

Titre: Étude de la fabrication de géométries élémentaires de pièces de
turboréacteur en composite SiC/SiC par injection/filtration de
barbotine
Title:

Auteur: Arthur Saada
Author:

Date: 2022

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Saada, A. (2022). Étude de la fabrication de géométries élémentaires de pièces
de turboréacteur en composite SiC/SiC par injection/filtration de barbotine
Citation: [Master's thesis, Polytechnique Montréal]. PolyPublie.
<https://publications.polymtl.ca/10501/>

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

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/10501/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:** Sylvain Turenne
Advisors:

Programme: Génie mécanique
Program:

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

**Étude de la fabrication de géométries élémentaires de pièces de turboréacteur
en composite SiC/SiC par injection/filtration de barbotine**

ARTHUR SAADA

Département de génie mécanique

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

Génie mécanique

Août 2022

© Arthur Saada, 2022.

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé :

Étude de la fabrication de géométries élémentaires de pièces de turboréacteur en composite SiC/SiC par injection/filtration de barbotine

présenté par **Arthur SAADA**

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

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

Étienne MARTIN, président

Sylvain TURENNE, membre et directeur de recherche

André GARON, membre

DÉDICACE

*A ma famille, à mes amis pour leurs
supports et leurs oreilles attentives.*

*A ma conjointe Fanny pour les mêmes
choses, et pour avoir causé une rédaction
diurne de ce mémoire.*

Au découvreur du thé, merci.

A Morphée, concilient.

*La Terre est le berceau de l'humanité, mais
on ne passe pas sa vie entière au berceau.*

- C.E Tsiolkovski

La simplicité est la sophistication maximale.

– Da Vinci

*Tout ce que nous avons à décider, c'est quoi
faire du temps qui nous est imparti.*

– J.R.R. Tolkien

*L'aérodynamisme est pour les ratés qui ne
savent pas faire de moteurs.*

– E. Ferrari

REMERCIEMENTS

Je souhaiterais en premier lieu remercier le personnel de l'équipe qui m'a accueilli. D'abord mon directeur de recherche, professeur Sylvain Turenne, qui m'a proposé ce projet. Je le remercie pour son encadrement et son écoute. Je remercie ensuite Alessandro et Gabriel Marcil-St-Onge, pour l'expérience et le savoir-faire qu'ils m'ont transmis et pour les problèmes qu'ils m'ont aidé à résoudre. Je salue également Gabriel Leleu, pour m'avoir écouté rager durant les épisodes de ramages traversés au labo et pour son soutien constant durant la réalisation de ces projets jumeaux. Enfin je remercie Floriane et Kartikeya pour leur travail au sein de l'équipe et leur aide occasionnelle.

Je souhaite également un grand merci aux personnes externes à l'équipe qui m'ont aidé pendant ce projet. En premier lieu à Nicolas, Paul, Rémy et toute l'équipe de Safran Ceramics, qui ont permis ce projet, pour leur suivi et leur deuxième regard sur les problèmes traités. Puis Thierry et l'équipe de Mékanic pour leur enseignement, leur réactivité et leur encadrement professionnel. Finalement je remercie Christian-Charles pour son travail pour le laboratoire et le département ainsi que les administrations de l'École et du département qui ont su se montrer particulièrement patientes et réactives.

J'embrasse également ma famille, mes parents et mes sœurs particulièrement, qui m'ont toujours soutenu (Galith, Alix, j'étais en prépa, la loi européenne dit que j'avais le droit de ne pas laver la vaisselle), mes amis des Arts et de prépa pour ces supers années, mes colocs du Canada (Éole, Louis, Antoine, Allan et Fanny) sans qui la pandémie aurait paru bien longue, les professeurs qui m'ont guidé dans mon parcours en prépa et aux Arts et mon fait aimer ce que je fais, les gens de l'AECS, de l'AEP et du GT Canada qui ont su se donner pour le plaisir des autres.

RÉSUMÉ

Les motoristes s'intéressent aux composites à matrice céramique depuis une trentaine d'année, ces matériaux offrent en effet une résistance thermique supérieure à celle des superalliages de nickel, cela avec une masse plus réduite et sans souffrir des problèmes de fragilité des céramiques très hautes températures pleines. Une fois démocratisés, ces matériaux permettraient donc de réduire la consommation en kérosène et les émissions de pollution liées au transport aérien de manière significative. Parmi eux, les composites à matrice et renfort en carbure de silicium sont à un stade particulièrement avancé dans la recherche les concernant. Proche d'une implémentation industrielle, ils peuvent être fabriqués grâce à de nombreux procédés plus ou moins bons en termes de coût, de durée, de qualité de pièce et de complexité des formes réalisables, conduisant généralement à une utilisation combinée de ces procédés.

L'injection/filtration de barbotine est un procédé en cours de développement qui se révèle particulièrement avantageux sur les points mentionnés précédemment. Il consiste à injecter une suspension de poudre SiC, dans une préforme SiC 3D accolée à un filtre. La poudre se dépose sur le filtre et fait donc croître un gâteau de poudre au sein du réseau fibreux de la préforme. La pièce formée peut ensuite subir un frittage pour consolider le gâteau. Ce procédé nécessite encore du travail de maturation sur la fabrication de pièces complexe, avec l'objectif d'acquérir de solides connaissances sur le comportement du procédé en fonction des paramètres d'entrée, ce qui permettrait à terme la finalisation d'outils de simulation (en cours de développement) prévoyant la qualité de remplissage du composite selon ces conditions d'entrée.

Dans ce cadre et après la création de moules adaptés, des injections sur des plaques rectangulaires, ainsi que sur des pièces appelées éprouvettes à épaisseur variable, présentant des épaissements de section et des variations de tissage dans la préformes ont été réalisées selon différentes stratégies prédéterminées. Ces échantillons ont ensuite été étudiés par triple pesée et microtomographie. L'ensemble des essais et leur analyse a permis d'établir un ensemble de règles de conception des moules spécifiques à ce procédé, d'acquérir des valeurs sur la cinétique du remplissage du composite et enfin des informations qualitatives sur l'allure du front de construction et le niveau de porosité résiduelle en fonction de la stratégie d'injection utilisée sur la pièce.

ABSTRACT

Aircraft engines manufacturer have been interested in ceramic matrix composites for about 30 years. These materials offer higher thermal resistance than nickel superalloys, with a lower mass and without the brittleness problems of full high-temperature ceramics. Once democratized, these materials could significantly reduce kerosene consumption and pollution emissions from air transport. Among them, composites with silicon carbide matrix and reinforcement are at a particularly advanced stage of R&D, close to industrial implementation. They can be manufactured through many processes, more or less efficient in terms of cost, duration, part quality and complexity of the achievable shapes, generally leading to the use of combined processes.

Slurry injection/filtration is a process under development that is particularly advantageous on the points mentioned above. It consists in injecting a suspension of SiC powder into a 3D SiC fiber preform attached to a filter, the powder being deposited on the filter and thus making a powder cake growing within the fibrous network of the preform. The formed part can then undergo a sintering to consolidate the cake. This process still requires maturation work on complex parts, with the objective of acquiring solid knowledge on the behavior of the process according to the input parameters, which will eventually allow the finalization of simulation tool (under development) predicting the filling quality of the composite according to these input conditions.

Within this framework and after the creation of adapted molds, injections on rectangular plates (by the edge and not the face) and on parts called blade foot, presenting thickenings of section and variations of weaving in the preform were carried out according to various predetermined strategies. These samples were then studied by triple weighing and microtomography. The set of tests and their analysis allowed to establish a set of design rules for the molds specific to this process, to acquire values on the kinetics of the filling of the composite and finally qualitative information on the shape of the construction front and the level of residual porosity depending on the injection strategy used on these parts.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT	VI
TABLE DES MATIÈRES	VII
LISTE DES TABLEAUX.....	X
LISTE DES FIGURES	XI
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XIX
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	5
2.1 Le carbure de silicium	5
2.1.1 Les propriétés	5
2.1.2 Les méthodes d'obtention du SIC	11
2.1.3 Les principaux usages en lien avec le projet	15
2.2 Les CMC SiC	19
2.2.1 Description des CMC	19
2.2.2 Les différents procédés de production	25
2.3 La fabrication CMC SiC par injection/filtration de barbotine	36
2.3.1 La construction de cru de particules sur membrane	36
2.3.2 Les écoulements en milieu poreux et construction en profondeur	41
2.3.3 Détail sur le procédé d'injection/filtration et état de l'art	43
CHAPITRE 3 PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS	46
3.1 Objectifs	46

3.2	Sous objectifs	46
CHAPITRE 4 MÉTHODOLOGIE.....		48
4.1	Fabrication et qualification de la barbotine.....	48
4.1.1	Fabrication de la barbotine	48
4.1.2	Contrôle de la barbotine avant utilisation	49
4.2	Utilisation de la colonne de Darcy	52
4.2.1	Assemblage et démontage.....	52
4.2.2	Contrôle de la colonne et fonctionnement.....	54
4.3	Contrôle des spécimens.....	55
4.3.1	Microtomographie.....	55
4.3.2	Triple pesée et autres mesures de porosité.....	57
4.4	Utilisation des imprimantes 3D.....	60
4.4.1	Présentation des imprimantes utilisées et du logiciel de découpe.....	60
4.4.2	Détail sur les matériaux et champs d'utilisations de l'impression dans le projet	62
CHAPITRE 5 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS.....		64
5.1	Moule longitudinal	64
5.1.1	Analyse du besoin	64
5.1.2	Conception	65
5.1.3	Réception, ajustement et validation	67
5.1.4	3. Protocole d'essais et résultats.....	69
5.2	Moule éprouvette à épaisseur variable	76
5.2.1	Choix des configurations à tester	76
5.2.2	Conception, mise en plan et fabrication	81
5.2.3	Réception et validation.....	85

5.2.4	Protocole d'essai général et des différentes configurations	86
5.2.5	Travail effectué sur les préformes polymères	88
5.2.6	Résultats	92
CHAPITRE 6	CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS	110
RÉFÉRENCES	112

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1 Récapitulatifs des propriétés importantes vue précédemment	10
Tableau 2-2 Récapitulatif des avantages et inconvénients des procédés de production de SiC/SiC	34
Tableau 2-3 Réponse aux besoins des différents procédés.	35
Tableau 5-1 Récapitulatif des essais prévus.....	80
Tableau 5-2 Récapitulatif des caractéristiques différents couples motifs/hauteur envisagés.	91
Tableau 5-3 Tableau récapitulatif des essais menés sur préformes SiC, introduisant leurs porosités et leur remplissage respectifs. En rouge l'essai ayant raté.	94

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 Évolution du trafic aérien en milliards de passager par années [1].....	1
Figure 1-2 Illustration de la croissance de l'intérêt porté au CMC SiC/SiC par les secteurs aéronautique et aérospatial. Données issues de Web of Science	4
Figure 2-1 Diagramme des phases Si-C [11]	6
Figure 2-2 Séquence d'empilement des bicouches du SiC 3C, 4H et 6H [14].....	6
Figure 2-3 Diagramme d'Ashby dureté HV/module d'Young des principales céramiques techniques [15]	7
Figure 2-4 Deux échantillons ZrC-SiC après oxydation sous air standard pendant 20 min à 2000 K, on observe un décollement de la couche d'oxyde à faible proportion de SiC, décollement causé par une grande différence de volume molaire et de coefficient d'expansion thermique entre le ZrC et le ZrO ₂ [17]......	9
Figure 2-5 Schéma d'un four Acheson, utilisé pour produire du SiC, avant et après utilisation [22]	12
Figure 2-6 Stabilité thermique des polytypes du SiC [22].....	12
Figure 2-7 Schéma des principaux procédés d'obtention de monocristaux de SiC par phase vapeur [23]	14
Figure 2-8 Voilet de tuyère C/SiC SEPCARBINOX [25]	16
Figure 2-9 Présentation et coupe d'une capsule TRISO [8]	17
Figure 2-10 Vue de coupe d'un modèle de conduit chaud pour les réacteurs de 4 ^e génération [29]	18
Figure 2-11 Les principaux tissages 2D [35]	20
Figure 2-12 Les principaux modes de tricotages 2D [35].....	21
Figure 2-13 Différent types de textiles 2D non tissés [35]	21
Figure 2-14 Principaux tissages à ondulation [37].....	22

Figure 2-15	Illustration de concept du tissage de type orthogonal [37].....	22
Figure 2-16	Principaux tressages interlocks [36].....	22
Figure 2-17	Schéma montrant la position de l'interphase dans la structure du composite.....	23
Figure 2-18	Les types d'interphases évolués et leur comportement en déviation de fissure [24].	23
Figure 2-19	Schéma illustrant le fonctionnement de fabrication de CMC SiC/SiC par CVI	26
Figure 2-20	Microstructure en coupe d'un CMC SiC/SiC 2D fabriqué par CVI [26]	26
Figure 2-21	Illustration du principe du procédé PIP. On infiltre un précurseur polymère adéquat dans une préforme SiC (1), puis on le pyrolyse (2), générant un dépôt de SiC avec un fort retrait. On réitère jusqu'à obtention de la densité désirée [38].	27
Figure 2-22	Microstructure en coupe d'un CMC SiC/SiC 3D fabriqué par méthode PIP [45].....	28
Figure 2-23	Illustration du procédé LSI. On crée une matrice carbone à porosités ouvertes dans une préforme SiC (1), puis on imprègne cette matrice par capillarité avec du silicium liquide (2) qui va former du SiC en réagissant avec le carbone [38].	29
Figure 2-24	Microstructure en coupe d'un CMC SiC/SiC 2D fabriqué par méthode LSI [47].....	29
Figure 2-25	Schéma de principe de la méthode NITE. Les tissus 2D mouillables de fibres SiC sont mis à tremper dans une barbotine de poudre SiC, parfois sous vide (1). Ils sont ensuite empilés jusqu'à obtenir la forme désirée et peuvent être disposés sur un support (2), puis sont pressés à chaud pour obtenir la pièce composite (3) [49].	30
Figure 2-26	Microstructure en coupe d'un CMC SiC/SiC 2D fabriqué par méthode NITE [53] .	31
Figure 2-27	Schéma de principe de l'injection de barbotine	32
Figure 2-28	Microstructure d'un CMC SiC/SiC par injection de barbotine. a) et b) Rolls-Royce [59], c) HiPerComp TM , méthode de General Electric [60].....	32
Figure 2-29	Schéma du principe de croissance de gâteau par filtration de barbotine [64]	36
Figure 2-30	Exemple de courbe tV en fonction de V pour une section A constante [66].....	40
Figure 2-31	Illustration du phénomène de rétention de particule dans un milieu fibreux [75].....	42
Figure 2-32	Principaux mécanisme de capture de particules par un média poreux [71]	43

Figure 2-33 Schéma de principe de la pré-densification de CMC SiC/SiC par injection/filtration [85]	44
Figure 3-1 Cycle en V des différentes étapes principales du projet (essais longitudinaux et éprouvette à épaisseur variable)	47
Figure 4-1 Photographie légendée du montage de mélange de la barbotine.....	49
Figure 4-2 Anton Paar MCR 501 avec géométrie Couette.....	50
Figure 4-3 Schéma de fonctionnement du rhéomètre avec géométrie Couette.....	51
Figure 4-4 Schéma de la colonne de Darcy.....	52
Figure 4-5 Photographie légendée de l'ensemble du système colonne de Darcy.....	53
Figure 4-6 Capture d'écran de l'interface de contrôle de la colonne, dans l'onglet automatique..	54
Figure 4-7 Photographie légendée de l'intérieur de la Xradia 520 Versa.....	56
Figure 4-8 Capture d'écran de l'interface de Dragonfly avec une éprouvette polymère visible ...	57
Figure 4-9 Montage légendé de triple pesée	58
Figure 4-10 Artillery Genius pro à gauche et Prusa MK3S+ à droite.....	61
Figure 4-11 Capture d'écran de l'interface de PrusaSlicer	61
Figure 4-12 A gauche la première cale en PLA, PETG et TPE, essayée pour adapter la colonne de Darcy au projet et à droite la cale 100 % de remplissage ABS finalement choisie pour combler le volume mort de la colonne de Darcy. Exemples de pièces imprimées pour répondre rapidement à un problème rencontré.	63
Figure 5-1 Schéma illustrant le concept de l'injection YX sur une plaque rectangulaire, injection dans la direction Y et filtration sur un plan normal à la direction X.....	64
Figure 5-2 Schéma illustrant le concept de l'injection YY sur une plaque rectangulaire.....	65
Figure 5-3 Vue CAO légendée du moule en coupe de côté dans sa configuration YX.....	66
Figure 5-4 Écoulement du fluide (en rouge) dans les deux configurations d'injection (YX à gauche et YY à droite).....	66

- Figure 5-5 Vues CAO isométriques des deux masques, à gauche YX et à droite le YY. Ils utilisent des rainures de répartition de section de l'ordre de $3 \times 2 \text{ mm}^2$ 66
- Figure 5-6 Vues CAO des deux masques, à gauche le masque YX et à droite le masque YY67
- Figure 5-7 Photographies du moule monté à gauche et de la cavité sensée accueillir la préforme à droite (le filtre étant absent on voit la grille et l'épaule sur lequel elle vient comprimer le filtre).....67
- Figure 5-8 Joint TPE imprimé pour rendre étanche la jonction entre le masque et le filtre68
- Figure 5-9 Photographies des solutions successives testées pour résoudre le défaut de planéité du composite. (a) Joint TPE plus dur que le joint d'origine, (b) plaquette ABS avec joints toriques, (c) plaquette en aluminium avec joint torique et joint plat (d).....68
- Figure 5-10 Photographie de côté d'un essai rempli à 55% ayant été injecté pendant 210 s69
- Figure 5-11 Courbe montrant l'évolution de la quantité de barbotine injectée selon le temps d'injection. On rappelle que l'épaisseur de gâteau construite est directement proportionnelle au volume de barbotine injectée selon l'équation (1.5).70
- Figure 5-12 Schéma illustrant le concept de front d'étalement71
- Figure 5-13 Vue en coupe par microtomographie de quatre échantillons. (a) Environ 18% de remplissage avec 180 s d'injection, (b) environ 55% de remplissage et 210 s d'injection, (c) environ 68% de remplissage et 6000 s d'injection et (d) environ 77% de remplissage et 7000 s d'injection. Dans les échantillons, les fibres sont en claire, le gâteau en gris plus foncé et l'air en noir. La ligne rouge sur chaque vue correspond au plan de coupe de la vue voisine.72
- Figure 5-14 Vues en microtomographie illustrant la forme du front de construction pour l'essai à 55%. En blanc sont marqués les hauteurs des images par rapport au début du front.....73
- Figure 5-15 Deux cas possibles de progression du front avec la présence d'un jeu non parallèle au filtre entre la préforme et le moule. On constate que le cas de gauche est peu probable, en présence d'un jeu, dépendamment de la perméabilité et du V_p de la préforme, ainsi que de la largeur du jeu, on aura plus probablement une forme arrondie comme à droite.....73
- Figure 5-16 Vues en microtomographie illustrant la forme du front de construction pour un essai à 71%. En jaune sont marqués les hauteurs des images par rapport au début du front.....74

- Figure 5-17 Vues en microtomographie illustrant la forme du front de construction pour l'essai à 18%. En jaune sont marqués les hauteurs des images par rapport au début du front.....74
- Figure 5-18 Vue 3D de la pièce éprouvette à épaisseur variable sur PrusaSlicer76
- Figure 5-19 Schéma des différentes faces possibles en injection ou filtration pour le type de stratégies initialement retenues. Cette « famille » de stratégies est plus tard appelée injection par les faces, par opposition à l'injection par les tranches, proches dans son concept d'une injection YX explorée avec le moule longitudinal.....77
- Figure 5-20 Illustration montrant le rôle des différentes surfaces dans l'injection par les tranches. En bleu les surfaces d'injection, en rouge celles de filtration et en gris des surfaces neutres, n'influant que sur la mise en forme de la géométrie.78
- Figure 5-21 Allure du front de construction prévu par la simulation pour toutes les stratégies d'injection par les faces79
- Figure 5-22 Remplissage prévu par la simulation (le gâteau est en rouge). Injection par la face complète et épaisse (a) et injection par la face fine (b).....79
- Figure 5-23 Vue d'ensemble du premier concept du moule et du filtre de cette version (les tranches devaient être scellées à la colle B7000, processus testé préalablement sur la matière poreuse). En blanc la pièce filtrante, en gris les pièces en aluminium et en noir le joint à languettes. .81
- Figure 5-24 Vue CAO du carter médian du moule. On observe bien la gorge d'alimentation dans la cavité ainsi que le perçage reliant la gorge au connecteur d'alimentation.....82
- Figure 5-25 Vues CAO du chapeau d'injection avec son joint (vue de gauche) et décomposition en éclaté du chapeau de filtration avec son joint (vue de droite), l'éclairage renvoie un filtre gris82
- Figure 5-26 Vue CAO de coupe de côté du moule monté. (A) injection par les tranches grâce à une gorge. (B) et (C) injection par les faces grâce à un quadrillage de rainures.....83
- Figure 5-27 Vue d'ensemble CAO du moule complet, monté pour une injection par la face fine83
- Figure 5-28 Exemple de plan final délivré à l'atelier, ici celui du chapeau d'injection, illustrant l'ajout du bossage pour les connecteurs.....84
- Figure 5-29 Photographie du moule monté.....85

- Figure 5-30 Photographies des principales pièces du moule85
- Figure 5-31 Photographies de gâteaux construits sans préformes, en SiC à gauche et en Oxyde à droite. Les hauteurs du filtre montrées sur les images donnent une idée de l'épaisseur de cru86
- Figure 5-32 Vues du joint des tranches. (1) Position dans sur le plan du carter, (2) photographie du joint et (3) photographie avant fermeture sur laquelle on voit le joint enserrant la préforme87
- Figure 5-33 (1) Deuxième version d'étanchéité des faces, le système profite de l'hydrophobie du téflon directement au contact de la pièce, lui-même recouvert de film paraffine pour renforcer l'étanchéité. (2 et 3) Version finale avec positionnement d'un film paraffine (1), puis d'un joint 3D venant se loger dans les rainures (3) et comprimant le film dans les rugosités de surface de la préforme. Le fonctionnement est identique pour sceller la face entière, on utilise seulement un joint avec les dimensions développées de la face complète.....88
- Figure 5-34 Premières préformes gyroïdes utilisées (ABS et porosité de 60%).....89
- Figure 5-35 Vue sur Prusa Slicer des trois réseaux envisagés montrés avec des porosités importantes pour aider à la visualisation. (1) Le gyroïde est montré avec une hauteur de couche d'impression très faible pour montrer la géométrie. (2) Le nid d'abeille 3D n'est vraiment perméable dans les trois directions qu'avec une importante hauteur de couche. (3) La perméabilité dans le plan (x et y) de la structure rectiligne dépend de la hauteur de couche, celle dans la direction z est donc contrainte par la porosité choisie, à hauteur de couche donnée.90
- Figure 5-36 Courbe d'injections de différents essais préliminaires par la face complète sur des préformes gyroïde 200 μm (G20-7mlm) et rectiligne 200 μm (R20-7mlm), ainsi que du premier essai complet sur préforme SiC (face complète SiC), servant d'outil de comparaison. L'écart de volume en fin de phase à débit constant est vraisemblablement causé par de l'air dans le système, causant ce décalage. A noter que l'on remarque bien la croissance en t prédite par l'équation (1.11) sur la partie à pression constante.....92

Figure 5-37 Photographie d'une préforme polymère injectée sèche, vue côté filtration avec détachement d'une partie de la couche extérieure (à gauche) et d'une seconde, encore humide, démoulée sans détachement de la couche de surface (à droite).	93
Figure 5-38 Composite SiC/SiC complet injecté par la face complète (à gauche) et du côté filtre du 2 ^e composite SiC/SiC complet injecté par la face fine, encore dans le moule (à droite). .	93
Figure 5-39 Courbes d'injection comparées pour la stratégie face complète – essai complet	95
Figure 5-40 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face complète. Dans l'échantillon, les fibres sont en claire, le gâteau en gris plus foncé et l'air en noir. La ligne rouge sur chaque vue correspond au plan de coupe de la vue voisine.	96
Figure 5-41 Schéma illustrant le mécanisme supposé de repoussement des pores.....	97
Figure 5-42 Courbes d'injection comparées pour la stratégie face fine – essai complet.....	98
Figure 5-43 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face fine. On peut voir à gauche quelques grosses fissures de retrait.....	99
Figure 5-44 Courbe t/V (courbe introduite à la Figure 2-31) de l'injection par la face épaisse...	99
Figure 5-45 Courbes d'injection comparées pour la stratégie face épaisse – essai complet.....	100
Figure 5-46 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face épaisse ..	101
Figure 5-47 Essais de vérification du colmatage menés sur éprouvette polymères. On constate effectivement des préformes essentiellement vides, le cru étant uniquement créé par la barbotine présente dans la préforme au moment du démoulage, qui s'est probablement amalgamé tout au long du séchage à cause de la tension de surface.	101
Figure 5-48 Courbes t/V de l'injection par les tranches pour la préforme SiC et une préforme polymère.....	102
Figure 5-49 Courbes d'injection comparées pour la stratégie tranche – essai complet.....	102
Figure 5-50 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par les tranches.....	103
Figure 5-51 Vue en coupe transversale de microtomographie dans la zone d'épaisseur fine de l'échantillon injecté par les tranches	103

Figure 5-52 Courbes d'injection comparées pour la stratégie face fine – essai complet (présaturation sous vide).....	105
Figure 5-53 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face fine, avec présaturation sous vide. On remarque des fissures de retrait à gauche et une importante fissure longitudinale à droite.....	105
Figure 5-54 Photo de côté du premier essai interrompu sur préforme SiC injectée par les tranches	107
Figure 5-55 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face complète en injection interrompue, avec présaturation sous vide. En vert, la forme approximative du front.	108
Figure 5-56 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par les tranches en injection interrompue, avec présaturation sous vide	108

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

NO_x : *Les oxydes d'azote*

OACI : *Organisation de l'aviation civile internationale*

AITA : *L'Association du transport aérien international*

TBC : *Thermal Barrier Ceramic*

CMC : *Composite à Matrice Céramique*

SiC : *Carbure de silicium*

O_x : *Oxyde*

GE : *General Electric*

Tec. de l'ing. : *Technique de l'ingénieur*

NGS : *Nippon Carbon, General Electric, Safran*

TRISO : *TRi-structural ISOtropic, un type de carburant pour réacteur nucléaire*

HTGR : *High Temperature Gas Reactors*

C/C : *Composite Carbone/Carbone*

CVD : *Chemical Vapor Deposition*

PVT : *Physical Vapor Transport*

PVA : *PolyVinyl Acetate*

CVI : *Chemical Vapor Infiltration*

PIP : *Polymer Infiltration and Pyrolysis*

RMI : *Reactive Melt Infiltration*

LSI : *Liquide Silicon Infiltration*

NITE : *Nano-Infiltration and Transient Eutectic-phase*

APS : *Aspiration de Poudre Submicronique*

BFSL : *Best Fit Straight Line*

CAO : *Conception Assistée par Ordinateur*

V_p : *Rapport volumique de la préforme, soit le rapport du volume de fibres et d'interphase sur le volume de la préforme. Proches du V_f*

FDM : *Fused Deposition Modeling*

PLA : *PolyLactic Acid*

PETG : *PolyEthylène Téréphtalate Glycol*

ABS : *Acrylonitrile Butadiène Styrene*

TPE : *ThermoPlastic Elastomer*

NPT : *National Pipe Thread*

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Depuis les premiers avions de ligne à hélices des années 50, l'aviation civile a connu une progression fulgurante et seulement interrompue par quelques crises majeures comme les chocs pétroliers ou plus récemment par la crise de la COVID-19 (Figure 1-1). Cet essor a été jalonné d'avancées technologiques d'importance, mais aussi d'améliorations continues et progressives dictées par des besoins de plus en plus exigeants et une concurrence acharnée entre les géants du secteur, contribuant à abaisser le coût des vols pour les clients [1].

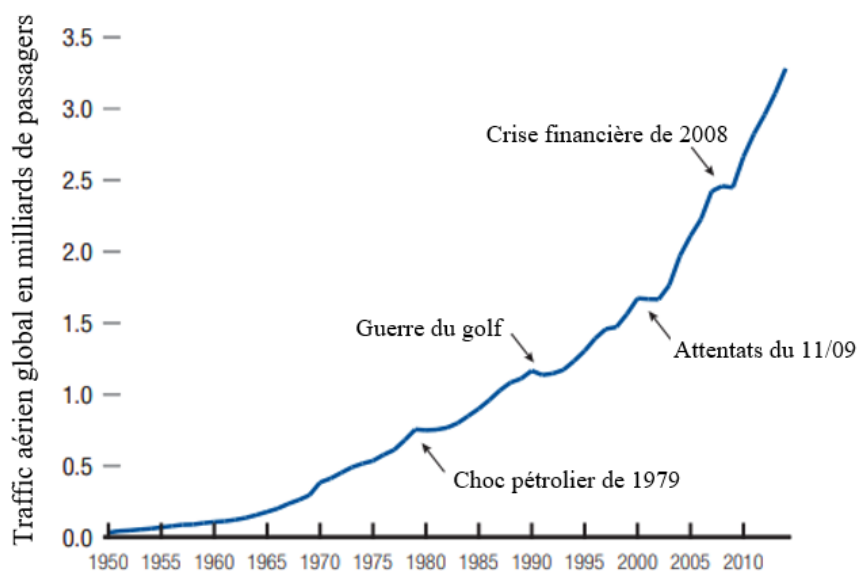


Figure 1-1 Évolution du trafic aérien en milliards de passager par années [1]

Si pendant un temps les améliorations principales visaient à augmenter la vitesse (Concorde) ou le rayon d'action des avions, les principaux enjeux sont désormais liés à une problématique d'augmentation du rendement et d'abaissement de la consommation de kérosène, et ce depuis les chocs pétroliers successifs dans les années 70 (Figure 1-1). D'une part, l'envolée du prix des carburants augmente fortement leur empreinte sur le budget des compagnies, d'autre part la mise en évidence du réchauffement climatique dans les années 80 et la prise de conscience écologiste qui a suivi ont conduit à la mise en place de mesures pour limiter le niveau de pollution des aéronefs (2% du total des émissions humaines de CO₂). Ainsi, si la consommation a été divisée par deux entre les années 70 et les années 2000 [2], elle demandait encore à s'améliorer.

Les principales mesures concertées au plan international ont cependant attendu une dizaine d'années supplémentaires avec en 2008 le lancement de Clean Sky 1, une initiative public-privée européenne visant à réduire les émissions de CO₂ de 50% et de NO_x de 80% en Europe pour 2020 [3]. Clean sky ayant porté ses fruits dès 2014, cela a conduit à l'adoption de Clean Sky 2 qui vise à abaisser les émissions de CO₂ et de NO_x de 30% par rapport aux meilleurs avions de 2014, et ce d'ici 2024 [4]. A l'établissement de Clean Sky, a suivi en 2009 l'annonce, appuyée par l'OACI (Organisation de l'Aviation Civile Internationale), d'engagements de l'AITA (Association Internationale du Transport Aérien), regroupant de nombreuses compagnies. Ses membres se sont donnés pour objectif de réduire leurs émissions de CO₂ de 50% d'ici 2050 par rapport à 2005 et ont pu augmenter l'efficacité énergétique moyenne de leurs flottes de 1,5% par an entre 2009 et 2020 [5]. Enfin, en 2016 et faisant suite à l'Accord de Paris sur le climat, les membres de l'OACI (organisation chargée des normes et réglementations internationales sur l'aviation civile) signent l'accord CORSIA (Carbon Offsetting and Reduction Scheme for International Aviation), obligeant la neutralité carbone des compagnies d'ici 2026 (par optimisation des avions et trajets, utilisation de bio-carburant ou achat de compensation carbone) [6].

Ces engagements sont permis par hausse des performances environnementales des avions, issue d'améliorations sur les trajets et la logistique, ainsi que sur les carburants, mais avant tout du travail technologique mené sur les appareils eux-mêmes, cela sur trois volets : l'optimisation de l'aérodynamisme, la réduction de la masse de l'appareil et surtout l'augmentation du rendement des turboréacteurs. Ce dernier élément en dehors de purs soucis d'architecture est très dépendant des capacités des matériaux le composant. Les matériaux des parties chaudes étant les plus limitatifs, ils sont la cible de la majorité du travail de recherche, la moindre avancée conduisant à une augmentation massive du rendement et de la compétitivité du fabricant.

Les superalliages, résistant aux hautes températures et à de fortes contraintes, dont le développement a débuté dans les années 40, sont généralement utilisés pour ces parties chaudes (chambre de combustion, turbine, etc.), d'abord en superalliage à base d'acier et de chrome, puis à base de nickel et de titane (comme les Inconels par exemple) à partir des années 50. Ces superalliages de nickels ont par la suite subi plusieurs évolutions, en effet plus la température de la combustion est élevée, meilleur est le rendement et plus basses sont les émissions de particules. C'est pourquoi, les parties chaudes de turboréacteurs travaillent à des températures proches de leur température de fusion, une partie de l'air entrant étant détourné pour les refroidir. Ces conditions

extrêmes conduisent cependant à un fluage rapide des pièces, d'où la démocratisation dans les années 80 des aubes fabriquées par solidification dirigée, présentant des grains métalliques allongés (alliage PWA-1422 par Pratt & Whitney par exemple), puis de celles fabriquées en monocristaux dans les années 2000, éliminant totalement les joints de grains et les problèmes associés (alliage RR2000 par Rolls-Royce par exemple) [7]. Ces deux types de fabrication d'aubes développées dans les années 60 pour le Lockheed A-12 auront contribué à augmenter de 150 °C environ la température admissible par un turboréacteur. Ces évolutions des superalliages ont été accompagnées de l'introduction des enrobages d'aubes TBC (Thermal Barrier Ceramic) dès les années 70, deuxième champ de recherche majeur qui a permis une augmentation d'approximativement 100 °C de la température des moteurs [7].

Les efforts menés sur ces deux champs arrivent cependant à un palier insurmontable sans changement de paradigme. Les céramiques très hautes températures comme les oxydes ou les carbures peuvent effectivement, pour certaines, monter sans soucis au-delà des températures maximales (entre 1500 °C et 2000 °C) aujourd'hui vues dans les turboréacteurs à base de superalliages. Elles souffrent cependant de certains défauts mécaniques, notamment d'une grande fragilité et d'une faible ténacité. Or, ces défauts peuvent être compensés par l'utilisation de CMC (composites à matrice céramique) à la place de céramiques monolithiques. Ces CMC font ainsi l'objet d'importants projets de recherche et développement de la part des principaux motoristes (Pratt & Whitney, Rolls Royce, General Electric Aviation et Safran) [8]. On constate en effet une augmentation presque exponentielle du nombre d'article publiés sur le sujet depuis les années 90 (Figure 1-2). Leur aboutissement permettrait l'obtention de moteurs pouvant monter à des températures bien plus élevées que celles atteintes aujourd'hui, cela sans avoir besoin de détourner une partie du flux d'air pour refroidir les aubes, menant à une double augmentation du rendement qui réduirait la consommation d'environ 10% [9]. Cette augmentation s'accompagnerait aussi d'une forte réduction de la masse et de l'encombrement des moteurs, les CMC étant deux à trois fois moins lourds que les superalliages de nickel.

Les CMC les plus proches de leur aboutissement industriel dans les applications civiles sont les CMC SiC/SiC [10], déjà utilisés par GE Aviation dans son moteur GE9X lancé officiellement en 2020 [8]. La fabrication de ces matériaux est cependant longue, complexe et coûteuse, les connaissances sur les mécanismes les régissant et leurs comportements, surtout à long terme, encore parcellaires. De là provient le cadre de ce travail de recherche sur le développement d'un

procédé industrialisable, moins coûteux et plus efficace par Safran Ceramics, cadre dans lequel s'inscrit ce projet de mémoire.

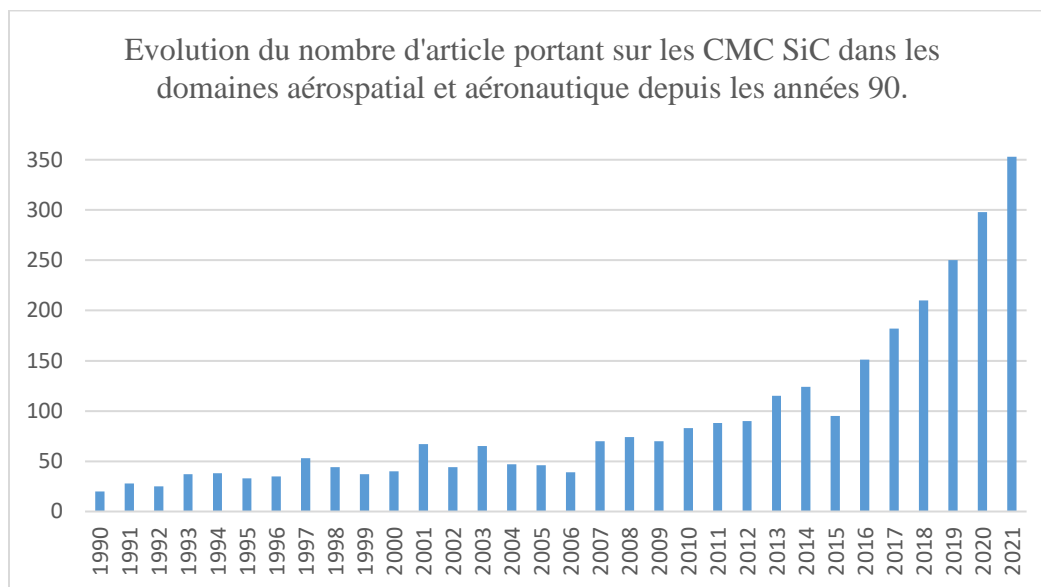


Figure 1-2 Illustration de la croissance de l'intérêt porté au CMC SiC/SiC par les secteurs aéronautique et aérospatial. Données issues de Web of Science

La première partie de ce mémoire consiste en une revue bibliographique. Celle-ci traite d'abord du matériau SiC sur différents aspects (propriétés, procédés d'obtention et usages liés aux CMC). Elle développe ensuite le sujet des CMC SiC/SiC, dans leur structure et leurs moyens de fabrication, et enfin des CMC SiC/SiC obtenus par injection/filtration de barbotine, détaillant les principaux phénomènes physiques à l'origine du procédé, puis donnant un aperçu de son état de développement actuel.

Après une présentation des objectifs du projet, une partie vient introduire la méthodologie utilisée pour les différents outils ayant servi dans le projet. Enfin une dernière partie vient apporter les résultats du travail de maîtrise. Cette partie est scindée en deux, une première partie décrivant le travail préliminaire sur un moule d'essai de plaques longitudinales, puis une seconde s'intéressant au moule d'une pièce plus raffinée. Ces deux sous parties expliquent le processus de test depuis l'analyse du besoin jusqu'à la réalisation des tests, en étudiant également la conception et la validation des moules.

Il est à noter que certaines informations et valeurs numériques sont exclues du mémoire par soucis de confidentialité.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

2.1 Le carbure de silicium

Ce mémoire détaille le moulage de composites à matrice céramique SiC/SiC par injection et filtration de barbotine. On s'intéressera d'abord aux propriétés du carbure de silicium et leurs intérêts pour l'industrie. On présentera par la suite les différents procédés d'obtention de ce matériau utilisé sous forme de poudre et de fibres dans le projet. Enfin on détaillera les principaux usages du SiC, dont certains sont des débouchés visés (aéronautique) ou potentiels (nucléaire) du procédé étudié dans le projet.

2.1.1 Les propriétés

Le SiC est une céramique dont l'usage et l'étude se sont accrus et diversifiés de manière presque exponentielle depuis les années 1990. C'est notamment pour ses propriétés, dont des caractéristiques mécaniques, électriques et thermiques exceptionnelles, qu'il se trouve sous le regard des industriels de nombreux secteurs.

2.1.1.1 Les propriétés physiques et chimiques

Le carbure de silicium, autrefois appelé carborundum, est une céramique qui peut être trouvée à l'état naturel sous le nom de moissanite. Il s'agit d'un mélange en égale proportion d'atomes de silicium et de carbone dont la masse volumique est de $3,21 \text{ g cm}^{-3}$ à 300 K. Il existe sous phase solide et se décompose en phase gazeuse de silicium et en graphite à 2700°C (pression atm.), comme on peut le voir sur le diagramme Si-C (Figure 2-1) [11].

À l'état pur le SiC est incolore, mais par les procédés de fabrication usuels, il se rencontre généralement sous une forme noire à verte.

Il s'agit d'un matériau cristallin pouvant se former selon plus de 200 empilements différents, ou polytypes [11, 12], ces polytypes influant sur les propriétés du matériau. Le silicium et le carbone possèdent tous deux quatre électrons de valence et peuvent donc former quatre liaisons covalentes, chaque atome de carbone étant lié à quatre atomes de silicium et réciproquement, formant des tétraèdres. Cette liaison covalente est de $0,189 \text{ nm}$ et est partiellement ionique (à hauteur de 12 %) à cause de la différence d'électronégativité des deux atomes. Grâce aux caractéristiques de cette

liaison, le SiC présente, par exemple une dureté, une conductivité thermique et une inertie chimique importante [11–14].

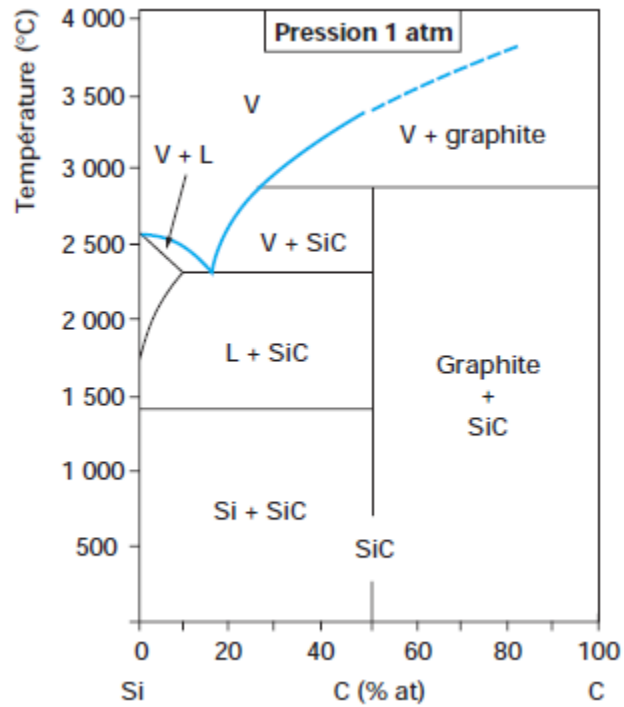


Figure 2-1 Diagramme des phases Si-C [11]

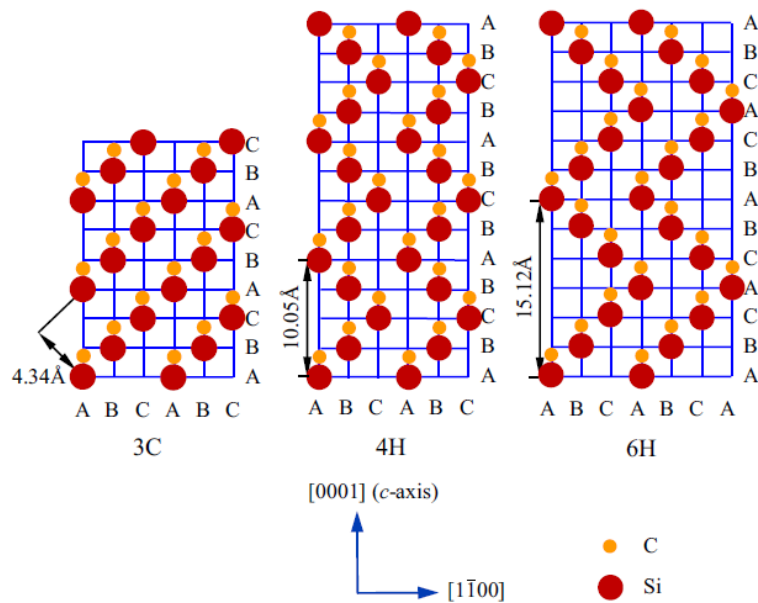


Figure 2-2 Séquence d'empilement des bicouches du SiC 3C, 4H et 6H [14]

Ses polytypes présentent généralement des cristallographies hexagonales, cubiques et rhomboédriques. Les polytypes 6H (dit α), 3C (dit β) et 4H sont les plus étudiés et les plus utilisés. Les chiffres correspondent au nombre de plans à empiler avant de retrouver une structure identique selon la notation de Ramsdell et les lettres désignent simplement le type de maille cristalline, on peut l'observer sur un schéma d'empilement (Figure 2-2) [11, 13, 14].

2.1.1.2 Propriétés mécaniques

Le carbure de silicium présente une dureté importante, entre 9 et 9,5 sur l'échelle de Mohs, proche de celle de l'alumine ou du saphir par exemple. Sa microdureté (Vickers) dépend du polytype, on a par exemple 21,3 GPa pour le 4H et 39,8 GPa pour le 3C. Cependant la microdureté dépend de la température et la littérature tend à apporter des résultats variables pour un même polytype. Cette dureté élevée, associée à sa production à échelle industrielle, le rend concurrentiel face au diamant sur les applications nécessitant des duretés extrêmes et face à l'alumine et la zircone pour les applications à hautes température, comme illustré en Figure 2-3 [12].

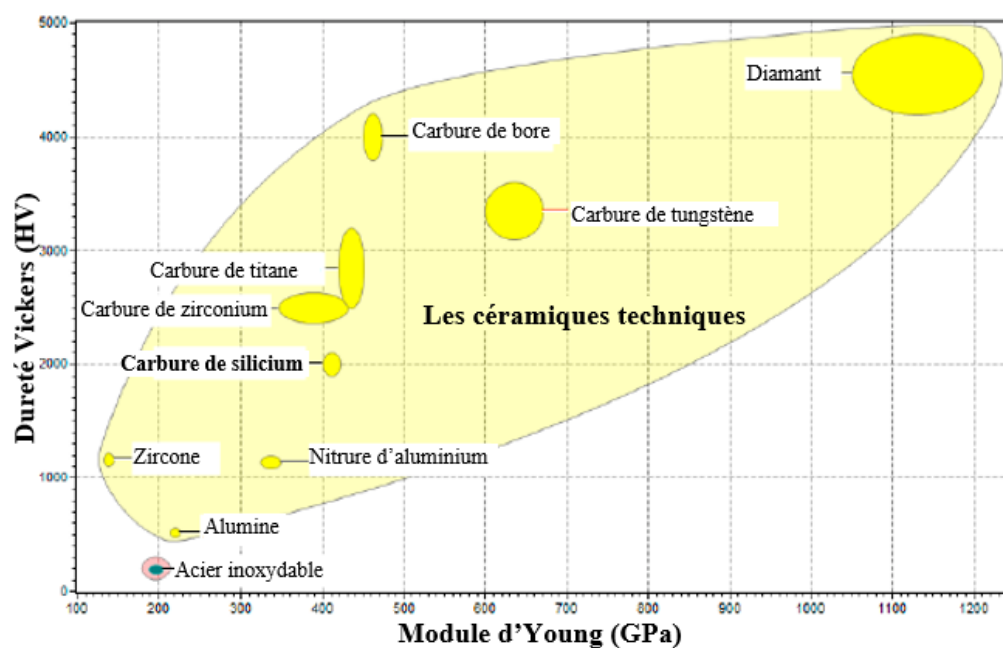


Figure 2-3 Diagramme d'Ashby dureté HV/module d'Young des principales céramiques techniques [15]

Son module d'Young est d'environ 400 GPa et son module de cisaillement de 150 GPa, soit un peu moins de deux fois celui de l'acier et cinq fois celui de l'aluminium, le SiC est donc très rigide. Ceci est néanmoins contrebalancé par une très faible ténacité d'environ $2 \text{ MPa m}^{1/2}$, soit environ

quinze fois moins qu'un aluminium 6061 et cinquante fois moins qu'un superalliage de nickel [16], le rendant peut utilisable seul ou sans modification dans des applications mécaniques ou à fortes contraintes de sécurité.

2.1.1.3 Propriétés thermiques

Le carbure de silicium est une céramique ultra réfractaire, c'est-à-dire pouvant résister à plus de 1700°C selon la définition généralement admise [17], sa température de sublimation est comme on l'a vu de 2700°C (certaines sources évoquent plutôt 2830 °C [18]) et son coefficient d'expansion thermique d'environ $4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Il est très pertinent dans des applications à hautes températures, si on le compare à un superalliage de nickel comme Inconel X-750 par exemple, ayant une température de fusion d'environ 1390°C et un coefficient d'expansion de $13,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [16]. En effet, en dehors de sa résistance, il ne se déformera presque pas et ne s'oxydera pas entre 1000°C et 1600°C [19, 20], sa plage d'utilisation à haute température. Il ne nécessitera donc pas de système de refroidissement, contrairement à un métal devant travailler à ces températures. Cette bonne résistance face à l'oxydation à haute température, bien qu'inférieure à celle d'un oxyde comme l'alumine, est permise par la formation de silice (SiO_2) en surface du SiC sous atmosphère oxygénée. La silice fondant à 1700°C, ceci explique sa limite d'utilisation en température largement inférieure à sa température de sublimation.

De plus cette résistance à l'oxydation fait du SiC un bon élément d'addition pour d'autres céramiques réfractaires, ainsi en forte proportion il permet à une céramique ZrC de bien mieux résister à l'oxydation en rendant adhérente la couche d'oxyde formée, comme on peut le constater sur la Figure 2-4 [17]. On note également que le SiC est étudié en alliage avec d'autres céramiques ultra réfractaires comme le ZrB₂, le HfC, le B₄C, le TaC et le VC pour essayer d'obtenir des matériaux encore plus performants et pouvant travailler à des températures comprises entre 2000°C et 2500°C [21].

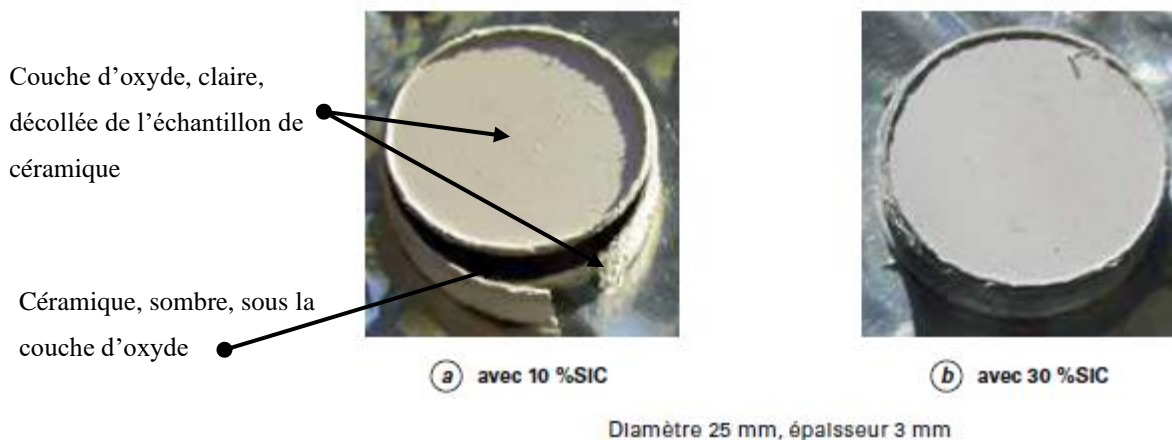


Figure 2-4 Deux échantillons ZrC-SiC après oxydation sous air standard pendant 20 min à 2000 K, on observe un décollement de la couche d'oxyde à faible proportion de SiC, décollement causé par une grande différence de volume molaire et de coefficient d'expansion thermique entre le ZrC et le ZrO_2 [17].

En plus de cela, il présente une conductivité thermique élevée, de $450 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ environ, supérieure à celles du silicium ($150 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) ou de l'aluminium ($167 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$). La conductivité thermique dépend cependant de la température, des mesures effectuées sur du 6H donnent ainsi la relation suivante, valide pour $20^\circ\text{C} < T < 2000^\circ\text{C}$ [11] :

$$\lambda(T) = \frac{457000}{T^{1,29}}$$

Associée à ses propriétés électriques, cette conductivité supérieure au silicium lui ouvre des applications clés en électronique de puissance grâce à la capacité de dissipation qui en résulte.

2.1.1.4 Tableau récapitulatif des propriétés

Tableau 2-1 Récapitulatifs des propriétés importantes vue précédemment

Propriétés à 300 K	Source	4H	6H (α)	3C (β)	Aluminium 6061-T6 [16]	Inconel X-750 [16]
Microdureté	X. Luo 2012 [12] ioffe.ru [18] Tec. de l'ing. [11]	26 (HV) 21,3 (HV)	 20-26 (HV)	25-30 (HV) 28-31 (HK) 39,8 (HV)	107 (HV)	-
Module d'Young (GPa)	X. Luo 2012 [12] ioffe.ru [18] Tec. de l'ing. [11]	347 392-448	347 392-448	314 392-448 415	68,9	-
Module d'élasticité isostatique (GPa)	X. Luo 2012 [12] ioffe.ru [18]	215 220	215 220	225 250	-	-
Module de cisaillement (GPa)	X. Luo 2012 [12] ioffe.ru [18]	131,4 195	131,4 195	124 160	29	-
Coefficient de Poisson	X. Luo 2012 [12] ioffe.ru [18]	0,231 0,16-0,2	0,231 0,16-0,2	0,267 0,2-0,24	0,33	-
Ténacité ($\text{MPa m}^{1/2}$)	X. Luo 2012 [12]	1,9	1,9	2,02-3,32	29	-
Conductivité thermique ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)	X. Luo 2012 [12] ioffe.ru Tec. de l'ing. [11]	300-500 370 450-490	300-500 490 450-490	490 360 450-490	167	12
Capacité thermique ($\text{J g}^{-1} \text{K}^{-1}$)	ioffe.ru [18]	0,69	0,69	0,69	0,896	0,43
Coefficient d'expansion thermique (10^{-6}K^{-1})	ioffe.ru [18]	4,3-4,7	4,3-4,7	2,47-3,8	23,2	12,6

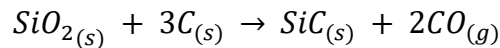
2.1.2 Les méthodes d'obtention du SiC

Comme vu précédemment, le SiC présente plusieurs polytypes, mais l'obtention de ces différents polytypes dépend de la méthode employée. Le nombre de ces méthodes s'est largement accru depuis l'élaboration du premier procédé de fabrication du SiC au XIXe siècle.

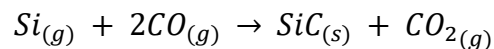
2.1.2.1 Procédé Acheson

Le procédé Acheson est le premier procédé créé pour produire du carbure de silicium synthétique, il a été inventé en 1890 par, comme son nom l'indique, E. Acheson qui cherchait un procédé de production de diamants synthétiques. Son principe est assez simple et il est encore le procédé le plus utilisé pour produire du SiC [22] sous forme de poudre.

Il consiste à remplir un fourneau adapté avec une poudre mélangeant du sable de silice et de poudre de carbone (coke généralement) et de chauffer le tout avec deux électrodes reliant un barreau de graphite (Figure 2-5). La température, selon la distance avec le graphite, est comprise entre 1600 et 3000 °C [13, 22] et la réaction est décrite par la formule suivante [22, 23]:



Cette formule donne cependant un aperçu simplifié de la réaction réelle. C'est ce qui se passe sur la couche extérieure de l'amas, une fois la réaction avancée, donnant du SiC- β . Au cœur du four le silicium passe en phase gazeuse et réagit avec le CO formé par la réaction précédente, formant du SiC- α et du CO₂ qui lui se décomposera par la suite en CO au contact du carbone solide [22, 23]:



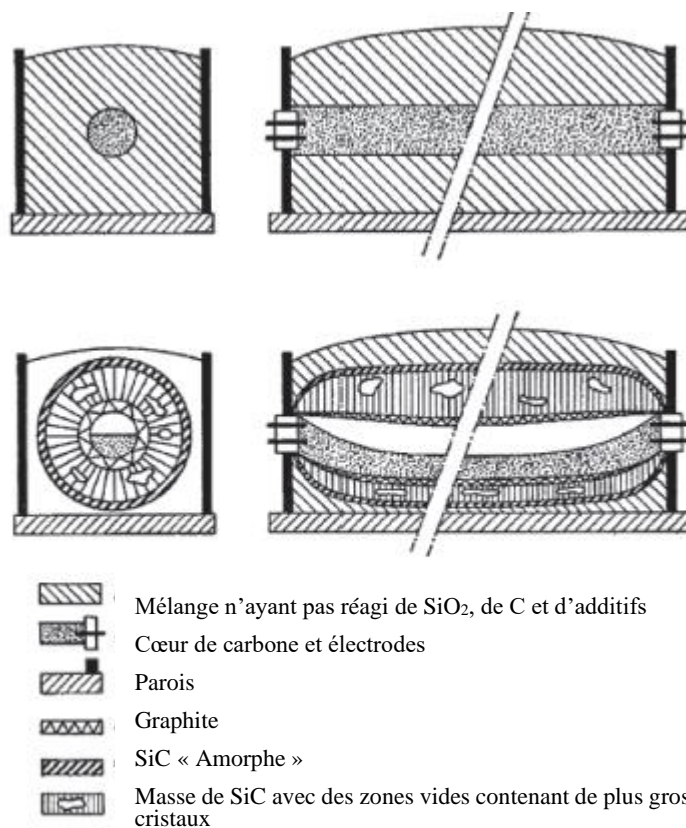


Figure 2-5 Schéma d'un four Acheson, utilisé pour produire du SiC, avant et après utilisation [22]

On peut observer la délimitation entre ces deux réactions en fonction de la température sur la Figure 2-6, et en fonction du taux de carbone sur la Figure 2-1. On voit également sur cette dernière qu'à fort taux de carbone, ce procédé permet de transformer le coke en graphite configuration dans laquelle il est utilisé pour produire la majorité du graphite synthétique.

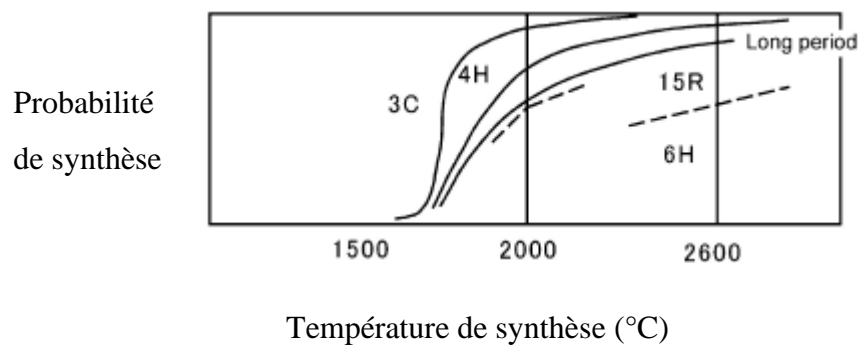


Figure 2-6 Stabilité thermique des polytypes du SiC [22]

Néanmoins, la réaction étant très endothermique, ce procédé requiert de massives quantités d'énergie, 7000 kWh par tonne de SiC produite, ce qui cantonne son utilisation à des zones disposant d'énergie peu coûteuse, comme la Chine et la Scandinavie notamment [22].

2.1.2.2 Méthode Lely et fabrication par phase vapeur

En 1955, J. Lely établit une méthode permettant la synthèse de monocristaux de pureté élevée. On chauffe de la poudre SiC dans un creuset de graphite à 2700°C environ. Cette poudre se sublime en Si, C, Si₂C et SiC₂, puis les vapeurs viennent se condenser et recristalliser spontanément sur les parois du réacteur donnant des cristaux de SiC, majoritairement α [22, 23].

Cependant cette méthode n'offre aucun contrôle sur les polytypes générés et produit des cristaux trop petits pour servir de substrat en électronique, principale application des monocristaux SiC. En 1978 est élaborée par Tairov et Tsekov une version modifiée de la méthode Lely, généralement appelée Lely modifiée (MLV) ou transport en phase vapeur (PVT). Elle consiste à placer un germe dans le creuset (généralement au sommet), autour duquel va lentement se former le cristal (Figure 2-7a). Cette méthode permet de former de manière contrôlée de grands cristaux dont le polytype est déterminé par le cristal du germe [22, 23].

Si cette méthode est utilisée pour l'immense majorité du volume de monocristaux SiC produit, quelques variantes de celle-ci sont présentes sur le marché, dont notamment :

La HTCVD pour « high temperature chemical vapor deposition » où différents gaz sont utilisés en mélange avec un gaz noble et chauffés entre 900 et 2300°C, le mélange vient déposer par couche un film sur le germe qui croît petit à petit permettant la production de monocristaux très épais (Figure 2-7c) [22, 23];

La CF-PVT, pour « continuous feed – physical vapour transport » combinant la PVT et la HTCVD, la partie HTCVD alimentant continuellement en SiC la partie source de la PVT (Figure 2-7b) [23].

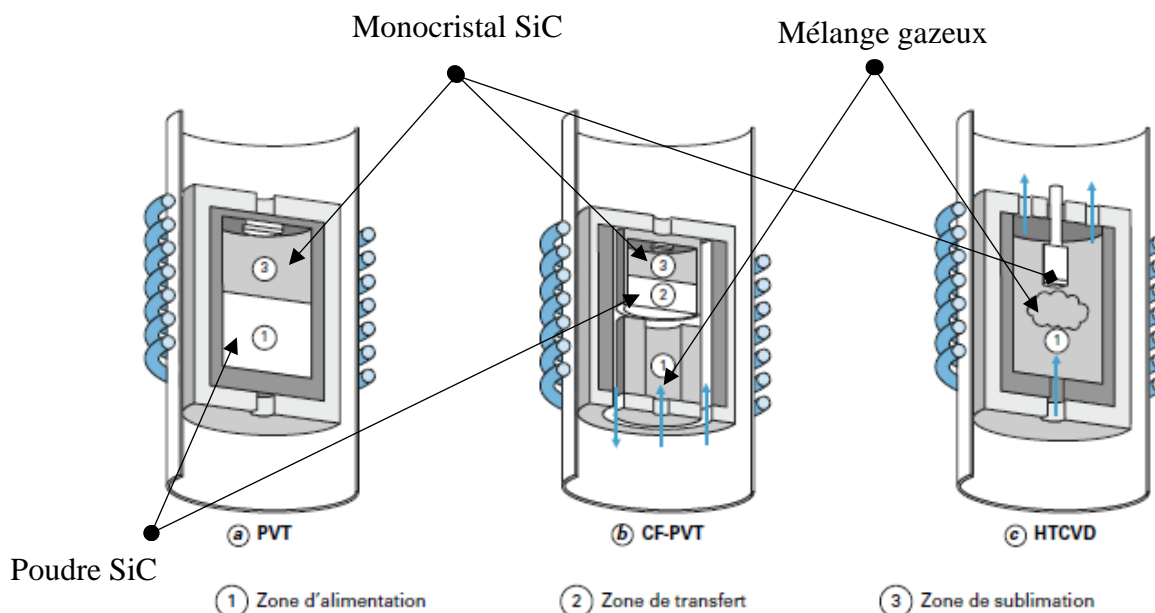


Figure 2-7 Schéma des principaux procédés d'obtention de monocristaux de SiC par phase vapeur [23]

2.1.2.3 Autres méthodes

Bien que le procédé Acheson et la méthode Lely modifiée soient de loin les principales sources d'approvisionnement en SiC, il existe de nombreuses autres méthodes dont on évoquera une partie dans cette section.

La réduction de la silice par carbone développée dans les années 80, permet l'obtention d'une poudre fine et très pure de SiC- β . Elle consiste à faire tomber une très fine poudre de silice et de carbone dans une atmosphère inerte chauffée à 1800°C environ. Cependant les différents systèmes complexes nécessaires à son fonctionnement furent créés durant le développement de cette méthode par les quelques entreprises l'employant, la méthode peut donc varier dans son détail et est donc restreinte à ces quelques entreprises, allemandes notamment [22].

La siliconisation du carbone consiste à brûler à environ 1400°C du silicium et du carbone, donnant directement du SiC. Cependant la réaction est peu contrôlable et donne une poudre très grossière et de faible qualité [22].

La méthode du métal liquide utilise la dissolution du Si et du C dans un métal liquide (du chrome, de l'aluminium ou directement du silicium) et vient déposer un cristal autour d'un germe placé dans une zone refroidie par rapport au reste du mélange. La température et la concentration du mélange déterminent le polytype obtenu [22].

La méthode par précurseur organique emploie par exemple un précurseur polymère comme le Si-O-C-H ou le résultat de réaction d'autres polymères silicatés, qui sont ensuite chauffés à environ 1600 °C, donnant une poudre fine et pure est relativement peu coûteuse. C'est également par des méthodes de ce type que passent les fabricants de fibres SiC comme NGS pour les fibres Nicalon [22, 24] ou que la poudre de SiC β utilisée dans le projet est obtenue.

De nombreuses méthodes permettent ainsi la fabrication de SiC sous forme de poudre grossière ou fine, de lingots monocristallins ou non et à différents degrés de pureté. Il existe par la suite de nombreux procédés visant à transformer ces matières brutes en matières premières utilisables pour la fabrication des produits finaux. Il s'agira surtout de découpe de monocristaux et de gravure pour les filières électroniques et de réduction en poudre de granulométrie calibrée par diverses méthodes de broyage pour les filières utilisant une mise en œuvre par frittage du SiC.

2.1.3 Les principaux usages en lien avec le projet

2.1.3.1 Aéronautique et aérospatiale

L'aéronautique s'intéresse aux composites à matrice céramique (CMC), et particulièrement au SiC, pour les parties thermosturcturelles en remplacement des superalliages et autres solutions utilisées. En effet c'est leur densité réduite et leur température de fusion élevée en comparaison à ces superalliages, allié à un bon comportement mécanique (contrairement à une céramique réfractaire seule) qui les rendent si pertinents. Ils permettent donc une efficacité énergétique bien plus élevée et une production de polluant bien moins importante que ces superalliages [25, 26].

Parmi les CMC, les SiC/SiC sont probablement les plus proches d'une utilisation sur des produits finis. Des solutions fiables doivent néanmoins être trouvées pour s'assurer d'une bonne liaison avec les parties métalliques, pour réduire les problèmes d'évaporation de la couche surfacique de silice en présence de flux d'air contenant de la vapeur d'eau à haute vitesse et pour développer des méthodes fiables permettant un bon suivi de la santé matière des composants [10, 27].



Figure 2-8 Volet de tuyère C/SiC SEPCARBINOX [25]

Les pièces susceptibles de voir le SiC utilisé en remplacement de solutions métalliques sont essentiellement les trois suivantes. Les volets de contrôle de vecteur de poussée en sortie de tuyère, application pour laquelle certains constructeurs tel Safran (industriel partenaire du projet) disposent déjà de prototypes industrialisables et de pièces utilisées dans le M88 du Rafale par exemple (Figure 2-8). Les chambres de combustion étant à l'état de prototypes presque aboutis [10], bénéficient fortement d'une température de travail élevée des SiC leur permettant de se passer d'un système de refroidissement nécessaire aux alliages de nickel et réduisant fortement le rendement. Enfin les aubes et rotors des réacteurs, qui sont eux en cours de recherche et développement. Bien que présentant des contraintes bien plus importantes issues de leur caractère de pièce mobile et donc soumises à de plus grandes contraintes mécaniques, leur fabrication en CMC SiC permettrait d'abaisser fortement la masse volumique des pièces en rotation, donc la puissance nécessaire à leur maintien en rotation, ce qui augmentera le rendement et réduira la masse du système supportant le rotor [25].

Avec l'essor des lanceurs réutilisables de SpaceX, l'aérospatial a commencé à s'intéresser aux composites thermostrostructuraux C/SiC et SiC/SiC. En effet, ces matériaux sont envisagés par Arianespace pour les parties chaudes en phases de rentrée, ce qui permettrait de sauvegarder ces parties, rendant le lanceur réutilisable après réparation et inspection [28]. Plus largement, ils

peuvent être envisagés pour les parties chaudes ayant généralement recourt à des systèmes ablatifs à base de fibres de carbone et époxy.

2.1.3.2 Nucléaire

La filière nucléaire a naturellement scruté la recherche et développement portant sur le SiC dans l'aérospatial. Après l'aboutissement des premières recherches menées dans ce domaine, il est devenu évident que la bonne résistance thermomécanique du SiC, sa stabilité chimique et sa stabilité face aux radiations le rendait pertinent pour des applications nucléaires [8].

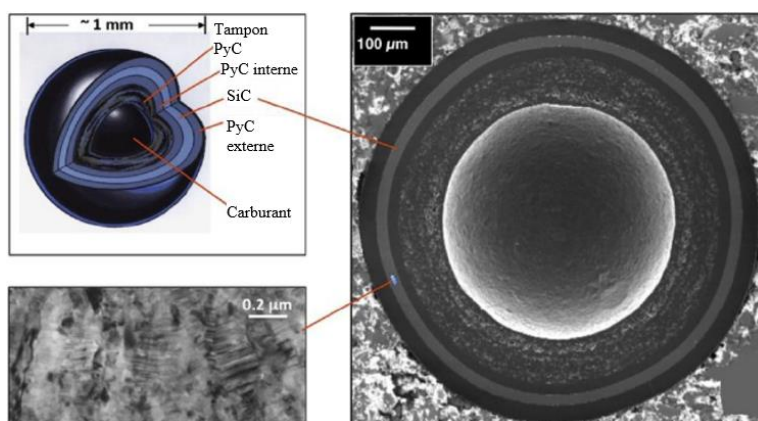


Figure 2-9 Présentation et coupe d'une capsule TRISO [8]

Le SiC est utilisé depuis les années 50 dans l'enrobage de certains combustibles, comme le combustible TRISO développé par les Britanniques (Figure 2-9), et est utilisé depuis dans certains réacteurs HTGR. Ce sont les données issues de l'étude du SiC dans ce combustible qui, associées à celles recueillies dans l'aérospatiale, ont développé l'intérêt de la filière pour le carbure de silicium [8].

En effet, il a été constaté que, soumis à une importante irradiation sous température, le SiC voit baisser son module d'Young de seulement quelques pourcents, ne gonfle quasiment pas et voit sa résistance mécanique et sa ténacité légèrement augmenter [27].

Mais c'est réellement à partir du développement des CMC thermostructuraux que le SiC est devenu utilisable pour la fabrication de pièces du réacteur. Ainsi dès les années 80 une phase de recherche s'est amorcée pour étudier la faisabilité et la pertinence de matériaux dans des pièces à fortes sollicitations et c'est dans les années 2000 que des générations de composites SiC suffisamment

résistants aux radiations ont été mis au point avec le développement des fibres Nicalon-Hi et Tyranno-SA3 [20, 27].

Il est depuis envisagé pour différents composants de la filière nucléaire. Par exemple, il serait utilisé en combinaison avec des composites C/C pour les échangeurs et conduits des réacteurs des 4^e génération françaises (Figure 2-10). Aux États-Unis, il tend même à remplacer le C/C dans les prévisions grâce à sa meilleure résistance aux radiations, résistance qui conduit à des études de qualification pour protéger les composites C/C avec un dépôt de SiC par CVD [29].

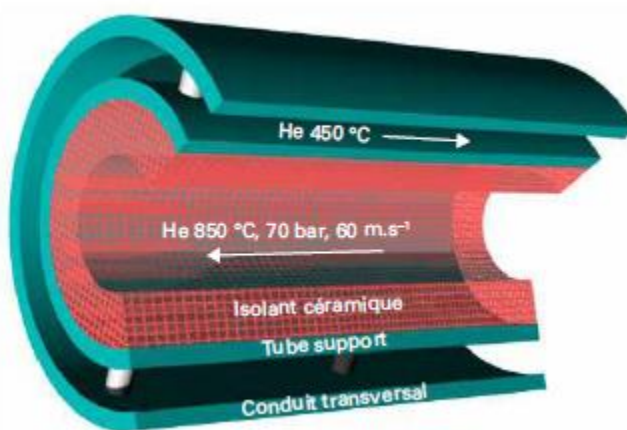


Figure 2-10 Vue de coupe d'un modèle de conduit chaud pour les réacteurs de 4^e génération [29]

2.2 Les CMC SiC

Comme mentionné précédemment, ce projet se présente comme une sous-partie dans l'effort de Safran Ceramics visant à développer un procédé de productions de CMC SiC/SiC rapide et moins coûteux que ceux utilisés pour le moment. On survolera donc les caractéristiques des CMC en termes d'architecture, puis on décrira les principaux procédés utilisés ou étudiés pour la production des CMC SiC/SiC, avant de s'intéresser au cœur du projet dans la partie finale de cette revue.

2.2.1 Description des CMC

2.2.1.1 Définitions

Les CMC, composites à matrices céramiques, sont, comme leur nom l'indique, des composites dont la matrice, et le plus souvent le renfort, sont faits de céramiques. Bien que les composites et les céramiques aient été évoqués dans la partie précédente, il est utile de les définir. Ainsi, si l'on se réfère à l'article encyclopédique de LEFORT [19, 30], une céramique est, du point de vue du procédé, un matériau qui lors de sa fabrication est soumis à une mise en forme puis un passage à haute température. Chimiquement, une céramique est, dans la majorité des cas, une combinaison d'atomes métalliques et de non-métaux.

Un matériau composite, quant-à-lui, comme un matériau constitué de plusieurs composants de nature différente et le plus souvent synthétiques. Il est donc composé d'au moins deux matériaux, généralement dans le but d'obtenir un matériau aux propriétés nouvelles, de combler les lacunes de certains constituants ou d'améliorer les caractéristiques de certains des constituants. Il est généralement composé d'un renfort noyé dans une matrice [31, 32]. Les composites utilisés à des températures extrêmes, entre 400°C et 2000°C le plus souvent, sont dit thermostructuraux [24].

Un CMC présente donc une matrice céramique, mais le nom donne finalement assez peu d'information. Ainsi, on trouve des CMC à renfort céramique ou non et utilisant une interphase entre le renfort et la matrice ou non, c'est ce qu'on verra dans les prochaines sections.

2.2.1.2 Les renforts

Les renforts de CMC sont catégorisables selon deux aspects, le matériau et la forme. Intéressons-nous d'abord aux matériaux. Trois types de matériaux sont utilisés pour les fibres, le carbone, le SiC et les oxydes.

Les fibres de carbone sont les plus utilisées dans les CMC, ce qui est dû à leur coût relativement faible, au grand spectre de types de fibres permettant de bons compromis sur les propriétés thermiques et mécaniques et leur basse densité [24].

Les fibres à base de SiC, inventées dans les années 70-80 et commercialisées depuis sous le nom Nicalon par NGS, ont vu trois générations successives variant dans leurs compositions, la dernière étant semblable à du SiC pur en termes de composition [24]. Au japonais NGS se sont ajouté le chinois COI et le japonais Ube Industries dans la commercialisation de fibres SiC [24, 26]. Les propriétés thermiques et mécaniques de ces fibres dépendent principalement du taux d'oxygène, un fort taux limitant la résistance à haute température [26, 33]. Elles présentent classiquement une résistance à la rupture autour de 3000 MPa et un module d'Young entre 200 GPa et 400 GPa jusqu'à environ 1000°C [24, 27].

Les fibres oxydes ont pendant longtemps eut une stabilité désastreuse à haute température, rendant leur usage dans des composites thermostrostructuraux hasardeux [33]. 3M a néanmoins réussi à développer une génération de fibre d'alumine montrant une résistance à la rupture d'environ 2000 MPa et un module d'Young entre 250 GPa et 400 GPa jusqu'à 1100 °C, ces caractéristiques s'effondrant au-delà [24]. Le coût moins élevé de ces fibres face à celui des fibres SiC les rend exploitables pour des applications à moyenne température et à plus faible sollicitation mécanique.

Ces fibres sont ensuite mises en forme selon une armure choisie, cette armure influe grandement sur les propriétés du futur composite [34]. On peut les diviser en semi-produits et préformes. Ces premiers sont des matériaux de base généralement 2D comme des tissus (Figure 2-11), des nappes unidirectionnelles, des tricots (Figure 2-12) ou des feutres/mats (Figure 2-13) par exemple, ou 1,5D comme des rubans ou des tresses [35].

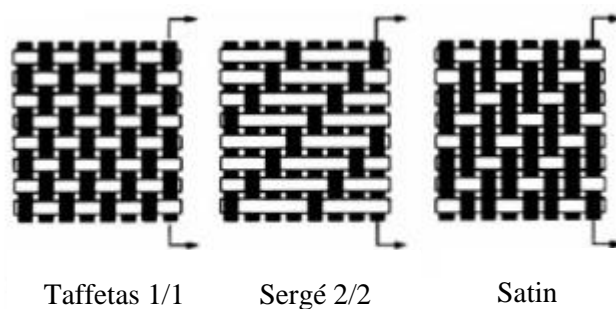


Figure 2-11 Les principaux tissages 2D [35]

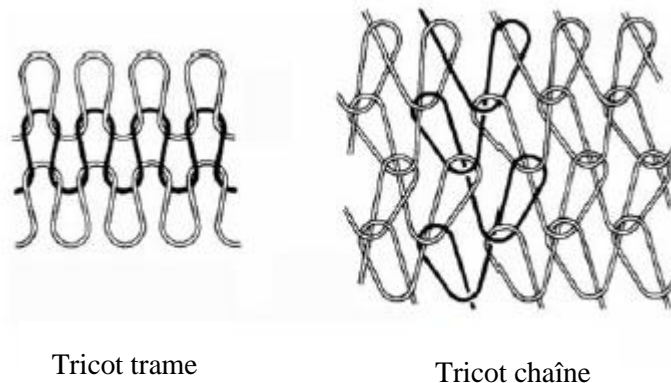
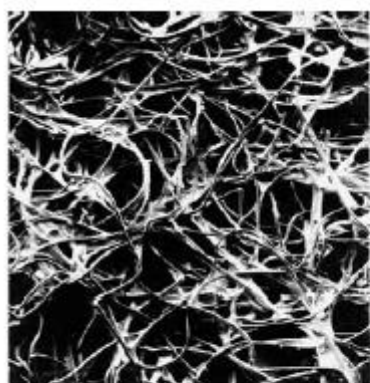


Figure 2-12 Les principaux modes de tricotages 2D [35]



Fibres synthétiques liées thermiquement



Fibres synthétiques et naturelles liées par aiguillage

Figure 2-13 Différent types de textiles 2D non tissés [35]

Les seconds sont volumiques et ont différentes épaisseurs, il en existe des 2D, 3D et 4D. Les 2D sont une superposition de semi-produits assemblés par un liant comme du PVA ou par des coutures temporaires. Les préformes 3D sont des renforts pouvant reprendre un effort sur les trois axes, elles sont basées sur des techniques d'aiguillage (consistant à superposer et coudre ensemble des textiles 2D, et notamment des feutres pour les procédés Novoltex et Napco), de tissages, de tricotage ou de tressages principalement [35–37].

Les tissages se divisent en tissages multicouches avec ondulation des fils et tissages avec fils droits (type orthogonal principalement), comme illustré en Figures 2-14 et 2-15 [37].

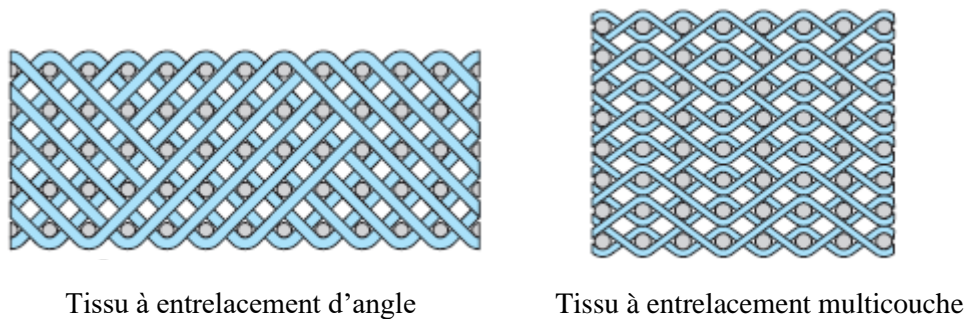


Figure 2-14 Principaux tissages à ondulation [37]

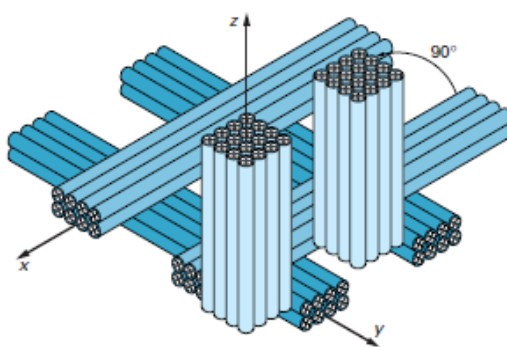


Figure 2-15 Illustration de concept du tissage de type orthogonal [37]

La technique de tissage 3D principale est la technique de type Interlock dont les différents types sont illustrés en Figure 2-16 [36].

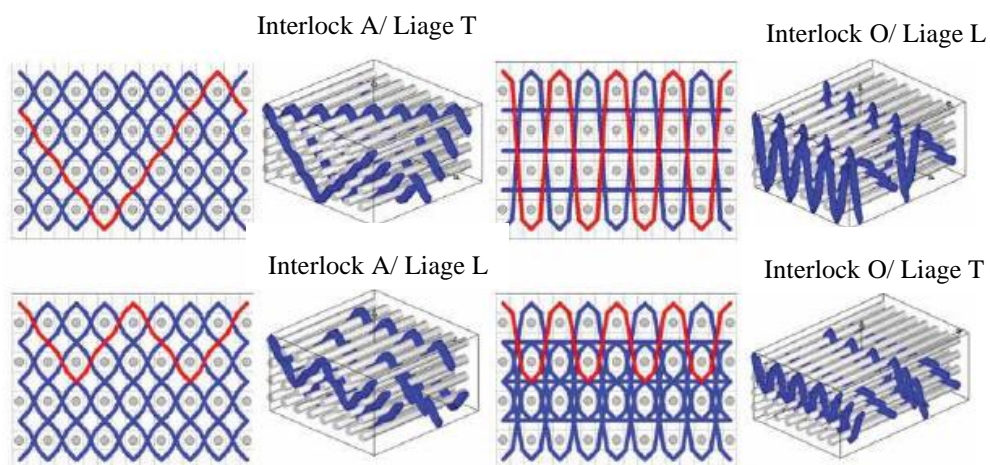


Figure 2-16 Principaux tissages interlocks [36]

2.2.1.3 L'interphase

Les CMC utilisent une interphase entre les fibres et la matrice (Figure 2-17). L'interphase permet de contrôler la force de la liaison entre la matrice et les fibres permettant d'éviter une propagation des fissures depuis la matrice vers le renfort au-delà du domaine élastique de la matrice [24, 33].

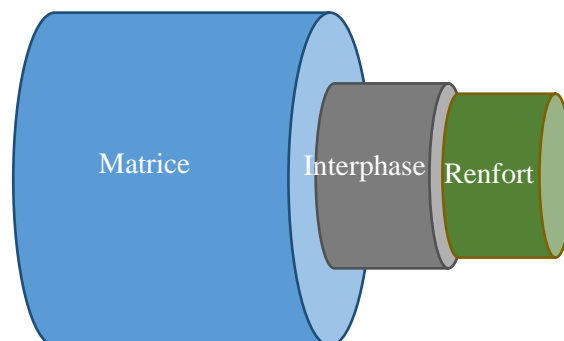


Figure 2-17 Schéma montrant la position de l'interphase dans la structure du composite.

L'interphase va ainsi servir de fusible et dévier la fissure évitant la rupture du composite. Dans le cas des CMC SiC, elle est souvent en pyrocarbone (PyC), résistant à de fortes températures, mais s'oxydant vite, ou en nitrure de bore, résistant à l'oxydation jusqu'à 1200°C environ [38]. Elle est déposée par dépôt ou infiltration chimique en phase vapeur (CVD et CVI) [24, 39].

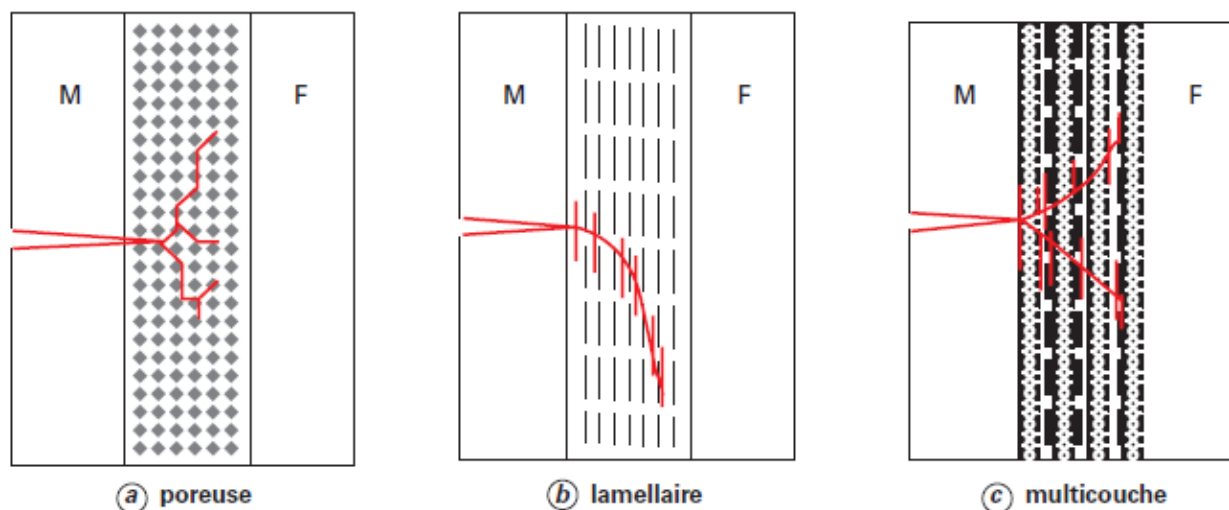


Figure 2-18 Les types d'interphases évolués et leur comportement en déviation de fissure [24]

Elle peut également servir à éviter de trop fortes contraintes de dilatation pour un renfort et une matrice ayant différents coefficients de dilatation thermique [40].

Selon la méthode utilisée et sa nature chimique, l'interphase peut être poreuse, lamellaire ou multicouche au lieu d'être un simple dépôt homogène. Cela joue sur ses propriétés et son comportement dans la déviation des fissures (Figure 2-18). Les interphases poreuses ne sont pas encore exploitées et sont en développement. Elles permettent d'absorber de manière élastique la propagation de la fissure au niveau d'une porosité, mais résistent cependant assez mal à la fatigue. Les interphases lamellaires sont les plus utilisées, contrairement à une interphase monocouche, elles permettent de dévier les fissures directement dans l'interphase et non le long du contact interphase/fibre, garantissant plus fortement l'intégrité du composite. Les interphase multicouches sont semblables aux interphases lamellaires, elles utilisent cependant des couches de matériaux différents permettant un contrôle accru du comportement de la liaison et des trajectoires de fissures [30, 40].

2.2.1.4 Les couples renforts/matrices communs

On l'a vu, les principaux renforts sont les fibres de carbone, de SiC et d'oxyde. Les matrices utilisées sont principalement le SiC, le carbone et, depuis le développement des nouvelles générations de fibres Nextel, l'alumine et les silicates d'aluminium. On constate quatre couples rencontrés communément dans l'industrie et dans la recherche [41].

Le CMC utilisé depuis le plus longtemps est le C/C, il a été développé dans les années 60 pour faire face à une demande pour un matériau très hautes températures utilisable pour les parties les plus chaudes de missiles et fusées. Il se compose généralement d'une matrice graphitique et de fibres de carbone, présente une faible masse volumique, de l'ordre de 2 g/cm^3 , et peut supporter des températures supérieures à 3000°C . Il présente néanmoins l'inconvénient d'être extrêmement sensible à l'oxydation au-delà de 400°C [27].

Ce dernier point a mené à l'élaboration d'un nouveau type de CMC dans les années 70. Dérivé des C/C, les C/SiC utilisent des fibres de carbone comme renfort et une matrice SiC qui, comme on l'a vu précédemment offre une bonne résistance à l'oxydation jusqu'à 1600°C . La filière C/SiC, bien que mature industriellement parlant, offre des matériaux plus coûteux que ceux en C/C ou en composites classiques et reste donc confinée à certaines niches requérant des pièces supportant des très hautes températures et de fortes contraintes mécaniques sur de nombreux cycles ou nécessitant un matériau thermostructural dur [27, 41].

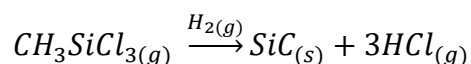
Pour des pièces soumises à une atmosphère corrosive à haute température de manière constante comme pour celles de chambres de combustion de moteurs aéronautiques, le C/SiC reste insatisfaisant, les fibres étant oxydées à moyen terme. Cela a conduit, après la maturation des premières fibres Nicalon, au développement de composites SiC/SiC utilisables en remplacement des superalliages comme vu dans la section sur les applications du SiC. Cette stabilité chimique associée à une très grande stabilité dimensionnelle, un caractère réfractaire et un bon ratio entre propriétés mécaniques et densité en fait un des matériaux clés de la recherche en motorisation aéronautique actuelle [25–27, 41].

Les CMC C/SiC et SiC/SiC précédemment évoqués souffrent cependant de l'oxydation sur le long terme dans des atmosphères corrosives, affectant grandement leurs propriétés mécaniques et donc leur durée de vie. La recherche se tourne donc vers l'industrialisation d'une filière oxyde avec des composites Oxyde/Oxyde, certes moins performant mécaniquement et atteignant des températures moindres, mais légers, peu coûteux et beaucoup plus durables. Les matériaux les plus prometteurs sont actuellement ceux à base d'alumine ou de mullite [26, 41, 42].

2.2.2 Les différents procédés de production

2.2.2.1 Fabrication par voie gazeuse

La fabrication de CMC par voie gazeuse est relativement proche du HTCVD, mentionné précédemment (section 2.1.2.2), dans son fonctionnement. Elle utilise différentes techniques de CVI pour former la matrice. Dans le cas du SiC, le précurseur utilisé est porté par un gaz vecteur, ici du dihydrogène. Celui-ci circule à travers la préforme et vient former un dépôt sur l'interphase, dépôt grandissant petit à petit jusqu'à la formation d'une matrice de la masse volumique désirée (Figure 2-19). Pour le SiC on a la réaction suivante [33, 38, 41] :



Même s'il accepte de travailler à des températures peu élevées, permet la construction d'une matrice d'excellente microstructure, offre d'excellentes propriétés mécaniques et est polyvalent pour le choix des caractéristiques de sortie du matériau, ce procédé est très long et coûteux le rendant peu utilisable pour les grosses séries et les pièces de moyennes à grandes tailles et donne d'importantes porosités résiduelles (10-15%) comme visible sur la Figure 2-20 [24, 27, 38, 41].

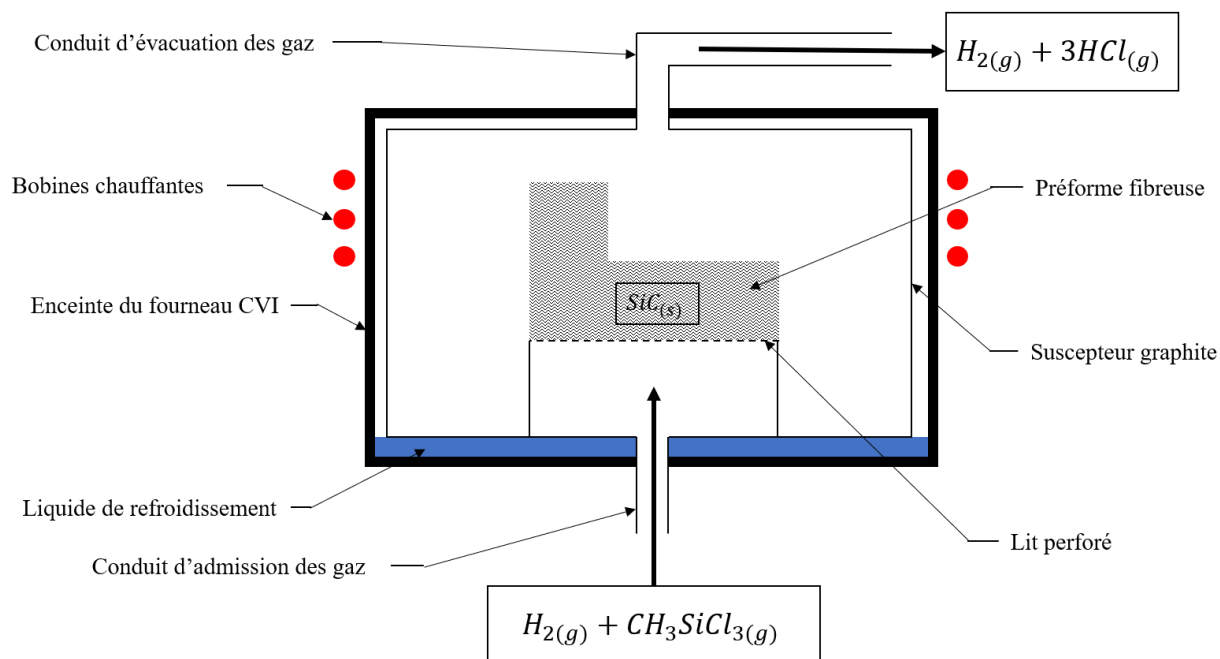


Figure 2-19 Schéma illustrant le fonctionnement de fabrication de CMC SiC/SiC par CVI

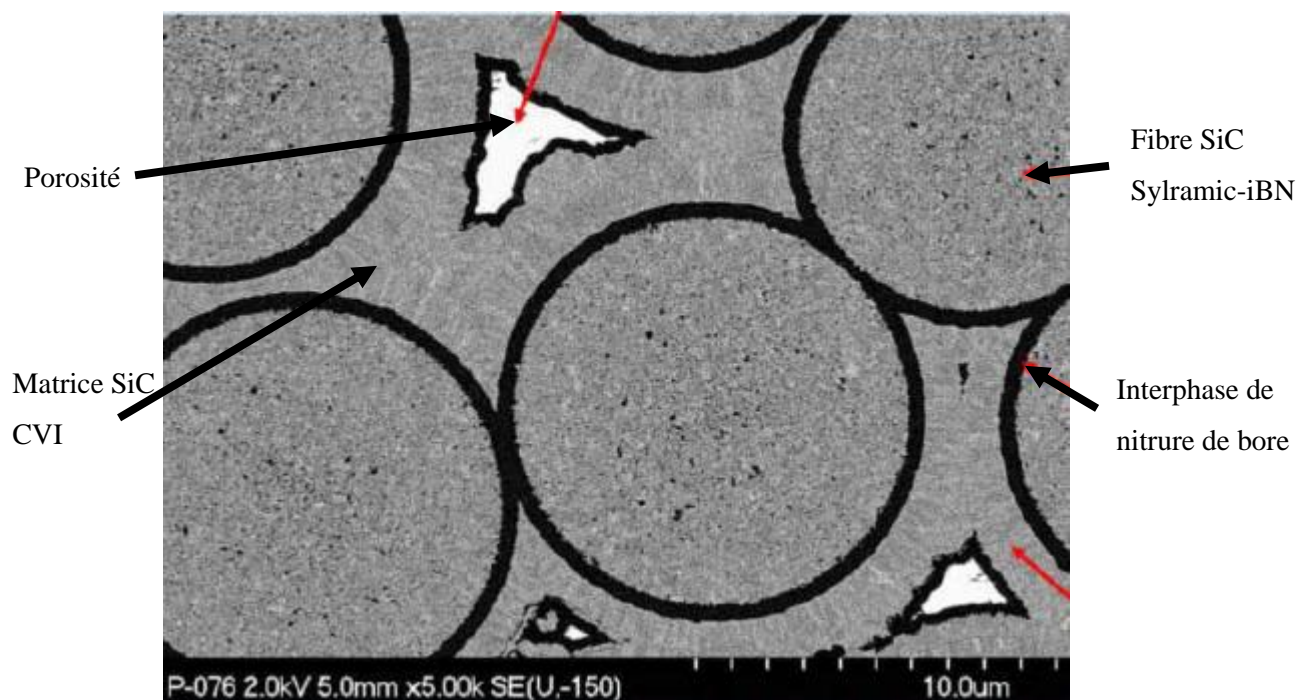


Figure 2-20 Microstructure en coupe d'un CMC SiC/SiC 2D fabriqué par CVI [26]

Les composites réalisés par CVI offrent une résistance à la rupture en traction généralement comprise entre 300 et 500 MPa et un module d'Young entre 220 et 290 GPa à température ambiante [26].

2.2.2.2 Fabrication par voie liquide

On trouve dans la littérature et l'industrie deux principales méthodes dites « par voie liquide ».

On a d'abord la méthode **Polymer Infiltration and Pyrolysis (PIP)**. Elle consiste à infiltrer un précurseur polymère liquide, généralement du $(\text{CH}_3)_2\text{SiH}-\text{CH}_2$ pour le SiC, dans la matrice de la même manière que pour un composite polymère classique. On polymérise ensuite le précurseur puis pyrolyse à basse température et sous atmosphère contrôlée la préforme infiltrée de polymère, ce dernier laissant, avec un fort retrait, un dépôt de SiC (Figure 2-21). Pour compenser le retrait, on réitère ces opérations jusqu'à obtention de la masse volumique souhaitée [38, 41, 43, 44]. Une méthode très proche dans sa philosophie est la méthode Sol-Gel qui utilise un gel à la place d'un polymère liquide et emploie une réaction chimique plutôt qu'une pyrolyse pour créer le dépôt et fonctionne donc à faible température.

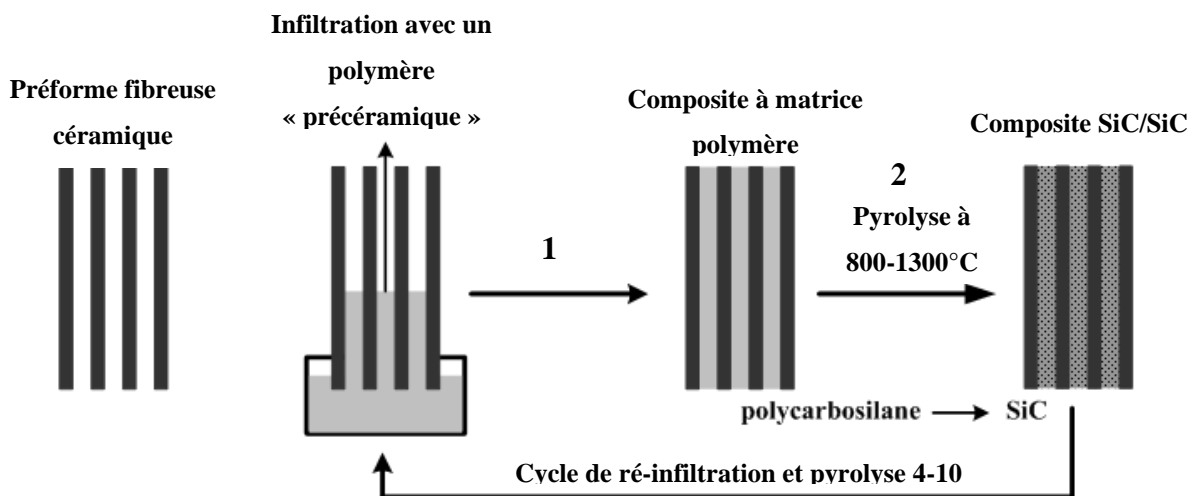


Figure 2-21 Illustration du principe du procédé PIP. On infiltre un précurseur polymère adéquat dans une préforme SiC (1), puis on le pyrolyse (2), générant un dépôt de SiC avec un fort retrait.

On réitère jusqu'à obtention de la densité désirée [38].

Cette méthode offre les avantages de permettre un bon contrôle sur la densité et de l'état de surface des composites obtenus, d'un faible coût pour des pièces de qualité moyenne et d'une température

de procédé moyenne. Elle est néanmoins très longue à mettre en œuvre du fait des nombreux cycles de densification, ce qui mène à un coût relativement élevé pour avoir une bonne densification, comme celle de la Figure 2-22. De plus, à cause de la libération de gaz durant la pyrolyse, les pièces peuvent présenter une forte porosité et des fissures de retrait dans la matrice [33, 38, 41, 43].

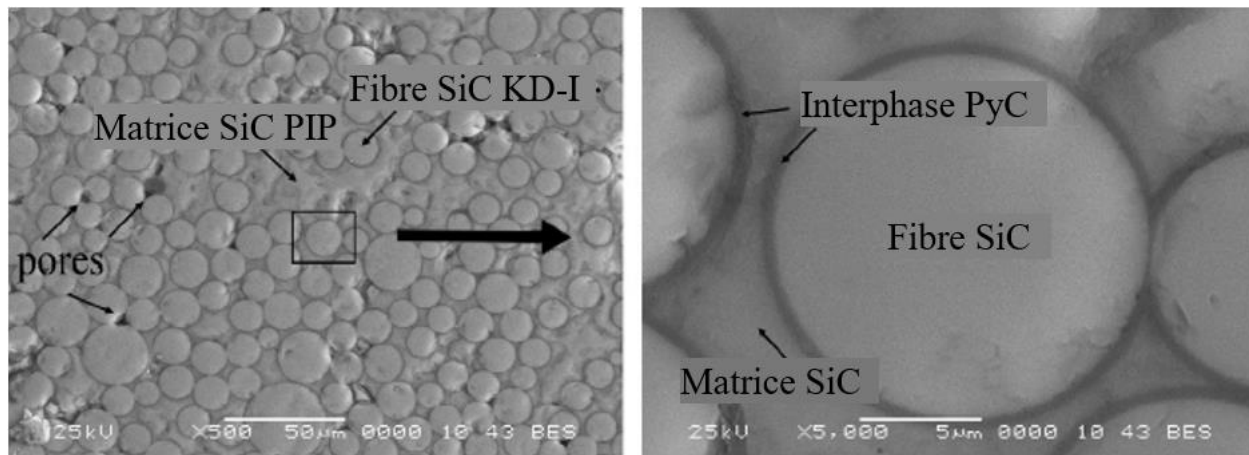


Figure 2-22 Microstructure en coupe d'un CMC SiC/SiC 3D fabriqué par méthode PIP [45].

Les composites réalisés par méthode PIP offrent une résistance à la rupture en traction et un module d'Young d'environ 330 MPa et 100 GPa à température ambiante (pour un composite à 10% de porosité) [45].

On a ensuite la méthode par **Reactive Melt Infiltration** (RMI) ou **Liquide Silicon Infiltration** (LSI) dans le cas des SiC/SiC. Comme illustré sur la Figure 2-23, ce procédé consiste à insérer du carbone dans la préforme par PIP ou CVI dans une première étape, puis dans une seconde à infiltrer par capillarité du silicium liquide (>1500 °C) dans la matrice carbone poreuse ouverte. Le silicium liquide va réagir avec cette matrice et former une matrice carbure de silicium [38, 41, 46].

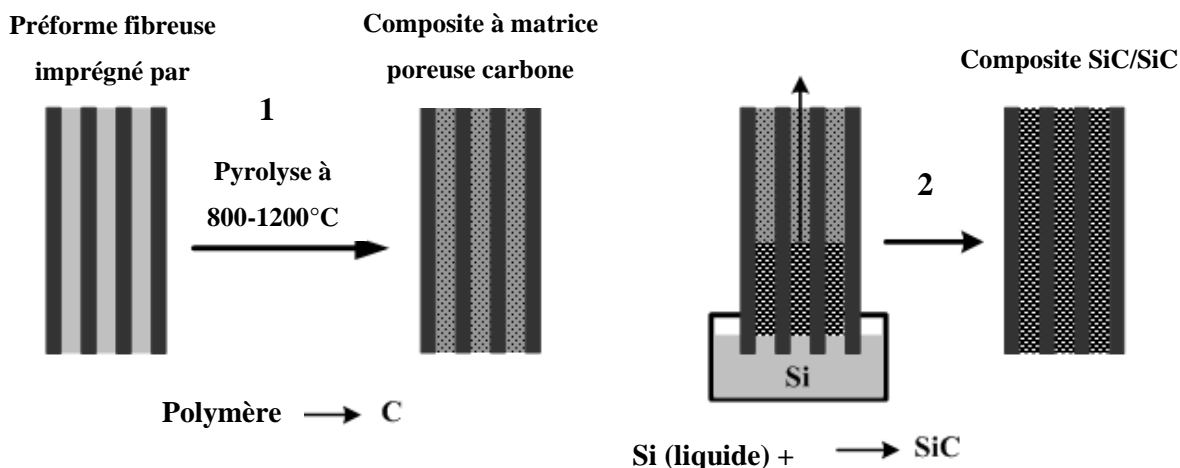


Figure 2-23 Illustration du procédé LSI. On crée une matrice carbone à porosités ouvertes dans une préforme SiC (1), puis on imprègne cette matrice par capillarité avec du silicium liquide (2) qui va former du SiC en réagissant avec le carbone [38].

Ce procédé présente les avantages d'être peu coûteux et rapide, d'offrir un composite extrêmement dense et de permettre la fabrication de formes relativement complexes. Elle laisse cependant du silicium ou du carbone résiduel dans le composite, au moins 5% (Figure 2-24) [38], elle présente d'importants risques de dégradation des fibres et offre un composite aux propriétés légèrement inférieures par rapport à d'autres méthodes de fabrication [38, 41].

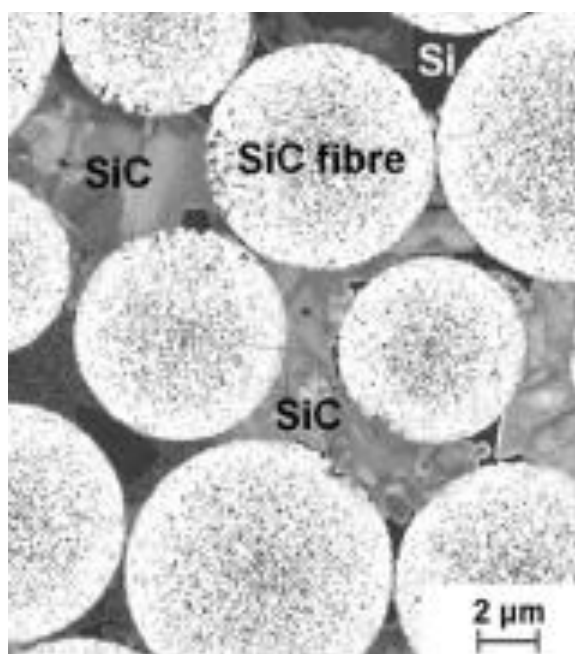


Figure 2-24 Microstructure en coupe d'un CMC SiC/SiC 2D fabriqué par méthode LSI [47]

Les composites réalisés par LSI offrent une résistance à la rupture en traction généralement d'environ 200 MPa et un module d'Young entre 180 et 320 GPa à température ambiante [48].

2.2.2.3 Fabrication par voie céramique

Les différentes méthodes de cette voie de fabrication reposent sur l'infiltration de poudre SiC dans le renfort, suivi d'un traitement de frittage. Une technologie assez simple et communément utilisée est l'utilisation de tissus préimprégnés. Le tissu de fibres SiC mouillable est imprégné d'une barbotine, suspension d'eau, de poudre de SiC, de liant et d'agents de frittage. On peut ensuite empiler ces tissus 1D selon la séquence souhaitée pour faire des coques ou des pièces épaisses 3D. Ces pièces sont ensuite séchées puis frittées dans une presse après élimination du liant, c'est la méthode NITE (Nano-Infiltration and Transient Eutectic-phase), dérivée du pressage à chaud, illustrée en Figure 2-25.

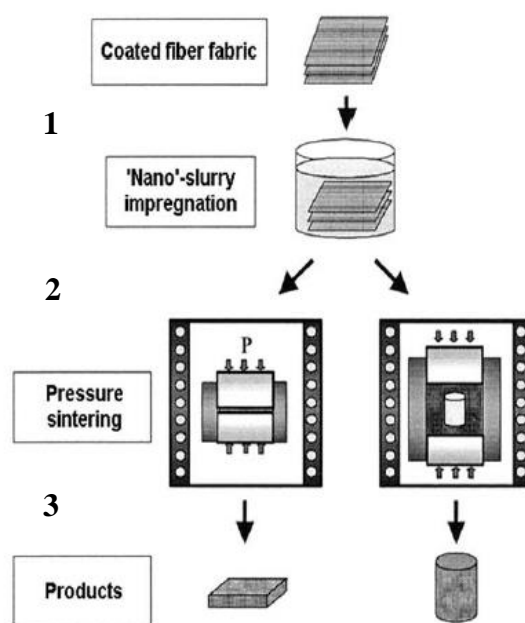


Figure 2-25 Schéma de principe de la méthode NITE. Les tissus 2D mouillables de fibres SiC sont mis à tremper dans une barbotine de poudre SiC, parfois sous vide (1). Ils sont ensuite empilés jusqu'à obtenir la forme désirée et peuvent être disposés sur un support (2), puis sont pressés à chaud pour obtenir la pièce composite (3) [49].

Ce procédé offre une porosité résiduelle moyenne (jusqu'à 5%, mais dépendant de l'opérateur) comme on peut le discerner en Figure 2-26, est peu coûteux et est rapide d'utilisation. Il est cependant incompatible avec l'utilisation de préformes 3D, présente des risques

d'endommagement des fibres causé par la haute température de frittage et présente des difficultés dans l'obtention d'un produit homogène à cause des glissements de plis sur des pièces complexes [26, 41, 49–52].

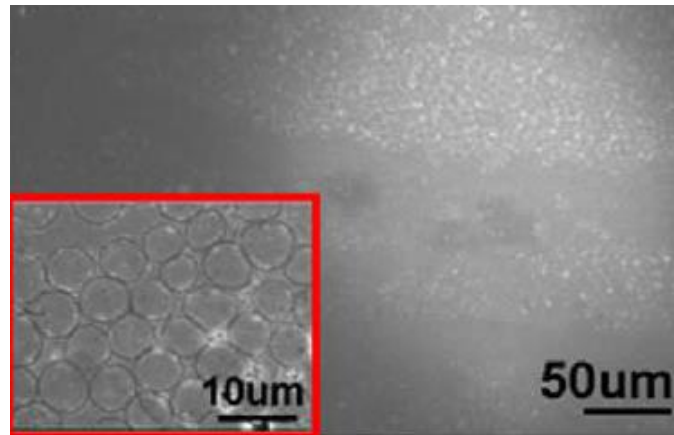


Figure 2-26 Microstructure en coupe d'un CMC SiC/SiC 2D fabriqué par méthode NITE [53]

Les composites réalisés par méthode NITE offrent une résistance à la rupture en traction généralement comprise entre 300 et 400 MPa et un module d'Young entre 260 et 270 GPa à température ambiante.

D'autres technologies explorées pour la fabrication de SiC/SiC, souvent appelé transfert sous vide, consistent à infiltrer une barbotine à haut pourcentage de poudre ou de la poudre directement dans une préforme 3D sous vide puis à la pré-fritter pour obtenir la pièce. La pièce peut aussi être réinfiltrée pour réduire la porosité comme dans le cas du PIP. Ces méthodes nécessitent une densification ultérieure, ainsi que de trouver un compromis entre une barbotine très dense et visqueuse et une suffisamment fluide pour s'infiltrer, mais moins dense. L'utilisation de techniques plus complexes à base de moules souples peuvent faciliter l'injection [54].

Ce type d'injection ne permet d'infiltrer que des pièces simples et présente des risques d'endommagement de la préforme par abrasion pendant l'injection (en cas de barbotine visqueuse à haute pression) ou durant le frittage. La porosité résiduelle est très dépendante de la fraction solide de la barbotine utilisée et cette méthode présente un coût moyen. Elle est néanmoins rapide et produit des pièces avec de bonnes propriétés mécaniques [38, 42, 52, 55–58].

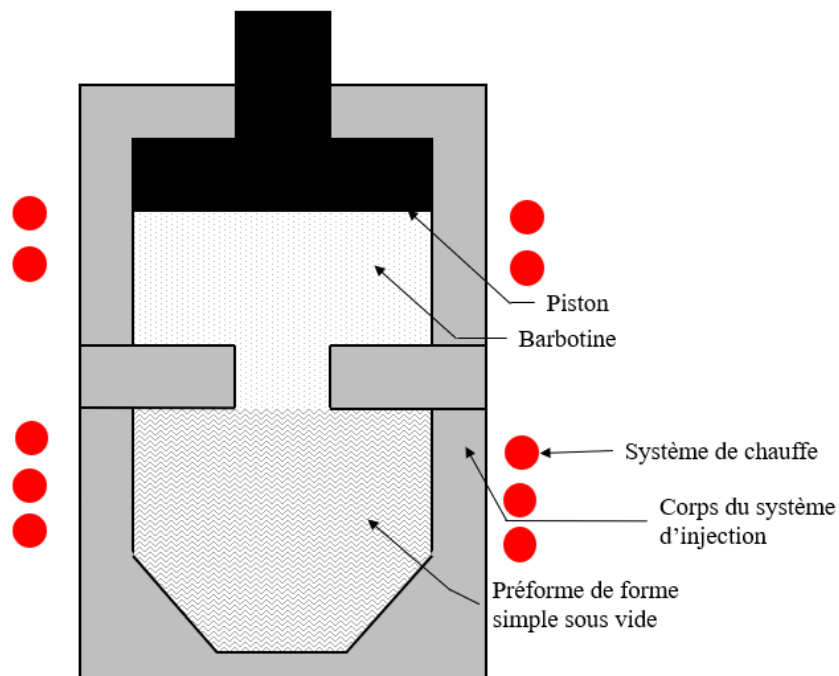


Figure 2-27 Schéma de principe de l'injection de barbotine

Les deux principales méthodes proches de celle illustrée sur la Figure 2-27 étant sous brevets de Rolls-Royce (notamment US20160102022A1, US9856176B2 et US20180311708A1) et General Electric (notamment US20060035024A1 et US20060147622A1), on a peu de valeur sur leurs propriétés dans la littérature. On peut tout-de-même trouver quelques microstructures comme illustré sur la Figure 2-28.

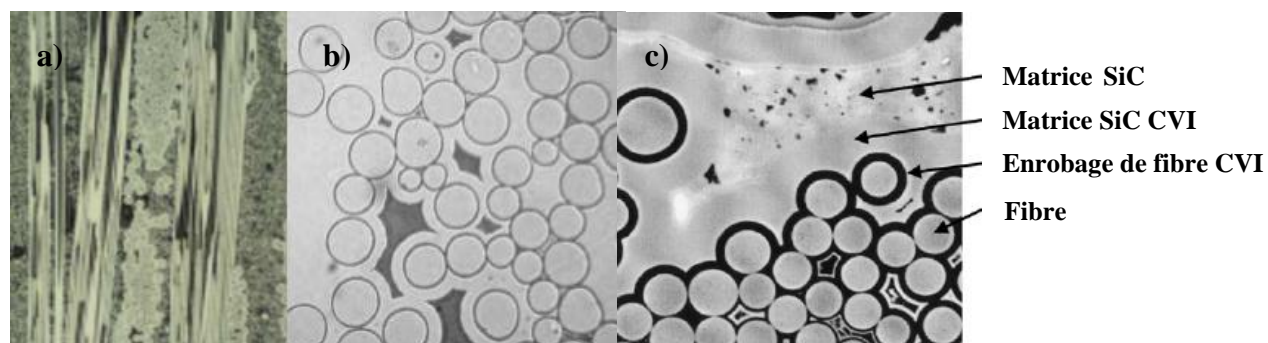


Figure 2-28 Microstructure d'un CMC SiC/SiC par injection de barbotine. a) et b) Rolls-Royce [59], c) HiPerComp™, méthode de General Electric [60]

Les méthodes à base d'injection de colloïdes étant facilement industrialisables, il existe de nombreuses autres méthodes en développement ou sous brevet visant à répondre à des besoins spécifiques, comme notamment l'injection de barbotine par aiguille [61], l'injection SITE, utilisant des techniques d'électrophorèse [62], ou l'injection/filtration utilisée dans le projet dont le fonctionnement détaillé sera abordé en dernière partie.

2.2.2.4 Récapitulatif et comparatif

On a détaillé précédemment, de manière non exhaustive certaines des voies principales de production de CMC SiC/SiC. Il existe ainsi de nombreuses autres méthodes, variantes fonctionnelles ou sujettes à recherche, ainsi que des procédés d'injection de pièces CMC à fibres courtes ou whiskers qui n'ont pas été abordés [63].

Tableau 2-2 Récapitulatif des avantages et inconvénients des procédés de production de SiC/SiC

Procédés	Avantages	Inconvénients
CVI	<ul style="list-style-type: none"> - N'endommage pas les fibres - Bonnes propriétés thermomécaniques - Permet le dépôt direct de l'interphase - Utilisable sur des préformes 3D - Utilisable pour des pièces complexes 	<ul style="list-style-type: none"> - Temps de fabrication long - Coût élevé - Porosité résiduelle élevée
PIP et Sol-Gel	<ul style="list-style-type: none"> - N'endommage pas les fibres - Utilisable sur des préformes 3D - Utilisable pour des pièces complexes - Permet un post-traitement réduit - Coût moyen (faible pour le Sol-Gel) 	<ul style="list-style-type: none"> - Temps de fabrication long - Porosité résiduelle moyenne (plus élevée pour le Sol-Gel) - Propriétés thermomécaniques moyennes (faible pour le Sol-Gel)
RMI/LSI	<ul style="list-style-type: none"> - Temps de fabrication rapide - Utilisable sur des préformes 3D - Utilisable pour des pièces complexes - Porosité résiduelle faible - Coût moyen à faible - Permet un post-traitement réduit 	<ul style="list-style-type: none"> - Peut endommager les fibres - Silicium résiduel dans la matrice - Propriétés thermomécaniques moyennes
NITE	<ul style="list-style-type: none"> - Temps de fabrication rapide - Coût faible - Bonnes propriétés thermomécaniques 	<ul style="list-style-type: none"> - Porosité résiduelle variable - Manque d'homogénéité et renfort 3D impossible - Peut endommager les fibres (pendant le pressage à chaud)
Infiltration de barbotine	<ul style="list-style-type: none"> - Temps de fabrication rapide - Utilisable sur des préformes 3D - Coût moyen - Bonnes propriétés thermomécaniques 	<ul style="list-style-type: none"> - Peut endommager les fibres (si barbotine concentrée) - Utilisable pour des petites pièces simples seulement - Porosité résiduelle variable (selon concentration et nombre d'infiltrations)

De plus, ces procédés sont fréquemment utilisés successivement en formant des méthodes hybrides donnant des pièces de meilleures qualités. Par exemple, les méthodes utilisant des infiltrations de barbotines utilisent généralement un dépôt d'interphase voir d'une première couche de SiC par CVI puis une densification par RMI ou PIP pour obtenir une bonne densité [49, 56].

On compare les avantages et inconvénients de ces différents procédés dans le Tableau 2-2. Mais aucune de ces méthodes ne s'est révélée satisfaisante pour Safran Ceramics pour le gros du travail de formation de la matrice de pièces de parties chaudes de moteurs d'aéronefs comme illustré sur le Tableau 2-3. En effet les pièces à produire nécessitent un procédé permettant la production rapide de grandes pièces (taille d'une aube de turbine par exemple) complexes avec renfort 3D, présentant de bonnes propriétés thermomécaniques, une faible porosité et à coût moyen ou faible. De là est venu la nécessité d'un nouveau procédé, l'injection-filtration de barbotine, parfois appelé Aspiration de Poudres Submicroniques (APS).

Tableau 2-3 Réponse aux besoins des différents procédés.

	Rapide	Pieces complexes	Grandes pièces	Bonnes propriétés	Renfort 3D	Coût raisonnable	Préserve les fibres	Dense
CVI	X	✓	✓	✓	✓	X	✓	X
PIP	X	✓	✓	X	✓	✓	✓	X
Sol-Gel	X	✓	✓	X	✓	✓	✓	X
RMI/LSI	✓	✓	✓	X	✓	✓	X	✓
NITE	✓	✓	✓	✓	X	✓	X	X
Infiltration de barbotine	✓	X	X	✓	✓	✓	X	X

2.3 La fabrication CMC SiC par injection/filtration de barbotine

L'APS, ou injection/filtration, technique de moulage de CMC utilisée dans le projet repose sur la filtration d'un colloïde, également appelé barbotine, de poudre SiC et d'eau sur une surface filtrante contiguë à la préforme fibreuse. Cette méthode fait donc intervenir des phénomènes d'écoulement en milieux poreux et de construction de gâteaux par filtration sur membrane filtrante qui seront d'abord détaillés, précédant un bref état de l'art sur les travaux déjà menés sur la méthode.

2.3.1 La construction de cru de particules sur membrane

On distingue deux modes de filtration, la filtration sur membrane et la filtration en profondeur. Étudions d'abord la première, recherchée dans le projet.

2.3.1.1 Construction du gâteau

La filtration sur membrane décrit le dépôt de particules à la surface d'un filtre, créant un gâteau, ou cru, de plus en plus épais et filtrant, et distingue généralement deux cas. Un premier cas considère le gâteau comme incompressible et suppose que ses propriétés sont indépendantes du temps, le deuxième le suppose compressible et considère ses propriétés dépendantes du temps.

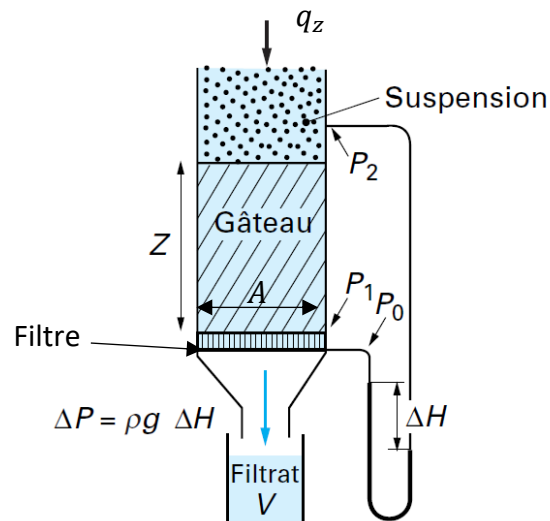


Figure 2-29 Schéma du principe de croissance de gâteau par filtration de barbotine [64]

Nous nous intéressons au premier cas, les travaux antérieurs dans le projet suggèrent en effet de ne pas considérer le second, on suppose donc les propriétés intrinsèques du gâteau, comme la porosité, indépendantes du temps. On suppose également l'absence de sédimentation ou de variation de la rhéologie de la suspension, ainsi qu'une taille de particules homogène. On admet aussi l'hypothèse d'un écoulement laminaire et incompressible du solvant dans le gâteau et de la suspension dans la préforme, c'est-à-dire avec un nombre de Reynolds $Re = \frac{\rho * d * q_z}{\mu} < 1$, et donc que l'équation de Stokes est applicable (on a d le diamètre de pores et q_z la vitesse de Darcy). On considère enfin que, comme l'a démontré Ruth [65], la résistance à l'écoulement du gâteau est directement proportionnelle à son épaisseur.

Avant d'évoquer les problématiques de cinétique de construction, intéressons-nous à la masse et au volume de gâteau construit pour un volume de barbotine injectée lors d'une filtration telle qu'illustrée en Figure 2-29.

On a la masse de gâteau sec $M_z = W_z * V$, avec V le volume de filtrat (m³) et W_z la masse de gâteau déposé à la hauteur z par unité de volume de filtrat (kg/m³). Elle est déposée par une masse $\frac{W_z * V}{c}$ de barbotine, avec c la concentration de la barbotine (le rapport entre la masse de poudre et la masse de barbotine).

Le gâteau étant déposé humide, on a d'abord une masse $m_z M_z$ de gâteau humide construite avec m_z le rapport entre masse du gâteau humide et masse du gâteau sec, également appelé coefficient d'humidité. On a également la masse $V * \rho$ de filtrat qui passe au travers du gâteau et de la membrane, avec ρ la masse volumique du fluide porteur.

Cela nous donne donc la relation suivante [64, 66] :

$$W_z = \frac{\rho * c}{1 - m_z * c} \quad (1.1)$$

Le coefficient m_z étant difficile à qualifier dans le projet, on peut transformer l'expression en formule plus facilement exploitable et utilisant ε la porosité du gâteau, valeur plus facilement déterminable et de 0,5 pour la poudre utilisée dans le projet.

On a :

$$m_z = \frac{\text{masse du gâteau humide}}{\text{masse du gâteau sec}} = 1 + \frac{\text{masse liquide intergranulaire}}{\text{masse du gâteau sec}}$$

$$= 1 + \frac{\varepsilon * \rho}{(1 - \varepsilon) * \rho_s} \quad (1.2)$$

Avec ρ_s la masse volumique du solide sous forme de poudre, ici du SiC.

En combinant (1.1) et (1.2), on obtient la masse de gâteau sec déposé en fonction du volume de filtrat :

$$M_z = \frac{\rho * c}{1 - \left(1 + \frac{\varepsilon * \rho}{(1 - \varepsilon) * \rho_s}\right) * c} * V \quad (1.3)$$

Si on regarde le problème du point de vue du volume entrant, on a de plus :

$$V = V_B - \frac{M_z}{\rho} (1 + \varepsilon) \quad (1.4)$$

Avec V_B le volume de barbotine injecté.

En associant (1.3) et (1.4) on a la masse de gâteau sec déposé en fonction du volume de barbotine injecté:

$$M_z = \frac{\rho}{1 + \left(1 - \frac{\rho}{(1 - \varepsilon) * \rho_s}\right) * \varepsilon * c} * V_B \quad (1.5)$$

De la masse de gâteau on peut déduire le volume de gâteau, dont on tire la hauteur du gâteau formé, hauteur influencée par le rapport volumique de préforme V_p et la section A de la préforme:

$$V_z = \frac{M_z}{\rho_s * (1 - \varepsilon)}$$

$$z = \frac{V_z}{A * (1 - V_p)}$$

2.3.1.2 Cinétique de construction et loi de Darcy

Pour la filtration sur membrane comme pour la filtration en profondeur, l'équation de base est la loi de Darcy, fréquemment formulée comme telle pour sa version intégrée [67] :

$$Q = \frac{k * A * \Delta p}{\mu * \Delta z} \quad (1.6)$$

Avec Q le débit sortant du milieu poreux (m³/s), A la section transversale de ce milieu (m²), Δz la longueur de milieu traversée par le fluide (m), μ la viscosité dynamique du fluide (Pa.s ou Pl), k la perméabilité du milieu considéré (darcy ou m²) et Δp la différence de pression dans le fluide entre l'entrée et la sortie du milieu (Pa), soit la perte de charge.

Pour parler de la construction du gâteau sur une membrane nous devons d'abord introduire la loi de Darcy dans sa formulation plus élémentaire, avec q_z (m/s) le débit unitaire instantané (également appelé vitesse de filtration ou de Darcy). Il s'agit du débit divisé par la section de passage du fluide en l'absence de réseau poreux, soit aussi [64, 66] :

$$q_z = -\frac{k}{\mu} * \frac{dp}{dz} = \frac{1}{A} * \frac{dV}{dt} \quad (1.7)$$

Après plusieurs décompositions du coefficient k et développement de l'équation (1.7), on obtient l'expression suivante, l'équation classique de la filtration sous une forme légèrement différente de celle énoncé par Sperry [66, 68–70]:

$$q_z = \frac{1}{A} * \frac{dV}{dt} = \frac{1}{\mu} * \frac{\Delta p}{\alpha_z * \omega + R_m} \quad (1.8)$$

Avec dV le volume élémentaire de filtrat (m³), α_z la résistance spécifique du gâteau (m/kg), ω la masse de gâteau déposé par unité d'aire (kg/m²) et R_m la résistance à l'écoulement de la membrane (m⁻¹).

2.3.1.3 Filtration à débit constant ou pression constante

Les injections menées dans le projet sont décomposées en une première phase à débit constant, puis une seconde à pression constante. On peut donc transformer l'équation (1.8) pour répondre à l'hypothèse de chaque phase, ce qui nous permettrait d'obtenir des valeurs approchées de la hauteur de gâteau construite dans le renfort en fonction du temps pour des cas simples.

A débit constant on a $q_z = \frac{dV}{dt} = cst = \frac{V}{t}$, et donc après manipulations de (1.3) et (1.8) on a [66]:

$$z = \frac{V * W_z}{A * (1 - \varepsilon) \rho_s}$$

$$= \frac{1}{(1 - V_p) * (1 - \varepsilon) * \rho_s} \sqrt{\left(\frac{R_m}{2 * \alpha}\right)^2 + \frac{\Delta p * W_z}{\mu * \alpha} * t} - \frac{R_m}{2 * \alpha} \quad (1.9)$$

Avec Δp fonction du temps et tel que :

$$\Delta p = \frac{\mu * \alpha * W_z * q_z^2}{A^2} * t + \frac{\mu * R_m * q_z}{A} \quad (1.10)$$

En combinant les équations (1.9) et (1.10), on constate que le processus de construction à débit constant est dominé par $z(t) = t$.

A pression constante, on a cette fois $\Delta p = cst$, et donc après manipulations de (1.3) et (1.8) on a [66] :

$$z = \frac{W_z}{(1 - V_p) * (1 - \varepsilon) * \rho_s} \sqrt{\left(\frac{R_m}{W_z * \alpha}\right)^2 + \frac{2\Delta p}{\mu * \alpha * W_z} * t} - \frac{R_m}{W_z * \alpha} \quad (1.11)$$

On constate dans ce cas-ci une domination du procédé par $z(t) = \sqrt{t}$, ce qui indique une réduction de la vitesse de construction importante par rapport à une construction à débit constant.

Enfin, on note que le tracé en continue de la courbe $\frac{t}{V}$ en fonction de V donne une droite de pente $\frac{\mu\alpha W_z}{2\Delta p A^2}$ en l'absence de variation de section, comme montré en Figure 2-30. Cette courbe permet donc de déterminer assez facilement l'emplacement du front de construction pour des pièces simples, la section de construction étant le seul élément variant.

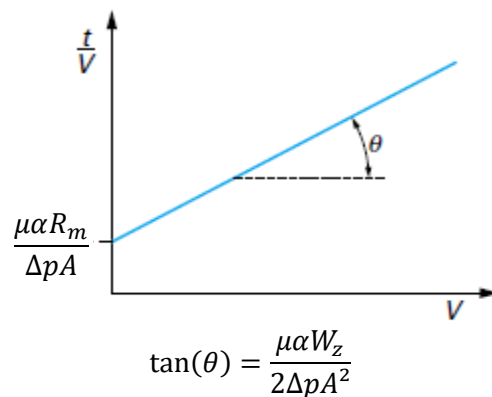


Figure 2-30 Exemple de courbe $\frac{t}{V}$ en fonction de V pour une section A constante [66]

2.3.2 Les écoulements en milieu poreux et construction en profondeur

Même si dans la plupart des cas on peut considérer la préforme comme totalement perméable durant la construction du gâteau, il peut y avoir des cas limites présentant des zones d'écoulement trop rapides menant à des phénomènes de rétention dans le renfort et de filtration en profondeur [71]. Dans un premier temps on peut s'intéresser sommairement aux lois qui régissent l'écoulement forcé dans un milieu poreux.

2.3.2.1 Écoulement dans les médias poreux

L'écoulement dans les médias poreux en écoulement laminaire est essentiellement décrit par la loi de Darcy évoquée plus tôt. Dans le cas d'une vitesse de Darcy importante, augmentant trop le nombre de Reynolds, des effets inertiels entrent en jeu et on risque de passer dans un autre régime (turbulent, par exemple). L'écoulement dans un milieu poreux répond à la loi de Darcy-Forchheimer qui étend la loi de Darcy en y ajoutant un terme dépendant quadratiquement de la vitesse [72]:

$$-\frac{dp}{dz} = \frac{\mu}{k} * q_z + \frac{\rho * \beta}{\sqrt{k}} * \|q_z\| * q_z \quad (1.12)$$

Avec ρ la masse volumique du fluide et β le nombre d'Ergün, constante généralement autour de 0,5.

Pour mieux décrire les écoulements dans les lits de particules tassées on utilise le modèle de Kozeny, simplifiant le milieu poreux comme un ensemble de capillaires non cylindriques parallèles mais pas nécessairement orientés dans la direction de l'écoulement. Ce modèle donne la relation de Kozeny-Carman, basée sur la relation de Poiseuille [64] :

$$\frac{\Delta p}{\Delta z} = h_k * \mu * a^2 * \frac{(1 - \varepsilon)^2}{\varepsilon^3} * q_z \quad (1.13)$$

Avec a la surface spécifique des éléments composant le lit (m^{-1}), soit la surface de l'élément sur son volume, et h_k la constante de Kozeny souvent entre 3 et 10, par exemple environ 5 pour un lit de poudre de porosité inférieure à 0,7.

Pour un nombre de Reynolds supérieur à 6 le régime n'est souvent plus laminaire et la relation de Kozeny-Carman peut être généralisée par l'équation d'Ergün. Cette équation est en réalité identique à la loi de Darcy-Forchheimer, mais utilise des coefficients spécifiques [64, 73]:

$$\frac{\Delta p}{\Delta z} = h_k * \mu * a^2 * \frac{(1 - \varepsilon)^2}{\varepsilon^3} * q_z + h_b * \rho * a * \frac{(1 - \varepsilon)}{\varepsilon^3} * q_z^2 \quad (1.14)$$

Avec h_b la constante de Burke-Plummer.

2.3.2.2 Rétention et construction en profondeur

Comme mentionné précédemment, le passage de la barbotine dans la préforme présente des risques de rétention de particules et de filtration en profondeur (Figure 2-31), les principaux risques sont illustrés en Figure 2-32. Si la barbotine est mal exécutée ou trop vieille par exemple, il y a des risques de sédimentation, de capture par les forces de Van der Waals et par les interactions électrostatiques, ou de diffusion trop importante. Aussi, si la préforme présente des rétrécissements, culs de sac ou des géométries trop contraignantes pour le flux, la barbotine va faire de la rétention à ces points. Enfin, si le débit d'injection est trop important, les effets inertiels peuvent déclencher de la filtration en profondeur [71, 74].

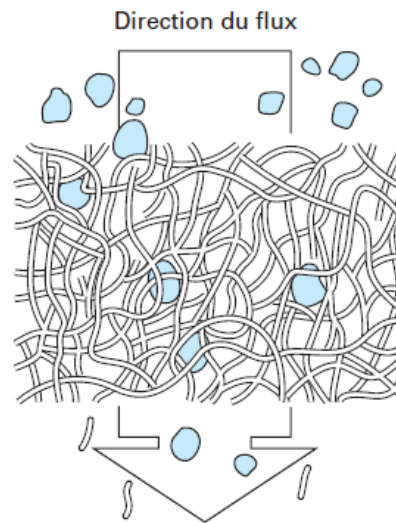


Figure 2-31 Illustration du phénomène de rétention de particule dans un milieu fibreux [75]

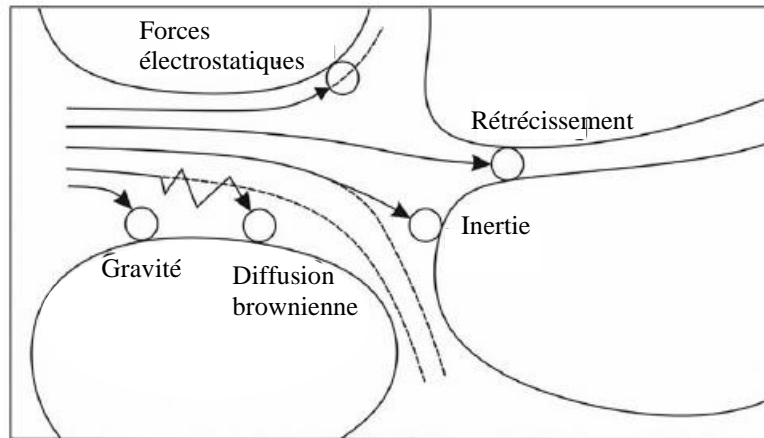


Figure 2-32 Principaux mécanisme de capture de particules par un média poreux [71]

La rétention de particules dans la préforme est un problème important dans le projet, car elle crée d'importants défauts en construisant du gâteau en amont du front principal, bloquant l'écoulement de la barbotine en aval de la rétention, ce qui crée des pores importants dans la matrice du composite.

De nombreux modèles mathématiques ont été proposés pour décrire et prévoir ce phénomène dans les milieux fibreux [76], certains proposent des équations pour estimer la rétention de particules [77], d'autres plus récents reposent sur des modèles probabilistes et sur les équations de Boltzman [71]. La construction de gâteau en profondeur, n'étant pas sensée se produire avec les débits utilisés dans le projet, sauf de manière anecdotique, on ne s'attardera pas sur ces modèles.

2.3.3 Détail sur le procédé d'injection/filtration et état de l'art

2.3.3.1 L'injection/filtration dans la littérature scientifique

Le procédé injection/filtration ayant été développé récemment chez Safran Ceramics pour la fabrication de CMC SiC/SiC et Oxyde/Oxyde, on en trouve peu mention sous forme d'articles de revue en dehors des articles publiés par A. Scola [78, 79]. Il est essentiellement décrit dans les mémoires de thèse liés à ce développement, documents rédigés par des doctorants de l'Université de Bordeaux ou de Polytechnique Montréal (entre autres : [43, 80–85]). Le procédé reste relativement semblable à l'injection de barbotine classique pour la phase d'infiltration [54] d'une part, et à la filtration de gâteaux céramiques sans préformes d'autre part [86].

2.3.3.2 Fonctionnement de l'injection/filtration

Le procédé d'injection/filtration consiste à construire un gâteau de poudre céramique dans une préforme fibreuse 3D, pré-consolidée par CVI et rigide dans les cas des SiC. La préforme est disposée dans un moule adoptant sa géométrie et dont certaines surfaces sont filtrantes et adaptées à la barbotine utilisée, tandis que d'autres permettent l'admission de barbotine, enfin on a généralement des surfaces dites neutres, non impliquées dans l'injection ou la filtration.

Les barbotines utilisées présentent un pourcentage volumique de SiC entre 10 % et 35 %. Elles comprennent également un pourcentage de liant thermoplastique destiné à maintenir l'intégrité du gâteau. Enfin, elles voient différentes étapes et ajouts (dispersants) destinés à les stabiliser en maintenant une bonne dispersion des particules dans la suspension. Cela permet de garder une suspension homogène en contrant les interactions de Van der Waals entre particules et le gradient de sédimentation pendant un temps suffisant pour permettre la réalisation des injections.

Comme montré en Figure 2-33, après disposition de la préforme dans le moule, elle subit certaines opérations de préparation comme une pré-saturation de son réseau poral par le fluide porteur de la barbotine. Puis la barbotine est injectée sous pression, avec parfois un tirage du vide en sortie du filtre avant ou après pré-saturation.

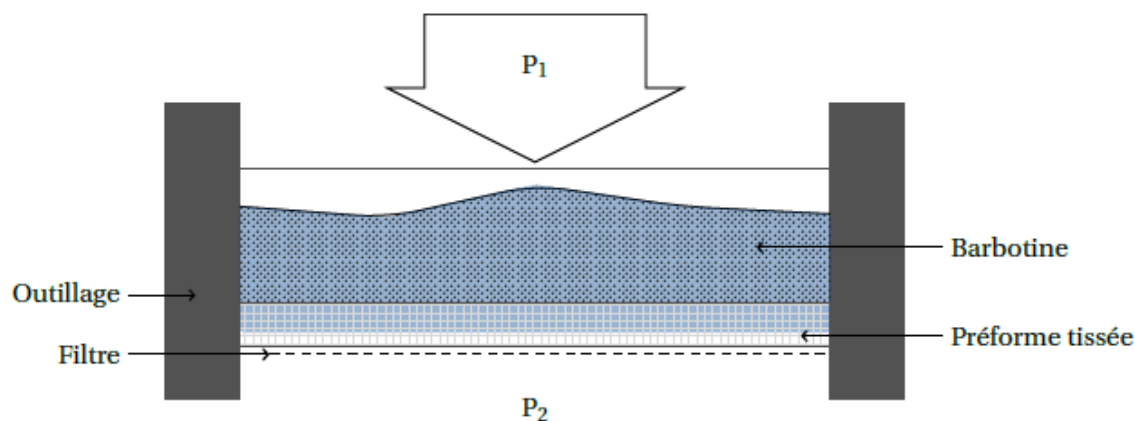


Figure 2-33 Schéma de principe de la pré-densification de CMC SiC/SiC par injection/filtration

[85]

Après injection la pièce peut directement être décochée sans longue phase de séchage. C'est permis par l'utilisation d'une préforme 3D rigide. S'ensuit une phase de séchage, dont le temps dépend du rapport entre le volume et la surface de la pièce, précédant un traitement de pré-frittage à très haute

température, éliminant le liant chimique, et liant thermiquement les grains de poudre composant la matrice entre eux. La pièce va finalement subir un traitement par LSI la densifiant.

La combinaison injection/filtration puis LSI permet de mouler rapidement et à coût réduit des pièces complexes. Elle utilise des préformes 3D et offre de bonnes propriétés mécaniques. L'utilisation de barbotines assez peu chargées (15%-35%) à pression réduite (<10 bars) assure une bonne préservation des fibres. La phase de LSI offre une bonne masse volumique de matrice à la pièce. La matrice obtenue par injection/filtration présente cependant des fissures de retrait et nécessite un important travail sur les stratégies d'injection et de filtration pour éviter de gros pores. Ces fissures et pores sont par la suite comblés par le LSI, ce qui crée des problèmes de manque d'homogénéité dans la matrice.

CHAPITRE 3 PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

Les preuves de concept du procédé injection/filtration de barbotine développé par Safran Ceramics sont déjà bien établies sur des plaques en injection et filtration par des faces parallèles, comme vu dans le dernier chapitre de la revue de littérature. Avant de passer à une phase préindustrielle de production de petites séries de pièces réelles, le développement de ce procédé requiert donc désormais des confirmations et une caractérisation de ses limites pour des pièces complexes.

3.1 Objectifs

Ma tâche dans cette maîtrise était de créer les moules de pièces SiC/SiC pour des géométries fournies par Safran Ceramics. L'intérêt principal du projet global étant donc de permettre un meilleur contrôle et une meilleure prévision de la santé matière des composites injectés. L'objectif de cette maîtrise était d'effectuer des injections qui répondant à des stratégies prédéterminées dans le but d'évaluer leur influence sur la construction de la matrice des pièces, et donc de définir les stratégies optimales pour des pièces de géométrie complexes et variables.

Un second étudiant, Gabriel Leleu, a travaillé de la même façon sur des pièces Oxyde/Oxyde.

3.2 Sous objectifs

Concevoir les moules de pièces technologiques, présentant des géométries proches de celles de pièces réelles, pour établir une liste de bonnes pratiques de conception.

Mener des essais pour obtenir des informations quantitatives sur la croissance de cru en configurations longitudinales, et dans des pièces présentant des géométries complexes pour aider les modélisateurs du laboratoire.

Réaliser des essais utilisant différents paramètres d'injection, apportant des informations qualitatives et quantitatives sur la formation de la matrice dans ces géométries selon la stratégie d'injection.

Pour chaque pièce traitée, le projet fonctionne selon un cycle en V (Figure 3-1). On a une phase de définition des besoins et de conception, puis une phase de mise en route du moule, de réalisation des essais puis de qualification des échantillons destinés à caractériser les stratégies d'injection.

Pour les deux pièces étudiées, les images de microtomographie ont subies un traitement permettant de conserver la confidentialité.

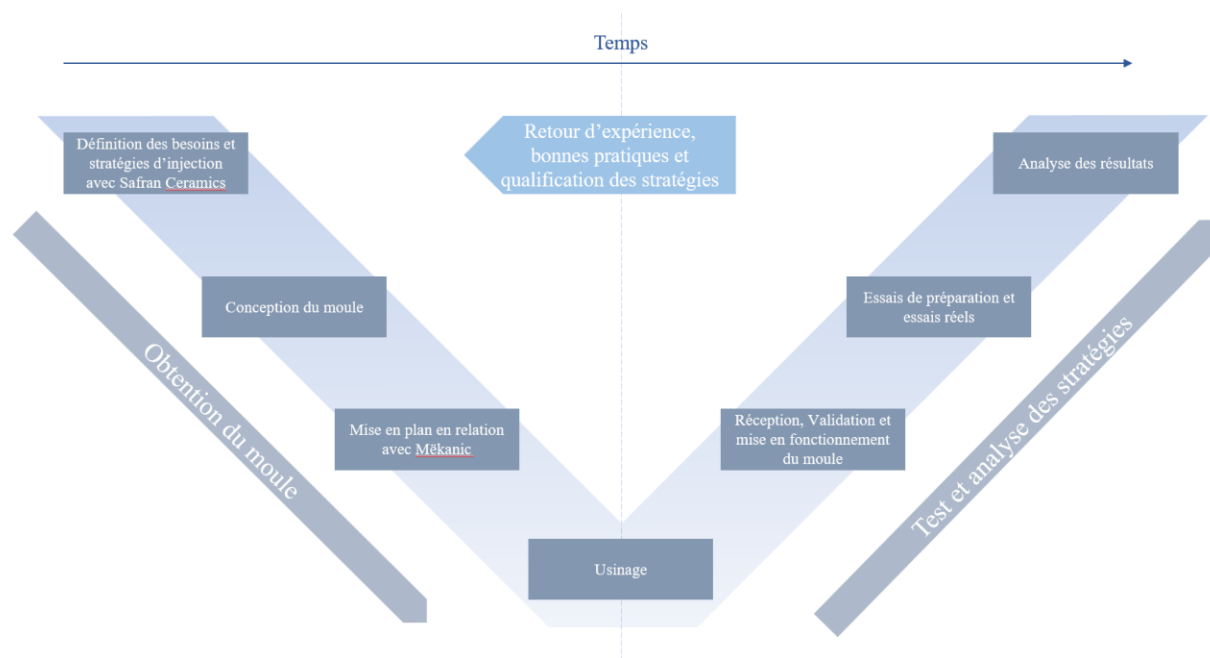


Figure 3-1 Cycle en V des différentes étapes principales du projet (essais longitudinaux et éprouvette à épaisseur variable)

CHAPITRE 4 MÉTHODOLOGIE

4.1 Fabrication et qualification de la barbotine

La barbotine utilisée pour injecter les CMC du projet est une barbotine contenant une dizaine de pourcentages volumiques de poudre SiC. Il s'agit d'une barbotine composée d'eau distillée, de d'un volume de poudre SiC, d'un faible pourcentage de liant et de dispersant destiné à maintenir le pH basique de la suspension. Un certain nombre d'éléments et de valeurs numériques resteront flous dans cette partie pour des raisons de confidentialité industrielle.

4.1.1 Fabrication de la barbotine

4.1.1.1 Mélange de l'eau et du liant

Pour bien se mélanger à l'eau, il est nécessaire d'incorporer le liant dans de l'eau entre 80°C et 90°C. Environ 850 g d'eau distillée est donc chauffée dans une bouilloire bien nettoyée jusqu'à ébullition. Cette eau est versée dans une bonbonne refermable propre d'un litre dont le contenu est complété avec de l'eau à température ambiante, donnant une température d'environ 88 °C (contrôlée par thermomètre). Le liant, sous forme de cristaux, est pesé sur une balance de haute précision Sartorius CPA 124S, de capacité 120 g et de précision $\pm 0,1$ mg puis versé en pluie dans la bonbonne. Les opérations précédentes sont menées avec la bonbonne sur une balance de précision Denver Instrument pour s'assurer de pertes restreintes de liant durant le transfert et d'eau par évaporation. Le contenant est refermé et placé sous agitation magnétique sur un agitateur Isotemp de Fisher Instrument (disposant d'une plage d'utilisation de 60 à 1200 tr/min), et ce jusqu'à refroidissement.

Cette eau additionnée de liant est par la suite utilisée pour produire les prochaines barbotines sur le prochain mois et est agitée avant utilisation.

4.1.1.2 Mélange de la barbotine

Tout d'abord, de l'eau est prélevée dans un bécher propre, puis placée sous agitation magnétique à une fréquence précise après ajout d'une goutte de dispersant. Ensuite, la bonne quantité de poudre SiC est pesée dans un récipient ayant déjà contenu de la poudre (pour éviter d'en perdre sur les parois). On peut maintenant procéder au mélange de la barbotine (Figure 4-1). Le pH-

mètre/conductimètre utilisé est un accumet XL200 de Fisher Instrument, il présente un intervalle de mesure de pH de -2 à 20 et une précision de $\pm 0,002$ en pH. Enfin, l'agitation est réduite à une seconde fréquence définie et on recouvre le bécher. Cette barbotine doit être utilisée après un certain temps d'agitation et ne peut l'être que pendant quelques heures.

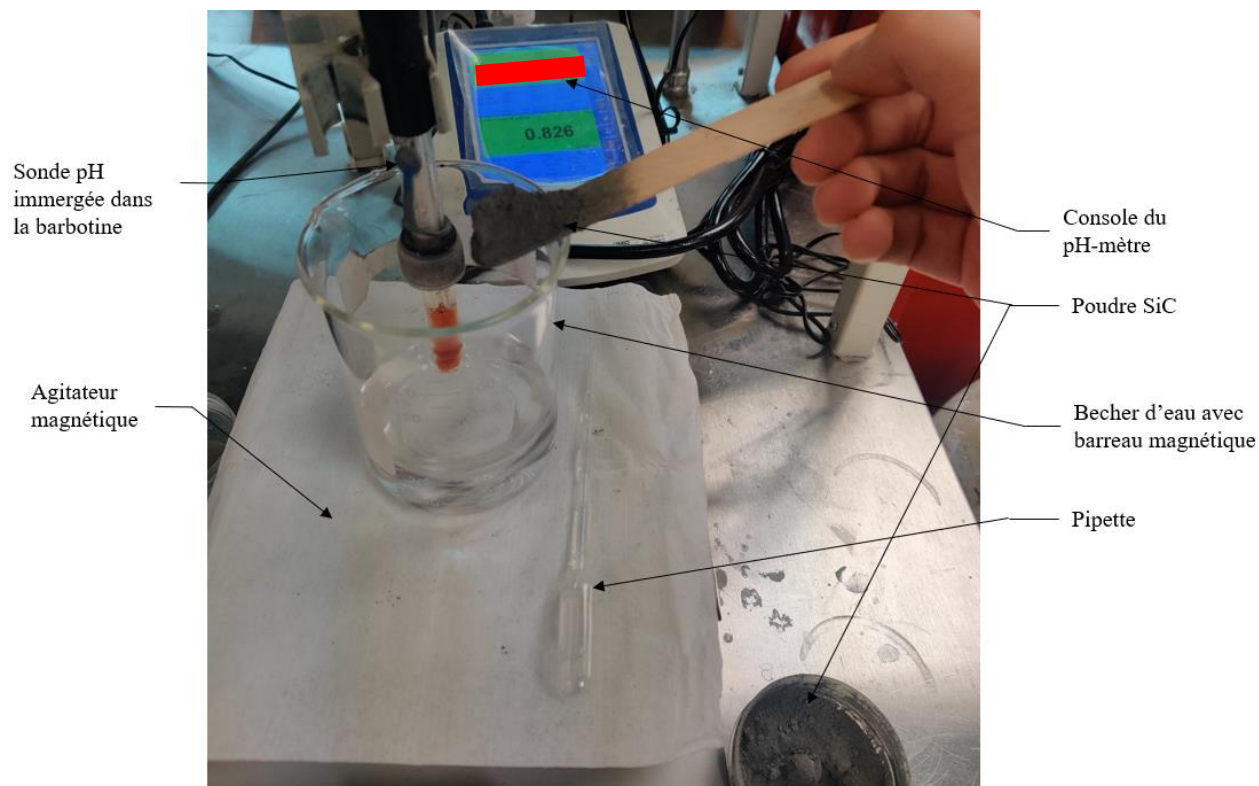


Figure 4-1 Photographie légendée du montage de mélange de la barbotine

4.1.2 Contrôle de la barbotine avant utilisation

Après avoir attendu le temps d'homogénéisation, il est nécessaire de valider les bonnes propriétés de la barbotine. On contrôle sa viscosité, son pH et sa densité. La granulométrie de la barbotine a également été caractérisée en amont par Gabriel Marcil-St-Onge, mais, bien que donnée fondamentale, n'a pas été validée systématiquement, faute de matériel.

4.1.2.1 Utilisation du rhéomètre

Pour valider la bonne rhéologie de la barbotine, il est nécessaire de la soumettre à un test sur rhéomètre, un appareil permettant de qualifier le comportement d'un liquide face à une vitesse de cisaillement. Dans notre cas, il nous permet d'obtenir la courbe viscosité en fonction de la vitesse

de cisaillement de la barbotine. Cette courbe permet de nous assurer d'une viscosité suffisamment faible aux vitesses d'injection employée. Le rhéomètre utilisé au laboratoire est un rhéomètre rotatif à contrainte imposée Anton Paar MCR 501 pouvant mesurer des couples entre $0,01 \mu\text{N.m}$ et 300 mN.m avec une résolution de 1 nN.m . Il est utilisé en configuration dite « Couette simple » (Figure 4-2) avec un cylindre lisse, et non cannelé, correspondant au protocole utilisé par les différents acteurs du projet.



Figure 4-2 Anton Paar MCR 501 avec géométrie Couette montée

Après une stabilisation d'une heure, le circuit d'eau garantissant la bonne température du liquide est lancé. Le cylindre métallique est rempli de barbotine puis installé dans son logement. Une fois la température du liquide stabilisée par le circuit d'eau, le rotor de la géométrie Couette est fixé au rhéomètre, puis abaissé en position de mesure, le rhéomètre le plongeant dans le cylindre jusqu'à recouvrement par la barbotine. Finalement, la barbotine est recouverte d'huile minérale pour limiter l'évaporation du solvant (Figure 4-3).

Le cycle de mesure se présente comme suit. Après une étape d'initialisation, le rhéomètre prend 18 points à intervalles fixes et à taux de cisaillement croissant (entre $0,1 \text{ s}^{-1}$ et 300 s^{-1}), puis 18 points aux mêmes valeurs de taux cisaillement mais en décroissant.

Un capteur de couple mesure l'effort nécessaire à la mise en mouvement de la géométrie, permettant de remonter à la viscosité dynamique du fluide.

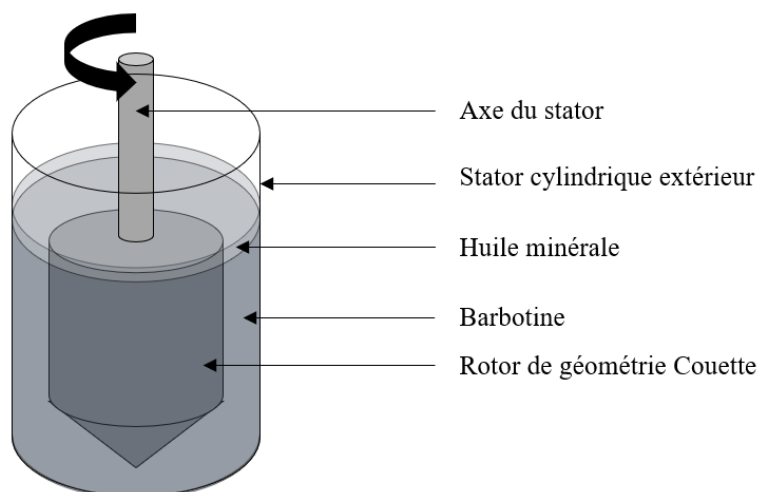


Figure 4-3 Schéma de fonctionnement du rhéomètre avec géométrie Couette

4.1.2.2 Utilisation du pH-mètre

Pour conserver une bonne dispersion de particules, la réalisation de la barbotine dans un solvant basique est nécessaire. On doit ainsi conserver le mélange dans un intervalle de pH précis pendant l'ajout graduel de la poudre de SiC. Le pH est directement lisible sur la console du pH-mètre et son contrôle s'effectue en continu avec la sonde plongée dans la suspension sous agitation (Figure 4-1). La sonde doit être bien nettoyée avant et après utilisation et maintenue plongée dans une solution de stockage à un pH de 4 environ en dehors de son utilisation. L'étalonnage du capteur doit être réalisé régulièrement, cela grâce à quatre buffers de pH calibrés, le pH-mètre étant utilisé pour des barbotines basiques (SiC) et acides (alumine).

4.1.2.3 Mesure de la masse volumique

Enfin, pour s'assurer de la bonne masse volumique de la barbotine et d'une évaporation réduite du solvant, on procède à une mesure utilisant une pipette électronique Thermo Scientific Finnpiquette 46200600 (présentant une capacité de 1000 μL , une exactitude de 0,6% et une précision de 0,2%) et une balance de haute précision.

Un bécher est tout d'abord placé sur la balance. Après tarage, un millilitre de la suspension est prélevé grâce à la pipette, puis versé dans le bécher. Avant de prélever, il faut s'assurer de mouiller l'intérieur de l'embout de la pipette avec la barbotine. La lecture de la masse de barbotine sur la balance nous donne directement la masse volumique de celle-ci.

4.2 Utilisation de la colonne de Darcy

La colonne de Darcy est une machine sur mesure réalisée par la compagnie Mèkanic pour les thèses de A. Scola [43] et G. Marcil-St-Onge (Figure 4-4). Elle était initialement destinée à l'injection de disque de CMC directement en son sein et à des études de perméabilité, mais a été utilisée comme injecteur de barbotine pour ma partie du projet. La colonne permet un contrôle précis de la pression ou du débit d'injection et a une contenance effective maximale de 230 ml.

4.2.1 Assemblage et démontage

L'assemblage de la colonne s'effectue en plusieurs étapes. Les différentes pièces du culot de la colonne sont d'abord assemblées (utilisé originellement pour le moulage de disque directement dans l'enceinte de la colonne). Le cylindre qui supporte la vanne d'admission et le capteur de pression (Figure 4-4) vient ensuite se joindre au culot grâce à quatre vis.

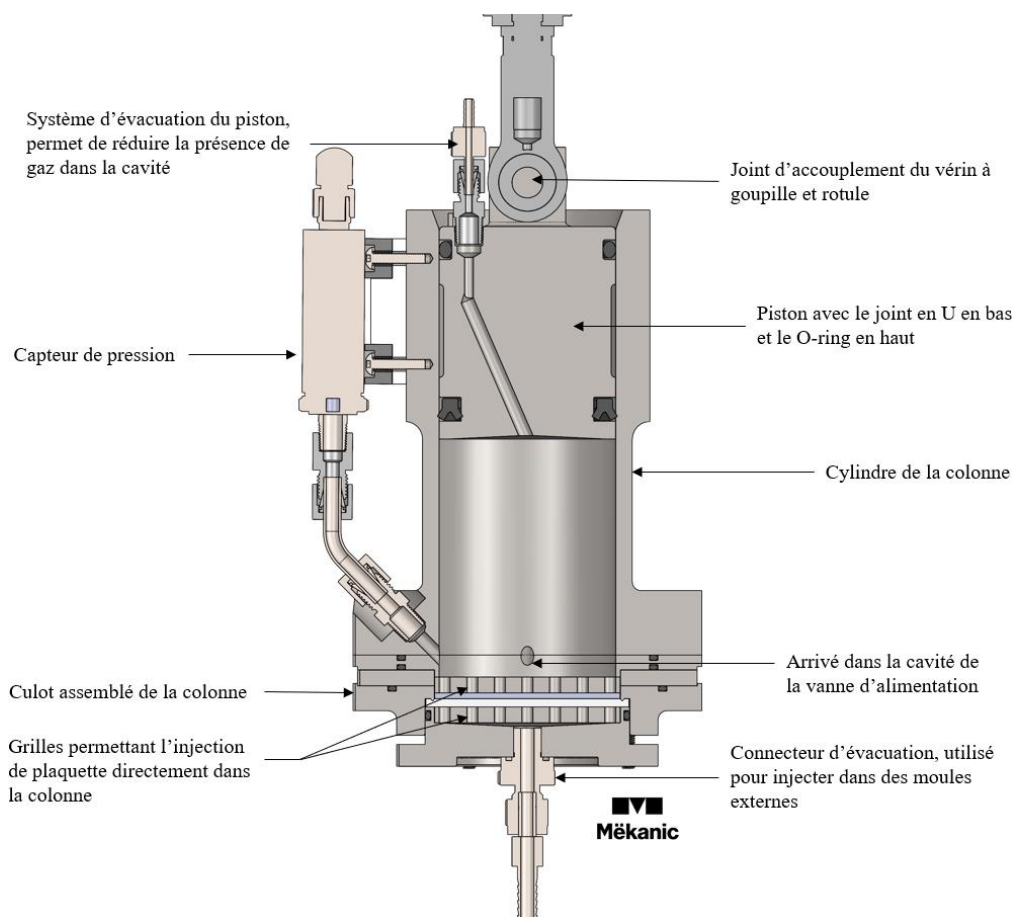


Figure 4-4 Schéma de la colonne de Darcy

Cet ensemble est ponté sur le chariot glissant du bâti en profilé d'aluminium (sur lequel le vérin et le moteur sont fixés). La cale imprimée en 3D pour cette maîtrise, et également utilisée pour le travail sur les composites Oxydes/Oxydes de Gabriel Leleu, est positionnée dans la colonne. Elle est destinée à adapter l'outil pour les besoins d'une injection extérieure en réduisant l'empreinte de la partie culot en termes de volume, ce qui limite le gaspillage de barbotine. Par la suite, le piston est rentré dans le cylindre de la colonne après avoir été graissé, puis le chariot est verrouillé à la bonne position grâce à quatre boulons. Le piston est finalement accouplé au vérin grâce à une goupille. Le système est asservi par un contrôleur géré par une interface sur un ordinateur de contrôle (Figure 4-5).

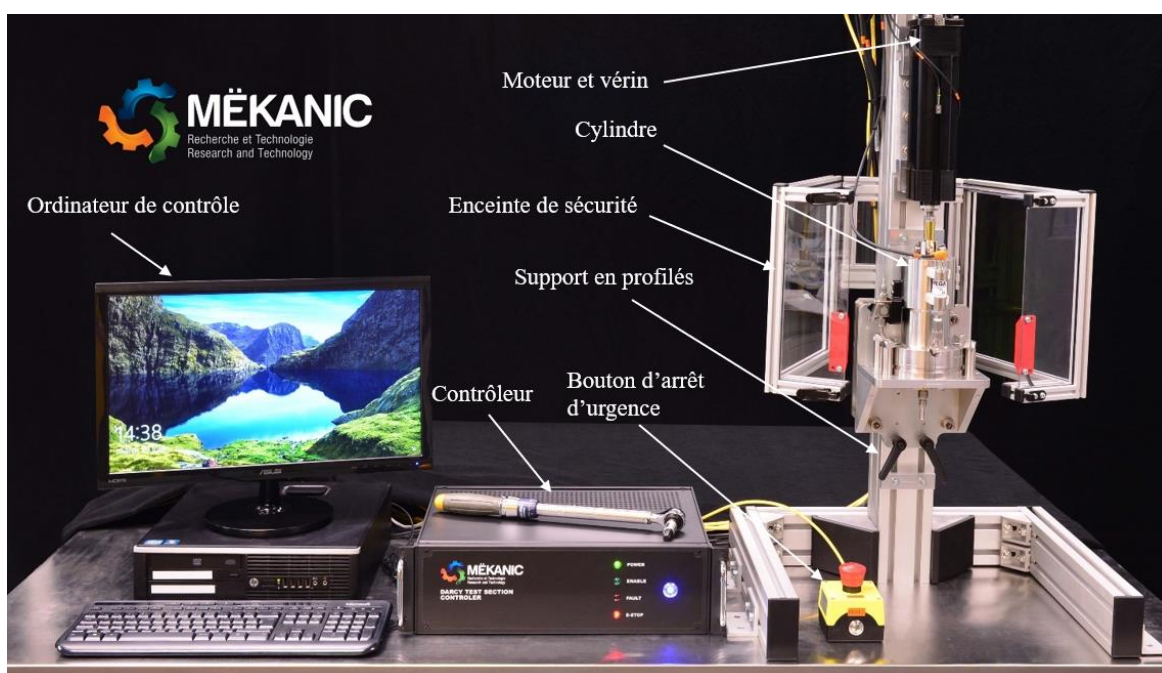


Figure 4-5 Photographie légendée de l'ensemble du système colonne de Darcy

Après utilisation, la colonne est démontée dans le lavabo et les pièces sont rincées une à une, puis mises au bain à ultrason (Vevor Digital Pro 10L) pour un quart d'heure. Elles sont enfin rincées à nouveau et séchées. Un regard particulier est donné aux différentes durites ainsi qu'à l'intérieur du joint en U du piston, à la vanne d'admission et à la bouche du capteur de pression, ces trois éléments ayant tendance à retenir facilement de la poudre, pouvant causer des problèmes de contamination entre les différents volets du projet.

4.2.2 Contrôle de la colonne et fonctionnement

Le programme de contrôle LabView de la colonne fonctionne selon deux modes, le mode manuel et le mode automatique. Le premier permet essentiellement de contrôler directement le positionnement du piston en demandant une addition ou une soustraction au volume de la cavité de la colonne. Le second permet de réaliser les essais. On peut, dans ce second mode, régler différentes étapes d'essais en contrôlant l'injection soit en pression, soit en débit pour chaque étape (Figure 4-6). On peut régler la pression, le débit le volume à injecter et le temps d'injection pour chaque étape, on peut également exclure un paramètre en remplissant un -1 à la place de la valeur.

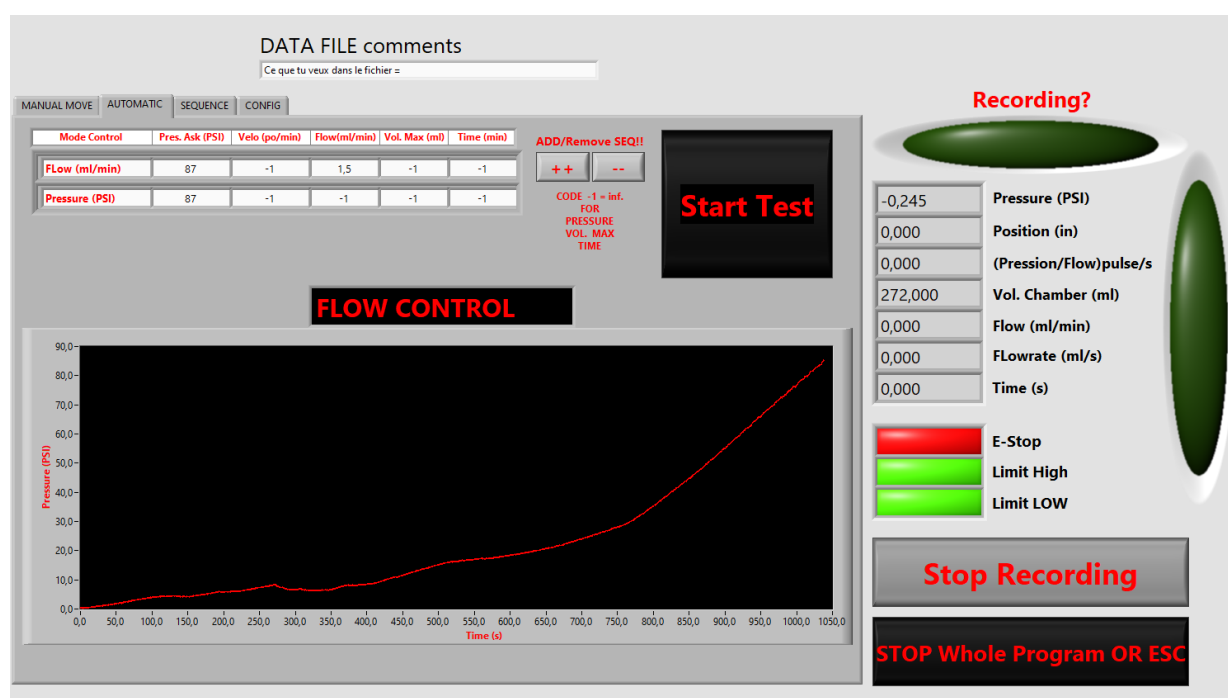


Figure 4-6 Capture d'écran de l'interface de contrôle de la colonne, dans l'onglet automatique

La colonne utilise différents éléments pour assurer l'asservissement demandé. La pression est acquise grâce à un capteur Omega PX119-150GI, mesurant des pressions entre 0 et 10,3 bars avec une exactitude de 0,50 % BFSI, et le piston est actionné par un vérin AxiDyne RSA32 BN05 d'une course maximale de 90 cm environ et d'une exactitude de 0,0025 mm par cm, donc de 0,56 ml, soit 0,25% environ.

Une fois la colonne montée et le piston positionné pour le volume désiré, le moule utilisé pour l'essai est couplé au culot grâce à une durite, puis la colonne est remplie d'eau pour une présaturation ou de barbotine pour une injection. Dans les deux cas, le remplissage s'effectue

lentement grâce à une seringue reliée à la vanne d'admission par une durite. Quand la colonne est remplie, le fluide commence à pénétrer dans la durite d'évacuation du piston, qui est clampée au niveau du liquide pour sceller la colonne. Le moule peut alors être déconnecté, pour pouvoir pousser la suspension jusqu'au bout de la durite de couplage (cela dans le but de réduire la présence de bulles dans le système et dans le composite), puis reconnecté.

Les essais commencent par une présaturation, durant laquelle on injecte le fluide porteur de la barbotine et à débit constant, suivis de l'injection de barbotine après purge du moule. Les injections se déroulent avec une montée en pression à débit constant, suivi d'un maintien de la pression.

4.3 Contrôle des spécimens

Après la fabrication des spécimens, ils doivent être qualifiés pour évaluer le taux de remplissage, l'allure de construction du front de remplissage dans le cas d'essais interrompus et la localisation et la taille des défauts. En dehors du simple contrôle visuel, les principaux outils utilisés sont la triple pesée et la microtomographie.

4.3.1 Microtomographie

La microtomographie au rayon X est la principale méthode de contrôle utilisée pour qualifier l'allure du front, ainsi que la taille, la localisation et la forme des défauts dans les échantillons produits. Il s'agit d'une technique non destructive permettant de donner une vue (intérieure) en 3D de l'échantillon analysé. La machine utilisée est une Zeiss Xradia 520 Versa avec sa suite logicielle propriétaire, elle permet une résolution spatiale de 0,7 μm .

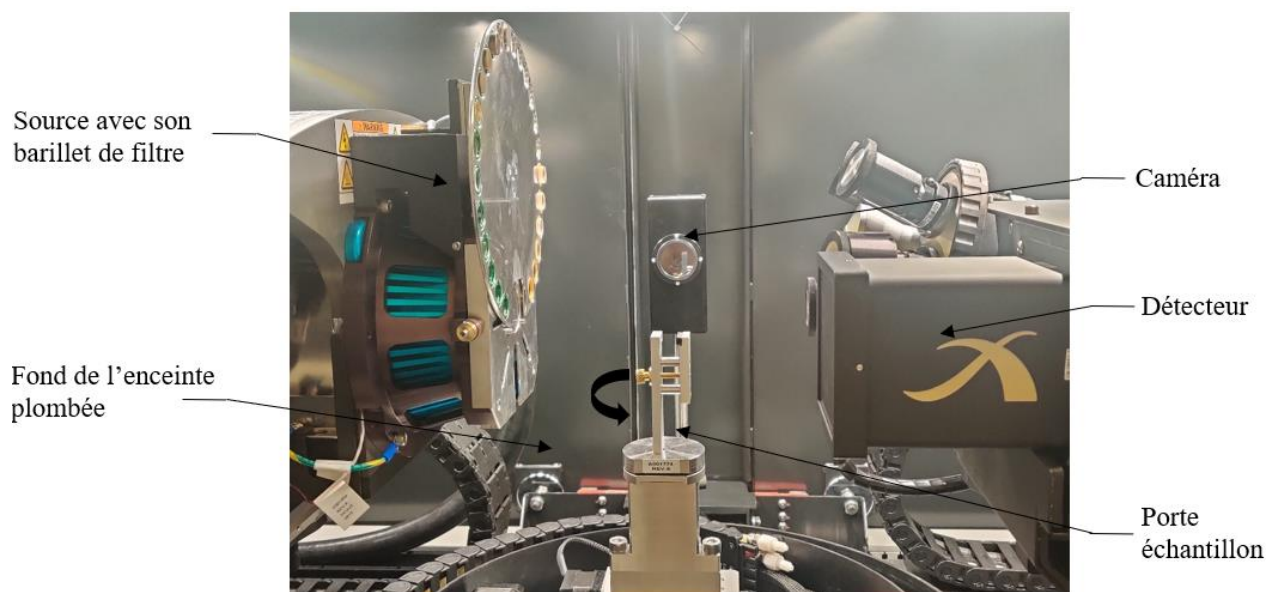


Figure 4-7 Photographie légendée de l'intérieur de la Xradia 520 Versa

Pour lancer un scan, on doit d'abord s'assurer d'avoir la source et le détecteur en positions écartées. L'échantillon est ensuite fixé sur un porte échantillon adapté qui vient se loger dans l'enceinte de la machine (Figure 4-7), puis la porte est verrouillée. Les différents réglages peuvent maintenant être menés sur le logiciel Scout-and-Scan. Après avoir créé le fichier, l'échantillon, la source et le détecteur sont positionnés à l'aide d'une caméra située dans l'enceinte. Ils doivent être placés de manière à voir la zone désirée avec la bonne taille de voxels. Durant l'opération, il faut bien veiller à garder la source et le détecteur hors de contact avec l'échantillon pendant la rotation de ce dernier. Pour avoir une transmittance et une intensité adéquate, les différents paramètres (la puissance de la source, le temps d'acquisition, le filtre de la source, etc.) sont réglés par itération, le logiciel permettant la prévisualisation du résultat d'une tranche, donnant l'intensité à chaque pixel et la transmittance après une prise de référence. Le scan peut finalement être lancé après avoir choisi le nombre de prises et après préchauffe de l'enceinte.

Une fois le scan terminé, le fichier peut être exporté pour son traitement sur le logiciel d'analyse d'image Dragonfly (Figure 4-8). Cela nous permet de visualiser l'intérieur de la pièce grâce à différentes vues en coupe. Même s'il est relativement ardu d'utilisation pour certaines opérations avancées, Dragonfly permet aussi d'effectuer de nombreux traitements sur le fichier, pour isoler le volume de porosité par exemple.

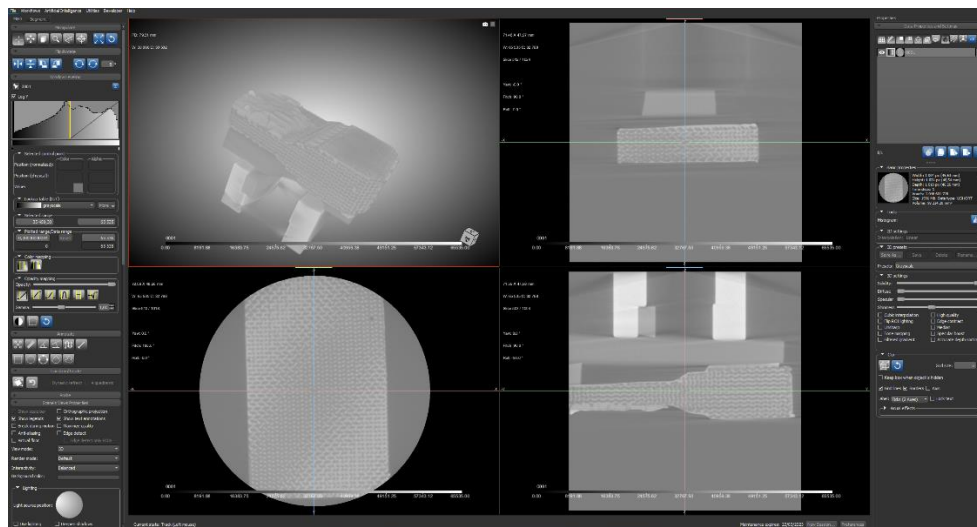


Figure 4-8 Capture d'écran de l'interface de Dragonfly avec une éprouvette polymère visible

4.3.2 Triple pesée et autres mesures de porosité

La triple pesée est une méthode décrite essentiellement dans la norme ISO 5017. Elle permet de déterminer précisément la porosité ouverte d'un échantillon poreux à l'aide de la masse sèche de l'échantillon, de la masse de l'échantillon imprégné d'un fluide et de la masse apparente de l'échantillon quand immergé dans un fluide (c'est-à-dire la masse de fluide déplacée par l'immersion de l'échantillon imprégné).

La procédure utilisée pour obtenir les différentes masses est la suivante. Après avoir retiré le surplus de gâteau en surface de l'échantillon, la masse sèche est obtenue par une pesée à la balance de haute précision. L'échantillon est ensuite imprégné avec un liquide (eau désionisée pour une préforme non injectée et hexadécane pour un échantillon injecté). Pour ce faire, l'échantillon est d'abord mis sous vide dans une cloche à vide au moins quatre heures, puis est immergé rapidement dans un bécher contenant le liquide à imprégner. Ce bécher est finalement laissé sous vide durant une dizaine d'heures.

La mesure de la masse de l'échantillon imprégné peut maintenant être menée. Après avoir dressé le module de triple pesée dans la balance de haute précision et taré (Figure 4-9), un chiffon propre est appliqué sur chaque surface de l'échantillon pour éliminer l'excédent de liquide, puis la pièce est pesée sur le support de pesée non immergé. Pour finir, après avoir taré de nouveau, la masse

apparente de l'échantillon immergé est mesurée en le déposant précautionneusement sur le support de pesée immergé.

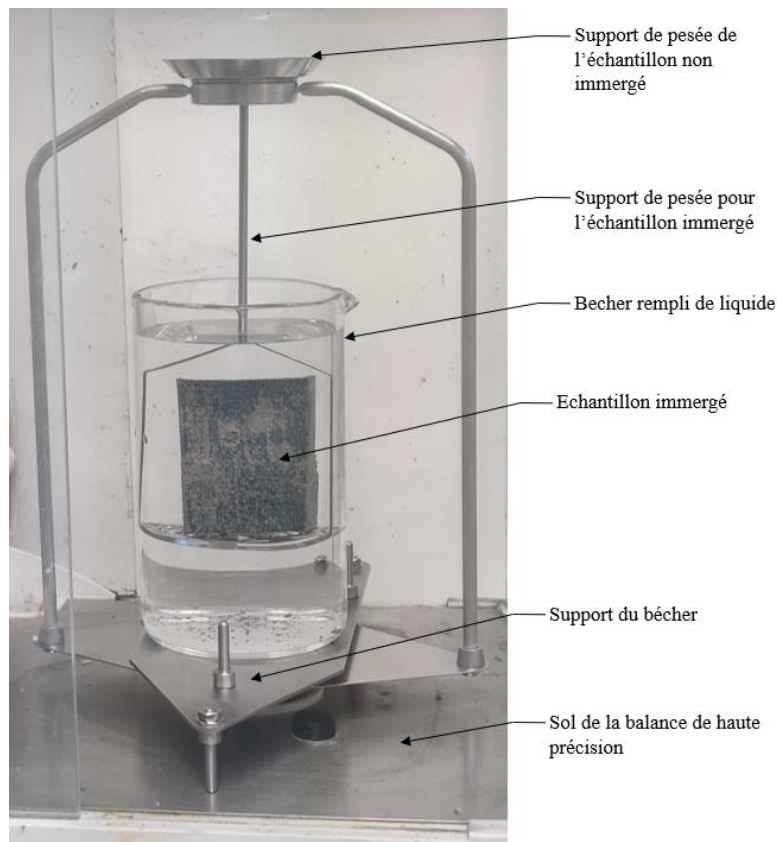


Figure 4-9 Montage légendé de triple pesée

La mesure des masses imprégnées et apparentes immergées sont effectuées deux fois pour s'assurer d'avoir des valeurs similaires, et plus si des valeurs trop dissemblables sont observées. Une fois la valeur moyenne de ces deux masses obtenues, la porosité apparente, c'est-à-dire la porosité ouverte de l'échantillon, peut être calculée grâce à la formule suivante :

$$\varepsilon_a = \frac{m_{imp} - m_{sec}}{m_{imp} - m_{app}} \quad (4.1)$$

Avec m_{imp} la masse de l'échantillon imprégné, m_{sec} la masse de l'échantillon sec et m_{app} la masse apparente de l'échantillon immergé.

On obtient également la masse volumique apparente de l'échantillon grâce à la formule suivante :

$$\rho_a = \frac{m_{sec}}{m_{imp} - m_{app}} * \rho_{liq} \quad (4.2)$$

Avec ρ_{liq} la masse volumique du liquide utilisé pour l'imprégnation et l'immersion de l'échantillon.

Une fois ces valeurs obtenues, on peut obtenir le « remplissage » de la préforme, excluant les porosités intergranulaires. En effet, même totalement construit, un gâteau SiC présente une porosité intergranulaire d'environ 50%, avec la poudre utilisée. On remonte à ce remplissage comme tel :

$$r_m = \frac{1 - \frac{\varepsilon_a}{1 - V_p}}{1 - \varepsilon_{m-i}} \quad (4.3)$$

Avec V_p obtainable grâce à une mesure de triple pesée sur une préforme non injectée, ε_{m-i} la porosité intergranulaire d'un gâteau SiC (fournie par le travail de Gabriel Marcil-St-Onge) et r_m le remplissage du composite.

Le problème est que la porosité fermée est inaccessible avec cette méthode. Sa quantification nécessiterait la destruction du solide comme présenté dans la norme ISO 5018, heureusement les seules porosités fermées à l'hexadécane des échantillons SiC sont celles internes aux fibres de la préforme protégées par l'interphases, et ne jouent pas sur la qualification de la matrice étant de toutes façons inaccessibles pour la barbotine.

On peut également obtenir un ordre de grandeur moins précis de la porosité par deux autres méthodes. D'abord grâce au volume approximatif de l'échantillon, donné par le modèle CAO ou l'immersion d'un modèle imprimé en 3D par exemple, à la masse volumique du SiC et à la masse sèche de l'échantillon, et en utilisant à la formule suivante :

$$\varepsilon_a = \frac{\rho_{SiC} - \frac{m_{sec}}{V_{ech}}}{\rho_{SiC}} \quad (4.4)$$

Avec V_{ech} le volume total de l'échantillon.

Ensuite en utilisant la masse sèche de la préforme utilisée, la masse sèche de l'échantillon et le V_p avec la formule suivante :

$$\varepsilon_a = \frac{\frac{m_p}{V_p} - m_{sec}}{\frac{m_p}{V_p}} \quad (4.5)$$

On a de même :

$$r_m = \frac{V_p * (m_{sec} - m_p)}{(1 - V_p) * (1 - \varepsilon_{m-i}) * m_p} \quad (4.6)$$

Avec m_p la masse sèche de la préforme. Ce calcul de r_m est plus juste que celui basé sur les porosités (essentiellement à cause du comportement des surfaces des échantillons plus ou moins bien grattées et retenant plus ou moins bien le liquide), il sera donc utilisé pour analyser les résultats.

4.4 Utilisation des imprimantes 3D

L'impression 3D a été un outil important du projet, elle a permis de largement augmenter l'agilité de l'équipe et nous a permis de faire face à de nombreux problèmes qui auraient sinon demandé de nombreuses itérations d'usinage.

4.4.1 Présentation des imprimantes utilisées et du logiciel de découpe

Deux imprimantes FDM ont été utilisées durant ce projet. La première, une Prusa MK3S+, mon imprimante personnelle (Figure 4-10). Elle permet la fabrication de pièces de bonne qualité, et ce plutôt rapidement pour une imprimante FDM. Elle a notamment imprimé du PLA, du PETG, de l'ABS et des TPE durs pour le projet. Son volume de construction est de $250 \times 210 \times 210$ mm³.

La seconde est une Artillery Genius Pro achetée pour le laboratoire et ayant subi une amélioration d'extrudeur (Figure 4-10). Elle donne des impressions de qualité moyenne à bonne, imprime assez rapidement, mais présente des problèmes de rétraction sur les pièces massives, limitant son volume effectif, elle a notamment imprimé du PLA, du PETG, et des TPE mous (sa principale raison d'achat) pour le projet. Elle a aussi permis d'avoir une imprimante directement au laboratoire, permettant des impressions à la volée pour des correctifs à chaud et donnant un accès direct à une imprimante au reste de l'équipe. Sa mise en route a été plutôt compliquée, en effet le premier modèle reçu était défectueux avec de graves problèmes sur certains de ses composants ce qui a nécessité son renvoi. Le second modèle reçu était fonctionnel, mais a nécessité un long travail de calibration et de nombreux tests de paramètres avant d'imprimer les plastiques TPE flexibles avec une bonne qualité.

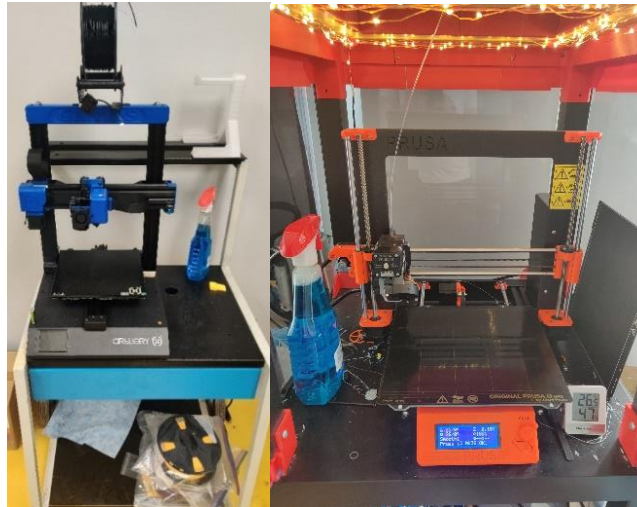


Figure 4-10 Artillery Genius pro à gauche et Prusa MK3S+ à droite

Pour les deux imprimantes, on a utilisé logiciel de découpe PrusaSlicer, qui dispose des profils paramètres des deux imprimantes. Le logiciel permet de faire varier une vaste gamme de paramètres d'impression affectant par exemple la rigidité, la porosité ou le temps d'impression de la pièce (Figure 4-11).

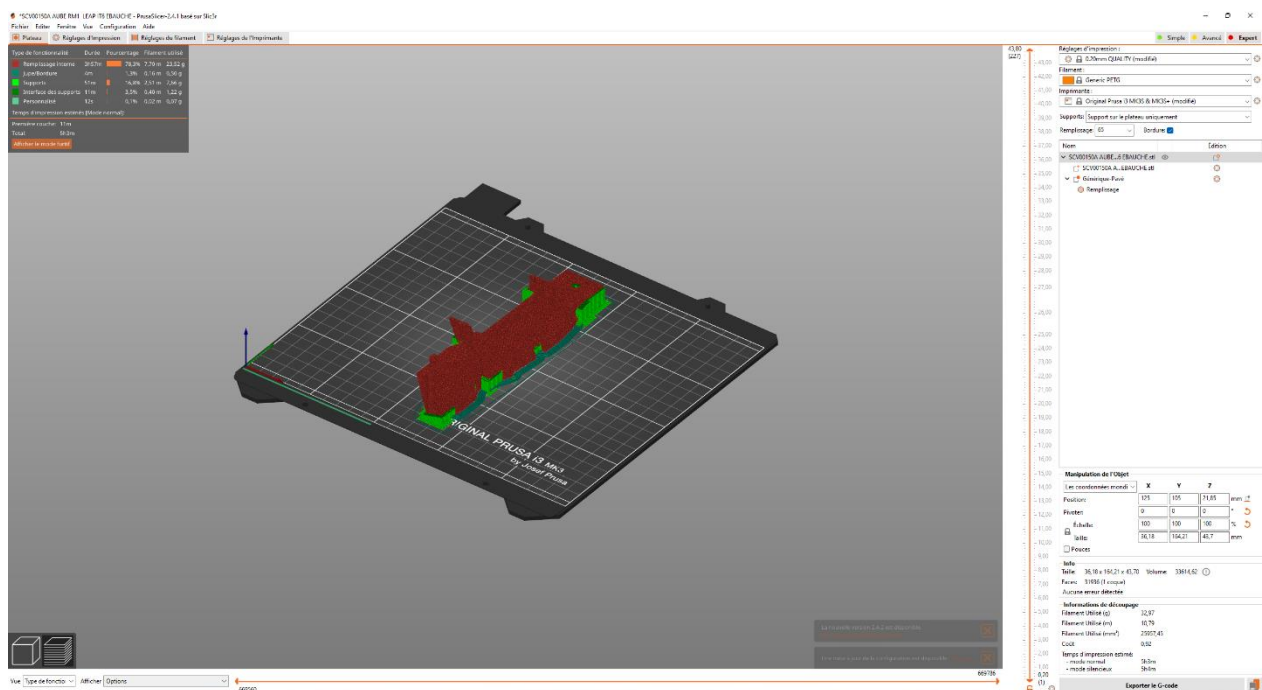


Figure 4-11 Capture d'écran de l'interface de PrusaSlicer

4.4.2 Détail sur les matériaux et champs d'utilisations de l'impression dans le projet

Grâce à leur complémentarité, ces deux imprimantes FDM classiques ont permis d'imprimer les polymères utilisés pour répondre aux différents besoins projet. Ces derniers sont le PLA, le PETG, l'ABS et le TPE. Le PLA (acide polylactique) est le plastique le plus couramment utilisé en impression 3D. Il est plutôt rigide (environ 3,5 GPa de module d'Young), facile à imprimer, mais présentant des risques de dégradations lors d'une utilisation immergée et offrant une résistance inter-couche plus faible que les autres plastiques durs imprimables. L'ABS (acrylonitrile butadiène styrène) est le deuxième plastique le plus utilisé en fabrication par dépôt de filament, il donne des pièces plus durables et résistantes (notamment aux chocs) que le PLA, est plus souple (module d'Young d'environ 1 GPa) et peut être utilisé sans problème jusqu'à 80°C, il est cependant difficile à imprimer correctement et émet des vapeurs légèrement toxiques durant son impression. Le PETG (polyéthylène téréphtalate glycol) est souvent employé comme intermédiaire entre l'ABS et le PLA, il est simple d'impression et présente une rigidité moyenne (environ 2 GPa), donne une bonne résistance, mais est moins durable que l'ABS. Enfin, le TPE (élastomère thermoplastique) est un plastique flexible et mou semblable à un caoutchouc. Plusieurs filaments de duretés différentes, entre 92 Shore A et 60 Shore A, ont été utilisés selon les besoins, les filaments en dessous de 90 Shore A présentent cependant de grandes difficultés d'impression.

L'impression 3D a été utilisée sur trois champs différents dans le projet. Dans un premier temps pour la fabrication de pièces rigides en remplacement ou en ajustement de pièces de moules ou de la colonne dans les phases de validation des moules (Figure 4-12), ce qui a permis de montrer la compatibilité chimique du PLA, du PETG, du TPE et de l'ABS avec les barbotines utilisées. Le PETG étant simple et rapide d'impression, il a également été utilisé pour la fabrication de préformes polymères simulant les préformes tissées SiC, leur développement est détaillé plus tard. Enfin le TPE a été utilisé pour la fabrication de différents joints plats, à dents et joints 3D, permettant l'étanchéification des moules durant le projet.

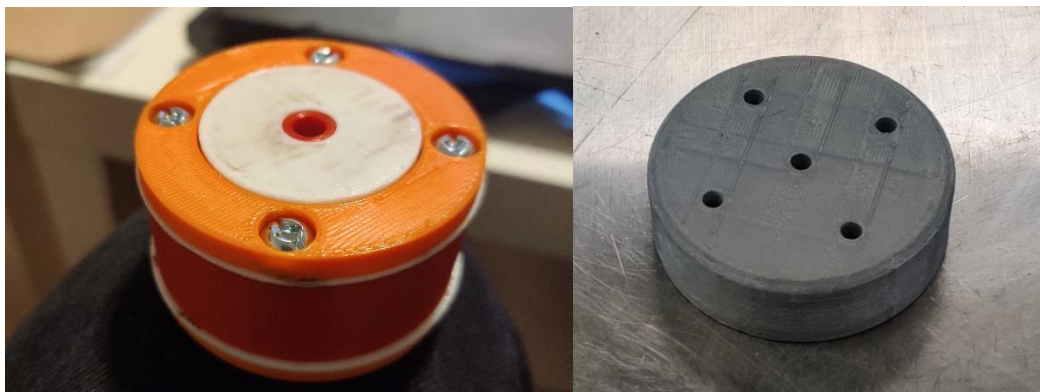


Figure 4-12 A gauche la première cale en PLA, PETG et TPE, essayée pour adapter la colonne de Darcy au projet et à droite la cale 100 % de remplissage ABS finalement choisie pour combler le volume mort de la colonne de Darcy. Exemples de pièces imprimées pour répondre rapidement à un problème rencontré.

CHAPITRE 5 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Dans ce chapitre nous présentons le processus complet d'étude des stratégies d'injection de deux pièces. Ce processus se décompose en une étude du besoin, une phase de conception d'un moule permettant de répondre au besoin, la validation de ce dernier et finalement la réalisation de la campagne de test. La première pièce est une simple plaque, mais injectée par une de ses tranches et filtrée par une de ses grandes faces, ce qui différencie la stratégie de celle utilisée dans les travaux de Gabriel Marcil-St-Onge et Alessandro Scola, injectant de manière transversale (à travers l'épaisseur, de grande face à grande face).

5.1 Moule longitudinal

Le travail sur le moule longitudinal a été mené de manière conjointe avec Gabriel Leleu, ce moule étant destiné à recueillir des informations pour les injections SiC comme Oxydes. Cependant, seuls les résultats concernant les SiC seront présentés dans ce mémoire.

5.1.1 Analyse du besoin

Initialement imprévu dans le cadre de la maîtrise, s'est présenté le besoin de tester un mode d'injection dit « YX », c'est-à-dire injectant par une des petites tranches d'une préforme fibreuse de la forme d'une plaque rectangulaire et filtrant par une de ses deux faces (Figure 5-1). Identifier l'épaisseur maximale injectable dans un temps raisonnable (de quelques heures) et décrire la forme du front de construction (le front pouvant être plat, en biseau depuis la face d'injection, hyperbolique, etc.), allait effectivement être essentiel pour l'élaboration des stratégies d'injection de la pièce éprouvette à épaisseur variable et pour la conception du moule servant à les tester.

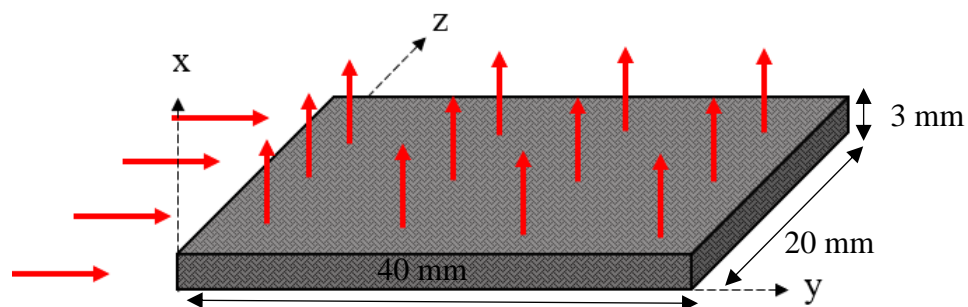


Figure 5-1 Schéma illustrant le concept de l'injection YX sur une plaque rectangulaire, injection dans la direction Y et filtration sur un plan normal à la direction X

En cours d'établissement du cahier des charges, notre partenaire industriel nous a également suggéré de concevoir le moule de sorte à pouvoir réaliser des injections dites « YY » (Figure 5-2), permettant d'estimer l'épaisseur construisible selon le temps d'injection avec cette stratégie d'injection. Néanmoins, cette configuration ayant peu d'intérêt pour l'injection de l'éprouvette à épaisseur variable, son exploitation n'est pas détaillée.

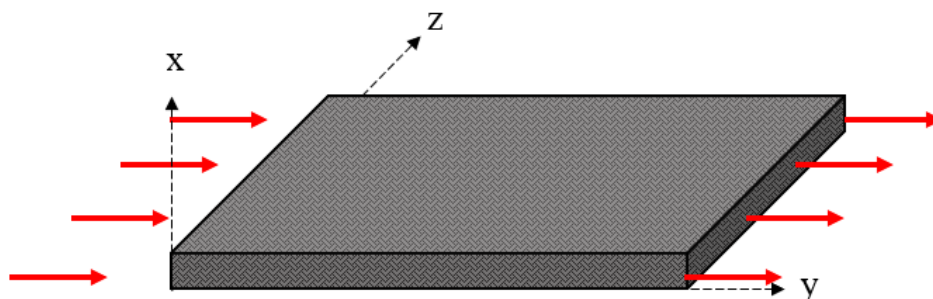


Figure 5-2 Schéma illustrant le concept de l'injection YY sur une plaque rectangulaire

Ainsi, les critères de conception retenus à l'issue des concertations avec les différents acteurs du projet ont été les suivants. Tout d'abord, permettre l'injection de préformes de $20 \times 40 \times 3 \text{ mm}^3$, dimensions jugées suffisante pour qualifier les éléments décrits plus tôt, cela avec le minimum de jeu entre la plaque et la cavité l'accueillant. Permettre une injection à partir de la colonne de Darcy, l'outil permettant le contrôle du débit et de la pression d'injection présenté dans le Chapitre 4. Enfin, l'application deux stratégies dans un même moule polyvalent, dans le but d'éviter un coût trop important.

5.1.2 Conception

La conception pratique du modèle CAO du moule a essentiellement été menée par Gabriel Leleu, elle a été guidée par de nombreuses réunions techniques avec Sylvain Turenne, Thierry Lafrance et moi-même. Elle a abouti à un moule composé de quatre principales parties métalliques (Figure 5-3). La première est un couvercle supérieur venant accueillir le connecteur et comprimer la préforme (à travers un épais joint plat). La deuxième est un masque ajouré venant loger la pièce, dans lequel sont fraisées la chambre et la grille de répartition de la barbotine et sur lequel viennent se visser les vis maintenant les autres parties métalliques et serrant le moule. On a ensuite un couvercle inférieur, percé d'une grille, qui vient comprimer le filtre sur le masque tout en laissant passer le filtrat. Enfin, la dernière pièce est un collecteur recueillant le filtrat et permettant si besoin

de tirer le vide dans le moule ou de pousser de l'eau en sens inverse. Le moule permet les injections YX comme YY (Figure 5-4), cela grâce à deux masques intervertibles, déterminant la configuration d'injection (Figure 5-5 et 5-6).

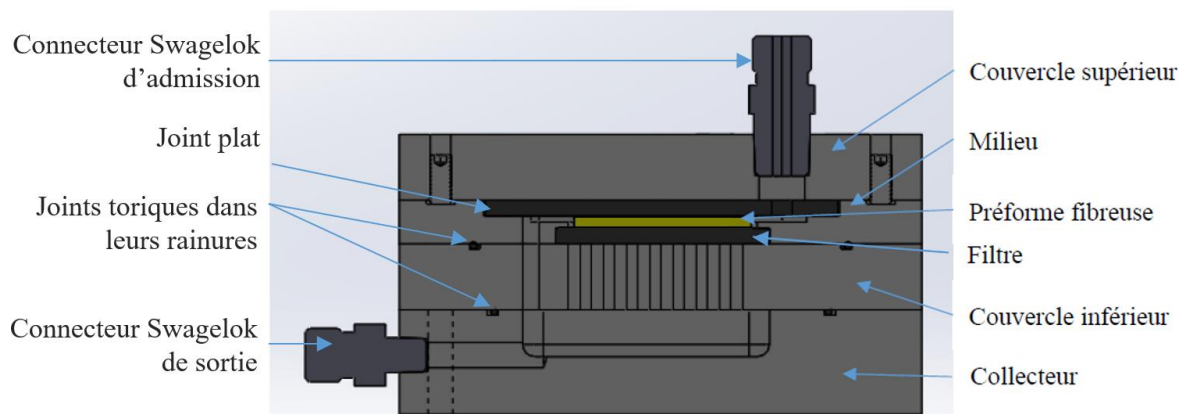


Figure 5-3 Vue CAO légendée du moule en coupe de côté dans sa configuration YX

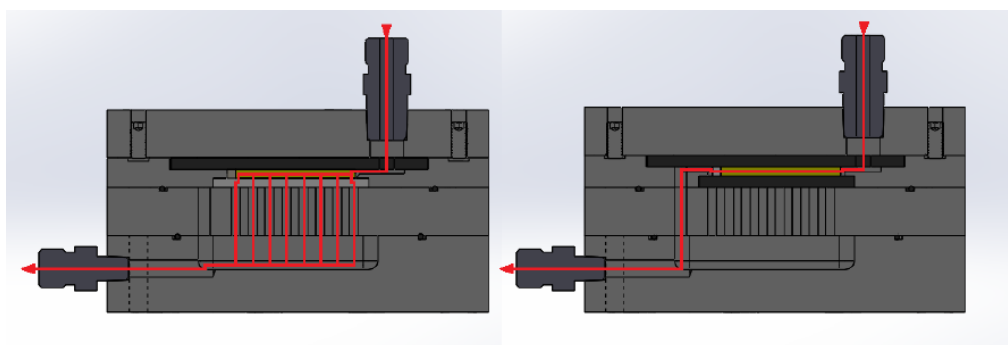


Figure 5-4 Écoulement du fluide (en rouge) dans les deux configurations d'injection (YX à gauche et YY à droite)

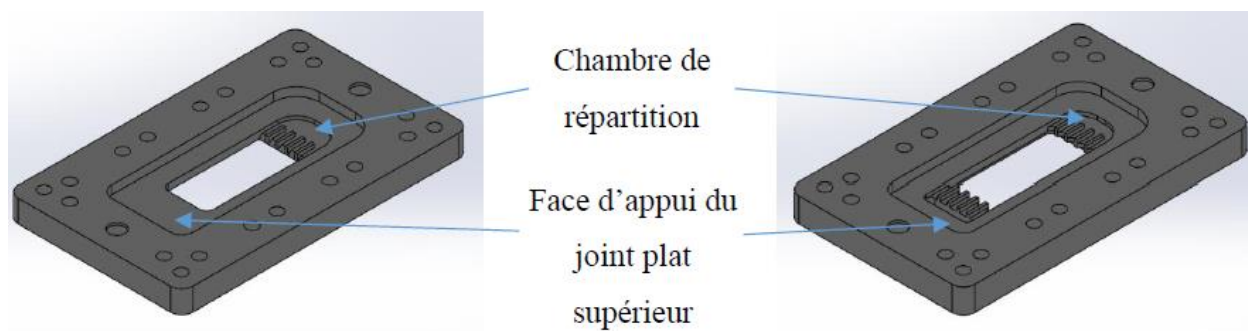


Figure 5-5 Vues CAO isométriques des deux masques, à gauche YX et à droite le YY. Ils utilisent des rainures de répartition de section de l'ordre de de $3 \times 2 \text{ mm}^2$

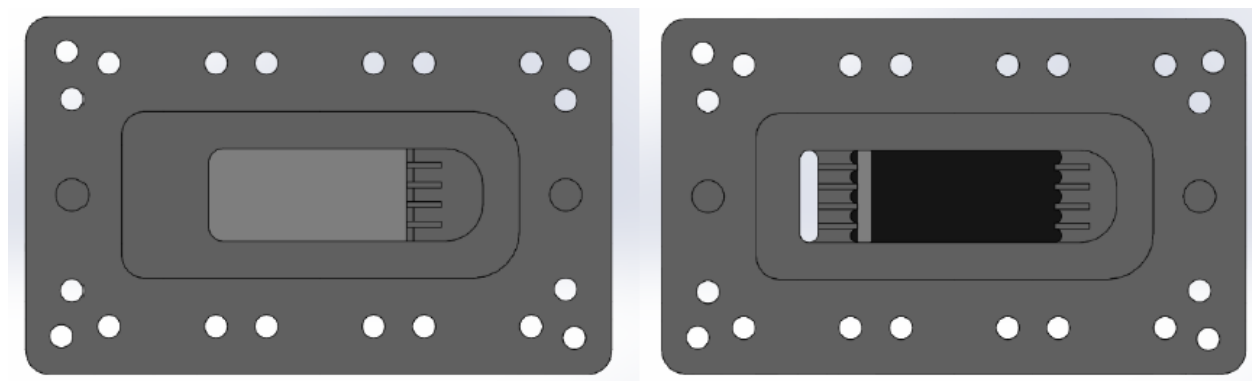


Figure 5-6 Vues CAO des deux masques, à gauche le masque YX et à droite le masque YY

Le moule a finalement été fabriqué par la compagnie Mëkanic, après une phase de mise en plan menée par Gabriel Leleu avec l'assistance de Thierry Lafrance.

5.1.3 Réception, ajustement et validation

Une fois le moule fabriqué, nous avons pu tester son assemblage et son étanchéité (tests à vide avec de l'eau à débit continu) sans rencontrer de problème (Figure 5-7).

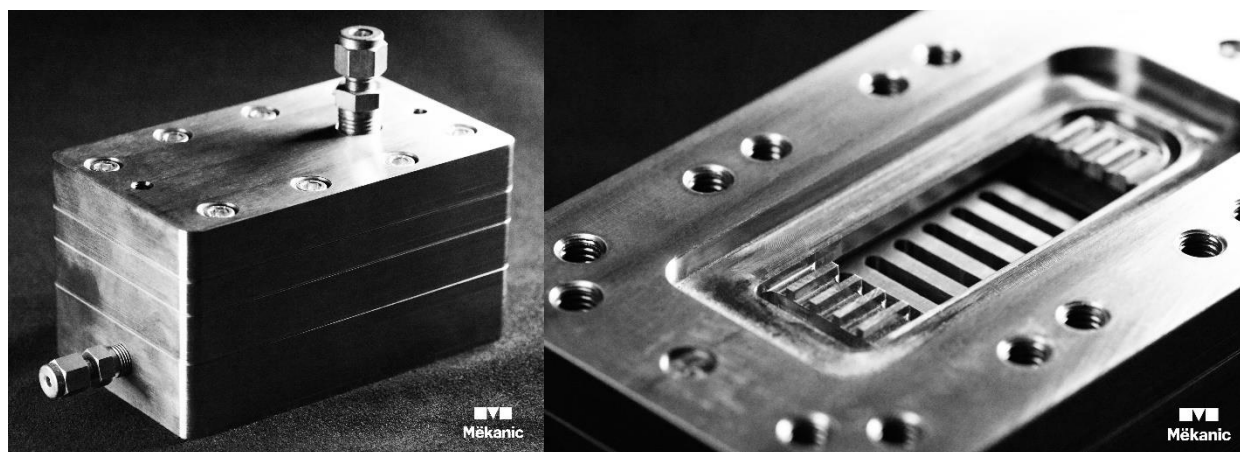


Figure 5-7 Photographies du moule monté à gauche et de la cavité sensée accueillir la préforme à droite (le filtre étant absent on voit la grille et l'épaulement sur lequel elle vient comprimer le filtre).

L'essai de fabrication de gâteau a cependant rapidement mis en évidence un premier problème, la compression du filtre sur son pourtour par la grille ne suffisait pas à le rendre étanche à la barbotine, qui fuyait donc par les côtés du filtre au lieu de passer au travers. Ce défaut a rapidement été corrigé grâce à un joint TPE 90 Shore A de quelques couches d'épaisseur imprimé en 3D (Figure 5-8).

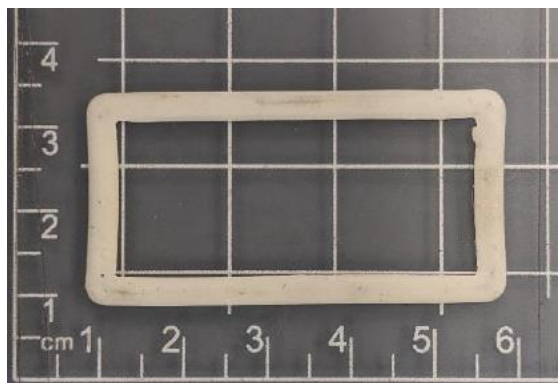


Figure 5-8 Joint TPE imprimé pour rendre étanche la jonction entre le masque et le filtre



Figure 5-9 Photographies des solutions successives testées pour résoudre le défaut de planéité du composite. (a) Joint TPE plus dur que le joint d'origine, (b) plaquette ABS avec joints toriques, (c) plaquette en aluminium avec joint torique et joint plat (d).

A la suite de cela, un second problème est apparu, déposé grâce aux premières injections de composites oxydes (la validation du moule et ses premiers mois d'exploitation ont été menés sur les essais oxydes, les préformes SiC n'étant pas disponibles). En effet, le joint plat comprimant le dessus de la préforme. Or les préformes oxydes ne sont pas consolidées et son donc souples, cela avait donc pour effet d'écraser la préforme, gondolant l'échantillon et faussant le V_f du composite. Plusieurs solutions ont été expérimentées avec Gabriel pour répondre à cette complication (bien que ce problème n'affecte pas les préformes SiC). Nous avons d'abord essayé un joint imprimé en 3D en TPE de même géométrie que le premier (plus dur que le néoprène initialement utilisé), conduisant à une amélioration (Figure 5-9 a). Puis, pour encore augmenter la dureté nous avons tenté d'utiliser une plaquette imprimée 3D en ABS venant loger deux joints toriques pour l'étanchéité, plaquette malheureusement inadaptée aux conditions de pression et de température imposées par la fabrication des composites oxydes (Figure 5-9 b). Cela a amené la solution

finaleme nt adoptée, une plaque usinée en aluminium, disposant d'un joint torique côté couvercle et d'un joint plat imprimé en TPE du côté du masque (Figure 5-9 c et d).

5.1.4 3. Protocole d'essais et résultats

Pour réaliser les essais, nous avons suivi le protocole suivant. Le moule est d'abord assemblé et bien serré grâce à huit vis, puis raccordé à la colonne de Darcy. La préforme subit ensuite une présaturation à l'eau à débit constant dans le moule, permettant de mouiller l'ensemble des fibres, ce qui facilite la construction du gâteau. Après cela, on désaccouple le moule de la colonne que l'on vide de son eau résiduelle, puis on remplit de barbotine. On rebranche enfin le moule sur la colonne, puis on met le filtre vers le haut, avant de pouvoir injecter. Les injections ont été réalisées avec une montée en pression à débit constant, puis un maintien de la pression à 3 bars.

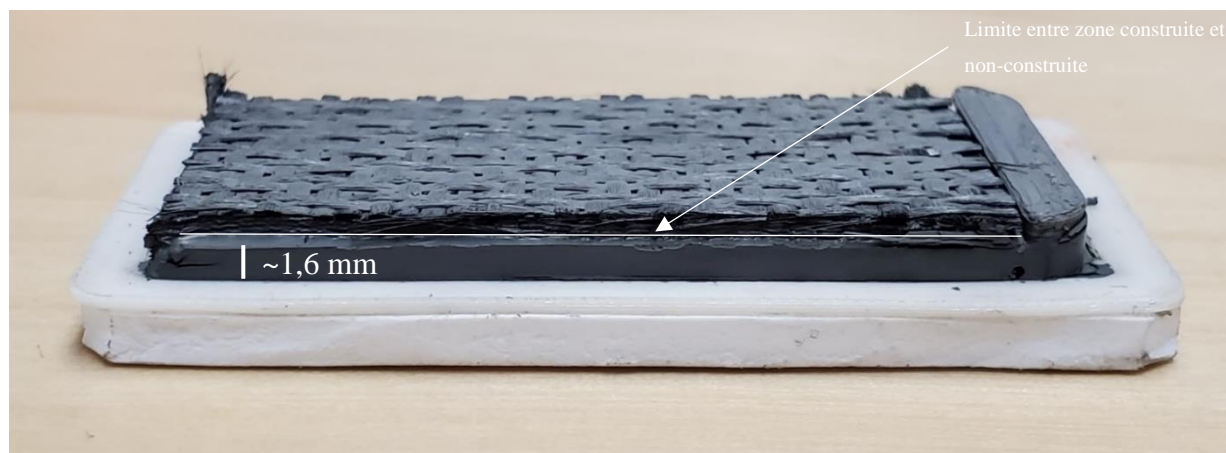


Figure 5-10 Photographie de côté d'un essai rempli à 55% ayant été injecté pendant 210 s. Plusieurs temps d'injection ont été testés entre 180 s et 7000 s, avec des préformes présentant un V_p de 55% environ, donnant des échantillons visiblement plus ou moins remplis, le volume de gâteau construit étant dépendant de t puis de \sqrt{t} . (Figure 5-10). Comme on peut le voir sur la Figure 5-11, la croissance du gâteau à pression constante semble bien indiquer une croissance en \sqrt{t} , mais le peu de points empêche de conclure.

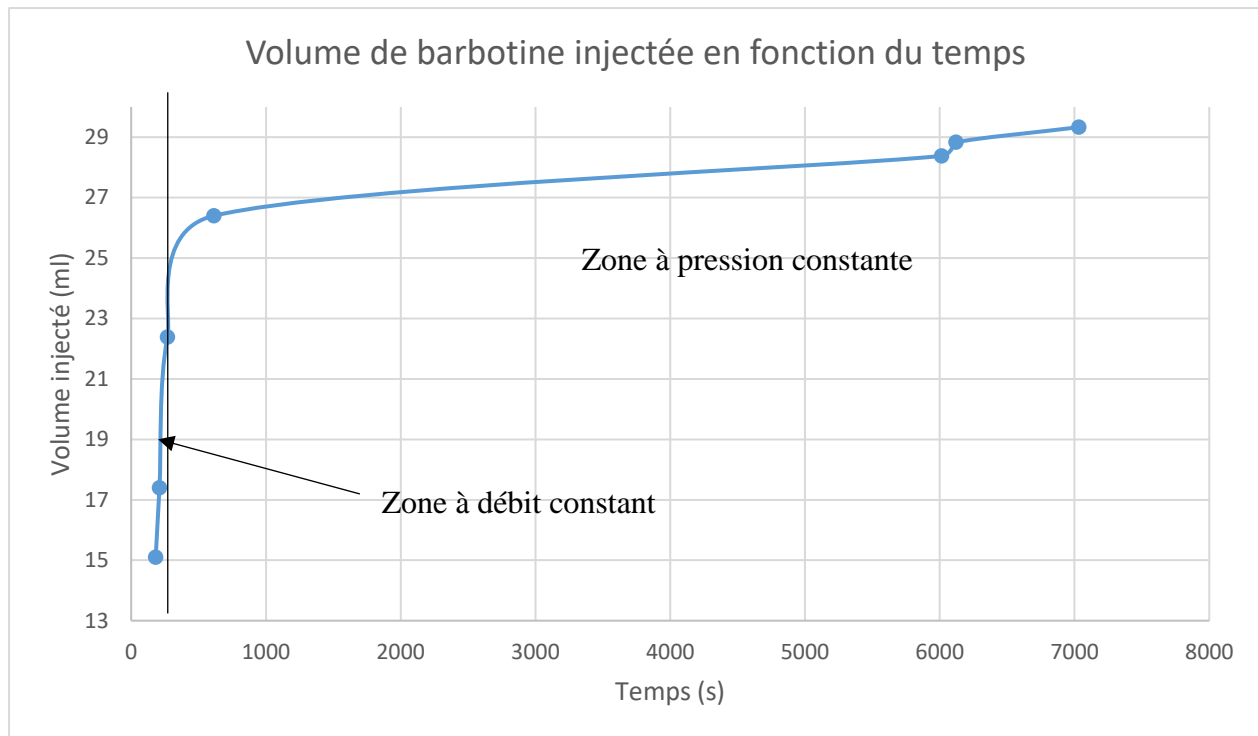


Figure 5-11 Courbe montrant l'évolution de la quantité de barbotine injectée selon le temps d'injection. On rappelle que l'épaisseur de gâteau construite est directement proportionnelle au volume de barbotine injectée selon l'équation (1.5).

Les Figures 5-10 et 5-13 semblent montrer que la construction en YX d'une épaisseur supérieure à 1,7 mm environ, dans le cas de cette pièce, est à éviter car elle serait de longue durée. En effet, on constate que la production de 1,6 mm de gâteau environ prend quelques minutes, quand celle de 2 mm prend au moins une heure, ce qui indique une augmentation brutale du temps d'injection après atteinte du palier de pression.

Cela s'explique essentiellement par un passage d'une injection à débit constant à une injection à pression constante. Comme on l'a vu dans la partie 2.3.1.3, le passage d'un contrôle en pression fait passer la construction d'un mode de croissance fonction de t à un mode fonction de \sqrt{t} , réduisant drastiquement la vitesse de croissance du cru. En plus de cela, la croissance du cru (autre nom pour gâteau) tend à réduire la taille de la surface d'injection (injection en YX), ce qui augmente les pertes de charges et les risques de rétention, contribuant à diminuer la vitesse croissance.

On note également que, comme montré par les équations (1.9) et (1.10), l'épaisseur de gâteau construite pour un débit constant est inversement proportionnelle à la surface d'injection. Et, si ce problème peut être limité en choisissant un débit de montée en pression plus important, permettant ainsi d'injecter une épaisseur identique pour un même temps quelle que soit la surface de filtration, cet ajustement est contraint par les phénomènes de rétention. En effet, contrairement à une injection XX (injection transverse à travers l'épaisseur, c'est-à-dire en injectant de la grande face normale à x et en filtrant sur la face opposée) telle qu'étudiée par Gabriel Marcil-St-Onge et Alessandro Scola, la section d'injection (correspondant à la tranche) est minime par rapport à la surface de filtration (elle réduit même comme expliqué dans le paragraphe précédent), pouvant conduire à des vitesses de fluide causant de la rétention. Aussi, si le ratio surface d'injection/surface de filtration de nos plaquettes n'est pas décisif dans la durée de l'injection, il peut l'être pour de très grandes surfaces de filtration. Il faut donc bien veiller à avoir un ratio cohérent pour ne pas souffrir d'injections trop longues. Contrairement à la phase à débit constant, durant la phase à pression constante, le débit s'ajuste à la surface de filtration, l'épaisseur construite durant une période t est donc indépendante de la surface de filtration.

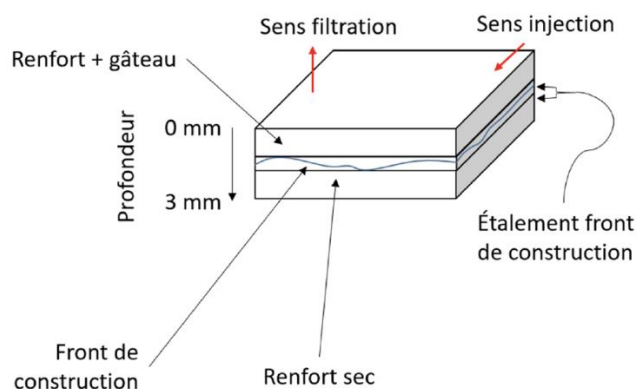


Figure 5-12 Schéma illustrant le concept de front d'étalement

Du point de vue de la géométrie du front, on constate une forme continue rugueuse, mais formant en moyenne un plan parallèle au filtre. Comme mentionné, la surface du front est irrégulière, donnant un étalement (Figures 5-14, 5-16 et 5-17) pouvant aller de 0,2 mm à 0,8 mm. Le résultat le plus élevé, de 0,8 mm, semble toutefois résulter d'effet de bord, créant un profil en forme de ménisque. Effectivement, dans le cas d'un jeu trop important (pouvant être causé par la découpe de la préforme) entre la préforme et les parois du moule, on va voir apparaître un chemin préférentiel dans cet interstice. Le gâteau, se formant plus rapidement dans le jeu que dans la

préforme, va par la suite se propager dans la préforme, d'où cette forme de ménisque et cet étalement plus important (Figure 5-15). La formation irrégulière du front est probablement, quant à elle, le résultat d'autres chemins préférentiels, plus restreints, au sein de la préforme cette fois, donnant cet aspect granuleux aléatoire. On ne note cependant pas de variation de construction entre la zone au niveau la face d'injection et la zone opposée, confirmant de faibles pertes de charges dans la préforme. Ce résultat n'est toutefois pas décisif, en effet, il est peut-être le résultat d'une longueur trop faible de la préforme. Une préforme de très grande longueur produirait possiblement de la rétention, et dans une moindre mesure des pertes de charges, causant un gradient de pression dans la longueur, ce qui pourrait produire un gâteau en trapèze par exemple.

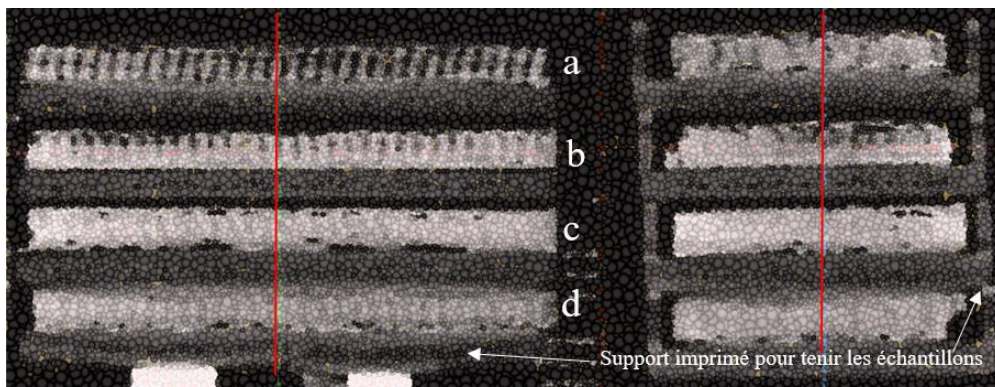


Figure 5-13 Vue en coupe par microtomographie de quatre échantillons. (a) Environ 18% de remplissage avec 180 s d'injection, (b) environ 55% de remplissage et 210 s d'injection, (c) environ 68% de remplissage et 6000 s d'injection et (d) environ 77% de remplissage et 7000 s d'injection. Dans les échantillons, les fibres sont en claire, le gâteau en gris plus foncé et l'air en noir. La ligne rouge sur chaque vue correspond au plan de coupe de la vue voisine.

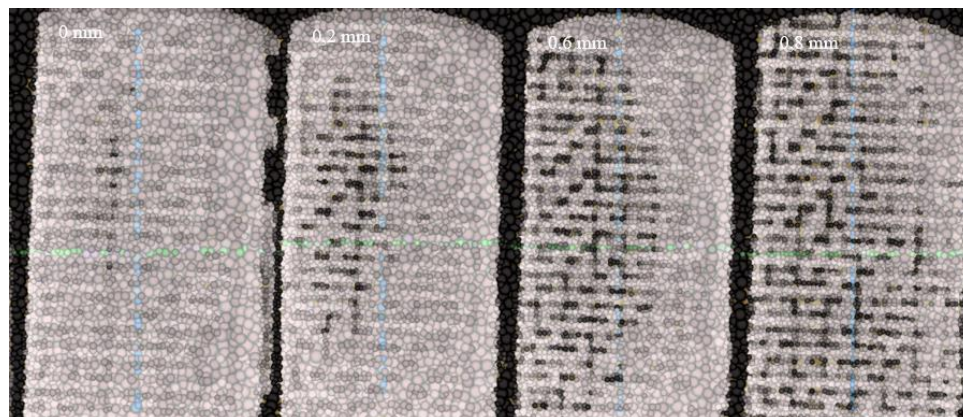


Figure 5-14 Vues en microtomographie illustrant la forme du front de construction pour l'essai à 55%. En blanc sont marqués les hauteurs des images par rapport au début du front

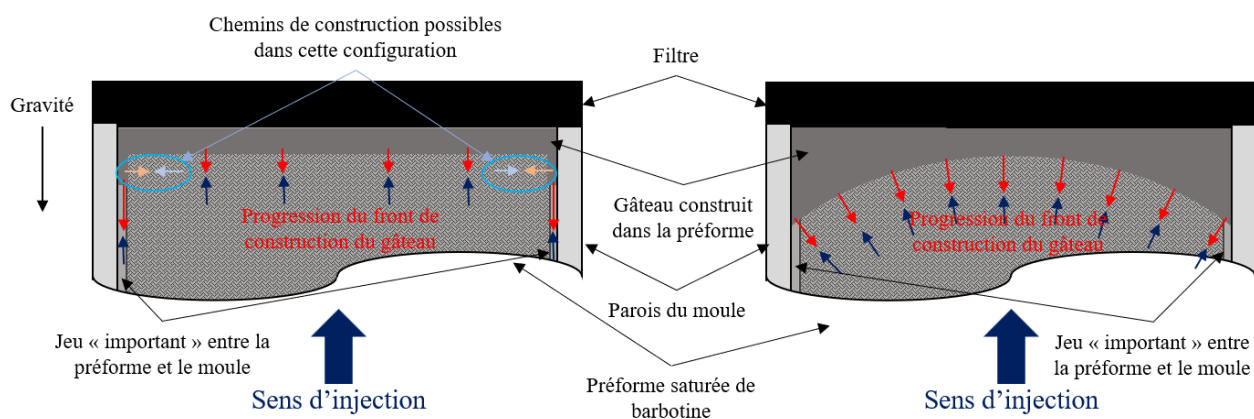


Figure 5-15 Deux cas possibles de progression du front avec la présence d'un jeu non parallèle au filtre entre la préforme et le moule. On constate que le cas de gauche est peu probable, en présence d'un jeu, dépendamment de la perméabilité et du V_p de la préforme, ainsi que de la largeur du jeu, on aura plus probablement une forme arrondie comme à droite.

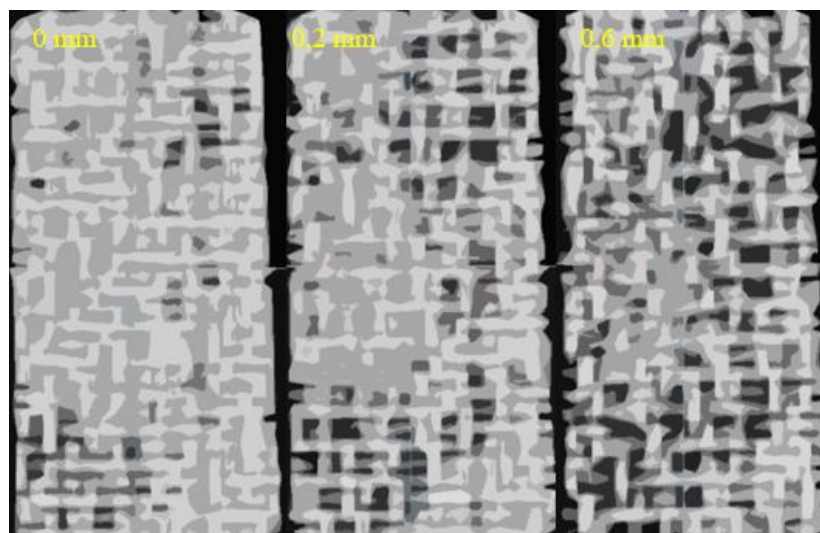


Figure 5-16 Vues en microtomographie illustrant la forme du front de construction pour un essai à 71%. En jaune sont marqués les hauteurs des images par rapport au début du front

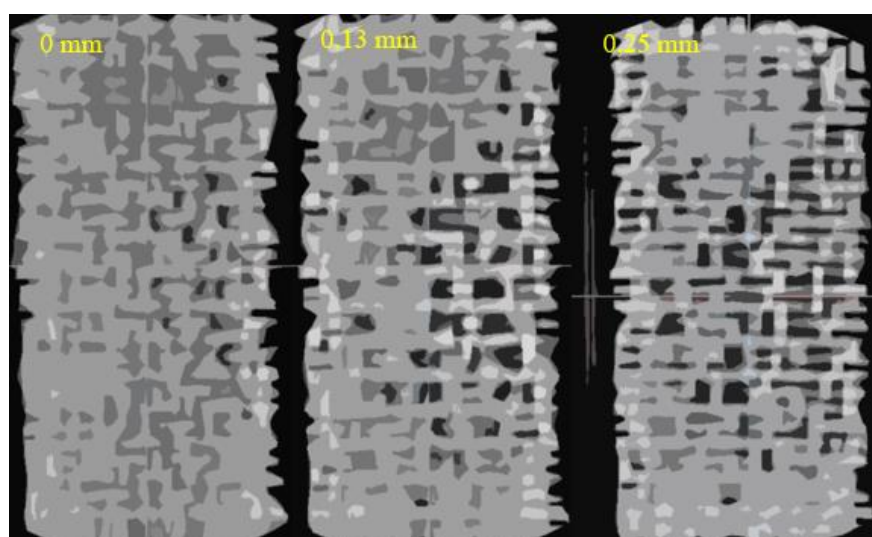


Figure 5-17 Vues en microtomographie illustrant la forme du front de construction pour l'essai à 18%. En jaune sont marqués les hauteurs des images par rapport au début du front

On retient donc plusieurs points et réponses aux objectifs. D'abord, d'un point de vue technologique, la phase de validation a montré l'importance d'éviter d'avoir des surfaces de moule trop souples au contact de la préforme, ainsi que la nécessité d'avoir un bon système d'étanchéité entre les parties neutres et les parties filtrantes sans quoi, on risque un mauvais contrôle du procédé, voire une absence de filtration. Ensuite, l'injection par un ensemble de rainures semble bien fonctionner avec des rainures de section de l'ordre de $3 \times 2 \text{ mm}^2$. De plus, le vieillissement de la

plaquette en aluminium semble indiquer que l'acier inoxydable, coûteux, est dispensable au profit de l'aluminium pour les moules destinés à la recherche, c'est-à-dire à environ une cinquantaine d'injections.

D'un point de vue du procédé, on note plusieurs informations qualitatives et quantitatives. D'abord, pour la longueur des plaquettes testées (de 40 mm), le front est globalement parallèle au filtre. Si le front souffre d'une forte « rugosité », probablement causées par des chemins préférentiels internes à la préforme, il reste compris entre deux plans dont l'écart exprime son étalement (entre 0,2 mm et 0,6 mm), on peut donc géométriquement le considérer comme plan.

On constate finalement une baisse significative de la vitesse de construction après formation d'un gâteau de 1,7 mm environ, résultant probablement du passage en régime à pression imposée à 3 bars. Aussi, l'équation (1.10) montrant une relation linéaire entre la pression et le temps (et donc le volume), on pourrait donc supposer que l'épaisseur de gâteau construite en fin de phase à débit constant va être proportionnelle à la pression ciblée. Pour des pièces de section fine, cela pourrait permettre de produire des pièces complètes très rapidement en jouant sur la pression maximale permise par le moule.

5.2 Moule éprouvette à épaisseur variable

L'éprouvette à épaisseur variable est l'une des pièces dites technologiques fournies par Safran Ceramics (Figure 5-18). La vocation de ces pièces est d'explorer le comportement du procédé d'injection/filtration sur des pièces de géométries plus complexes que sur des plaques telles qu'injectées dans le moule longitudinal ou pour les travaux précédents. L'éprouvette est en trois parties, comprenant une section fine, une section épaisse, et une section de jonction de ces deux parties.

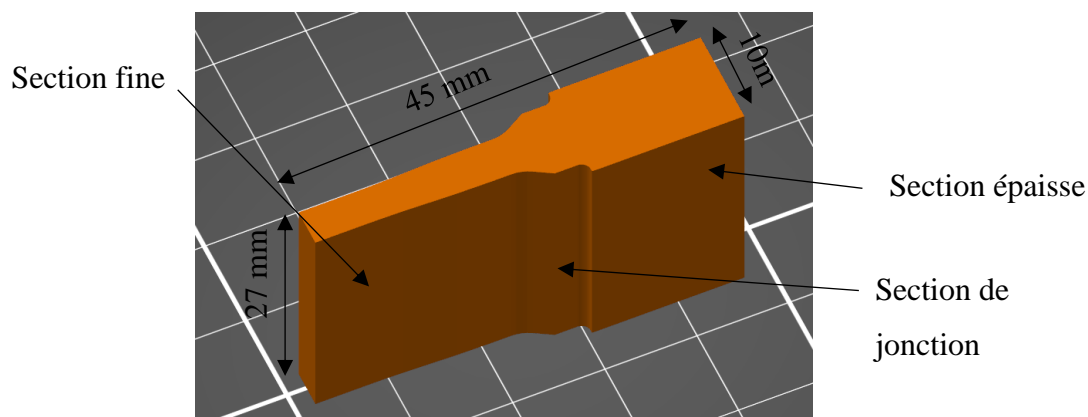


Figure 5-18 Vue 3D de la pièce éprouvette à épaisseur variable sur PrusaSlicer

La préforme de fibres SiC fournie par Safran Ceramics présente des configurations de drapage interne différentes selon la section en plus de ses variations d'épaisseur. L'injection de cette pièce a donc permis d'observer le comportement de croissance du gâteau selon ces deux éléments et selon la stratégie d'injection choisie. Le moule nous a de plus conduit à explorer, à Polytechnique Montréal, l'utilisation d'une matière poreuse usinable utilisée par Safran Ceramics pour les surfaces de filtre complexes dans le cadre de la conception du moule.

Comme pour les essais longitudinaux, cette partie du projet s'est traduite par une suite de tâches couvrant l'ensemble d'un cycle en V (Figure 3-1). Ces différents points ont, à l'exception de l'usinage, été réalisés dans le cadre de ce mémoire.

5.2.1 Choix des configurations à tester

L'un des éléments décisifs dans la conception du moule fut le choix des stratégies d'injection. Ces dernières ont été le fruit de nombreuses discussions avec nos interlocuteurs chez Safran Ceramics.

La pièce, comme mentionné précédemment, comprend trois zones de sections différentes tel que décrit en Figure 5-19. L'arbitrage a donc consisté à choisir par quelles combinaisons de faces injecter la barbotine et par lesquelles filtrer.

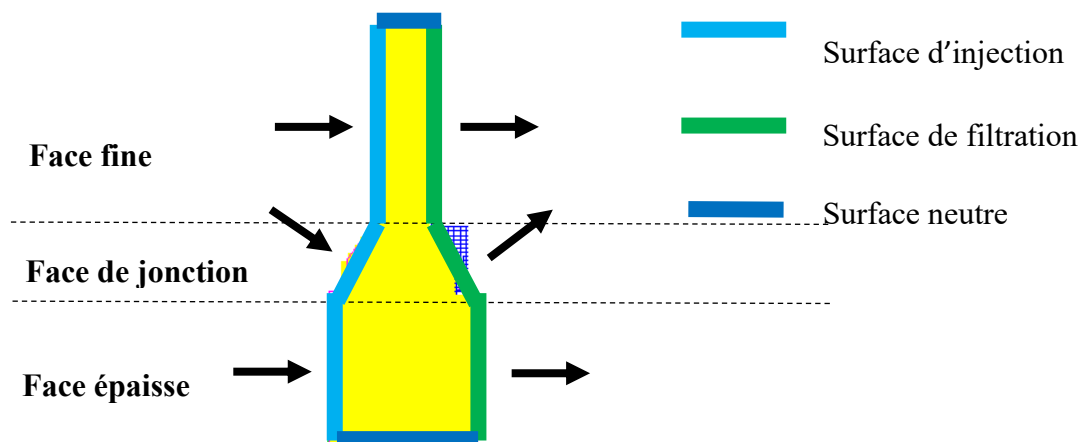


Figure 5-19 Schéma des différentes faces possibles en injection ou filtration pour le type de stratégies initialement retenues. Cette « famille » de stratégies est plus tard appelée injection par les faces, par opposition à l'injection par les tranches, proches dans son concept d'une injection YX explorée avec le moule longitudinal.

Le choix des stratégies a essentiellement été basé sur le programme développé par G. Marcil-St-Onge sur Sci-Lab et permettant de simuler la croissance du cru en fonction de la stratégie d'injection/filtration (en 2D seulement). L'un des objectifs de ces essais était de valider ou mettre en défaut le modèle simulé par le programme, afin de définir ses limites actuelles. Les informations qualitatives données par ce dernier sont essentiellement l'allure macroscopique du front de construction du gâteau au sein du composite durant le remplissage et l'allure finale du remplissage (sans tenir compte des potentiels macropores), permettant d'anticiper des fermetures de parties de pièces durant la construction. Cela impliquait d'effectuer des tests complets permettant de comparer le remplissage réel avec le remplissage théorique avancé par le modèle, ainsi que des tests interrompus pour analyser l'aspect du front de remplissage en cours de construction. L'arbitrage entre les différentes combinaisons était donc limité par le nombre total de préformes SiC, c'est-à-dire six.

Assez tôt dans le processus de décision, trois critères sont ressortis des discussions ou des besoins de l'équipe de Safran Ceramics. D'abord, les tests interrompus devaient être menés sur des

configuration ayant déjà subi un test complet, dans le but d'avoir un regard à plusieurs étapes de l'injection par une même stratégie.

Ensuite, l'utilisation déjà prévu d'une matière propriétaire de Safran, filtrante et usinable en 3D, rendait possible la filtration sur une face complète (fine + jonction + épaisse), déplaçant la majorité de la difficulté de conception, vers la partie injection. En effet, l'utilisation de bloc filtrant massif et épousant la préforme grâce à un usinage précis facilitait grandement le travail de mise au point du système d'étanchéité côté filtration. Cette technologie permettait d'augmenter fortement la surface de filtration sans augmenter la complexité d'implémentation du ou des filtres, ce qui pour une pièce encore relativement simple et plane comme l'éprouvette à épaisseur variable rendait désuète l'utilisation de plusieurs surfaces filtrantes distinctes, conduisant au choix d'utiliser une surface de filtration complète d'un des côtés et ce pour tous les essais.

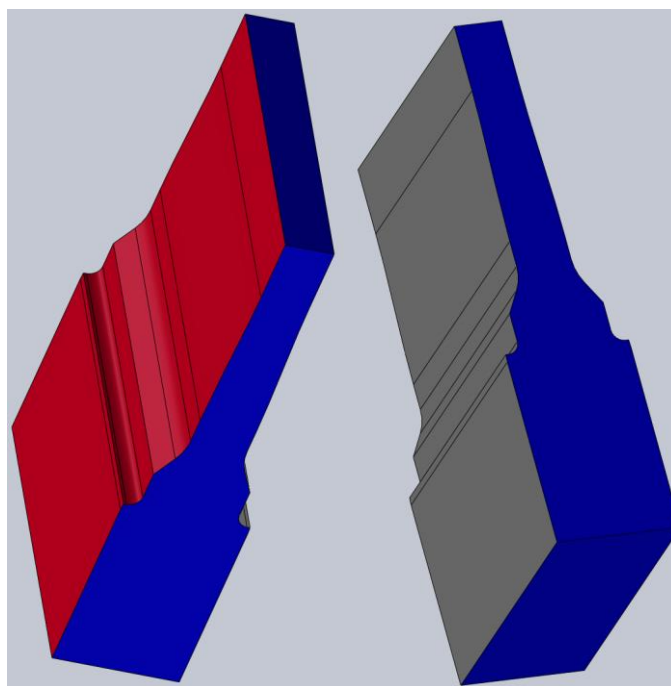


Figure 5-20 Illustration montrant le rôle des différentes surfaces dans l'injection par les tranches.

En bleu les surfaces d'injection, en rouge celles de filtration et en gris des surfaces neutres, n'influant que sur la mise en forme de la géométrie.

Enfin, bien qu'étant un cas non simulable sur le programme de simulation multi-1D, qui ne permet de traiter que des cas 2D, il a été choisi à la demande de Safran Ceramics qu'une configuration injectant par toutes les tranches de l'éprouvette soit testée (Figure 5-20). Il s'agit effectivement

d'une configuration pouvant tirer parti de l'architecture du tissage d'où la volonté de la tester en injection complète d'abord et de l'analyser en injection interrompue ensuite.

Après passage de ces trois cribles, nous pouvions d'une première part fixer deux essais définitivement, les injections complètes et interrompue par les tranches. D'une deuxième, mettre en évidence un premier choix à effectuer : se concentrer sur deux stratégies par les faces avec un interrompu et un complet pour chacune ou effectuer trois essais complets, mais avec un seul également mené en interrompu.

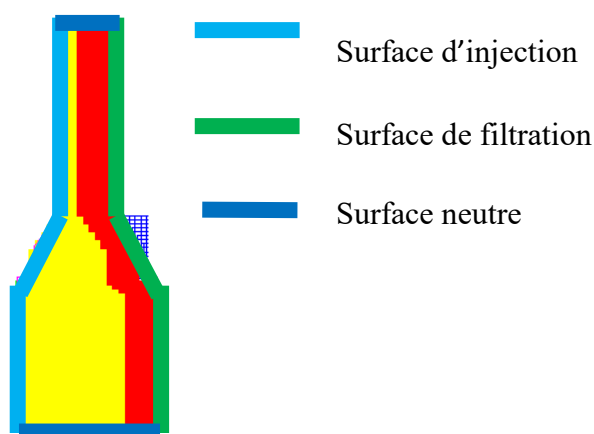


Figure 5-21 Allure du front de construction prévu par la simulation pour toutes les stratégies d'injection par les faces

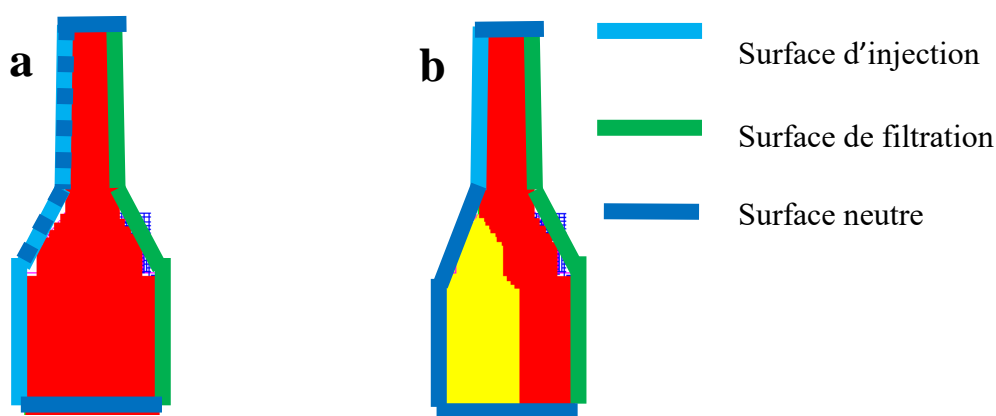


Figure 5-22 Remplissage prévu par la simulation (le gâteau est en rouge). Injection par la face complète et épaisse (a) et injection par la face fine (b)

Le second point a prévalu, dans l'objectif de permettre l'étude d'un maximum de configurations différentes. L'allure du front pendant la majorité de la construction étant identique pour toutes les

injections par les faces selon la simulation, cet élément n'a pas influencé le choix des stratégies (Figure 5-21). Enfin, étant donné qu'il était difficile de traiter la jonction comme une face indépendante de manière pratique, il a été décidé de garder l'injection par la face complète (fine + jonction + épaisse), celle la face fine et celle par la face épaisse (Figure 5-22).

L'ensemble des essais prévus pour être réalisables après la validation du moule et leurs intérêts sont résumés dans le Tableau 5-1.

Tableau 5-1 Récapitulatif des essais prévus

Nom de la stratégie d'injection/filtration	Remplissage visé	Intérêt
Complète/Complète	Complet	Servir de référence en s'assurant du bon fonctionnement de ce type d'injection-filtration par faces opposées dans le cas de pièces plus complexes que de simples plaques
Complète/Complète	50%	Confirmer l'allure macroscopique du front en cours de construction
Fine/Complète	Complet	Recueillir des informations qualitatives sur l'écart entre la simulation et la réalité dans un cas défavorable
Épaisse/Complète	Complet	Confirmer ou d'infirmer un remplissage identique de la pièce que pour une injection par face complète, permettant de limiter la taille du système d'injection sur des moules futurs plus complexes et baissant
Tranches/Complète	Complet	Observer la présence ou non de différences majeures sur la santé matière par rapport à l'autre type d'injection
Tranches/Complète	50%	Confirmer l'allure macroscopique du front en cours de construction
Essai de réserve non fixé	-	

Complète = face de la section fine + face de la jonction + face de la section épaisse ; Fine = face de la section fine seulement ; Épaisse = face de la section épaisse seulement.

5.2.2 Conception, mise en plan et fabrication

Avant que l'essentiel de la réflexion présentée dans la partie précédente ne soit menée et avant l'ajout de la stratégie par les tranches aux besoins du projet, une première version de moule, relativement semblable dans sa philosophie avait été mise au point (Figure 5-23).

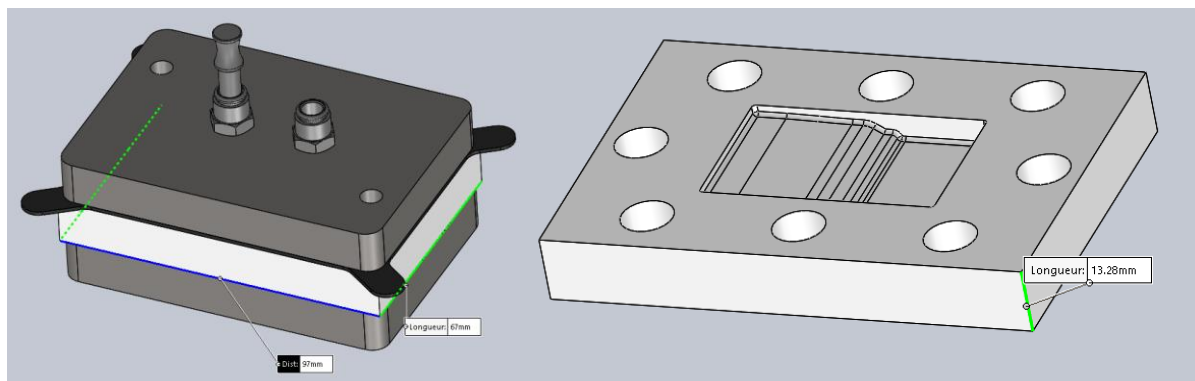


Figure 5-23 Vue d'ensemble du premier concept du moule et du filtre de cette version (les tranches devaient être scellées à la colle B7000, processus testé préalablement sur la matière poreuse). En blanc la pièce filtrante, en gris les pièces en aluminium et en noir le joint à languettes.

Cependant, avec l'aboutissement du processus de mise au point des stratégies et pour économiser la fabrication de deux moules différents, il a rapidement été décidé que le moule fabriqué devait être polyvalent pour pouvoir tester les deux types de stratégies retenues. Ce point a mené à différentes difficultés de conception, les principales ayant trait à l'obstruction des surfaces neutres, différentes selon les stratégies. En effet, sans tenir compte de ces différentes variantes, l'injection par les faces nécessite d'avoir des tranches scellées, ce qui est incompatible avec un moule permettant une injection par les tranches et inversement. De plus, une solution devait effectivement être élaborée pour permettre les différentes variantes de l'injection par les faces.

Un moule permettant un démoulage plus facile que sur la version originelle et l'injection par les tranches a donc été conçu. Il est composé de trois parties principales.

La première est le carter médian, en forme de T, dont la partie principale vient accueillir la préforme fibreuse avec une gorge sur le pourtour de la cavité et un jeu d'un millimètre pour permettre une bonne répartition de la barbotine lors des injections par la tranche (Figure 5-24).

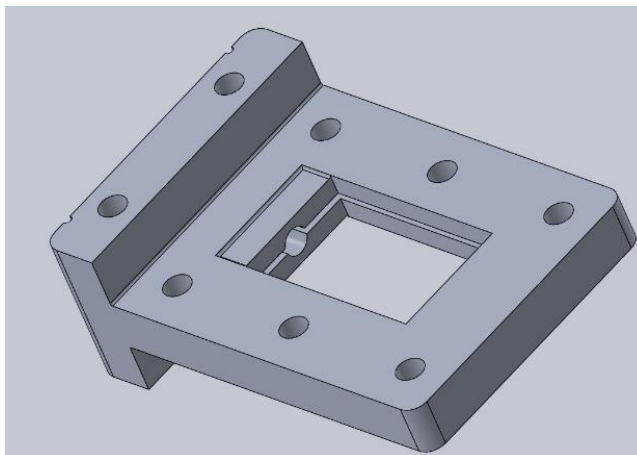


Figure 5-24 Vue CAO du carter médian du moule. On observe bien la gorge d'alimentation dans la cavité ainsi que le perçage reliant la gorge au connecteur d'alimentation

La deuxième est un chapeau rainuré (rainures d'environ de $2 \times 2 \text{ mm}^2$), appelé matrice d'injection, épousant l'une des faces symétriques de la préforme et permettant l'admission de la barbotine du côté de la face épaisse ou fine (Figure 5-25). La troisième est un chapeau filtrant, appelé matrice de filtration. Il est composé d'une pièce plane, s'ajustant également sur la préforme, dans laquelle viennent s'insérer des cales entretoises destinées à régler la compression de la pièce et une plaque percée venant serrer le filtre et s'accoter sur les cales (Figure 5-25). Enfin, des deux côtés du moule l'étanchéité et le serrage sont assurés par un joint plat (visible sur la Figure 5-25) et six vis.

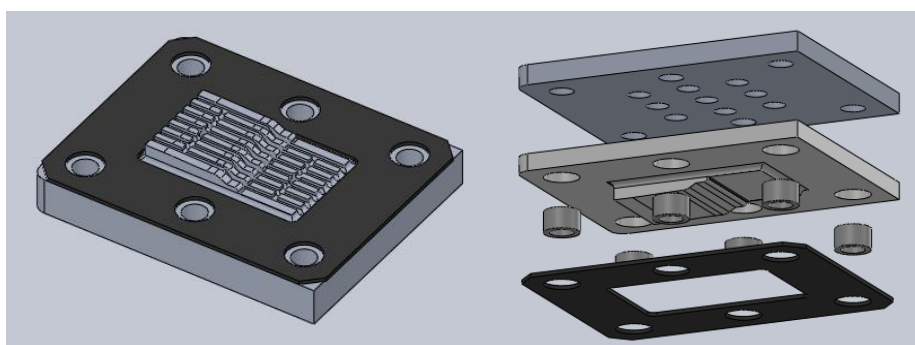


Figure 5-25 Vues CAO du chapeau d'injection avec son joint (vue de gauche) et décomposition en éclaté du chapeau de filtration avec son joint (vue de droite), l'éclairage renvoie un filtre gris

Le moule comprend trois connecteurs de type push-to-connect 1/4 po NPT permettant l'alimentation par raccordement à la colonne de Darcy, ils sont bouchés ou non selon la stratégie employée (Figure 5-26). Les joints utilisés sont en néoprène 30 Shore A et le moule est dimensionné pour les écraser d'environ 30% une fois correctement monté (Figures 5-26 et 5-27).

Les cales de la partie filtration prévoient cet écrasement et un plus léger de la matière filtrante, elles permettent de protéger le filtre, relativement vulnérable à une compression trop importante.

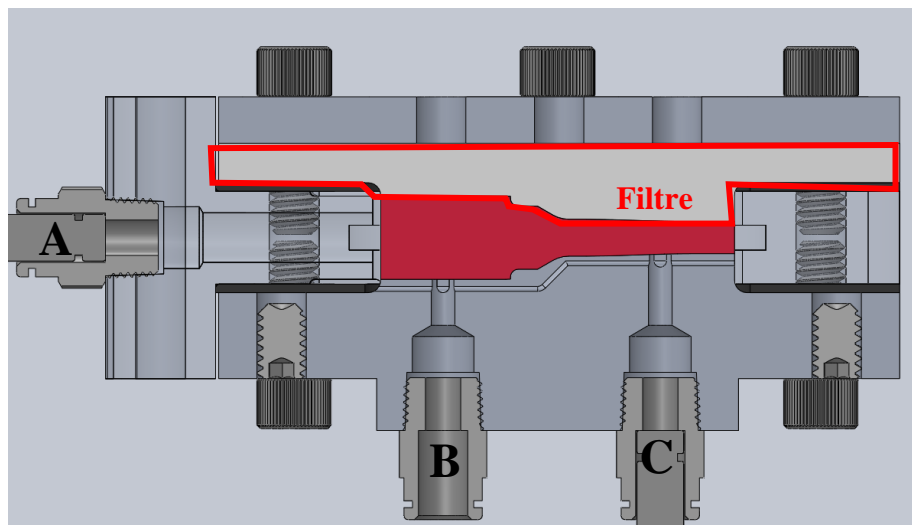


Figure 5-26 Vue CAO de coupe de côté du moule monté. (A) injection par les tranches grâce à une gorge. (B) et (C) injection par les faces grâce à un quadrillage de rainures

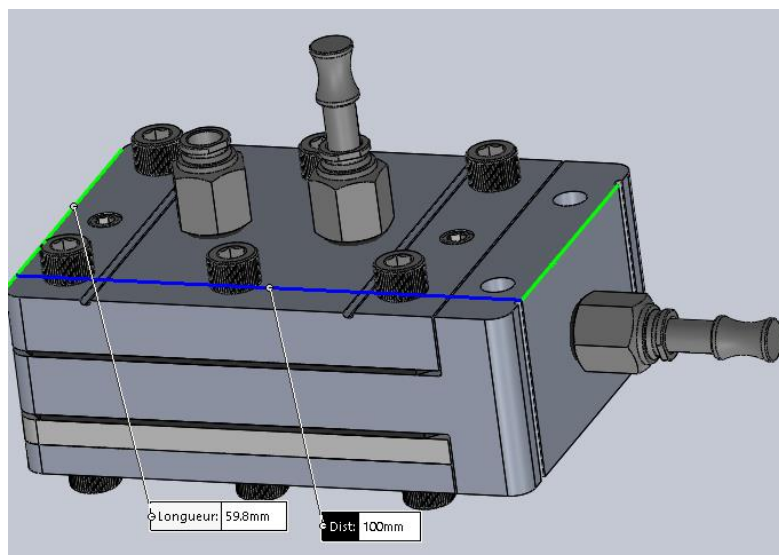


Figure 5-27 Vue d'ensemble CAO du moule complet, monté pour une injection par la face fine

Une fois la conception finie, ainsi que les modèles CAO, est venue la phase de méthode, c'est-à-dire essentiellement de mise en plans de notre côté. En effet cette partie du processus s'est déroulée en partenariat avec Thierry Lafrance de la compagnie Mëkanic, chargé de nous aider à la mise en plans, de trouver un atelier pour usiner les moules et chargé du travail de contact et de suivi auprès de cet atelier.

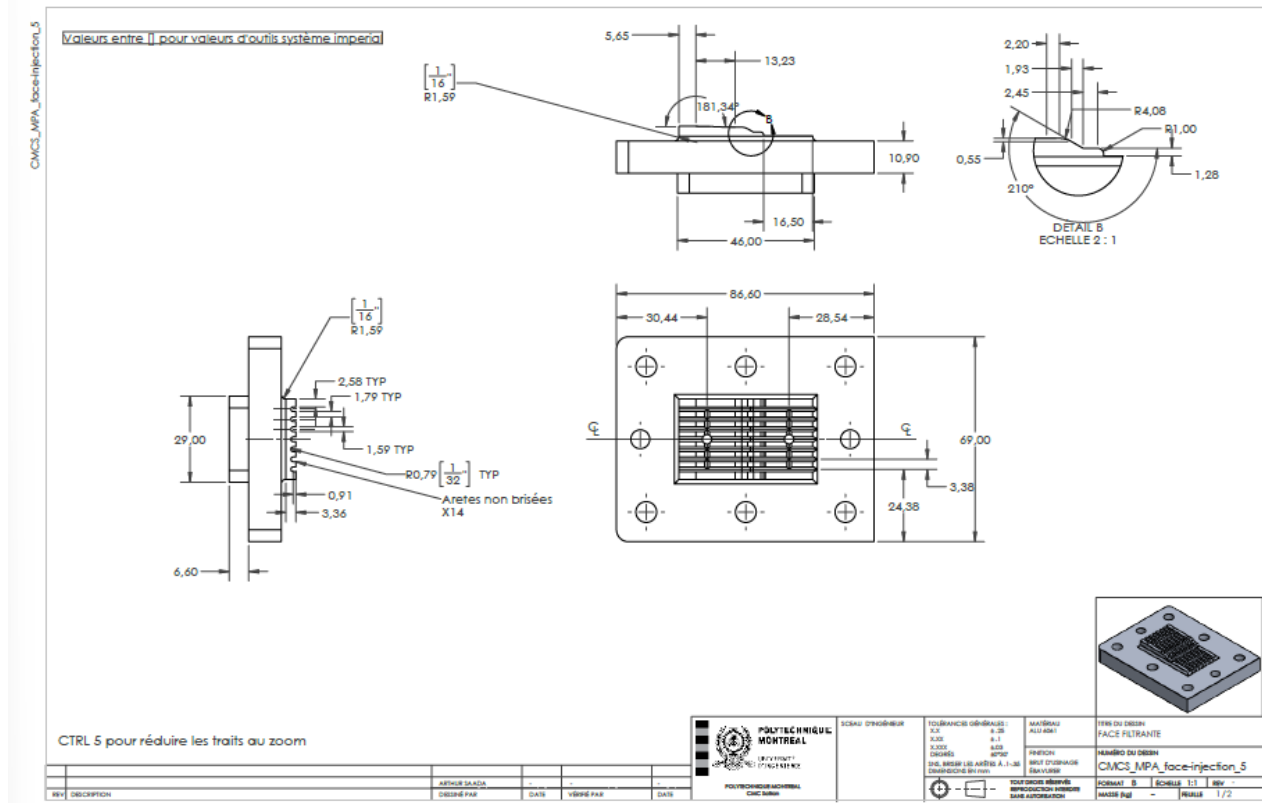


Figure 5-28 Exemple de plan final délivré à l'atelier, ici celui du chapeau d'injection, illustrant l'ajout du bossage pour les connecteurs

Cette étape a essentiellement consisté en plusieurs boucles itératives auprès d'Alessandro Scola d'abord pour des vérifications générales, puis auprès de Thierry Lafrance pour des vérifications plus poussées et une aide pour élever les plans à une qualité plus proches des standards industriels, les rendant propres à être transmis à un atelier (Figure 5-28). Ce travail de vérification a notamment conduit à quelques modifications mineures, notamment sur la géométrie de la gorge et par l'ajout d'un bossage pour loger les deux connecteurs du chapeau d'injection, sinon trop proches de l'extrême minimum en termes d'épaisseur nécessaire au perçage et taraudage d'un NPT.

Les solutions permettant la désactivation des stratégies non visées étaient prévues pour fonctionner grâce à la fabrication sur mesure de joints imprimés 3D ou l'utilisation de colles silicones et pour être conçues directement au moment de la réception et de l'établissement du protocole des essais. Leur conception et évolution est donc détaillée dans la prochaine partie.

5.2.3 Réception et validation

Une fois l'usinage par l'atelier terminé, nous avons réceptionné les pièces du moules, visible sur la Figure 5-30, pour s'assurer du bon montage de l'ensemble. Le système se montait correctement et les taraudages des vis et connecteurs fonctionnait bien. Le seul problème rencontré était une erreur de matériaux sur la matrice de filtration, initialement usinée en PTFE étanche par l'atelier (visible en blanc sur la Figure 5-29), mais cette mégarde fut rapidement corrigée.



Figure 5-29 Photographie du moule monté

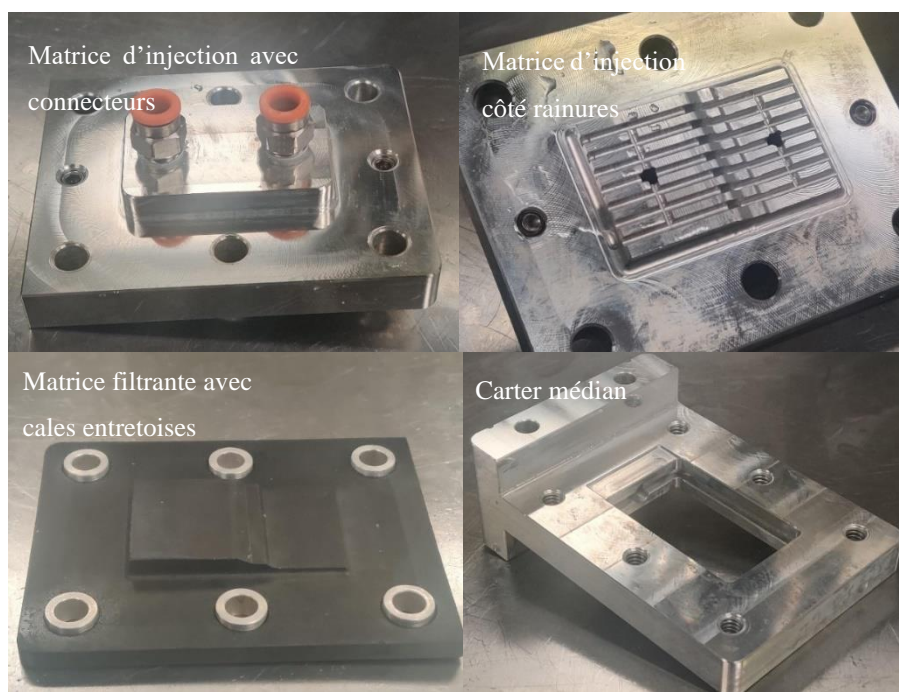


Figure 5-30 Photographies des principales pièces du moule

Une fois l'assemblage validé, est venue une étape de test d'étanchéité à l'eau d'abord, puis de test de construction de cru par filtration. Le moule a d'abord été testé avec sa matrice de filtration étanche usinée par erreur et a tenu sans soucis une pression d'eau de 6 bars pendant deux heures sans fuites. Il a ensuite subi un test à débit constant de 5 ml/min avec sa matrice filtrante, se stabilisant à une pression d'environ un bar au bout d'approximativement trois minutes. Le moule a enfin été testé avec de la barbotine seule, d'abord avec de la suspension Oxyde, moins dispendieuse, formant un gâteau de 3 mm d'épaisseur environ en 30 minutes, puis avec de la barbotine SiC, remplissant la cavité presque totalement en 30 minutes (Figure 5-31).

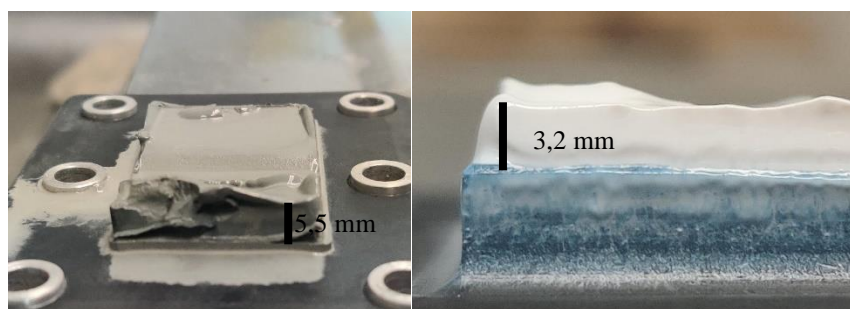


Figure 5-31 Photographies de gâteaux construits sans préformes, en SiC à gauche et en Oxyde à droite. Les hauteurs du filtre montrées sur les images donnent une idée de l'épaisseur de cru

Après ces différentes validations, venait ensuite une phase de préparation des tests réels. Cela comprenait notamment un travail sur une méthode de simulation de l'injection, évitant d'utiliser des préformes réelles coûteuses et très limitées en nombre, et un second sur la conception des solutions de scellement des systèmes d'alimentation non utilisés durant l'essai et plus largement l'établissement d'un protocole fonctionnel pour les différentes stratégies à tester. Ces deux éléments seront traités dans les prochaines parties, avant le traitement des résultats.

5.2.4 Protocole d'essai général et des différentes configurations

Quatre stratégies d'injection ont été employées. Chacune utilisait un système de scellement, permettant de condamner les circuits d'alimentation non utilisés et de bloquer les faces ou tranches devant être étanches à la barbotine. On peut distinguer deux besoins distincts.

D'abord, on devait pouvoir sceller les tranches de la préforme pour les essais d'injection par les faces. Cette fonction était prévue pour être remplie par un joint imprimé en 3D. Après un essai avec une simple cale en PETG puis un joint TPE simple épaisseur, la solution définitive d'un joint

double épaisseur a montré un bon fonctionnement. La préforme est positionnée dans le joint, puis l'ensemble est précautionneusement fretté à la main dans le carter (Figure 5-32).

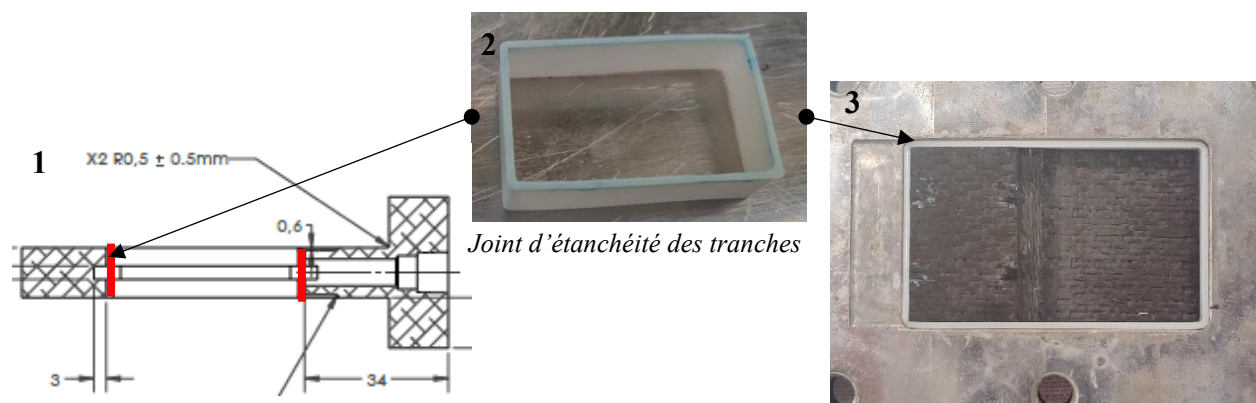


Figure 5-32 Vues du joint des tranches. (1) Position dans sur le plan du carter, (2) photographie du joint et (3) photographie avant fermeture sur laquelle on voit le joint enserrant la préforme

Ensuite il est nécessaire de bloquer totalement ou partiellement les faces opposées à la filtration, pour les essais en injection par les tranches ou par une face choisie. Trois types de solutions ont été testés successivement. Il était d'abord prévu de mener les essais des stratégies par campagnes en scellant avec de la colle silicone les portions adéquates des rainures de la matrice d'injection, seulement, cette méthode présentait deux problèmes. Le travail nécessaire au retrait de la colle silicone était extrêmement long et fastidieux et le joint présentait des inconnues (dégradation par la barbotine possible) risquant d'altérer la perméabilité du moule. Le scellement à l'aide d'une superposition de ruban téflon recouvert de film de paraffine a donné de bons résultats, mais a finalement été remplacé par une combinaison de film de paraffine et de joints 3D réutilisables (Figure 5-33), d'installation plus facilement répétable et probablement plus étanche (compression plus importante).

Décrivons dans un second temps la procédure générale d'assemblage du moule. Les deux joints sont d'abord placés sur les matrices, le joint vient s'emmancher sur les entretoises du côté filtration et est seulement posé côté injection (Figure 5-22). La préforme est ensuite mise en place avec le dispositif propre à chaque configuration. On peut alors venir accoter les deux matrices sur le carter en vissant légèrement. On vient enfin serrer les vis, d'abord les vis du milieu (des deux côtés), puis les vis extérieures en les serrant en croix.

On peut finalement raccorder le moule à la colonne grâce à une durite transparente, boucher les connecteurs non utilisés (Figure 5-29), puis présaturer et injecter en plaçant le filtre vers le haut (filtration en inverse gravité), réduisant le phénomène de dilution au moment du contact entre la barbotine et le fluide porteur, dilution néfaste à la bonne construction du gâteau.

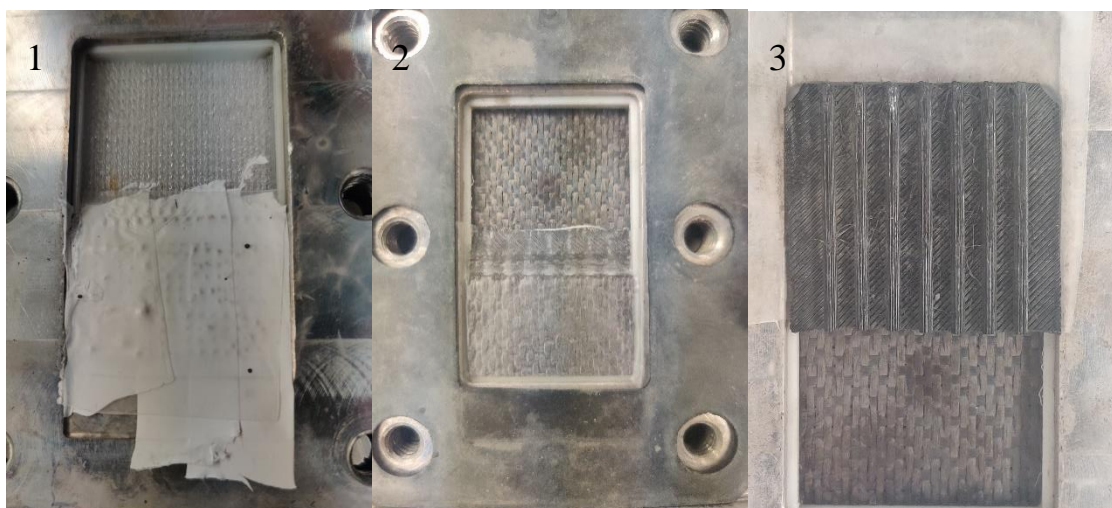


Figure 5-33 (1) Deuxième version d'étanchéité des faces, le système profite de l'hydrophobie du téflon directement au contact de la pièce, lui-même recouvert de film paraffine pour renforcer l'étanchéité. (2 et 3) Version finale avec positionnement d'un film paraffine (1), puis d'un joint 3D venant se loger dans les rainures (3) et comprimant le film dans les rugosités de surface de la préforme. Le fonctionnement est identique pour sceller la face entière, on utilise seulement un joint avec les dimensions développées de la face complète.

Le protocole a par la suite subi deux évolutions ayant influé sur les résultats. D'abord un colmatage du filtre ayant fait rater un essai à conduit à un changement dans la procédure de nettoyage et de conservation du filtre, ensuite un changement de la phase de présaturation a été élaboré pour éviter certains défauts causés par une mauvaise élimination de l'air dans la préforme par le protocole initial. Ces évolutions sont décrites en détails dans la partie 5.2.6.

5.2.5 Travail effectué sur les préformes polymères

Dès le début du travail de validation du moule, il est devenu évident que le travail de préparation des essais allait nécessiter un substrat poreux permettant la croissance du gâteau en son sein. Comme pour du substrat à corail, cet élément à porosité ouverte devait servir d'ancrage au gâteau, facilitant le démoulage. En effet, le travail effectué par Kartikeya Upreti et Floriane Dewart montre

qu'un démoulage rapide du gâteau sans structure de renfort pour séchage à l'extérieur du moule est réalisable, sa géométrie générale et celle du front sont cependant fortement affectées, la pièce encore humide n'ayant aucune rigidité sans préforme.

Des éprouvettes à fort taux de porosité ouverte, conçus pour être fabriqués sur imprimantes FDM, ont donc été utilisés pour les premiers essais de validation du moule avec barbotine Oxyde (Figure 5-34).

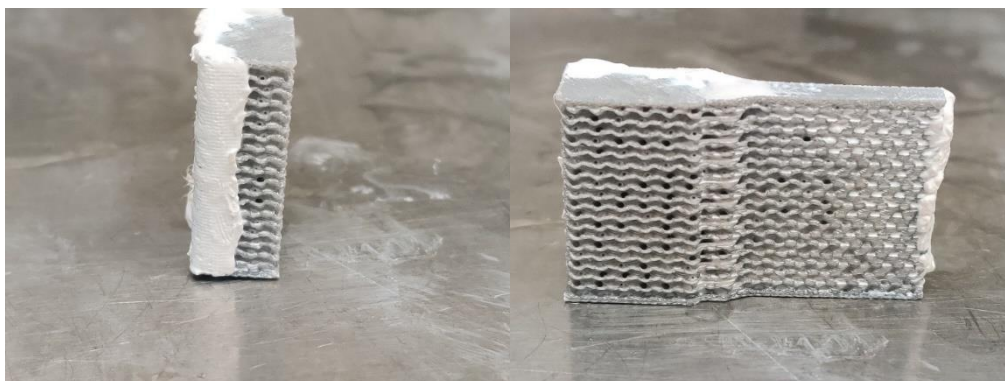


Figure 5-34 Premières préformes gyroides utilisées (ABS et porosité de 60%)

Rapidement nous avons pu constater que ce genre de substrat protégeait effectivement le gâteau des contraintes en plus de faciliter le démoulage, ce qui ouvrait un usage plus avancé. Associé au caractère contrôlable du taux de porosité de ces pièces imprimées, au coût prohibitif et à la rareté des vraies préformes SiC, est venue l'idée de créer des préformes polymères reprenant un maximum de caractéristiques des préformes SiC, cela dans le but de préparer le plus minutieusement possible les essais réels. En utilisant une porosité identique à celle des préformes SiC on pouvait approximer par essais et erreurs le temps d'injection d'un essai d'une part, et d'autre part, l'injection de ces préformes polymères allait donner un aperçu de la forme du front de croissance et de la répartition des défauts dans la pièce, dépendamment de la proximité du modèle de porosité « parfaite » utilisé face à la configuration plus hétérogène produite par le tissage des préformes SiC.

Avant de pouvoir exploiter ces préformes, différents paramètres ont été testés pour essayer de se rapprocher au maximum des préformes SiC fournies par Safran Ceramics, l'objectif pour un remplissage de 65% (donc porosité de 35%) étant d'avoir une taille de pores (de la préforme) entre 100 μm et 500 μm et d'être isotrope (la préforme SiC ne l'est pas, mais simuler le tissage, variant selon la position dans la pièce, aurait été trop complexe). Trois motifs réalisables par le logiciel de

tranchage PrusaSlicer et donnant une porosité ouverte ont donc été retenus pour évaluation, les remplissages : gyroïde, en nid d'abeilles 3D et rectiligne (Figure 5-35).

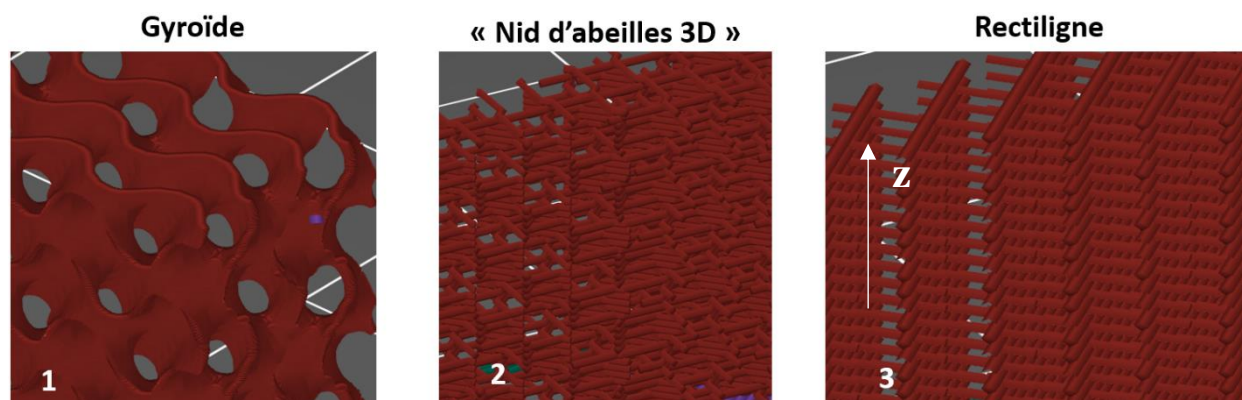
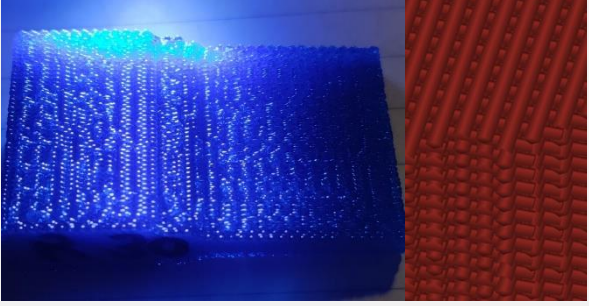
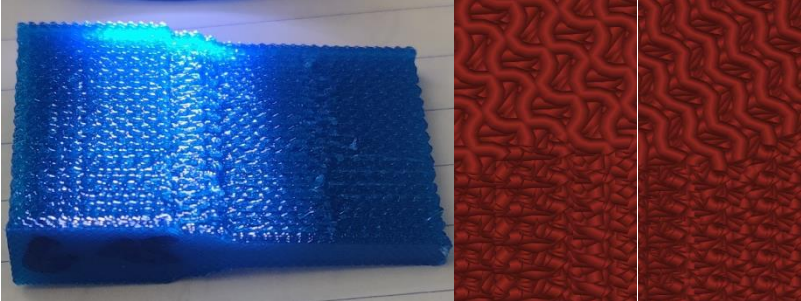
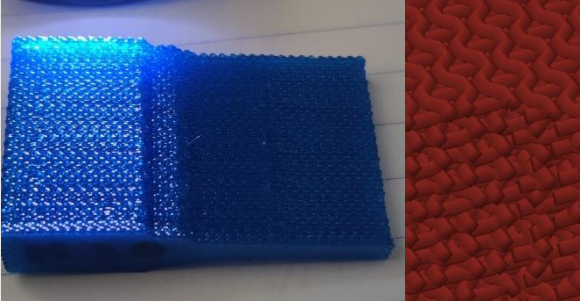


Figure 5-35 Vue sur Prusa Slicer des trois réseaux envisagés montrés avec des porosités importantes pour aider à la visualisation. (1) Le gyroïde est montré avec une hauteur de couche d'impression très faible pour montrer la géométrie. (2) Le nid d'abeille 3D n'est vraiment perméable dans les trois directions qu'avec une importante hauteur de couche. (3) La perméabilité dans le plan (x et y) de la structure rectiligne dépend de la hauteur de couche, celle dans la direction z est donc contrainte par la porosité choisie, à hauteur de couche donnée.

Six couples de paramètres d'impression (motif et hauteur de couche) ont donc été testés pour être soumis à discussion et sélection avec les différents acteurs du projet. Leurs caractéristiques sont détaillées dans le Tableau 5-2. Cela a permis d'en éliminer quatre, le gyroïde 150 μm , présentant un temps d'impression trop long ; le rectiligne 300 μm , moins isotrope que le rectiligne 200 μm , mais au demeurant presque identique donc superflu ; le gyroïde 300 μm , de taille de pores trop importante ; enfin le nid d'abeille, trop anisotrope et de taille de pores trop importante.

Tableau 5-2 Récapitulatif des caractéristiques différents couples motifs/hauteur envisagés.

Motif et hauteur de couche	Taille de pores approximative	Isotropie qualitative pour 35% de porosité	<p style="text-align: center;">Illustration :</p> <p>A gauche la préforme imprimée et à droite une ou plusieurs couches du motif sur PrusaSlicer (Regroupées par motifs, les différences causées par le changement de hauteur de couche étant peu visibles)</p>
Rectiligne 200 μm	~ 200 μm	Proche de l'isotropie	
Rectiligne 300 μm	~ 300 μm	Proche de l'isotropie	
Gyroïde 150 μm	~ 450 μm	Isotrope	
Gyroïde 200 μm	~ 500 μm	Isotrope	
Gyroïde 300 μm	~ 600 μm	Isotrope	
Nid d'abeille 3D 300 μm	~ 600 μm	Non isotrope	

Les deux couples, gyroïde 200 μm et rectiligne 200 μm , ont ainsi subi plusieurs tests d'injection par la face complète, dont les courbes d'injection sont illustrées sur la Figure 5-36. La structure

gyroïde a finalement été sélectionnée malgré un temps d'impression plus long. Le réseau gyroïde a été retenu pour son isotropie d'abord, assurant un comportement semblable, si des essais sur des préformes de porosités différentes étaient requis, ensuite, pour sa taille de pores similaires à celle des préformes SiC et enfin, pour sa proximité avec l'essai réel sur la partie à pression constante en termes de débit obtenu (Figure 5-36). Il est à noter que la structure régulière et la structure gyroïde présente une pente presque identique, ce n'est donc pas ce point qui l'a éliminé

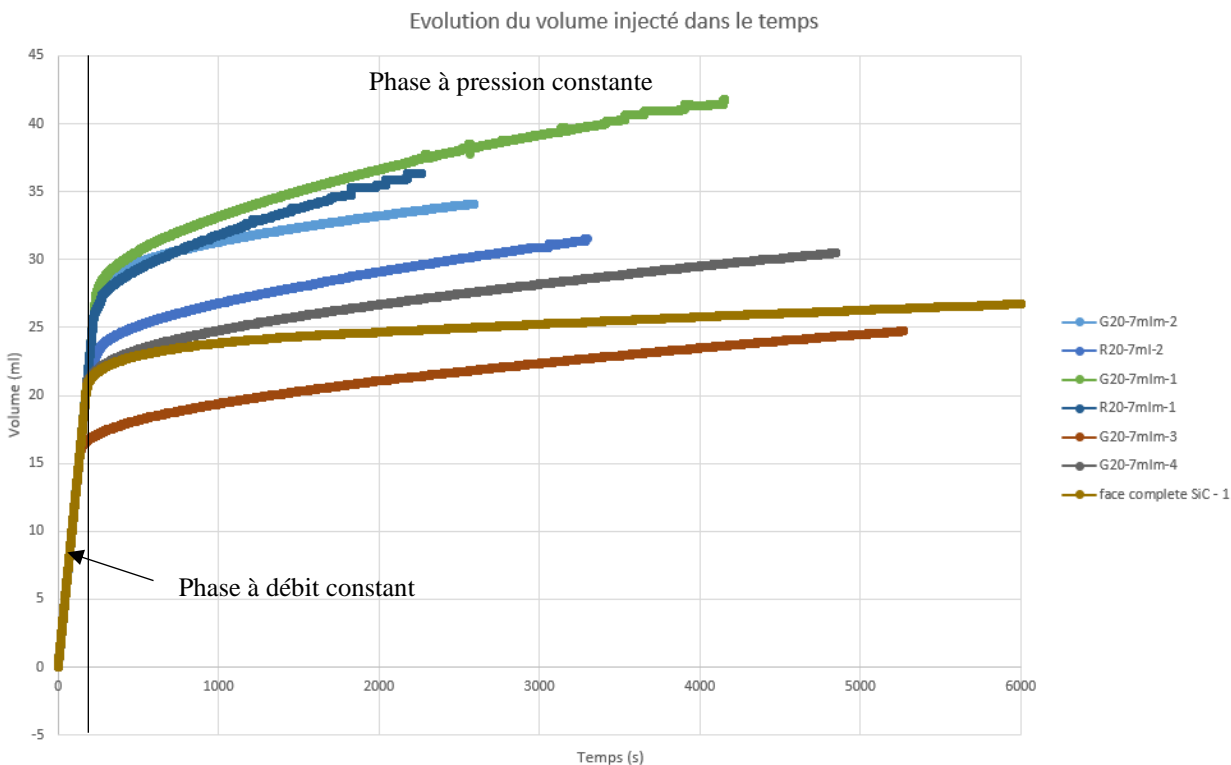


Figure 5-36 Courbe d'injections de différents essais préliminaires par la face complète sur des préformes gyroïde 200 μm (G20-7mlm) et rectiligne 200 μm (R20-7mlm), ainsi que du premier essai complet sur préforme SiC (face complète SiC), servant d'outil de comparaison. L'écart de volume en fin de phase à débit constant est vraisemblablement causé par de l'air dans le système, causant ce décalage. A noter que l'on remarque bien la croissance en \sqrt{t} prédite par l'équation (1.11) sur la partie à pression constante.

5.2.6 Résultats

Dans un premier temps, introduisons un petit aperçu des essais menés (Tableau 5-3). Durant tout le processus de test, des essais sur préformes polymères (Figure 5-37) ont été menés en amont des

essais sur préformes SiC (Figure 5-38). Leur but principal était de servir de répétition générale avant l'essai réel, faisant office de fusible pour la plupart des problèmes (quantité de barbotine insuffisante, système de scellement inadéquat, etc.). Ils ont de plus permis, dans une certaine mesure, la comparaison du comportement des préformes SiC avec un système « parfait ». Enfin ils ont permis l'observation d'éléments mineurs, moins affectés par la géométrie du tissage ou par la construction du gâteau, comme la conservation de la couche de surface côté filtre (Figure 5-37). Cependant, si les écarts entre préforme polymère et préforme fibreuse SiC peuvent parfois s'expliquer par leur différence de réseau, ils ont probablement souvent été causés (essentiellement avant mise en place de la présaturation sous vide) par des problèmes dans la répétabilité du protocole (présence de plus ou moins d'air dans le système, élément faisant énormément varier les courbes de montée en pression).

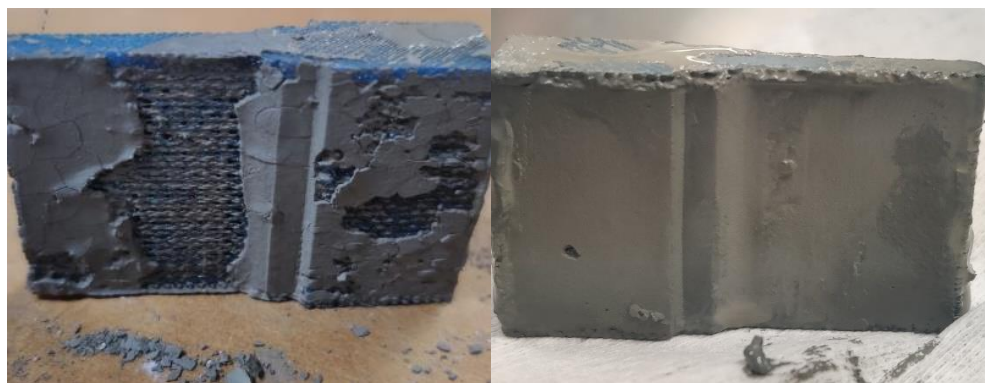


Figure 5-37 Photographie d'une préforme polymère injectée sèche, vue côté filtration avec détachement d'une partie de la couche extérieure (à gauche) et d'une seconde, encore humide, démoulée sans détachement de la couche de surface (à droite).

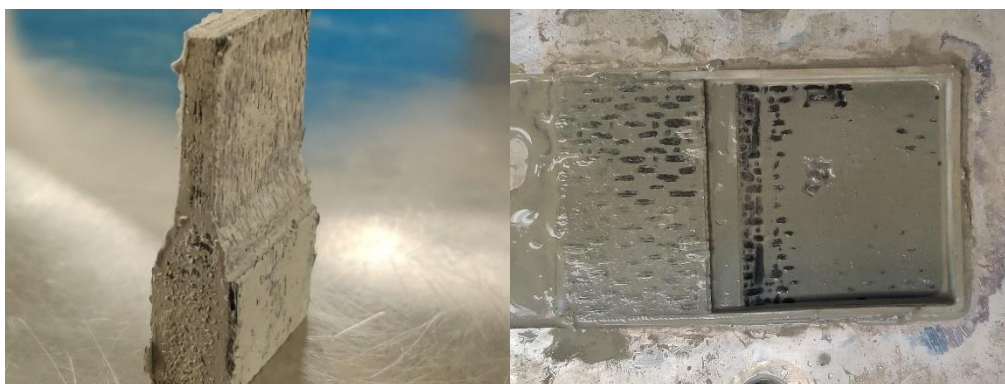


Figure 5-38 Composite SiC/SiC complet injecté par la face complète (à gauche) et du côté filtre du 2^e composite SiC/SiC complet injecté par la face fine, encore dans le moule (à droite).

En dehors d'un essai ayant raté, tous les échantillons ont bien été injectés, donnant parfois des remplissages étonnants par rapport à ceux escomptés par le programme de simulation (Tableau 5-3). Tous les essais complets ont été menés sur une période de deux à quatre heures et ont vu la formation de cru dans le système d'alimentation (sauf l'essai ayant dysfonctionné), confirmant une construction dans toutes les zones de l'échantillon permises par l'installation. Les microtomographies ont été menées sur les échantillons entiers, permettant une bonne vue d'ensemble de la construction, mais donnant une résolution de seulement 40 μm par pixel.

Tableau 5-3 Tableau récapitulatif des essais menés sur préformes SiC, introduisant leurs porosités et leur remplissage respectifs. En rouge l'essai ayant raté.

Nom de configuration	Remplissage ciblé	Porosité apparente de la préforme	Porosité apparente du composite	Remplissage réel du composite	
				Triple pesée	Masses sèches
Complète/Complète	Complet	40%*-	33,27 %	33,67 %	60,25 %
Fine/Complète	Complet	40%*	31,92%	45,54 %	64,90 %
Épaisse/Complète	Complet	40%*	-	-	33,55 %
Tranches/Complète	Complet	41,04%	29,67%	50,17 %	78,55 %
Fine/Complète (2°)	Complet	39,35%	28,84%	53,41 %	74,00 %
Complète/Complète	50%	40,75	-	-	61,05%
Tranches/Complète	50%	41,75%	-	-	65,68%

* Essais réalisés avant début des mesures de triple pesée, est donc notée la valeur théorique de porosité.

Dans le Tableau 5-3 on détaille les porosités apparentes des préformes et composites y étant associés mesurées par triple pesée, tel que décrit dans la partie 4.3.2. C'est-à-dire la porosité ouverte de la préforme (permettant de remonter au V_p) et la porosité ouverte du composite, elle-même composée d'une part de porosité intergranulaire dans le gâteau construit et d'une part de porosité regroupant les macro-pores et les fissures, c'est-à-dire les zones sans gâteau construit. On y donne également les deux valeurs de remplissage calculées comme décrit en 4.3.2, qui consiste, pour rappel, en le rapport du volume de gâteau construit sur le volume poreux de la préforme (déterminé à partir de la porosité apparente de la préforme). Le remplissage calculé à partir des mesures de masse sèche et celui qui sera utilisé dans la discussion, car considéré comme plus fiable.

Dans un premier temps, nous allons passer les différents essais au crible, puis suivra une analyse comparative des différentes expériences expliquant les retours concernant les différents objectifs.

5.2.6.1 Essai complet en configuration face complète

Pour ce premier essai on constate un très bon chevauchement de la courbe d'injection de l'essai sur préforme SiC avec celle de l'essai sur préforme polymère (Figure 5-39), ce qui peut indiquer une section de filtration semblable des deux préformes. Il est néanmoins peu probable que l'on ait des perméabilités similaires étant donnée les différences d'architecture, notamment, les peaux de surface des préformes SiC semblent bien moins perméables que celles des préformes gyroïdes. La construction étant dominée par la perméabilité du gâteau, cette différence ne devrait et ne semble pas donner de différences majeures de construction.

On peut également ajouter que cette configuration présente l'avantage de limiter l'introduction de chemin préférentiel dans la préforme SiC, ce qui peut expliquer cette similitude, les chemins préférentiels de la section épaisse de la préforme SiC entrant possiblement moins en jeu.

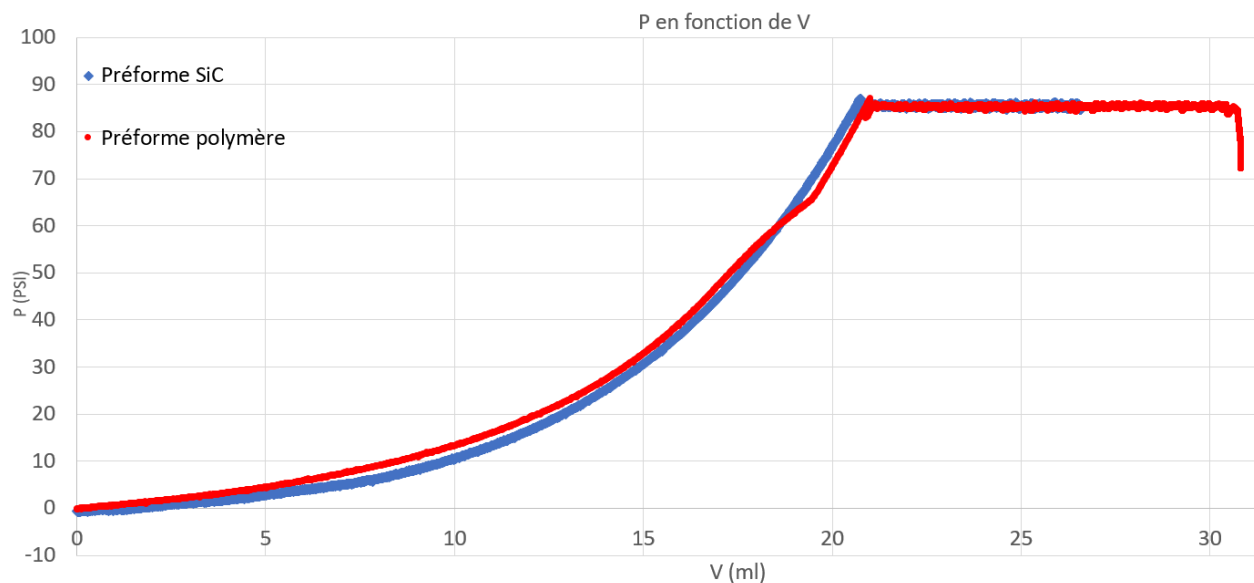


Figure 5-39 Courbes d'injection comparées pour la stratégie face complète – essai complet

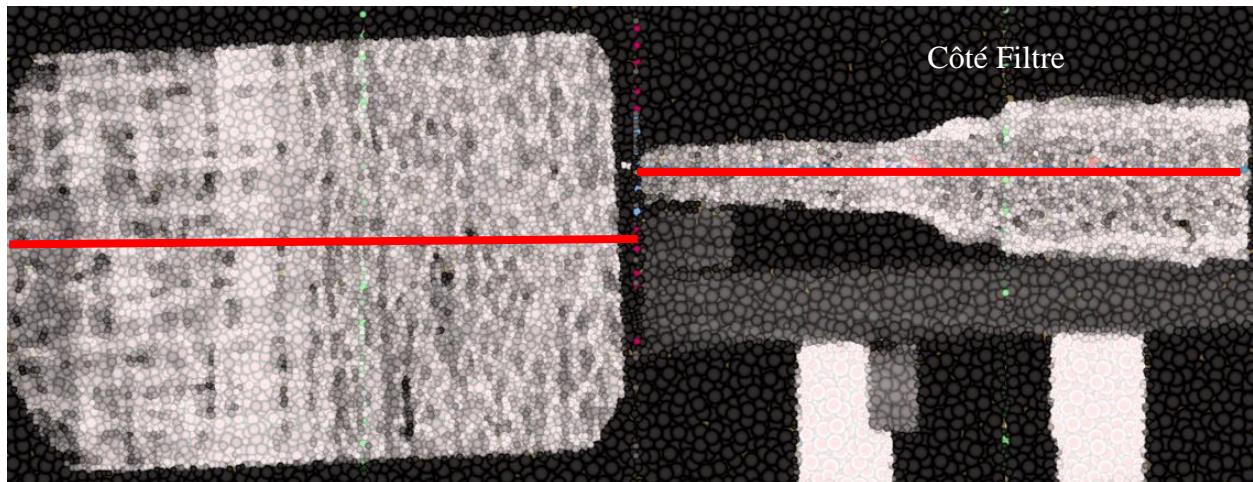


Figure 5-40 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face complète. Dans l'échantillon, les fibres sont en claire, le gâteau en gris plus foncé et l'air en noir. La ligne rouge sur chaque vue correspond au plan de coupe de la vue voisine.

On remarque un grand nombre de macropores sur les images de microtomographie (Figure 5-40), ces pores pourraient être causés par un phénomène de rétention, mais plus probablement par une dispersion de bulles restées piégées dans la préforme malgré la phase de présaturation. On constate tout de même une plus grande concentration de pores (ou des pores plus gros) à l'opposé du filtre dans la section épaisse.

Plusieurs hypothèses peuvent expliquer cette répartition. D'abord, on peut supposer que les bulles les plus proches du filtre ont plus facilement été poussées dans le filtre par le flux durant la présaturation.

Une seconde hypothèse peut être la suivante. Au début de l'injection, lorsque le gâteau est encore fin, il génère un important gradient de pression. Ainsi, une bulle placée au front de construction, entre le cru et la barbotine subira la même pression que la barbotine, mais induira une forte déformation locale du gradient de pression dans le cru. Cela implique qu'au niveau de la bulle on a une épaisseur moins importante pour un Δp identique, ce qui d'après la loi de Darcy implique un débit plus important à cet endroit, construisant du gâteau plus vite ce qui conduit à équilibrer l'épaisseur et à repousser la bulle. Cependant, ce phénomène risque de se réduire avec la baisse rapide du gradient dans le gâteau, causée par son épaissement. En effet le repoussement de la bulle par le front est opposé à différentes forces (poussée d'Archimède, attraction avec les fibres, etc.), plus le gradient baisse, plus l'effort de repoussement est faible, menant à un équilibre (Figure

5-41). Ces différentes forces dépendant fortement du réseau fibreux et de la taille des bulles, tous les pores ne se retrouvent pas sur un même plan.

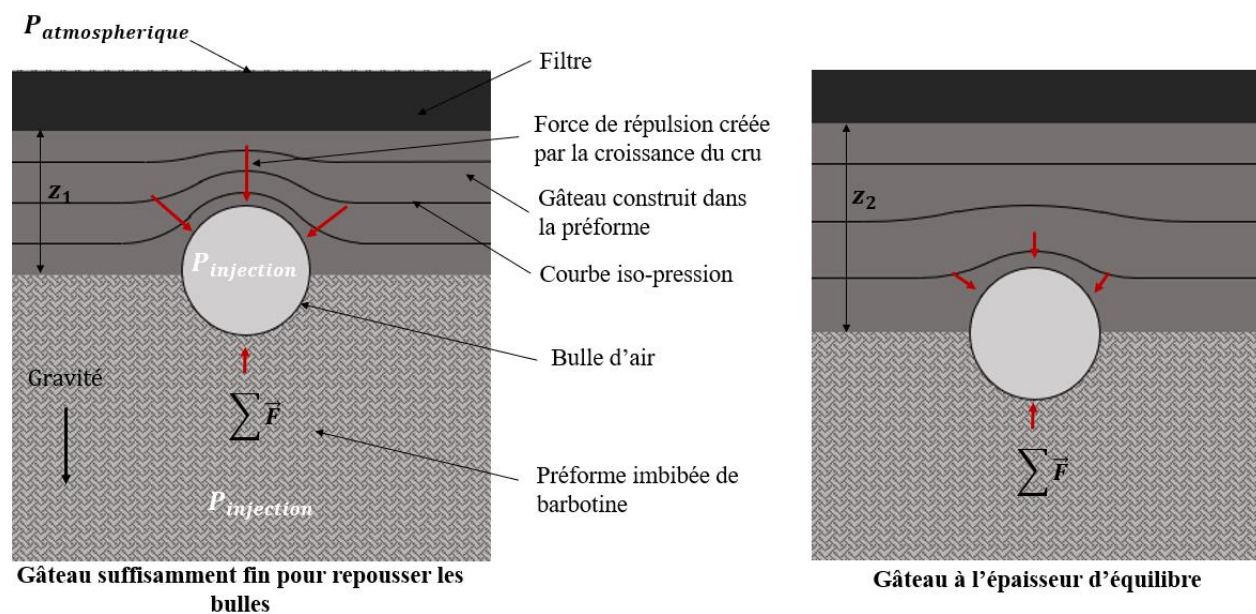


Figure 5-41 Schéma illustrant le mécanisme supposé de repoussement des pores

Ce positionnement des pores a également été observé sur les éprouvettes polymères. Cela peut appuyer une importance d'ordre faible du schéma de tissage face à la porosité par exemple.

Dans sa globalité, l'allure du cru construit correspond tout de même à celle proposée par l'outil de simulation (Figure 5-5) et le remplissage calculé semble cohérent avec les images (Figure 5-40 et Tableau 5-3).

5.2.6.2 Essai complet en configuration face fine

On remarque encore une fois un faible écartement des courbes (Figure 5-42), avec l'essai sur préforme polymère montant plus rapidement en pression que celui sur éprouvette SiC. Cela peut s'expliquer une différence de volume d'air résiduel, retardant le début de la construction dans le cas du SiC.

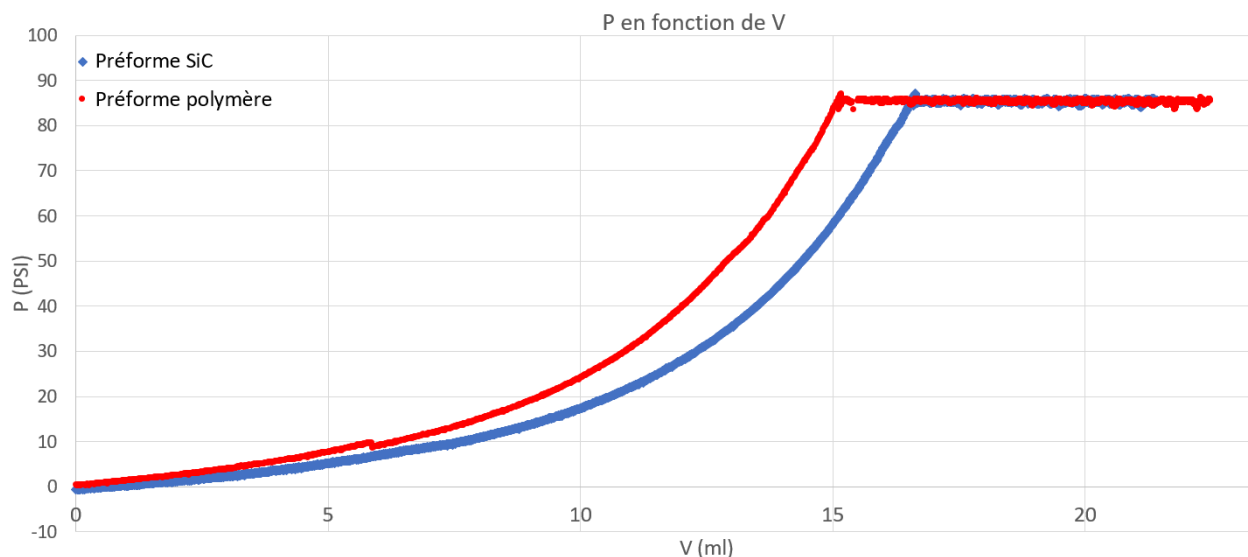


Figure 5-42 Courbes d'injection comparées pour la stratégie face fine – essai complet

On remarque encore une fois de nombreux macropores sur la microtomographie (Figure 5-43). Ils sont de nouveau essentiellement présents à l'opposé du filtre, ce qui peut s'expliquer par les mêmes hypothèses que sur l'essai en injection par la face complète. On constate une concentration de pores légèrement plus importante au niveau de l'arête opposée au filtre dans la section épaisse, cette zone étant éloignée de la zone d'injection, il est cohérent d'y avoir une zone « morte » avec un remplissage plus faible. Si le remplissage est légèrement plus faible en s'éloignant de la source de barbotine, on reste loin de la supposition du modèle de simulation qui proposait un important volume sans gâteau (voir Figure 5-22), d'autant que le remplissage global est similaire à celui de l'injection par la face complète. Cet écart avec la simulation peut s'expliquer par la présence de chemins préférentiels ou par une limite du programme. En effet, la zone épaisse est une zone très peu poreuse (porosité moyenne 10% supérieur aux peaux par exemple) et très perméable par rapport aux peaux, à la jonction ou la section fine. Il est possible que le cru se construise plus rapidement dans cette section épaisse. Cependant, il n'est possible d'évaluer cela qu'avec des essais interrompus, tel que détaillé plus loin.

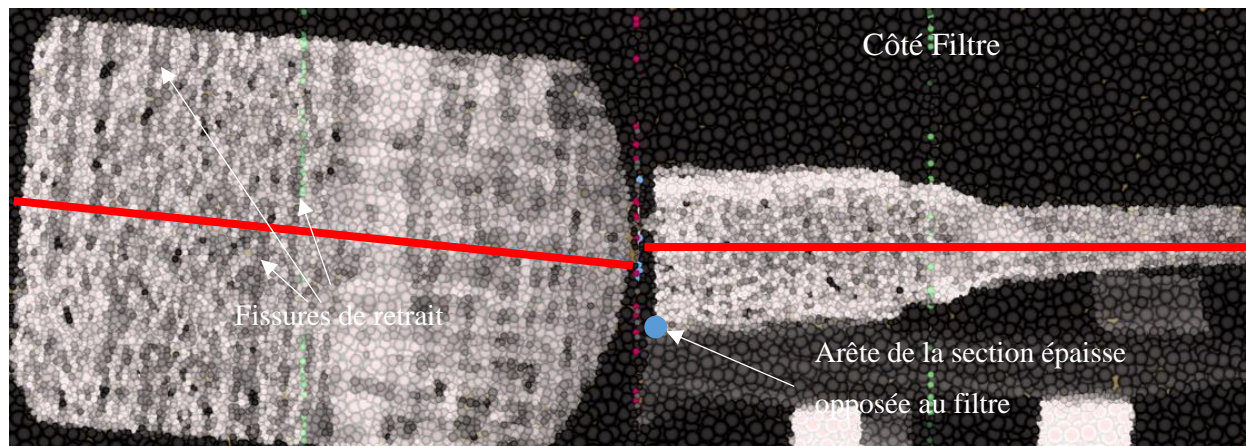


Figure 5-43 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face fine. On peut voir à gauche quelques grosses fissures de retrait

5.2.6.3 Essai complet en configuration face épaisse

Si on s'intéresse maintenant à l'essai en injection par la face épaisse, on remarque un problème sur l'échantillon avec préforme SiC. D'abord la courbe t/V (Figure 5-44) montre une réduction très rapide du débit, impliquant une très faible perméabilité du système, ou en l'occurrence un colmatage du filtre. C'est également ce que l'on voit en comparant la courbe d'injection des deux spécimens (Figure 5-45), le SiC montant bien plus rapidement en pression.

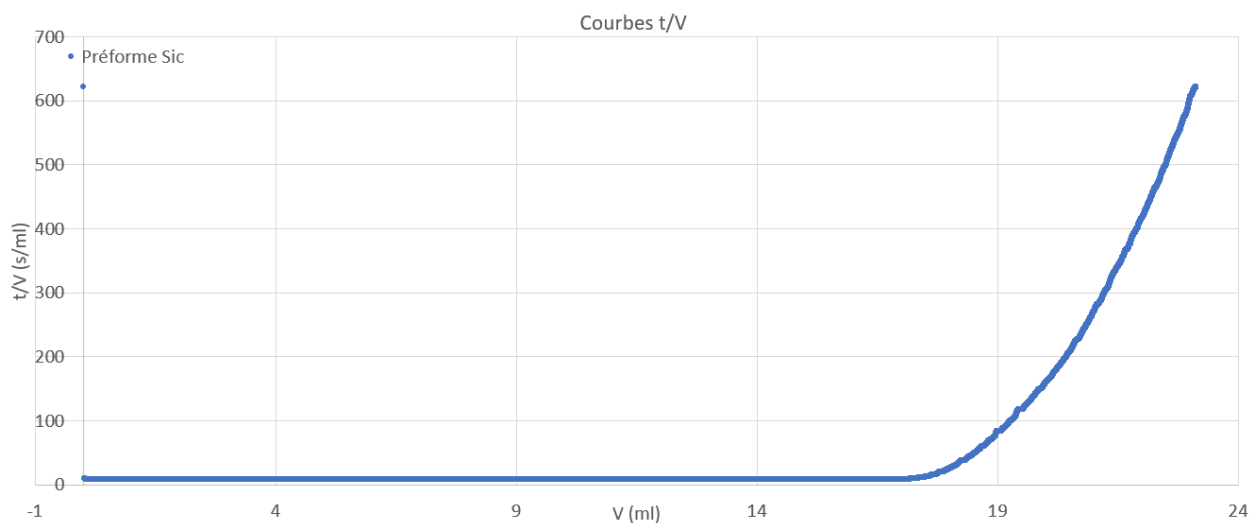


Figure 5-44 Courbe t/V (courbe introduite à la Figure 2-31) de l'injection par la face épaisse

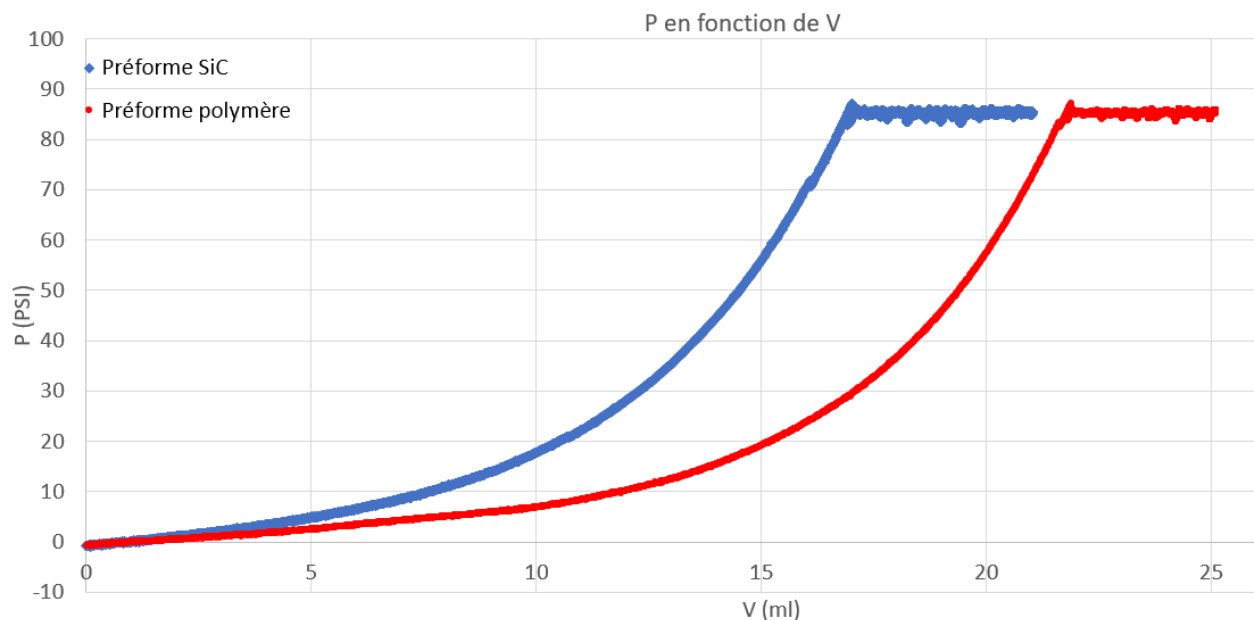


Figure 5-45 Courbes d'injection comparées pour la stratégie face épaisse – essai complet

On constate ensuite effectivement que, par inspection visuelle sur la microtomographie, le composite est essentiellement vide (Figure 5-46).

Une première hypothèse proposée pour expliquer cet échec était un défaut d'éprouvette donnant une peau trop peu perméable. Cette hypothèse à cependant vite été balayée par des tests de vérification menés sur éprouvettes polymères, soulignant bien un colmatage du filtre (Figure 5-47). Ce colmatage pouvait provenir d'une dégradation de la colle utilisée pour sceller l'alimentation de la partie fine (pour cet essai et son essai de préparation seulement) ou d'un colmatage causé par le liant. Par chance, il s'agissait d'un colmatage progressif par le liant, vraisemblablement accentué brutalement par un séchage prolongé de l'échantillon dans le moule. En effet, le filtre n'ayant pas été nettoyé avant son séchage, puisque toujours assemblé, il était rempli d'eau additionné de liant, liant qui s'est donc fixé dans le réseau poral durant le séchage. Cet incident a mené à une évolution du traitement du filtre entre les essais. Les spécimens ont par la suite été démoulés peu de temps après injection et le filtre plongé dans un volume d'eau bouillante après son nettoyage au bain à ultrason. Bien que peu rempli, le gain de masse de poudre d'environ 1,5 g a conduit notre partenaire à nous demander de considérer la préforme comme perdue, car risquant de fausser les résultats. Cela, quitte à utiliser la préforme de rechange pour effectuer un nouveau test en fin de campagne si aucun essai plus important ne venait à rater.

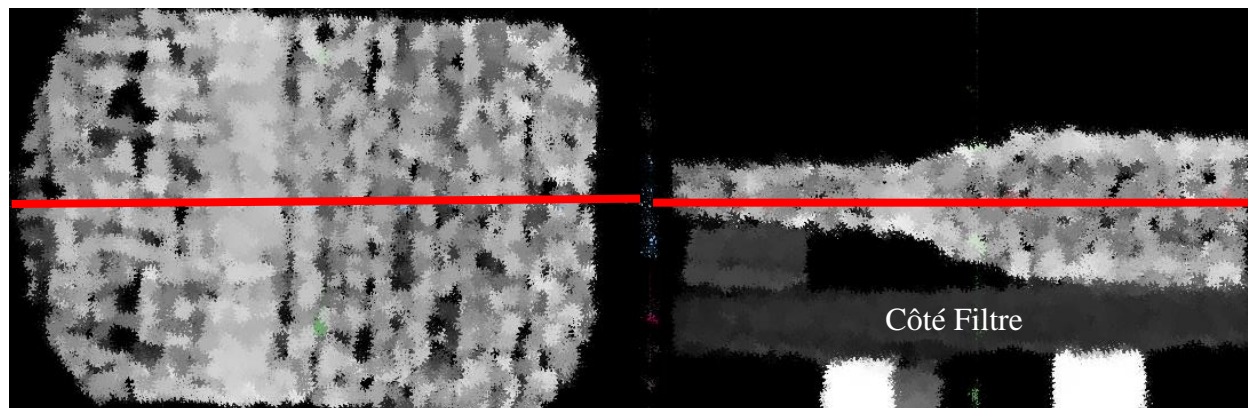


Figure 5-46 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face épaisse

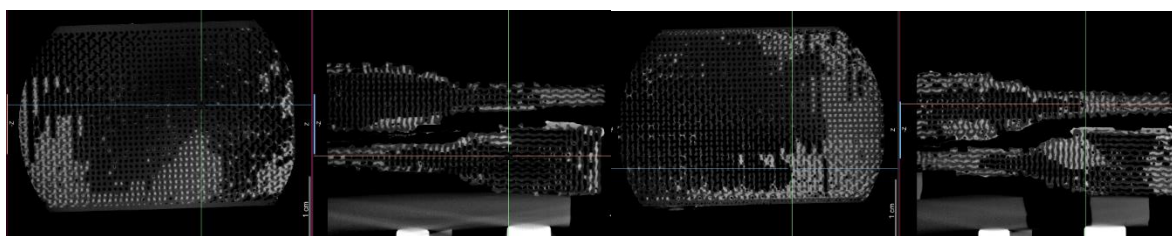


Figure 5-47 Essais de vérification du colmatage menés sur éprouvette polymères. On constate effectivement des préformes essentiellement vides, le cru étant uniquement créé par la barbotine présente dans la préforme au moment du démoulage, qui s'est probablement amalgamé tout au long du séchage à cause de la tension de surface.

5.2.6.4 Essai complet en configuration tranche

La comparaison des courbes dans ce cas-ci montre de grandes différences (Figure 5-48 et 5-49). En effet, la comparaison des courbes t/V est ici intéressante. On peut remarquer trois sections distinctes sur la courbe de la préforme SiC, on a une constante jusqu'à 19 ml environ, correspondant à la phase à débit constant (Figure 5-49), puis une section linéaire jusqu'à 27 ml, suivie d'une seconde droite très raide, indiquant un débit très faible. Contrairement aux stratégies précédentes, le système d'injection par les tranches est très constant dans sa section, effectivement mis à part une gorge, il consiste essentiellement en un perçage de section constante reliant le connecteur à la cavité (Figure 5-24). Ainsi on peut en déduire que le remplissage de la préforme et de la gorge a nécessité 8 ml de barbotine environ, ce qui correspond bien à la valeur calculable grâce à l'équation (1.5), et que la dernière section correspond à la construction dans ce perçage. La courbe t/V de la préforme polymère est bien plus écrasée, la transition entre la phase à débit

constant et celle à pression constante arrive bien plus tardivement, vers 25 ml (Figure 5-49), ce qui indique une grande quantité d'air dans le système, retardant le début de construction de l'injection sur éprouvette polymère. Cette différence importante de volume de transition explique l'écrasement de la courbe rouge, le volume au dénominateur étant bien plus important, bien que l'écrasement vienne possiblement aussi de la construction facilitée du gâteau dans le réseau « parfait » des préformes gyroïdes, permettant un remplissage avec un débit plus régulier.

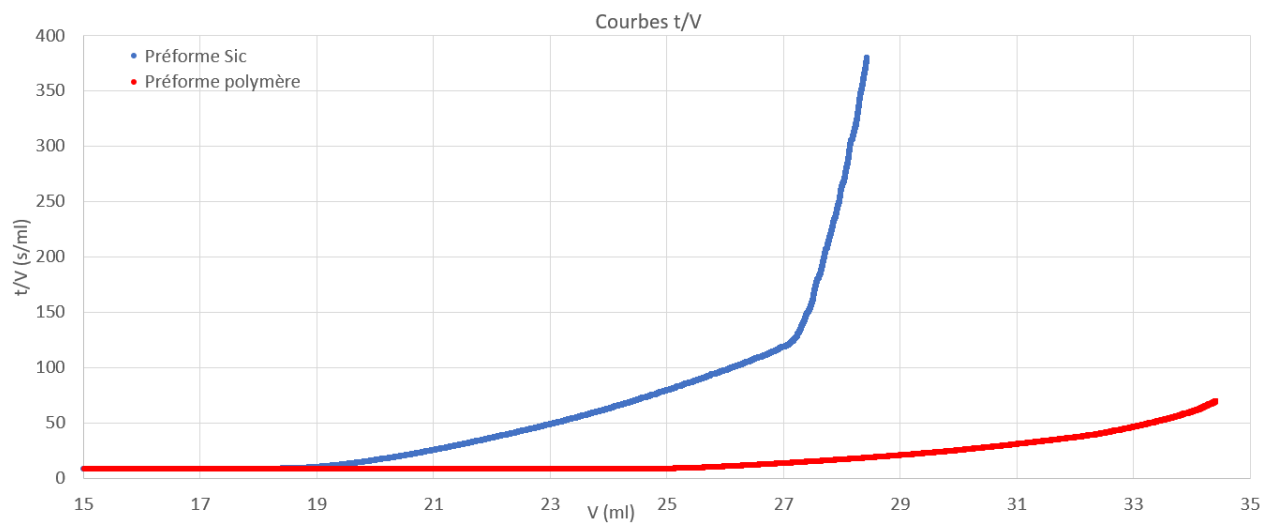


Figure 5-48 Courbes t/V de l'injection par les tranches pour la préforme SiC et une préforme polymère

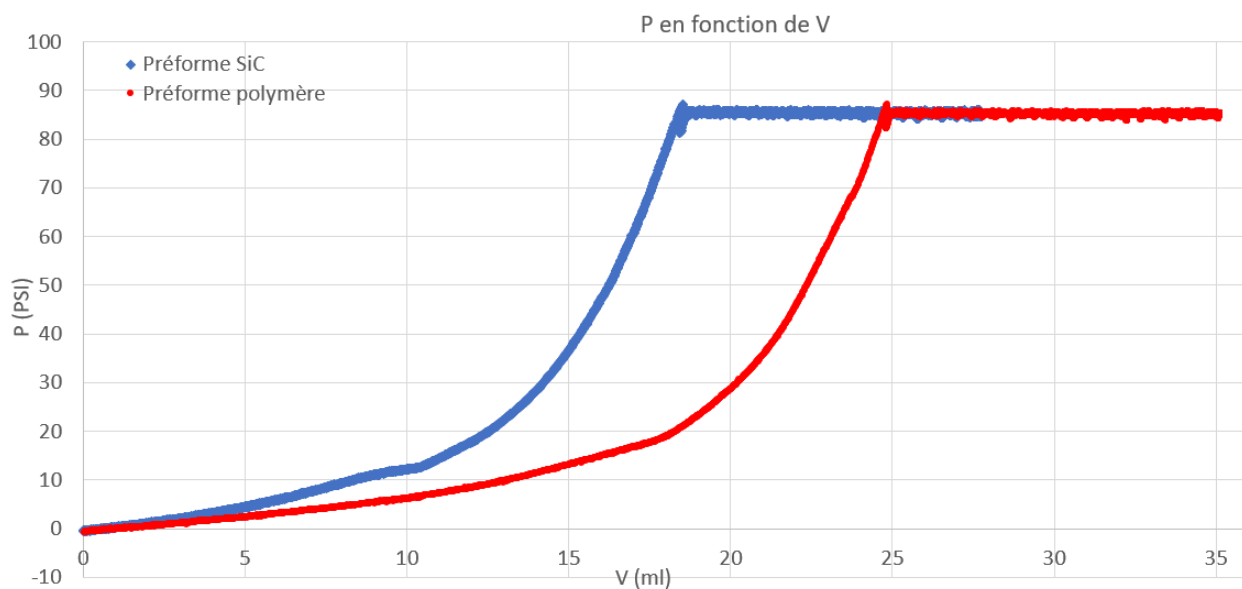


Figure 5-49 Courbes d'injection comparées pour la stratégie tranche – essai complet

Cette fois encore on remarque la présence de macropores, ils semblent être positionnés aléatoirement cette fois-ci (Figure 5-50). Cela peut s'expliquer par le trajet bien plus chaotique de la barbotine, arrivant en YX des quatre côtés et générant bien plus de dilution que pour les autres stratégies (arrivée sur le côté et non par en dessous, donc pas vraiment totalement en inverse gravité).

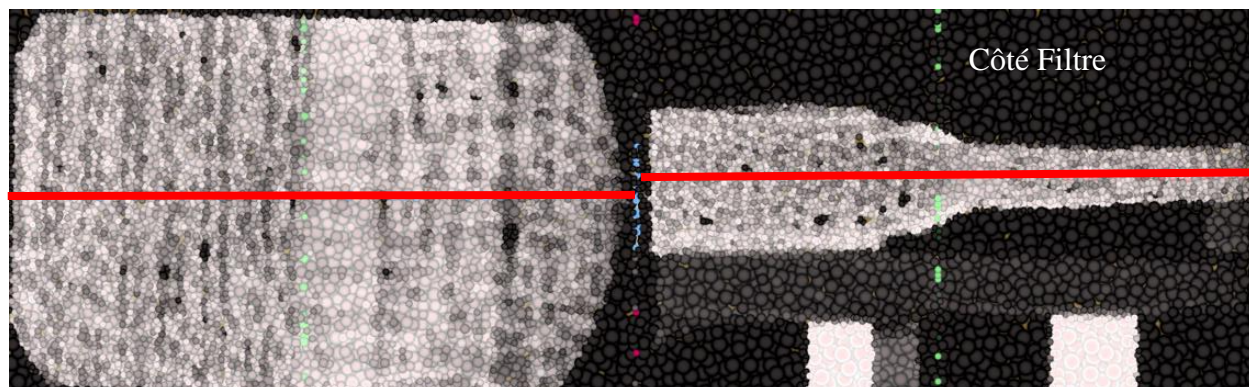


Figure 5-50 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par les tranches

La préforme semble bien mieux remplie que les deux préformes précédentes (face complète et face fine). Cela peut s'expliquer par deux points, d'abord l'admission se fait par les côtés, sans avoir à traverser les peaux (la peau opposée au filtre étant d'ailleurs peu remplie) facilitant son écoulement. De plus, la barbotine arrivant par plusieurs côtés, elle est plus susceptible d'atteindre des zones sinon bloquées à certaines des directions d'injection. Cette stratégie ne pouvant être simulée avec le programme actuel (outil multi-1D), nous n'avons malheureusement pas d'outils de comparaison (L'injection présente des flux et de la construction en 3D alors que le programme donne des résultats 2D).

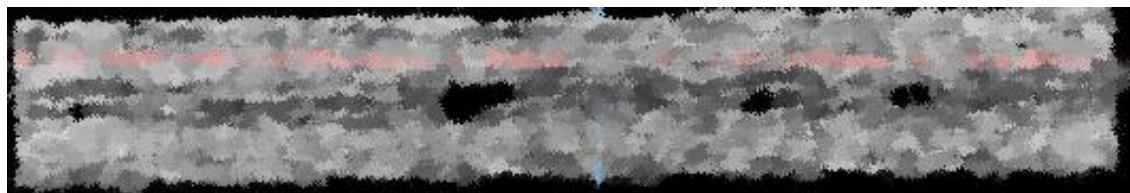


Figure 5-51 Vue en coupe transversale de microtomographie dans la zone d'épaisseur fine de l'échantillon injecté par les tranches

On peut enfin voir un problème récurrent des préformes utilisées, causé par le tissage. En effet la section fine de la préforme présente une réduction progressive de section nécessitant l'utilisation

de plis plus courts au milieu. Or, la partie fine étant peu perméable à cause du tissage serré, cela cause la création de zones chargées en pores au niveau de certains changements d'espaces inter-mèches, tel qu'illustré sur la Figure 5-51.

5.2.6.5 Essai complet n°2 en configuration face fine

Comme souligné par les essais précédents, la présence d'une grande quantité de pores, néfastes à la santé matière, laissait suspecter un problème de procédure ou de dispositif d'essai. Une mauvaise évacuation de l'air présent dans le moule avant la présaturation étant jugée probable, des essais sur préforme polymère en remplaçant la présaturation standard par une présaturation dite « sous vide » ont été réalisés. Cette présaturation consiste à assembler le moule normalement (sauf les bouchons), à immerger complètement le moule dans un volume d'eau de présaturation et à mettre le tout sous vide pendant une dizaine d'heures.

Pour améliorer encore le procédé, les préformes ont par la suite en plus été immergées seules avant la procédure précédente pour les essais interrompus.

Ce changement du protocole a permis une amélioration significative des résultats sur les spécimens injectés sur préformes polymères, conduisant à l'utilisation de l'échantillon de réserve pour un nouvel essai en injection par la face fine (cas plus contraignant) permettant une meilleure comparaison avec le modèle, sacrifiant donc au passage un nouvel essai en injection par la face épaisse.

On obtient ainsi deux courbes d'injection plutôt proches l'une de l'autre, avec malgré tout un léger écart dans la vitesse de montée en pression (Figure 5-52). En comparant les Figures 5-43 et 5-53, on remarque un bien meilleur remplissage avec présaturation sous vide, la valeur calculée du remplissage ayant également fait un bond important. On note également la présence d'une longue fissure longitudinale sur ce spécimen, probablement causé par une trop forte contrainte au moment du démoulage. Comme à chaque fois, on observe un faible remplissage des peaux. Enfin, on peut conclure que pour une telle longueur de la section épaisse, la construction du gâteau dans la zone épaisse avec l'injection par la face fine ne semble pas causer de problème, ce qui semble partiellement questionner le résultat obtenu grâce au modèle multi-1D de Gabriel Marcil St-Onge (Figure 5-22).

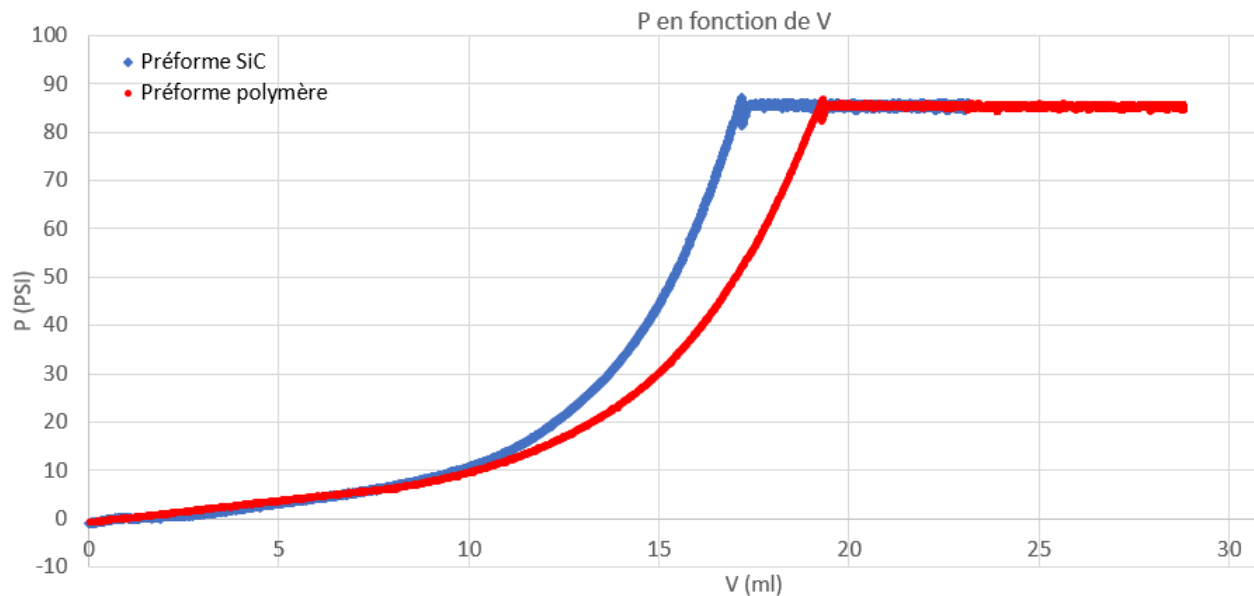


Figure 5-52 Courbes d'injection comparées pour la stratégie face fine – essai complet (présaturation sous vide)

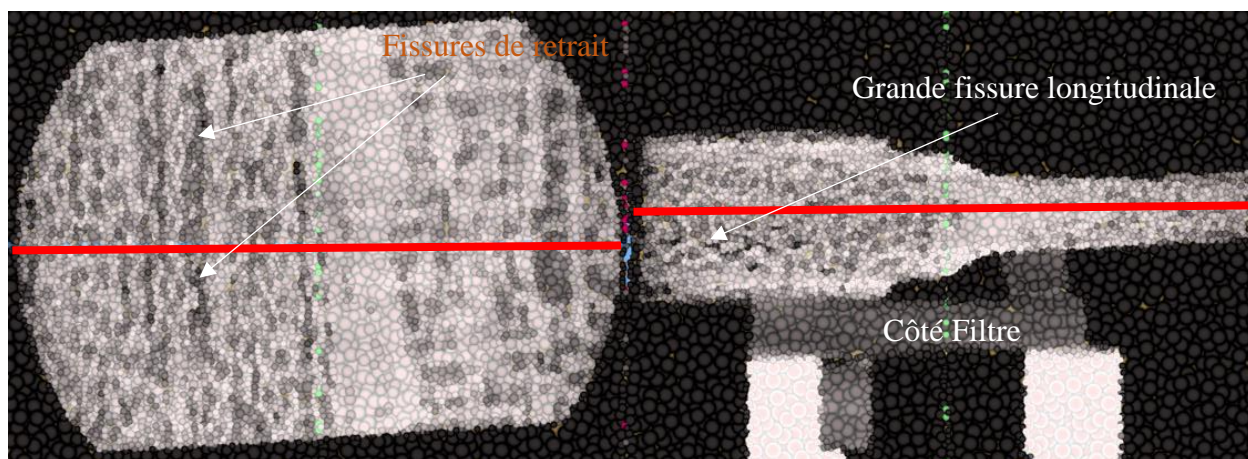


Figure 5-53 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face fine, avec présaturation sous vide. On remarque des fissures de retrait à gauche et une importante fissure longitudinale à droite.

5.2.6.6 Essais interrompus en configuration face complète et tranches

Dans cette partie, nous allons traiter des deux essais interrompus, menés en injection par la face complète et en injection par les tranches.

L'estimation du volume total à injecter pour remplir à moitié une préforme dans la configuration d'injection par la face complète est assez complexe, les courbes t/V ne donnant pas d'informations claires. Pour obtenir un ordre de grandeur, plusieurs techniques ont été employées, notamment le calcul et l'injection de préformes polymères. On peut d'abord utiliser l'équation (1.5). Un gâteau à moitié construit aurait typiquement une masse de 2,57 g, pour la construction du gâteau on a donc théoriquement besoin de 3,72 ml de barbotine. On doit également chasser l'eau de présaturation présent dans le moule, soit environ 6,3 ml (alimentation + préforme). Enfin, le système (colonne + durite + connecteurs + moule + capteur) contient, vraisemblablement, en moyenne 10 ml d'air à comprimer d'une pression inférieure ou égale 6 bars (nous utiliserons cette valeur pour le calcul), ce qui ajoute un volume supplémentaire de 8,5 ml à injecter. Cette valeur a été vérifiée grâce à une injection sur préforme polymère menée avec la version non filtrante de la matrice de filtration, le volume déplacé a permis de remonter au volume d'air dans le système en utilisant la loi des gaz parfaits. Cela nous donne environ 18,5 ml à injecter, valeur confirmée par les essais sur préformes polymères.

On peut effectuer le même calcul pour obtenir le volume d'injection par les tranches. Cette fois-ci, on doit construire un gâteau de 2,69 g (jeu sur les côtés de la pièce à remplir), soit 3,89 ml de barbotine et on a un volume d'eau de 8 ml environ, donc un total d'environ 20,5 ml, valeur globalement identique à celle trouvée par dichotomie grâce à l'injection de préformes polymères.

Il est à ajouter que pour ces essais, il était important d'éponger le surplus de barbotine dans la préforme et de la faire sécher face de filtration vers le haut. Dans le cas contraire, la sédimentation de la poudre aurait empêché la qualification du front (la Figure 5-54 illustre bien ce phénomène de sédimentation pendant le séchage).

Après injection, on a constaté que la croissance du cru a été interrompue au moment de la construction dans la peau côté filtre, construisant environ 1 g de cru dans les deux cas (Figure 5-54). Il manquait donc entre 1,5 et 2,5 ml de barbotine injectée pour obtenir un front lisible. Ce problème a probablement été causé par une sous-estimation du volume d'air et du volume de gâteau inutile construit (couche de gâteau en surface du composite, gâteau construit entre la géométrie filtrante et le carter, etc.). Dans les deux cas on note que la peau semble se construire en premier (Figure 5-54), de la même manière qu'indiqué par l'outil de simulation (Figure 5-21).

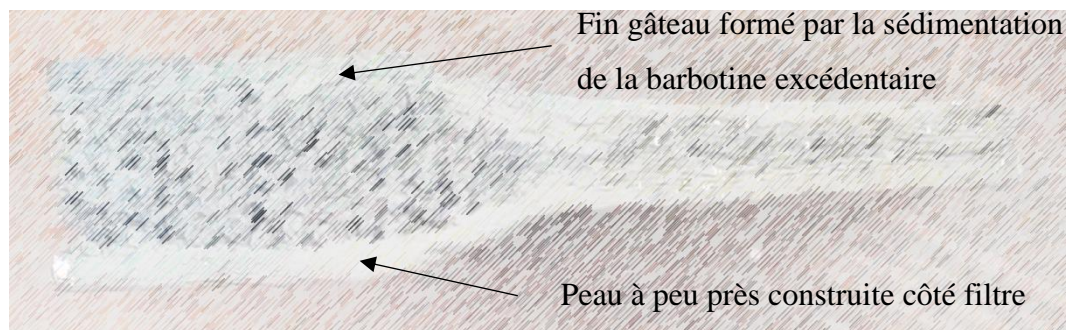


Figure 5-54 Photo de côté du premier essai interrompu sur préforme SiC injectée par les tranches

Cependant, pour tout de même pouvoir qualifier le front à un stade plus avancé, un lavage de la préforme a été tenté pour permettre une réinjection. Les échantillons ont ainsi été mis dans des bécjers remplis d'eau de présaturation, eux-mêmes dans le bain à ultrason (l'eau des bécjers étant changée régulièrement), cela pendant 30 min. Ils ont ensuite été laissés dans le bain à ultrason avec de l'eau chaude changée en continue par circulation (ajout et évacuation continue grâce à un système de tuyaux) pendant une heure, permettant une diffusion optimale des particules de poudres. Ces deux opérations, ont permis de réduire à environ 0,5 g la masse de poudre encore présente dans les préformes.

Ainsi les préformes ont été réinjectées avec respectivement 25 ml de barbotine pour l'injection par les tranches et 23 ml pour l'injection par la face complète (chaque stratégie ayant été utilisée sur la préforme initialement employée et avec les mêmes faces d'injection et de filtration). Les résultats permettent finalement une bonne lecture du front (Figures 5-55 et 5-56) en atteignant un remplissage de l'ordre de 60% (Tableau 5-3).

On remarque sur les microtomographies, que le front lors de l'injection par la face complète semble effectivement correspondre à la forme prédite par le modèle de simulation multi-1D (Figure 5-21), ensuite, celui en injection par les tranches semble globalement plan (Figure 5-56). Dans les deux cas, ces résultats sont à modérer, car possiblement faussés par la première injection des préformes, le lavage ne les ayant pas rétablis dans leur état d'origine. De plus la complexité du tissage, rend plutôt difficile la lecture du front.

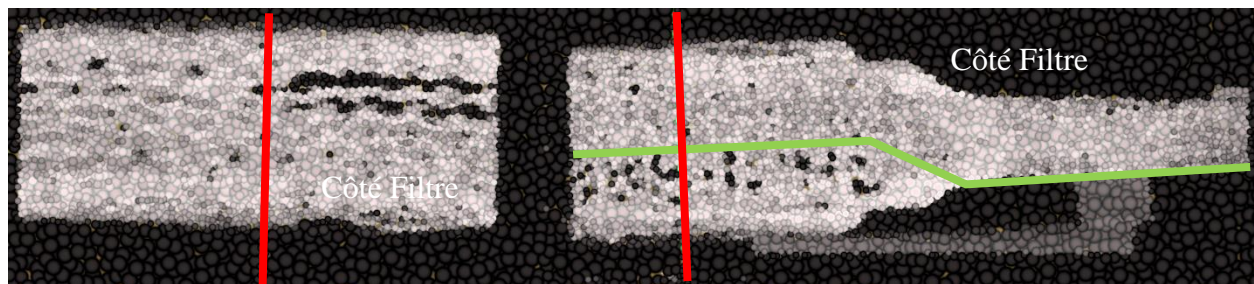


Figure 5-55 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par la face complète en injection interrompue, avec présaturation sous vide. En vert, la forme approximative du front.

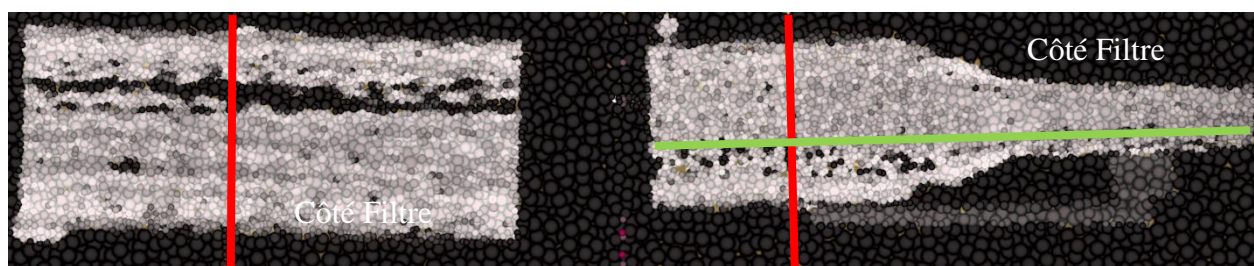


Figure 5-56 Vues en coupe de microtomographie de l'échantillon injecté par les tranches en injection interrompue, avec présaturation sous vide

5.2.6.7 Conclusions

Si les conclusions apportées par ces résultats sont sujettes à caution à cause du faible nombre d'essais menés et du manque de répétabilité du système, on peut tout de même constater certaines tendances. Ainsi le modèle multi-1D semble trop pessimiste en termes de remplissage sur les cas défavorables comme l'injection par la face fine, l'expérience montrant un bon remplissage dans cette configuration.

Ensuite on constate que le meilleur remplissage est offert par l'injection par les tranches, rempli en environ une heure (Tableau 5-3). Il est cependant difficile de conclure, l'essai par la face complète ayant vraisemblablement souffert d'une quantité massive de bulles (le remplissage est même inférieur au premier essai par la face fine ce qui paraît incohérent).

On note également un manque de remplissage des peaux des échantillons sur tous les essais, appelant peut-être à des ajustements sur le tissage en surface. Dans le même ordre d'idée, certaines zones de la section fine semblent difficiles d'accès pour la barbotine à cause du tissage.

On peut aussi observer un comportement plutôt similaire entre préforme polymère et SiC sur la localisation des pores en injection par les faces.

On remarque de plus que, comme l'ont montré les essais YX, il semble que le front ait tendance à rester parallèle au filtre pour l'injection par les tranches (proche d'une injection YX), même si le tout début de l'injection semble suivre la forme du filtre. Le front en injection par la face complète semble quant à lui suivre le modèle de remplissage proposé par la simulation.

Enfin, d'un point de vue technologique, le moule s'est plutôt bien comporté et a montré le bon fonctionnement du matériau filtrant 3D fourni par Safran. Il a également permis de constater l'intérêt de l'impression 3D, pour la fabrication de joints, mais aussi pour celle de préformes polymères. Ayant subi une trentaine d'injections sans subir de dégradation, on confirme qu'un moule en aluminium suffit pour la recherche. Enfin, il a permis de souligner l'intérêt d'une présaturation sous vide et l'importance d'un entretien adéquat du filtre en cas de filtres réutilisables.

CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

La réalisation de ce projet a permis l'obtention de données quantitatives et qualitatives sur la fabrication de CMC SiC/SiC par injection/filtration de barbotine, d'abord sur le comportement du procédé avec une stratégie inusuelle, en injectant une plaque par sa tranche et non par une face, et ensuite sur le remplissage d'un composite de forme relativement complexe dans sa géométrie et son tissage, l'éprouvette à épaisseur variable.

Cette acquisition d'information est passée par la définition des stratégies à tester, la conception et la réalisation du moule, sa validation, l'injection des préformes poreuses puis leur analyse, parcourant un cycle en V complet.

Le projet a permis de répondre aux objectifs sur le moule longitudinal et sur le moule de l'éprouvette à épaisseur variable. Ainsi l'exploitation des moules a mis en avant des points technologiques importants. Il est essentiel d'avoir une cavité ne se déformant pas face à la pression exercée par la barbotine. Ensuite, il est possible de fabriquer des joints fonctionnels en TPE par impression 3D. De plus, le travail sur l'étanchéité entre les filtres et leurs supports est l'un des éléments auquel il faut être le plus attentif durant la conception. L'aluminium est généralement suffisant pour la fabrication des pièces métalliques. D'autre part, l'injection par un quadrillage de rainures semble adaptée au couplage de l'injection et du maintien de la préforme et de la géométrie. Si permis par le budget, il a également été remarqué que la filtration à l'aide d'éléments poreux usinés en 3D fonctionne bien, mais il est alors important d'entretenir ces filtres réutilisables de manière à éviter leur dégradation. Enfin, il est préférable de permettre la mise sous vide du moule immergé pour réduire la formation de macropores (issus du gaz piégé dans la préforme) dans le composite.

Du point de vue du comportement du procédé, on retient également plusieurs éléments quantitatifs et qualitatifs. D'abord dans le cas d'une injection YX, le front de construction est globalement plan sur la longueur étudiée, avec néanmoins un certain étalement (entre 0,2 et 0,6 mm). La croissance du cru est bien linéaire en fonction du temps en injection à débit constant et en racine carrée du temps lors d'une injection à pression constante. Il est donc préférable d'avoir l'ensemble de la construction du composite en injection à débit contrôlé pour limiter le temps d'injection. Cela nécessite donc de dimensionner le moule pour pouvoir résister à une pression maximale qui serait

celle atteinte en fin de montée en pression à débit constant nécessaire à la construction complète de la pièce. Pour le cas YX, on constate que pour une pression de 3 bars on construit une épaisseur d'environ 1,7 mm en débit imposé avec la préforme utilisée.

Ensuite pour les essais menés sur les préformes d'éprouvettes à épaisseur variable, on observe dans un premier temps une divergence entre le modèle multi-1D et la réalité sur l'essai en injection par la face fine, la simulation se montrant trop pessimiste ou utilisant des modèles insuffisamment précis, ou alors, le moule souffrant de trop de jeu et de chemins préférentiels non présents dans la simulation. De plus on note un meilleur remplissage avec une injection par les tranches, donc dans le sens des fibres. D'autre part, on observe des problèmes de remplissage dans les zones d'interlock très denses et serrées comme les peaux et la section fine de l'éprouvette à épaisseur variable. Enfin, le front de remplissage semble bien correspondre à celui prédit par la simulation dans le cas de l'injection par la face complète et semble globalement plan pour l'injection par les tranches (cas non traité par le programme de simulation).

Par la suite, il serait important d'effectuer des répétitions des essais présentés dans ce mémoire, cela pour les valider, en effet le faible nombre d'essais et le système utilisé rendent les résultats incertains. Il serait également intéressant de mener des essais YX sur de préformes beaucoup plus longues pour évaluer l'influence des pertes de charges et la longueur maximale injectable. On pourrait également s'intéresser plus en profondeur aux préformes polymères imprimées en 3D, cela de deux manières. On peut d'abord essayer de reproduire plus fidèlement la structure des préformes réelles en créant un maillage STL à partir de microtomographies de préformes vide et les imprimer fidèlement par stéréolithographie. On peut ensuite s'intéresser aux préformes gyroïdes plus en détail. En effet, par essais comparés, elles permettent de repérer les défauts causés par le tissage ce qui permet de modifier la fabrication des préformes SiC en conséquence. On devra enfin mener des essais sur d'autres formes complexes jusqu'à avoir une idée plus précise du comportement du procédé sur un panel de cas typiques. On peut même travailler sur la conception de moules instrumentés permettant une analyse de la construction directement pendant l'injection. Fort de cette expérience, on pourra se concentrer sur des pièces réelles jusqu'à l'obtention de bons résultats qui permettront le lancement de la phase de pré-industrialisation, avec la fabrication en série de lots de plus en plus gros couplée à un contrôle qualité.

RÉFÉRENCES

1. Oxley D, Jain C Global Air Passenger Markets: Riding Out Periods of Turbulence. 3
2. Média : Consommation des avions de ligne - Encyclopædia Universalis. <https://www.universalis.fr/media/DE090041/>. Accessed 19 Jul 2022
3. Clean Sky. <https://eur-lex.europa.eu/FR/legal-content/summary/clean-sky.html>. Accessed 20 Jul 2022
4. Clean Sky 2 | Clean Aviation. <https://www.clean-aviation.eu/clean-sky-2>. Accessed 20 Jul 2022
5. Tough Targets and a Global Sectoral Approach - Aviation's Copenhagen Commitment. <https://www.iata.org/en/pressroom/2009-releases/2009-10-06-01/>. Accessed 20 Jul 2022
6. Carbon Offsetting and Reduction Scheme for International Aviation (CORSIA). <https://www.icao.int/environmental-protection/CORSIA/Pages/default.aspx>. Accessed 20 Jul 2022
7. Muktinutalapati N (2011) Materials for Gas Turbines - An Overview. In: Advances in Gas Turbine Technology
8. Katoh Y, Snead L (2019) Silicon carbide and its composites for nuclear applications – Historical overview. Journal of Nuclear Materials 526:151849. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.151849>
9. Blog TGA (2019) Ceramic Matrix Composite Technology is GE's Centerpiece Jet Propulsion Strategy for the 21st Century. In: The GE Aviation Blog | Aerospace & Flight News. <https://blog.geaviation.com/technology/42869/>. Accessed 23 Jul 2022
10. Zhao J-C, Westbrook JH (2003) Ultrahigh-Temperature Materials for Jet Engines. MRS Bulletin 28:622–630. <https://doi.org/10.1557/mrs2003.189>
11. Raynaud C Propriétés physiques et électroniques du carbure de silicium (SiC). Techniques de l'Ingénieur

12. Luo X, Goel S, Reuben RL (2012) A quantitative assessment of nanometric machinability of major polytypes of single crystal silicon carbide. *Journal of the European Ceramic Society* 32:3423–3434. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2012.04.016>
13. Tuci G, Liu Y, Rossin A, et al (2021) Porous Silicon Carbide (SiC): A Chance for Improving Catalysts or Just Another Active-Phase Carrier? *Chem Rev* 121:10559–10665. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.1c00269>
14. Wu R, Zhou K, Yue CY, et al (2015) Recent progress in synthesis, properties and potential applications of SiC nanomaterials. *Progress in Materials Science* 72:1–60. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.01.003>
15. Micallef C, Zhuk Y, Aria A (2020) Recent Progress in Precision Machining and Surface Finishing of Tungsten Carbide Hard Composite Coatings. *Coatings* 10:731. <https://doi.org/10.3390/coatings10080731>
16. ASM Aerospace Specification Metals, Inc. | Distributeur de métaux Florida Aerospace. <https://aerospacemetals.com/>
17. Balat-Pichelin M (2021) Céramiques ultra-réfractaires. *Techniques de l'Ingénieur*
18. New Semiconductor Materials. Characteristics and Properties. <http://www.ioffe.ru/SVA/>
19. Lefort P (2018) Céramiques - Typologie des produits. *Techniques de l'Ingénieur*
20. Yvon P, Carré F (2009) Structural materials challenges for advanced reactor systems. *Journal of Nuclear Materials* 385:217–222. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.11.026>
21. Simonenko E, Simonenko N, Sevastyanov V, Kuznetsov N (2019) ZrB₂/HfB₂-SiC Ceramics Modified by Refractory Carbides: An Overview. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. <https://doi.org/10.1134/S0036023619140079>
22. Tanaka H (2011) Silicon carbide powder and sintered materials. *Journal of the Ceramic Society of Japan* 119:218–233. <https://doi.org/10.2109/jcersj2.119.218>
23. Camassel J, Contreras S (2017) Matériaux semiconducteurs à grand gap : le carbure de silicium (SiC). *Techniques de l'Ingénieur*
24. Camus G, Lorrette C, Paillet R, Reigner Be Matériaux composites à matrice céramique et à renfort par fibres longues. *Techniques de l'Ingénieur*

25. Naslain R, Christin F (2003) SiC-Matrix Composite Materials for Advanced Jet Engines. *MRS Bulletin* 28:654–658. <https://doi.org/10.1557/mrs2003.193>
26. Knovel - Composite Materials Handbook, Volume 5 - Ceramic Matrix Composites (CMH-17)
27. Lamon J, Bansal NP (2014) *Ceramic Matrix Composites: Materials, Modeling and Technology*. John Wiley & Sons
28. Prel Y *Structures composites pour le lanceur Ariane*. Techniques de l'Ingénieur
29. David P, Gosmain L *Graphites et composites C/C pour réacteurs nucléaires de 4e génération*. Techniques de l'Ingénieur
30. Lefort P (2018) *Céramiques - Caractéristiques et technologies*
31. Tout savoir sur le composite | Techniques de l'Ingénieur. <https://www.techniques-ingenieur.fr/glossaire/composite>. Accessed 21 Apr 2022
32. Dupeux M *SCIENCES SUP ; AIDE-MEMOIRE ; science des matériaux (2e édition)* - Michel Dupeux - Dunod - Grand format - Librairie Gallimard PARIS
33. Cavalier J-C, Christin F *Matériaux composites thermostructuraux*. Techniques de l'Ingénieur
34. BOISSE P *Mise en forme des renforts fibreux de composites*. Techniques de l'Ingénieur
35. Caramaro L *Textiles à usage technique*. Techniques de l'Ingénieur
36. Boussu F, Charleux F, Decrette M *Tissage 3D*. Techniques de l'Ingénieur
37. Nemoz G *Textures textiles tridimensionnelles*. Techniques de l'Ingénieur
38. SubsTech.com. http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=main_page. Accessed 29 Mar 2022
39. Wang X, Gao X, Zhang Z, et al (2021) Advances in modifications and high-temperature applications of silicon carbide ceramic matrix composites in aerospace: A focused review. *Journal of the European Ceramic Society* 41:4671–4688. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.03.051>

40. Naslain RR (1998) The design of the fibre-matrix interfacial zone in ceramic matrix composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 29:1145–1155. [https://doi.org/10.1016/S1359-835X\(97\)00128-0](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(97)00128-0)
41. Naslain R (2005) Fiber-reinforced ceramic matrix composites: state of the art, challenge and perspective. undefined
42. Chawla KK (2013) *Ceramic Matrix Composites: Second Edition*. Springer Science & Business Media
43. Scola A (2018) Etude du procédé d'injection flexible pour le moulage par voie liquide de composites à matrice céramique Oxyde/Oxyde. Polytechnique Montréal
44. Yu H, Zhou X, Wang H, et al (2009) Processing and properties of 2D SiC/SiC composites by precursor infiltration and pyrolysis. *J Cent South Univ Technol* 16:190–194. <https://doi.org/10.1007/s11771-009-0032-4>
45. Luo Z, Zhou X, Yu J (2014) Mechanical properties of SiC/SiC composites by PIP process with a new precursor at elevated temperature. *Materials Science and Engineering: A* 607:155–161. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.011>
46. Zhu W, Fu H, Xu Z, et al (2018) Fabrication and characterization of carbon fiber reinforced SiC ceramic matrix composites based on 3D printing technology. *Journal of the European Ceramic Society* 38:4604–4613. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.06.022>
47. Mainzer B, Roder K, Wöckel L, et al (2016) Development of wound SiCBN_x/SiN_x/SiC with near stoichiometric SiC matrix via LSI process. *Journal of the European Ceramic Society* 36:1571–1580. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.12.015>
48. Mainzer B, Jemmali R, Watermeyer P, et al (2017) Development of damage-tolerant ceramic matrix composites (SiC/ SiC) using Si-BN/SiC/pyC fiber coatings and LSI processing. *Journal of Ceramic Science and Technology* 8:113–120. <https://doi.org/10.4416/JCST2016-00095>
49. Naslain R (2004) Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview. *Composites Science and Technology* 64:155–170. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00230-6](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00230-6)

50. Lim K-Y (2008) Fabrication of Dense 2D SiC Fiber-SiC Matrix Composites by Slurry Infiltration and a Stacking Process. *Met Mater -Int* 14:589–591. <https://doi.org/10.3365/met.mat.2008.10.589>
51. Kohyama A, Singh M, Lin H-T, Katoh Y (2012) *Advances in SiC / SiC Ceramic Composites: Developments and Applications in Energy Systems*. John Wiley & Sons
52. Chawla KK, Chawla N (2001) *Processing of Ceramic-Matrix Composites*. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v21.a0003421>
53. Shimoda K, Kohyama A, Hinoki T (2009) High mechanical performance SiC/SiC composites by NITE process with tailoring of appropriate fabrication temperature to fiber volume fraction. *Composites Science and Technology* 69:1623–1628. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.03.011>
54. Lee S-H, Weinmann M, Aldinger F (2007) Fabrication of Fiber-Reinforced Ceramic Composites by the Modified Slurry Infiltration Technique. *Journal of the American Ceramic Society* 90:2657–2660. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2007.01795.x>
55. Zhou J, Chase G g., Almansour A, et al (2018) EBC Slurry Infiltrated Matrix/Coatings For Woven SiC/SiC Composites. In: *Proceedings of the 41st International Conference on Advanced Ceramics and Composites*. John Wiley & Sons, Ltd, pp 137–145
56. Nannetti CA, Ortona A, de Pinto DA, Riccardi B (2004) Manufacturing SiC-Fiber-Reinforced SiC Matrix Composites by Improved CVI/Slurry Infiltration/Polymer Impregnation and Pyrolysis. *Journal of the American Ceramic Society* 87:1205–1209. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2004.tb20093.x>
57. Magnant J, Pailler R, Le Petitcorps Y, et al (2013) Fiber-reinforced ceramic matrix composites processed by a hybrid technique based on chemical vapor infiltration, slurry impregnation and spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society* 33:181–190. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2012.07.040>
58. Sayano A, Sutoh C, Suyama S, et al (1999) Development of a reaction-sintered silicon carbide matrix composite. *Journal of Nuclear Materials* 271–272:467–471. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(98\)00802-2](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(98)00802-2)

59. Lee K, Zhu D, Wiesner VL, et al (2016) Environmental Barrier Coatings for Ceramic Matrix Composites - An Overview
60. Bansal NP (2005) Handbook of Ceramic Composites. Kluwer Academic Publisher
61. Baker B, Rubio V, Ramanujam P, et al (2019) Development of a slurry injection technique for continuous fibre ultra-high temperature ceramic matrix composites. *Journal of the European Ceramic Society* 39:3927–3937. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2019.05.070>
62. Novak S, Dražić G, König K, Iveković A (2010) Preparation of SiCf/SiC composites by the slip infiltration and transient eutectoid (SITE) process. *Journal of Nuclear Materials* 399:167–174. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.01.014>
63. Gao Z, Lv X, Cheng L, et al (2021) Combination of gel-casting and reactive melt infiltration for rapid fabrication of SiCw/SiC composites. *Ceramics International* 47:14375–14381. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.02.016>
64. Éléments de mécanique des fluides. In: *Techniques de l'Ingénieur*. <https://www-techniques-ingenieur-fr.rp1.ensam.eu/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/transfert-de-matiere-en-genie-des-procedes-42326210/elements-de-mecanique-des-fluides-j1065/>. Accessed 10 Apr 2022
65. Ruth BF (1946) Correlating Filtration Theory with Industrial Practice. *Ind Eng Chem* 38:564–571. <https://doi.org/10.1021/ie50438a010>
66. Filtration sur support. In: *Techniques de l'Ingénieur*. <https://www-techniques-ingenieur-fr.rp1.ensam.eu/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/operations-unitaires-separation-de-phases-decantation-et-filtration-42484210/filtration-sur-support-j3501/>. Accessed 10 Apr 2022
67. Darcy H (1856) *Les fontaines publiques de la ville de Dijon: Exposition et application des principes à suivre et des formules à employer dans les questions de distribution d'eau; ouvrage terminé par un appendice relatif aux fournitures d'eau de plusieurs villes au filtrage des eaux et à la fabrication des tuyaux de fonte, de plomb, de tôle et de bitume*. Victor Dalmont, Libraire des Corps impériaux des ponts et chaussées et des mines

68. Belfort G, Davis RH, Zydney AL (1994) The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration. *Journal of Membrane Science* 96:1–58. [https://doi.org/10.1016/0376-7388\(94\)00119-7](https://doi.org/10.1016/0376-7388(94)00119-7)
69. Sperry D (1916) The principle of filtration. In: *Metallurgical & Chemical Engineering*. Electrochemical Publishing Company
70. Tien C (2002) Cake filtration research—a personal view. *Powder Technology* 127:1–8. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(02\)00063-3](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(02)00063-3)
71. Russell T, Bedrikovetsky P (2021) Boltzmann’s colloidal transport in porous media with velocity-dependent capture probability. *Physics of Fluids* 33:053306. <https://doi.org/10.1063/5.0035392>
72. Ward JC (1964) Turbulent Flow in Porous Media. *Journal of the Hydraulics Division* 90:1–12. <https://doi.org/10.1061/JYCEAJ.0001096>
73. Ergun S, Orning AA (1949) Fluid Flow through Randomly Packed Columns and Fluidized Beds. *Ind Eng Chem* 41:1179–1184. <https://doi.org/10.1021/ie50474a011>
74. Filtration en profondeur. In: *Techniques de l’Ingénieur*. <https://www-techniques-ingenieur-fr.rpl.ensam.eu/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/operations-unitaires-separation-de-phases-decantation-et-filtration-42484210/filtration-en-profondeur-j3503/>. Accessed 10 Apr 2022
75. Décantation – Filtration. In: *Techniques de l’Ingénieur*. <https://www-techniques-ingenieur-fr.rpl.ensam.eu/base-documentaire/mesures-analyses-th1/chromatographie-et-techniques-separatives-42385210/decantation-filtration-p1415/>. Accessed 10 Apr 2022
76. Molnar IL, Pensini E, Asad MA, et al (2019) Colloid Transport in Porous Media: A Review of Classical Mechanisms and Emerging Topics. *Transp Porous Med* 130:129–156. <https://doi.org/10.1007/s11242-019-01270-6>
77. Herzig JP, Leclerc DM, Goff PLe (1970) Flow of Suspensions through Porous Media—Application to Deep Filtration. *Ind Eng Chem* 62:8–35. <https://doi.org/10.1021/ie50725a003>

78. Scola A, Eberling-Fux N, Turenne S, Ruiz E (2019) New liquid processing of oxide/oxide 3D woven ceramic matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society* 102:3256–3268. <https://doi.org/10.1111/jace.16235>
79. Scola A, Podgorski M, Eberling-Fux N, et al (2019) Novel device for in situ process characterization of oxide/oxide ceramic matrix composites fabricated by flexible injection. *Journal of the American Ceramic Society* 102:2337–2352. <https://doi.org/10.1111/jace.16125>
80. Griesser A (2012) Réalisation de matériaux composites à conductivité thermique accrue pour l'aéronautique. Theses, Université Bordeaux 1
81. Ledain O (2014) Elaboration de matrices céramiques par un nouveau procédé hybride : imprégnation de poudres et CVI réactive. Phdthesis, Université de Bordeaux
82. Taillet B (2014) Procédés alternatifs pour l'élaboration de matériaux composites à matrice céramique. Phdthesis, Université de Bordeaux
83. Marchais A (2016) Etude des mécanismes de montée capillaire du silicium liquide au sein d'une préforme en carbure de silicium. Phdthesis, Université de Bordeaux
84. Dugois K (2017) Simulation à l'échelle microscopique et analyse macroscopique de l'imprégnation d'un matériau composite par un fluide chargé en particules. Phdthesis, Université de Bordeaux
85. Pons A (2017) Simulation numérique de la montée capillaire en espace confiné, en vue de l'application à des procédés d'élaboration de matériaux composites par imprégnation non-réactive ou réactive. Phdthesis, Université de Bordeaux
86. Garrido LB, Aglietti EF (2001) Pressure filtration and slip casting of mixed alumina–zircon suspensions. *Journal of the European Ceramic Society* 21:2259–2266. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(00\)00311-3](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(00)00311-3)