosité de 32 micropouces pour les surfaces écrasant les joints toriques destinés à étanchéfier contre des liquides (cf. Figure 5.13). Les plans étant en unités métriques, une conversion a été effectuée sur les plans.

En ce qui concerne le fini des surfaces avec joint plat, le choix est moins immédiat. En l'absence de recommandations de la part du fabricant des feuilles destinées à la découpe des joints (McMaster Carr), une étude bibliographique spécifique succincte a été menée.

Il en est ressorti que le fini de surface doit être bon, mais toujours présenter une certaine rugosité. Trop lisse, et le risque de fluage (la déformation plastique du caoutchouc) augmente lors de la compression du joint, ce qui augmente le risque de fuite sur le long terme. Trop rugueux, et le joint ne pourra pas se conformer suffisamment bien aux aspérités de la surface. Selon Spetech (entreprise de produits d'étanchéité Polonaise), une recommandation typique est d'avoir un Ra de 3,2 à 12,5 μm [34]. Garlock (entreprise de produits d'étanchéité Américaine) recommande, lorsqu'il n'est pas possible d'avoir un fini concentrique ou en spirale, un fini de surface de 125 à 250 micropouces RMS [35]. 125-250 micropouces équivaut à 3,175-6,35 μm . La Fluid Sealing Association (association Américaine de professionnels de l'étanchéité) partage cette recommandation, mais précise que des finis plus rugueux peuvent aussi parfois être adaptés [36].

En considérant les éléments précédents et après discussion avec l'atelier d'usinage et Mëkanic au sujet des capacités d'usinage, il est choisi un fini de surface de 3,2 - 6,3 μm sur la surface du couvercle supérieur.

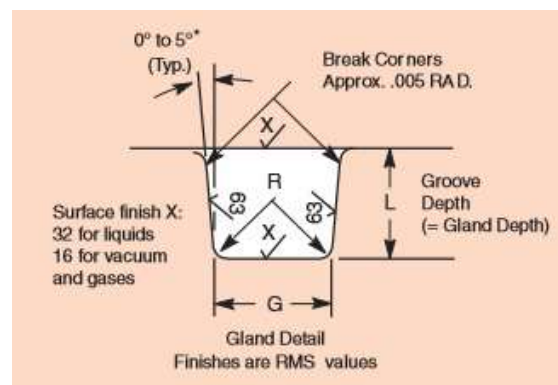


Figure 5.13 : Recommandations de Parker sur les états de surface des rainures destinées à accueillir des joints toriques.

Tiré de [33], p. 98.

Les finis de surfaces particuliers ont été marqués sur les plans avec des symboles dédiés.

5.4.5 Mise en marche

Après la réception des pièces usinées, il est apparu que le moule nécessitait un certain travail pour produire des résultats acceptables.

Les deux configurations présentaient deux problèmes majeurs similaires.

En premier lieu, la surface de contact entre le métal et le filtre ne permettait pas d'assurer une étanchéité suffisamment bonne entre l'intérieur et l'extérieur de la chambre d'injection. Ceci se traduit par la présence de barbotine à un endroit où devrait se trouver uniquement du filtrat. Lors des réunions de design au cours de l'été 2020, il avait été évoqué le fait que ce problème allait pouvoir se présenter, mais il avait été alors supposé que les voies parasites allaient rapidement se combler avec une construction de gâteau. Cependant, les volumes de barbotines passés se sont révélés trop grands pour pouvoir faire une bonne analyse. De plus, il avait été évoqué des solutions de repli si la construction était trop lente, notamment pour XY l'utilisation d'un joint silicone Silcomp de durométrie 64. Ce type de joint a été utilisé avec succès par Gabriel Marcil-Saint-Onge lors d'essais sur la colonne de Darcy II.

Le joint Silcomp présente néanmoins un inconvénient : il doit être polymérisé in situ sur la pièce avec un négatif en métal pour le maintenir en place.

Ce négatif en métal doit lui-même être usiné, ce qui entraîne des délais supplémentaires. Une autre solution a été trouvée, celle de fabriquer un joint en TPU à l'aide d'une imprimante 3D. La Figure 5.14 est une photo d'un des joints utilisés. Diverses épaisseurs de joints ont été testées, et il est apparu que celle de 0,40 mm a donné les résultats les plus satisfaisants. Ceci correspond à une compression de la membrane d'environ 14%.

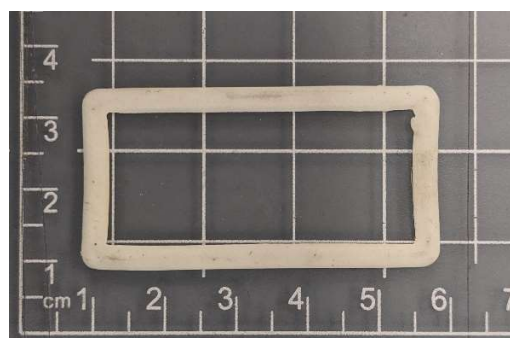


Figure 5.14 : Joint imprimé en TPU pour la configuration XY.

Pour la configuration XX, les mêmes problèmes sont présents. Pour assurer l'étanchéité autour du filtre, ceux-ci ont été entourés de gaine thermorétractantes, du type de celles qu'on utilise pour protéger les harnais de câblage de l'humidité en automobile. Des feuilles de filtre ont été découpées

en bandes d'environ 19,8 mm de large et entourées de gaines thermorétractissantes, puis chauffées au sèche cheveu afin de faire épouser la gaine à la bande. Une photo de bandes de membrane filtrante enrobées est disponible en Figure 5.15.



Figure 5.15 : Différentes solutions explorées pour résoudre les problèmes d'étanchéité. Les quatre blocs de membrane filtrante sont chacun entourés d'un polymère différent. De gauche à droite : Gaine transparente en plastique, gaine noire en caoutchouc, gaine rouge en caoutchouc avec enrobage interne, ruban de Téflon. Le caoutchouc sans enrobage (noir) a donné de meilleurs résultats lors de tests et a été retenu. Tout à droite : Joint individuel en TPU imprimé 3D.

Pour avoir un filtre, il suffit de couper une tranche de 3 mm d'épaisseur dans la bande enrobée. La Figure 5.16 montre un tel filtre enchâssé dans le milieu version XX, tel qu'il serait placé lors de l'injection. La Figure 5.17 montre la découpe d'une tranche.

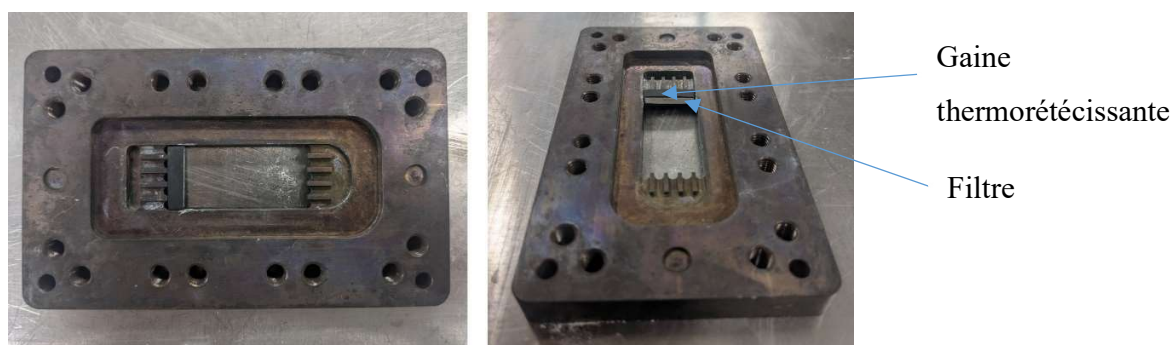


Figure 5.16 : Filtre découpé dans une bande de membrane enrobée, enchâssée dans le milieu version XX.



Figure 5.17 : Découpe d'une tranche de filtre avec un massicot pour la configuration XX.

En deuxième lieu, les joints utilisés pour réduire les effets de bord ont pour effet d'écraser les fibres. Ceci a pour conséquence de les déformer. Pour pallier ceci, des cales en aluminium ont été usinées pour remplacer les joints plats dans les configurations XX et XY. L'aluminium a été choisi car un fournisseur pouvait en usiner rapidement contrairement à une version en acier inoxydable. Il a aussi été essayé d'imprimer en 3D la pièce, mais la forme de la cale fait que l'obtention des états de surface nécessaires pour une bonne étanchéité devient impossible. Il est possible de lisser des pièces imprimées en 3D en les immergeant dans une atmosphère d'acétone, mais ce processus ramollit la pièce au point de la rendre inutilisable. Les joints étant aussi utilisés pour s'assurer de

l'étanchéité du moule avec l'extérieur, il est nécessaire de rajouter un nouveau joint, plus fin, pour assurer ce rôle. La forme des joints est adaptée à chaque configuration. Pour XY, la forme reprend celle de la cavité destinée au joint en caoutchouc remplacé.

Pour XX, il est critique d'éviter une zone où potentiellement plusieurs pièces métalliques se rencontrent sans joint pour les séparer. Le joint imprimé pour cette configuration comprend donc un repli destiné à recouvrir le joint en gaine entourant la membrane. La Figure 5.19 présente une photo de ces deux types de joints.

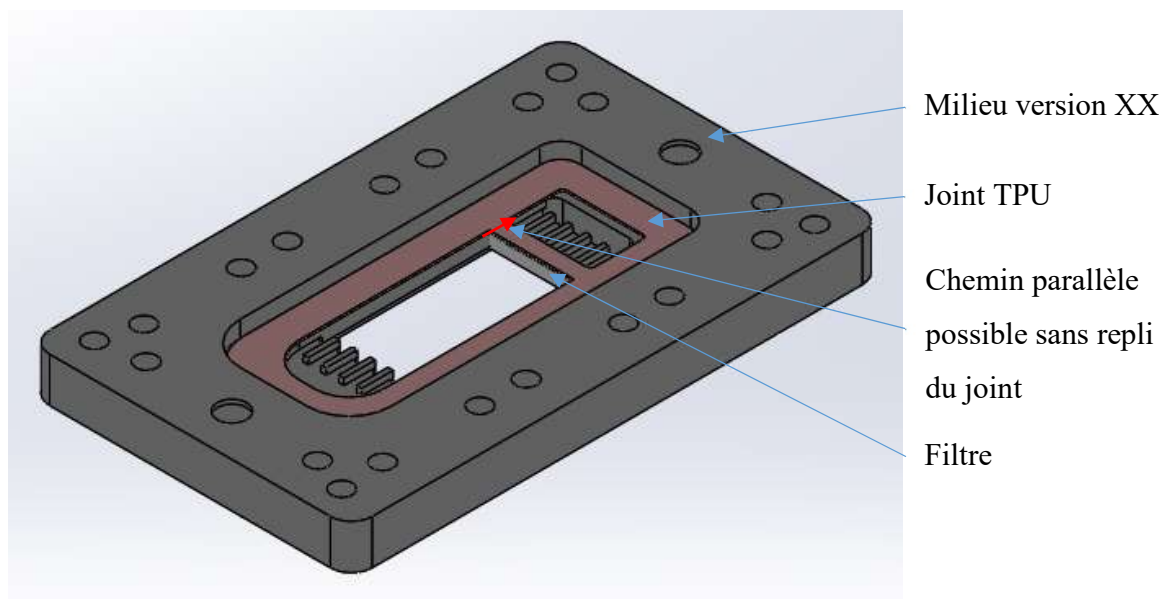


Figure 5.18 : Vue du milieu en version XX avec le filtre et le joint imprimé 3D en TPU.



Figure 5.19 : Joints imprimés en TPU pour le moule version XX (gauche) et XY (droite). La version XX diffère de la version XY principalement avec la présence du repli.

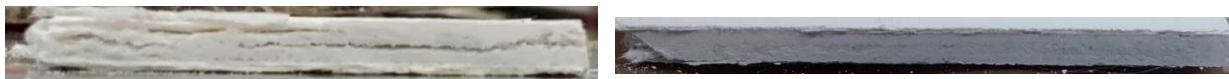


Figure 5.20 : Vue de côté des échantillons XY-7 (gauche, démoulage manuel) et XY-9 (droite, démoulage avec poussoir). XY-7 présente des fissures.

Suite à ces améliorations les échantillons sont devenus plus réguliers. Cependant lors du démoulage, effectué en poussant l'échantillon hors du milieu, des fissures apparaissent sur le pourtour de l'échantillon (cf. Figure 5.20). Pour remédier à ceci, des poussoirs ont été conçus. Leur forme est prévue pour utiliser les contours de la cavité prévue originellement pour un des joints plats. Ils ont ensuite été imprimés en 3D. Une représentation 3D des poussoirs est disponible sur les Figure 5.21 et Figure 5.22.

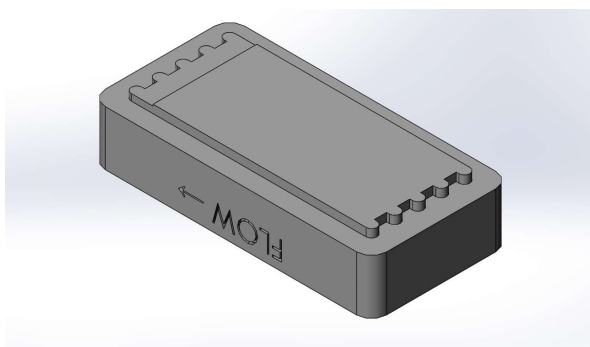


Figure 5.21 : Modèle 3D du poussoir pour version XX.

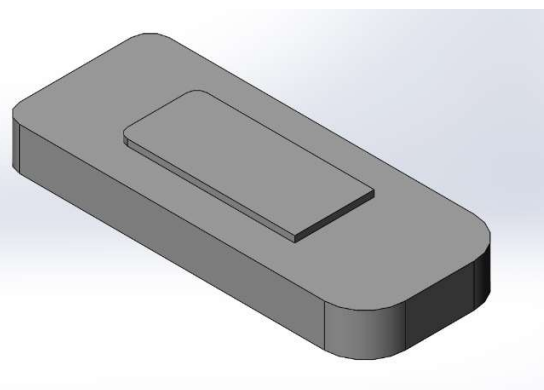


Figure 5.22 : Modèle 3D du poussoir pour version XY.

Avec toutes ces améliorations mises en place, le moule a finalement été considéré comme opérationnel, ce qui est arrivé en février 2021. Cette période de mise en fonctionnement a été beaucoup plus longue que prévue ; en effet le moule originel a été reçu en octobre 2020 ; soit une période de mise en route d'environ 4 mois.

5.4.6 Conseils tirés pour la conception de futurs moules

Bien que plus longue qu'anticipée, la période de mise en marche été riche en enseignements. Plusieurs conclusions ont été tirées pour permettre une conception effective des moules suivants.

1. Les faces principales du moule doivent être faites autant que possible d'un matériau dur. La succession d'étapes sous et à pression atmosphérique fait qu'un moule avec grandes

surfaces plates doit être conçu de façon à ce que ces surfaces soient faites d'un matériau rigide (acier inoxydable ou aluminium par exemple).

2. Il est possible de créer une étanchéité entre un filtre en membrane filtrante et son châssis en métal en écrasant la membrane d'environ 14% avec un joint imprimé en TPU.
3. Les connecteurs de marque Swagelok de type VCO sont très adaptés aux travaux avec barbotine du fait de la simplicité de nettoyage. Cependant la connexion du moule à la colonne de Darcy II fait aussi intervenir des connecteurs Swagelok de type tube, et ceux-ci sont fragiles. De plus, cette connectique est chère et les délais de livraison des pièces est long comparé à des connecteurs de type « quick connect » de McMaster – Carr. La décision a été prise de passer à ce type de connecteur dans le futur. Le choix d'une connectique Swagelok VCO avait été fait en raison du fait que Darcy II est équipée de raccords de type Swagelok Tube, et que Swagelok propose un adaptateur tube vers VCO. Pour se passer des connecteurs VCO, il devra y avoir un adaptateur sur Darcy II afin de permettre la transition Swagelok Tube vers durite souple.

5.5 Résultats et analyses

5.5.1 Plan d'essais

Le plan d'essais prévu pour la configuration XY repose sur des essais complets et des essais interrompus. Pour la configuration XX, la chambre est trop longue pour qu'il soit possible de remplir la chambre en entier, et le plan d'expérience est basé sur des temps d'injection plus court pour remplissage partiel.

Tableau 5-2 : Plan d'essais pour les essais oxydes en configuration XY

N° essais	% de filtration	Plaque
PFLXY_OX_H01_1	33%	P9_V16_163
PFLXY_OX_H01_2	33%	
PFLXY_OX_H02_1	66%	P9_V16_163
PFLXY_OX_H02_2	66%	
PFLXY_OX_H03_1	100%	P9_V16_163
PFLXY_OX_H03_2	100%	
PFLXY_OX_H03_1b	100%	P9_V16_066

Tous les essais oxydes en configuration XY ont été menés avec une barbotine B18 et avec une pression cible de 6000 hPa (87 PSI, 6 bar). Pour essayer d'atteindre les cibles de construction partielles, des calculs ont été faits pour déterminer un volume à passer pour une certaine cible. Cependant, à cause de phénomènes parasites, ces calculs se sont révélés non adaptés et la façon d'atteindre les cibles a dû être complétée par des essais préliminaires.

La nomenclature de ces essais est de la forme : PFLXY_OX_[Code associé au remplissage]_[numéro de l'essai avec ces conditions]. PFL est l'acronyme de Plan Fractionnel Longitudinal et OX est pour Oxyde.

Le plan d'essais en configuration XX est le suivant :

Tableau 5-3 : Plan d'essais pour les essais XX

N° essais	Temps d'injection (h)	Pression d'injection (hPa)	Concentration de la barbotine (% vol)	Plaque
PFLXX_OX_4-87-18_1	4	6000	18	P9_V16_163
PFLXX_OX_2-87-33_3	2	6000	33	P9_V16_163
PFLXX_OX_4-58-33_2	4	4000	33	P9_V16_163
PFLXX_OX_2-58-18_2	2	4000	18	P9_V16_163

La nomenclature de ces essais est de la forme : PFLXX_OX_[Durée de l'injection en heures]-[Pression en PSI]-[Fraction volumique de la barbotine]_[numéro de l'essai avec ces conditions].

Les essais XX ont été menés avec des barbotines B18 et B33. 6000 et 4000 hPa correspondent respectivement à 58 et 87 PSI ou à 4 et 6 bar.

En plus de la nomenclature des essais destinés au plan d'essais, tous les essais y compris les essais préliminaires et les essais ratés ont été attribués un nom simple. Il est constitué de la configuration suivie du numéro de l'essai dans cette configuration. Par exemple, XY-29 est le 29^{ème} essai effectué en configuration XY.

Pour être considéré comme valide, un essai doit être fait avec une barbotine rentrant dans les critères de rhéologie et de pH, avoir atteint le critère de déliantage, et ne pas avoir présenté de fuites lors de la présaturation ou le d'injection (contrôle de la pression imposée par le débit lors de la présaturation, absence visuelle de fuites sur le moule et la colonne, filtrat translucide).

5.5.2 Analyse des courbes de filtration

Les cibles ont été définies par Gabriel Marcil-Saint-Onge. Une fois définies, il faut trouver une méthodologie pour arriver à les atteindre. Pour ceci, il est nécessaire de pouvoir identifier plusieurs instants clés :

1. Celui où toute l'eau de présaturation a été évacuée, et où la barbotine commence à être filtrée ;
2. Celui où la construction du gâteau peut être considérée comme terminée.

Pour arriver à identifier ces instants, des essais préliminaires ont été effectués, et une analyse des courbes de V en fonction de t et t/V en fonction de V a été menée.

Le point de fin de construction a été le plus simple à trouver. En se basant sur l'interprétation de la courbe de V en fonction de t et t/V en fonction de V détaillée en 2.4.1.2, la pente de la courbe en un volume donné vaut $\frac{\eta \alpha W}{2 \Delta p \Omega^2}$. Or, η et W sont constants. De plus, lorsque le cycle de Darcy II est dans une phase de filtration à pression constante, Δp l'est aussi. L'instant où la construction est terminée correspond à une variation de α (car on passe d'une construction entre les fibres à une construction en dehors des fibres) et de Ω (car on a soudainement une réduction de la surface filtrante). Sur la Figure 5.23, on peut observer une transition marquée vers la fin de la courbe. On a rapidement fait l'hypothèse que ce point correspond à la fin de la filtration. Un essai en s'arrêtant juste après avoir atteint ce point a permis de confirmer ceci.

Le point de début de construction est plus difficile à identifier. La montée en pression présente plusieurs formes. La Figure 5.24 présente la courbe p en fonction de V d'un certain nombre d'essais XY. On peut constater que certaines montées en pression prennent la forme d'une courbe sans inflexion, d'autres (comme XY-29) présentent une légère inflexion et d'autres (comme XY-31) présentent même une chute de pression momentanée. Le volume injecté auquel ce phénomène se produit varie également de plusieurs ml d'un essai à l'autre. Il est supposé que cette variabilité peut être attribuée à plusieurs facteurs :

- La présence de bulles d'air dans l'appareillage peut influencer les résultats. Bien qu'une attention particulière soit apportée à l'évacuation de toutes les bulles lors du remplissage du dispositif expérimental, le fait que celui-ci soit fait de métal et donc opaque implique qu'il est impossible de s'assurer avec 100% de certitude que toutes les bulles ont bien été évacuées.
- La présence de l'eau de présaturation peut conduire à des effets de dilution au début de la construction. Le fait qu'il soit nécessaire de déconnecter le moule de Darcy II pour procéder à la vidange de la colonne avant de la remplir de barbotine peut entraîner une variabilité de la quantité d'eau de présaturation présente dans le moule.
- Les effets de dilution peuvent de plus conduire à un début de construction différé dans l'extrémité du moule opposée à l'injection.

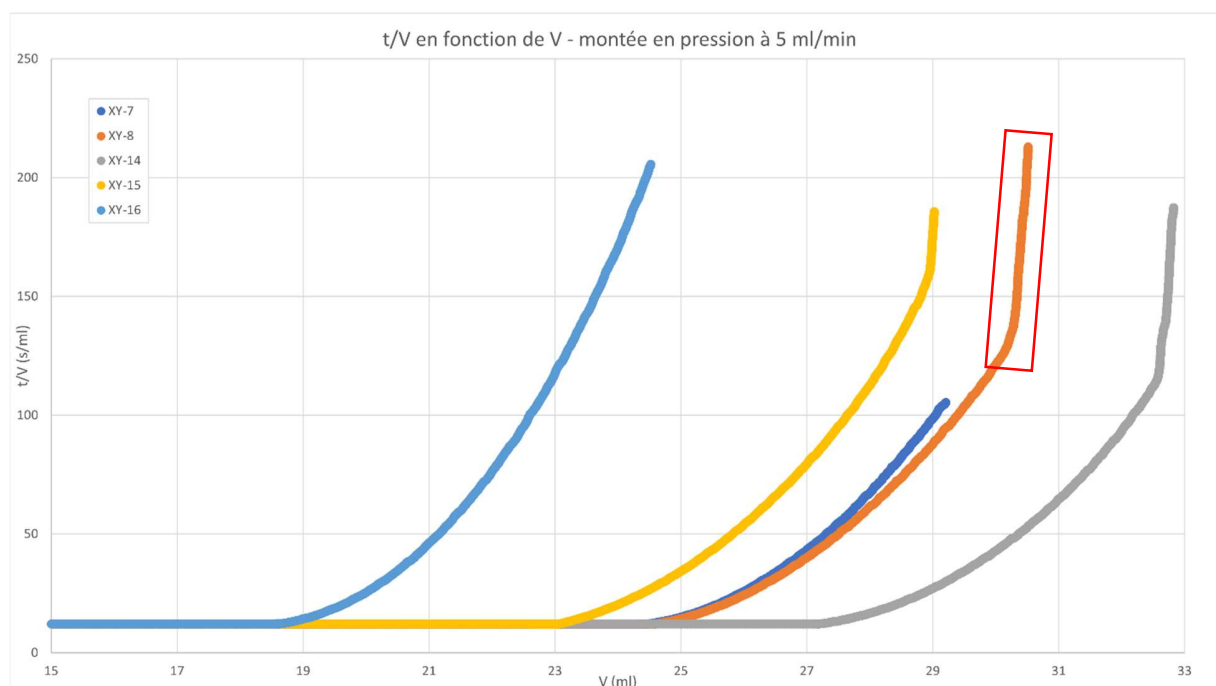


Figure 5.23 : Courbes t/V en fonction de V pour des essais effectués avec un débit de montée en pression 5 ml/min. La partie encadrée en rouge sur la courbe de l'essai XY-8 correspond à une construction de gâteau en dehors de la chambre des fibres.

Les premiers essais ont été menés avec une montée en pression avec un débit à 5 ml/min jusqu'à une pression de 6000 hPa (87 PSI), puis une filtration à pression constante elle aussi à 6000 hPa (87 PSI). Il a été constaté que la durée de la montée en pression à débit constant (proportionnelle à la longueur de la partie plate de la courbe) variait énormément. Toujours sur la Figure 5.23, il est possible de constater que le volume de liquide passé lors de la montée en pression peut prendre des valeurs sur un intervalle allant de 19 à 29 ml. Cette variabilité complique le travail de prédiction des cibles de volume à passer pour les essais interrompus. Dans un objectif de réduire la variabilité, il a été essayé d'augmenter le débit de montée en pression. En le passant de 5 à 25 ml/min, tout en gardant la pression finale à 6000 hPa (87 PSI), l'intervalle de volumes passés à débit constant passe à environ 23 à 26 ml, il y a donc une variabilité plus faible dans ces conditions. La Figure 5.25 présente des courbes de filtrations effectuées avec ce débit de montée en pression. Dans une optique de réduire encore la variabilité, il a été envisagé d'augmenter encore le débit, mais cette solution n'a pas été retenue pour deux raisons. Premièrement, avoir un débit de barbotine trop élevé dans les fibres peut conduire à des phénomènes parasites de rétention de particules par les fibres, qu'on

cherche à éviter dans un contexte industriel. Deuxièmement, on constate que lors des essais avec une cible de 33%, cette cible de construction est atteinte lors de la montée en pression. L'arrêt l'injection se faisant manuellement, il serait donc difficile d'arrêter l'injection pour obtenir un volume injecté précis et répétable.

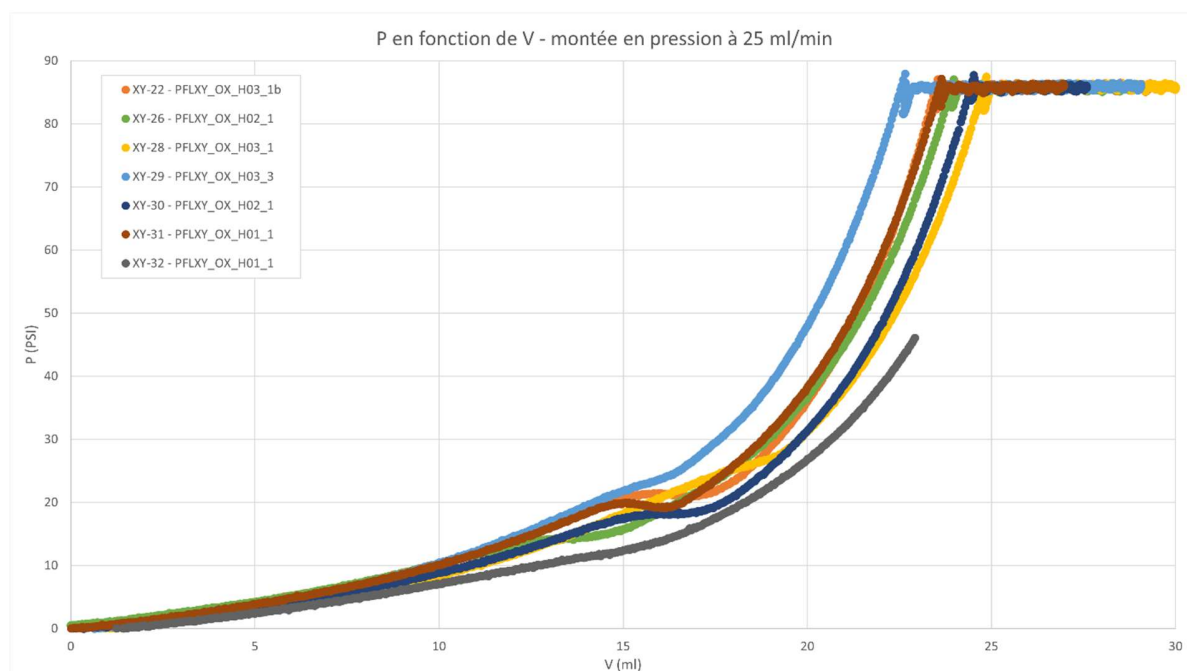


Figure 5.24 : Graphe de la pression en fonction du volume injecté avec un débit de montée en pression à 25 ml/min. Certaines courbes (comme XY-30) présentent un point d'inflexion, d'autres (comme XY-31) une chute de pression.

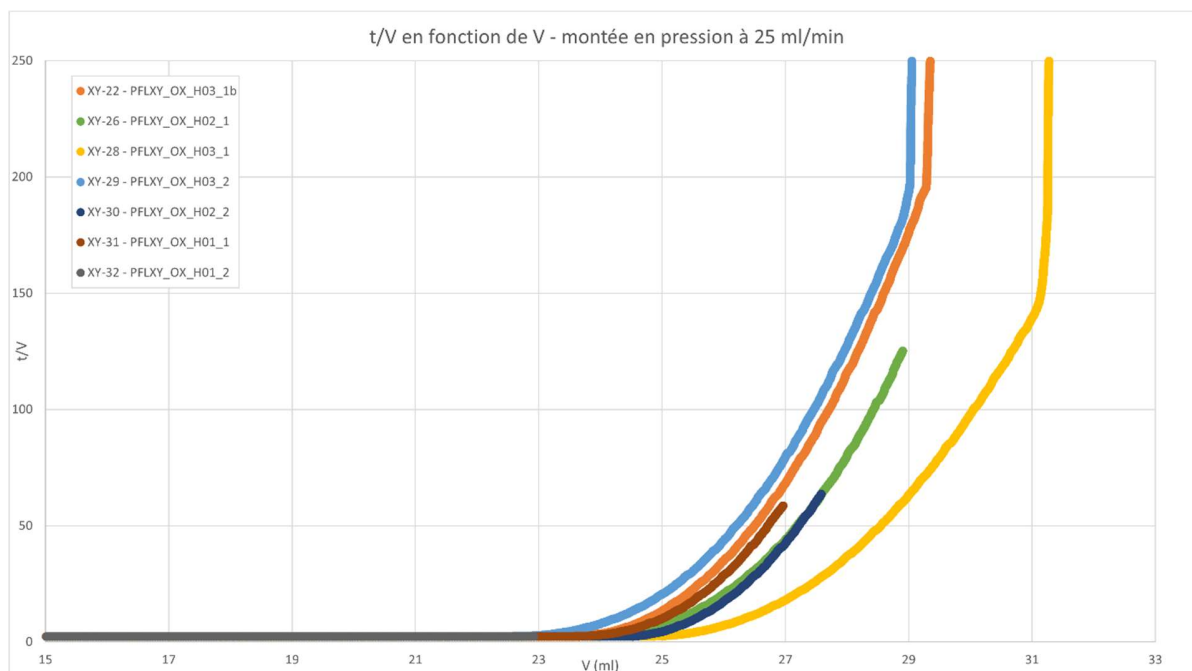


Figure 5.25 : Courbes t/V en fonction de V pour des essais effectués avec un débit de montée en pression 25 ml/min.

5.5.3 Analyse en microtomographie

Les échantillons ont été analysés en microtomographie. La Figure 5.26 montre schématiquement comment se construit le gâteau dans la préforme fibreuse dans la configuration XY, et présente la méthode employée pour l'analyse du front de construction. Les données acquises par le microtomographe sont traitées à l'aide d'un logiciel spécifique qui permet de les exporter sous la forme d'une série d'images superposées les unes sur les autres.

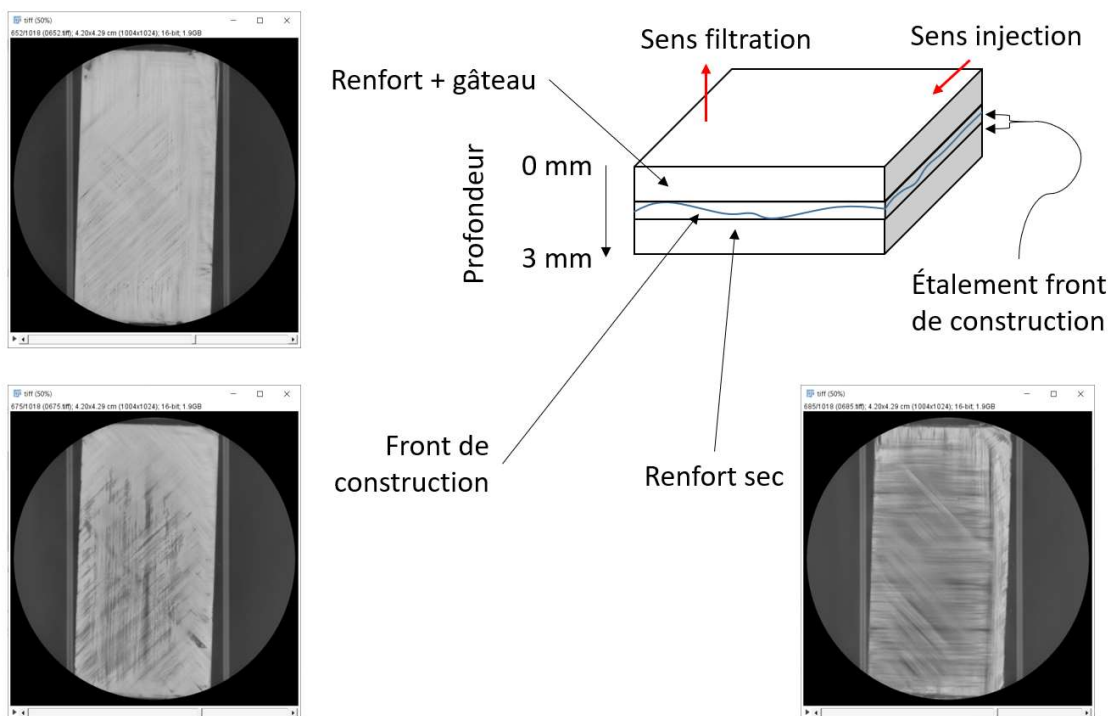


Figure 5.26 : Schéma explicatif de l'analyse du front de construction pour les échantillons du plan d'expérience. Toutes les illustrations sont tirées de XY-31 (essai oxyde avec cible de 66%). Les images sont espacées d'environ 42 μm .

Il est relativement aisé de déterminer la forme du front de construction sur une image donnée. Pour les essais oxydes, les zones bien construites présentent une couleur claire et un aspect net. Les zones moins bien construites apparaissent comme plus sombres. Les fibres totalement dépourvues de barbotine apparaissent légèrement floues. Lorsqu'il existe une ambiguïté sur une zone, il est possible de regarder les images d'avant et d'après pour confirmer ou infirmer l'observation. La Figure 5.26 est une illustration de l'analyse du front de construction sur un échantillon oxyde. En comptant le nombre d'images entre le début et la fin de la présence du front de construction, puis en multipliant cette valeur par l'écartement des photos, il est possible d'estimer la valeur de l'étalement vertical du front.

5.5.3.1 Configuration XY

Les essais présentent un front de construction globalement parallèle au filtre. Les fronts ne sont cependant pas parfaitement plats, et présentent tous un certain étalement. La Figure 5.27 présente

l'évolution du front de construction à travers l'échantillon XY-30, un échantillon qui présente une évolution relativement typique. On constate que les fronts présentent une forme irrégulière, mais que la grande majorité est contenue dans une bande d'une épaisseur en général inférieure à 200 μm . L'épaisseur du gâteau n'est pas plus grande sur le côté opposé à l'alimentation que sur le côté de l'alimentation.

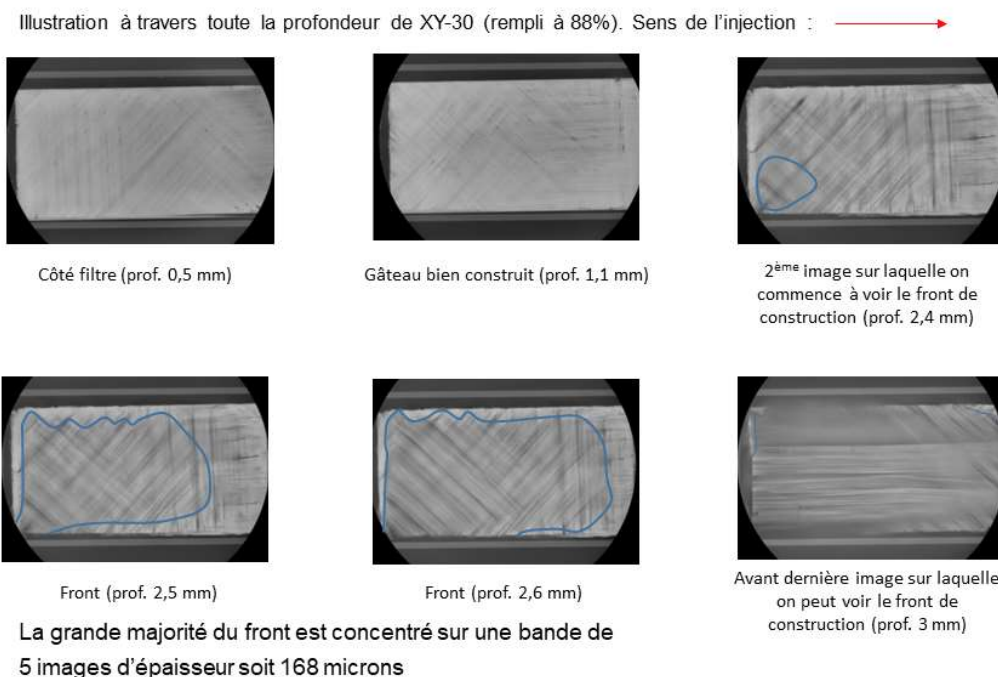


Figure 5.27 : Analyse du front de construction sur l'échantillon oxyde XY-30. Le tracé bleu est la frontière du front sur cette image en particulier.

On constate aussi une tendance du front à parfois épouser le relief de la préforme de fibres. Sur la Figure 5.28, on peut observer que le front s'organise autour d'un des torons des fibres orientés à 45°. Il est à noter que le modèle Multi-1D considère les préformes fibreuses comme ayant une résistance homogène et n'essaie pas de modéliser les interactions fines entre l'intérieur des torons. Les effets de bords semblent exercer une influence sur la construction, le front présentant parfois une forme de ménisque sur une partie ou la totalité du pourtour de l'échantillon.

On peut donc considérer à toutes fins pratiques que le front est parallèle au filtre sur une longueur d'au moins 40 mm. En conséquence, on peut établir une règle de conception qui dit que pour les textiles oxydes comparables à ceux utilisés dans ce plan d'essais, il est permis d'avoir jusqu'à 40

mm entre une zone avec filtration et une zone d'alimentation, avec des directions orientées perpendiculairement l'une à l'autre. Il pourrait être intéressant, lors de futurs travaux, d'étudier de plus grandes longueurs afin de déterminer la longueur maximale possible.

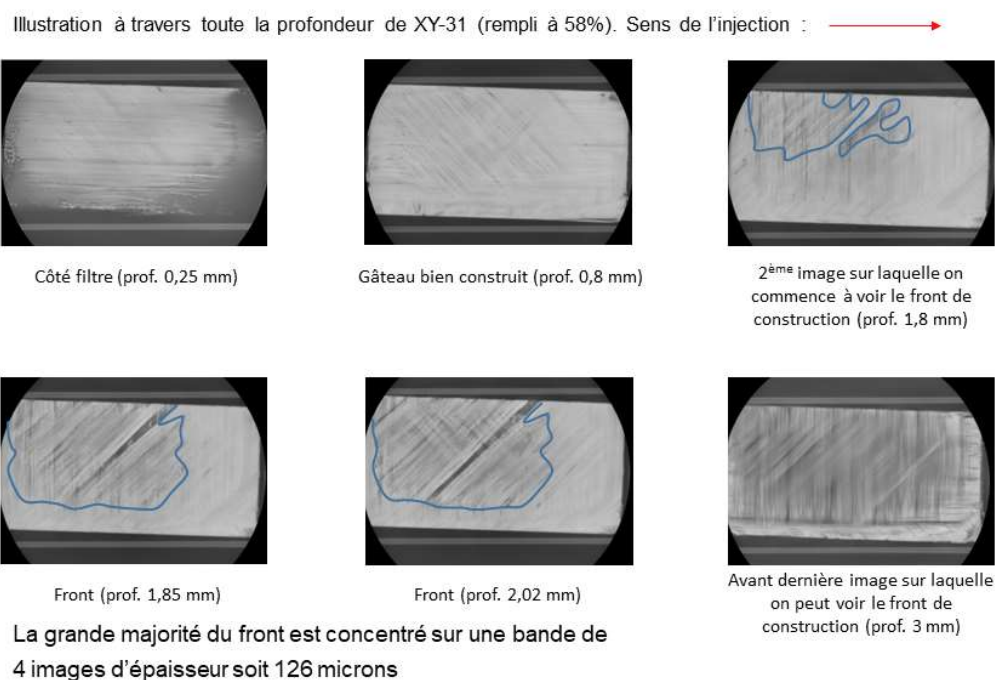
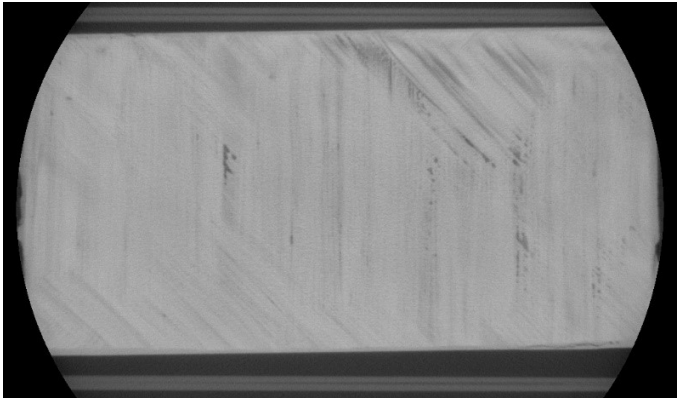
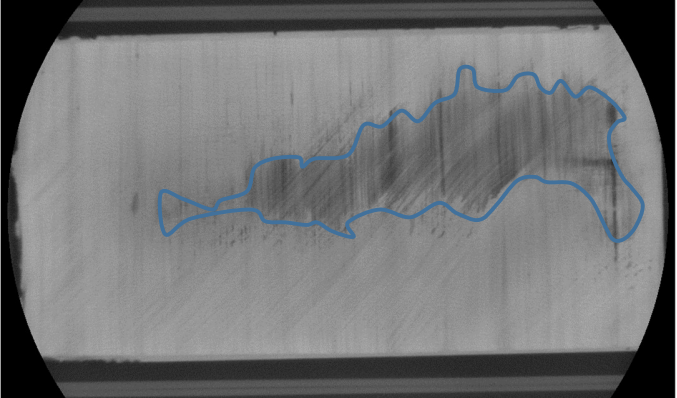
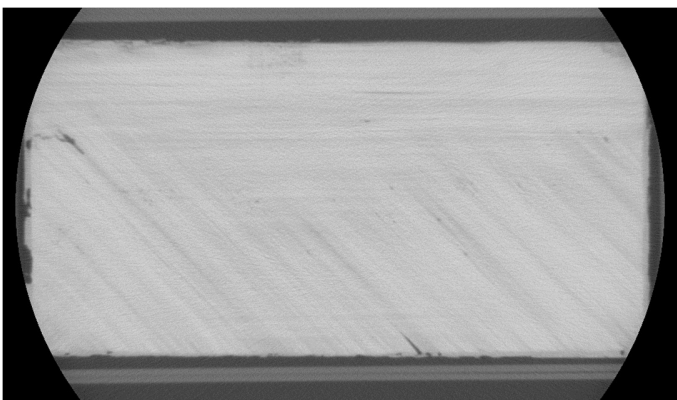
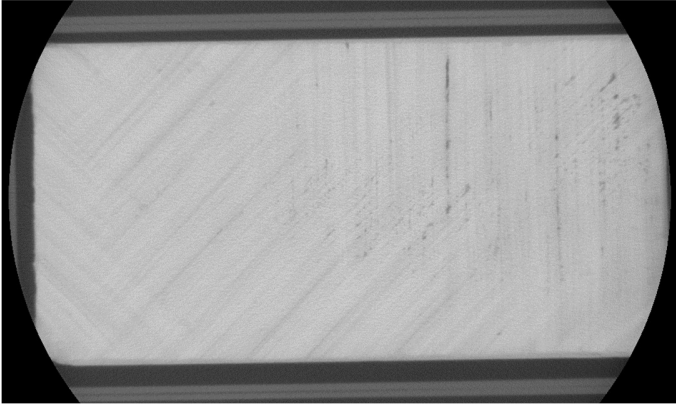
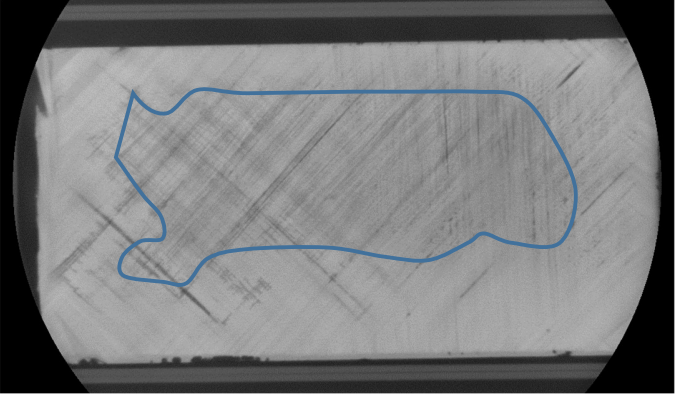
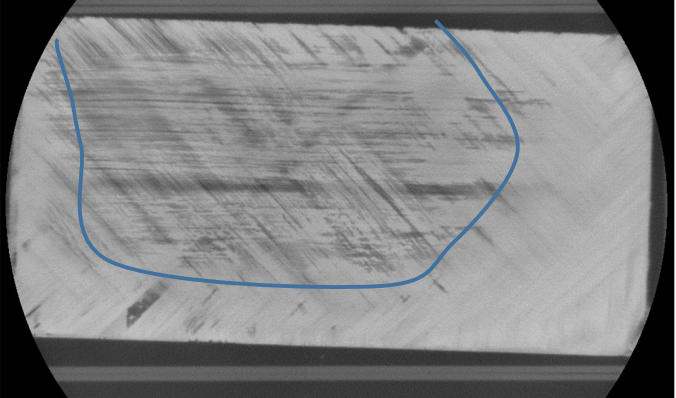


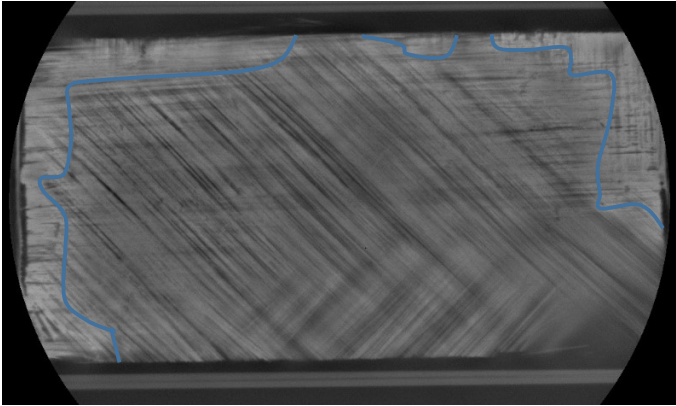
Figure 5.28 : Analyse du front de construction sur l'échantillon oxyde XY-31. Le tracé bleu est la frontière du front sur cette image en particulier.

Le Tableau 5-4 présente un récapitulatif des analyses en microtomographie des échantillons du plan d'essais. Les essais remplis à 100% illustrés par la section de leur milieu, et les essais interrompus sont montrés au niveau de l'image médiane du front de construction. On y constate les effets décrits plus hauts, notamment en ce qui concerne les effets de bords.

Tableau 5-4 : Analyses en microtomographie d'échantillons en configuration XY

N° essai (cible de remplissage)	Capture en micro-tomographie de l'échantillon (injection à gauche)	Épaisseur approx. construite en % et mm
XY-22 PFLXY_OX_HO3_1b (100%)		100% 3,3 mm
XY-26 PFLXY_OX_H02_1 (66%)		80% 2,6 mm
XY-28 PFLXY_OX_H03_1 (100%)		100% 3,3 mm

<p>XY-29 PFLXY_OX_H03_2 (100%)</p>		<p>100% 3,3 mm</p>
<p>XY-30 PFLXY_OX_H02_2 (66%)</p>		<p>88% 2,9 mm</p>
<p>XY-31 PFLXY_OX_H01_1 (33%)</p>		<p>58% 1,9 mm</p>

<p>XY-32 PFLXY_OX_H01_2 (33%)</p>		<p>38% 1,2 mm</p>
---	--	-----------------------

5.5.3.2 Résultats XX

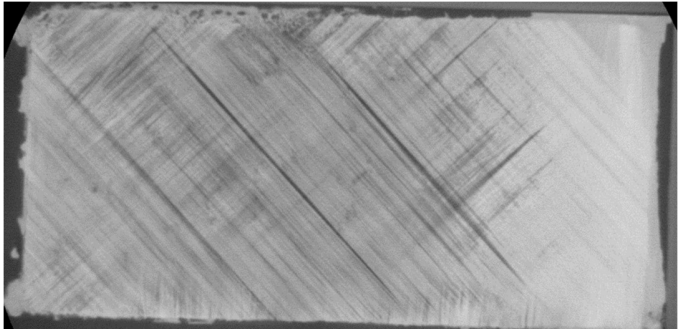
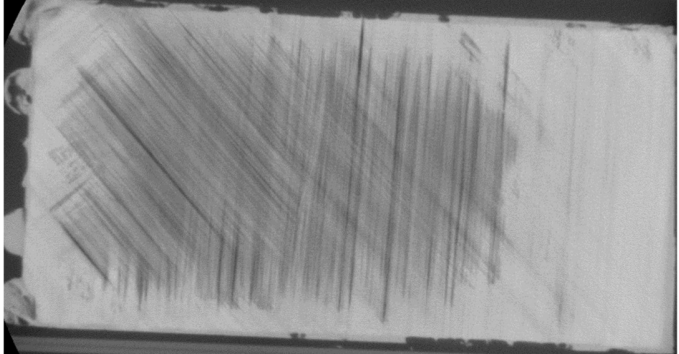
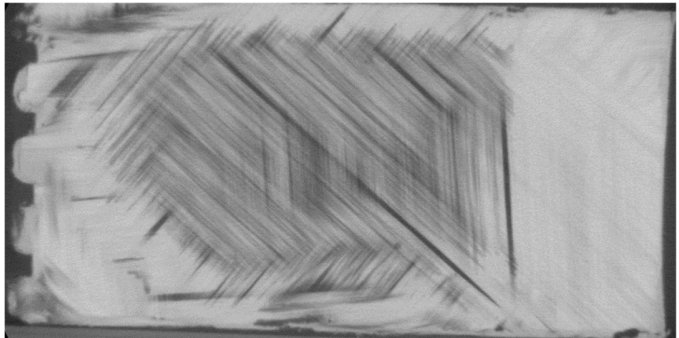
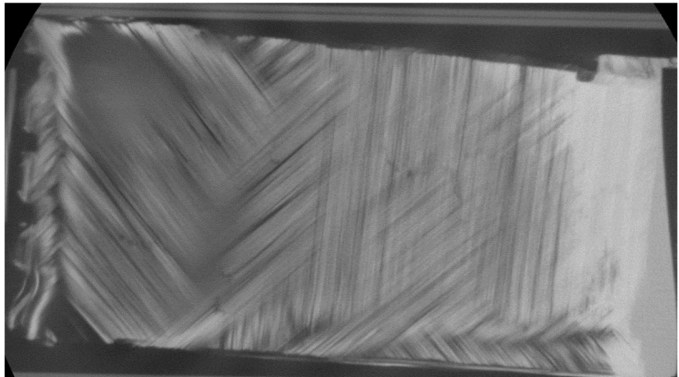
L'analyse des résultats en configuration XX a été effectuée par Arthur Saada. Le Tableau 5-5 présente une section de chaque essai au milieu de l'échantillon, qui permet de représenter la forme du front.

On y constate en observant les microtomographies des échantillons fabriqués avec une barbotine à 18% que ces derniers présentent un front de construction en forme de ménisque, indiquant probablement que des effets de bord sont forts. Les injections avec barbotine à 33% construisent même du cru sur tout le pourtour de l'échantillon, même si toujours majoritairement au niveau du filtre. Les essais à 18% semblent donner une parabole de ménisque aux branches plus écartés, ce qui pourrait indiquer une réduction des effets de bord avec une baisse de concentration de la barbotine.

Comme on pouvait le supposer, l'augmentation du temps, de la concentration et de la pression d'injection tend à favoriser la formation d'un cru plus épais. On peut remarquer que la pression et la durée d'injection semblent exercer une influence relativement comparable sur les gammes utilisées en pratique. Les essais PFLXX_OX_4-58-33_2 et PFLXX_OX_2-87-33_3 (Tableau 5-5) ont été réalisés pour l'un avec un temps plus long à pression plus basse, et pour l'autre un temps plus court à pression plus forte. Malgré ces différences, la longueur de construction du gâteau est quasiment identique sur les deux essais, variant respectivement de 9,3 à 13,3 mm pour le premier et de 9,4 à 11,8 mm pour le deuxième.

On remarque enfin qu'à l'inverse de la configuration XY, il semble compliqué de garantir une infiltration sur une grande distance. Avec une durée d'injection de 4 h, la distance de construction la plus grande construite vaut 13,3 mm (sur PFLXX_OX_4-58-33_2). De plus, cette distance de construction n'est pas uniforme sur toute la surface du front. Sur cet échantillon, la partie la moins avancée du front se trouve à seulement 9,3 mm du filtre. On peut donc proposer une règle de construction qui stipule que pour des écoulements de B18 similaires à XX à travers des textures de renfort similaires, il faut éviter de dépasser les longueurs supérieures à 7 mm. Il pourrait être pertinent, lors de futurs travaux, d'étudier la construction avec des spécimens plus grands afin d'avoir une meilleure idée de l'influence des effets de bord. Il pourrait être pertinent également d'étudier la construction sur de très longues durées, par exemple 24 h.

Tableau 5-5 : Analyse en microtomographie des échantillons XX

N° essai	Capture en micro-tomographie au milieu de l'échantillon (injection à gauche, filtre à droite)	Épaisseur approx. construite en cm
PFLXX_OX_4-87-18_1		0,88-1,15
PFLXX_OX_2-87-33_3		0,94-1,18
PFLXX_OX_4-58-33_2		0,93-1,33
PFLXX_OX_2-58-18_2		0,56-0,65

5.6 Conclusion

Les expériences en configuration XY ont montré une bonne adéquation entre le modèle Multi-1D et la réalité en ce qui concerne la forme du front à toutes fins pratiques. Le front présente une légère variabilité pouvant aller jusqu'à 0,2 mm, mais cette variabilité est distribuée aléatoirement et non pas selon un profil alternatif tel que décrit sur la Figure 5.3. Les résultats peuvent d'autant plus être considérés comme encourageants du fait qu'une partie de la déviation semble être liée à l'organisation des torons dans la préforme, que le modèle Multi-1D n'est pas encore en mesure de modéliser. L'analyse de la cinétique s'est révélée plus difficile que prévue en raison de la difficulté pour déterminer l'instant du début de la construction, à supposer que celui-ci soit unique. La configuration XY a permis de valider qu'il est possible de fabriquer des pièces avec des longueurs allant jusqu'à 40 mm dans des schémas d'écoulement similaires.

Les expériences sur XX ont permis de mettre en valeur qu'il devient rapidement difficile de construire une grande épaisseur dans le sens parallèle au plan des fibres. On peut néanmoins s'autoriser quelques mm dans ce schéma d'écoulement ; la distance exacte dépendant du type de barbotine et de la durée qui peut être allouée à cette étape de la fabrication.

L'analyse des courbes de filtration est un bon outil pour déterminer la fin du remplissage des préformes fibreuses par le gâteau. Cependant, l'identification du début de la filtration est plus difficile.

La conception, la mise en route et la manipulation du moule ont permis d'acquérir une expérience précieuse pour la conception des moules suivants. En plus des règles de conception mentionnées plus haut, l'utilisation de joints imprimés en 3D pour l'étanchéité autour de la membrane et l'utilisation d'aluminium ont été validées. Un certain nombre de détails de conception ont montré satisfaction et pourront être repris dans les moules suivants ; par exemple, le fait que les fentes d'évacuations de filtrat fassent 3 mm de large, ou le positionnement précis de pièces à l'aide de deux goupilles. En revanche, le concept tel que fabriqué du moule, avec un joint souple en contact sur les fibres avec de grandes surfaces, est à éviter car entraînant un mauvais contrôle dimensionnel.

CHAPITRE 6 MOULE CORNIÈRE

L'objectif du moule cornière est de pouvoir étudier la construction de gâteau dans une pièce de forme courbée. Ce travail de conception sur le deuxième moule a été commencé sur une première préforme, de forme complexe, présentée en Figure 6.1 ; mais alors que les concepts de moules atteignaient un niveau d'avancement relativement abouti, la préforme a été changée sur une demande de Safran. La préforme de remplacement est présentée sur la Figure 6.3. Le travail mené sur la première préforme a cependant guidé la philosophie de conception du moule pour la deuxième; ainsi que le choix des configurations étudiées. En conséquence, les parties 6.1 et 6.2 présentent le travail sur la première préforme. La partie 6.3 présente l'adaptation des concepts explorés en 6.2 à la définition finale de forme de pièce ainsi que le plan d'essais et les essais préliminaires pour validation. La partie 6.4 présente les résultats.

6.1 Expression du besoin

La fabrication de pièces réelles implique de transférer et combiner les connaissances acquises sur les écoulements simples en configuration XX et XY, ainsi que ceux à travers des plaques étudiées par Scola *et al.* (ce qui correspondrait à une configuration YY), et à des cas plus complexes. Parmi les questions que l'on peut se poser, on peut citer comment les écoulements réagissent à un arrondi dans la préforme de fibres.

L'objectif de ce moule est d'observer la construction du gâteau dans une pièce présentant un arrondi, et ce dans plusieurs configurations d'alimentation et de filtration. Il est également nécessaire d'identifier les configurations permettant d'apporter le plus d'enseignements.

6.2 Travail préliminaire sur première définition

Le cahier des charges du moule sur la première définition de pièce est le suivant :

1. Accueillir des échantillons de fibres définis par la Figure 6.1, en garantissant un taux de fibres acceptable ;
2. Permettre l'étude de plusieurs configurations différentes :

- a. Déterminer, en collaboration avec Safran et à partir des résultats du modèle de Gabriel Marcil-Saint-Onge, des configurations représentatives d'une problématique industrielle ou d'améliorer le modèle ;
 - b. Permettre le déliantage, injection et séchage dans ces configurations ;
3. Minimiser le nombre de pièces à usiner afin de maîtriser les coûts ;
 4. Connexion à Darcy II.

La première définition de la pièce était constituée de sa forme finale à laquelle était ajoutée une large éprouvette plate au contact d'une des parties plates de la cornière (cf. Figure 6.1). Cette définition, nommée « éprouvette raidie », est destinée à modéliser une grande plaque munie d'un raidisseur.

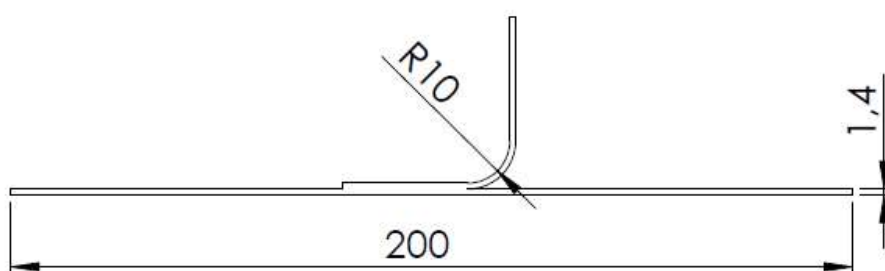


Figure 6.1 : Vue de face de l'éprouvette raidie.

La forme complexe de cette pièce interdit l'utilisation d'un filtre fait du même matériau que celui pour le moule d'études d'injections longitudinales. En effet, bien qu'il soit possible de déformer la membrane poreuse en la chauffant, il est difficile de prouver que ce procédé conserve précisément la porosité originelle du filtre, surtout avec un rayon de courbure resserré.

Une solution a été proposée par Safran sous la forme d'un bloc de matière poreuse usinable. Ce matériau nécessite d'être enchâssé dans une enceinte métallique.

Deux concepts de moules pour cette première version de la pièce sont imaginés. Ils sont présentés en Figure 6.2. Tous deux reposent sur le même concept : la pièce est enchâssée entre trois blocs qui sont conçus pour être interchangeables. Au choix, ces blocs peuvent être en matière poreuse

usinable et servir pour la filtration, ou une grille en métal percé pour servir à l'injection. Derrière ces blocs se trouvent des rigoles, qui permettent d'acheminer la barbotine lorsqu'elles sont vis-à-vis d'une grille, ou d'évacuer le filtrat lorsqu'elles sont vis-à-vis d'un filtre. Sur les faces, les rigoles sont divisées en plusieurs parties, ce qui permet d'avoir un contrôle plus fin des zones d'injection. Un joint assure à la fois l'étanchéité entre l'intérieur et l'extérieur du moule d'une part, et entre les rigoles de la même face d'autre part.

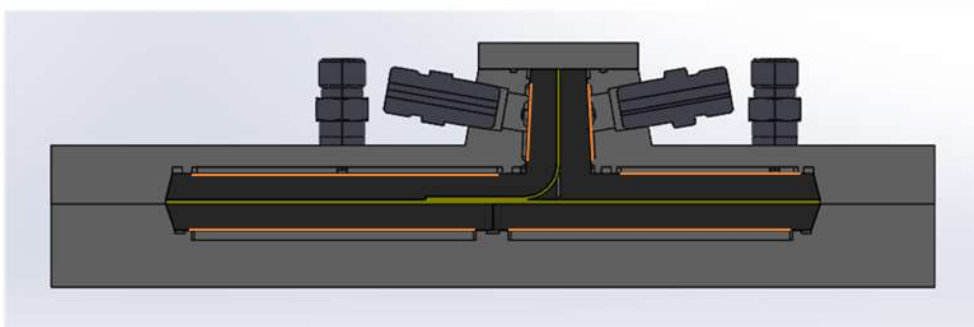
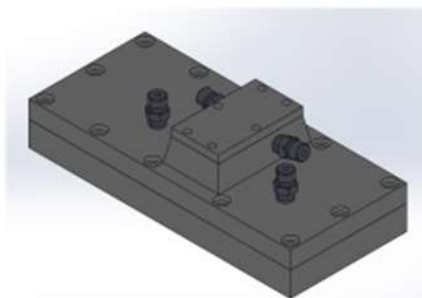
Les différences entre les deux concepts du moule tiennent dans les solutions retenues pour s'assurer de la possibilité du démoulage et l'usinabilité des pièces. Pour le premier concept, le « Tank », il y a un angle de dépouille directement sur le filtre. Il permet de faciliter le démoulage en permettant aux filtres de sortir du couvercle supérieur avec sa forme complexe. Le couvercle supérieur est divisé en deux parties, la partie supérieure étant un petit chapeau séparé. Ceci, pour des raisons d'usinabilité des rigoles, ainsi que pour permettre si besoin de pousser sur les filtres afin de faciliter leur extraction. Pour le second concept, l'idée est de reprendre l'organisation générale du Tank mais en gardant une épaisseur de filtre constante et en facilitant le démoulage. Ceci se fait en donnant un couvercle à chaque surface, et qui vient s'accoter avec un angle sur une pièce centrale. Ce concept a pour inconvénient de présenter un nombre relativement élevé de surfaces complexes.

Courant février 2021, sur besoin de Safran la définition de la pièce d'étude a été modifiée. La partie plate est supprimée pour se concentrer sur la cornière. La nouvelle définition de la pièce est décrite sur la Figure 6.3.

Le travail de design doit donc être recommencé pour la nouvelle pièce, mais le travail précédent n'a pas été vain. En effet, le concept du moule final peut être considéré à certains égards comme une version simplifiée du moule 3 couvercles, et le travail de réflexion sur la pièce complexe a permis de mettre en évidence des configurations dont l'évaluation pourrait présenter un intérêt.

Concept 1 : « Tank »

- Le plus simple
- Épaisseur de filtre variable : angle de dépouille nécessaire pour le démoulage



Concept 2 : « 3 couvercles »

- Plus compliqué, plus de pièces, plus lourd
- Épaisseur de filtre constante

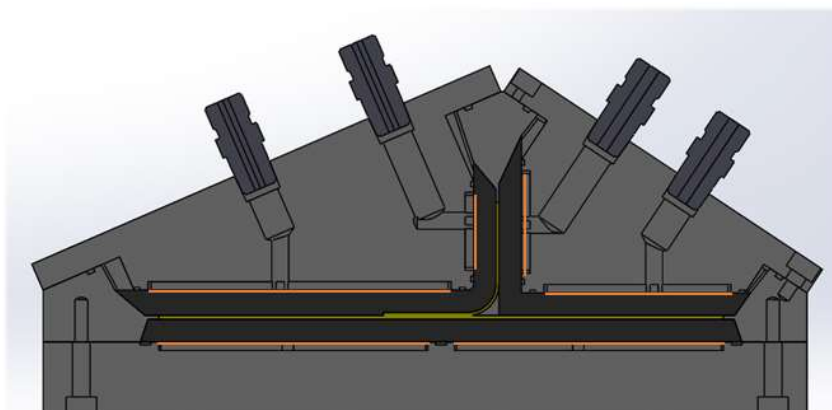
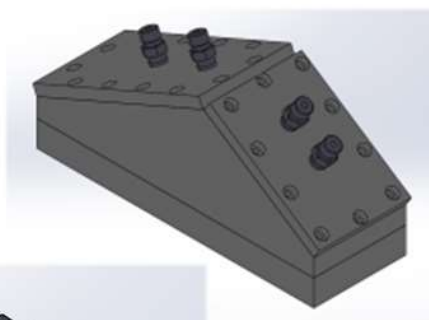


Figure 6.2 : Concepts "Tank" et "3 couvercles". Les pièces représentées en noir peuvent être faites en résine et servir pour la filtration, ou en métal percé pour servir à l'injection. Les traits oranges représentent les rigoles.

6.3 Conception du moule cornière

Le moule cornière final est similaire dans son concept au moule 3 couvercles décrit plus haut, à ceci près que la définition de la pièce a changé pour la variante « B » décrite par la Figure 6.3. En ce qui concerne le taux de fibres acceptable, il est comparable au taux de fibres classique pour les CMC Oxyde/Oxyde, soit entre 40 et 60% pour correspondre le plus possible aux gammes de fabrication de Safran.

Le concept du moule cornière est présenté sur la Figure 6.4. La chambre accueillant les fibres est constituée d'un filtre en matière poreuse usinable sur la face intérieure de la cornière, et d'une grille de répartition sur la face extérieure.

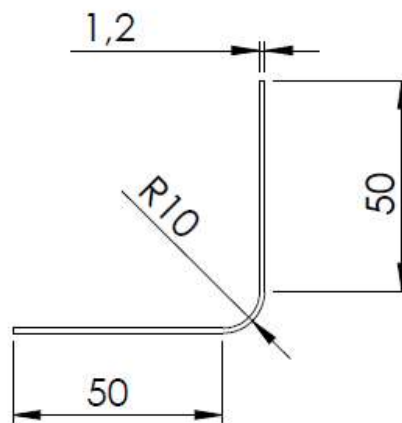


Figure 6.3 : Définition finale « B » de la cornière. La profondeur est de 50 mm.

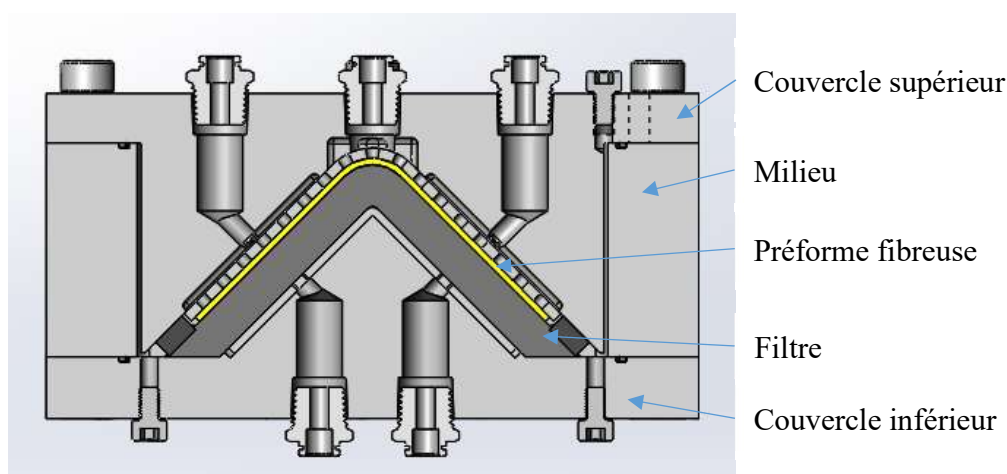


Figure 6.4 : Vue en coupe du moule cornière. Les fibres sont en jaune

Dans une optique de maîtrise des coûts, les pièces usinées et les grilles sont faites en aluminium. En effet, les préformes sont découpées dans un seul bloc de fibre, ce qui limite le nombre d'essais. À l'époque de la conception, le bloc n'avait pas été reçu et cinq essais étaient prévus. Suite au retour d'expérience avec la cale en aluminium dans le précédent moule, il a été estimé que

l'aluminium résiste suffisamment à la corrosion pour les essais de validation et une campagne d'essais courte. La nuance choisie est le 6061, qui est un alliage d'aluminium, de magnésium (1,0%) et de silicium (0,6%). Le 6061 est facilement usinable et présente une bonne résistance à la corrosion. C'est également une nuance très commune et relativement peu chère, ce qui facilite l'approvisionnement à bon prix.

L'étanchéité entre l'intérieur et l'extérieur de la chambre est assurée par un joint en EPDM. Ce joint n'est pas suffisant pour pouvoir assurer l'étanchéité des zones à la fois internes aux moules et à l'extérieur de la chambre des fibres. Il y a donc un deuxième niveau d'étanchéité assuré par deux joints toriques. Les dimensions des gorges et leur définition a été faite avec la même méthodologie que pour le moule d'injection longitudinale (cf. partie 5.4.3). Pour permettre l'évacuation de filtrat avant le séchage, trois ouvertures sont disposées sur les couvercles : deux pour laisser passer le filtrat et une pour faire un appel d'air. Lorsque le moule doit être mis sous pression ou sous vide, celles-ci sont bouchées par des vis McMaster-Carr 90042A265. Celles-ci comprennent un joint torique intégré en buna-N, qui apparaît comme ayant des caractéristiques plutôt bonnes pour cette application selon le Tableau 5-1. Ce joint permet de garantir l'étanchéité jusqu'à $1,03 \times 10^6$ Pa (1500 PSI étant la valeur constructeur, soit plus de 100 bar), ce qui est amplement suffisant au regard des pressions utilisées qui restent inférieures à 6890 hPa (100 PSI, 6,9 bar).

Les couvercles inférieurs s'accouplent chacun sur une pièce centrale nommée milieu. Il aurait été possible de fusionner le milieu et le couvercle extérieur en une seule pièce. Ceci aurait permis d'avoir un meilleur contrôle sur le taux de fibre en éliminant une tolérance, en revanche ceci aurait pu poser un problème pour le démoulage. Avoir trois pièces majeures permet d'accéder à tous les côtés de la pièce lors de cette opération.

Au niveau de la connectique, l'expérience des connecteurs Swagelok avec le moule injection longitudinale a été jugé insatisfaisante. En effet, si les raccords VCO sont tout à fait satisfaisants, les raccords tubes utilisés pour se connecter à Darcy II se sont révélés fragiles et la disponibilité des pièces pouvait poser problème. Il a donc été décidé de passer à des raccords de type Quick Connect McMaster-Carr 7880T125. Un adaptateur spécial tube Swagelok-NPT femelle a été fabriqué, dans lequel a été inséré un autre raccord Quick Connect. Ces raccords permettent d'utiliser une durite en plastique rigide de diamètre extérieur $\frac{1}{4}$ po. Celles-ci ont comme avantage

d'être transparentes, ce qui facilite la détection de bulles. De plus, elles peuvent être coupées rapidement à longueur désirée avec un couteau aiguisé, ce qui, combiné à la disponibilité de raccords en T (Figure 6.6) et en croix (Figure 6.7), confère à ce système une bien plus grande flexibilité que les durites tressées métalliques Swagelok.



Figure 6.5 : Adaptateur NPT-durite 1/4 po McMaster-Carr 7880T125.



Figure 6.6 : Raccord en T McMaster-Carr 5779K34.



Figure 6.7 : Raccord en croix McMaster-Carr 5779K786.

Comme pour le moule précédent, il est nécessaire de pouvoir effectuer des essais dans plusieurs configurations différentes. La façon dont ceci est accompli dans ce moule est d'avoir un grand nombre de chemins possibles pour la barbotine et le filtrat, et en interdisant certains. La Figure 6.8 montre la totalité des chemins disponibles.

Suite à des essais de simulation et des discussions avec Safran, il a été décidé de séparer les faces d'injection et de filtration en trois zones chacune : une pour la partie arrondie et une pour chacune des parties plates.

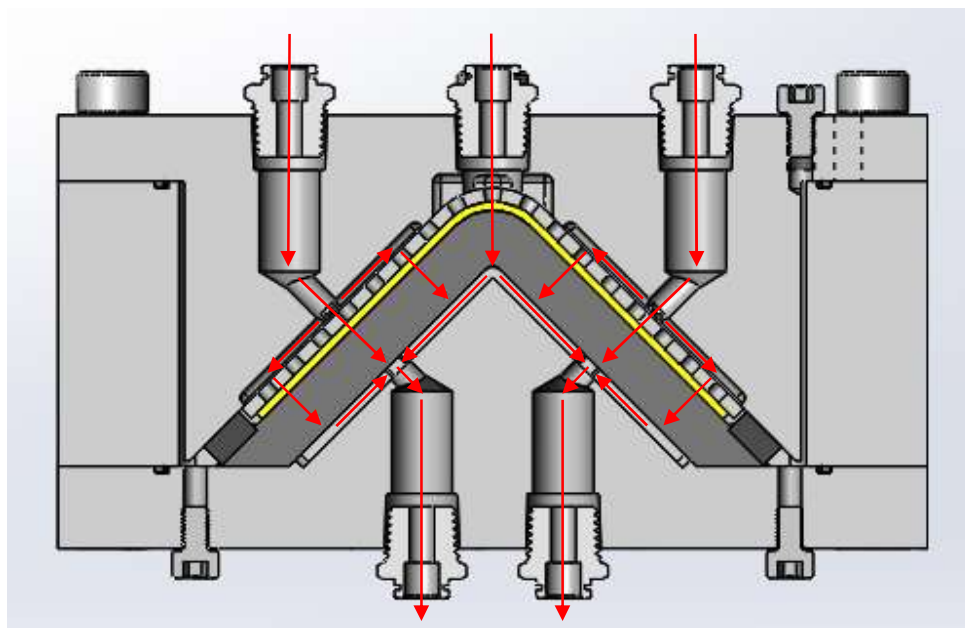


Figure 6.8 : Chemins possibles sur le moule cornière. Ceci correspond à la configuration nommée 123 123 plus bas.

La Figure 6.9 montre les configurations retenues pour le plan d'essais. La nomenclature adoptée est basée sur les zones utilisées lors de l'essai. Le nom du type d'essai est constitué de deux triplets de chiffres, un pour l'injection et un pour la filtration. Si une zone est utilisée, son numéro est présent dans le triplet. Sinon, un zéro prend sa place. Par exemple, sur la configuration 103 123 l'injection se déroule sur les deux parties plates de l'extérieur des fibres et la filtration sur toute la surface intérieure. Les configurations retenues sont :

- 123 123 : Injection sur toute les surfaces extérieures, filtration sur toute la surface intérieure. Configuration retenue comme étant une version de base de la cornière.
- 103 123 : Injection sur les deux surfaces plates extérieures, filtration sur toute la surface intérieure. Configuration retenue pour confronter le modèle à la réalité pour la forme du front de construction dans le coin.
- 123 023 : Injection sur toute les surfaces extérieures, filtration sur une des surfaces plates intérieure et la partie intérieure arrondie. Configuration retenue car présentant des

similarités avec des configurations similaires à des situations trouvées lors du travail préliminaire avec la première définition de la pièce.

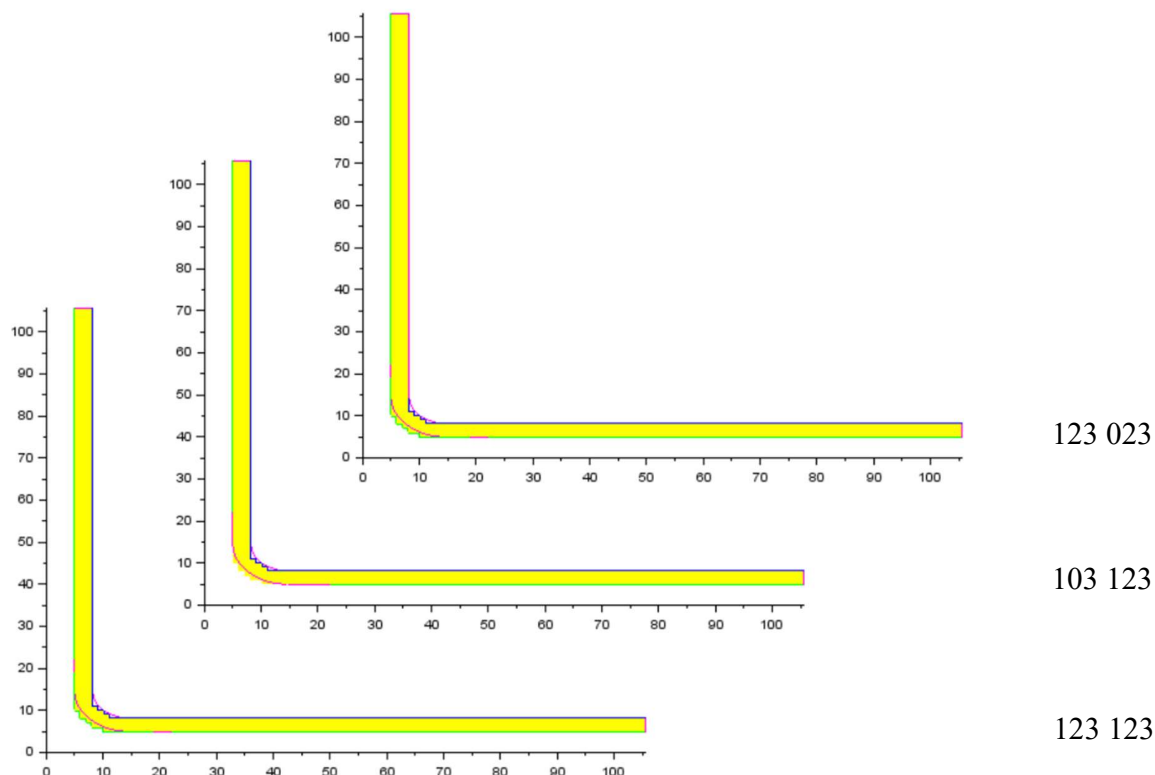


Figure 6.9 : Vues en coupes sur le modèle Multi-1D des configurations utilisées sur le plan d'essais final. Vert : injection, bleu : filtration, rouge : surfaces non utilisées.

La configuration 100 023 avait aussi été proposée, mais devant le nombre faible de préformes disponibles et du fait que cette configuration présentait un intérêt moindre que les autres, il a été décidé de favoriser les essais dans les trois configurations finales.

Pour permettre de changer facilement d'une configuration d'injection à une autre, il suffit de changer la grille de répartition et de boucher les connecteurs non utilisés. Pour choisir les zones de filtration, il suffit de bloquer les zones non désirées en appliquant du ruban adhésif sur le bloc filtre. Un ruban adhésif dont la colle résiste au contact de l'eau acidifiée de la barbotine a été identifié avant de procéder à la fabrication.

6.3.1 Mise en route

Grâce à l'expérience acquise lors de la mise en route du moule pour injections longitudinales, la mise en route du moule cornière s'est déroulée sans accroc. Il n'a pas été nécessaire de procéder à des ajustements pour obtenir l'étanchéité.

Il a été nécessaire de s'assurer avant de commencer les essais du plan d'essais que toutes les étapes de la procédure de fabrication peuvent se dérouler sans accroc. Les étapes pouvant potentiellement poser des difficultés sont, en ordre dans la procédure :

- Le déliantage : si les configurations 103 123 et 123 123 ne sont pas pressenties pour poser problème, la configuration 123 023 présente une grande distance entre une partie des fibres et les points d'évacuation de filtrat.
- L'injection de la barbotine : il est nécessaire de déterminer un certain nombre de paramètres de fabrication afin de s'assurer que la fabrication se déroule sans accroc et dans des conditions comparables aux gammes industrielles de Safran. Les paramètres les plus importants parmi ceux-ci sont :
 - La quantité de barbotine à préparer ;
 - La durée d'injection pour avoir 100% de remplissage ;
 - Le débit de montée en pression, suffisamment élevé pour ne pas engendrer une grande variabilité comme au début des essais avec le moule d'études d'injections longitudinales mais suffisamment faible pour que la montée en pression dure plus d'une minute. De plus, pour éviter des phénomènes de rétention non contrôlée dans le textile, il ne faut pas dépasser une certaine vitesse à travers les fibres. Cette vitesse s'exprime en mm/s ; la valeur exacte dépend du type de renfort fibreux et est propriétaire.
- Le séchage : le temps de séchage sera à priori différent de celui pour le moule d'études longitudinales, du fait notamment de la différence de matériau du filtre.
- Le démoulage : le fait que la pièce comporte des parties longues et la forme plus complexe peuvent gêner le démoulage. De plus, pour le moule pour études d'injections longitudinales, le filtre était peu cher et simple à découper aux bonnes dimensions. Il pouvait donc être

considéré comme sacrificiel. Le filtre en matériau poreux usinable, au contraire, est une pièce unique usinée avec précision. Il est donc impératif que la procédure de démoulage ne l'endommage pas.

Une campagne d'essais préliminaires a donc été menée afin de lever les verrous potentiels.

Afin de réserver les cornières au plan d'essais, les essais préliminaires ont été menés avec des chutes de fibres disponibles. Des essais de fabrication ont été menés avec des préformes découpées dans des chutes de tissu 2D. Une des pièces ainsi créées est montrée sur la Figure 6.10. Ces préformes sont constituées de plusieurs plis de façon à s'approcher de la fraction en fibre visée pour les vrais essais. Le tissu de ces fibres utilise un liant différent des vraies pièces, qui n'est pas soluble à l'eau et doit être pyrolysé à haute température avant injection. Les essais de déliantage, quant à eux, ont été réalisés avec des chutes de préformes 2D maintenues ensemble par le même liant que les cornières. Une procédure de déliantage, utilisée par Safran et se basant sur une alternance de passage d'eau et d'air, a dû être adaptée pour produire des résultats satisfaisants.

Plus tard, ces mêmes plis avec ce même liant seront utilisés pour refaire des tests de fabrication suite aux difficultés de démoulage rencontrées dans le premier essai du plan d'essais. Une pièce résultant d'un de ces essais est présentée en Figure 6.11.



Figure 6.10 : Pièce résultant d'un essai préliminaire avec préforme 2D, démoulée. Les bavures sur le côté sont dues au fait que de grands espaces sont nécessaires sur le pourtour afin de compenser le glissement des plis lors du transfert après déliantage.



Figure 6.11 : Pièce résultant d'un essai de fabrication avec une préforme UD découpée dans une chute avec le même liant que les cornières.

La procédure de séchage nécessaire a aussi été déterminée lors des essais préliminaires. Premièrement, les vis d'étanchéité situées sur les couvercles sont retirées, ce qui permet l'évacuation de tout filtrat qui a pu s'accumuler dans des interstices entre les pièces. Puis, elles sont remises en place et les connecteurs du côté de l'évacuation sont connectés au vide. Le moule est ensuite laissé 36 h connecté au vide et à température ambiante.

La procédure de frittage est gardée telle quelle, identique à celle décrite en 4.3.2.

6.4 Résultats

6.4.1 Plan d'essais

A l'origine, il était prévu d'effectuer cinq essais. Une découpe minutieuse des préformes a permis de faire en sorte d'obtenir une sixième préforme et donc de procéder à un sixième essai.

Le plan d'essais prévisionnel était de faire un essai dans chaque configuration, suivi d'une discussion sur les résultats, avant de décider des trois derniers essais à la lumière des premiers résultats. Il serait possible, par exemple, de doubler chaque configuration, mais aussi se concentrer sur un type d'échantillon qui présente des résultats intéressants, ou d'effectuer des essais interrompus.

Le plan tel que réalisé est disponible sur le Tableau 6-1. On distingue dans le plan des essais à 100% ou l'on cherche à injecter assez de barbotine pour procéder au remplissage de l'épaisseur nominale de la pièce, des essais 100% longue durée où on va dépasser le point de remplissage à 100% dans le but d'obtenir une plus grande construction dans les zones devant les filtres bouchés.

Tableau 6-1 : Plan d'essais pour les essais cornière.

Configuration	Débit de montée en pression (ml/min)	Nom	Objectif de remplissage	Observations
123 123	20	PExMC-123123-1	100%	Destruction au démoulage
		PExMC-123123-2	100%	
123 023	11,3	PExMC-123023-1	100%	Injection sur 45 minutes
		PExMC-123023-2	100%	Injection sur 48 minutes
		PExMC-123023-3	100% longue durée	Injection sur 28 h
103 123	0,183	PExMC-103123-1	100%	

6.4.2 Méthodologie d'analyse en microtomographie

Les échantillons ont été analysés en microtomographie. Pour réduire les tailles de l'échantillon afin de permettre une meilleure résolution, ceux-ci ont été découpés à l'aide d'une scie à céramiques.

La zone d'intérêt (au niveau du coin arrondi) peut ensuite être analysée avec une résolution allant jusqu'à 22 μm . La Figure 6.12 montre un échantillon découpé en place dans le microtomographe. L'échantillon est maintenu en place par un cure-dent collé à l'aide de colle forte et qui s'insère dans un support dédié. Les données récoltées ont été traitées pour produire des images de coupe à travers toute l'épaisseur de l'échantillon. En connaissant l'espacement entre chacune de ces coupes, il est possible de déduire la hauteur en mm de chaque image. La Figure 6.13 montre la convention utilisée pour décrire la hauteur dans les résultats.

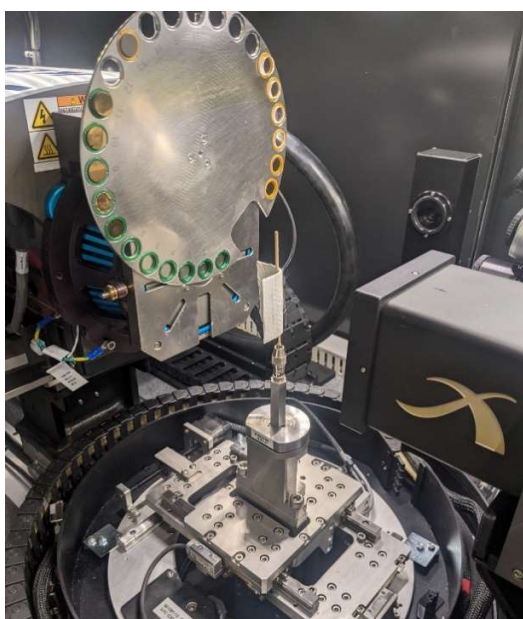


Figure 6.12 : échantillon 123 023-3 en place dans le microtomographe.

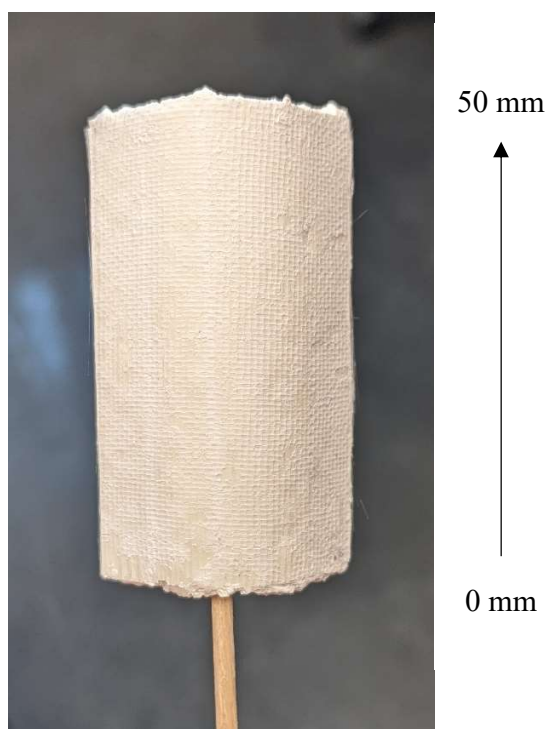


Figure 6.13 : Détail de l'échantillon 123 123-2 monté sur un cure-dent. La flèche décrit la convention utilisée pour le positionnement des images.

6.4.3 Essais et analyses

6.4.3.1 Essai 123 123-1

Le premier essai est une cornière totale, en configuration 123 123. L'essai a permis de valider que l'aspect extérieur de la pièce est conforme à celui attendu. En revanche, le démoulage s'est révélé

impossible à effectuer sans endommager la pièce au-delà d'un stade où une analyse est possible. La Figure 6.14 montre la pièce avant qu'elle ne soit détruite. L'aspect extérieur est considéré comme encourageant.

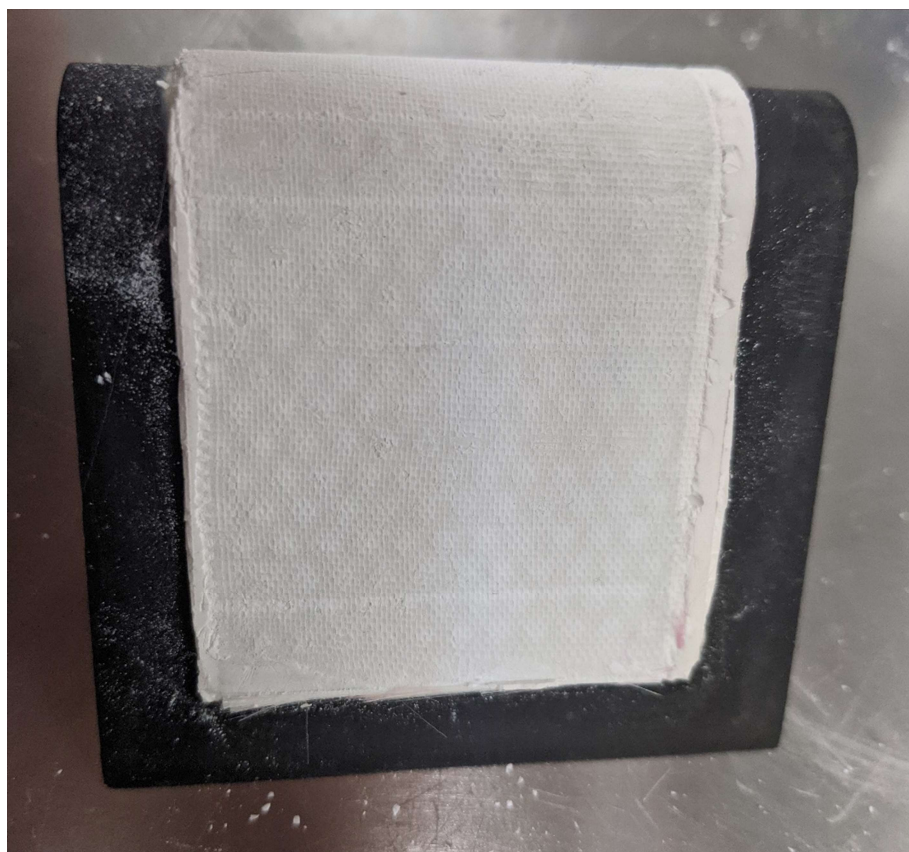


Figure 6.14 : Photo de l'échantillon PExMC-123123-1 avant démoulage.

Il a été identifié comme cause de cette destruction une plus grande fragilité des préformes des pièces réelles par rapport aux préformes utilisées pour les essais préliminaires. Ceci est dû au fait que les préformes des essais préliminaires étaient faites d'un empilement de plis 2D, plus résistants que les plis UD dans le cas d'efforts n'étant pas dans la direction des fibres. Une nouvelle procédure de séchage a été imaginée et testée sur des préformes faites de chutes UD. Combinée à une nouvelle disposition du tissu d'arrachage, cette procédure a permis la reprise des vrais essais et de les démouler tous sans rencontrer de difficultés.

6.4.3.2 Essai 123 123-2

Le deuxième essai en configuration 123 123 a permis de valider les essais prévus sur 123 123-1.

Comparé aux essais en configuration 123 023 présentés plus bas, on constate un bon niveau de remplissage dans toute la pièce.



Figure 6.15 : pièce 123 123-2 après démoulage. Le trait orange représente la section examinée sur la Figure 6.16.



Figure 6.16 : Vue en microtomographie au milieu de l'échantillon 123 123-2.

6.4.3.3 Essai 103 123-1

La deuxième configuration testée est 103 123. L'objectif de ce test est de vérifier l'adéquation entre modèle et réalité de cette configuration, en particulier pour la partie arrondie. En effet, le modèle Multi-1D prévoit qu'il y ait une zone mal construite au niveau du coin. De l'avis général de l'équipe de recherche, il s'agit d'un artefact de la simulation. L'idée derrière cette configuration est de vérifier cette hypothèse.

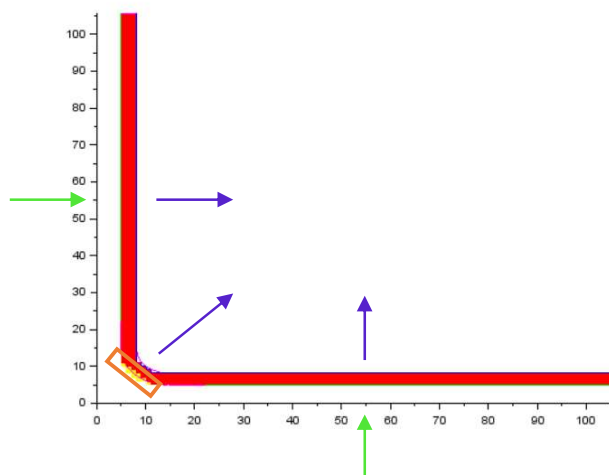


Figure 6.17 : Résultat de la simulation de la configuration 103 123 sur le modèle Multi-1D. Les zones construites en fin d'injection sont en rouge, les zones de fibres dans laquelle le gâteau n'est pas construit sont en jaune. Les flèches vertes indiquent le sens d'injection et les bleues le sens de filtration.

Comme on le voit sur la Figure 6.18, la partie arrondie est bien remplie. On constate la présence de petites fissures sur cette partie. Il s'agit probablement d'une mauvaise manipulation lors du démoulage. Le bon remplissage observé est cohérent avec les résultats du moule d'études des injections longitudinales en configuration XY. En effet celui-ci avait permis de conclure que avec une barbotine B18, on pouvait construire un gâteau dans des zones étant distante de 40 mm de l'injection. Or, la partie la moins éloignée de l'arrondi ne se trouve qu'à environ 7 mm du point d'injection le plus proche. On peut donc conclure que le fait que la préforme soit arrondie ne semble pas avoir impacté négativement la construction du gâteau à un point où l'effet serait observable sur 7 mm ou moins.

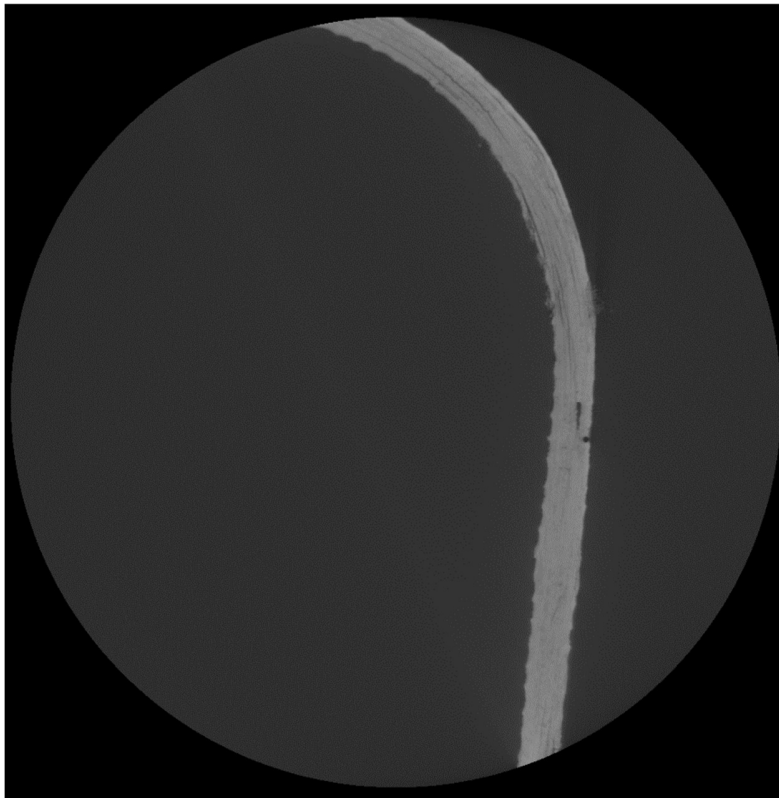


Figure 6.18 : Image du milieu de l'échantillon 103 123-1 en microtomographie. Le filtre se trouve sur le côté intérieur, et donc ici (et sur toutes les figures similaires par la suite) à gauche.

6.4.3.4 Essai 123 023-1

Cet essai s'est déroulé sur 45 minutes. L'aspect extérieur de la pièce est conforme aux prédictions du modèle Multi-1D. Sur la Figure 6.19, on peut voir le bord du front de construction relativement droit. C'est ce à quoi on pourrait s'attendre en extrapolant la vue en coupe sur la Figure 6.20.



Figure 6.19 : Vue du côté intérieur de la pièce tirée de l'essai 123 023-1. On distingue bien le front de construction entre le bas bien construit et le haut non construit. Les flèches bleues marquent le niveau du front.

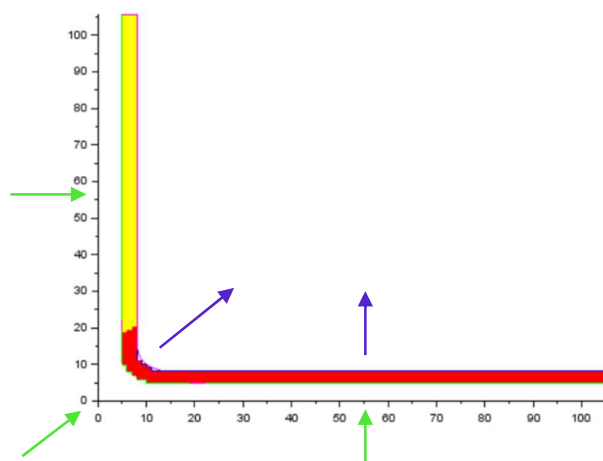


Figure 6.20 : Résultat de simulation de la configuration 123 023 sur le modèle Multi-1D. La zone construite en fin d'injection est en rouge, la zone de fibres dans laquelle le gâteau n'est pas construit est en jaune. Les flèches vertes indiquent le sens d'injection et les bleues le sens de filtration.

En microtomographie (Figure 6.21) on distingue clairement trois types de zones :

- Des zones bien construites ;
- Des zones partiellement construites, présentant plus de gâteau que les zones non construites mais avec des fissures nombreuses ;
- Des zones non construites.

On remarque que les fronts séparant chacune de ces zones présentent une forme irrégulière. Le passage entre les zones bien construites et les zones partiellement construites, en particulier, présente sur la plupart de la longueur observée une forme en U ou en V. Ceci est notable du fait que le modèle Multi-1D prévoit une forme du front plus poché d'un arc de cercle, avec une plus grande longueur de construction côté filtre.

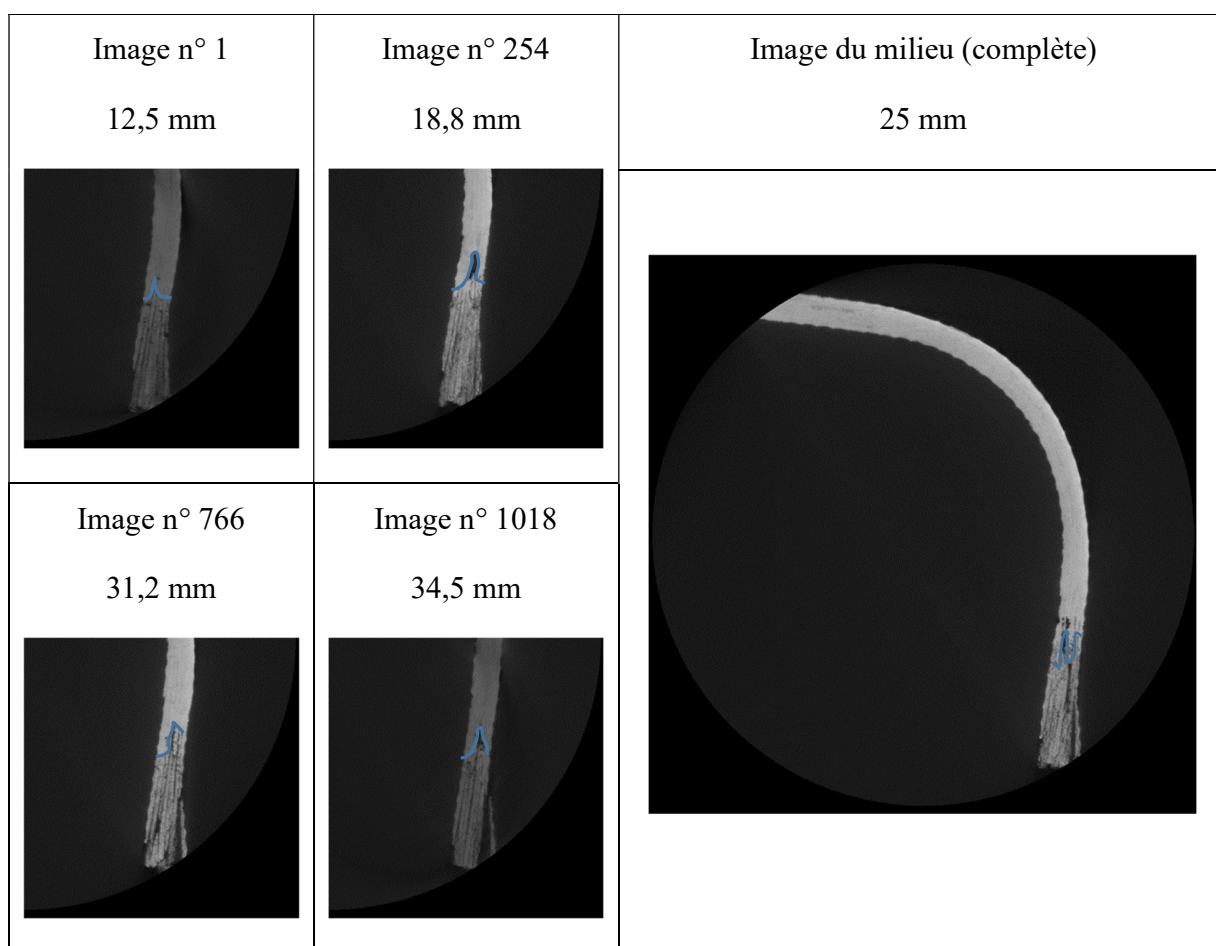


Figure 6.21 : Vues en coupe en microtomographie de l'échantillon 123 023-1. Le front de construction est surligné en bleu. La cote en hauteur est donnée selon la convention décrite en Figure 6.13.

Il faut toutefois préciser ici que le modèle multi 1D ne prend pas en compte l'organisation interne des fibres, ce qui peut introduire des écarts avec la réalité.

6.4.3.5 Essai 123 023-2

Cet essai s'est déroulé sur 48 minutes.

Le front de construction, présenté sur la Figure 6.22, bien que complexe comme sur l'essai 123 023-1, présente une forme différente. Sur 123 023-1, le front est en forme de U, tandis que sur 123 023-2, un des côtés est plus construit que l'autre. D'une façon contre-intuitive, il s'agit du côté extérieur, celui à l'opposé du filtre. La partie bien construite est d'environ 4 mm de long sur le côté intérieur à partir de l'endroit où le filtre est bloqué. Côté extérieur, la longueur atteint environ 7 mm.

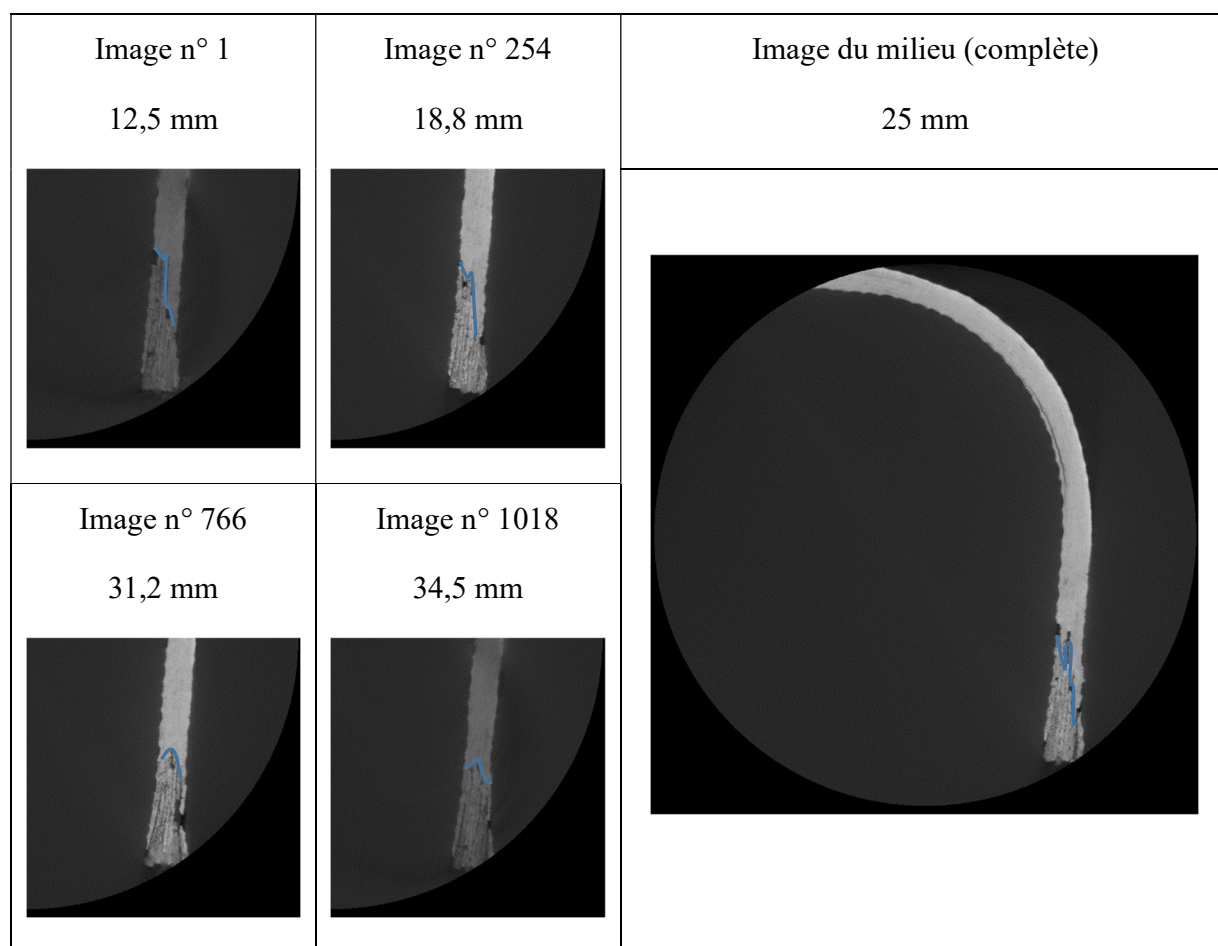


Figure 6.22 : Vues en coupe en microtomographie de l'essai 123 023-2. Le front de construction est surligné en bleu. La cote en hauteur est donnée selon la convention décrite en Figure 6.13.

6.4.3.6 Essai 123 023-3

Suite aux résultats des précédents essai en configuration 123 023, l'objectif de celui-ci est de faire un essai longue durée. L'injection a donc été lancée sur 28 h.

De l'extérieur, on peut constater que le front de construction est construit plus loin que pour les essais précédents dans la même configuration (cf. Figure 6.23). La frontière avec l'extérieur est à environ 4,5 mm du début du bouchage sur 123 023-2 et à environ 9,5 mm sur 123 023-3.



Figure 6.23 : Comparaison entre 123 023-3 (gauche) et 123 023-2 (droite, après découpe).

Le front de construction est souligné en bleu. Il est plus avancé dans 123 023-3.

En microtomographie, on observe que le front de construction est d'une forme similaire à celui de l'essai 123 123-2, mais étendu sur une longueur plus grande. On constate également que la partie bien construite est plus longue, 9,5 mm du côté filtre et environ 15 mm côté opposé au filtre (cf. Figure 6.24).

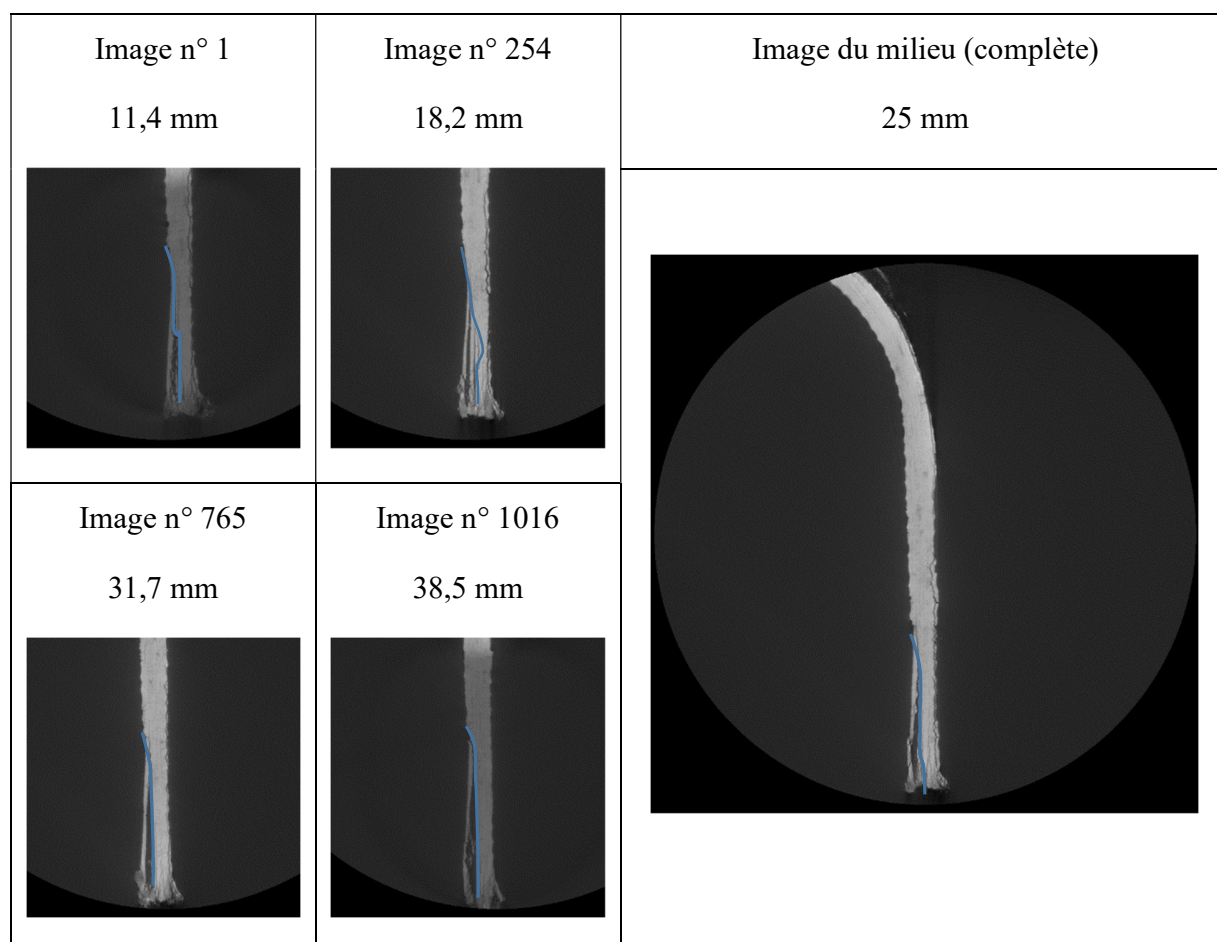


Figure 6.24 : Vues en coupe en microtomographie de l'essai 123 023-3. Le front de construction est surligné en bleu. La cote en hauteur est donnée selon la convention décrite en Figure 6.13.

6.5 Conclusion

D'une manière générale, il existe un accord plutôt bon entre le modèle Multi-1D et la réalité. De plus, il a pu être déterminé que des formes analogues aux configurations 103 123 et 123 123 sont fabriquables. Pour 103 123, le rayon de courbure était d'environ 10 mm, il serait intéressant de mener des essais avec un rayon de courbure plus grand. Pour ce qui est de la configuration 123 023, les essais ont permis de mettre en évidence des longueurs de construction pouvant dépasser les 15 mm au plus long, mais où la zone construite partout dans les fibres ne s'étend que jusqu'à 10 mm. En conséquence, on peut conclure que lors de la conception de moules analogues à une

cornière, il tient d'éviter au maximum les situations similaires à la configuration 123 023 sur plus que quelques mm.

Les expériences ont mis en lumière des écarts entre le modèle Multi-1D et la réalité en ce qui concerne la forme du front. Comme pour les échantillons XX et XY, une partie des écarts est probablement liée à l'organisation des torons dans la préforme, que le modèle Multi-1D n'est pas en mesure de modéliser. En effet, la prise en compte de l'influence de la préforme dépasse la portée de ce modèle.

Enfin, on remarque que les résultats obtenus semblent dans la continuité de ceux obtenus en XX et XY. Notamment, le fait que la partie arrondie de l'essai en configuration 103 123 soit bien rempli est cohérent avec les résultats en XY. Le peu de construction dans la zone en face du filtre bouché en configuration 123 023 est cohérent avec les essais XX. On remarque que les épaisseurs de construction des essais 123 023-1 et 123 023-2, pour lesquels l'injection a duré respectivement 45 et 48 minutes, sont environ égales à celle des essais XX s'étant déroulé sur 2 h. Cette différence peut être expliquée par le fait que la vitesse de construction du gâteau lors d'une filtration à pression constante soit en $O(\sqrt{t})$ comme décrit en 2.4.1.2, mais aussi du fait que l'alimentation en barbotine est plus aisée de par la présence de la grille.

CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Une étude des phénomènes de construction du cru constituant la matrice granulaire lors de la fabrication de pièces CMC Oxyde/Oxyde par infiltration de barbotines a été réalisée. A cette fin, il a été réalisé des essais dans deux types de formes de renfort, et dans plusieurs configurations d'injection et/ou de filtration pour chaque forme. Le premier type avait pour but d'étudier l'influence d'écoulements complexes dans une forme simple, tandis que le deuxième avait pour but d'étudier l'influence d'une forme présentant une complexité (ici un arrondi) sur l'écoulement des barbotines.

Pour chacun de ces types, il a été nécessaire de concevoir à partir de zéro un moule destiné aux essais, en prenant en compte un grand nombre de contraintes telles que le contrôle dimensionnel, l'étanchéité, la flexibilité des configurations d'injection et de filtration, et le démoulage des pièces séchées malgré leur fragilité ; le tout bien sûr en s'assurant une maîtrise des coûts. Il a également été nécessaire d'adapter les procédures existantes de fabrication, ainsi que de valider le bon déroulement de chaque étape de ces procédures. Ceci a été fait notamment grâce à des essais préliminaires en utilisant des préformes fabriquées à partir de chutes provenant de parties terminées de la collaboration avec Safran. Cette campagne d'essais préliminaires a permis de réduire les coûts et le risques en maximisant le nombre d'essais admissibles au plan d'essais pour le moule cornière. Les essais longitudinaux XX et XY, quand à eux ont été intégralement réalisés à partir de chutes, que ce soit les préliminaires ou ceux des plans d'essais.

Les résultats des analyses des essais ont été comparées aux profils de remplissage produits par modèle Multi-1D. Les échantillons ont été observés en microtomographie avec une résolution allant de 22 à 44 μm selon la taille de l'échantillon, puis les hauteurs de construction ont pu être quantifiées en analysant les vues en coupe des échantillons. Les comparaisons ont d'une manière générale montré un accord plutôt bon entre modèle et réalité. Les courbes de filtration ont été analysées, et se sont révélées être un allié précieux pour la réalisation d'essais interrompus. En revanche, l'impossibilité d'identifier avec précision l'instant du début de construction de la matrice granulaire empêche une étude plus poussée de ces courbes.

Des résultats, il a été possible d'établir des règles de conception simples pour guider la conception de moules dans un contexte industriel. Sur essais en configuration longitudinale XX, les essais ont mis en évidence une construction sur une longueur variant entre 5,6 et 13,3 mm suivant la barbotine utilisée (B18 ou B33) la durée d'injection (2 ou 4 h) et l'endroit de la mesure (le plus éloigné ou le plus proche du filtre). Ainsi, on peut établir qu'une bonne pratique pour la conception de moules est de réduire pour les écoulements similaires à XX dans des préformes similaires à celles utilisées ; et lorsqu'ils sont inévitables, il faut tenter de les maintenir sous les 7 mm. De même pour XY, on a pu démontrer que l'intégralité du moule pouvait être rempli lors d'une injection, ce qui permet de s'autoriser 40 mm pour ce type d'écoulements lors de la conception de moules. En ce qui concerne l'étude des pièces présentant un arrondi avec la cornière, on peut conclure que la présence de l'arrondi exerce une influence mineure. Les parties arrondies peuvent présenter un bon remplissage. Lorsqu'un arrondi est voisin d'une zone non filtrante, on peut continuer à appliquer les bonnes pratiques de conception déterminées à l'aide des injections longitudinales en configuration XX.

Une des limitations est le nombre somme toute plutôt faible des essais réalisés dans le cadre du plan d'essais. Bien qu'un grand nombre d'échantillons aient été fabriqués, une majorité d'entre eux l'ont été dans le cadre d'essais préliminaires destinés à valider le bon fonctionnement des moules ou à affiner la procédure de fabrication.

Le modèle Multi-1D présente un certain nombre de limitations. Une de celles-ci, qui a souvent été évoquée dans le mémoire, est le fait que l'influence de l'architecture des torons de fibres n'est pas prise en compte par le modèle. Comme cela a été mis en évidence, en particulier sur les essais en injection longitudinale XY, ces effets restent décelables via la forme du front qui tend à épouser le relief des torons. Cet effet pourrait aussi être à l'origine de la forme de front en ménisque, ou le front tend à être légèrement plus haut sur les bords des échantillons qu'au centre. Cette différence en hauteur reste faible, de l'ordre de quelques dizaines de microns, et présente une forme irrégulière. Elle pourrait aussi avoir comme origine des effets de bord créés par le léger écart entre la préforme de fibre et les parois du moule, effets de bords qui ne sont pas pris en compte par le modèle. De plus, le modèle dans son état actuel ne produit que des résultats en 2D. Il pourrait être bénéfique, dans le cadre de futures études, d'essayer d'intégrer l'organisation des fibres dans la modélisation des résistances en Multi-1D, ainsi que d'étendre le modèle pour permettre la modélisation de pièces complexes en 3D.

Pour affiner l'étude des écoulements en configuration XY, il serait pertinent de réaliser un moule ou la préforme de fibre est un cercle alimenté sur tout son pourtour et avec un filtre sur une des surfaces planes. Ceci aurait deux avantages : premièrement, il y aurait une élimination de la majorité des effets de bord rencontrés sur les échantillons produits en configuration XY. Deuxièmement, si le front de construction présente tout de même un ménisque, le décalage entre la forme du front et un ménisque parfait pourra donner des renseignements sur l'influence de la disposition des torons de fibres. Par exemple, si tous les plis sont des plis UD orientés à 0° (ou, pour plus de résistance au démoulage, une succession de plis à $+5^\circ$ et -5°), il se peut qu'on constate un allongement de la forme du ménisque selon une des directions. Il est envisageable d'adapter le modèle Multi-1D pour une telle symétrie radiale en s'inspirant des travaux menés pour l'étude des écoulements lors de la fabrication de composites par procédé RTM. La Figure 7.1 présente le dispositif décrit.

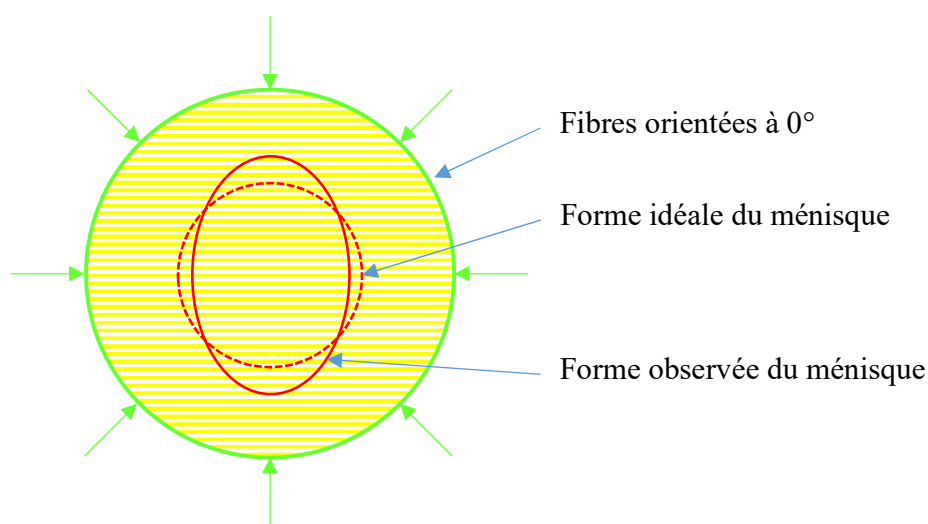


Figure 7.1 : Axe de recherche proposé pour la poursuite des études des écoulements XY. La configuration est montrée en vue du dessus. L'alimentation se fait par le pourtour et la filtration par le dessous.

RÉFÉRENCES

- [1] OACI, «Facts and Figures - World Aviation and the World Economy,» [En ligne]. Available: https://www.icao.int/sustainability/Pages/Facts-Figures_WorldEconomyData.aspx. [Accès le 04 07 2020].
- [2] IATA, «Passenger Forecast - Global Report - 2021-01,» 2021.
- [3] Clean Sky 2, *Clean Sky 2 Joint Undertaking - DEVELOPMENT PLAN*, 2017.
- [4] IATA, «Fuel Fact Sheet,» Décembre 2019. [En ligne]. Available: <https://www.iata.org/contentassets/e946531e45da4a1a928f01a908a4a3aa/fact-sheet-fuel.pdf>. [Accès le 05 Juillet 2020].
- [5] R. Elhajjar, V. La Saponara et A. e. Muliana, *Smart Composites: Mechanics and Design (Composite Materials)*, CRC Press, 2017.
- [6] P. Del Puglia et G. Zonfrillo, «FEM study and optimisation of a CMC outer liner,» *Composite Structures*, vol. 65, pp. 81-94, 2004.
- [7] CNRTL, «CÉRAMIQUE : Définition de CÉRAMIQUE,» 2012. [En ligne]. Available: <https://www.cnrtl.fr/lexicographie/c%C3%A9ramique>. [Accès le 04 Juillet 2020].
- [8] P. Lefort, «Céramiques,» *Techniques de l'Ingénieur*, 10 Juin 2018.
- [9] Syndicat des Industriels des Céramiques Techniques, «Densité,» [En ligne]. Available: <https://ceramique-technique.com/proprietes/densite>. [Accès le 28 Juillet 2022].
- [10] C. Ben Ramade, *Etude et modélisation du comportement mécanique de CMC oxyde/oxyde*, Thèse, Université de Bordeaux, 2014.

- [11] K. A. Keller, G. Jefferson et R. J. Keran, *Oxide-Oxide composites*, Wright-Patterson AFB, OH, 2005.
- [12] G. Nehls, «GE Aviation reaches advanced manufacturing milestone for CMC and AM jet engine components,» 13 Août 2021. [En ligne]. Available: <https://www.compositesworld.com/news/ge-aviation-reaches-advanced-manufacturing-milestone-for-cmc-and-am-jet-engine-components>.
- [13] W. Krenkel, «Twenty years of experience with carbon/ceramic brakes: Status and perspectives,» chez *Advanced Ceramic Matrix Composites: Science and Technology of Materials, Design, Applications, Performance and Integration*, 2017.
- [14] T. Oku, *Carbon/Carbon Composites and Their Properties*, Elsevier Science, 2003.
- [15] Department of Defense, *Composite materials handbook*, vol. 5, 2002.
- [16] H. Darcy, *Les fontaines publiques de la ville de Dijon*, V. Dalmont, Éd., Paris, 1856.
- [17] D. Leclerc, «Filtration sur support - Aspects théoriques,» *Techniques de l'Ingénieur*, 10 Décembre 1997.
- [18] D. Sperry, «The principles of filtration,» *Metallurgical and Chemical Engineering*, vol. 15, n° 14, pp. 198-203, 1916.
- [19] A. D. Scola, *Étude du procédé d'injection flexible pour le moulage par voie liquide de composites à matrice céramique Oxyde/Oxyde*, Thèse, Polytechnique Montréal, 2018.
- [20] K. V. Dugois, *Simulation à l'échelle microscopique et analyse macroscopique de l'imprégnation d'un matériau composite par un fluide chargé en particules*, Thèse, Université de Bordeaux, 2017.
- [21] H. Theliander et Fathi-Najaf, «Simulation of the build-up of a filter cake,» *Filtration & Separation*, vol. 33, n° 15, pp. 417-421, Mai 1996.

- [22] A. Scola, M. Podgorski, N. Eberling-Fux, S. Turenne et E. Ruiz, «Novel device for in situ process characterization of oxide/oxide ceramic matrix composites fabricated by flexible injection,» *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 102, n° 15, pp. 2337-2352, Octobre 2018.
- [23] E. Baché, C. Dupleix-Courdec, E. Arquis et I. Berdoyes, «Impregnation of Composite Materials: a Numerical Study,» *Applied Composite Materials*, n° 125, pp. 1287-1305, 2018.
- [24] A. Ortona, B. Donato, G. Filacchioni, U. De Anbgelis, A. La Barbera, C. A. Nanneti, B. Riccardi et J. Yeatman, «SiC–SiCf CMC manufacturing by hybrid CVI–PIP techniques: process optimisation,» *Fusion Engineering and Design*, Vols. 1 sur 251-52, pp. 159-163, 2000.
- [25] P. Delahes, « Chemical vapor deposition and infiltration processes of carbon materials,» *Carbon*, n° 140, p. 641–657, 2002.
- [26] J. Lamon, Chemical vapor infiltrated SiC/SiC composites, Boston, MA: Springer, 2005, pp. 55-76.
- [27] L. Catoire et M. T. Siwarth, «High-Temperature Kinetics of AlCl₃ Decomposition in the Presence of Additives for Chemical Vapor Deposition,» *Journal of The Electrochemical Society*, n° 1149, pp. C261-C267, 2002.
- [28] R. A. Jurf et S. C. Butner, «Advances in oxide-oxide CMC,» *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power-Transactions of the Asme*, pp. 202-205, 2000.
- [29] A. Nazeri, E. Bescher et J. D. Macke, «Ceramic Composites by the Sol-Gel Method: A Review,» chez *A Collection of Papers on Engineering Aspects of Fabrication of Ceramics*, vol. 14, Ceramic Engineering and Science Proceedings, 2008.

- [30] Y. Goyawed, G. Ojard, E. Prevost et U. Santosh, «Defects in ceramic matrix composites and their impact on elastic properties,» *Composites: Part B*, pp. 167-175, 2013.
- [31] P. Del Puglia, M. A. Sheikh et D. R. Hayhurst, «Classification and quantification of initial porosity in a CMC laminate,» *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, pp. 223-230, 2004.
- [32] D. Kern, «Racetrack Grooves: Can O-Rings be used in Non-Circular Groove Patterns?,» Parker, 7 Juin 2017. [En ligne]. Available: <http://blog.parker.com/racetrack-grooves%3A-can-o-rings-be-used-in-non-circular-groove-patterns>. [Accès le 10 Mai 2020].
- [33] Parker, Parker O-Ring Handbook, Cleveland, OH: Parker Hannifin Corporation, 2018.
- [34] Spetech, «What is the impact of flange finish on gasket performance?,» [En ligne]. Available: <https://www.spetech.com.pl/en/publications/what-impact-flange-finish-gasket-performance.html>. [Accès le 24 06 2020].
- [35] Garlock, «What is the correct Flange Surface Finish?,» [En ligne]. Available: <https://www.garlock.com/en/technical-resources/faqs/what-correct-flange-surface-finish>. [Accès le 24 Juin 2020].
- [36] Fluid Sealing Association, «What is the Impact of Flange Finish on Gasket Performance?,» 2011. [En ligne]. Available: <https://www.pumpsandsystems.com/what-impact-flange-finish-gasket-performance>. [Accès le 24 Juin 2020].
- [37] S. Ripperger, W. Gösele, C. Alt et T. Loewe, «Filtration, 1. Fundamentals,» chez *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Wiley, 2013.
- [38] P. D.-I. W. Krenkel, *Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2008.
- [39] Acura, MDX Service manual 07-09, 2007.